

NOTES TECHNIQUES

LABORATOIRE COMMUN  
D'ANALYSES

N° 4

1991

42 63 107

3 F

wp1 N

NCL ww

Les méthodes d'analyse employées  
au Laboratoire du Centre ORSTOM de Nouméa  
(Nouvelle Calédonie)

Jean PETARD

Document de travail

F 36571

**NOTES TECHNIQUE**

**LABORATOIRE COMMUN  
D'ANALYSES**

**N° 4**

**1991**

**Les méthodes d'analyse employées  
au Laboratoire du Centre ORSTOM de Nouméa  
(Nouvelle Calédonie)**

**Jean PETARD**

**ORSTOM**

**INSTITUT FRANÇAIS DE RECHERCHE SCIENTIFIQUE  
POUR LE DÉVELOPPEMENT EN COOPÉRATION**

**CENTRE DE NOUMÉA**

© ORSTOM, Nouméa, 1991

Pétard, J.

Les méthodes d'analyse employées au Laboratoire du Centre ORSTOM de Nouméa  
(Nouvelle Calédonie)

Nouméa : ORSTOM. 1991, 24 p.

*Notes tech. : Lab. Commun Anal. ; 84*

ANALYSE CHIMIQUE; METHODOLOGIE; SOL; PLANTE; EAU / NOUVELLE CALEDONIE

Imprimé par le Centre ORSTOM  
de Nouméa  
Août 1991



## AVANT-PROPOS

Cet ouvrage, destiné aux chercheurs, aux stagiaires, à toute personne faisant analyser, au Laboratoire Commun, des échantillons de sol, de roche, d'eau et de végétaux, décrit succinctement les méthodes utilisées. Les résultats statistiques sur deux échantillons témoins de sol et sur deux échantillons témoins de végétaux, donnés en annexe, permettent à l'utilisateur des services du Laboratoire de disposer ainsi d'éléments d'appréciation sur la nature et la précision des analyses. Ces valeurs sont représentatives de la période actuelle, les protocoles étant constamment corrigés afin d'améliorer la qualité des analyses. Le Laboratoire effectue des contrôles de qualité en analysant des échantillons de référence et en participant à des échanges d'échantillons témoins avec d'autres laboratoires, dans le but d'obtenir des résultats justes avec une précision maximale.

## LES METHODES D'ANALYSE

### EMPLOYEES AU LABORATOIRE DE NOUMEA

Le laboratoire d'analyse du Centre ORSTOM de Nouméa effectue des analyses chimiques et physiques sur des échantillons de sol, de végétaux, d'eau, de sédiments et de roche.

La plupart des méthodes utilisées pour l'analyse des sols ont été mises au point au laboratoire de Bondy.

Les méthodes d'analyse d'eau ont été adaptées à nos problèmes à partir des méthodes publiées par : "American Water Works Association", "American Public Health Association" et "Water Pollution Control Federation".

La mise en solution des végétaux est effectuée selon la méthode mise au point par le Comité Inter-Instituts pour l'étude des techniques d'analyse foliaire (CII).

Le laboratoire utilise des techniques d'analyse usuelles, selon les difficultés rencontrées (nature des échantillons) et selon l'appareillage disponible.

Nous avons seulement décrit ici les analyses employées de façon habituelle. D'autres analyses peuvent être rapidement mises en oeuvre à la demande des chercheurs : la détermination du fer libre, l'extraction d'éléments amorphes, des argiles, les extractions fractionnées de la matière organique etc...

# 1 - ANALYSE DE SOL

## 1.1. TRAITEMENT DE L'ECHANTILLON

L'échantillon est séché à l'air, puis tamisé à 2 mm (passoire à trous ronds 0,2 mm) et homogénéisé.

Une partie de l'échantillon est broyée à 0,2 mm (tamis à maille carrée) au broyeur FRITSCH (bol en oxyde de zirconium ou en agate) ou SPEX (bol en carbure de tungstène). Une autre partie est broyée à 0,5 mm, au mortier de porcelaine.

## 1.2. DETERMINATIONS PHYSIQUES

### 1.2.1. profil hydrique: pF

Après saturation en eau de l'échantillon, celui-ci est soumis, pendant 24 heures, à une pression d'air, exprimée par le logarithme de la pression en  $g/cm^2$ . Il s'établit un équilibre entre la force appliquée et la force de rétention en eau du sol.

L'humidité de l'échantillon est mesurée après traitement (par séchage à l'étuve à 105 °C, pendant 24 heures) et exprimée en % par rapport à l'échantillon séché à 105 °C.

### 1.2.2. Humidité

La teneur en eau de l'échantillon séché à l'air est déterminée après séchage à l'étuve à 105 °C, pendant 24 heures.

L'humidité est exprimée en % par rapport au sol séché à 105 °C.

### 1.2.3. Analyse granulométrique

Détermination des fractions granulométriques suivantes :

Argile	$a < 0,002$ mm
Limon fin	$0,002 < lf < 0,020$ mm
Limon grossier	$0,020 < lg < 0,050$ mm
Sable fin	$0,050 < sf < 0,200$ mm
Sable grossier	$0,200 < sg < 2,000$ mm

Après destruction de la matière organique par l'eau oxygénée, les particules sont dispersées à l'aide d'un agent approprié, soit par agitation, soit par action des ultrasons.

Les déterminations des fractions argile et limon fin sont effectuées par sédimentation (selon la loi de Stokes), à l'aide d'une pipette de "Robinson".

Après élimination des argiles et limons fins, les fractions supérieures à 0,020 mm sont séparées par tamisage à 0,050 et 0,200 mm, et déterminées par pesées.

### *Sols gypseux*

Après destruction de la matière organique, l'échantillon est mis en suspension dans l'eau et agité pour favoriser la dissolution du gypse. La suspension est décantée et la solution claire est récupérée pour la détermination des sels extraits. Ces opérations sont répétées jusqu'à ce que la solution demeure trouble, la dispersion est alors entreprise et l'analyse effectuée selon la méthode habituelle.

## *Oxisols*

L'agent de dispersion utilisé est du sodium hexamétaphosphate. Les échantillons sont traités par les ultrasons, sous agitation. Eventuellement le pH de la suspension est ajusté afin d'obtenir la meilleure dispersion.

### **1.3. DETERMINATIONS CHIMIQUES**

#### **1.3.1. pH**

Mesure potentiométrique d'une suspension sol/eau et sol/solution molaire de chlorure de potassium, dans le rapport 1/2,5.

#### **1.3.2. Carbone total**

Dosage par la méthode Walkley & Black, et titrage potentiométrique.

#### **1.3.3. Azote total**

Minéralisation de l'azote total selon la méthode Kjeldahl, puis dosage titrimétrique de l'azote ammoniacal recueilli après déplacement de celui-ci par la soude et entraînement à la vapeur d'eau.

#### **1.3.4. Bases échangeables**

##### *1.3.4.1. Sols ni calcaires, ni salés, ni gypseux*

Extraction par une solution molaire d'acétate d'ammonium à pH 7,0.

Le calcium, le magnésium, le potassium et le sodium sont dosés par spectrométrie d'absorption atomique, en milieu perchlorique à 2 % et Lanthane à 1 %.

##### *1.3.4.2. Sols calcaires, salés et/ou gypseux*

Extraction par une solution molaire de chlorure d'ammonium à pH 7,0, dans l'éthanol à 60 %.

Les bases sont dosées par spectrométrie d'absorption atomique dans les mêmes conditions que précédemment.

Dans le cas de sols gypseux, les sulfates dissous lors de l'extraction des bases, sont dosés par turbidimétrie, à l'auto-analyseur "Technicon". Par cette procédure, nous extrayons également quelques sels (sodium, chlorures...). Il est alors préférable d'effectuer préalablement l'extraction des sels par une solution d'éthanol à 70 % dans un rapport sol/solution au 1/10 (extrait au 1/10). Les bases sont ensuite extraites immédiatement après les sels, selon la méthode décrite précédemment.

Les bases sont dosées par spectrométrie d'absorption atomique selon la procédure exposée ci-dessus.

### 1.3.5. Capacité d'échange

#### 1.3.5.1. Sols ni calcaires, ni salés, ni gypseux.

Le sol est saturé en ions calcium par une solution molaire de chlorure de calcium suivi d'un lavage par une solution 0,01 molaire de chlorure de calcium pour éliminer l'excès de chlorure. Les ions calcium sont alors déplacés par une solution molaire de nitrate de potassium.

Les ions calcium et chlorure déplacés sont dosés dans la solution de nitrate de potassium, par colorimétrie à l'auto-analyseur.

#### 1.3.5.2. Capacité d'échange des sols calcaires, gypseux et/ou salés

Après extraction des bases échangeables par la solution molaire de chlorure d'ammonium, en milieu éthanol à 60 %, les ions ammonium sont déplacés par une solution 1,5 molaire de nitrate de potassium et 0,25 molaire de nitrate de calcium .

Les ions ammonium sont directement déterminés par acidimétrie, en présence de formaldéhyde. Les ions chlorure sont déterminés par potentiométrie.

### 1.3.6. Phosphore total

Le phosphore total est extrait par attaque nitrique, à douce ébullition, pendant 5 heures.

Après élimination des nitrates par l'acide perchlorique et reprise du résidu par une solution sulfurique 0,5 mole/l, le phosphore est dosé à l'auto-analyseur (colorimétrie à 660 nm, ou mieux 830, du complexe molybdophosphorique réduit).

#### *Sols calcaires*

Effectuer une attaque nitro-perchlorique. Le phosphore, en solution perchlorique à 2%, est déterminé par colorimétrie, à l'auto-analyseur :

- à 420 nm: dosage des fortes teneurs par formation du complexe phosphovanadomolybdique.
- à 660 nm: dosage des faibles teneurs par formation du complexe molybdophosphorique réduit.

#### *Oxisols*

La présence de chrome et de nickel dans ces sols ne permet pas le dosage colorimétrique habituel. Nous effectuons une attaque (nitrique) sur une prise d'échantillon plus grande et nous déterminons le phosphore par gravimétrie du phosphate ammoniaco-magnésien après avoir effectué une séparation préalable du phosphate par précipitation du phosphomolybdate d'ammonium. Cette méthode est peu précise ( $\pm 10\%$ ) et l'attaque nitrique semble être incomplète. Nous envisageons le dosage colorimétrique du complexe molybdophosphorique réduit, après extraction du phosphore par fusion à la soude puis acidification de la solution pour obtenir un milieu sulfurique 0,5 mole/l (1). Les premiers essais réalisés à 830 nm (2) sont encourageants. L'extraction par fusion à l'hydroxyde de sodium présente l'avantage d'être plus complète que l'extraction par l'acide nitrique.

(1) la silice ne gêne pas car elle précipite en milieu acide.

(2) 5% de  $Cr_2O_3$  ou de  $NiO$  ne gêne pas à cette longueur d'onde

### 1.3.7. Phosphore assimilable

#### 1.3.7.1. Phosphore Olsen modifié

Le phosphore assimilable est extrait par une solution de fluorure d'ammonium à 0,5 mole/l et d'hydrogénocarbonate de sodium à 0,5 mole/l à pH 8,5.

Le phosphore est ensuite déterminé par colorimétrie du complexe molybdophosphorique réduit (à l'auto-analyseur, à 880 nm (3)).

Cette méthode est utilisée pour les sols tropicaux riches en sesquioxydes.

#### 1.3.7.2. Phosphore Truog

Le phosphore assimilable est extrait par une solution d'acide sulfurique 0,001 mole/l tamponnée à pH 3,0 par addition de sulfate d'ammonium (3g/l).

Le phosphore est dosé par colorimétrie, comme le phosphore Olsen.

Cette méthode convient bien aux sols voisins de la neutralité ou faiblement calcaires (pH de 6 à 7,5).

### 1.3.8. Bases totales

Extraction par attaque nitrique à douce ébullition (5 heures). Après élimination de l'acide nitrique, les bases sont reprises par une solution d'acide perchlorique à 2 % et de lanthane à 1 %.

Les bases sont dosées par spectrométrie d'absorption atomique.

### 1.3.9. Aluminium échangeable et acidité d'échange

Les ions  $H^+$  et  $Al^{3+}$  sont extraits par une solution molaire de chlorure de potassium.

Après un titrage acidimétrique de la somme des ions  $H^+$  et  $Al^{3+}$ , l'échantillon est additionné d'une solution de fluorure. L'aluminium, sous forme d'aluminate, est alors complexé par les ions fluorures et les ions hydroxydes libérés sont déterminés par alcalimétrie.

### 1.3.10. Extrait aqueux au 1/2

Les sels solubles sont extraits dans le rapport sol/eau: 1/2.

Les déterminations suivantes sont effectuées :

conductivité.

pH, alcalinité.

chlorure, sulfate.

calcium, magnésium, potassium, sodium.

*Se reporter à la section 3, Analyses d'eaux.*

### 1.3.11. Extraits au 1/10

Les sels solubles peuvent aussi être extraits dans un rapport sol/eau (ou sol/éthanol à 70 %) 1/10.

Dans le cas d'un extrait aqueux, les méthodes de dosage sont identiques à celles utilisées pour les extraits au 1/2.

---

(3) à cette longueur d'onde, la matière organique ne gêne pas.

Dans les extraits éthanol à 70 %, les cations, les sulfates et chlorures sont déterminés selon les méthodes habituelles, à partir d'un volume aliquote, après élimination de l'éthanol par évaporation.

Les carbonates et bicarbonates sont déterminés par potentiométrie, en utilisant une électrode de référence double jonction garnie d'un électrolyte externe spécifique (deux volumes d'une solution mixte de nitrate de sodium dans l'acétone et un volume d'éthanol à 70 %).

Si les chlorures sont déterminés par potentiométrie, on utilise également une électrode de référence double jonction garnie d'un électrolyte externe spécifique (deux volumes de solution mixte de nitrate de sodium dans de l'acide nitrique et un volume d'éthanol à 70 %).

Pour toutes les mesures potentiométriques, on ajoutera à la solution à doser, une solution de force ionique adaptée pour permettre la mesure en milieu éthanol (en général la même solution mixte que celle utilisée pour la préparation de l'électrolyte externe)

### **1.3.12. Analyse totale par attaque acide**

L'échantillon est attaqué par l'acide perchlorique à ébullition, après destruction de la matière organique par l'acide nitrique à chaud. Le résidu de filtration est calciné, pesé, puis repris par une solution de soude à ébullition pour dissoudre les silicates. Le résidu qui ne contient plus que les minéraux primaires peu ou pas attaqués est calciné et pesé. Les silicates sont déterminés par différence.

A la solution d'attaque, on ajoute une solution de lanthane pour obtenir un milieu final contenant de l'acide perchlorique à 2 % et du lanthane à 1 %.

Les éléments suivants sont dosés par spectrométrie d'absorption atomique :

- aluminium
- calcium
- chrome
- cobalt
- fer
- magnésium
- manganèse
- nickel
- potassium
- sodium

Le titane est dosé par spectrométrie d'absorption moléculaire (colorimétrie du complexe avec l'acide chromotrope, à 480 nm).

### **1.3.13. Analyse totale par fusion au métaborate de strontium**

L'échantillon est mélangé au fondant (carbonate de strontium et anhydride borique) dans un creuset de graphite. La fusion s'effectue dans un four à induction, sous atmosphère d'azote. La perle obtenue est dissoute dans une solution d'acide nitrique à 1%.

Les éléments suivants sont dosés par spectrométrie d'absorption atomique (directement sur la solution d'attaque):

- calcium
- chrome
- cobalt
- magnésium
- manganèse
- nickel
- potassium
- sodium

L'aluminium, le fer, la silice et le titane sont dosés par spectrométrie d'absorption moléculaire :

aluminium :	dosage à 530 nm, du complexe avec l'ériochrome cyanine.
fer :	dosage à 480 nm, du complexe thiocyanate ferrique.
silice :	dosage à 660 nm, du complexe silicomolybdique réduit.
titane :	dosage à 480 nm, du complexe avec l'acide chromotrope.

#### 1.3.14. Fer ferreux

L'échantillon est attaqué par une solution d'acide fluorhydrique en présence de métavanadate d'ammonium. L'excès de sel de Mohr ajouté (pour réduire le métavanadate en excès) est dosé par titrimétrie (au bichromate de potassium).

## 2. ANALYSE DE VEGETAUX

### 2.1. PREPARATION DE L'ECHANTILLON

Les échantillons arrivent au laboratoire, broyés et tamisés à 0,5 mm. Les échantillons sont séchés à l'étuve à 105 °C, pendant une nuit, avant pesée.

### 2.2. MINERALISATION

#### 2.2.1. Détermination des cendres

Une quantité déterminée d'échantillon est calcinée au four à moufle, à 450 °C, dans une capsule de silice, porte ouverte. Les cendres obtenues (celles-ci doivent être blanches) sont alors pesées.

#### 2.2.2. Détermination du résidu total

Après la pesée des cendres, celles-ci sont reprises par une solution chlorhydrique. La solution est ensuite filtrée. Le résidu est calciné à 550 °C puis pesé.

#### 2.2.3. Détermination de la silice

Le résidu total est alors attaqué, dans une capsule de platine, par l'acide fluorhydrique à chaud, pour éliminer la silice. Le contenu de la capsule est évaporé à sec et pesé. La silice est déterminée par différence.

#### 2.2.4. Détermination des éléments minéraux

Après la détermination de la silice, le contenu de la capsule est repris par de l'acide chlorhydrique et de l'acide borique (pour complexer les fluorures résiduels). La solution est jointe au filtrat obtenu après la dissolution des cendres. Le milieu final contient 1 % d'acide chlorhydrique, 0,2 % d'acide borique et 0,5 % de lanthane.

Les éléments sont dosés par :

- spectrométrie d'émission.
  - potassium
  - sodium
- spectrométrie d'absorption atomique:
  - aluminium
  - calcium
  - chrome
  - cobalt
  - cuivre
  - fer
  - manganèse
  - nickel
- spectrométrie d'absorption moléculaire:
  - phosphore:
  - dosage à 420 nm du complexe phosphovanadomolybdique.

### 2.3. SOUFRE

Le soufre est oxydé en sulfate par une solution concentrée d'acide nitrique et de nitrate de magnésium (à 200 °C sur plaque chauffante puis à 400 °C au four). Après reprise chlorhydrique, la solution est filtrée et l'ion  $\text{SO}_4^{2-}$  est déterminé par turbidimétrie à l'auto-analyseur.

### 2.4. AZOTE

Extraction par minéralisation Kjeldahl à partir d'échantillons séchés à l'air, puis dosage par :

- spectrométrie d'absorption moléculaire du "bleu d'indophénol" à 685 nm.
- titrimétrie de l'azote ammoniacal après déplacement par la soude et entraînement à la vapeur d'eau.

### 2.5. CHLORURE

Extraction par l'eau, à température d'ébullition puis dosage potentiométrique.

### 3. ANALYSE D'EAU

Les eaux, percolats d'essais en serre et extraits aqueux sont stockés dans une pièce climatisée, à l'abri de la lumière, ou en chambre froide (4). Les échantillons sont filtrés à 0,45 µm pour toutes déterminations spectrométriques.

#### 3.1. DETERMINATIONS

##### 3.1.1. Conductivité

Mesure conductimétrique. La conductivité est donnée à 25 °C. Les échantillons peuvent être conservés au réfrigérateur pendant 28 jours.

##### 3.1.2. pH

Mesure potentiométrique. Cette mesure doit être faite sur le terrain, ou au plus tard deux heures après le prélèvement de l'échantillon.

##### 3.1.3. Alcalinité

Dosage alcalimétrique des carbonates et bicarbonates par potentiométrie. Cette mesure doit, pour être significative, être effectuée immédiatement après le prélèvement. Certains auteurs proposent la possibilité de conserver les échantillons au réfrigérateur pendant 14 jours.

##### 3.1.4. Chlorures

Dosage titrimétrique par potentiométrie avec une électrode d'argent ou dosage colorimétrique par la méthode au thiocyanate mercurique, à l'auto-analyseur, à 480 nm.

##### 3.1.5. Sulfates

Mesure turbidimétrique à l'auto-analyseur. Il est possible de conserver les échantillons au réfrigérateur pendant 28 jours.

##### 3.1.6. Nitrates

Mesure colorimétrique de la somme nitrate plus nitrite. Les nitrates sont réduits en nitrites par le cadmium amalgamé. Les nitrites réagissent avec la sulfanilamide pour former un composé diazoïque donnant avec le N-(naphtyl)-1-éthylène diamine un colorant de couleur pourpre absorbant à 540 nm.

Cette mesure doit être faite si possible sur le terrain, au plus tard à réception des échantillons (maintenir les échantillons au frais jusqu'à leur arrivée au laboratoire). Selon certains auteurs, les échantillons peuvent être conservés dans un congélateur à -20 °C pendant 28 jours.

##### 3.1.7. Phosphates dissous

Détermination colorimétrique, à l'auto-analyseur, du complexe phosphomolybdique réduit, à 660 ou mieux à 880 nm (5). L'analyse doit être faite dans les 48 heures (conserver les échantillons à -10 °C).

---

(4) se référer aux conditions de conservation spécifiques à chaque dosage.

(5) à cette longueur d'onde la coloration de la matière organique ne gêne pas.

### 3.1.8. Ammonium

Détermination colorimétrique, à l'auto-analyseur (à 660 nm), selon la réaction de Berthelot (formation d'indophénol par réaction de l'ion ammonium avec le phénol et l'hypochlorite, en milieu alcalin). Analyser les échantillons immédiatement ou les acidifier avec de l'acide sulfurique pour amener le pH en-dessous de 2 et conserver au réfrigérateur pendant 28 jours maximum.

### 3.1.9. Silice dissoute

Détermination colorimétrique, à l'auto-analyseur, du complexe silicomolybdique réduit, à 660 nm. Les échantillons peuvent être conservés 28 jours au réfrigérateur.

### 3.1.10. Cations Ca, Mg, K, Na

Les dosages s'effectuent en milieu lanthane à 1 % par :

- spectrométrie d'émission:
  - potassium
  - sodium
  
- spectrométrie d'absorption atomique:
  - calcium
  - magnésium

Filtrer les échantillons immédiatement après le prélèvement, puis acidifier avec de l'acide nitrique pour obtenir un pH inférieur à 2. les échantillons peuvent ainsi être conservés pendant 6 mois.

### 3.1.11. Fer dissous

- Spectrométrie d'absorption moléculaire:
  - Détermination colorimétrique, à l'auto-analyseur, à 530 nm, du complexe avec l'ortho-phénantroline.
- Spectrométrie d'absorption atomique:
  - Cette technique est moins sensible que la méthode colorimétrique.

Filtrer les échantillons immédiatement après le prélèvement, puis acidifier avec de l'acide nitrique pour obtenir un pH inférieur à 2. Les échantillons peuvent ainsi être conservés pendant 6 mois.

## APPAREILS D'ANALYSE

- Balance d'analyse ; AE 160 Mettler	1983
- Balance d'analyse ; AE 240 Mettler	1990
- Trébuchet P 1200 ; Mettler	1965
- Trébuchet P 120 ; Mettler	1968
- Trébuchet PC 180 ; Mettler	1980
- Trébuchet PM 4600 ; Mettler	1987
- pH mètre 605 ; Metrohm	1987
- Conductimètre 660 ; Metrohm	1987
- Titroprocesseur 682 ; Metrohm	1986
- Dosimat 665 ; Metrohm	1986
- Dosimat 665 ; Metrohm	1989
- Enregistreur 586 ; Metrohm	1986
- Diluteur Microlab ; M Hamilton	1985
- Diluteur Microlab ; M Hamilton	1989
- Centrifugeuse ; Sharples	1968
- Centrifugeuse GT 4.11 ; Jouan	1986
- Centrifugeuse PR 7000 ; IEC	1990
- Etuve ED 4 ; 1101 ; Brewer	1968
- Etuve ED 2 ; 2201 ; Brewer	1969
- Etuve ; 2801 ; Jouan	1983
- Etuve ; 2201 ; Jouan	1987
- Four à moufle programmable, à circulation d'air ; Heraeus	1988
- Four à induction ; Hermann Moritz	1976
- Spectromètre d'absorption atomique AA 300 ; Varian	1988
- Auto-analyseur Technicon I	1970
- Auto-analyseur Technicon II	1987
- Appareils d'extraction à plaques de porcelaines ; Soil Moisture :	
pF = 4,2	1973
pF < 3,7	1964
- Broyeur (bol en carbure de tungstène) ; Spex	1968
- Broyeur (mortiers en agate et en oxyde de zirconium) ; Fritsch	1981
- Tamiseur ; Fritsch	1978
- Agitateur tamiseur à rouleaux	1978
- Générateur d'ultrasons	1967

## Livres et revues consultés

- ALLOWAY B.J.(ed.), 1990. *Heavy metals in soils*. Glasgow/Londres : Blackie & Son. 339 p.
- AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION (ed.), 1980. *Standard methods for the examination of water and wastewater, 15ème éd.* Washington : APHA. 1134 p.
- ASSOCIATION FRANCAISE de NORMALISATION (ed.), 1986. *Eaux, méthodes d'essais. 3ème Ed.*, 624 p.
- ASSOCIATION FRANCAISE de NORMALISATION (ed.), 1987. *Qualité des sols, méthodes d'analyse*. 135 p.
- BLACKEMORE L.C., SEARLE P.L., DALY B.K., 1987. Methods for chemical analysis of soils. DSIR, New Zealand Soil Bureau.. *Sci. Rep.* 80 : 103 p.
- BOLT G.H. (ed.), 1982. *Soil chemistry, B. Physico-chemical models*. Amsterdam : Elsevier. 527 p.
- BOLT G.H. (ed.), BRUGGENWERT M.G.M. (ed.), 1978. *Soil chemistry, A. Basic Elements. 2ème éd.* Amsterdam : Elsevier. 281 p.
- BONNEAU M., SOUCHIER B., 1979. *Pédologie, constituants et propriétés du sol*. Paris : Masson. 459 p.
- CHARLOT G., 1963. *L'analyse qualitative et les réactions en solution*. Paris : Masson. 442 p.
- CHARLOT G., 1974. *Chimie analytique quantitative. 6ème éd.* Paris : Masson, 2 volumes. 571 p.
- DUCHAUFOUR P., 1977. *Pédologie, pédogénèse et classification*. Paris : Masson. 477 p.
- ELVING P.J. & KOLTHOFF I.M. (ed.), 1963. *Chemical Analysis*. Vol. 16 : RINGBOM A.. Complexation in analytical chemistry. New York/Londres : Interscience. 395 p.
- ELVING P.J. & KOLTHOFF I.M. (ed.), 1968. *Chemical Analysis*. Vol. 27 : MAXWELL J.A.. Rock and mineral analysis. New York/Londres : Interscience. 584 p.
- GARRELS R.M., CHRIST C.L., 1965. *Solutions, minerals and equilibria*. San Francisco : Freeman Cooper. 450 p.
- GREENLAND D.J., HAYES M.H.B., 1978. *The chemistry of soil constituents*. New York : John Wiley. 469 p.
- HESSE P.R., 1971. *A textbook of soil chemical analysis*.
- KLUTE A.(ed.), 1986. *Methods of soil analysis*, Agronomy 9 : part 1, Physical and mineralogical methods. Madison : ASA, SSSA. 1188 p.
- KOLTHOF I.M., STENGER V.A., 1942. *Volumetric analysis 2ème éd.* New York : Interscience. Tome 1 : 309 p. Tome 2 : 374 p.
- LOVEDAY J., 1974. Methods for analysis of irrigated soils. CSIRO Aust. Commonwealth Agricultural Bureaux. *Tech. Commun.* 54 : 208 p.
- MICHARD G., 1989. *Equilibres chimiques dans les eaux naturelles*. Paris : Publisud. 357 p.

- PAGE A.L.(ed.), 1986. *Methods of soil analysis*, Agronomy 9, part 2, Chemical and microbiological properties. Madison : ASA, SSSA. 1159 p.
- PINTA M., 1979. *Spectrométrie d'absorption atomique. 2ème éd.* Paris : Masson/ORSTOM. 2 volumes. 696 p.
- RICHARDS L.A. (ed.), 1954. *Diagnosis and improvement of saline and alkali soils*. Washington : USDA. Agriculture Handbook, 60 : 160 p.
- RODIER J., 1978. *L'analyse de l'eau : eaux naturelles, eaux résiduaires, eau de mer. 6ème éd.* Paris : Dunod. 1135 p.
- SNELL F.D., SNELL C.T., 1954. *Colorimetric methods of analysis, Vol. 2. 3ème éd.* New York : Van Nostrand Reinhold. 950 p.
- SPARKS D.L., 1986. *Soil physical chemistry*. Boca Raton : CRC Press. 308 p.
- THENG B.K.G. (ed.), 1980. *Soils with variable charge*. DSIR, New Zealand Soil Bureau. New Zealand Soc. of Soil Sci.- 448 p.
- TREADWELL F.P., TREADWELL W.D., 1948. *Manuel de chimie analytique*. Paris : Dunod. 2 volumes. 813 p.
- TUCKER B.M., 1985. Laboratory procedures for soluble salts and exchangeable cations in soils. *CSIRO Div. Soils, Tech Pap. 47* : 36 p
- VAN LOON J.C., 1982. *Chemical analysis of inorganic constituents of water*. Boca Raton : CRC Press. 248 p.
- WALSH L.M., 1971. *Instrumental methods for analysis of soils and plant tissue*. Madison : SSSA.
- WALSH L.M., BEATON J.D., 1973. *Soil testing and plant analysis*. Madison : SSSA. 491 p.

## **Périodiques**

- Analytical Chemistry
- Soil Science Society of America Journal
- Soil Science
- Australian Journal of Soil Research
- Geoderma
- Soils and Fertilizers
- Spectra 2000
- Analisis
- Pédologie
- Science du sol
- The Journal of Soil Science

## Annexes

## Annexe 1

### Statistiques sur le témoin sol -1 (intervalle de confiance : 90 %)

Analyses	n	Moyenne	$\sigma$	mini	maxi	limite		$\delta$ ±	$\delta\%$ ±
						-	+		
<b>Granulométrie (%)</b>									
Argiles	7	18.3882	0.8411	17.05	19.52				
Limons fins	7	20.6185	0.6854	19.60	21.57				
Limons grossiers	7	10.5013	0.2809	10.10	10.87				
Sables fins	7	18.4486	0.4061	17.65	18.90				
Sables grossiers	7	30.2549	0.9382	29.26	32.01				
<b>pF (%)</b>									
pF 2.5	30	35.1595	0.8691	33.23	36.62	33.73	36.59	1.43	4.1
pF 3.0	35	30.2956	0.3018	29.48	30.93	29.80	30.79	0.50	1.6
pF 4.2	29	18.2796	0.5516	17.48	19.60	17.37	19.19	0.91	5.0
pH <sub>H<sub>2</sub>O</sub>	40	5.4148	0.0839	5.25	5.55	5.28	5.55	0.14	2.5
pH KCl	39	4.7395	0.0546	4.65	4.85	4.65	4.83	0.09	1.9
<b>Matière organique (mg/g)</b>									
Carbone	20	19.7048	0.2570	19.43	20.16	19.28	20.13	0.42	2.1
Azote	33	1.8970	0.0371	1.793	1.948	1.84	1.96	0.06	3.2
<b>Complexe échangeable (meq/100 g)</b>									
Calcium	28	4.4651	0.2280	4.04	4.99	4.09	4.84	0.38	8.4
Magnésium	28	5.2339	0.2281	4.70	5.60	4.86	5.61	0.38	7.2
Potassium	26	0.9934	0.06502	0.91	1.16	0.89	1.10	0.11	10.8
Sodium	20	0.3918	0.04445	0.33	0.52	0.32	0.46	0.07	18.7
Capacité d'échange	22	15.3490	0.8041	14.49	17.46	14.03	16.67	1.32	8.6
<b>Phosphore (mg/g)</b>									
Phosphore total	20	1.2594	0.0562	1.144	1.351	1.17	1.35	0.09	7.3
Phosphore assimilable	11	0.2416	0.01446	0.214	0.261				

Tous les résultats sont exprimés par rapport à l'échantillon séché à 105 ° C

Analyses	n	Moyenne	$\sigma$	mini	maxi	limite -	limite +	$\delta$ $\pm$	$\delta\%$ $\pm$
Bases totales (attaque nitrique) (meq/100 g)									
Calcium	16	6.5434	0.1830	6.20	7.01	6.24	6.84	0.3	4.6
Magnésium	16	31.9548	1.0197	30.75	34.41	30.28	33.63	1.68	5.2
Potassium	16	9.7465	0.8775	8.19	11.14	8.30	11.19	1.44	14.8
Sodium	16	1.1104	0.1167	0.88	1.40	0.92	1.30	0.19	17.3
Attaque nitro-perchlorique (%)									
Perte au feu	7	7.9819	0.1298	7.77	8.13				
Résidu	7	53.4840	1.6718	50.98	55.73				
SiO <sub>2</sub> (silicates)	7	19.0618	1.5707	17.03	21.41				
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	7	8.7205	0.1478	8.57	8.94				
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	11	6.7368	0.2611	6.40	7.23				
MnO <sub>2</sub>	11	0.5300	0.0477	0.45	0.61				
TiO <sub>2</sub>	7	0.3587	0.0295	0.33	0.39				
Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>									
NiO									
CoO									
CaO	7	0.1829	0.0118	0.17	0.20				
MgO	7	0.7321	0.0135	0.71	0.75				
K <sub>2</sub> O	7	0.8155	0.0207	0.79	0.84				
Na <sub>2</sub> O	7	0.0592	0.00146	0.058	0.06				
Somme		98.66							
Ca (meq/100 g)		6.52282							
Mg		36.31448							
K		17.31423							
Na		1.90986							

Tous les résultats sont exprimés par rapport à l'échantillon séché à 105 ° C

## Annexe 2

### Statistiques sur le témoin sol -22 (intervalle de confiance : 90 %)

Analyses	n	Moyenne	$\sigma$	mini	maxi	limite -	limite +	$\delta$ $\pm$	$\delta\%$ $\pm$
<b>Granulométrie (%)</b>									
Argiles	10	53.8	0.4295	53.1	54.3				
Limons fins	10	20.65	0.3629	20.1	21.1				
Limons grossiers	10	11.18	0.2658	10.6	11.5				
Sables fins	10	8.30	0.2708	7.9	8.8				
Sables grossiers	10	3.12	0.3293	2.6	3.6				
<b>pF (%)</b>									
pF 2.5									
pF 3.0									
pF 4.2									
pH <sub>H<sub>2</sub>O</sub>	10	5.87	0.0675	5.8	6.0				
pHKCl	10	5.14	0.0516	5.1	5.2				
<b>Matière organique (mg/g)</b>									
Carbone	10	22.1480	0.3152	21.63	22.55				
Azote	10	1.6490	0.0396	1.62	1.75				
<b>Complexe échangeable (meq/100 g)</b>									
Calcium	10	16.2100	1.1259	14.5	17.7				
Magnésium	10	9.5610	0.4774	8.66	10.10				
Potassium	10	0.4080	0.0911	0.32	0.64				
Sodium	10	1.3060	0.3244	0.82	2.03				
Capacité d'échange	10	32.7510	0.6418	32.18	32.91				
<b>Phosphore (mg/g)</b>									
Phosphore total	10	0.4240	0.0084	0.41	0.43				
Phosphore assimilable	10	0.1018	0.006	0.091	0.111				

Tous les résultats sont exprimés par rapport à l'échantillon séché à 105 ° C

Analyses	n	Moyenne	$\sigma$	mini	maxi	limite -	limite +	$\delta$ $\pm$	$\delta\%$ $\pm$
Bases totales (attaque nitrique) (meq/100 g)									
Ca	10	20.928	0.7656	20.06	22.00				
Mg	10	26.797	0.7719	25.53	27.90				
K	10	2.714	0.1009	2.56	2.95				
Na	10	1.986	0.1849	1.80	2.48				
Attaque nitro-perchlorique (%)									
Perte au feu	7	8.8771	0.1637	8.75	9.19				
Résidu	7	43.9143	2.1302	40.92	47.06				
SiO <sub>2</sub> (silicates)	7	29.7857	1.9687	26.84	32.76				
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	7	8.2771	0.3687	7.50	8.56				
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	11	5.41	0.0294	5.35	5.43				
MnO <sub>2</sub>	11	0.1614	0.0038	0.16	0.17				
TiO <sub>2</sub>	7	0.5214	0.0308	0.48	0.56				
Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>									
NiO									
CoO									
CaO	7	0.6086	0.0261	0.58	0.66				
MgO	7	0.6100	0.0141	0.59	0.63				
K <sub>2</sub> O	7	0.1157	0.0053	0.11	0.12				
Na <sub>2</sub> O	7	0.0586	0.0038	0.05	0.06				
Somme		98.34							
Ca (meq/100 g)		21.70471							
Mg		30.25794							
K		2.456476							
Na		1.890505							

Tous les résultats sont exprimés par rapport à l'échantillon séché à 105 ° C

### Annexe 3

#### Statistiques sur le témoin végétal -4 (intervalle de confiance : 90 %)

Analyses	n	Moyenne	$\sigma$	mini	maxi	limite	limite	$\delta$	$\delta\%$
						-	+	$\pm$	$\pm$
Eléments majeurs (%)									
Cendres	26	7.0825	0.1977	6.46	7.47	6.76	7.41	0.33	4.6
Silice	19	3.3593	0.0973	3.05	3.50	3.20	3.52	0.16	4.8
Azote	25	0.7044	0.0313	0.65	0.76	0.65	0.76	0.051	7.3
Phosphore	24	0.0574	0.0023	0.052	0.062	0.054	0.061	0.004	6.6
Calcium	24	0.1312	0.0081	0.112	0.144	0.118	0.145	0.013	10.2
Magnésium	24	0.3010	0.0102	0.288	0.32	0.284	0.318	0.017	5.6
Potassium	24	1.4360	0.0629	1.27	1.55	1.33	1.54	0.10	7.2
Sodium	24	0.0072	0.0005	0.0058	0.0086	0.0064	0.0080	0.0008	11.4
Chlorure	11	0.5372	0.0164	0.52	0.55				
Oligo-éléments (mg/g)									
Aluminium									
Chrome									
Cobalt									
Cuivre	4	0.00365	0.0001	0.0035	0.0037				
Fer	6	0.1971	0.0058	0.190	0.205				
Manganèse	9	0.0273	0.0012	0.025	0.029				
Nickel	9	0.0039	0.0004	0.0031	0.0045				

Tous les résultats sont exprimés par rapport à l'échantillon séché à 105 ° C

## Annexe 4

### Statistiques sur le témoin végétal -6 (intervalle de confiance : 90 %)

Analyses	n	Moyenne	$\sigma$	mini	maxi	limite	limite	$\delta$	$\delta\%$
						-	+	$\pm$	$\pm$
<b>Eléments majeurs (%)</b>									
Cendres	19	6.414	0.0411	6.08	6.25	6.35	6.48	0.07	1.1
Silice	12	1.2316	0.0835	1.14	1.38				
Azote	18	0.8872	0.0158	0.87	0.93	0.86	0.91	0.026	2.9
Phosphore	18	0.0276	0.0008	0.0264	0.029	0.026	0.029	0.0013	4.8
Calcium	19	0.9873	0.0279	0.93	1.02	0.94	1.03	0.05	4.6
Magnésium	19	0.3122	0.0069	0.299	0.324	0.301	0.324	0.011	3.6
Potassium	19	0.6817	0.0169	0.65	0.72	0.65	0.71	0.03	4.1
Sodium	19	0.1576	0.0050	0.144	0.164	0.149	0.166	0.008	5.2
Chlorure	11	0.2994	0.0136	0.27	0.31				
<b>Oligo-éléments (mg/g)</b>									
Aluminium									
Chrome									
Cobalt									
Cuivre	4	0.00343	0.0002	0.0032	0.0037				
Fer	6	0.2329	0.0129	0.220	0.255				
Manganèse	9	0.7910	0.0158	0.77	0.83				
Nickel	9	0.5681	0.0059	0.559	0.574				

Tous les résultats sont exprimés par rapport à l'échantillon séché à 105 ° C