

R A P P O R T D E S T A G E

AU

LABORATOIRE DES SOLS

DE L'O.R.S.T.O.M.

OFFICE DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE
ET TECHNIQUE OUTRE-MER

N. W i l l s

O.R.S.T.O.M. Fonds Documentaire
N° : 29 720 ex 1
Cote : B

Ce rapport est le troisième et le rapport final des stages que j'ai effectués pendant mon séjour en FRANCE. Les deux précédents ayant eu lieu au laboratoire d'analyse minérale des plantes et laboratoire des Sols et Eau du GERDAT, successivement.

Le but de ce dernier stage reste le même que les deux autres, c'est-à-dire de m'informer sur les connaissances actuelles des techniques d'analyse de sol, l'interprétation des analyses et l'organisation et le contrôle des résultats.

Afin de réaliser ce but, j'ai eu la collaboration de quelques membres du service du laboratoire.. Les lectures sur l'interprétation et le contrôle des résultats étaient aussi à ma disposition.

Entre les 1er et 5 JUIN, j'ai pu participer à une série de conférences organisée par L'O.R.S.T.O.M. pour quelques stagiaires de F.A.O. Les sujets des conférences étaient les suivants :

- . Matière organique des sols.
- . Structure du sol.
- . Phosphore dans le sol.
- . Eau dans le sol.
- . Sol et utilisation.
- . Sols salés.

Ces conférences étaient intéressantes et me fournissaient de nombreuses informations utiles.

En continuant de me familiariser avec les différentes analyses courantes du sol, j'ai pu pratiquer les analyses suivantes :

A n a l y s e d e l a m a t i è r e h u m i q u e d u s o l

La matière organique du sol est une substance complexe qui comprend :

- . Des matières végétales peu ou pas décomposées et non liées à la matière minérale.
- . Des produits transformés ou encore "humifiés" solubles, soit en milieu acide, soit en milieu alcalin.
- . Des produits transformés insolubles fortement liés à la matière minérale.

L'analyse des matières humiques consiste à déterminer quantitativement ces différentes fractions.

L'importance de l'analyse de la matière humique et de ses fractions

... / ...

est liée aux renseignements obtenus des résultats de l'analyse. Elle permet de suivre les transformations et les migrations des différentes fractions de l'humus, soit dans des profils au cours de l'année, soit dans des essais agronomiques en parcelles, en fonction des traitements différents. Les résultats donnent aussi des renseignements sur la fertilité des sols.

Méthode.

La méthode employée, celle de BONDY, est la suivante :

. Traitement par l'acide phosphorique $H_3 PO_4$, 2 M, afin de séparer la fraction de "matière organique légère," les acides "fulviques libres" en solution et un "résidu" qui contient toutes les matières humifiées liées au sol.

Après lavage à l'eau, le résidu est traité par les solvants alcalins, Pyrophosphate de soude, puis la soude, pour extraire les composés humiques solubles. Après extraction des produits solubles, on obtient la matière organique insoluble très fortement liée que l'on appelle humine.

Principe de la méthode.

Les matières humiques colloïdales présentent certaines liaisons physico-chimiques avec les colloïdes minéraux par l'intermédiaire des ions Ca^{++} , Al^{+++} , Fe^{+++} , et il est nécessaire de casser ces liaisons pour extraire l'humus.

L'Acide phosphorique ($H_3 PO_4$) extrait les éléments minéraux Calcium, Aluminium et Fer et détruit le calcaire qui emprisonne des particules organiques et libère des acides organiques solubles - "fulvic acids". En même temps, en raison de sa densité entre 1.1 et 1.2, il sépare la matière organique légère qui est obtenue par filtration.

Le Pyrophosphate de soude $Na_4 P_2 O_7$ (0.1 M pH = 9,8) se comporte comme un complexant de calcium et d'autres éléments minéraux, il a donc la possibilité d'extraire les produits humiques qui, par leurs fonctions carboxyles (-COOH) et hydroxyles (OH) forment des complexes avec les éléments minéraux Ca^{++} , Al^{+++} , Fe^{+++} ; en plus, son alcalinité permet le passage en solution des produits dispersés. Cet extrait à pH 9,8 dissout les acides humiques et l'acide fulvique lié avec eux.

La séparation des acides humiques et acides fulviques est faite sur une aliquote de cette solution par précipitation des acides humiques par un acide ($H_2 SO_4$) à pH = 1.

Après l'élimination des produits précédents, la soude à pH = 12 a la possibilité d'extraire des produits humiques très condensés et fortement liés à la matière minérale. Cette fraction extraite dans la soude peut

... / ...

contenir également des acides fulviques.

Les fractions différentes des matières humiques sont dosées par oxydation sulfochromique et on détermine le taux de carbone.

Après la dernière extraction à la soude, il reste un résidu insoluble minéral contenant une forte proportion de carbone. C'est l'humine.

Mode Opérateur.

Extraction acide.

Une prise d'essai de 40 gr. de sol séché à l'air, broyé et tamisé au tamis à 0,5 mm est utilisée. L'extraction est effectuée dans une fiole en polyvinyle de 300 à 500 ml. pouvant être bouchée.

200 ml. de (H_3PO_4) d'acide phosphorique sont ajoutés et agités 1/2 heure à l'agitateur va et vient.

- Centrifugation (à 1.500 t/mm.).

- Décantation et filtration du liquide surnageant, en recueillant le liquide dans un flacon de 1.000 ml.

- L'opération est recommencée au moins deux fois et le liquide centrifugé est filtré sur le même filtre et recueilli dans la même fiole.

Les brindilles végétales surnageantes, recueillies sur le filtre au moment de la décantation, sont les matières légères.

Le liquide de filtration contient les acides fulviques libres qui sont ensuite dosés (Solution A).

Le culot de centrifugation est lavé avec 400-800 ml d'eau distillée dans le même flacon. On agite pendant 15 minutes et on centrifuge à plusieurs reprises jusqu'à la fin du lavage. Après chaque lavage, on décante sur le filtre précédent les matières végétales qui continuent à flotter, on jette le restant du liquide de lavage.

Les matières légères qui se trouvent sur le filtre sont lavées à l'eau distillée, puis séchées à l'air et conservées en vue d'un dosage de carbone.

Extraction au Pyrophosphate de soude O.I.M.

- 200 ml de $Na_4P_2O_7$ sont ajoutés dans la même fiole.

- Agiter pendant 4 heures ou laisser en contact une nuit après agi-

... / ...

tation manuelle.

- Centrifuger environ 30 mn à 3.000 tours/minute.
- Filtrer le liquide surnageant et recueillir dans une fiole bouchée d'un litre.
- Un deuxième extrait est fait dans les mêmes conditions et on filtre sur le même filtre et la même fiole.
- L'ensemble des filtrats mélangés représente la solution B.

Extraction par la soude O.I.N.

- Ajouter 200 ml de soude OIN sur culot de centrifugation et agiter pendant 4 heures.
- Centrifuger et filtrer dans les mêmes conditions que l'extrait Pyrophosphate.
- Recommencer l'extrait jusqu'à solution peu colorée (solution C).

Dosage du Carbone des extraits

Solution A.

Une aliquote (100 ml) est prélevée et concentrée à l'étuve à 70° C jusqu'à 10 ml environ. Le dosage se fait directement sur cette solution concentrée par le mélange sulfochromique (Méthode Anne).

On calcule le poids de carbone pour la quantité totale d'extrait et on le rapporte au poids de sol utilisé, soit C ‰ des acides fulviques.

Solution B.

Une aliquote est prélevée afin d'avoir 5 à 8 mg de C dans la prise. On l'amène à sec dans un bécher à l'étuve à 70° C. On dose le C par attaque sulfochromique.

C ‰ des matières humiques totales est obtenu.

... / ...

Acides humiques.

Une prise supérieure de 50 % à celle de la matière humique totale est faite et les acides humiques précipités à pH = 1 par H_2SO_4 2 N, en laissant flocculer 4 heures et puis centrifuger 5 mn à 3.500 tours/minute. Le liquide surnageant est décanté et le culot lavé par H_2SO_4 0,1N.

Le culot est ensuite redissout dans Na OH 0,1N, versé dans un bécher et amené à sec (70° C).

On dose le carbone par attaque sulfochromique.

C % des acides humiques.

C % acides fulviques = C % matières humiques totales - C % acides humiques.

Solution C (Na OH 0,1N).

La solution C est traitée comme la solution B.

A n a l y s e d e l ' H u m i n e

Le culot de centrifugation de sol par l'extrait soude est séché à l'étuve à 70° C, pesé, tamisé au tamis 2 mm, puis 0,2 mm, carbone et azote sont ensuite dosés.

F r a c t i o n n e m e n t d e s a c i d e s h u m i q u e s p a r é l e c t r o p h o r è s e

Principe.

Lorsqu'on dépose une solution d'acide humique sur une bande de papier filtre imbibée d'une solution saline tamponnée et que l'on soumet cette bande de papier à une différence de potentiel électrique, on observe une migration de l'humus qui s'opère de la cathode vers l'anode. Les acides humiques bruns migrent vers l'anode tandis que les acides gris restent voisins de la dépose. Entre les deux taches se trouvent les acides humiques intermédiaires.

Lorsque la migration est arrêtée et le papier desséché rapidement, on peut effectuer une lecture de noircissement à l'aide d'un densitomètre optique.

... / ...

La représentation graphique des densités optiques en fonction de la longueur de bande permet de dresser un diagramme ou électrophonégramme à partir duquel une lecture de surface permet d'obtenir la répartition quantitative des différents types d'humus.

Mode opératoire.

Une prise d'essai, d'extrait pyro, est faite afin de contenir 12.5 mg C. Sur cette prise, les acides humiques sont précipités par l'acide sulfurique (pH = 1), séparés et lavés (H_2SO_4 N/10). Le culot est redissout dans un ml de soude N. Cette solution est versée dans un tube à hémalyse gradué et le volume noté.

La solution est déposée avec une micro pipette sur une bande de papier et soumise à électrophorèse. La lecture est faite à l'aide d'un densitomètre et la proportion de chaque constituant de l'acide humique obtenu.

A n a l y s e d e s m a t i è r e s o r g a n i q u e s d a n s l e s s o l s

D o s a g e d u c a r b o n e o r g a n i q u e t o t a l (Méthode Anne).

Principe.

La matière organique est oxydée par un mélange de bichromate de potassium et d'acide sulfurique, et on détermine directement par colorimètre les ions Cr^{+++} bleu vert qui se forment au cours de la réaction et qui sont proportionnels aux équivalents de carbones oxydés.

Mode opératoire.

Réactifs : Acide sulfurique concentré $d = 1.83$, Bichromate de Potassium, solution à 8 %.

Une prise de 1 g. de sol finement broyé (0.2 mm) est introduite dans un petit matras Kjeldahl jaugé à 40 ml. 5 ml de bichromate et 7.5 ml d'acide sulfurique concentré sont ensuite ajoutés. Le matras est porté à l'étuve à 500° C pendant 3 heures afin d'avoir une oxydation complète. Après l'attaque, le matras est refroidi et puis complété à 40 ml. La solution est centrifugée et gardée pour la colorimétrie.

.... / ...

Colorimétrie.

La colorimétrie est effectuée à 590m μ ou nm.

Solution étalon.

Faite à partir d'une gamme solide de glucose mélangé avec du sol (0.2 mm broyé), calciné. La gamme est traitée de la même manière que les échantillons.

A n a l y s e d e s f o r m e s d e l ' a z o t e
p a r m é t h o d e B r e m m e r s i m p l i f i é e

L'azote existe dans trois formes principales dans le sol :

- . Azote organique lié avec l'humus.
- . Azote ammoniacal fixé par les argiles.
- . Azote inorganique soluble et nitrates.

C'est un facteur qui limite la croissance des plantes plus qu'aucun autre élément majeur. Ceci représente un point d'intérêt pour les Agronomes.

Cette méthode utilisée pour analyser les formes d'azote réussit à évaluer deux formes d'azote :

a. L'azote hydrolysable comprenant les formes d'azote
α -amine, d'azote amide et d'azote ammoniacal.

b. L'azote non hydrolysable sous forme de noyaux hétérocycliques, ou inclus dans des polymères de haute masse moléculaire.

Mode opératoire.

Hydrolyse de différentes formes d'azote : une prise d'essai de 5 g. de sol broyé à 0.2 mm est hydrolysée pendant 12 heures par 20 ml de HCl 6 N à ébullition douce sur appareil à reflux. Le mélange est centrifugé après refroidissement, et le surnageant recueilli dans une fiole de 250 ml. Le culot est rincé dans le tube à centrifuger au moins deux fois, centrifugé, et le surnageant à rincer ajouté à l'extrait. La fiole est ajustée au trait de jauge. Le culot de centrifugation est récupéré dans des béchers et séché à l'étuve à des températures basses (< 50°).

... / ...

D o s a g e d e l ' a z o t e h y d r o l y s é t o t a l e m e n t (A).

Une minéralisation Kjeldahl est faite en utilisant une prise de 50 ml de solution d'hydrolysats(catalyseur utilisé mélange de $K_2 SO_4$, $Cu SO_4$ + Se).

L'azote minéralisé sous forme $(NH_4)_2 SO_4$ est déplacé par Na OH concentré (10N) en utilisant un appareil à distiller (Kjeldahl). L'ammoniaque déplacé est recueilli dans une fiole cylindro-conique contenant 20 ml d'une solution de l'acide borique à 4 % ayant un indicateur dont la composition est un mélange de vert de bromocrésol 1 % et rouge de méthyle 0.2 % (3:1).

A la fin de la distillation, on titre en retour avec $H_2 SO_4$ N/50.

D o s a g e d e l ' a z o t e a m i d e e t a m m o n i a c a l (B).

Une prise de 50 ml de l'hydrolysats est faite dans un bécher de 250 ml et neutralisée sous pH mètre jusqu'à pH 5 environ avec Na OH 5 N. Cette solution est placée dans un matras de 500 ml. 2 g. environ de Mg O calciné préalablement à $1.000^\circ C$ sont ajoutés. On s'assure que le pH est alcalin. Le matras est ensuite branché sur l'appareil à distiller .

On recueille $NH_4 OH$ déplacé dans $H_3 BO_3$ comme dans le cas précédent et titre en retour avec $H_2 SO_4$ N/50.

D o s a g e d e l ' a z o t e n o n h y d r o l y s a b l e
d u c u l o t d e c e n t r i f u g a t i o n (C).

La totalité du culot est placée dans un matras de 500 ml et les minéralisation et distillation effectuées suivant les mêmes conditions que dans le cas de l'azote totalement hydrolysé.

Expression des résultats.

A	= Azote totalement hydrolysé.
B	= Azote amide et ammoniacal.
C	= Azote non hydrolysé du culot de centrifugation.
A + C	= Azote total.
A - B	= Azote α -amine.

Stabilité structurale.

La structure du sol est jugée d'après l'indice HENIN Is (Indice

... / ...

d'instabilité) avec des interprétations variables suivant le cas. Cet indice d'instabilité structurale permet de chiffrer la solidité des agrégats formant les éléments de la structure du sol. Il se calcule par la formule :

$$I_s = \frac{(A + L) \text{ maximum}}{\text{moyenne agrégats} - 0.9 \text{ SG}}$$

dans laquelle A + L est la somme de l'argile et du limon du sol et SG la teneur en sable grossier.

On détermine donc :

a. Le pourcentage d'agrégats stables compris entre 0.2 et 2 mm dans trois cas :

- Sans prétraitement (eau).
- Avec un traitement à l'alcool qui a un effet protecteur.
- Avec un prétraitement au benzène qui a un effet sensibilisateur (sauf sur les terres riches en matière organique), et on fait la moyenne arithmétique.

b. La fraction dispersée A + L obtenue par le traitement le plus dispersant (celle obtenue après le prétraitement au benzène).

c. La fraction sables grossiers, le facteur 0.9 ayant été retenu pour tenir compte du fait que les sables grossiers n'interviennent que pour une partie d'entre eux.

Perméabilité.

La terre est soumise à une charge d'eau constante dans un tube calibré et l'on mesure la quantité d'eau qui la traverse pendant une heure (Q). On connaît h (charge), S (surface) et L (hauteur) de la colonne de terre.

A partir de ces valeurs, on calcule le coefficient K (pente motrice en cm/heure).

$$K = \frac{QL}{hS}$$

La stabilité structurale est calculée à partir de l'équation suivante :

$$St = 20 (2.5 + \log 10 K - 0.837 \log I_s)$$

où K = perméabilité
I_s = Indice d'instabilité.

... / ...

Mode opératoire, Is :

- Echantillonner trois fois 10 g. de terre et les placer dans trois béchers de 250 cc parfaitement secs. Etaler en couche uniforme dans le fond du bécher.
- Verser doucement dans le premier bécher 10 ml. d'alcool éthylique, dans le second 10 ml. de benzène et remplir le troisième avec de l'eau.
- Cinq minutes plus tard, compléter les béchers 1 et 2 avec de l'eau distillée et laisser reposer 25 minutes.
- Une demi-heure après le début de l'opération, vider le contenu du premier bécher dans un erlen de 750 ml. Rincer le bécher en évitant d'envoyer le jet sur les agrégats. Toute la terre étant passée dans l'erlen, boucher.
- Agiter en vingt retournements successifs assez énergiques de l'erlenmeyer.
- Faire passer le contenu de l'erlenmeyer sur un tamis de 0.2 mm, lui-même posé dans une capsule de porcelaine de 1 litre à fond plat.
- Tapoter le tamis contre le fond de la capsule pour éliminer les bulles d'air qui se sont formées sous le tamis.
- Tamiser. Le tamisage est fait par un mouvement hélicoïdal, assez vigoureux pour qu'on entende crisser le sable sur la toile du tamis. Faire vingt aller et retour de tamis. Cette opération est faite de façon identique sur tous les échantillons.
- Conserver le contenu de la grande capsule pour la détermination de (A + L).
- Retirer le tamis, le retourner sur une capsule en porcelaine de 500 ml, et par un jet de pissette tangent à la toile, faire passer les agrégats restés sur la toile dans la capsule. Faire passer les agrégats dans une petite capsule de 75 mm en décantant le liquide des petites capsules dans la grande capsule. Sécher les agrégats à l'étuve de 105° C et peser après les avoir refroidis à l'air. Les % d'agrégats stables dans les trois cas sont calculés.

Détermination de (A + L) maximum.

Le contenu de la grande capsule est récupéré dans une allonge et ajusté à un litre. Déterminer A + L à la pipette de Robinson; l'agitation est commencée au temps $t_0 - 15$ secondes. Faire cinq ou six retournements lents et terminer l'agitation à t_0 . Préléver dans une capsule tarée 20 ml à 10 cm au temps $t_0 + 4$ mm 48 sec. à 20° C. Sécher à l'étuve et peser.

... / ...

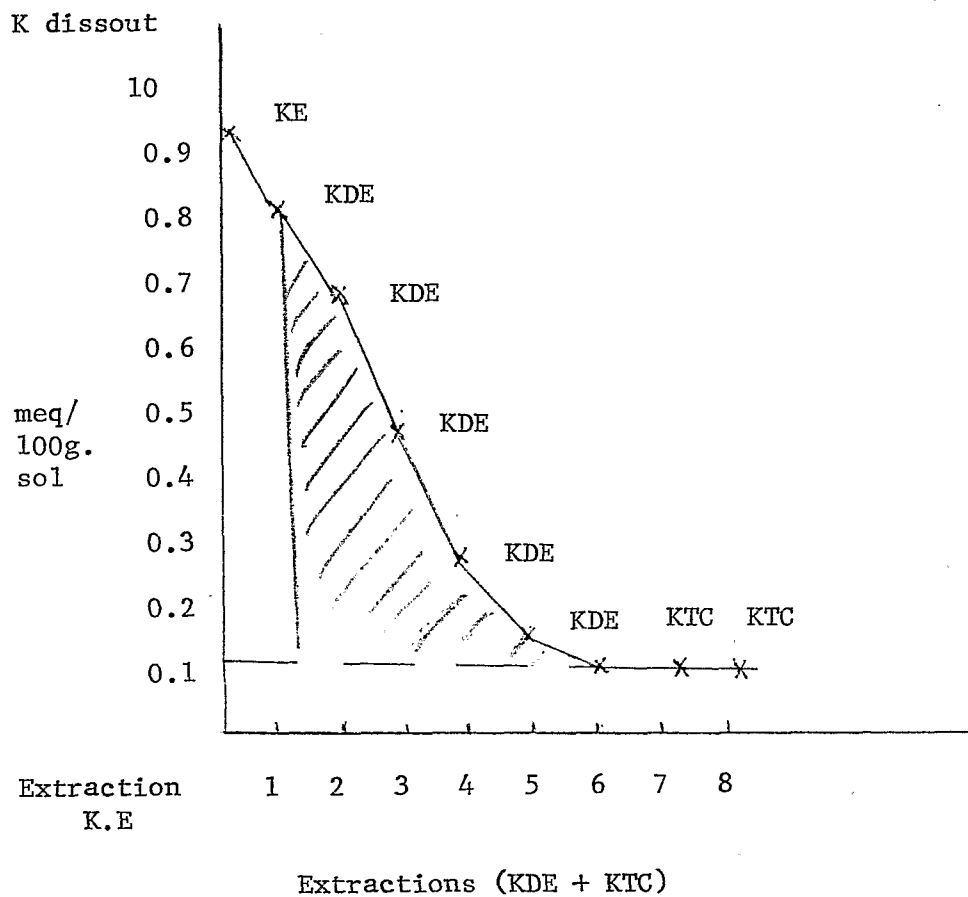
Extraction du K^+ échangeable et du K^+ difficilement échangeable

La détermination de K est effectuée en deux périodes :

. Epuisement de K et des autres cations, échangeables, au moyen de HNO_3 0,1N à froid et dosage de K sur cette fraction.

. Extraction de K difficilement échangeable par 7 extractions successives au moyen de HNO_3 1 N bouillant et dosage de K solubilisé sur chacun des 7 extraits. Les résultats des 7 dosages s'alignent en une courbe de dissolution graphiquement exploitable.

Expression des résultats.



A partir du graphique, on peut identifier trois formes de K : K échangeable, K difficilement échangeable et K à taux constant; celui-ci est du potassium des "réserves", qui ne peut devenir difficilement échangeable ou échangeable qu'à très long terme. On admet qu'il est égal pour

... / ...

chacun des 7 extraits.

K difficilement échangeable se calcule selon :

$$KDE = \sum^7 (K \text{ dissout par cycle} - K \text{ à taux constant}).$$

La somme (K échangeable + K difficilement échangeable) donne une estimation de K assimilable.

Mode opératoire.

Extraction de K échangeable : une prise de 5 g. de sol tamisé à 2 mm est introduite dans un tube de centrifugeuse en pyrex de 100 ml muni d'un bouchon.

- Ajouter 11.5 ml de HNO_3 0.1 N (froid) et agiter manuellement pendant 5 minutes.

- Centrifuger 5 minutes à 4.000 tours/minute et verser le surnageant dans les béchers de 100 ml.

- Répéter l'extraction 4 fois dans les mêmes conditions en réunissant les 4 extraits dans le même bécher pour chaque échantillon.

- Filtrer les extraits, laver et concentrer sur plaque chauffante en amenant à sec. Reprendre par HNO_3 1N et verser dans des fioles de 25 ml. Amener au trait de jauge avec HNO_3 1N.

Extraction de K difficilement échangeable :

- Verser 50 ml de HNO_3 1N bouillant sur le même échantillon déjà traité pour l'extraction du K^+ facilement échangeable et le boucher. Agiter toutes les 5 minutes en laissant 1/4 d'heure au bain-marie bouillant.

- Centrifuger 5 minutes à 4.000 tours/minute et recueillir le surnageant dans un bécher de 100 ml, chaque extrait successif du même échantillon étant recueilli dans un bécher différent.

- Amener l'extrait à sec sur plaque douce et reprendre par 10 ml HNO_3 1N.

- Verser chaque extrait redissout dans des fioles jaugées de 25 ml. Amener au trait de jauge.

Dosage.

Fait par photométrie de flamme.

Solution étalon.

Solution-mère à 2 meq/L de K^+ à partir de KNO_3 , en milieu HNO_3 IN. Des points étalon sont faits à partir de cette solution.

C o n c l u s i o n

Ce stage m'a apporté une meilleure connaissance sur les possibilités d'analyse des sols et des plantes. Malgré le problème de la langue qui ne rend pas la communication toujours facile, j'ai pu me familiariser avec les méthodes que j'ai énumérées dans les trois rapports.

Finalement, je crois que j'aurais tiré davantage de profit de mon séjour si mon stage avait été intégré à un autre plus formel.