

- RUPELLAN A., 1971. – Contribution à la connaissance des sols des régions méditerranéennes : les sols à profil calcaire différencié des plaines de la basse Moulouya (Maroc oriental). *Mémoire ORSTOM n° 54*, Paris, 302 p.
- RUPELLAN A., NAHON D., PAQUET H. et MILLOT G., 1977. – Géochimie de la surface et formes du relief. VI. Rôle des encroûtements et épigénies calcaires dans le façonnement du modelé en pays aride. *Sci. Géol. Bull.*, 30, 4, 283-288.
- VAN VLIET-LANOË B., 1988. – *Le rôle de la glace de ségrégation dans les formations superficielles de l'Europe de l'Ouest*. Thèse Géog. Paris I, t. 1 et 2, 854 p.
- VERGES V., 1982. – *Contribution à l'analyse et à la représentation cartographique des formations pédologiques en moyenne montagne calcaire (Mt Ventoux)*. Thèse 3<sup>e</sup> cycle, Univ. Paris VII, 226 p.
- VOGT T., 1983. – *Types et genèse de croûtes calcaires : France méditerranéenne, Afrique du Nord*. Thèse Univ. P.-et-M.-Curie, Paris, 253 p.
- WIEDER M. & YAALON D.H., 1974. – Effect of matrix composition on carbonate nodule crystallization. *Geoderma*, 11, 95-121.
- WIEDER M. & YAALON D.H., 1982. – Micromorphological fabrics and developmental stages of carbonate nodular forms related to soil characteristics. *Geoderma*, 28, 203-220.

## Comparaison de différentes méthodes d'hydrolyse acide en vue du dosage des glucides totaux dans les sols

O.R.S.T.O.M. Fonds Documentaire

N° :

Cpte :

23 OCT. 1991

C. FELLER (1)

P. JEANSON (2)

P. GIUMMELLY (3)

P. BONALY (3)

### RÉSUMÉ

Dans l'optique de réduire les prises d'échantillons de sols ou de fractions de sols pour l'étude des glucides totaux, nous avons comparé une méthode d'hydrolyse chlorhydrique (HCl 2M) en ampoules scellées pour de petits (100 mg) échantillons de sol ou de matériel végétal (5 mg) à diverses méthodes d'hydrolyse à reflux, en ballon (HCl ou H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) décrites dans la littérature pour des quantités supérieures d'échantillons de sol (1 à 2,5 g) ou de matériel végétal (100 mg). Pour quatre sols argileux tropicaux et un échantillon végétal (racines), les teneurs en glucides totaux obtenues après hydrolyse chlorhydrique (HCl 2M, 1 à 2 h) en ampoule scellée, sont très voisines de celles obtenues par la "méthode de référence" de Cheshire et Mundie, 1966 (hydrolyse H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,5M 6 h à reflux avec prétraitement H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 12M 16 h à 20°). Enfin, sous réserve de durées d'hydrolyse comprises entre 1 et 2 h, il est montré qu'une méthode HCl 3M à reflux (utilisée pour l'étude des formes de l'azote organique) est adaptée aussi à la détermination des glucides totaux des sols.

**MOTS-CLÉS :** glucides totaux - hydrolyses acides HCl, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> - matière organique - sols tropicaux.

### COMPARISON OF ACID HYDROLYSIS METHODS FOR TOTAL CARBOHYDRATE DETERMINATIONS IN SOILS

Analysis of soil carbohydrate was performed by hydrolysis of soil or plant material in sealed glass tubes under vacuum, at 105°C, with 2M HCl, during 1 or 2 hrs, on micro-samples (100 mg of soil or 5 mg of plant material). Results were compared to conventional hydrolysis in a flask using 12M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> during 16 hrs, at 20°C, followed by reflux hydrolysis, 0.5M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> during 6 hrs, on 1 to 2.5 g of soil or 100 mg of plant material. Sealed tube hydrolysis on four tropical clay soils and one plant sample (roots) resulted in carbohydrate content similar to those obtained by the "sulfuric reference method" of

(1) ORSTOM c/o CPB-CNRS - B.P. 5 - 54501 Vandœuvre-les-Nancy Cédex.

(2) CPB-CNRS (LP 6831 associé à l'Université de Nancy I) - B.P. 5 - 54501 Vandœuvre-les-Nancy Cédex.

(3) Faculté de Pharmacie, Laboratoire de biochimie microbienne - B.P. 403 - 54001 Nancy Cédex.

24 OCT. 1991

ORSTOM Fonds Documentaire

N° : 34.858 dx 1

Cote : B

Cheshire and Mundie (1966). Hydrolysis by refluxing sample with 3M HCl, during 1 or 2 hrs, a technique used for organic nitrogen study, was suitable for total carbohydrate determinations in soil and plant samples.

**KEY-WORDS** : total carbohydrate - HCl, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> acid hydrolyses - organic matter - tropical soils.

## INTRODUCTION

Les méthodes généralement utilisées pour le dosage des glucides (oses et osides) totaux des sols et l'identification des monosaccharides nécessitent une prise d'échantillons comprenant environ 20 à 50 mg de carbone (C), soit 2 à 5 g de sol pour un sol dont la teneur serait 10 mg C.g<sup>-1</sup> sol. Ceci ne pose pas de problèmes pour des échantillons de sols totaux, mais des poids de prise de l'ordre du gramme peuvent être une contrainte lors d'études des fractions de sols dont les quantités sont parfois limitées. Réduire la prise d'échantillons à des poids inférieurs à 100 mg devrait donc être intéressant.

La libération des monosaccharides à partir d'osides libres et conjugués implique toujours une ou plusieurs étapes d'hydrolyses acides à froid et/ou à chaud (CHESHIRE, 1979) qui s'effectuent généralement à reflux en ballon, en présence de 50 à 200 ml d'acide. Ce système offre des inconvénients de coût, d'occupation de l'espace et limite donc le nombre d'échantillons par série. Des hydrolyses en ampoules scellées de faible volume (5 ml environ) peuvent remédier à ces inconvénients.

Le choix de la séquence d'hydrolyse acide (une ou plusieurs étapes, quels acides, quelles normalités ?) est un problème difficile. La synthèse bibliographique faite par CHESHIRE (1979) conduit cet auteur à privilégier l'hydrolyse en milieu sulfurique, en deux (CHESHIRE et MUNDIE, 1966) ou trois étapes (OADES *et al.*, 1970), plutôt que chlorhydrique. En effet, selon CHESHIRE (1979), il est établi que HCl aux normalités élevées ( $\geq 6M$ ), utilisé pour libérer les acides aminés (BREMNER, 1949) et les osamines du sol (STEVENSON, 1957) détruirait une partie des oses. L'utilisation d'un seul agent d'hydrolyse pour la libération des oses et la caractérisation des différentes formes de l'azote organique paraît donc difficile. Toutefois, les travaux de SPIK *et al.* (1969) sur les glycoprotéines, et ceux plus récents, adaptés aux sols, de JANEL *et al.* (1979) et JOCTEUR-MONROZIER et JEANSON (1981) ont mis en évidence la nécessité d'hydrolyses chlorhydriques de type "séquentiel" de 1 h puis 24 h, à des normalités relativement basses (HCl  $\leq 3M$ ) pour éviter les dégradations et surtout la recombinaison des oses avec les composés azotés solubilisés. Il ne semble pas que, dans ces dernières conditions (HCl 3M, 1 h), une étude détaillée ait été faite concernant le taux d'hydrolyse des glucides des sols. Par ailleurs, des hydrolyses HCl 2M sont couramment utilisées en biochimie pour l'étude des glucides de produits essentiellement organiques (SPIK *et al.*, 1969 ; BONALY *et al.*, 1971).

Compte tenu de ces observations, il nous a donc paru intéressant pour l'estimation des glucides totaux des sols :

- d'appliquer aux sols une méthode de semi-micro hydrolyse en ampoule scellée utilisée jusqu'ici pour les glycoprotéines ;

- de comparer les résultats obtenus par hydrolyse chlorhydrique (HCl 3M, 1 h à reflux) à ceux des méthodes habituellement utilisées en Science du Sol (hydrolyse H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,5M, 6 h à reflux, avec ou sans prétraitement H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 12M, 16 h à 20°).

Ce travail ne concerne que la détermination des glucides totaux et non pas l'analyse des sucres neutres individuels qui doit faire l'objet d'une étude méthodologique ultérieure.

## I. MATÉRIEL ET MÉTHODES

### 1 - Matériel

Les échantillons de sols proviennent des horizons de surface (0-10 ou 0-20 cm) de quatre sols argileux tropicaux décrits par ailleurs :

- un vertisol lithomorphe sous prairie à *Digitaria decumbens* (étude CEE, 1988) ;
- un ferrisol (sol ferrallitique rajeuni, faiblement désaturé) cultivé en canne à sucre (Var. B5992) sur parcelle "témoin" (TC) ou "remodelée" (R) (CHEVIGNARD *et al.*, 1987) ;
- un "oxisol" (sol ferrallitique fortement désaturé) cultivé en canne à sucre (Var. NA5679) (CERRI *et al.*, 1991).

Les vertisol et ferrisols sont situés en Martinique, et l'oxisol au Brésil (Piracicaba, région de Sao Paulo).

Quelques caractéristiques analytiques de ces échantillons sont portées dans le tableau I.

Tableau I : Quelques caractéristiques analytiques des sols étudiés.

Main analytical characteristics of the studied soils.

DÉTERMINATION	SOL			
	VERTISOL	FERRISOL TC*	FERRISOL R*	OXISOL
0-20 $\mu$ m (mg.g <sup>-1</sup> sol)	540	680	840	660
pH-H <sub>2</sub> O	6,5	5,7	6,0	4,8
pH-KCl	5,8	4,8	5,7	3,9
CEC pH 7,0 (meq.kg <sup>-1</sup> )	405	156	106	98
C (mg.g <sup>-1</sup> )	22,1	21,8	5,3	16,3
C/N	12,3	12,0	16,3	12,5

\* TC = Témoin non remodelé - R = remodelé.

Des racines de canne à sucre (Var. NA5679) provenant de la situation "Oxisol" sont aussi analysées. Leur composition C, N est la suivante : C ‰ = 426 ; N ‰ = 3,9 ; C/N = 109.

2 - Méthodes d'hydrolyse acide

Les différentes méthodes utilisées sont résumées dans le tableau II. Il faut distinguer les méthodes à reflux, en "ballon" (méthodes B), avec ou sans prétraitement H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 12M à froid (f) et la méthode en "ampoule scellée" (méthode A).

*Méthode en ampoule : HCl 2M-A.* L'échantillon finement broyé (100 mg en général pour les sols, 5 mg pour les racines) et 3 ml HCl 2M sont introduits dans une ampoule cylindrique de forme haute (h = 4,0 cm ; ø = 14 mm) d'environ 5 ml, prévue pour être scellée. Après avoir étiré le col de l'ampoule, un vide partiel (jusqu'à faible dégagement d'air du liquide) est appliqué, puis l'ampoule est ainsi scellée sous vide. Après passage à l'étuve à 105°C pendant 1 h, l'ampoule est mise à refroidir à 5°C, puis elle est ouverte. Une quantité connue (1 ou 2 ml) du surnageant (on centrifuge si nécessaire) est prélevée et diluée par H<sub>2</sub>O à 40 ml. Une prise d'essai de 2 ml de cette dernière solution est utilisée pour le dosage des oses totaux.

*Méthodes à reflux en ballon : méthodes B.* Les méthodes H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,5M-B et H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> f-B sont décrites par CHESHIRE (1979) et la méthode HCl 3M-B par JANEL *et al.* (1979). Les prises d'échantillon sont d'environ 1 à 2,5 g pour les sols et de 100 mg pour les végétaux.

a) La méthode H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> f-B consiste en un prétraitement à froid (f) par H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 12M (2,5 ml, 16 h, 20°C) en vue d'une meilleure hydrolyse de la cellulose, suivi d'une dilution de la solution par H<sub>2</sub>O à 60 ml (ce qui correspond à atteindre un titre de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,5M), puis d'une hydrolyse H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,5M à reflux pendant 5 h.

b) La méthode HCl 3M-B n'est pas utilisée habituellement pour l'étude des oses, elle a été mise au point essentiellement pour l'étude des formes de l'azote (JANEL *et al.*, 1979).

Tableau II : Présentation schématique des différentes méthodes d'hydrolyse acide utilisées.  
Schema of acid-hydrolysis methods.

Caractéristiques	MÉTHODE A (ampoule scellée)	MÉTHODE B (ballon à reflux)		
	HCl 2M-A	HCl 3M-B	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 0,5M-B	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> f-B
Prise d'essai sol (g)	0,1	4	2	2
Prise d'essai racine (mg)	3-5	100	100	100
Volume final acide (ml)	3	100	100	60
Hydrolyse :				
Molarité	2M	3M	0,5M	12M puis 0,5M
Température (°C)	105	100	100	20 puis 105
Durée (heures)	0,5 à 6 (selon essais)	1	6	16 puis 5

Pour toutes les méthodes B, 10 ml de l'hydrolysate sont dilués à 100 ml par H<sub>2</sub>O et une prise d'essai de 2 ml de cette dernière solution sert au dosage des oses totaux par la méthode au phénol-sulfurique (cf. paragraphe I.3).

3 - Dosage des sucres totaux. Méthode au phénol-sulfurique

Les oses totaux sont dosés selon DUBOIS *et al.* (1956) : 2 ml de la solution à doser sont mis dans un tube à essai avec 1 ml de phénol (à 5% dans l'eau).

5 ml H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> sont ajoutés rapidement sans les faire couler le long des parois et le mélange est agité immédiatement. Une coloration jaune se développe, stable durant plusieurs heures. Les tubes sont placés au bain-marie à 25-30°C pendant 20 minutes puis refroidis sous eau à 20°C. L'absorbance est mesurée à 485 nm. Les teneurs sont déterminées en référence à une gamme étalon de glucose.

Par comparaison à la méthode à l'anthrone (CHESHIRE et MUNDIE, 1966) souvent utilisée pour les hexoses, la méthode au phénol présente l'avantage, pour les oses totaux, d'une réponse plus homogène et surtout moins sous-estimée de chaque monosaccharide par rapport à une gamme étalon glucose, comme le montrent aussi bien les résultats de CHESHIRE (1979) que ceux (non publiés) de SCHOULLER et PORTAL, rapportés par BARRIUSO (1985) et qui sont présentés au tableau III.

Tableau III : Coefficients relatifs de réponse spectrophotométrique des sucres individuels utilisant le glucose comme référence. Comparaison des méthodes au "phénol" et à "l'anthrone".  
Relative coefficients of the spectrophotometric response of individual neutral sugars, with glucose as reference. Comparison of the "phenol" and "anthrone" methods.

SUCRE									
RÉF.	MÉTHODE	GLU	GAL	MAN	XYL	ARA	RIB	FUC	RHA
(a)	Anthrone	100	53	49	11	5	5	91	101
	Phénol	100	73	94	130	92	130	44	89
(b)	Anthrone	100	55	49	9	7	8	94	92
	Phénol	100	72	99	94	52	100	32	72

(a) Résultats cités par BARRIUSO (1985, p. 130) d'après étude non publiée de SCHOULLER et PORTAL (CPB-CNRS Nancy).

(b) D'après résultats de CHESHIRE (1979, p. 39), valeurs rapportées à 100 pour GLU.

II. RESULTATS

1 - Hydrolyse de mélanges d'oses en solutions étalons

Des échantillons de 104 mg de monosaccharides (8 x 13 mg de rhamnose, fucose, ribose, arabinose, xylose, mannose, galactose et glucose) sont hydrolysés selon les trois méthodes B. Les teneurs en oses totaux (méthode phénol) dosés après l'hydrolyse et exprimés en % (équivalents glucose) sont présentés au tableau IV.

Les taux de récupération par les méthodes HCl 3M-B et H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,5M-B sont proches de 100% alors qu'ils ne sont que de 78% pour la méthode H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> f-B. Il se forme d'ailleurs dans ce dernier cas un résidu solide noir, insoluble dans les acides. Le prétraitement

tement à froid par H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 12M du mélange d'oses libres, conduit à une sous-estimation des oses totaux, probablement par destruction des pentoses ou par leur incorporation dans des polymères non solubilisables ensuite.

Tableau IV : Rendements en oses (% équivalent-glucose introduit) obtenus par hydrolyse de solutions étalons de monosaccharides.

*Carbohydrate yields (per cent of introduced glucose-equivalent) after hydrolysis of standard solution of monosaccharides.*

MÉTHODE	RENDEMENT (% eq.-glucose)	NOMBRE DE RÉPÉTITIONS
HCl 3M-B (1 h)	96,4 ± 3,4	3
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 0,5M-B (6 h)	109,6 ± 2,2	2
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> f-B (16 h + 5 h)	77,9 ± 3,7	2

Tableau V : Moyenne (m), écart-type (s) et coefficient de variation (CV %) des teneurs en oses totaux (Ferrisol TC et Racine NA) selon différentes méthodes d'hydrolyse. Résultats (m et s) exprimés en mg.g<sup>-1</sup> substrats (3 à 6 répétitions selon traitement).

*Mean (m), standard deviation (s) and coefficient of variation (CV %) of total carbohydrate content (Ferrisol TC and NA Root) obtained using different hydrolysis methods. Results (m and s) expressed in mg.g<sup>-1</sup> substrate (3 to 6 replicates).*

MÉTHODE	TEMPS D'HYDROLYSE (h)	FERRISOL TC			RACINE NA		
		m*	s	CV %	m*	s	CV %
HCl 2M-A	0,5	13,4 (b)	0,4	3,4	292 (a)	32	11,0
	1,0	16,6 (a)	2,1	12,7	467 (a)	24	5,1
	1,5	15,9 (a)	1,6	10,0	484 (a)	31	6,4
	2,0	15,0 (a)	0,6	3,9	416 (b)	35	8,4
	6,0	7,9 (c)	0,2	2,6	342 (c)	7	2,1
HCl 3M-b	1,0	19,0 (a)	0,5	2,7	338** (nd)	nd	nd
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 0,5 M-B	6,0	15,5 (a)	1,2	7,7	340 (c)	11	3,2
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> f-B	16,0+5,0	17,8 (a)	0,4	2,1	484 (a)	22	4,5

\* Les moyennes diffèrent au risque de 5% si elles sont accompagnées de lettres différentes.

\*\* 1 répétition seulement - nd = non déterminé.

## 2 - Effet de la durée de l'hydrolyse chlorhydrique (HCl 2M-A) sur les teneurs en glucides totaux (sols et racines)

La comparaison (tableau V) des résultats obtenus, après différents temps d'hydrolyse, par HCl 2M en ampoule, aux méthodes B pour le ferrisol TC et les racines NA amène les commentaires suivants :

*Ferrisol TC.* Avec la méthode HCl 2M-A, la teneur (mg.g<sup>-1</sup> sol) en glucides totaux est maximum pour des temps compris entre 1 h et 2 h (15,0 à 17,0) et décroît ensuite. Les valeurs obtenues à 1 h (16,6) sont légèrement inférieures, mais non significativement différentes, à celles des méthodes B, HCl 3M-B (19,0) et H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> f-B (17,8). Enfin, la méthode H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,5M-B donne une valeur moyenne légèrement plus faible, mais non significativement différente, de celle obtenue par le prétraitement à froid à H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 12M (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> f-B). Ce dernier point, qui s'observe pour trois des quatre sols étudiés (tableau VI), pourrait s'expliquer par une meilleure hydrolyse de la cellulose dans le cas de la méthode H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> f-B.

Les coefficients de variation (CV %) varient, selon le temps d'hydrolyse, entre 2,6 et 12,7% pour la méthode HCl 2M-A (moyenne des CV % égale à 6,6%) et entre 2,1 et 7,7% pour les méthodes B (moyenne des CV % égale à 4,2%).

*Racine NA.* L'hydrolyse HCl 2M en ampoule fait apparaître aussi une diminution des rendements avec le temps d'hydrolyse au-delà de 1,5 h. Les teneurs en sucres totaux à 1 ou 1,5 h (460 à 490 mg.g<sup>-1</sup> sol) sont proches de celles obtenues par la méthode H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> f-B. Dans ce cas, le prétraitement à froid H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 12M (méthode H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> f-B comparée à la méthode H<sub>2</sub>O<sub>4</sub> 0,5M-B) améliore aussi nettement le rendement d'hydrolyse (de 340 à 484 mg.sol<sup>-1</sup> sol, soit 40% d'augmentation environ). Les différences sont significatives.

Les CV % varient, selon le temps d'hydrolyse, entre 2,1 et 11% pour la méthode HCl 2M-A (moyenne des CV % égale à 6,6%) et de 3,2 à 4,5% pour les méthodes B (moyenne des CV % égale à 3,9%).

Tableau VI : Moyenne (m), écart-type (s) et coefficient de variation (CV %) des teneurs en oses totaux pour différents types de sols et différentes méthodes d'hydrolyse. Résultats exprimés en mg.g<sup>-1</sup> sol (3 répétitions sauf indication contraire).

*Mean (m), standard deviation (s) and coefficient of variation of total carbohydrate contents obtained with different soils and hydrolysis methods. Results expressed in mg.g<sup>-1</sup> soil (3 replicates except if stated otherwise).*

MÉTHODE	TEMPS D'HYDROLYSE (h)	VERTISOL			FERRISOL TC			FERRISOL R			OXISOL		
		m	s	CV %	m	s	CV %	m	s	CV %	m	s	CV %
HCl 2M-A	1,0	17,5	1,3	7,6	16,6	2,1	12,7	5,0	0,6	11,1	10,1	0,1	1,4
HCl 3M-B	1,0	15,8*			19,0	0,5	2,7	5,8*					
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 0,5M-B	6,0	15,3*			15,5	1,2	7,7	5,4*					
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> f-B	16,0 + 5,0	17,0*			17,8	0,4	2,1	6,5*					

\* une seule répétition.

## 3 - Comparaison de plusieurs types de sols

Compte tenu des résultats présentés au paragraphe II.2, le temps d'hydrolyse adopté ici pour la méthode HCl 2M-A est de 1 h. En comparant les résultats à ceux obtenus par les méthodes B (tableau VI), il ressort que :

– quel que soit le type de sol, les méthodes chlorhydriques HCl 2M-A ou HCl 3M-B conduisent à des teneurs en oses totaux proches de celles obtenues par les méthodes sulfuriques H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,5M-B ou H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> f-B ;

– pour les hydrolyses sulfuriques, l'effet du prétraitement H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 12M à froid (comparaison H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,5M-B et H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> f-B) améliore généralement les rendements en oses totaux.

### III. DISCUSSION ET CONCLUSIONS

Dans ce travail, nous avons voulu aborder deux points principaux :

a) la possibilité d'utiliser, pour l'étude des oses et osides libres et conjugués, des méthodes d'hydrolyse chlorhydrique qui se rapprochent de celles utilisées pour l'étude des formes de l'azote. Nous avons donc été amenés à comparer des hydrolyses chlorhydriques, utilisées pour l'étude de l'azote organique (HCl 3M, 1 h), aux hydrolyses sulfuriques classiquement appliquées aux recherches sur les glucides (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,5M, 6 h à chaud, avec ou sans prétraitement H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 12M à froid) ;

b) la possibilité de réduire les prises d'échantillons de sols en testant une semi-micro méthode en ampoule scellée.

#### *Comparaisons entre hydrolyses chlorhydriques et sulfuriques*

Les rendements en oses totaux de sols ou de résidus végétaux obtenus par hydrolyse HCl 3M à reflux selon JANEL *et al.* (1979) ou HCl 2M en ampoules scellées, pour des temps d'hydrolyse de 1 à 2 h, sont proches entre eux et de ceux obtenus par la méthode d'hydrolyse sulfurique de CHESHIRE et MUNDIE (1966), souvent utilisée (méthode H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> f-B).

Il est donc tout à fait envisageable d'utiliser les méthodes d'hydrolyses chlorhydriques (HCl 3M, à reflux 1 h), non seulement pour la détermination des formes de l'azote organique, mais aussi pour l'estimation de ces oses dans l'échantillon. Il importe toutefois de s'en tenir pour les sols (comme pour les substrats organiques, SPIK *et al.*, 1969) à des durées d'hydrolyses inférieures à 2 h.

Par contre, dans ce travail, l'effet des hydrolyses chlorhydriques HCl 2M ou 3M sur la libération et/ou la dégradation des sucres neutres individuels n'a pas encore été étudié. Ceci limite donc, actuellement, l'application de ces méthodes à la seule détermination des oses totaux. On sait, en effet (CHESHIRE, 1979), que le choix d'une méthode d'hydrolyse pour l'étude de la composition en sucres neutres des sols est toujours un compromis entre une libération maximum des sucres avec risques de dégradation de certains (cas de la méthode H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> f-B, bonne hydrolyse de la cellulose mais risque de dégradation des pentoses) ou une hydrolyse incomplète de certains polysaccharides (cas de la méthode H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,5M pour l'hydrolyse de la cellulose). Une étude méthodologique visant à préciser les intérêts et limites des méthodes HCl 2M ou 3M présentées ici est donc envisagée.

#### *Miniaturisation des méthodes*

Les résultats obtenus par la méthode HCl 2M en ampoule scellée à partir de faibles prises d'échantillons (100 mg pour les sols, 5 mg pour les végétaux), proches de ceux

obtenus par les méthodes chlorhydriques ou sulfuriques à reflux (1 à 2,5 g de sol, 100 mg de végétaux), montrent que la méthode en ampoule est parfaitement adaptée à l'étude des glucides (oses et osides) totaux. Cette méthode offre un grand intérêt pratique puisqu'en routine elle permet de faibles prises de substrats et l'exécution de 20 à 30 échantillons par jour, avec une plus faible occupation d'espace et de matériel que les méthodes par chauffage à reflux.

REMERCIEMENTS. – Nous remercions vivement Mme E. SCHOULLER et M. E. BARRIUSO pour leurs conseils méthodologiques, et M. F. ANDREUX pour son aide dans la rédaction de ce travail.

Reçu pour publication : Janvier 1990

Accepté pour publication : Juillet 1990

### BIBLIOGRAPHIE

- BARRIUSO E., 1985. – *Caractérisation des fractions organo-minérales et des constituants humiques d'un sol de pelouse subalpine*. Thèse de Doctorat, Université de Nancy I, 170 p. + annexes.
- BONALY R., MOUKHI H., TOUIMI-BENJELLOUN A. et PIERFITTE M., 1971. – Etude des parois de levures du genre *Rhodotorula*. II. Influence des conditions de cinétique sur la composition chimique des parois. *Biochim. Biophys. Acta*, **244**, 484-494.
- CEE, 1988. – *Etude de la fertilité des sols dans les agricultures paysannes caribéennes. Effet des restitutions organiques*. Rapport final, projet TSDA 0178 F. Rapp. mult. ORSTOM-Martinique, 127 p. + annexes.
- CERRI C.C., FELLER C., CHAUVEL A., 1991. – Evaluacao das principais propriedades de um latossolo vermelho escuro apos desmatamento e cultivo por 12 e 50 anos com cana-de-açúcar. *Cah. ORSTOM, sér. Pédol.*, sous presse.
- CHESHIRE M.V., 1979. – *Nature and origin of carbohydrates in soils*. Academic Press, London, 216 p.
- CHESHIRE M.V. et MUNDIE C.M., 1966. – The hydrolytic extraction of carbohydrates from soil by sulfuric acid. *J. Soil Sci.*, **17**, 372-382.
- CHEVIGNARD T., FELLER C., ANDREUX F. et QUANTIN P., 1987. – Le "remodelage" des terres en Martinique. Modification des propriétés de "ferrisols" et d'andosols cultivés en canne à sucre. *Cah. ORSTOM, sér. Pédol.*, **23**, 223-236.
- DUBOIS M., GILLES K.A., HAMILTON J.K., REBERS P.A. & SMITH F., 1956. – Colorimetric method for determination of sugar and related substances. *Anal. Chem.*, **28**, 350-356.
- JANEL Ph., JOCTEUR-MONROZIER L. et TOUTAIN F., 1979. – Caractérisation de l'azote des litières et des sols par hydrolyse acide. *Soil Biol. Biochem.*, **11**, 141-146.
- JOCTEUR-MONROZIER L. et JEANSON P., 1981. – Caractères généraux et évolution de l'azote organique dans les sédiments superficiels. In : *Géochimie organique des sédiments marins profonds. Orgon IV - Golfe d'Aden, Mer d'Oman*. CNRS-Paris Publ., 503-526.

- OADES J.M., KIRKMAN M.A. & WAGNER G.H., 1970. – The use of gas-liquid chromatography for the determination of sugars extracted from soils by sulfuric acid. *Soil Sci. Soc. Am. Proc.*, **34**, 230-235.
- SPIK G., STRECKER G. et MONTREUIL J., 1969. – Etudes sur les glycoprotéines. XXXIX. Les réactions de transosylation, cause d'erreurs dans la détermination par chromatographie des rapports molaires des oses neutres constituant les osides libres et conjugués. *Bull. Soc. Chim. Biol.*, **51**, 1287-1295.
- STEVENSON F.J., 1957. – Investigations of aminopolysaccharides in soils. I. Colorimetric determination of hexosamines in soil hydrolysates. *Soil Sci.*, **83**, 113-122.

## Un triangle granulométrique pour les tourbes : analyse semi-automatique et représentation graphique

J.-M. GOBAT  
Ph. GROSVERNIER (\*)  
Y. MATTHEY (\*)  
A. BUTTLER (1)

### RÉSUMÉ

La classification des tourbes passe par la détermination du taux de fibres (particules >200 µm, >163 µm ou >150 µm selon les auteurs) et aboutit aux trois catégories classiques "fibrist", "hemist" et "saprist". Or, selon les besoins des recherches, ces divisions sont parfois trop grossières, notamment s'il s'agit de faire correspondre des types de tourbe à des groupements végétaux, ou d'estimer l'effet de telle ou telle modification artificielle de la tourbe (drainage, râclage, extraction, régénération, etc.).

Afin de permettre des comparaisons plus fines, nous proposons un triangle granulométrique des tourbes, bâti sur le modèle du triangle granulométrique minéral.

Cet outil est compatible avec les classifications existantes, tout en permettant une attribution plus précise de l'échantillon, sur le plan de sa texture. Il met particulièrement bien en évidence les échantillons présentant un début d'agrégation, dans des tourbes subissant par exemple une forte empreinte agricole. Quelques possibilités d'utilisation, à partir d'analyses de tourbes du Jura suisse, sont données à titre d'exemple.

**MOTS-CLÉS** : méthodologie - granulométrie - tourbe - Suisse - Jura.

### A PARTICLE-SIZE DISTRIBUTION TRIANGLE FOR PEAT : SEMI-AUTOMATIC SIFTING AND GRAPHICAL ILLUSTRATION

Peat classification is usually achieved by using the fiber content value (particle-size >200 µm, >163 µm or >150 µm, depending on the authors) and leads to the three well known classes "fibrist", "hemist" and "saprist". However, depending on the objective of the research, these classes may be too imprecise, especially when the aim is to find correspondences between soils and vegetation, or to assess the consequences of some artificial modifications of the peat soils (drainage, peat extraction or scraping, regeneration, etc.).

In order to allow more accurate comparisons, we suggest a particle-size triangle for peat (Fig. 2), which is conceived on the same principle as the textural triangle generally used for mineral materials. The sifting is performed with semi-automatic apparatus (Fig. 1). The new particle-size triangle for peat is compatible with the existing classification and, more-over, enhances the accuracy of the characterization (Table I). It specially brings to light the samples showing some aggregation processes, e.g. in soils strongly influenced by agricultural practices. Some applications are shown for peat collected in the swiss Jura mountains (Table II, Fig. 3 and 4).

**KEY-WORDS** : methodology - particle-size distribution - peat - Switzerland - Jura.

(1) Laboratoire d'écologie végétale et de phytosociologie - Institut de botanique - Université de Neuchâtel, 22, ch. de Chantemerle - CH - 2000 Neuchâtel 7 (Suisse).

Ce travail fait partie de la thèse des auteurs notés\*.