

(Lec)
B.1.5
le
15/11/83

O.R.S.T.O.M.
SERVICES SCIENTIFIQUES
CENTRAUX
93140 BONDY

G.E.M.O.S.
GROUPEMENT D'ETUDE
DE LA MATIERE ORGANIQUE
DU SOL

Résultats de l'enquête analytique sur
L'EXTRACTION ET LE DOSAGE
DES MATIERES HUMIQUES DES SOLS

B. DABIN
E. GAVINELLI
P. PELLOUX

Réunion GEMOS
Montpellier
Mai 1983

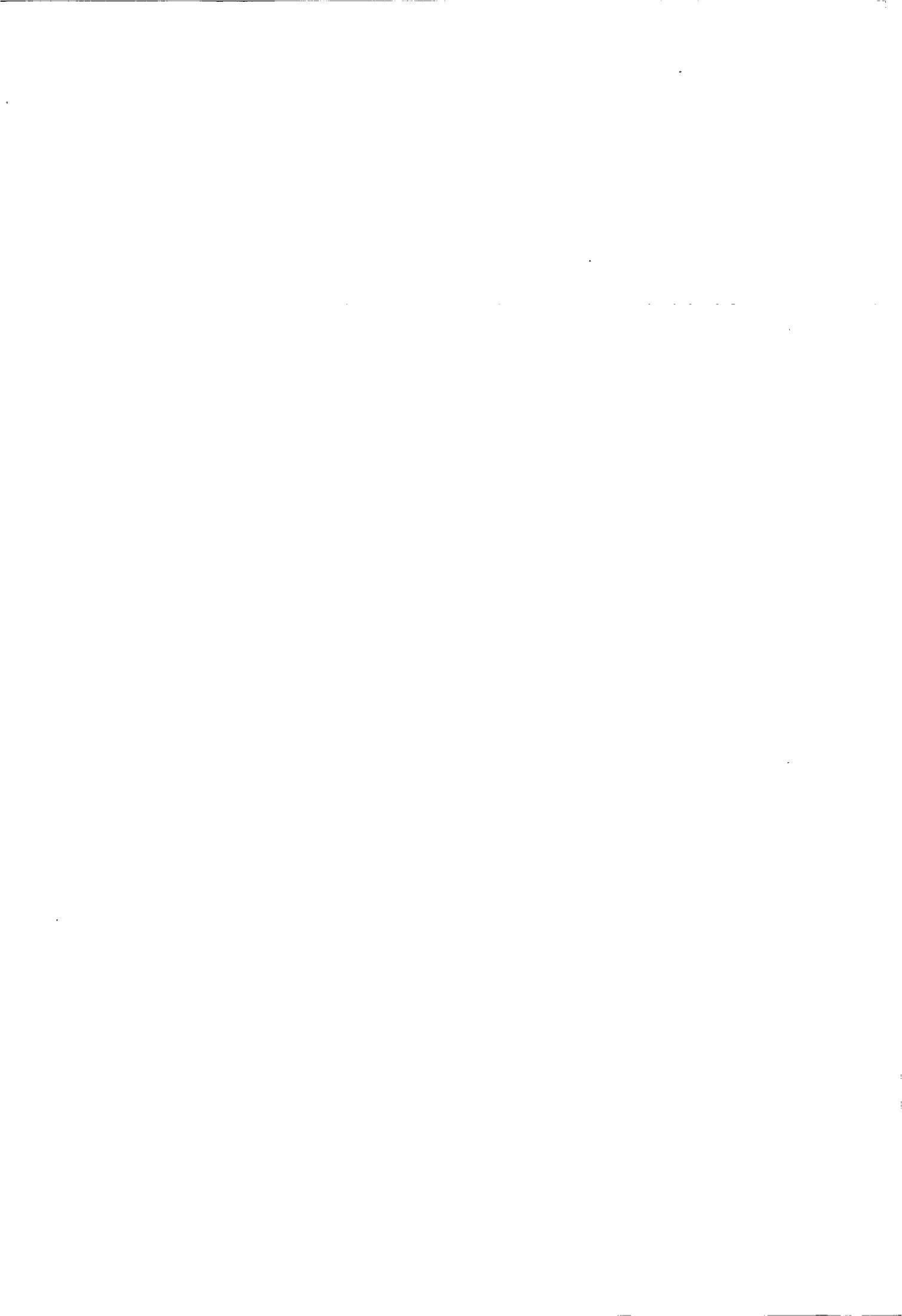
Fonds Documentaire ORSTOM



010020359

Fonds Documentaire ORSTOM

Cote: B* 20359 Ex: *enveloppe*



O.R.S.T.O.M.
SERVICES SCIENTIFIQUES
CENTRAUX
93140 BONDY

G.E.M.O.S.
GROUPEMENT D'ETUDE
DE LA MATIERE ORGANIQUE
DU SOL

Résultats de l'enquête analytique sur
L'EXTRACTION ET LE DOSAGE
DES MATIERES HUMIQUES DES SOLS

B. DABIN
E. GAVINELLI
P. PELLOUX

Réunion GEMOS
Montpellier
Mai 1983



RESULTATS DE L'ENQUETE ANALYTIQUE
SUR L'EXTRACTION ET LE DOSAGE DES MATIERES HUMIQUES DES SOLS

INTRODUCTION

Cette enquête avait été décidée lors de la réunion du groupe matière organique d'avril 1982 organisée par l'Université de Besançon ; l'objectif était en premier lieu de tester du point de vue quantitatif (et ultérieurement qualitatif) les extraits humiques des sols, en se basant sur une méthode publiée par l'"International Humic Substance" Société (IHSS)*, et de comparer éventuellement les méthodes pratiquées habituellement par les laboratoires participants.

Les analyses ont été effectuées sur 7 échantillons de sols envoyés aux divers participants :

- 1) un sol de limon des plateaux de Boigneville,
- 2) un sol humocalcique de Pontarlier,
- 3) un podzol de la forêt de Villers Cotterets, Horizon A1,
- 4) un Horizon Bh du même sol,
- 5) un sol fersiallitique de la région de Montpellier,
- 6) un sol à gley à hydromull de Bonneveaux,
- 7) une rendzine sur craie de Chalons s/Marne.

Les laboratoires participants ont été les suivants :

- Le laboratoire du GERDAT Montpellier,
- Le laboratoire de Pédologie de l'Université de Poitiers,
- Le laboratoire de l'ORSTOM à Bondy,
- Le laboratoire de Pédologie de l'Université de Besançon.

Tous ces laboratoires ont appliqué la méthode IHSS.

Le laboratoire de l'ORSTOM a utilisé en outre sa technique habituelle des SSC Bondy.

Le laboratoire de Besançon a testé une méthode nouvelle qui sera publiée séparément.

.../...

* Protocole original peu détaillé, en anglais, annexé à ce rapport, fourni par Mme JOCTEUR-MONROZIER.

PRINCIPE DE LA METHODE IHSS

- Un premier extrait est effectué par HCl 1N ajusté à pH 1-2, dans un rapport sol/liquide = 10/1 - agitation 1 heure.
- Le liquide surnageant est séparé par centrifugation.
- Le résidu est neutralisé à la soude jusqu'à pH = 7, et une solution de soude 0,1 N est ajoutée pour obtenir un rapport $\frac{\text{liquide}}{\text{sol}} = \frac{10}{1}$
- L'ensemble est agité 4 heures en atmosphère d'azote.
- La solution humique est extraite par centrifugation. Il reste un culot solide. La solution surnageante est acidifiée à pH = 1 avec de l'acide chlorhydrique pour séparer acides humiques et acides fulviques (12 à 16 h de dépôt et centrifugation).
- L'extraction quantitative s'arrête à ce stade - la méthode IHSS prévoit en outre des techniques de purification des acides humiques et fulviques.
- Sur les diverses fractions extraites chaque laboratoire mesure le carbone et éventuellement l'azote par ses techniques habituelles.

DIFFICULTES RENCONTREES ET PRECAUTIONS PARTICULIERES

Nous résumons ici les remarques faites par les divers participants.

- Le premier ajustage à pH entre 1 et 2 de l'extrait HCl 1 N, doit être réalisé avec de la soude concentrée 10 N, afin que le volume final ne dépasse pas 200 ml d'acide pour 20 g de sol (15 à 18 ml de soude 10 N suffisent dans ce cas).
- De même pour la neutralisation du résidu (Step 3) à pH = 7, et l'addition de soude 0,1 N, il y a un problème d'ajustage à volume.

M. PELLOUX de l'ORSTOM a préféré utiliser un système de pesée des extraits avec mesure de densité des solutions pour déterminer leur volume.

M. JAMBU de Poitiers a préconisé un rinçage du culot de sol avec la solution d'extraction, récupération des rinçures et ajustage ultérieur à volume.

En ce qui concerne le dernier résidu solide qui contient "l'humine", il est indispensable de déterminer son poids en raison des pertes importantes surtout dans le cas des sols calcaires.

Une autre précaution à prendre dans le cas des sols calcaires, est l'élimination du Ca Cl_2 formé après traitement acide; la présence de ce sel empêche l'extraction des matières humiques. Cela explique la variation assez grande des résultats dans le cas de la rendzine.

Il faut effectuer trois lavages à l'eau, suivis de trois lavages avec HCl N/30 pour obtenir une extraction complète de l'humus par la soude. Une dernière remarque concerne les sols les plus riches en matière organique dans lesquels une seule extraction acide ou basique ne permet pas d'extraire la totalité de l'humus soluble.

.../...

METHODES DE DOSAGES ET VARIANTES DANS LES METHODES D'ANALYSE

En ce qui concerne les dosages de carbone, ils ont été effectués dans la majorité des cas par des méthodes par combustion, carmohographe, coulomètre, appareil d'analyse CHN, etc, néanmoins certains laboratoires ont effectué les analyses de carbone par voie chimique (permanganate / acide oxalique sur l'extrait chlorhydrique, bichromate de potassium sur les extraits soude, mais avec séparation des acides fulviques à l'acide sulfurique).

Au laboratoire de l'ORSTOM les analyses ont été effectuées comparativement par combustion d'une part, et par voie chimique d'autre part.

Par ailleurs ce laboratoire a suivi la consigne initiale en réalisant séparément sa méthode habituelle d'analyse (méthode Bondy) qui consiste en trois traitements acides par PO_4H_3 2 M (au lieu de HCl N), et, après lavage, en plusieurs extractions successives jusqu'à épuisement, d'abord par le pyrophosphate de soude 0,1 M, puis par la soude 0,1 N. Les analyses dans ce dernier cas ont toutes été effectuées par voie chimique (précipitation sulfurique des AH et dosage bichromate), le résidu solide ou humine a été dosé au CHN.

Le laboratoire de Poitiers a traité l'extrait HCl par passage sur une résine (PVP ou polivinyll pyrrolidone), ce qui lui a permis de séparer des sucres et des polyphénols dans cet extrait (voir page 11).

RESULTATS OBTENUS ET DISCUSSIONS

Les résultats rassemblés dans un tableau (1) proviennent fréquemment de la moyenne de deux répétitions parfois de trois. La première colonne verticale indique la provenance des échantillons ; dans la seconde colonne les chiffres 1 - 2 - 3 et 5 représentent les divers laboratoires : GERDAT, Poitiers, ORSTOM, Besançon, qui ont utilisé la méthode IHSS, le chiffre 4 représente les résultats de la méthode Bondy.

Les différentes rubriques verticales sont : l'humidité %, la matière légère, l'extrait acide, la somme des extraits alcalins, les acides humiques, les acides fulviques, le carbone du résidu ou culot, le total des extraits solubles plus le culot (toutes les valeurs étant exprimées en C % du sol sec), enfin le carbone total déterminé directement en C % du sol sec.

Les résultats de la méthode IHSS sont reportés pour les quatre laboratoires, et la moyenne calculée pour chaque rubrique et chaque sol, cette moyenne est comparée en 5 avec la méthode Bondy.

CARBONE TOTAL

Il y a trois sols dont la teneur en carbone est moyenne à faible : le limon de Boigneville, le podzol horizon A1 et la rendzine, les quatre autres sont assez riches : sol humocalcique, Bh du podzol, sol fersiallitique, et surtout hydromull à gley.

Les valeurs sont assez concordantes par rapport aux moyennes, les différences proviennent des techniques variables de dosage, peut-être de l'échantillonnage.

.../...

La somme des moyennes de tous les échantillons, et la somme (C %) des échantillons de Bondy sont concordants: 34,81 contre 35,42 (tableau 1').

Le carbone total obtenu par la somme des dosages séparés de chaque fraction, est assez comparable au carbone total direct, surtout au niveau des moyennes de chaque sol.

La somme de ces moyennes est de 34,62. La somme des totaux Bondy est 34,27.

En conclusion quelle que soit la méthode de dosage les valeurs de carbone total sont concordantes en moyenne.

La somme des fractions extraites redonne en moyenne des valeurs équivalentes au carbone total.

CARBONE DES CULOTS OU "HUMINE TOTALE"

Cette valeur est intéressante à considérer car elle est fonction de l'extraction complète des matières humiques, dont elle constitue le résidu insoluble.

Pour la méthode IHSS, les valeurs fluctuent autour des moyennes compte tenu des variations dues aux divers manipulateurs, mais la somme des moyennes des culots IHSS est proche de la somme des culots méthode Bondy - 17,69 contre 16,42 - le chiffre légèrement plus faible pour la seconde méthode provient d'un renouvellement plus systématique des extraits surtout dans le cas des sols riches.

SOMME DES EXTRAITS ALCALINS

Dans le cas de la méthode IHSS il s'agit d'extraits à la soude en atmosphère d'azote, dans le cas de la méthode Bondy, c'est la somme des extraits pyrophosphate et des extraits soude en atmosphère normale.

Pour chaque sol on note également des fluctuations par rapport à la moyenne, dues aux différences de manipulations. Si l'on fait la somme de ces moyennes et que l'on compare avec la somme des extraits Bondy, on obtient 15,205 contre 14,722 (1') ; on peut considérer cette correspondance comme bonne d'autant plus qu'il s'agit d'extraits différents.

Dans le cas de la méthode IHSS, nous avons voulu vérifier (tableau 2) si une extraction supplémentaire à la soude sur le culot "sortait" beaucoup de carbone supplémentaire.

Dans les sols riches de Pontarlier et Bonneveaux, les extraits ont été faits en double, les uns en atmosphère d'azote les autres en atmosphère normale. Le carbone extrait en supplément par rapport au C total est de 12 % dans le cas de Pontarlier et de 10 % dans le cas de Bonneveaux. La différence quantitative entre atmosphère d'azote et atmosphère normale est négligeable.

.../...

ACIDES HUMIQUES ET FULVIQUES DES EXTRAITS ALCALINS

Pour la méthode IHSS les fluctuations des fractions AH et AF autour des moyennes sont plus importantes que celles de l'extrait total, mais les valeurs demeurent du même ordre de grandeur.

En ce qui concerne la méthode Bondy, les AH (acides humiques) sont systématiquement plus faibles et les AF (acides fulviques) systématiquement plus forts, cela se confirme sur les moyennes, la somme AF + AH étant équivalente pour les deux méthodes (14,86 - 14,59)

$$\text{rapport } \frac{\text{AH - IHSS}}{\text{AH - Bondy}} = 1,31.$$

Les extraits humiques IHSS traités par deux méthodes différentes sont dans un rapport équivalent :

$$\frac{\text{AH - IHSS avec précipitation HCl et dosage CHN}}{\text{AH - IHSS avec précipitation H}_2\text{SO}_4 \text{ et dosage chimie}} = 1,36$$

Le fait de doser le carbone par le bichromate oblige à utiliser l'acide sulfurique pour précipiter les acides humiques au lieu de l'acide chlorhydrique.

Les deux techniques de précipitation et dosage ont été utilisées sur le même extrait IHSS, le rapport des acides humiques est le même qu'entre la méthode IHSS et la méthode Bondy.

La différence n'est pas due au dosage bichromate car sur l'ensemble des résultats de tous les sols le rapport avec le dosage par combustion est voisin de 1

$$\frac{\text{Matières Humiques Totales IHSS dosage CHN}}{\text{Matières Humiques Totales IHSS dosage bichromate}} = 0,9673$$

La différence du rapport AF/AH pour une somme équivalente (AF + AH) serait due au remplacement de l'acide chlorhydrique par l'acide sulfurique.

Un autre point à considérer, est, que dans la méthode IHSS, on laisse le précipité se former pendant 12h à 16 h avant centrifugation.

Dans le présent travail pour la méthode de Bondy, le repos du précipité n'a été que de 4 heures (dans la majorité des cas on laisse généralement une nuit).

ACIDES FULVIQUES DES EXTRAITS ACIDES

On note également une fluctuation relative assez forte des résultats des extraits acides autour des moyennes, par ailleurs l'extrait Bondy (PO_4H_3) est en moyenne deux fois plus fort que l'extrait IHSS (HCl N).

Cela s'explique par le fait, que pour l'acide phosphorique le rapport $\frac{\text{liquide}}{\text{sol}}$ a été de $\frac{30}{1}$ contre $\frac{10}{1}$ dans la méthode IHSS, l'extraction incomplète explique la variabilité des résultats de la méthode IHSS

extrait HCl N	IHSS	- variabilité moyenne	\pm 7,97 %	(pour l'ensemble des résultats ORSTOM)
extrait PO_4H_3	2M Bondy	- variabilité moyenne	\pm 0,886 %	

.../...

ANALYSES ANNEXES

Le tableau 3 envoyé par Poitiers donne le fractionnement de l'extrait chlorhydrique par le PVP, pour 4 sols : Bonneveaux, Sol de Rendzine, Sol Fersiallitique, et Bh du Podzol.

Dans la majorité des cas ce sont les sucres qui dominent dans cet extrait, sauf sans le Bh du Podzol où les polyphénols sont dominants.

Les tableaux 4 et 5 donnent respectivement les analyses chimiques et minéralogiques des différents échantillons (dans le dernier cas il manque certains sols ou l'extrait d'argile a été difficile à obtenir).

Le tableau 6 donne les résultats détaillés des acides fulviques par les méthodes Bondy et IHSS, et les résultats comparés de la Biomasse microbienne déterminée par R. CHAUSSOT et B. NICOLARDOT du Laboratoire de Microbiologie des Sols de Dijon (INRA).

Les résultats détaillés de cette étude, ainsi que les analyses microbiologiques et enzymatiques faites par P. KAISER de l'INA - PG ont déjà été distribués aux participants et feront l'objet de rapports séparés de leurs auteurs.

CONCLUSIONS GENERALES

Nous nous limitons aux seules constatations sans chercher à donner d'interprétation aux résultats.

Il apparaît que malgré les fluctuations dues aux divers laboratoires, et aux différentes techniques de dosage (méthodes chimiques, appareillages divers) un certain nombre de résultats obtenus par la méthode IHSS (prétraitement HCl et extrait soude en atmosphère d'azote) sont concordants avec ceux d'une autre méthode (prétraitement PO_4H_3 et extraits pyrophosphate puis soude en atmosphère normale), en particulier au niveau des moyennes calculées sur l'ensemble des sols.

Il s'agit du carbone total, de la somme de tous les extraits et du résidu ou culot. De même la moyenne des culots insolubles, et la moyenne des extraits alcalins totaux (soude ou pyro + soude).

Un extrait supplémentaire à la soude, en atmosphère d'azote ou en atmosphère normale a donné des résultats très voisins.

Les principales différences systématiques semblent porter sur la séparation acides humiques et acides fulviques, en raison de la précipitation en milieu chlorhydrique ou sulfurique, et aussi du temps variable de formation du précipité. Les extraits acides directs sont assez variables en raison vraisemblablement du rapport $\frac{\text{solution}}{\text{sol}}$.

.../...

Il semble donc possible avec certaines précautions d'obtenir des fractions de composés humiques dans les sols, suffisamment reproductibles du point de vue quantitatif.

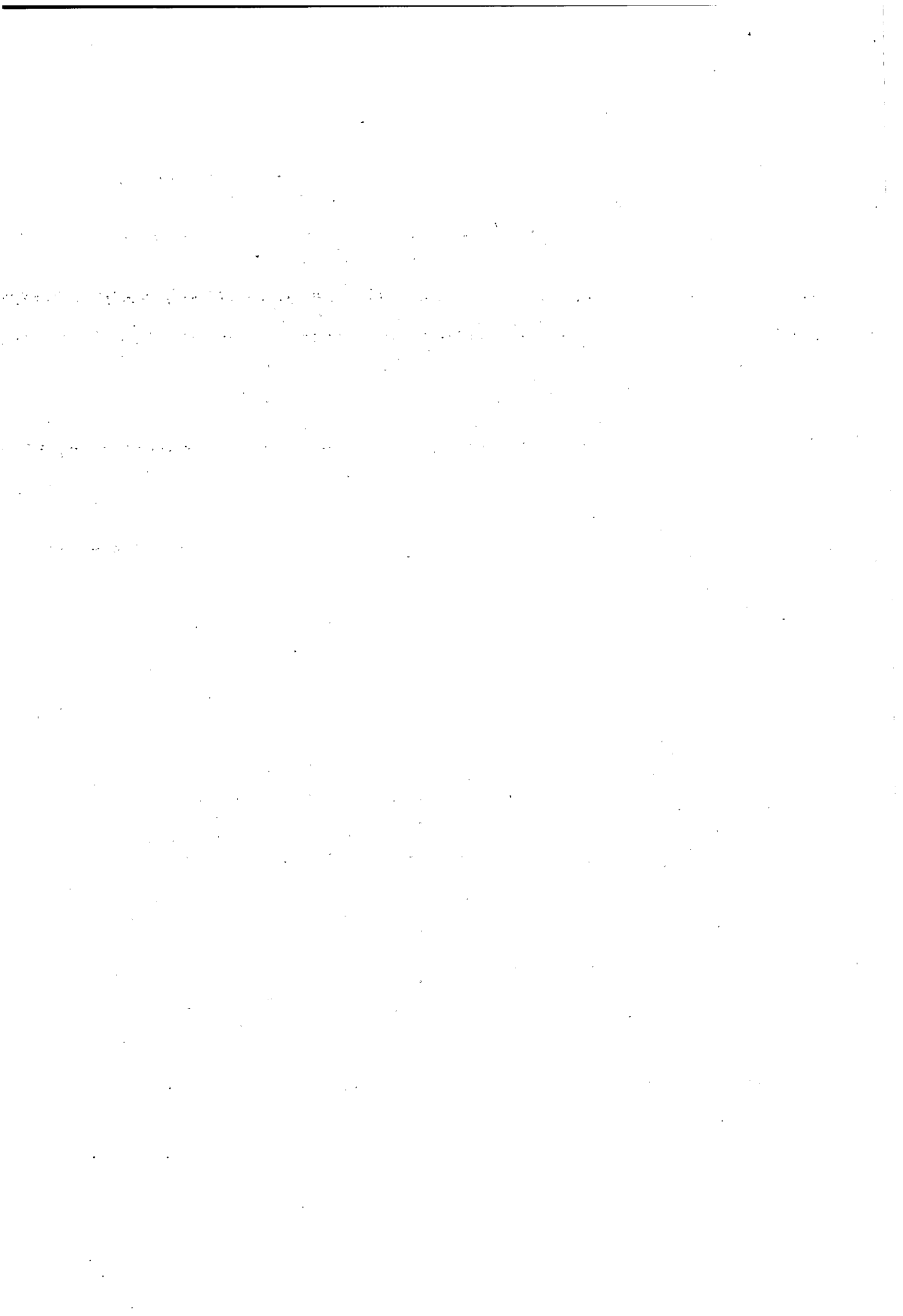
Ce type d'analyse n'est certainement pas suffisant pour caractériser la matière organique, mais il permet la séparation en compartiments plus homogènes (fractions libres, fractions solubles, insolubles, etc) dont l'étude devient alors plus aisée (analyses chimiques, physiques, observations directes), en plus des mesures ou observations microscopiques sur échantillon non perturbé.

Les Rapporteurs,

B. DABIN

E. GAVINELLI

P. PELLOUX



ANALYSE DES MATIERES HUMIQUES

8.

échantillons	Labo.	H ₂ O %	Mat. légère C %	Extr. acide C %	Extr. alc. Total C %	AH C %	AF C %	Culot C %	Total C% extraits + culot	Carbone Total % (dosage direct)
Boigneville Limon des Plateaux	1	2,1	0,0082	0,065	0,35	0,26	0,097	0,77	1,16	1,16
	2	2,4		0,04	0,52	0,29	0,17	0,84	1,4	1,32
	3			0,054	0,315	0,23	0,118	0,94	1,3	1,16
	5			0,013	0,555	0,355	0,213	0,64	1,208	1,46
	moy. 4				0,043	0,435	0,283	0,149	0,79	1,26
			0,0126	0,066	0,338	0,115	0,22	0,84	1,15	1,16
Pontarlier Sol humo calcique	1	6,15	0,007	0,28	1,95	1,5	0,45	2,78	5,01	5,56
	2	7,2		0,11	2,65	1,91	0,80	3,41	6,17	6,46
	3			0,137	2,02	1,57	0,439	3,8	6,01	5,9
	5			0,064	2,29	1,47	0,89	3,25	6,12	4,05
	moy. 4				0,147	2,22	1,6	0,64	3,31	5,82
			0,02	0,48	2,04	1,14	0,9	3,6	6,14	5,9
Podzol A1	1	0,4	0,01	0,045	0,96	0,72	0,19	1,43	2,43	2,79
	2	0,7		0,02	1,31	0,98	0,18	1,69	3,09	2,81
	3			Faible	0,89	0,68	0,24	2,05	2,9	2,28
	5			0,013	1,047	0,89	0,165	1,90	2,96	3,47
	moy. 4				0,019	1,05	0,81	0,193	1,76	2,8
			0,052	0,018	0,87	0,63	0,23	1,53	2,47	2,28
Podzol Bh	1	4,1	0,004	0,85	5,55	3,9	1,4	1,02	7,42	7,40
	2	5,2		0,41	6,47	5,42	0,68	1,15	8,31	8,49
	3			0,368	5,9	3,7	1,4	1,19	7,47	7,78
	5			0,221	5,42	4,59	1,05	1,47	7,11	8,29
	moy. 4				0,46	5,83	4,4	1,13	1,20	7,57
			0,04	0,56	4,6	3,6	0,99	1,15	6,35	7,78
Sol fersial- litique	1	3,96	0,038	0,15	1,35	0,89	0,47	3,91	5,41	5,79
	2	4		0,31	1,98	1,17	0,74	3,89	6,18	6,16
	3			0,29	1,2	0,79	0,51	4,7	6,2	6,03
	5			0,13	1,84	1,22	0,75	3,41	5,37	5,55
	moy. 4				0,22	1,59	1,01	0,61	3,97	5,79
			0,19	0,77	1,87	0,82	1,04	3,28	6,11	6,03
Bonnevaux gley à hydromull sur calcaire	1	6,9	0,013	0,78	2,8	2,46	0,69	3,81	7,39	8,15
	2	8,8		0,23	4,27	3,08	1,16	5,99	10,49	10,49
	3			0,24	3,4	2,5	0,82	6,64	10,3	10,23
	5			0,16	3,82	3,06	0,93	5,24	9,23	9,63
	moy. 4				0,35	3,57	2,7	0,90	5,42	9,35
			0,08	0,74	4,49	1,9	2,5	5,1	10,41	10,23
Rendzine de Châlons	1	1,1	0,0198	0,03	0,066					1,54
	2	1,2		0,14	0,6	0,29	0,24	1,18	1,92	2,03
	3			0,178	0,68	0,51	0,16	1,02	1,9	2,04
	5			0,05	0,70	0,01	0,110	1,53	2,28	1,52
	moy. 4				0,1	0,51	0,27	0,17	1,24	2,03
			0,024	0,18	0,52	0,23	0,29	0,92	1,644	2,04

Méthodes IHSS : 1 Gerdats - 2 Poitiers - 3 ORSTOM - 5 Besançon - 4 méthode Bondy.

Tableau 1

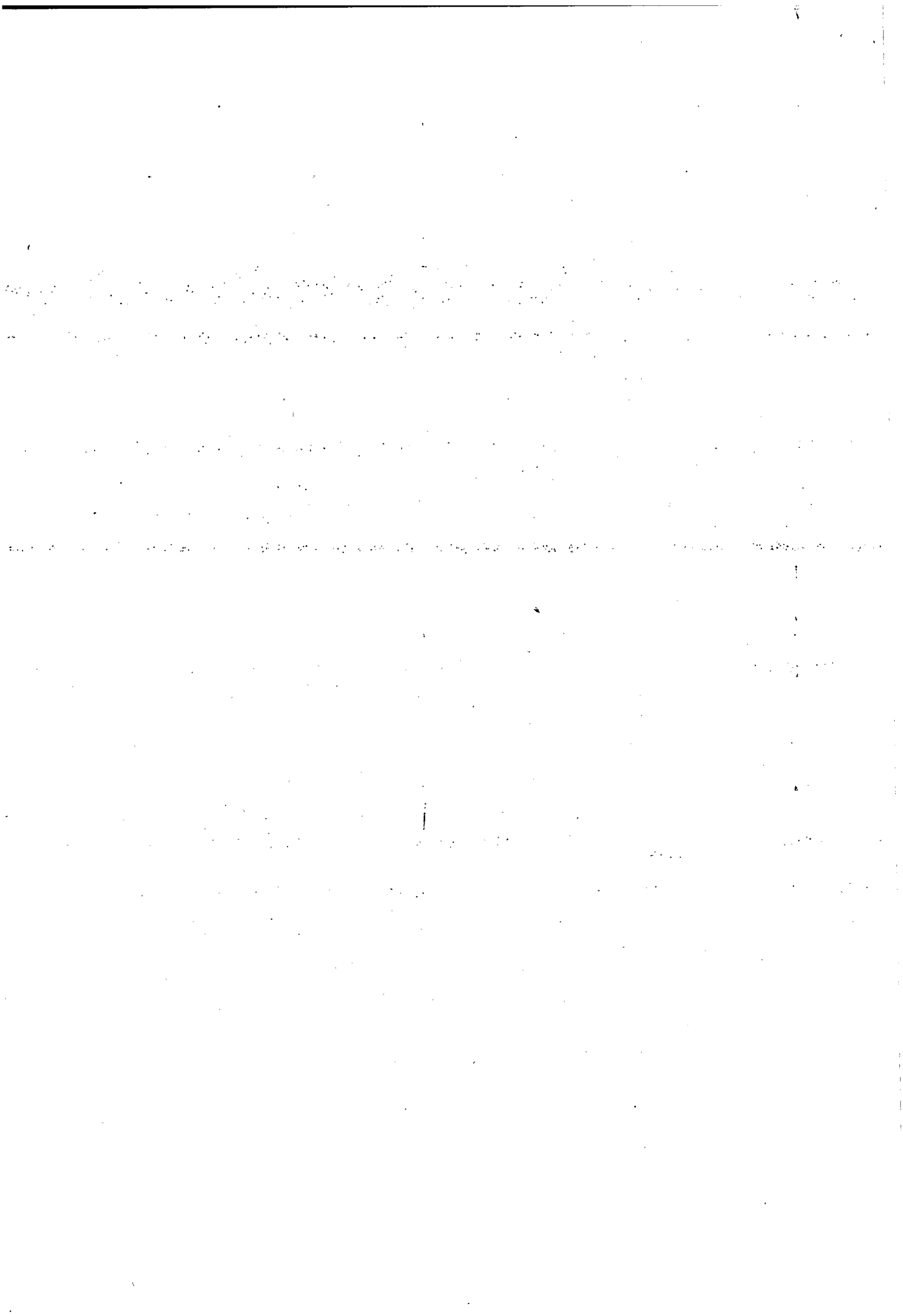


TABLEAU 1 bis

Comparaison de résultats moyens
entre méthode IHSS et méthode Bondy

Carbone total %		
- Somme de tous les échantillons Bondy		35,42
- Somme des moyennes des laboratoires IHSS		34,81
Total du carbone de toutes les fractions		
- Somme de tous les échantillons Bondy		34,27
- Somme des moyennes des laboratoires IHSS		34,62
Carbone du résidu ou culot		
- Somme de tous les échantillons Bondy		16,42
- Somme des moyennes des laboratoires IHSS.....		17,69
Somme du carbone des extraits alcalins		
- Somme des échantillons (pyro + soude) Bondy.....		14,722
- Somme des moyennes des laboratoires IHSS		15,205
Acides Humiques et Fulviques		
- Somme des AH Bondy = 8,43 Somme AF Bondy = 6,16		14,59
- Somme moy. AH. IHSS = 11,07 Somme moy. AF IHSS = 3,79		14,86
Extraits acides		
- Somme des extr. Bondy		2,8
- Somme des moy. IHSS		1,34

Extractions complémentaires sur culots d'Humine IHSS
en atmosphère d'azote et en atmosphère normal

Echantillons n° 2 Pontarlier et n° 5 Bonneveaux.

Extraction par NaOH N/10

Dosage $\text{Cr}_2\text{O}_7\text{K}_2$

Pontarlier	MHT	$\overline{\text{MHT}}$	AH	$\overline{\text{AF}}$	AF (diff.)	$\overline{\text{AF}}$ (diff.)
n° 2	7,155) 7,200(7,1775	5,011) 5,095(5,053	2,144) 2,105(2,1245
n° 2 N	7,085) 7,120(7,1025	4,638) 4,702(4,670	2,447) 2,418(2,4325
Bonneveaux						
n° 5	9,708) 9,812(9,760	4,993) 5,002(4,9975	4,715) 4,810(4,7625
n° 5 N	9,406) 9,392(9,399	4,523) 4,478(4,5005	4,883) 4,914(4,8985

N : extraction en milieu Azote.

Résultats en C %_o par rapport au sol de départ.

Tableau 2

Fractionnement extrait HCl par le PVP

Echantillons	Sucres	Polyphténols	Extrait HCl	Σ des fractions
Bonneveaux	0,154	0,052	0,213	0,206
Fontainebleau Bh	0,143	0,187	0,393	0,330
Rendzine	0,123	0,029	0,139	0,152
Fersiallitique	0,210	0,063	0,298	0,275

Analyse effectuée par le Laboratoire de Poitiers.

Tableau 3

Analyse des Sols

	Cations échangeables mé. (Acétate d'Ammonium M pH7 20g/200ml)				CEC mé. 100g Ca ⁺⁺ pH7 T(Ca)pH7	Fe libre % DEB	Fe total %(HCl conc.)	pH eau Electrode KCl (20g/50ml)	
	Ca	Mg	K	Na					
Boigneville limon 1	13,5	1,5	0,69	0,09	17	1,65	3,2	7,8	6,2
Pontarlier humo- calcique 2	34,5	1,5	0,55	0,16	36	6,5	9,10	8,1	6,3
Rendzine 3	30 éch. +CO ₃ Ca	2,5	0,89	0,10	11	0,6	1,5	8,4	7,2
ferralsi- litique 4	28,5	3	0,87	0,31	32	4,6	6,2	8,1	6,6
Bonneveaux gley 5	29,25	3,75	0,25	0,23	39	2,95	4,5	6,8	5,5
Podzol A1 6	0,6	0,15	0,04	0,04	12	0,05	0,20	3,6	2,6
Podzol Bh 7	0,6	0,15	0,04	0,05	38	0,35	0,60	3,6	2,8

Tableau 4

RESULTATS D'ANALYSES CRISTALLOGRAPHIQUES.

Fraction < 2 μ

- Boigneville
Limon No 1 : Horizon Ap de sol brun mésotrophe sur limon.
smectite assez mal cristallisée
illite (type muscovite dioctaédrique)
kaolinite
un peu de quartz.
- Pontarlier
Humo
calcaïque No 2 : Horizon Ap de sol brun calcaïque sur alluvions fluvioglaciales.
interstratifiés probablement vermiculite-chlorite
un peu de smectite
un peu de kaolinite
traces d'illite
un peu d'hématite
traces de goethite.
- Rendzine No 3 : Horizon Ap de rendzine sur craie.
calcite importante
un peu de kaolinite
un peu d'illite
traces de smectite.
- Fersiallitique No 4 : Horizon Al de sol fersiallitique de Montpellier.
kaolinite
interstratifiés vermiculite-chlorite
illite
hématite
un peu de goethite
traces possibles de gibbsite.

Acides Fulviques Libres et Totaux C % de Sol
et Biomasse microbienne.

		Boigneville Limon	Pontarlier Humo- calcique	Podz.A	Podz.Bh	Fersiallitique	Bonneveaux Gley	Rendzine
Méthode Bondy	AFL (PO_4H_3)	0,066	0,48	0,018	0,56	0,77	0,74	0,18
	AF (P+S)	0,22	0,9	0,23	0,99	1,04	2,5	0,29
	AFT	0,286	1,38	0,248	1,55	2,81	3,24	0,47
Méthode IHSS	AFL (HCl)	0,054	0,137		0,368	0,29	0,24	0,17
	AF (S)	0,118	0,439	0,24	1,4	0,51	0,82	0,16
	AFT	0,172	0,576	0,24	1,768	0,80	1,06	0,33
Biomasse Dijon	mg/Kg	180	700 à 900				2400 - 3200	
	mg/g	0,18	0,7 - 0,9				2,4 - 3,2	

- Légende -

AFL (PO_4H_3) (HCl) = Acides Fulviques libres extraits PO_4H_3 ou HCl

AF (P + S) (S) = Acides Fulviques liés extraits Pyro - Soude ou extr. Soude

AFT = Acides Fulviques Totaux

TABEAU 6

OUTLINE OF EXTRACTION PROCEDURES

Bulk Sample



Step 1 Acid Treatment

1 M HCl - Equilibrate to a pH between 1-2, RT, to a final solution, dry soil ratio of 10 ML:1 g. Shake 1 hour.

Step 2 Separate supernatant from residue via settling → save supernatant for XAD-8 isolation
(or centrifugation)

Step 3 Neutralize residue with 1 N NaOH to pH 7.0 and add under N₂ 0.1 M NaOH to a final extractant, soil ratio of 10:1.

Step 4 Extract suspension under N₂ with intermittent shaking for a minimum of 4 hours. Allow alkaline suspension to settle overnight and decant or centrifuge.

Step 5 Acidify supernatant with 6 N HCl with constant stirring to pH 1.0. Let stand for 12-16 hours.

Step 6 Centrifuge to separate humic and → fulvic acid fractions.

Redissolve humic Acid Fraction under N₂ in a minimum volume of 0,1 N KOH

Step 7 Remove suspended solids from humic acid fraction by adding a minimum volume of 0.1 N KOH under N₂. Add KCl to attain 0.3 N [K⁺]. Centrifuge at to remove suspended solids.

Step 8 Reprecipitate humic acid as in step 5. Centrifuge. Discard supernatant.

Step 9 Suspend humic acid precipitate in a 0.1 M HCl:0.3 M HF in a plastic container. Shake overnight at room temperature.

Step 10 Centrifuge and repeat item 9 as necessary to lower the ash content to below 1 percent.

Step 11 Transfer to a Visking dialysis tube. Dialyze against distilled water to a negative Cl⁻ test with AgNO₃.

Step 12 Freeze-dry humic acid.

- Step 13 Pass supernatant from step 2 through column of XAD-8 with a $k'_{0.5R}$ cutoff of 50 (0.15 mL per g of initial sample dry weight at a flow rate of 15 bed volumes per hour). Discard the effluent. Rinse the XAD-8 column containing sorbed fulvic acid with 0.65 column volumes of distilled H_2O .
- Step 14 Back elute XAD-8 column with 1 column volume of 0.1 M NaOH, followed by 2-3 column volumes of distilled H_2O .
- Step 15 Immediately acidify with 6 N HCl to pH 1. Add HF to a final concentration of 0.3 M HF. Solution volume should be sufficient to maintain fulvic acid solubility.
- Step 16 Pass supernatant from step 6 through a column of XAD-8 at a $k'_{0.5R}$ of 7 (1.0 mL per g of initial sample dry weight of sample):
- Step 17 Repeat steps 14 and 15.
- Step 18 Combine the eluates from steps 15 and 17, pass through XAD-8 resin in plastic column (column volume should be 1/5 of sample volume). This yields $k'_{0.5R} \sim 2$. Rinse with 0.65 column volumes of distilled water
- Step 19 Back elute with 1 column volume 0.1 N NaOH followed by 2 column volumes of distilled H_2O . Pass eluate through H-saturated cation exchange resin (Bio-Rad AG-MP-50 (3 x the milliequivalents of Na^+ in solution)
- Step 20 Freeze-dry H^+ saturated fulvic acid.

NOTA : Cette méthode s'inspire, surtout en ce qui concerne les purifications des fractions AF et AH de l'article :

"Préparative Isolation of Aquatic Humic Substances"
by Earl M. THURMAN and Ronald L. MALCOLM
in Environmental Science and Technology - April 1981 - p. 463-466.