

INTERET DE LA LYOPHILISATION POUR L'IMPREGNATION DES SOLS GORGES

D'EAU

par J. VIEILLEFON

INTRODUCTION

Dans les sols habituellement gorgé d'eau, par exemple les sols des mangroves tropicales que nous avons eu l'occasion d'étudier, un grand nombre de caractères gagnent à être observés in situ ou au moins sur des échantillons le moins possible perturbés. Ceci est valable autant pour l'étude de la matière organique que celles des formes du fer, du manganèse ou du soufre.

On sait en effet que l'aération et la dessiccation provoquent d'importantes transformations, par modification du potentiel d'oxydo-réduction, oxydation de certains composés, ce qui peut avoir également une action sur le pH.

Mais ce ne sont pas les seuls effets. La structure et la porosité peuvent elles aussi être grandement affectées par les phénomènes de retrait, l'expurgation et le dépôt de substances solubles (sels, soufre colloïdal, etc...).

Il est probable que la microstructure est également affectée et il était donc nécessaire de trouver une méthode de préparation des échantillons, tant pour les analyses chimiques ou physico-chimiques que pour les études de micro-morphologie, qui détruise aussi peu que possible les caractères naturels.

I - ESSAI DE METHODES SIMPLES D'OBSERVATION.a) Observation directe sans imprégnation

W. KRAUSE (1964) a proposé le prélèvement d'échantillons non perturbés dans des tubes de verre immédiatement bouchés, à partir desquels on peut faire des observations sur des prélèvements ponctuels, au microscope.

Cet auteur a cependant noté qu'il était difficile de relier ces observations ponctuelles entre elles. Cette méthode est surtout utile pour l'observation de la matière vivante, animale ou végétale.

b) Imprégnation d'échantillons séchés à l'air.

Malgré les inconvénients signalés ci-dessus, on a voulu, dans un premier temps, fabriquer des lames minces avec des échantillons séchés. Cela a donné de très mauvais résultats, en raison du degré très variable de dessiccation, de la prise en masse ou au contraire, de la destruction de la structure par le sel. La résine pénètre mal, le durcissement est insuffisant.

Cette technique a donc été rapidement abandonnée.

c) Imprégnation par une résine hydrophobe.

Suite à un article de A.F. MACKENZIE et J.E. DAWSON (1961), des essais ont été faits avec le Carbowax 6000 produit par Union Carbide de New-York. Selon les auteurs précités, le sol humide peut être directement introduit dans la résine liquide à 60°. On retire l'échantillon après 3 jours et on laisse solidifier.

Que l'imprégnation ait été faite à l'air ou sous vide, on n'a jamais pu obtenir une solidification suffisante qui permette le polissage.

II - EMPLOI DE LA LYOPHILISATION

Après l'achec des méthodes simples, il s'avèrait nécessaire de trouver une méthode, qui enlevant complètement l'eau contenue dans l'échantillon, n'en altérait ni les propriétés chimiques, ni les propriétés physiques. C'est alors que nous nous sommes tournés, sur une idée de notre collègue J.M. WACKERMANN de l'ORSTOM, vers la lyophilisation.

A - Généralités sur la lyophilisation

Rappelons qu'un des principaux intérêts de la lyophilisation réside dans la possibilité de conservation indéfinie des corps organiques simples et complexes, solides ou volatils, à quoi s'ajoute la possibilité de revenir à l'état initial par une simple déshydratation (applications alimentaires et thérapeutiques)

Ses principales étapes sont :

- la congélation à basse température (- 50°)
- la sublimation de l'eau cristallisée en glace sous un vide inférieur à 0,5 mm de mercure.
- la désorption de l'eau liée.

Ces deux dernières opérations ne laissent dans le matériel lyophilisé qu'un pourcentage d'eau très faible (1 à 3 %) appelé eau résiduelle, qui varie suivant les corps.

On n'a généralement pas intérêt à pousser trop loin la déshydratation, l'eau résiduelle jouant un rôle protecteur vis-à-vis de l'oxygène.

Il est en tout cas indispensable de conserver les produits obtenus à l'abri de l'humidité et de l'oxygène.

Les corps lyophilisés présentent une densité apparente faible et une très grande porosité.

La cristallisation fine de la glace produit en effet de multiples cavités plus ou moins liées entre elles, d'où une surface interne énorme qui peut atteindre plusieurs dizaines de mètres carrés par gramme. Ceci est un élément favorable à l'étape suivante qui nous intéresse ici, l'imprégnation.

B - Procédure

Le prélèvement des échantillons se fait soit en boîtes parallépipédiques paraffinées pour les échantillons orientés, soit en tubes plastiques de grandes dimensions (diamètre 70 mm, longueur 1 m).

La lyophilisation, dans un lyophilisateur à plateau Usifroid de grande capacité, est effectuée directement sur le premier type d'échantillon, après fractionnement de la carotte pour le second.

L'appareil utilisé, qui appartient aux laboratoires de Médecine Vétérinaire de Dakar, admet des échantillons jusqu'à 4 cm d'épaisseur, mais la lyophilisation est évidemment plus rapide si l'on diminue l'épaisseur. En moyenne 4 à 5 heures suffisent.

Il faut noter que Y. ALIX et F. OTTMANN (1969) ont employé récemment une technique similaire pour des sédiments marins ; ces auteurs ont même perfectionné la technique en plaçant, directement sur le lieu du prélèvement, leurs

échantillons dans un vase Dewar, contenant de l'azote liquide, puisqu'une phase de congélation à très basse température doit précéder l'évacuation de l'eau en phase vapeur.

Cependant, les mesures qui ont porté sur les caractéristiques chimiques ont montré que le transport en enceinte étanche n'altérerait pas sensiblement les échantillons, pourvu que les délais soient assez courts.

Par contre, après lyophilisation, les échantillons peuvent être conservés en dessiccateur pendant un temps indéterminé.

L'imprégnation a ensuite été effectuée soit par du Vestopal, soit avec du Stratyl. Notons que la polymérisation de ce deuxième type de résine gêne parfois l'observation.

Les études peuvent ensuite être menées soit sur surface polie, soit sur lames minces.

C - Examen des résultats.

Il faut tout d'abord signaler que l'échantillon lyophilisé garde intégralement les dimensions de l'échantillon frais, alors que le séchage provoque un important retrait et de larges fentes. Par contre, la cristallisation de la glace tend à fabriquer une structure micropolyédrique qui n'est cependant pas très gênante, les éléments figurés naturels (pores, débris végétaux, grains de sables, ségrégations diverses) restant à leurs places respectives.

La méthode a été appliquée avec succès à des sols de mangrove contenant plus de 200 pour 100 d'eau par rapport au poids sec et plus de 30 pour 100 de matière organique, dont les fibres denses sont évidemment un facteur favorable à la "ténue" de l'échantillon. De même dans les échantillons riches en sels, on n'a pas observé de foisonnement comme dans les échantillons séchés à l'air.

En résumé, l'emploi de la lyophilisation qui, rappelons le, présente des avantages énormes pour l'étude chimique des formes de différents éléments, en particulier les composés du soufre, du fait qu'elle permet un échantillonnage bien meilleur que les mesures sur échantillon frais, semble apporter une solution satisfaisante pour l'étude micromorphologique des sols saturés d'eau.

REFERENCES

- ALIX Y., OTTMANN F. - Emploi de la lyophilisation pour l'imprégnation d'un sédiment meuble saturé d'eau.
C.R. Soc. Géol. France. 3-69. (1969)
- KRAUSE W. Zur Technik der mikromorphologischen Untersuchung nichtgetrockneter Unterwasserböden. Soil Micromorphology (JONGERIUS) 1964, pp. 361-370.
- MACKENZIE A.F., DAWSON J.E. Preparation and study of thin material section of wet organic soil materials,
Jal of Soil Sc. 12-1. pp. 142-144 (1961).
- REY L. Aspects théoriques et industriels de la lyophilisation.
Hermann. Paris. (1964).

INTERET DE LA LYOPHILISATION POUR L'IMPREGNATION

DES SOLS GORGES D'EAU

par J. VIEILLEFON

Pédologue O.R.S.T.O.M.

Centre de DAKAR -

21 JUIN 1971

O. R. S. T. O. M.

Collection de Référence

n° 4750

SEPTEMBRE 1970

Seminaire de microscopie des sols, 1970. Guyon