

**INSTITUT DE RECHERCHES  
AGRONOMIQUES DU LIBAN  
(I.R.A.L)**

**OFFICE DE RECHERCHES  
SCIENTIFIQUES ET TECHNIQUES  
D'OUTRE MER (O.R.S.T.O.M)**

**ANALYSE "TRIAcide" DES SOLS CALCAIRES**

**Par**

**M. THIEBAUD**

**CHIMISTE ORSTOM**

**Tell-Amara**

**1971**

Avant-Propos

L'analyse triacide dans sa codification habituelle n'est pas applicable aux sols calcaires ( $\text{CO}_3\text{Ca} > 10\%$ ). De tels sols ne sont pas rares au Liban et bien souvent d'ailleurs avec un caractère calcaire nettement plus accusé.

Sur de tels sols, l'acide sulfurique abondamment introduit au moment de l'attaque réagit sur les cations alcalino-terreux pour former des sulfates insolubles qui gênent la bonne marche de l'analyse.

Dès le début des opérations ces sulfates s'interposent entre les fines particules de sol et les acides, et la destruction des silicates se trouve compromise.

Par voie de conséquence la détermination du quartz est entachée d'une erreur par excès tandis que celle de la silice des silicates et des éléments qui l'accompagnent d'une erreur par défaut.

Par la suite, l'insolubilisation de la silice par frittage chlorhydrique perd de son efficacité dans ce milieu "enrobant" et le chiffre retenu pour ce dosage une nouvelle fois sujet à caution.

D'autre part la faible solubilité des sulfates incidemment formés est une cause de surcharge des éléments sur filtre ce qui ajoute encore aux précédentes incertitudes. Pour la même raison, une erreur par défaut risque d'intervenir dans les dosages ultérieurs du calcium et du magnésium.

Ces conséquences fâcheuses sont d'autant plus à craindre que les sols étudiés sont plus riches en calcaire.

Le protocole adopté à TELL AMARA donne directement le bilan complet des éléments totaux d'un sol quelle que soit sa teneur en calcaire, résultat que ne peut fournir le mode opératoire traditionnel qui ne porte, en raison des difficultés précitées que sur la fraction argileuse préalablement séparée.

### Principe

Une prise d'échantillon dont le poids est déterminé en fonction de la teneur en calcaire du sol est soumise à une "décarbonation" préalable qui assure la dissolution des cations alcalino-terreux sans attaque sensible des argiles contenues dans le sol.

Cette attaque ménagée est menée avec une solution d'acide chlorydrique N/5.

Les produits résultant de cette opération : l'insoluble et la solution chlorydrique, sont séparés par filtration "M E A U M E".

- L'insoluble qui représente le sol démuné de son calcaire est alors traité suivant les normes de l'analyse triacide classique pour les dosages du quartz et de la silice des silicates.

- La solution chlorydrique qui contient la presque totalité du calcium et du magnésium, un peu de silice ainsi que de petites quantités de sesquioxides etc....., est reprise par frittage chlorydrique pour le dosage de la silice entraînée.

Cette nouvelle fraction de silice ainsi mise en évidence est notée séparément dans l'établissement des résultats en raison de sa mobilité particulière. Elle correspond à la désignation : silice de décarbonatation.

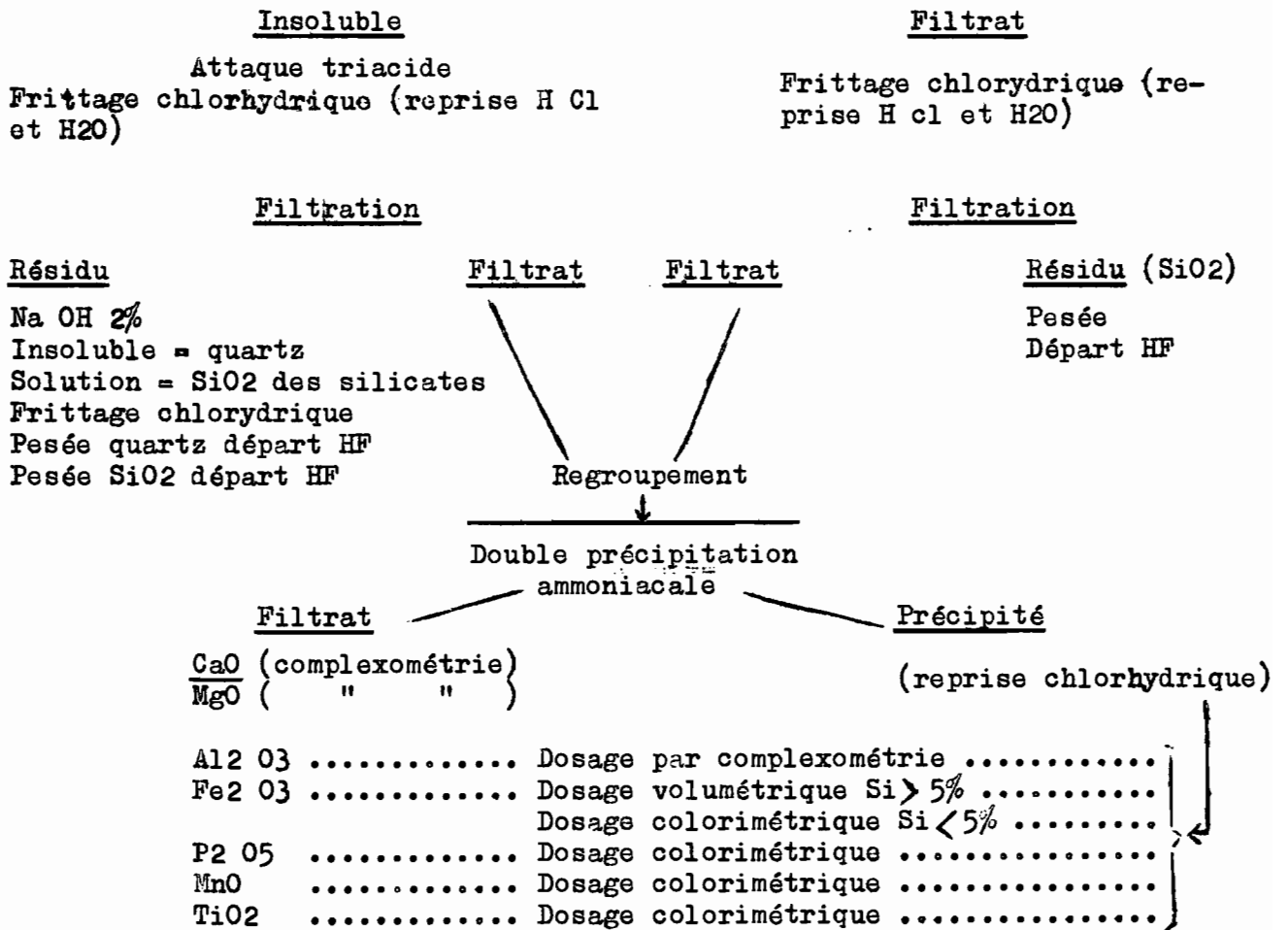
Les silices étant dosées de part et d'autre, les filtrats résultant des différentes séparations sont regroupés dans le même flacon jaugé et l'analyse poursuivie suivant les normes coutumières.

=====

La mise en application de ce mode opératoire nécessite quelques déterminations préliminaires et l'emploi du platine pour le dosage de la silice.

Schéma de l'analyse

- 1°) Préparation de l'échantillon
- 2°) Déterminations préliminaires
  - Dosage de l'humidité
  - Dosage de la perte au feu
  - Dosage du calcaire
  - Détermination du poids de prise
  - Calcul de H ClM/5 de "Décarbonatation"
- 3°) Décarbonatation
- 4°) Séparation par filtration M E A U M E



=====

Le sodium et le potassium sont dosés sur une prise séparée au photomètre de flamme après solubilisation par attaque combinée de l'acide perchlorique et de l'acide fluorhydrique.

### Préparation de l'échantillon

- 10g environ de sol séché à l'air (en équilibre avec l'hygrométrie de la pièce où s'effectuent les pesées) sont porphyrisés jusqu'à passage intégral au tamis 100 (module 24).

On obtient ainsi le sol fin frais qui est utilisé pour toutes les prises d'essai nécessitées par l'analyse.

### Détermination Préliminaire

#### Dosage de l'humidité.

Dans un flacon à tare (AFNOR - Couvercle coiffant H = 30m/m D = 35m/m n° 9234B - Prolabo)

Pesée de 2gr de sol fin frais et laisser une nuit à l'étuve réglée à 105°C.

Le poids avant (P1) et le poids après passage à l'étuve (P2) donne l'humidité pour 2 gr de sel.

$$\text{Humidité\% (H2O-)} = \frac{(P1-P2) \times 100}{2} - (\text{par rapport au poids frais})$$

Remarque : Le dosage de l'humidité est important car les résultats de l'analyse sont donnés pour un sol sec, or pour éviter les reprises d'humidité d'un sol sec au cours des pesées il est préférable de peser une prise de sol frais correspondant au poids de sol sec fixé pour la prise d'essai sachant que pour un pourcentage d'humidité H il faut pour avoir un gr de sol "sec" :

$$\frac{100}{100-H} \text{ gr de sol "frais"}$$

#### Dosage de la perte au feu.

La perte au feu comprend le CO<sub>2</sub> des carbonates, l'eau de constitution des minéraux et les matières organiques à l'exclusion de l'humidité.

Dans un creuset de porcelaine ou de platine taré peser en sol frais l'équivalent de 2gr de sol "sec" soit (P1).

Calciner pendant 4 heures au four à mouffle réglé à 1000°C.

Laisser refroidir en dessiccateur et peser (P2)

$$\text{Perte au feu} = \frac{(P1-P2) - \text{Humidité} \times 100}{2} \text{ par rapport au poids sec.}$$

#### Dosage du calcaire.

2

Au calcimètre BERNARD.

- Etalonnage de l'appareil avec une prise de carbonate de calcium pur et sec afin que le gaz dégagé donne une lecture voisine de la graduation 80 soit 0,300gr.

- Calculer le poids de la prise exprimé en sol sec, pour obtenir une lecture proche de la graduation de référence.

Soit :

v - le volume correspondant à 0,300gr de CO<sub>3</sub>Ca pur

V - le volume correspondant à la prise d'essai

P - le poids en grammes de la prise d'essai.

$$\text{Taux de calcaire (K)} = \frac{0,300 \times V \times 100}{v \times P}$$

Détermination du Poids de prise.

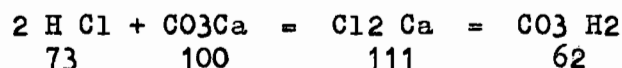
L'analyse triacide sur sol non calcaire est effectuée sur une prise d'échantillon de 1 gramme de sol sec.

Lorsque le sol est calcaire la décarbonatation préalable de l'échantillon diminue la prise destinée à ce traitement du poids des carbonates alcalino-terreux entraînés. Il importe donc pour demeurer dans les normes de l'analyse que le résidu insoluble résultant de la décarbonatation soit lui-même sensiblement égal à 1 gramme.

La teneur en calcaire du sol précédemment déterminée permet d'établir le poids de sol sec à peser pour chaque échantillon avec assez d'exactitude pour respecter cette condition. Toutefois pour simplifier, les chiffres sont arrondis au quart de gramme près : 1,250, 1,500gr, etc..

Les prises ainsi fixées sont traduites ensuite en sol frais.

Calcul de H Cl N/5 de décarbonatation.



Soit :

- P - le poids de prise
- K - la teneur en calcaire

$$\text{le calcaire a déplacé (K')} = \frac{P \times K}{100}$$

$$\text{la quantité H Cl nécessaire (Q)} = \frac{K' \times 73}{100}$$

$$\begin{array}{l}
 \text{D'autre part H Cl N/5} = 36,5/5 \text{ soit } 7,3\text{gr par litre} \\
 1 \text{ ml} \dots\dots\dots = 7,3\text{mgr H Cl}
 \end{array}$$

$$\text{Le volume de solution H Cl N/5 à utiliser (V)} = \frac{Q}{7,3}$$

=====

## Décarbonatation

=====

### Matériel.

Becher de 400ml Forme basse  
Entonnoir de "MEAUME" sur fiole à vide 750ml  
Fiole jaugée de 500ml

### Mode opératoire.

- Attaque de la prise placée dans un bécher de 400ml par H Cl N/5 introduit progressivement (poids d'échantillon et volume d'acide calculés comme précédemment.

- Agitation (à 3 reprises différentes à une heure d'intervalle)

- Repos la nuit

- Le lendemain, décantation de la solution claire sur filtre "MEAUME". Essorage du résidu dans le becher par égouttage.

- Lavage avec H Cl N/10 (l'eau distillée provoquerait la dispersion et l'entraînement des argiles).

- Essorage de la fraction de l'insoluble sur filtre par le vide et transport de celle-ci avec son support en papier filtre dans le becher d'attaque où est demeurée la majeure partie du résidu - au besoin récupérer les particules de sol adhérentes à la paroi de l'entonnoir avec un petit morceau de papier filtre humide.

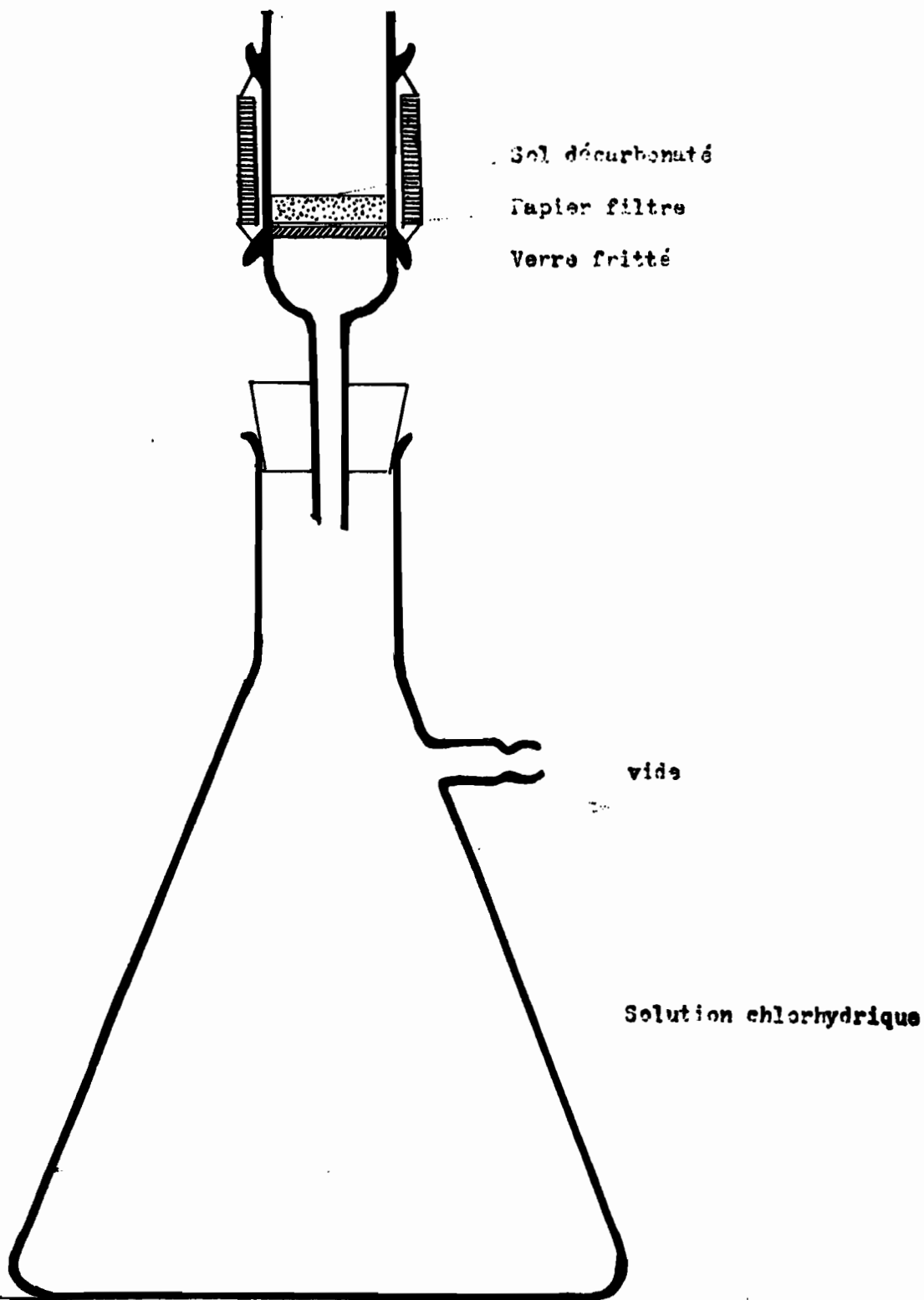
- Dessiccation de l'insoluble ainsi rassemblé sur plaque chauffante tiède. L'échantillon décarbonaté se trouve alors dans les conditions requises pour l'analyse triacide.

- La solution chlorhydrique provenant de cette séparation - filtrat F(1) est transvasée dans un becher de 400ml, puis soumise à un frittage chlorhydrique.:

- Evaporation jusqu'à début de siccité sur plaque chauffante modérée.

- Dessiccation complète à l'étuve réglée à 105°C pendant 2 heures.

Filtration "MEAUME"





Traitement de l'Insoluble

=====

(après décarbonatation)

Attaque triacide.

Réactifs :

Mélange sulfonitrique	SO <sub>4</sub> H <sub>2</sub>	d = 1,84 .....	2 parties
	NO <sub>3</sub> H	d = 1,40 .....	3 parties
Acide chlorhydrique		d = 1,19 .....	5 parties

Mode opératoire :

- Introductions successives dans le bécber contenant l'insoluble, de 25ml de mélange sulfonitrique - Délayage du résidu avec un agitateur, couvrir avec un verre de montre.

- Digestion une nuit pour amener la destruction du papier filtre.

- 25ml de H Cl concentré puis porter sur plaque chauffante et pousser progressivement le chauffage - Découvrir le bécber à fin de vapeurs rouges.

- Evaporation à sec (fin de dégagement des fumées blanches, durée de l'opération environ 20 heures).

Seconde attaque triacide.

- Reprise par 25ml de H Cl concentré - Digestion sur plaque chauffante tiède jusqu'à désagrégation du résidu.

- Addition de 25ml de mélange sulfonitrique.

- Evaporation à sec comme indiqué précédemment.

Frittage VAN TONGEREN.

- Addition d'une pincée de nitrate d'ammonium et de quelques ml de NO<sub>3</sub>H.

- Désagrégation du résidu par chauffage modéré et l'aide d'un agitateur.

- Evaporation à sec sans dépasser la température de 100/110°C. Maintenir cette température pendant une heure.

Reprise et filtration.

- Addition de 5ml de H Cl concentré et 100ml d'eau distillée.

- Chauffage modéré jusqu'à désagrégation du résidu.

- Filtration et lavage avec H Cl 10% chaud, puis avec H Cl 10% froid.

La solution chlorhydrique provenant de cette séparation - filtrat f (2) est recueillie dans une fiole jaugée de 500ml - R (1)

Le résidu sur filtre comprend les minéraux qui ont résisté à l'attaque triacide principalement le quartz et la silice provenant des silicates décomposés.

#### Dosage du quartz.

- Remplacement de la fiole jaugée R (1) contenant le filtrat F (2) par un bécher de 250ml.
- Lessivage sur filtre de la silice des silicates par une solution chaude de soude à 80° C et une concentration de 2% distribuée par fractions de 5ml jusqu'à concurrence de 120ml.
- Lavage de quartz isolé sur filtre deux fois avec H Cl dilué et trois fois avec de l'eau distillée.
- Calcination du quartz dans un creuset de platine taré au four à moufle réglé à 1000° C pendant 4 heures.
- Pesée après refroidissement en dessiccateur.
- Le filtrat F (3) résultant de la séparation du quartz est réservé pour le dosage de la silice des silicates.

#### Contrôle de la pureté du quartz.

- Addition de HF en quantité suffisante pour humecter le quartz plus un excès de 2 à 3ml.
- Dessiccation sur plaque chauffante modérée.
- Calcination une heure au four à moufle réglé à 1000° C.
- Pesée après refroidissement en dessiccateur.

#### Etablissement du résultat du quartz.

- La pesée avant et après départ fluorhydrique donne le poids du quartz contenu dans la prise.
- La différence entre le poids du creuset vide et le poids du creuset après départ fluorhydrique donne le poids des impuretés contenues dans le quartz.

#### Observation.

- Si la charge en impuretés n'est pas négligeable, c'est à dire si leur poids est supérieur à 2mg, elles sont amenées à fusion limpide sur bec bunsen avec quelques grains de pyrosulfate de potassium. Après refroidissement le produit de la fusion est solubilisé avec un peu d'eau légèrement acidifiée avec H Cl et transvasé dans la fiole jaugée de 500ml - R (1).
- Si la charge en impuretés est importante il est prudent de répéter le départ fluorhydrique.

Dosage de la silice des silicates.

- Précipitation de la silice des silicates solubilisée par la soude filtrat F (3) par addition en une seule fois de 10ml H Cl concentré.
- Frittage chlorhydrique sur plaque chauffante modérée jusqu'à début de siccité.
- Dessiccation complète à l'étuve réglée à 105° C pendant deux heures.
- Reprise du résidu sec par 5ml H Cl concentré et 100 ml d'eau distillée.
- Filtration et lavage avec H Cl 10% chaud puis avec H Cl 10% froid.
- Calcination de la silice en creuset de platine taré au four à moufle réglé à 1000° C. pendant 4 heures.
- Pesée après refroidissement en dessiccateur.

Contrôle de la pureté de la silice.

- Départ fluorhydrique comme indiqué précédemment.
- Pesée après refroidissement en dessiccateur.

Etablissement du résultat de la silice des silicates.

- La pesée avant et après départ fluorhydrique donne le poids de la silice des silicates contenue dans la prise.

Observation.

- Si la charge en impuretés n'est pas négligeable, celles-ci sont solubilisées comme indiqué précédemment et transvasées dans la fiole jaugée de 500ml - R (1).
- Le filtrat de la séparation de la silice des silicates ne présente plus d'intérêt, il est rejeté.

=====

Traitement des Eléments solubles

=====

(Après décarbonatation)

Reprise du filtrat F (1) après frittage chlorhydrique.

- Addition de 5ml H Cl concentré et 100ml d'eau distillée.
- Digestion sur plaque chauffante tiède jusqu'à désagrégation du résidu.

Filtration et lavage - Regroupement des filtrats.

- La fiole jaugée de 500ml R (1) qui contient déjà le filtrat F (2) résultant de la séparation du quartz et de la silice des silicates ainsi que les impuretés récupérées au cours du dosage de ces éléments, est placé sous l'entonnoir de filtration.

- Filtration et lavage avec H Cl 10% chaud puis avec H Cl 10% froid.

Dosage de la silice de "décarbonatation".

- Calcination de la silice sur filtre en creuset de platine taré, au four à moufle réglé à 1000° C pendant deux heures.

- Pesée après refroidissement en dessiccateur.

Contrôle de la pureté de la silice de décarbonatation.

- Départ fluorhydrique comme indiqué précédemment.

- Pesée après refroidissement en dessiccateur.

Etablissement du résultat de la silice de décarbonatation.

- La pesée avant et après départ fluorhydrique donne le poids de la silice de décarbonatation.

Observation.

Si le poids des impuretés n'est pas négligeable, celles-ci sont solubilisées comme indiqué précédemment et transvasées dans la fiole jaugée de 500ml - R (1).

=====

A ce stade de l'analyse, les filtrats F (1) et F (2) se trouvent regroupés dans la fiole jaugée de 500ml R (1) ainsi que les éléments qui sous forme d'impuretés du quartz et de la silice des silicates ont été récupérés après fusion au pyrosulfate de potassium.

Le contenu de la fiole jaugée de 500 ml R(1) est alors ajusté au trait avec de l'eau distillée et l'analyse poursuivie sur cette solution suivant les normes habituelles précisées dans un document publié en 1968,

Analyses quantitatives des Roches silicatées, calcaires ou dolomitiques et de leurs produits d'altération (ORSTOM-PARIS 1968).

Document auquel il conviendrait d'apporter les quelques corrections suivantes :

Page 17 - 14<sup>e</sup> ligne

Lire ..... Acide sulfurique 6 N  
Au lieu de .... Acide sulfurique 1/2

Page 18 - 3<sup>e</sup> ligne

Lire ..... 10ml Acide Phosphorique 1/2  
Au lieu de .... 50ml Acide Phosphorique concentré

Page 21 - 21<sup>e</sup> ligne

Lire ..... Flaconner à 100ml  
Au lieu de .... Flaconner à 10ml

Page 26 - 8<sup>e</sup> ligne

Lire ..... 500ml d'eau distillée  
Au lieu de .... 500ml d'eau oxygénée

Page 26 - 28<sup>e</sup> ligne

Lire ..... 50ml de solution oxydante  
Au lieu de .... 30ml de solution oxydante

Page 26 - 29<sup>e</sup> ligne

Lire ..... Porter à température d'ébullition puis laisser la couleur se développer pendant 30 minutes etc..  
Au lieu de .... Porter à l'ébullition 5 minutes puis laisser la couleur se développer pendant 10 minutes.

Page 26 - 34<sup>e</sup> ligne

Lire ..... Une gamme étalon de :  
0 Y 200 Y 400 Y 600 Y 800 Y 1000 Y  
Au lieu de .... Une gamme étalon de :  
0 Y 50 Y 100 Y 150 Y 200 Y 250 Y

=====

الائتم المتحررة  
الصندوق الخاص/ منظمة التغذية والزراعة

NATION UNIES  
FONDS SPECIAL / F. A. O.

الجمهورية اللبنانية  
مصلحة الابحاث العلمية الزراعية  
تسل العمارة - ربياق

RÉPUBLIQUE LIBANAISE  
Institut de Recherches Agronomiques

مشروع تصنيف التربة اللبنانية - دراسات في الري

ETUDES PEDOLOGIQUES ET PROGRAMMES D'IRRIGATION