

**MÉTHODES D'ANALYSES
UTILISÉES ACTUELLEMENT
AUX LABORATOIRES DES SOLS DE L'IDERT**

par

G. AUBERT, C. OLLAT et M. PINTA

*Office de la Recherche Scientifique
et Technique Outre-Mer — France*

Nous signalons les méthodes des principales analyses que nous effectuons sur les échantillons de sols qui nous parviennent des Territoires d'Outre-Mer. Ces méthodes étant pour la plupart devenues classiques, nous nous bornerons à donner quelques renseignements très succincts sur chacune d'elles. Il est bien entendu que cet exposé ne constitue qu'une liste signalétique des principales méthodes pratiquées actuellement aux Laboratoires de l'IDERT, à Bondy.

A. Méthodes chimiques

Matière organique

Matière organique totale :

Celle-ci est déterminée à partir du dosage du carbone organique, lequel est dosé par la méthode WALKLEY et BLACK (Oxydation du carbone par un mélange sulfo-chromique à froid et titrage de l'excès de bichromate par le sel de Mohr). Nous admettons que le taux de matière organique est égal à : $C \% \times 1,724$.

Azote total :

Le principe général du dosage est celui de la méthode KJELDHAL. La terre est finement pulvérisée et passée au tamis 100. L'ammoniacque est distillée par entraînement à la vapeur.

Azote ammoniacal et azote nitrique :

Ces deux dosages ne sont, en général, pas pratiqués sur les échantillons qui nous parviennent des Territoires d'Outre-Mer; le

laps de temps entre le moment du prélèvement et celui du dosage étant toujours trop long pour que les résultats de l'analyse soient valables.

Dans le cas où ce dosage présente un intérêt, nous extrayons l'azote ammoniacal et l'azote nitrique par lessivage du sol à l'aide d'un électrolyte et les dosons par les techniques classiques (Réduction des nitrates par le mélange DEWARDA et distillation de l'ammoniaque formée).

Humus :

Nous utilisons la méthode CHAMINADE : l'humus est extrait par une solution d'oxalate d'ammonium. Dans la solution, l'acide humique est précipité par l'acide sulfurique, lavé et dissous par la soude, puis titré par manganimétrie.

Calcaire total :

Nous employons le calcimètre BERNARD de 100 cm³ de capacité.

Calcaire actif :

Méthode DROUINEAU, modifiée par GALET : (Bulletin de l'Office International des Vins, mars 1951, n° 241, pages 38-43).

On agite la terre avec une quantité connue d'oxalate d'ammonium $N/5$. On filtre. On titre au permanganate cette solution avant et après son contact avec la terre. La différence entre les deux titrages correspond à la quantité de calcium du carbonate ayant réagi sur l'oxalate d'ammonium.

Bases échangeables

L'extraction est faite par contact, puis percolation avec une solution d'acétate d'ammonium N à pH 7. La prise de terre est de 20 g pour un volume de solution de 150 cm³.

Le dosage des bases (Ca , Mg , K , et Na) est fait directement sur le filtrat d'extraction par méthode spectrographique.

Pour les terres riches, les terres salées et les terres calcaires, on utilise 500 cm³ de solution d'extraction, au lieu de 150 cm³.

Dans les terres calcaires le calcium n'est pas dosé.

Capacité d'échange

La méthode utilisée est celle de PARKER, quelque peu modifiée : On échange les bases et l'hydrogène du complexe du sol par de l'ammonium qui est ensuite déplacé par du chlorure de potassium. Dans le filtrat, on dose l'ammoniaque en l'entraînant par la vapeur d'eau.

Bases totales (au sens agronomique)

L'extraction est faite par l'acide nitrique concentré $D = 1,42$. La durée de l'attaque est de 5 heures à l'ébullition. Après séparation des hydroxydes par NH_4OH , puis élimination complète des sels ammoniacaux par l'eau régale, le dosage des bases est effectué par spectrographie.

Dans le cas de terres calcaires, on élimine le calcium avant le dosage spectrographique de Mg , K et Na . Le calcium est alors dosé chimiquement.

Sels solubles

L'extraction est faite par contact et percolation avec de l'eau distillée : 150 cm^3 d'eau pour une prise de 20 g de terre. Le dosage des cations (Ca , Mg , K , Na) est effectué directement sur le percolat par spectrographie.

En ce qui concerne les anions, Cl^- est dosé volumétriquement par une solution de nitrate d'argent, et SO_4^{--} dosé gravimétriquement par précipitation à l'état de sulfate de baryum.

Acide phosphorique

 P_2O_5 assimilable :

Le phosphore assimilable n'est dosé que dans les sols des pays tempérés ou méditerranéens et des régions tropicales peu humides; ou dans les sols alluviaux peu évolués.

Si ce sont des sols acides ou peu calcaires (moins de 2 % de CO_3Ca) l'extraction est faite, suivant la méthode DYER, par l'acide citrique.

Si les sols sont calcaires (plus de 2 % de calcaire) l'extraction est faite, suivant la méthode SCHLOESING DE SIGMOND, par l'acide nitrique.

Dans les deux cas, le dosage est poursuivi selon la technique LORENZ, par volumétrie.

 P_2O_5 total :

L'extraction est faite par attaque de la terre à l'acide nitrique concentré $D = 1,42$, pendant 5 heures à l'ébullition. Comme pour le phosphore assimilable, le dosage est poursuivi suivant la méthode LORENZ par volumétrie.

Fer libre

Nous nous servons encore de la méthode DEMOLON (extraction à l'acide oxalique) pour les sols des régions tempérées, primitivement étudiés par cette méthode, afin de pouvoir établir une comparaison avec les résultats antérieurs.

En ce qui concerne les sols tropicaux, nous adoptons la méthode DEB, dans laquelle l'extraction est faite par l'hydrosulfite et le dosage du fer effectué colorimétriquement par l'ortho-phénanthroline.

Eléments totaux

L'analyse complète est effectuée :

soit sur la *terre totale* (si le refus au tamis de 2 mm comprend des concrétions ferrugineuses, par exemple);

soit sur la *terre fine* (si le refus au tamis est constitué par des graviers et des cailloux);

soit sur la *partie colloïdale*.

La prise de terre est attaquée par *fusion alcaline* ou par le *réactif triacide* (réactif de BAYENS).

La *silice* est déterminée gravimétriquement; dans le cas de l'attaque aux trois acides, on sépare le *quartz* de la *silice combinée* par la soude à 2 %.

Pour l'*aluminium*, après séparation d'avec les autres hydroxydes par la soude vers *pH 11-12*, on reprécipite $Al(OH)_3$ dans le filtrat, filtre, calcine et pèse Al_2O_3 .

Le *fer* est dosé colorimétriquement par le sulfocyanure d'ammonium; le *titane* par colorimétrie du peroxyde de titane; le *phosphore* par volumétrie, suivant la méthode LORENZ.

Le *manganèse* est déterminé colorimétriquement sur une nouvelle prise d'essai de sol, après transformation par oxydation en permanganate de potassium.

Les *cations Ca, Mg, K, et Na* sont dosés par spectrographie, dans le filtrat des hydroxydes, après élimination des sels ammoniacaux.

B. Méthodes physiques

Détermination du pH

Nous appliquons la méthode électrométrique (électrode de verre, pHmètre Heito). Le rapport *sol/eau* est égal à 1/2,5. Nous prenons le pH de la suspension, lu après un contact de 4 minutes avec l'électrode.

Granulométrie

Sols non calcaires :

Nous utilisons la méthode internationale adoptée par l'*Association Internationale pour la Science du Sol*. Le dispersant employé est l'ammoniaque et la séparation des particules est faite par la méthode de la pipette Robinson.

Sols calcaires :

Le calcaire n'est pas détruit; la dispersion est obtenue par l'addition de 10 cm³ de pyrophosphate de sodium normal, après destruction de la matière organique par l'eau oxygénée. Comme pour les sols non calcaires, les particules sont séparées par la méthode de la pipette Robinson.

Structure

Densité réelle :

Nous appliquons la méthode du flacon (picnomètre) décrite dans tous les traités de physique (détermination de la densité des corps solides).

Porosité :

La porosité des mottes est déterminée directement par imbibition.

Analyse des agrégats :

Nous utilisons la méthode par tamisage à l'état humide.

Propriétés hydriques

Humidité :

Au laboratoire, méthode classique de l'étuve.

Sur le terrain, méthode à l'alcool mise au point par S. HÉNIN (C. R. Ac. Agric. Fr., 1946).

Capacité de rétention :

Pour déterminer la capacité de rétention, nous utilisons au laboratoire, la mesure de l'humidité équivalente, suivant la méthode proposée par BOUYOCOS.

Point de flétrissement :

Nous employons une méthode biologique (germination de grains de blé) ou nous faisons la détermination du point de congélation.

C. Méthodes spectrographiques

Dosage des cations des bases échangeables, bases totales, sels solubles, éléments totaux

Méthode :

La solution des éléments est pulvérisée dans une flamme air-acétylène. Les radiations spectrales propres à chaque élément : Na, K, Ca, Mg, sont séparées par filtre optique ou prisme et mesurées photoélectriquement.

Conditions expérimentales :

Sodium : photométrie des raies 5 892/6 Å
sélectionnées par filtre interférentiel
récepteur à cellule à couche d'arrêt et galvanomètre
sensible.

Calcium : photométrie de la bande CaO 6 220 Å
sélectionnée par filtre interférentiel
récepteur à cellule à couche d'arrêt et galvanomètre
sensible.

Potassium : photométrie des raies 7 665/99 Å
sélectionnées par filtre coloré « Wratten »
récepteur à cellule à couche d'arrêt et galvanomètre
sensible.

Magnésium : photométrie de la bande MgO 3 710 Å
sélectionnée par spectrographie HILGER « Medium »
récepteur à photomultiplicateur d'électrons.

Sensibilité :

Sodium : 0,5 γ/cm^3

Calcium : 1 γ/cm^3

Potassium : 0,2 γ/cm^3

Magnésium : 1 γ/cm^3

Étalonnage :

Bases échangeables.

On utilise des solutions d'acétate de Na, K, Ca, Mg dans de l'acétate d'ammonium normal. L'étalonnage est fait lors de chaque série d'analyses.

Bases totales (extrait nitrique) et sels solubles (extrait aqueux).

Solutions standards de nitrate de Na, Ca, K, Mg.

Éléments totaux (extrait au triacide).

Solutions de sulfate de Na, Ca, K, Mg en présence d'acide nitrique (milieu analogue à l'extrait de sol).

Dispositions particulières :

1° Tenir compte des interactions des éléments entre eux, et particulièrement de l'interaction du calcium sur le dosage du sodium, et celle du sodium sur le magnésium. Ces interactions sont déterminées expérimentalement.

2° L'ion Al perturbe le dosage du calcium : on doit contrôler l'absence de Al des solutions analysées, et tenir compte de la présence des traces éventuelles.

3° L'ion *Fe* perturbe le dosage du magnésium, par suite de la présence d'une raie du fer à 3 720 Å, voisine de l'émission de *MgO* 3 710 Å. On tient compte des traces de fer. L'interaction est déterminée expérimentalement au préalable.

Dosage des oligo-éléments :

Méthode :

Spectrographie d'arc : l'extrait de sol est spectrographié dans un arc en présence d'un élément étalon interne; le dosage est basé sur la comparaison d'une raie de l'élément dosé avec une raie de l'étalon.

Extraction :

30 g de sol sont agités 12 heures dans de l'acide acétique (850 cm³) à 2,5 %. La solution est filtrée et évaporée à sec.

Dosage de cuivre et manganèse :

L'extrait de 10 g de sol, évaporé à sec, est mélangé avec du sulfate de potassium, en présence d'argent et de chrome qui serviront d'étalons internes. Les raies servant au dosage sont :

Mn 4 034,49 Å	Cr 4 254,35 Å
Cu 3 273,96	Ag 3 280,68

Dosage de nickel, cobalt, molybdène, zinc, titane :

L'extrait de 20 g de sol est évaporé à sec, repris à l'acide chlorhydrique; les éléments *Ni*, *Co*, *Mo*, *Zn*, *Ti*, sont précipités quantitativement à l'oxyquinoléine, la thionalide, l'acide tannique; une quantité convenable d'oxyde ferrique, servant d'étalon interne, est ajoutée au précipité; la totalité du fer présent est titrée colorimétriquement. La substance est spectrographiée dans l'arc.

Raies utilisées		Concentrations dosables
Éléments	Étalons	en PPM de terre
Ni 3 134,1	Fe 3 196,93	0,02 à 20
Co 2 424,9	Fe 2 462,64	0,02 à 20
Mo 3 170,3	Fe 3 196,93	0,01 à 20
Zn 3 345,97	Fe 3 305,97	0,5 à 100
Ti 3 354,6	Fe 3 305,97	0,02 à 20
Cu —		0,1 à 300
Mn —		0,3 à 1000

Erreur relative sur les dosages : 10 à 20 %

D. Méthodes d'identification des minéraux argileux

Ce sont :

l'analyse thermodéterminale;

l'analyse thermique différentielle;

l'analyse cristallographique par les Rayons X.

Dans ces trois cas, les échantillons de sols sont traités de façon à éliminer le quartz, par les techniques habituelles de défloculation et de sédimentation utilisées par la granulométrie. On opère ainsi sur la fraction argileuse $\leq 2 \mu$ ou mieux sur la fraction $\leq 1 \mu$.

Analyse thermopondérale

Elle permet de déterminer les pertes de poids caractéristiques que subit une matière argileuse au cours de son échauffement.

Appareillage : Thermobalance CHEVENARD à enregistrement photographique continu.

Conditions expérimentales :

Poids d'argile : 300 mg environ.

Chauffage : 20 à 1000°.

Vitesse de chauffage : environ 15°/h.

Repérage des températures : avec un couple thermo-électrique.

Analyse thermique différentielle

Elle permet de déterminer les réactions thermiques qui se produisent dans une argile quand elle subit des transformations physiques ou chimiques au cours de son échauffement.

L'observation des températures auxquelles se produisent des réactions permet l'identification de la nature de l'argile. Ces réactions se traduisent par une différence de température entre l'argile à étudier et une substance inerte de référence.

Conditions expérimentales :

L'argile et la substance de référence (kaolin ou alumine calcinés) sont placées dans un four chauffé de 20 à 1000° en deux heures. Un couple thermo-électrique permet d'enregistrer la température du four. Un couple thermo-électrique différentiel dont les soudures sont respectivement plongées au sein de l'argile à étudier et de la substance de référence, permet de déterminer les différences de température Δt entre les deux échantillons au cours de l'échauffement.

Un analyseur LE CHATELIER-SALADIN enregistre la courbe de variation de température Δt en fonction de la température t du four.

Analyse cristallographique par les Rayons X

Nous utilisons un générateur PHILIPS NORELCO équipé d'un tube à anticathode de cuivre ($K : 1,539 \text{ \AA}$). Les chambres spectrographiques ont des diamètres de 57,3 mm et 114,59 mm.

Méthodes expérimentales :

Spectre d'agrégat : les agrégats sont préparés par évaporation lente d'une suspension d'argile dispersée traitée avec CaCl_2 .

1° Le spectre est photographié dans une chambre cylindrique (diam. 114,59 mm); il permet de mettre en évidence les illites et les produits kaoliniques.

2° Identification kaolinite-métahalloysite.

L'argile en poudre est analysée dans une chambre de 57,3 mm de diamètre. Le spectre permet de rechercher la kaolinite (écart réticulaire = 7,05 — 7,1) et la métahalloysite (écart réticulaire de 7,25).

3° Lorsque le spectre d'agrégat traduit des écarts réticulaires supérieurs à 10 Å (montmorillonite, chlorite, vermiculite) l'agrégat est chauffé à 500° pendant une heure et à nouveau spectrographié; l'écart réticulaire de la montmorillonite passe de 15,5 à 10,0 Å.

4° Pour préciser la présence de montmorillonite, on traite la poudre d'argile au glycérol; le nouveau produit spectrographié permet l'identification de la montmorillonite (écart réticulaire caractéristique de 17,7 Å).

5° Recherche de la chlorite et de la vermiculite.

L'agrégat chauffé à 500° est traité par KClN ; dans cette argile-K, la chlorite possède un écart réticulaire de 14 Å et la vermiculite un écart de 10,6 Å.

Dans ces trois derniers cas les spectres sont photographiés dans les chambres de 114,59 mm.

Remarque :

Ces traitements typiques ne doivent pas être considérés comme absolus; la suite de l'analyse dépend essentiellement des premiers résultats de l'examen cristallographique; la complexité des spectres peut nécessiter d'autres traitements particuliers qu'il n'est pas possible d'envisager dans ce bref exposé.

RÉSUMÉ

Les auteurs donnent des renseignements très succincts sur les méthodes des principales analyses qui s'effectuent actuellement aux Laboratoires de l'IDERT, à Bondy et relatives aux échantillons de sols qui leur parviennent des Territoires d'Outre-Mer.

L'étude comporte l'examen des méthodes suivantes : méthodes chimiques; méthodes spectrographiques; méthodes d'identification des minéraux argileux.

Les auteurs signalent que les méthodes employées sont pour la plupart devenues classiques. L'exposé fait ici ne constitue qu'une liste signalétique des principales méthodes pratiquées aux Laboratoires de l'IDERT.

SUMMARY

METHODS OF ANALYSES EMPLOYED ACTUALLY IN THE SOILS LABORATORIES OF THE IDERT

The authors list and briefly describe the methods of analyses applied actually at the Soils Laboratories of the IDERT, at Bondy, in the analysis of soil samples received from the Overseas Territories.

The analyses comprise chemical, physical, spectrographic and clay mineral identification methods.

Most of the methods have become classical.

France d'Outre-Mer

**MÉTHODES D'ANALYSES
UTILISÉES ACTUELLEMENT
AUX LABORATOIRES DES SOLS DE L'IDERT**

par

G. AUBERT, C. OLLAT et M. PINTA
*Office de la Recherche Scientifique
et Technique Outre-Mer — France*

Extrait des *Comptes Rendus de la 2^e Conférence Interafricaine des Sols,*
Léopoldville, 9 - 14 août 1954, pages 1267 à 1276, document n° 101

BMLB