

COMPLEMENTS METHODOLOGIQUES CONCERNANT LE FRACTIONNEMENT EN UNITES ELEMENTAIRES D'UN ECHANTILLON DE SOL NON PERTURBE

par Bernard DENIS¹

- Introduction - Motivations -

Plusieurs chercheurs de l'ORSTOM, ou d'autres organismes français ou étrangers¹, se sont intéressés et (ou) s'intéressent de près à la composition d'un échantillon de sol non perturbé en unités élémentaires "naturelles" et "fonctionnelles"²

En effet il apparaît de plus en plus indispensable de se rapprocher, lors des études en laboratoire ou en conditions contrôlées (sous serre, en phytotron, ...etc...), des conditions de terrain. Cela apparaît indispensable notamment pour suivre, après la mise en culture d'un sol, les modifications subies par ce sol tant sur le plan physique (et notamment structural), que chimique et biologique.

La première étape incontournable est celle qui consiste à réaliser la séparation d'un échantillon de sol en unités élémentaires "naturelles" constitutives de l'échantillon. Actuellement c'est la préoccupation de plusieurs chercheurs de l'ORSTOM; ces derniers ont obtenu un certain nombre de résultats intéressants. Mais il nous a semblé utile de préciser certains points à peine abordés afin d'aboutir à la rédaction d'un protocole de fractionnement bien argumenté.

Nous sommes donc partis de trois études méthodologiques et en avons mis en évidence les éléments originaux de chacune. Cela nous a amené à établir une "base" à partir de laquelle nous avons pu démarrer notre propre expérimentation au laboratoire.

Cette dernière a pour but de tester l'influence d'un certain nombre de paramètres qui peuvent jouer un rôle non négligeable - et souvent parasite - lors de la séparation des unités structurales d'un échantillon non perturbé. Cette étude n'a pas pour ambition d'être exhaustive mais d'apporter des éléments pour aboutir à une méthodologie aussi reproductible que possible. Dans la conclusion nous ferons part des tests qui restent encore à faire pour compléter les résultats ainsi acquis.

Cela nous a amené à utiliser le plan suivant :

- * Rappel de quelques conditions expérimentales actuellement utilisées.
- * Méthodologies envisagées
- * Tests préliminaires avant expérimentation
- * Traitements réalisés - Graphiques des résultats -
- * Conclusions actuelles - Etudes complémentaires à réaliser -

¹ Une bibliographie aussi exhaustive que possible est en cours sur ce sujet (fractionnement ménagé des éléments structuraux élémentaires) en utilisant les documentations PASCAL, CAB et CURENT CONTENT. Les articles et rapports obtenus jusqu'alors et directement liés au seul fractionnement sont relativement peu nombreux. Ils laissent entrevoir généralement un type d'approche assez proche. Nous en ferons état et nous tiendrons compte des conclusions fournies lors de la rédaction du protocole.

² Nous entendons par unités élémentaires "naturelles" les éléments constitutifs de la structure qui auront pu être séparés les uns des autres sans qu'il y ait eu utilisation de techniques destructrices telles que le broyage, le tamisage avec exercice de pression, ...etc.... En ce qui concerne le terme de fonctionnelles nous renvoyons d'une part aux études de Eric BRAUDEAU d'autre part à la thèse de Hervé COLLEUILLE.

* BRAUDEAU E. - 1988 - Méthode de caractérisation pédohydrauliques des sols basé sur l'analyse de la courbe de retrait - Cahiers ORSTOM, série pédologie, Vol. XXIV N° 3 - pp 179/189 -

* BRAUDEAU E. - 1987 - Mesure automatique de la rétraction d'échantillon de sols non remaniés - Science du Sol - 25/2 - PP 85/93 -

* COLLEUILLE H. - 1993 - Approche physique et morphologique de la dynamique structurale des sols - Application à l'étude de deux séquences pédologiques tropicales - Thèse soutenue le 10/12/93 à Paris VI -

1) Rappel de quelques conditions expérimentales actuellement utilisées -

11) Methode Eric BRAUDEAU³

Ce chercheur prélève les échantillons de sol dans des cylindres de 50 mm de diamètre et de 30 mm de hauteur. L'humidité du sol est soit proche de la capacité au champ soit suffisamment humide pour permettre un prélèvement par enfoncement sans bouleverser la structure. Il faut noter qu'il humidifie le sol si ce dernier est trop sec, pour faciliter le prélèvement.

Au laboratoire, les échantillons de sol sont soumis à une humectation brutale pour les saturer en eau. Ils sont alors séchés sous épiradiateur (infra rouge) en même temps que l'on pulvérise du méthanol sous hotte sur cet échantillon. Le but est de permettre une séparation "naturelle" des agrégats et en même temps un "durcissement" de ces derniers afin de les récupérer intacts à l'issue du tamisage. Ce dernier est effectué sur une colonne de tamis dont les ouvertures sont logarithmiquement croissantes (de 50 microns à 4 ou 5 mm).

12) Methode Hervé COLLEUILLE⁴

Les échantillons sont prélevés à une humidité connue qui est voisine de la capacité au champ.

La saturation en eau est réalisée à l'air libre dans des conditions "douces" en les plaçant sur une céramique utilisée dans les presses à membrane c'est à dire avec un contact très réduit avec le plan d'eau et, de toutes façons, par remontée capillaire. D'autres essais ont montré que cette méthode "douce" était celle permettant d'avoir le plus de reproductibilité dans les courbes de répartition des agrégats.

L'humidité de l'échantillon est ramenée à celle correspondant au pF 3,0 du sol concerné grâce au passage dans une presse à membrane. Ce choix a été déterminé à la suite de l'examen de nombreux histogrammes de répartition des agrégats d'échantillons dont les humidités, au moment du "durcissement" par le méthanol, variaient de celle à pF 1,8 jusqu'à celle à pF 4,2. Les deux seules humidités permettant d'obtenir des courbes ayant des allures de courbes de Gauss étaient celles des pF 2,7 et 3,0. C'est cette dernière qui a été retenue car elle correspondait à un point précis et représentatif de la courbe enregistrée lors des mesures de retractométrie.⁵

L'échange "Eau-Méthanol" s'effectue sous vide par goutte à goutte (dans un dessiccateur à double entrée). Puis le séchage est réalisé sous infra rouge. L'échantillon est ensuite tamisé sur colonne de tamis identique à celle de la technique précédente. Un test a permis de montrer que, si la durée de tamisage était comprise entre 15 et 60 minutes, il n'y avait pas de variation dans l'allure de l'histogramme.

13) Methode Philippe DE BLIC⁶

Ce chercheur travaille sur des mottes de terre gardées intactes après le prélèvement sur le terrain. Leur humidité de départ peut être variable.

Il a testé plusieurs méthodes de saturation par l'eau. Il a, entre autres, constaté que l'immersion brutale de l'échantillon était à proscrire; les histogrammes obtenus sont loin d'être semblables d'un essai à l'autre avec le même sol. Les mottes sont aussi saturées par remontée capillaire sans qu'il y ait contact avec la lame d'eau (utilisation d'éponges sur lesquelles les échantillons sont posés; l'eau arrive à mi hauteur de ces éponges) à l'air et sous vide.

³ Pour de plus amples renseignements nous renvoyons aux articles et rapports cités en 1 et à un rapport interne ORSTOM publié au Centre ORSTOM de DAKAR, en 1982. Ce dernier traitait de la méthodologie alors mise au point et notamment du choix du méthanol pour "durcir" les échantillons avant tamisage.

⁴ Pour de plus amples informations, nous renvoyons à sa communication faite à ce même atelier et à sa thèse (Cf 1 ci-dessus)

⁵ Pour plus de renseignements se reporter aux articles et rapports de Eric BRAUDEAU cités en 1.

⁶ Pour plus de renseignements se reporter à son article écrit avec J. FARDOUX, chimiste au Laboratoire du Comportement des Sols Cultivés de Montpellier. " Recherche d'une méthode de dissociation des agrégats constituant la macrostructure du sol " - Cahiers ORSTOM - série Pédologie - Vol. XXVI, N° 3 - 1991 - pp 193/212 -

L'humidité de l'échantillon est systématiquement ramenée à celle correspondant à pF 3,0 grâce à un dessèchement lent dans une étuve à température modérée (environ 40°C).

Il est à noter que ce chercheur a testé à la fois des méthodes de séparation uniquement physiques (chute de 1,2 ou 3 mètres de hauteur) et d'autres utilisant l'échange "Eau-Méthanol". Nous nous intéresserons à ces dernières. L'échange "Eau-Méthanol" se fait dans tous les cas par pulvérisation du méthanol sous hotte au moment où l'échantillon est placé sous épi-radiateur pour séchage rapide.

Le tamisage se réalise comme précédemment.

2) - Méthodologie envisagée -

Nous avons retenu un certain nombre de conclusions déduites des études effectuées par les trois chercheurs précédents. Elles ont servi de base de départ pour nos propres expérimentations au laboratoire. Ce sont les suivantes :

* Prélèvements d'échantillons dans des cylindres de 50 mm de diamètre et de 30 mm de haut. Ce type de cylindre a été retenu pour cette série de manipulations afin de permettre la comparaison des résultats avec ceux obtenus précédemment (BRAUDEAU, COLLEUILLE)

* la saturation se fera d'une façon ménagée, c'est à dire par capillarité (COLLEUILLE, DE BLIC) sans contact avec la lame d'eau c'est à dire sur une éponge non immergée et avec un papier filtre sur sa partie supérieure pour éviter les pertes de sol (méthode DE BLIC). Il n'y aura pas de test avec une immersion brutale dans un becher (utilisée par BRAUDEAU et testée par DE BLIC comme induisant des artefacts).

* on ramènera l'humidité - à l'aide d'une presse à membrane (COLLEUILLE) - à celle correspondant à pF 3,0 (valeur la meilleure comme cela a été démontré par COLLEUILLE et qui correspond à un point caractéristique de la courbe de retractométrie de BRAUDEAU).

* Tamisage, après "consolidation" des agrégats par le méthanol, sur une colonne d'au moins 20 tamis dont les diamètres sont en progression logarithmique. Utilisation d'un agitateur automatique pendant 20 mn (test de COLLEUILLE).

Le but de nos essais méthodologiques est triple :

* réaliser un certain nombre de tests rapides et préliminaires, pour le sol utilisé, comme le temps de saturation en eau (sous vide et à l'air), la durée d'échange "Eau-Méthanol",... etc...

* Comparer les variations induites par l'utilisation

- de 2 modes de saturation en eau (saturation ménagée sous vide et à l'air)

- de 4 modes d'échanges "Eau-Méthanol" (immersion brutale dans un becher; pulvérisation; saturation ménagée sous vide; saturation ménagée à l'air). Pour cela on compare les 8 histogrammes moyens (moyennes calculées à partir de 3 échantillons).

Ceci nous amène à 8 manipulations différentes.

* Mettre en évidence, dans chacun des cas précédents lorsque cela est possible techniquement, l'influence ou non du fait de garder l'échantillon dans le cylindre de prélèvement ou de l'en enlever. (cela n'est pas possible, par exemple, lorsqu'on pulvérise le méthanol sur l'échantillon).

3) - Tests préliminaires avant expérimentation -

Nous ne donnerons que les résultats acquis sans entrer dans le détail des manipulations.

31) Temps d'humectation à l'air libre

Dans un cristalliseur, l'échantillon est posé sur un papier filtre individuel (pesée plus facile) lui-même posé sur une éponge non immergée (l'eau arrive à mi-hauteur de l'éponge).

- *Premier test* : On pèse 3 échantillons après une durée de 2 heures et de 4 heures.

Conclusions : Saturation obtenue en moins de 2 heures (gain de 0,2% en poids si on le laisse 2 heures de plus).

- *Deuxième test* : On pèse 10 échantillons après 5', 10', 20', 30' et 40'.

Conclusions : **pour ce sol, la saturation complète est obtenue après 30'.**

32) Temps d'humectation sous vide.

On met 5 échantillons sur une éponge posée dans un cristalliseur placé lui-même dans un dessiccateur muni de deux robinets. On fait le vide maximum permis par notre pompe c'est à dire qu'on obtient une pression résiduelle de 20 centibars. Par le deuxième robinet on remplit le cristalliseur en eau jusqu'à mi-hauteur de l'éponge. On maintiendra ce niveau d'eau jusqu'à la fin de l'expérience.

On arrête l'humectation après 5', 10', ..., 40' comme dans le deuxième test précédent.

Conclusions : **la saturation est obtenue après 20'**. En effet le poids d'eau n'augmente que de 0.5% après 30 minutes d'humectation.

33) Temps d'échange "Eau-Méthanol" à l'air libre

Cette expérience suit un protocole très semblable au précédent.

Après passage à la presse à membrane durant 60 à 72 heures (pour ce sol, selon l'échantillon), on place du méthanol dans un cristalliseur dans lequel il y a une éponge recouverte d'un papier filtre sur lequel sont placés cinq échantillons. Leur humidité est égale à celle correspondant à pF 3,0. Cet échange s'effectue sous hôte aspirante.

On pèse l'échantillon à intervalle régulier.

Conclusions : **Le poids ne varie plus après 30 minutes d'échange.**

4) - Protocole utilisé - Graphiques des résultats - Discussions -

41) Protocole Expérimental

Les grandes lignes du protocole expérimental, en tenant compte des données acquises précédemment se présentent comme suit :

* prélèvement en cylindre de $d=50$ et $h=30$ mm ;

- * chaque essai se fait avec 3 échantillons ;
- * la saturation en eau se réalise soit sous vide soit à l'air mais toujours d'une façon ménagée et donc sans contact direct avec la lame d'eau ; elle dure 30 minutes.
- * on amène tous les échantillons à une humidité égale à celle du pf3,0 ;
- * on effectue l'échange "Eau-Méthanol" par 4 techniques différentes à comparer, sa durée est de 30 minutes
- * chaque fois que ce sera possible, la même expérience se fera sur des échantillons conservés dans leur cylindre ou démoulés ;
- * le séchage se fait toujours sous infrarouge ;
- * le tamisage se fait pendant 20 minutes à l'aide d'une colonne de 20 tamis montée sur un agitateur électrique. Les diamètres des mailles sont en progression logarithmique de 50 microns à 12,6 mm.

42) - Graphiques des résultats - Interprétations -

Trois ensembles de graphiques, illustrant les résultats acquis au cours de cette étude, nous permettent de répondre aux trois questions posées, à savoir :

- * L'échantillon doit-il être conservé dans son cylindre ou doit-il être démoulé ?
- * Doit-on préférer la saturation en eau sous vide ou à l'air ?
- * Quelles sont les meilleures conditions techniques à utiliser pour l'échange "Eau-Méthanol" ?

Pour répondre à la première question, nous avons établi 5 graphiques (1 à 5) qui représentent les résultats acquis en combinant les deux autres paramètres (saturation en eau sous vide ou à l'air et certaines méthodes d'échange "eau-méthanol").

Les constatations sont les suivantes :

- * peu de variations entre les deux courbes (avec ou sans cylindre) dans chacun des cas de figure, sauf en ce qui concerne le graphe 4.
- * cependant, à l'exception des traitements faisant intervenir un échange "eau-méthanol" sous vide, il y a toujours quelques agrégats résiduels vers 4 ou 5 mm.
- * dans tous les cas, la valeur de la fraction la plus importante est très voisine de 18 % et la majorité des agrégats est comprise entre 0 et 1,25 mm.

Il apparaît donc que les variations entre les deux courbes, dans chacun des cas, soient faibles ; même si l'on peut considérer qu'elles sont un peu plus "marquées" pour les petits agrégats, entre 63 et 160 microns. Il semble donc assez net que le fait de garder l'échantillon dans son cylindre de prélèvement ou de l'en sortir avant de le saturer ne soit pas un facteur important de modification des courbes de répartition des agrégats.

La réponse à la seconde question a une importance sur le plan technique. En effet il est plus facile d'opérer à l'air libre (nombre d'échantillons à traiter plus important, mise en oeuvre de la saturation plus aisée) que sous vide.

Grâce aux histogrammes représentés par les graphes 6 à 11, on peut émettre les conclusions suivantes :

- * le type de saturation en eau apparaît comme ayant une influence non négligeable. En effet les quatre combinaisons dans lesquelles l'échange eau-méthanol ne se fait pas sous vide montrent des variations importantes entre les courbes "saturation en eau sous vide" et "saturation en eau à l'air".

- Lorsque l'échange se fait sous vide, tous les agrégats sont compris entre 0 et 1,6 mm sans agrégat résiduel dans les classes supérieures.

- Lorsque l'échange se fait d'une autre façon (immersion ou à l'air par exemple), on note des variations importantes dans les classes comprises entre 50 et 125 microns. Il y a toujours des agrégats résiduels entre 3,15 et 8 mm .

* les variations, quel que soit le type d'échange "eau-méthanol", apparaissent moins marquées lorsque l'échantillon est démoulé (hors du cylindre), surtout quand il ne se fait pas sous vide.

*** Il apparaît donc que l'échange "eau-méthanol" a une importance certaine sur l'allure des courbes de répartition, quel que soient les autres paramètres.**

La troisième question - qui, à ce niveau du dépouillement des résultats, apparaît maintenant liée aux conclusions déduites des tests réalisés précédemment - va trouver ses éléments de réponse dans l'examen des courbes des figures 12 à 15. Y sont représentées les distributions obtenues par l'ensemble des combinaisons des autres paramètres précédemment étudiés, à savoir "échantillon dans son cylindre ou démoulé" et "saturation en eau sous vide ou à l'air".

Il apparaît d'une façon claire

* que les courbes représentant l'action d'un échange sous vide ont les allures très voisines et qu'elles peuvent pratiquement se superposer ;

* que des écarts importants sont visibles entre les différents pourcentages pour les classes comprises entre 50 et 125 micron;

* qu'il y a toujours des agrégats résiduels entre 3,15 et 8 mm. Certes les pourcentages absolues sont faibles mais cela dénote un fractionnement incomplet, ce qui n'est pas le cas quand l'échange se fait sous vide.

Par contre nous retrouvons le maximum à environ 18 %, ce qui doit être une caractéristique de ce type de sol sous savane.

5) - Conclusions actuelles - Etudes complémentaires à réaliser -

51) Le protocole définitif, dans la mesure où les conclusions de ces expérimentations seront confirmées par des essais sur des échantillons provenant d'autres sols, devra tenir compte des faits suivants :

* travailler, si possible, avec des échantillons démoulés (hors cylindre);

* saturation en eau apparemment indifférente (à l'air ou sous vide) à la seule condition qu'elle soit "ménagée" (préalable acquis pour la réalisation de ces tests); elle se fait rapidement, pour ce volume d'échantillon, en 20 minutes au maximum;

* utilisation impérative de la technique d'échange "eau-méthanol sous vide". Cela évitera les artefacts qui pourraient gêner l'interprétation des variations dues

- aux différences minéralogiques et granulométriques (caractérisation des sols et donc données intrinsèques de ces derniers au même titre qu'une acidité);

- aux travaux culturaux sur un même sol (travail du sol, apport d'amendements... etc...).

52) Il y a encore d'autres tests à réaliser avant d'arriver à la rédaction d'un protocole argumenté et donc solide. Il s'agit :

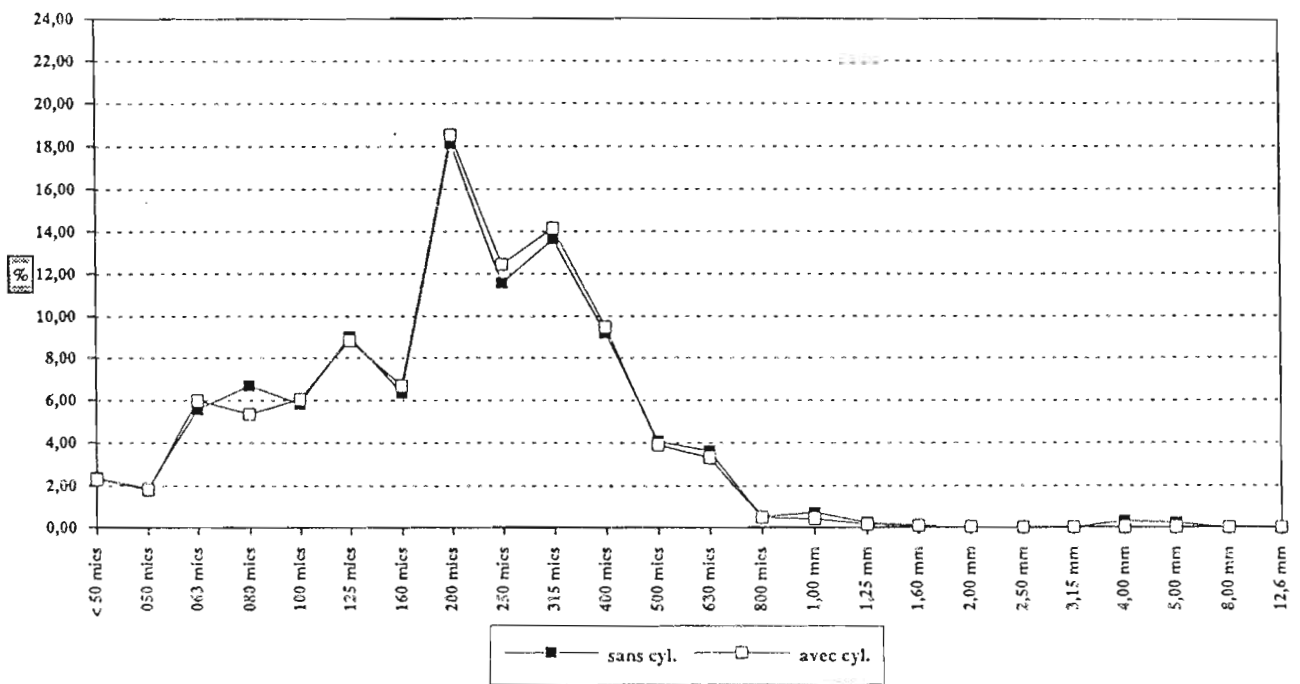
* de définir le volume optimum du cylindre de prélèvement permettant d'avoir des quantités suffisantes pour éviter les erreurs de pesées et de réaliser des analyses chimiques par classe d'agrégats représentative d'un échantillon. Les graphes 16 et 17 montrent que, même pour les traitements avec échange eau-

méthanol sous vide, il y a encore des variations à faire diminuer, voire disparaître. Cela nécessitera de refaire des tests de saturation en eau et de vitesse d'échange pour s'assurer de l'uniformité des phénomènes au sein des échantillons.

* de vérifier la répétabilité de cette technique et définir le nombre minimum de traitements par échantillon pour avoir un coefficient de variation aussi faible que possible .

* de tester le protocole alors établi sur plusieurs sols présentant des compositions minéralogiques et granulométriques différents (comme déjà souligné plus haut à deux reprises).

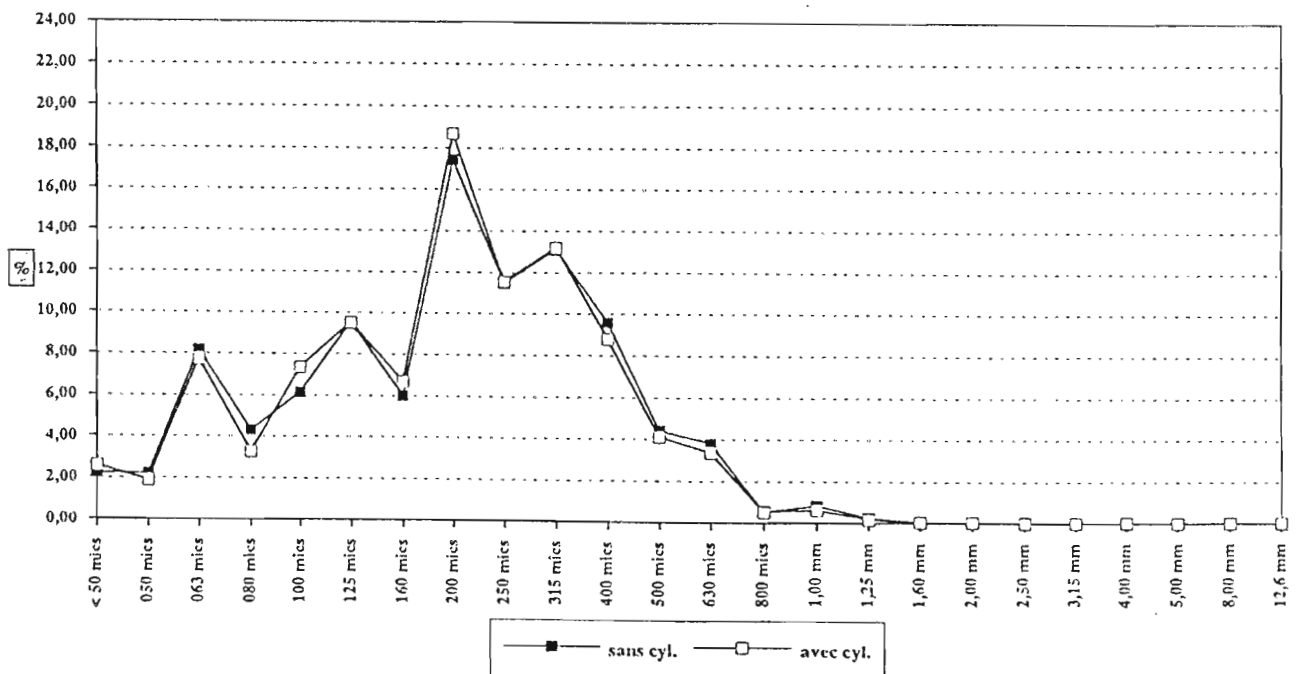
MOYENNES ABSOLUES - SATURATION A L'AIR LIBRE - METHANOL AVEC IMMERSION



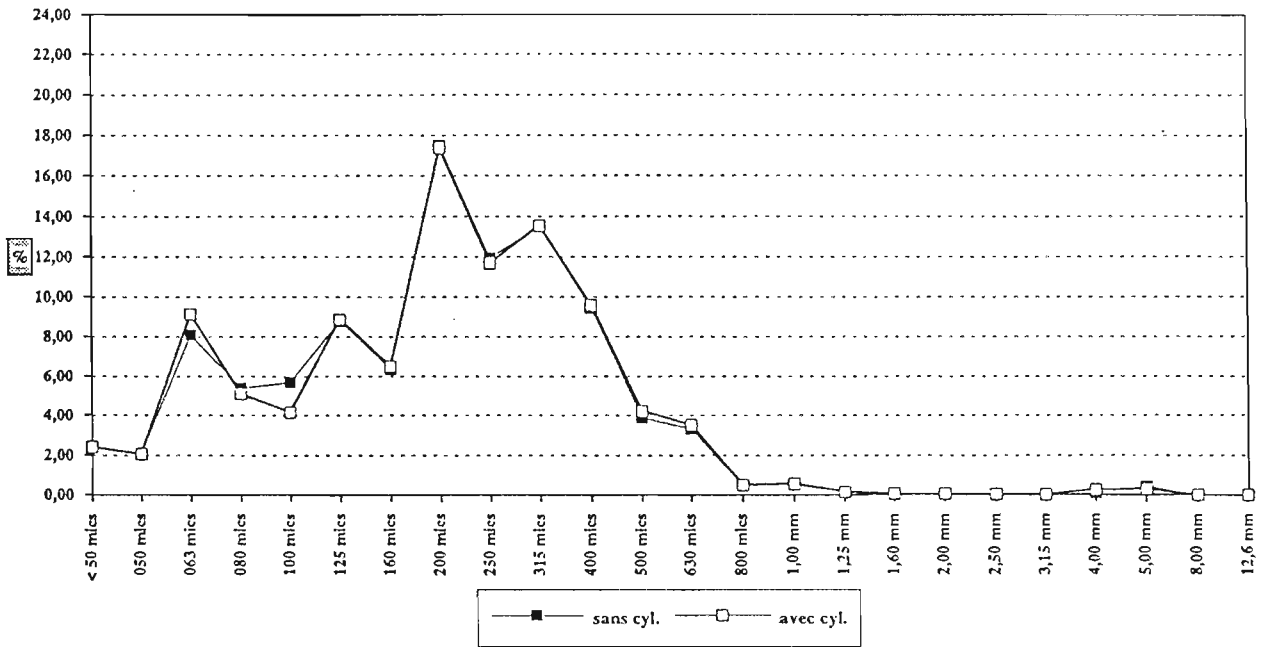
GRAPHE 1

GRAPHE 2

MOYENNES ABSOLUES - SATURATION A L'AIR LIBRE - METHANOL SOUS VIDE



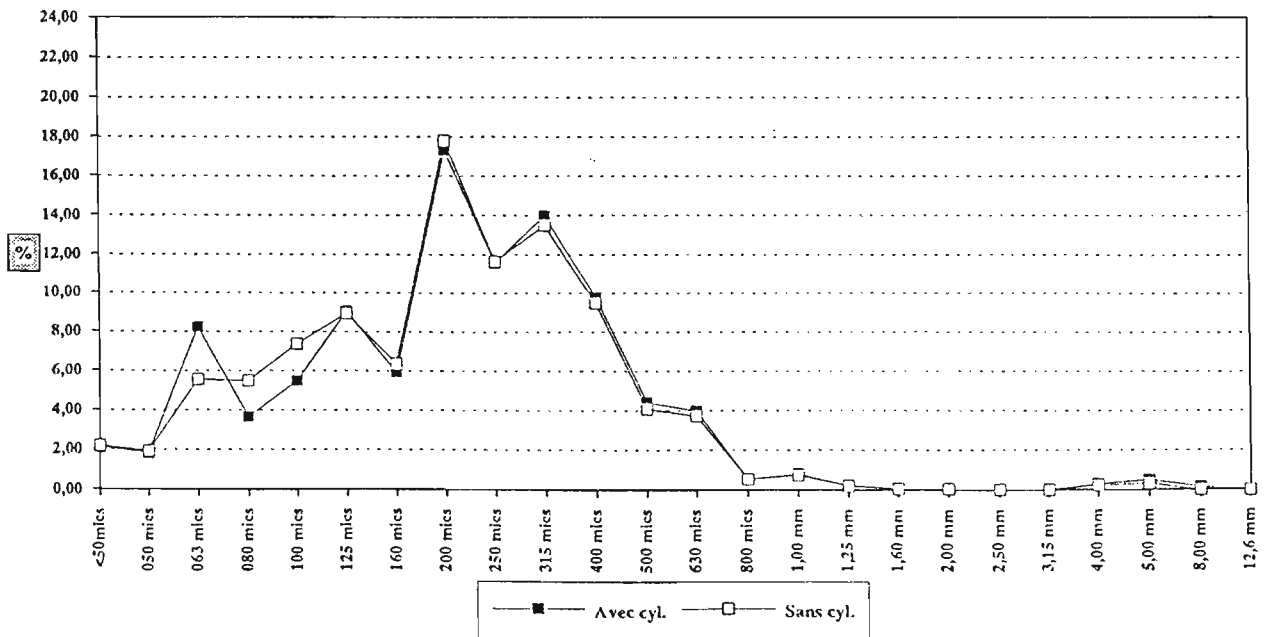
MOYENNES ABSOLUES - SATURATION SOUS VIDE - METHANOL AVEC IMMERSION



GRAPHE 3

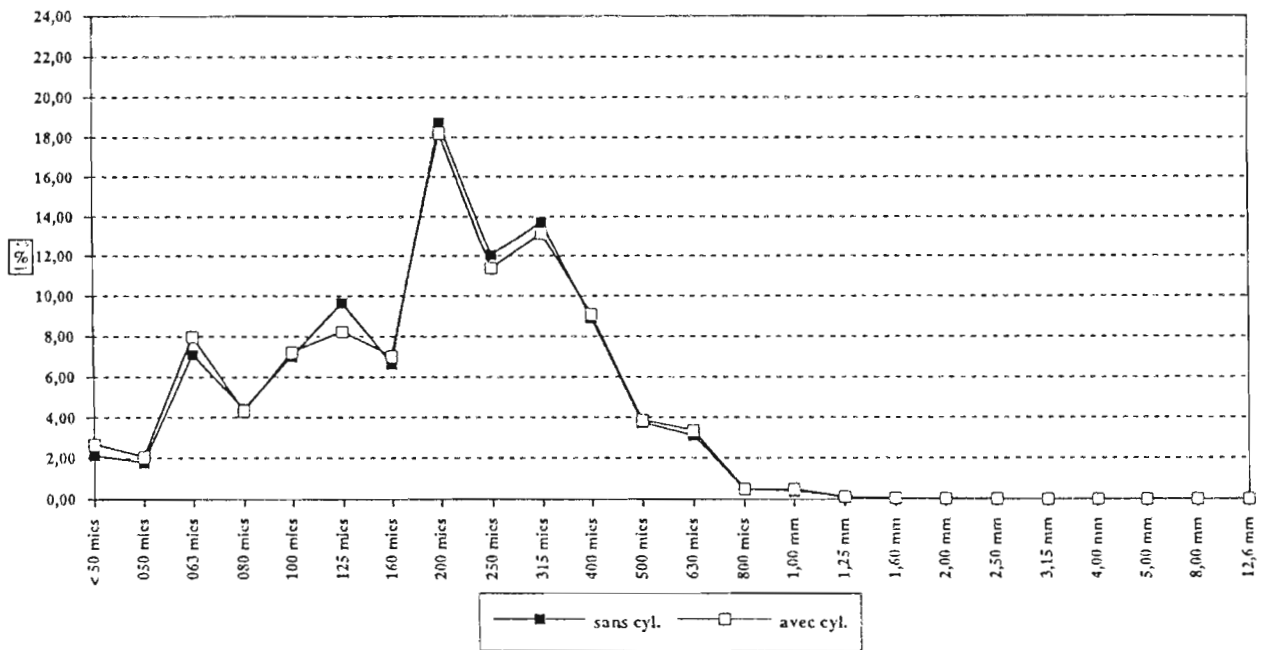
GRAPHE 4

MOYENNES ABSOLUES - SATURATION SOUS VIDE - METHANOL A L'AIR

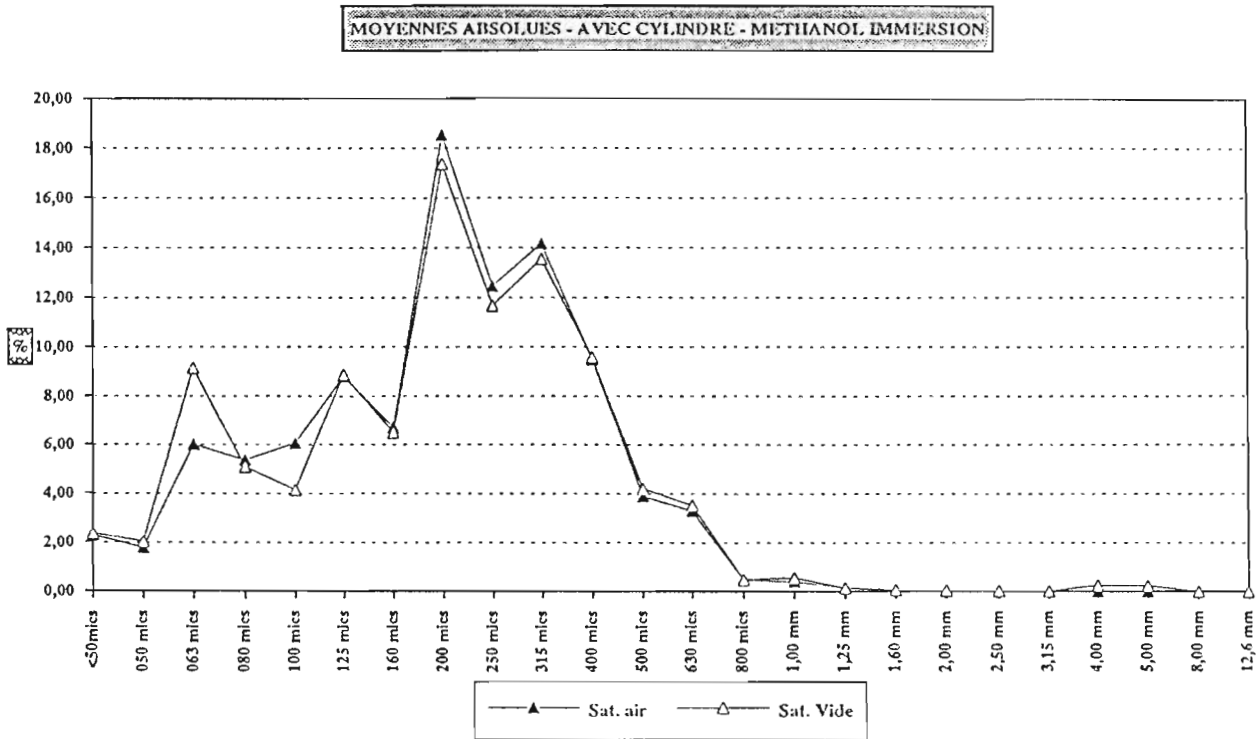


ETUDE METHODOLOGIQUE DE LA SEPARATION DES ASSEMBLAGES STRUCTURAUX EN ELEMENTS STRUCTURAUX (AGREGATS)

MOYENNES ABSOLUES - SATURATION SOUS VIDE - METHANOL SOUS VIDE -

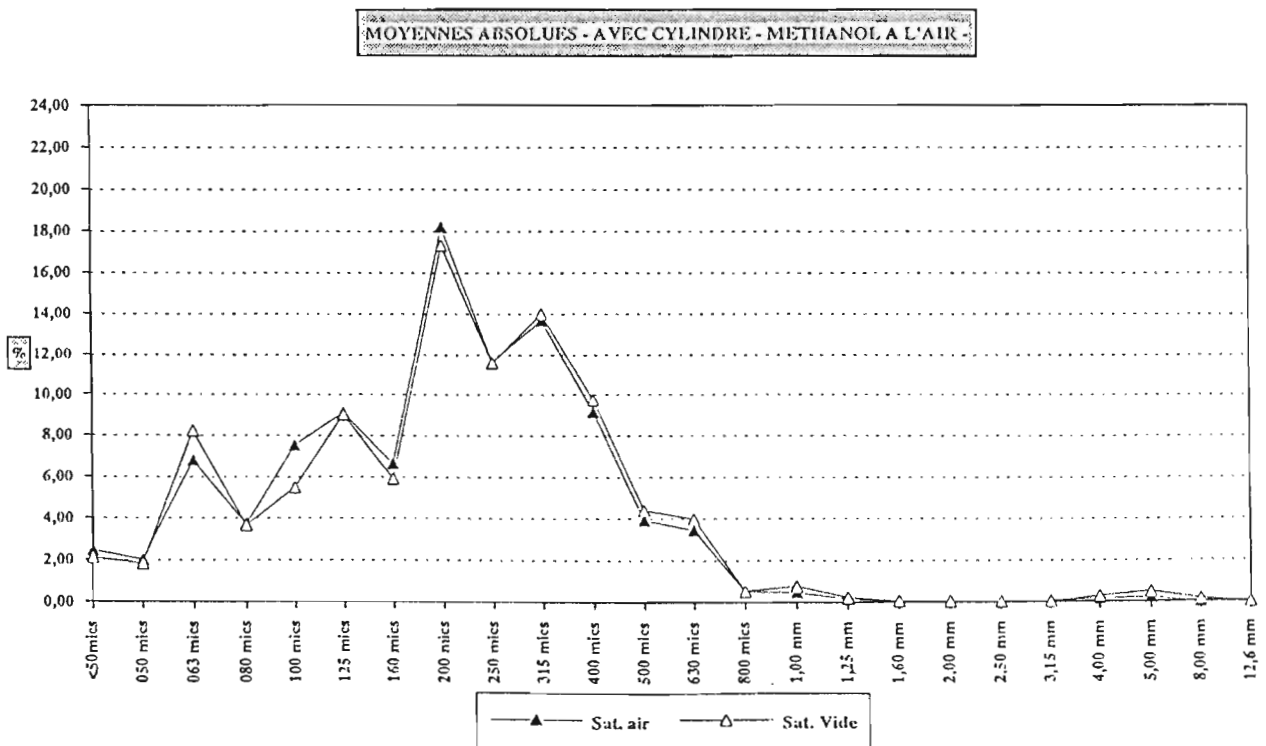


GRAPHE 5

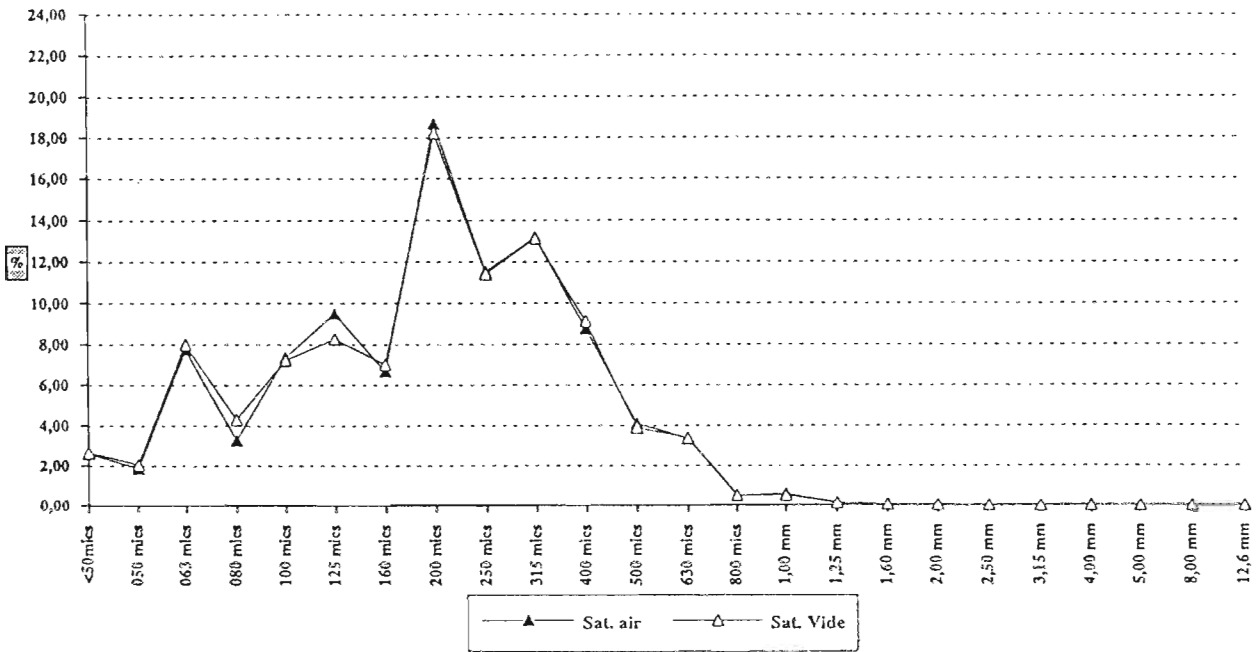


GRAPHIE 6

GRAPHIE 7



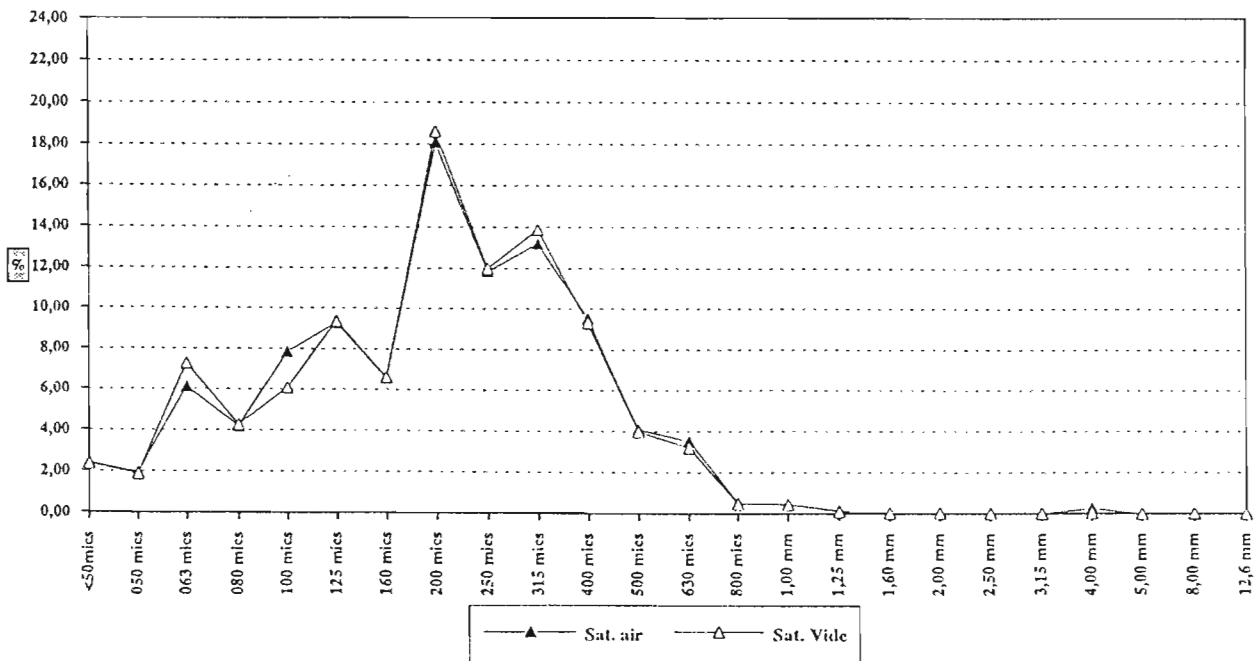
MOYENNES ABSOLUES - AVEC CYLINDRE - METHANOL SOUS VIDE



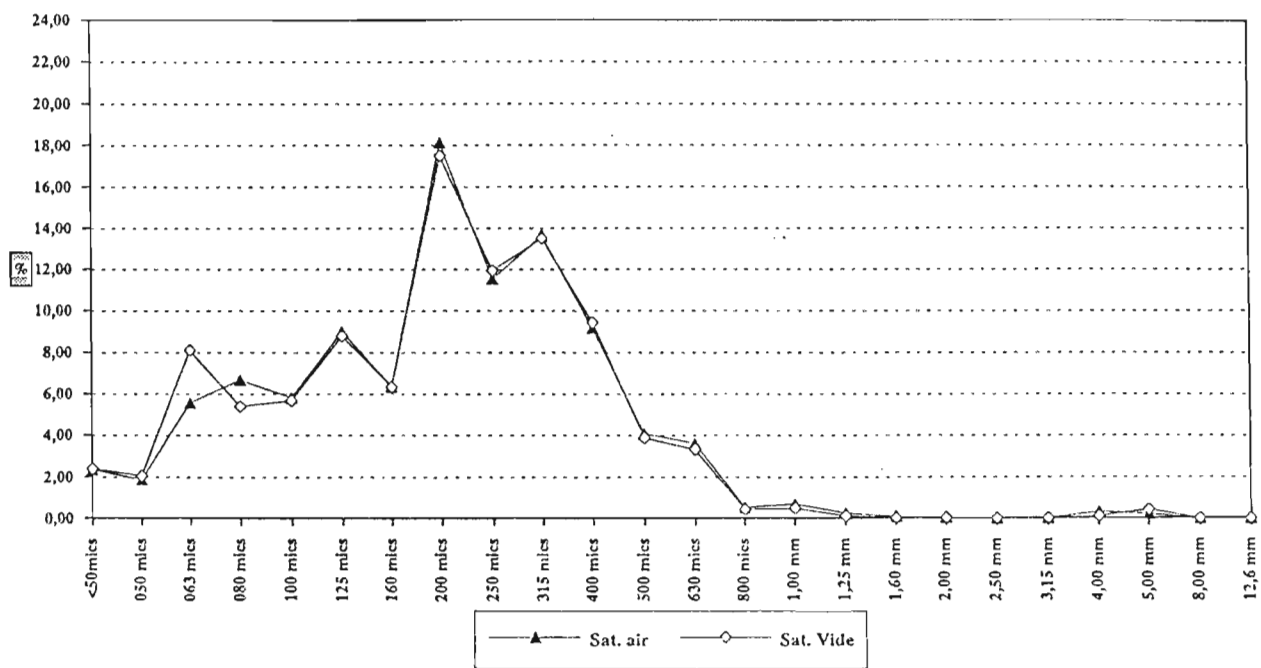
GRAPHE 8

GRAPHE 9

MOYENNES ABSOLUES - SANS CYLINDRE - METHANOL PAR PULVERISATION



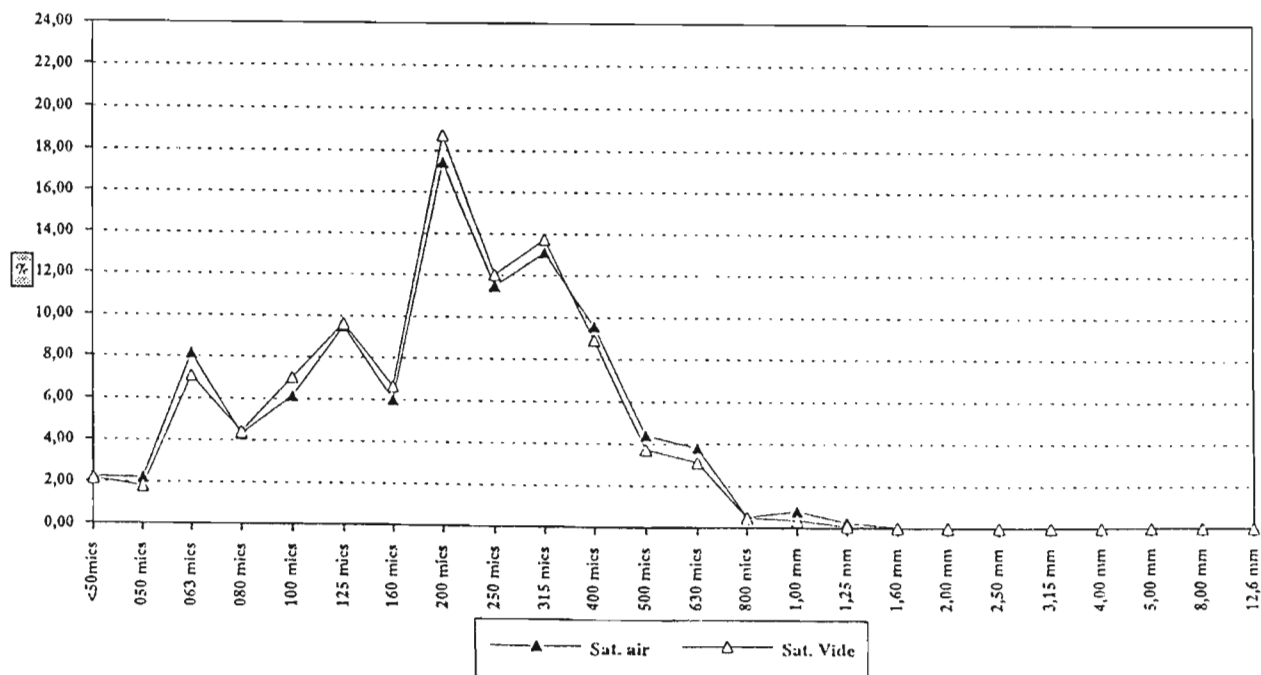
MOYENNES ABSOLUES - SANS CYLINDRE - METHANOL PAR IMMERSION -



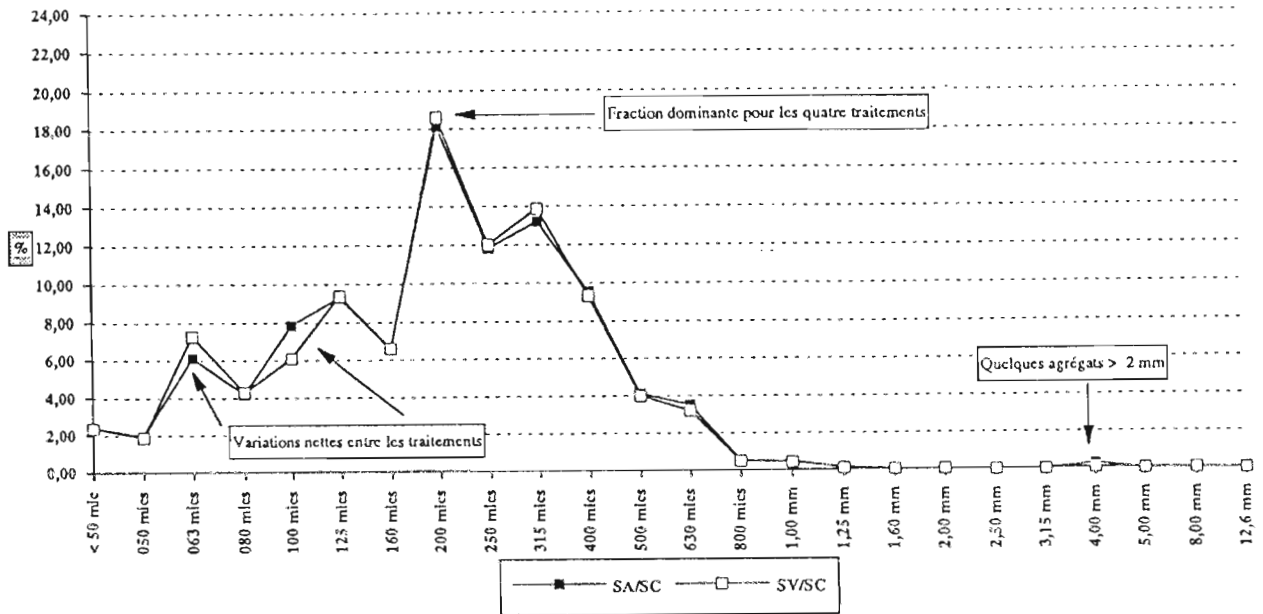
GRAPHIE 10

GRAPHIE 11

MOYENNES ABSOLUES - SANS CYLINDRE - METHANOL SOUS VIDE -

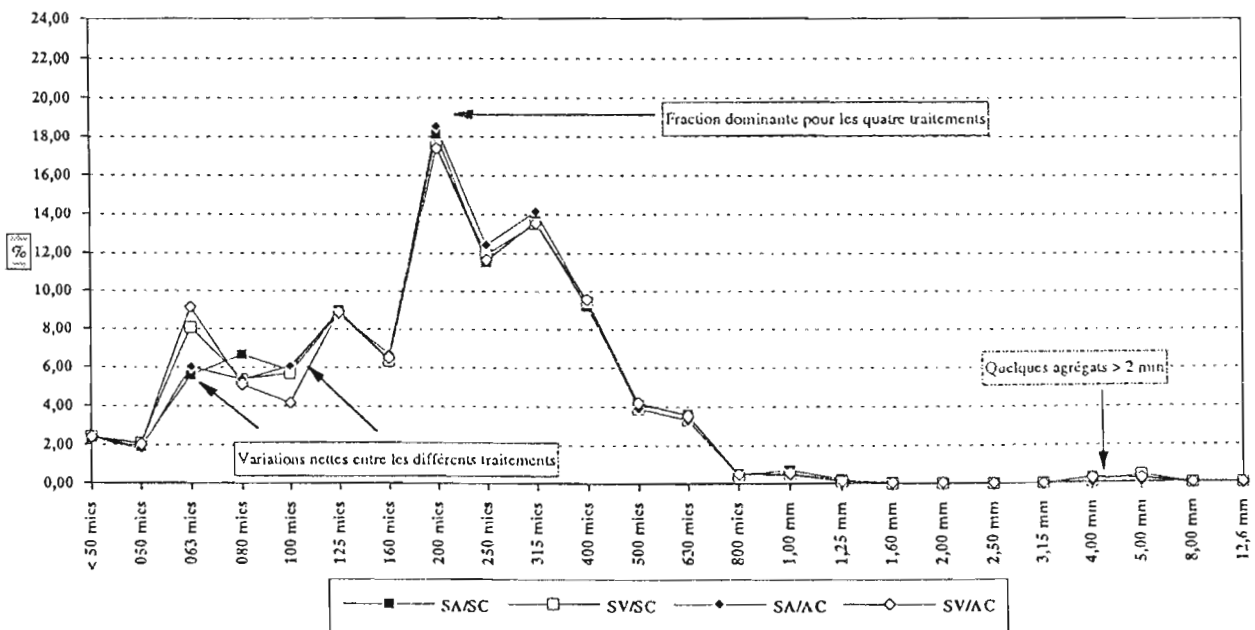


MOYENNES ABSOLUES - SATURATION A L'AIR (SA) OU SOUS VIDE (SV) - SANS CYLINDRE (SC) - ECHANGE EAU-METHANOL PAR PULVERISATION



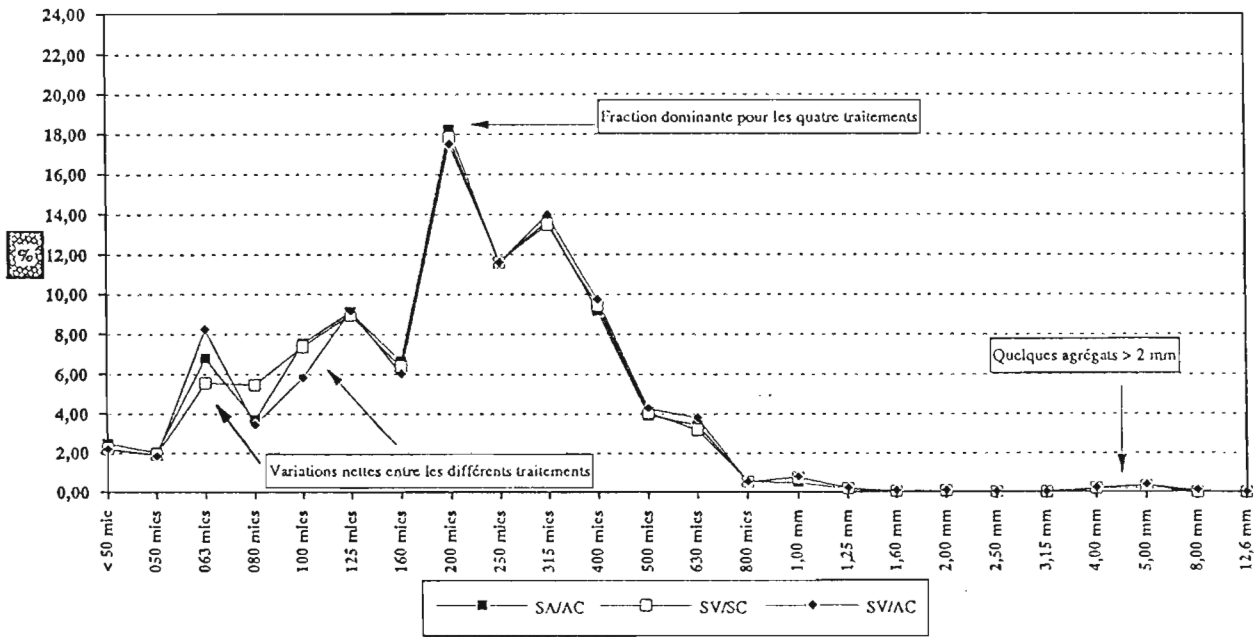
GRAPHE 12

MOYENNES ABSOLUES - SATURATION A L'AIR (SA) OU SOUS VIDE (SV) - SANS CYLINDRE (SC) OU AVEC CYLINDRE (AC) - ECHANGE EAU / METHANOL PAR IMMERSION



GRAPHE 13

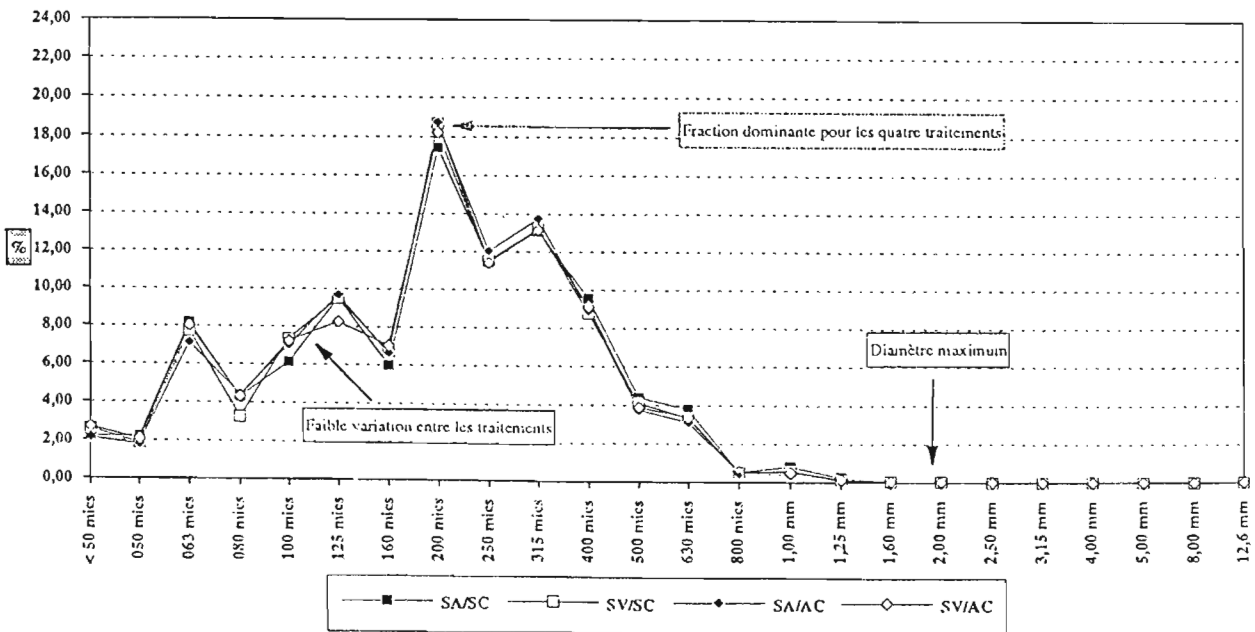
MOYENNES ABSOLUES - SATURATION A L'AIR (SA) OU SOUS VIDE (SV) - SANS CYLINDRE (SC) OU AVEC CYLINDRE (AC) - ECHANGE EAU-METHANOL A L'AIR LIBRE -



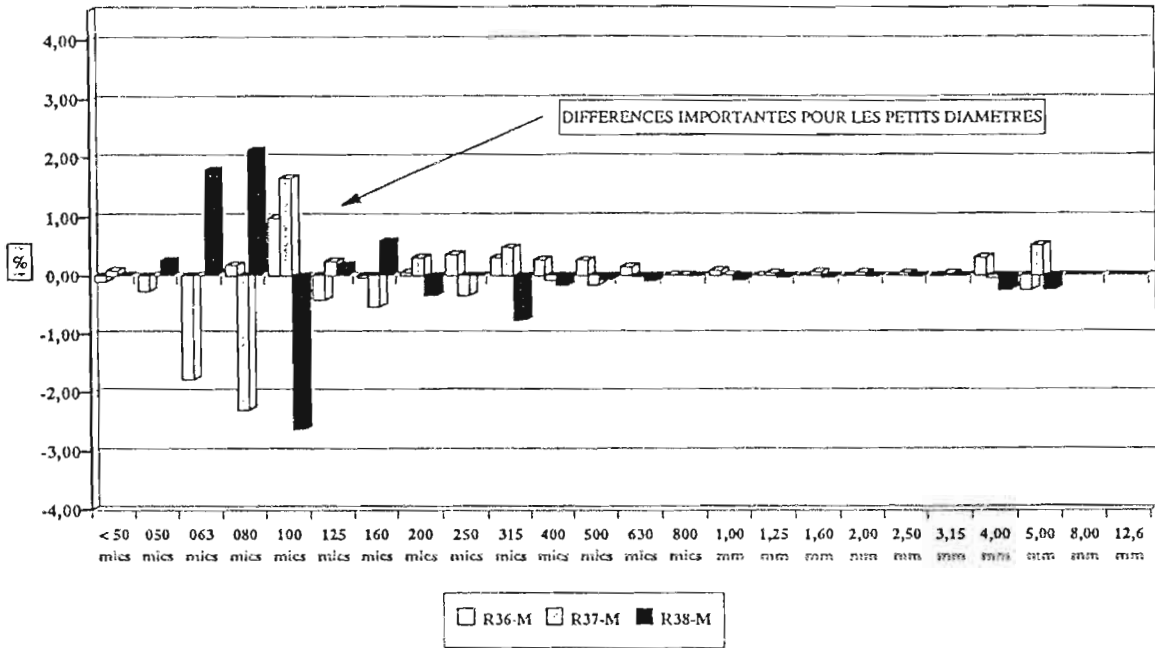
GRAPHE 14.

GRAPHE 15

MOYENNES ABSOLUES - SATURATION A L'AIR (SA) OU SOUS VIDE (SV) - SANS CYLINDRE (SC) OU AVEC CYLINDRE (AC) - ECHANGE EAU / METHANOL SOUS VIDE -



DIFFERENCES / MOYENNE - SATURATION SOUS VIDE - METHANOL AVEC IMMERSION - AVEC CYLINDRE -



GRAPHE 16

GRAPHE 17

DIFFERENCES / MOYENNE - SATURATION SOUS VIDE - METHANOL SOUS VIDE - AVEC CYLINDRE -

