Dispersion et étude des fractions fines de sols à allophane des Antilles et d'Amérique Latine

F. COLMET-DAAGE, J. et M. GAUTHEYROU

Centre ORSTOM des Antilles

C. DE KIMPE

Station de Recherches du Ministère de l'Agriculture à Québec - Ste Foy

G. FUSIL

Services Scientifiques Centraux, 93-Bondy - France

1re PARTIE

La dispersion

RÉSUMÉ

On étudie les conditions optima pour obtenir, avec les sols à allophane, une dispersion complète et des suspensions stables de particules fines. Ces conditions ne sont généralement pas les mêmes, dans un même profil, pour les horizons de surface et ceux de profondeur. De grandes différences peuvent être observées entre les sols séchés à l'air et ceux que l'on conserve dans leur humidité naturelle. C'est dans ce dernier cas que l'on arrive, en général, aux meilleurs résultats.

Certains sols ne se dispersent qu'en milieu acide et le pH doit être choisi avec précision. Il n'est pas le même pour chaque sol. Lorsque la mise en suspension est possible, soit en milieu acide, soit en milieu basique, la dispersion est généralement incomplète, les résultats sont moins reproductibles, mais les produits obtenus, soit séparément, soit successivement, ne présentent pourtant que des différences mineures de nature.

ABSTRACT

This study concerns the optimum conditions necessary for a complete dispersion and stable suspensions of fine particles for allophane soils. These conditions are not generally identical for the surface and depth horizons in the same profile. Big differences may be observed between the air-dry soils and soils that have been kept in their natural humidity. In the latter case, one generally, gets the best results.

Some soils disperse only in an acid medium, and the pH must be chosen with preciseness. Each soil has a different pH. When it is possible to obtain a suspension, either in an acid or in a basic medium, the dispersion is generally incomplete and the results are less reproductible. However, the products obtained, either separatily or successivity, show only minor differences in nature.

Cah. ORSTOM, sér. Pédol., vol. X, n° 2, 1972 : 169-191.

PLAN DE LA PREMIÈRE PARTIE : DISPERSION

1. Introduction

2. Techniques de dispersion

2.1. Détermination de l'humidité
2.2. Pertes en cours de manipulation
2.3. Dispersants et schéma de l'analyse
2.4. Prélèvements et extractions

3. Les sols étudiés

4. La dispersion des échantillons de surface

4.1. Dispersion à différentes valeurs de pH en milieu chlorhydrique, ammoniacal, sodique

4.1.1. Sur échantillons séchés à l'air
4.1.2. Sur échantillons conservés humides
4.1.3. Conclusion

4.2. Dispersion par le pyrophosphate ou l'hexamétaphosphate

4.3. Influence des sables magnétiques sur la stabilité des suspensions

4.4. Dissolution des hydroxydes métalliques

4.5. Conclusion

4.5.1. Pour l'analyse granulométrique
4.5.2. Pour les extractions d'argile

5. La dispersion des échantillons de profondeur

5.1. Modifications apportées aux techniques de dispersion

5.1.1. Les dispersants et le pH de dispersion
5.1.2. Destruction de la matière organique
5.1.3. La désaturation en bases
5.1.4. Le traitement aux ultrasons

5.2. Résultats

5.2.1. Cas des sols à allophane fortement hydratés, avec peu ou pas d'argiles cristallines à 7 Å, 14 Å, halloysite et gibbsite
5.2.2. Cas des sols à allophane hydratés avec gibbsite en quantité notable
5.2.3. Cas des sols à allophane hydratés avec gibbsite en quantité notable et argiles
5.2.4. Sols de transition allophane-halloysite
5.2.5. Sols brun-rouille à halloysite

5.3. Conclusion

6. Comparaison des produits extraits d'un même sol par dispersion en milieu acide ou basique

7. Comparaison des produits inférieurs à deux microns extraits successivement d'un même sol par dispersion en milieu acide puis basique ou l'inverse

8. Conclusion

1. INTRODUCTION

La mise en suspension stable et complète des particules fines des sols à allophanes, présente des difficultés ou se révèle souvent impossible par les méthodes usuelles de l'analyse granulométrique.

Ces difficultés tiennent essentiellement à deux causes.

Il y a d'abord la stabilité des agrégats élémentaires dont les pré-traitements au benzène ou les agitations mécaniques ne peuvent venir à bout. L'utilisation des ultra-sons, préconisée par les chercheurs japonais, permet maintenant une bonne fragmentation des agrégats.

Il y a aussi le choix de l'agent dispersant, la concentration requise. Les résultats peuvent être fort différents suivant la nature des constituants des sols et leur degré d'évolution vers les minéraux argileux, l'importance de la matière organique. Le comportement des niveaux de surface ou de profondeur n'est pas nécessairement le même.

Pour avoir une meilleure connaissance des produits allophaniques et des substances qui leur sont associées, ainsi que la composition des mélanges, il a paru utile de distinguer plusieurs classes de particules suivant leurs dimensions dans l'inférieur à 2 microns. Il est plus aisé ainsi de mettre en évidence la fraction amorphe, les argiles à 7 et 14 Å, l'halloysite, les hydroxydes de fer et d'alumine et un certain nombre d'autres minéraux fréquemment rencontrés, d'héritage ou de néoformation. La finesse et la perméabilité des cendres volcaniques permettent en effet l'apparition rapide et en quantités importantes de substances de néoformation dans des sols pourtant encore jeunes et riches en particules primaires. L'observation et l'analyse de ces substances néoformées sont souvent gênées ou faussées par la persistance dans la fraction inférieure à 2 microns de très fines particules primaires : feldspaths, amphiboles, pyroxènes, quartz, zéolithes, cristobalite... Il importe de s'en séparer autant que possible. La présence de telles particules primaires a maintes fois été signalée par les chercheurs japonais. Pour ceux de Nouvelle-Zélande, les particules primaires les plus altérées, quoique encore identifiables, auraient déjà certaines des propriétés de l'allophane. SIEFFERMANN (1) a bien mis en évidence, sur de nombreux échantillons des Antilles, la présence en quantités souvent importantes de tests de diatomées ou d'esquilles de verres.

(1) Communication personnelle.

La première partie de cet article sera consacrée aux problèmes de la dispersion proprement dite.

Dans la deuxième partie on étudiera les variations de la nature des produits dispersés, fractionnés en différentes classes suivant la taille des particules dans l'inférieur à deux microns.

2. TECHNIQUES DE DISPERSION

2.1. Détermination de l'humidité

L'absorption de l'eau par les sols à allophanes est considérable et peut dépasser dans certains cas, 100 à 200 d'eau pour 100 g de sol séché à 105°.

Bien qu'une large partie de cette eau soit irréversiblement perdue par dessiccation à l'air à température ordinaire, l'humidité du sol séché durant plusieurs semaines est encore importante. Cette eau hygroscopique, dans les conditions de climat humide des Antilles, atteint fréquemment 20 à 30 % du sol séché à l'étuve ou davantage.

Pour être comparables entre eux, les résultats de l'analyse granulométrique doivent donc être rapportés à une base fixe, c'est-à-dire le sol séché à l'étuve à 100°. C'est précisément à une température un peu supérieure (130 à 170°) que l'analyse thermique différentielle révèle un départ d'eau, donnant un très important crochet endothermique. L'analyse thermopondérale montre également que la perte d'eau d'environ 30 %, jusqu'à 800°, est surtout importante au début du chauffage.

Il a donc paru nécessaire de s'assurer de la constance de la mesure d'humidité à 100°. Arrive-t-on, à cette température, à un certain palier bien défini et stable et au bout de combien de temps ?

L'essai a été réalisé sur des échantillons humides et séchés à l'air, en déterminant au début l'humidité toutes les heures, puis toutes les 24 heures. Les courbes indiquant la perte d'eau en fonction du temps, sont portées sur la figure 1. On constate qu'après huit heures de dessiccation en étuve à ventilation, à une température de 100°, avec une approximation de $\pm 5°$, le poids de l'échantillon peut être considéré comme stable.

2.2. Pertes de produits solides en cours de manipulation

Ces pertes peuvent surtout se produire lors des lavages sur filtre qui suivent la désaturation du sol

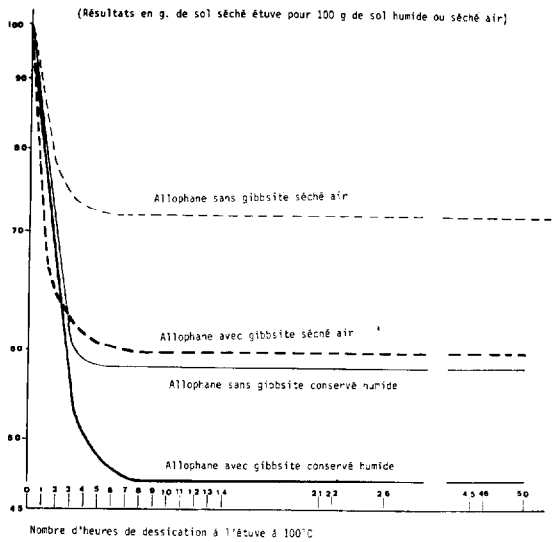

FIG. 1. — Perte en eau en fonction du temps de séchage à l'étuve à 100 °C.

en bases à l'acide chlorhydrique dilué, lorsque cette opération s'avère nécessaire. L'argile semble s'incruster légèrement dans les pores du papier comme en témoigne la coloration de celui-ci, après entraînement à la pissette.

Cette incrustation de l'argile est accentuée par la dispersion possible et fréquente en milieu acide. Le pH favorable à la mise en suspension, peut, en effet, être atteint à un moment donné du lavage à l'eau sur filtre, lors de l'élimination de la solution chlorhydrique diluée, utilisée pour la désaturation en base.

L'étude a porté sur des répétitions de deux échantillons avec et sans gibbsite. Exprimée en g pour 100 g de sol séché à 100°, cette perte est faible, de l'ordre de 0,08 à 0,09 %.

2.3. Dispersants utilisés et schéma de l'analyse

Tous les sols dans leur humidité naturelle ou préalablement séchés à l'air, ont été traités par l'eau oxygénée à 130 volumes pour l'élimination de la plus grande partie de la matière organique. Certains ont été mis en présence d'acide chlorhydrique N/10, lorsque la teneur en bases échangeables était notable, pour la désaturation du complexe absorbant. Après lavage à l'eau jusqu'à disparition des chlorures, le sol a été traité trois minutes aux ultra-sons (75 W, 20 000 Hz) avec agitation mécanique par une petite

hélice. Les sables attirables à l'aimant sont ensuite éliminés par trois agitations au barreau aimanté. Séchés et pesés, ces sables seront réincorporés par la suite, aux particules de 20 à 200 μ. On verra, en effet, plus loin que les sables magnétiques peuvent sensiblement perturber la stabilité des suspensions d'argile.

C'est à ce moment que les divers dispersants choisis sont ajoutés et ajustés aux concentrations désirées.

— *L'acide chlorhydrique* est utilisé pour la dispersion en milieu acide et les quantités ajoutées permettent l'obtention de diverses valeurs de pH.

Après désaturation et lavage à l'eau jusqu'à élimination des chlorures, le pH de l'argile désaturée est en général voisin de 3,5 à 3,8. Il est plus élevé, de l'ordre de 5,5 à 6,0, s'il n'y a pas eu désaturation à l'acide après attaque à l'eau oxygénée. Pour obtenir les pH inférieurs, on ajoute, à la burette, quelques gouttes d'acide chlorhydrique de concentration convenable, en agitant à l'aide d'un agitateur mécanique. Il faut 4 à 6 mn pour que le pH se stabilise. On attend ensuite une quinzaine d'heures pour exécuter une nouvelle mesure et on vérifie encore, après prélèvement d'argile, que les variations n'ont pas été trop importantes. En cas de floculation, on fait varier légèrement le pH par des décantations partielles successives du liquide clarifié. Il est alors aussi possible que l'élimination de certaines substances dissoutes, vienne favoriser la dispersion.

— *L'ammoniaque* est utilisée pour l'obtention de diverses valeurs de pH, supérieures à celles de l'argile désaturée, soit généralement de pH 4 à pH 9. On utilise d'abord une trace d'ammoniaque N/10, puis quelques gouttes d'ammoniaque plus diluée. Une nouvelle mesure de pH est effectuée après prélèvement de l'argile, ou une quinzaine d'heures plus tard, pour constater les variations éventuelles survenues durant ce laps de temps.

— La dispersion standard, avec 17 ml d'ammoniaque, de densité 0.92, a été aussi essayée. Le pH est alors voisin de 10.

— *La soude* est employée à raison de 8 ml de soude normale par litre. Le pH est voisin de 11, mais, à défaut d'électrodes de verre au sodium, il n'a pu être déterminé avec précision.

— *Le métaphosphate de sodium*, sous forme de calgon industriel, est utilisé à la dose de 5 g par litre de suspension sans addition de carbonate de sodium. Le pH de la suspension est d'environ 7,5.

— *Le pyrophosphate de sodium* est employé, pour un litre total de suspension, à la dose de 1,5 g par litre. Le pH atteint environ 8 dans la suspension.

2.4. Prélèvements et extractions

Après un nouveau passage de cinq minutes aux ultra-sons, avec agitation mécanique, l'ensemble sol et suspension est transvasé dans une allonge et ajusté à un volume donné.

L'argile et les limons fins sont obtenus par la méthode pipette. Après séparation par décantation successive de la fraction argile, inférieure à 2 μ, puis des limons fins de 2 à 20 μ, les sables et les limons grossiers de 50 à 2 000 μ (avec réintroduction des particules magnétiques préalablement séparées) ont été traités à nouveau cinq minutes aux ultra-sons, pesés et séparés par tamisage.

Au total, les sables auront donc été traités treize minutes aux ultra-sons, afin d'éliminer tous les revêtements d'argiles pouvant exister dans les pores et anfractuosités sinueuses de ces sables, souvent bulleux, d'origine aérienne. Il arrive, en effet, que le dixième traitement des sables aux ultra-sons, donne encore un trouble. S'agit-il d'argile au sens minéralogique ou de très fines particules libérées par attrition des particules primaires plus ou moins altérées, il est encore difficile de le dire. Les travaux de FIELDES (1955) semblent d'ailleurs montrer qu'établir une limite est, en partie, illusoire.

3. LES SOLS ÉTUDIÉS (1)

Il est possible de les classer en plusieurs groupes. On ne reviendra pas en détail sur les propriétés de chacun de ces groupes de sols, dont l'étude a déjà été faite dans de précédents articles (COLMET-DAAGE, GAUTHEYROU, DE KIMPE, SIEFFERMANN *et al.*, 1965 - 1967 - 1969 - 1970). Un tableau résume l'essentiel des résultats concernant les caractéristiques analytiques principales. Les diagrammes de rayons X seront examinés en détail dans les chapitres suivants.

Ces échantillons ont des origines variées : Martinique, Guadeloupe, Equateur, Nicaragua, Costa Rica, ce qui est garant de la représentativité des résultats

(1) Cette partie sol est commune à la première et à la deuxième partie.

obtenus et des extrapolations. Les propriétés sont résumées dans le tableau 1.

3.1. Les sols à allophane fortement hydratés

3.1.1. Sur matériaux cendreux fins

Ils sont caractérisés par une texture fine, pseudo-limoneuse au toucher, onctueuse, savonneuse, bien caractéristique. Le sol humide s'émiette aisément et l'absence de sables grossiers rend l'échantillonnage par tamisage, relativement facile et fidèle. Leur capacité d'absorption pour l'eau est considérable. Les humidités à pF 2,5, déterminées sur échantillons conservés frais, sont voisines des humidités mesurées au champ et peuvent dépasser 100 d'eau pour 100 g de sol séché à 105°, et même parfois 200. L'humidité à pF 4,2 dépasse souvent 60 et parfois 100. Sur échantillon séché à l'air à température ordinaire, la détermination des humidités à pF 2,5 et 4,2 donne des valeurs considérablement plus basses, soulignant ainsi l'irréversibilité de cette déshydratation par simple séchage à l'air. L'humidité du sol en place ne descend pratiquement pas en dessous de la valeur correspondante à pF 4,2, déterminée sur sol conservé humide. La densité apparente est, le plus souvent, comprise entre 0,35 et 0,60. La capacité d'échange de base déterminée en utilisant, sur sol conservé dans son humidité naturelle, la méthode à l'acétate d'ammonium et lavage à l'alcool est très élevée et peut doubler de valeur lorsque le pH de détermination passe de 4 à 9. Elle paraît plus faible lorsque la mesure est effectuée sur l'échantillon séché à l'air.

3.1.2. Avec présence d'un peu d'argiles cristallines

Les propriétés sont sensiblement les mêmes que dans le groupe précédent, mais la présence en quantité modérée de kaolinite ou d'halloysite, contribue à les atténuer. Les limites de ce groupe de sols d'avec le précédent, sont souvent un peu arbitraires.

3.1.3. Sur matériaux grossiers

Développés sous des climats similaires, la taille plus importante des particules primaires cendreuses, voire des graviers ponceux, n'a pas permis une évolution aussi rapide de l'altération dans l'ensemble des horizons. Il s'agit aussi parfois de dépôts plus récents. Quelle qu'en soit la raison, jeunesse ou difficulté de l'altération, on retrouve les propriétés précédemment indiquées, mais sous une forme quelque peu atténuée.

3.1.4. A gibbsite

La gibbsite existe en quantité notable. Il s'agit, en général, de formations plus anciennes, dans lesquelles la présence de kaolinite ou d'halloysite, quoiqu'en faibles quantités, est fréquente.

3.1.5. Formant transition vers les sols a halloysite

La présence de l'halloysite est déjà importante, mais encore peu sensible au toucher sur le terrain. Les sols se distinguent assez bien sur le terrain des sols à allophanes hydratés, par un ensemble de propriétés : aspect, coloration foncée de profondeur, etc...

3.2. Les sols très hydratés à halloysite

3.2.1. Halloysite blanche de profondeur

Dans cette rubrique imprécise, nous avons placé des argiles blanches de profondeur qui, outre une capacité importante pour l'eau et parfois aussi d'échange de base, présentent, aux rayons X, le diagramme caractéristique de l'halloysite. Il s'agit, probablement, d'une forme assez particulière, glomérulaire et sans tubes visibles.

3.2.2. Halloysite aisément soluble

Les sols présentent une forte rétention pour l'eau, avec une capacité de réabsorption importante après séchage à l'air, et une très forte capacité d'échange de base. Situés dans des régions de pluviométrie modérée, la somme des bases échangeables, avec une proportion de magnésium, est beaucoup plus importante que dans les sols à allophane hydratés des régions humides. Les diagrammes de rayons X et dans l'infrarouge, s'apparentent à ceux de l'halloysite à 10 Å. Le microscope électronique montre des tubes renflés et des glomérules.

3.2.3. Les sols brun-rouille argileux a halloysite (sols bruns eutrophes)

Ce sont, en fait, des sols dont l'évolution ferrallitique est encore peu poussée. L'halloysite domine en général, mais la proportion de substances amorphes allophaniques n'est, sans doute, pas négligeable, au moins dans certains sols. La goethite commence à s'individualiser. La teneur en argile peut atteindre 60 %.

TABLEAU 1

Déterminations analytiques sur les sols étudiés

Types de sols	Ech.	Prof. (cm)	Pluv. annuel (m)	Altit. (m)	Dens. appar.	Eau natur.	Mesures du pF				Cations échang. mé %	Capacité d'échange de cations mé %				pH		Azote total (%)	Mode de dispersion
							s/sol frais		s/sol sec			sol conservé humide			sol séché air				
							2,5	4,2	2,5	4,2		pH4	pH7	pH9	pH7	eau	KCl		
Sols à allophane très hydratés	CR 10	50-100	4	1 600		175	207	143	83	42	0,5	37	77	89	56	5,4	5,6	0,19	HCl
	SM 26*d*	130	3	400	0,36	100	100	47	50	23		23	45	62	35	6,3	5,8	0,15	HCl
	M 188*b*	50-80	4,5	700	0,29	250	223	131		33	1,8	31	57	62	34	4,4	4,8		HCl
Sols à allophane avec un peu d'halloysite	MR 144*b*	50-60	4	450	0,9		104	40		16	1,6	12	24	28	22	5,6	5,5	0,27	HCl
	SM 53	400	4,5	400		180	188	115		35	1,6	39	68			5,4	5,3	0,12	HCl
Sols à allophane sur cendres grossières	MR 145*a*	0-20	4	320	0,8	80	35	17			4,7	6	13	17	12			0,29	HCl
	MR 145*b*	50-60	4	320	0,7		69	45			2,4	11	25	27	17			0,28	
Sols à allophane avec gibbsite	SM 51*b*	50-60	3	310	0,35	150	126			23	1,7	27	50	54	36	5,5	5,4		HCl
	CR 6*b*	70	3	1 200	0,36	218	241	177	54	33	1	37	84	91	41	5,1	5,5	0,19	HCl
Sols à halloysite très hydratés	SM 52*b*	50-60	2,5	210	0,7		66	46	42	28	4,6	18	34	37	28	5,6	5,1	0,18	NH_4OH
	N 93*c*	70-90		500	0,58	102		72				64	79	81	73	6,6	5,7	0,30	NH_4OH
	CR 9	400	4	1 400		118	110	69	71	45	25	19	29	41	26	5,0	4,1	0,08	NH_4OH
Sols brun-rouille à halloysite (eutrophes)	SM 11*b*	50	2	160	0,99	57	60	54	52	37	15	29	35	41	31	5,9	5,1	0,04	NH_4OH
	CR 13*c*	90	1,5	1 100		49	60		60	35	10	22	27	29	séché	5,7	5,5	0,07	NH_4OH
	E 102*b*	40	2,2	50		47	51	33	45	23	12,3	19	31	34	air	6,1		0,22	NH_4OH
Ferrisols et sols ferrallitiques	L 415*b*	30	3	150	0,95				42	30	1,4	10	16	18		5,0	4,3	0,16	NH_4OH
	L 201	70	2,5	60	1,17	50					6,0	14	17	19	séché	5,2	4,8	0,06	NH_4OH
	L 204	40	3	190	1,04				34	29	5,4	22	26	27	air	5,3	4,7	0,11	NH_4OH
	CR 14*b*	200	1	100		38			58	30	7,0	19	23	24		6,0	5,2	0,07	NH_4OH

3.2.4. LES SOLS FERRALLITIQUES ET LES FERRISOLS

On a trouvé intéressant, à titre de comparaison, de faire figurer quelques sols fréquemment rencontrés en régions tropicales. Les résultats concernant des vertisols, des sols rouges montmorillonitiques, etc. feront l'objet d'un autre article.

On est parti, soit du sol entier inférieur à 2 mm, soit de l'argile inférieure à 2 μ extraite par sédimentation et centrifugation.

4. DISPERSION DES ÉCHANTILLONS DE SURFACE RICHES EN MATIÈRES ORGANIQUES FRAICHES

Les résultats peuvent différer fortement s'il s'agit de niveaux de surface riches en matières organiques fraîches ou de niveaux de profondeur. Bien que de coloration souvent très claire, les niveaux de profondeur peuvent renfermer pourtant, des teneurs appréciables en matières organiques (2 à 3 %). Pour ces niveaux de surface dont la connaissance de la teneur en argile intéresse tout particulièrement les agronomes, on a choisi un sol à allophane sans gibbsite AS, et un autre plus évolué, plus ancien, avec gibbsite GS (1). La dispersion a été effectuée, soit sur sol conservé dans son humidité naturelle, soit sur sol préalablement séché à l'air à température ordinaire.

4.1. Dispersion à différentes valeurs de pH en milieu chlorhydrique, ammoniacal ou sodique

Après désaturation par l'acide chlorhydrique et lavage à l'eau jusqu'à élimination des chlorures, le pH des argiles désaturées, déterminé dans le rapport sol-eau d'environ 1/50 est de 3,8 pour l'échantillon AS sans gibbsite et de 3,5 à 3,7 pour l'échantillon GS avec gibbsite. Pour obtenir les pH de : 2,0 - 2,5 - 3,0 - 3,5, on ajoute à la burette de l'acide chlorhydrique dilué. Pour avoir les pH : 4,0 - 5,0 - 6,0 - 7,0 - 8,0 - 9,0, on ajoute de l'ammoniaque. En cas de floculation, on effectue des décantations partielles répétées, qui permettent, parfois, d'aboutir à une certaine mise en suspension.

Les résultats sont indiqués dans le tableau 1 et résumés par les courbes de la figure 2. On constate immédiatement les faits suivants :

4.1.1. SUR ÉCHANTILLONS SÉCHÉS A L'AIR (Humidité du sol AS = 38, et GS = 44, exprimée en eau pour cent de sol séché 100 °C).

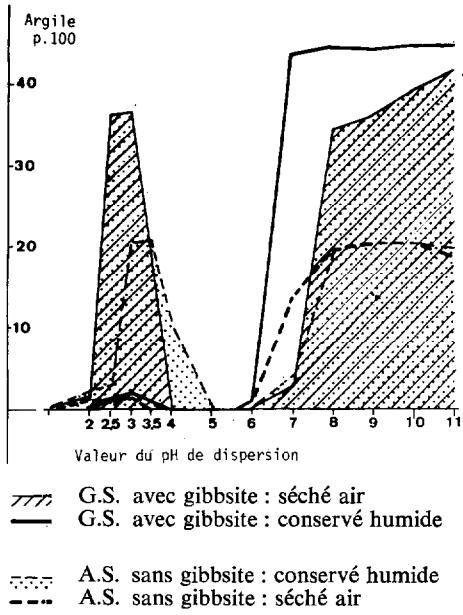

FIG. 2. — Argile dispersée à divers pH - Echantillons de surface

Il existe deux seuils très nets de dispersion, l'un en milieu acide autour de pH 3, l'autre en milieu basique au-delà de pH 7.

La dispersion de l'*échantillon AS sans gibbsite*, serait sensiblement identique à pH 3, pH 3,5 et pH 9 (la teneur en argile inférieure à 2 μ oscille entre 20,4 et 20,7 % de sol). Le pH 10 correspond à la dispersion standard à l'ammoniaque (17 ml ammoniaque densité 0,92) et le pH 11 à la soude. Les teneurs en argile à ces deux valeurs de pH sont très voisines des précédentes (20,7 - 19,9), légèrement plus faibles avec la soude.

La dispersion de l'*échantillon GS riche en gibbsite* est très similaire. Elle commence en milieu acide à un pH légèrement plus bas : 2,5 au lieu de 3, et la floculation se produit à nouveau plus tôt. En milieu basique, à la différence de l'échantillon précédent sans gibbsite, la dispersion s'améliore avec des pH plus élevés. La teneur en argile passe de 34,8 à pH 8, à 36,5 à pH 9, 39,6 avec la dispersion standard à l'ammoniaque et 42,10 avec la soude. La plupart des sols riches en gibbsite se dispersent d'ailleurs bien avec la soude.

4.1.2. SUR ÉCHANTILLONS CONSERVÉS DANS LEUR HUMIDITÉ NATURELLE

L'humidité des échantillons atteint 76 pour l'échantillon sans gibbsite AS et 118 pour celui avec gibbsite

(1) AS = Matouba, GS = Neufchâteau en Guadeloupe.

GS exprimée en eau pour cent de sol séché 100 °C, au lieu, respectivement, de 38 et 44 pour les échantillons séchés à l'air. Le tableau 2 et la figure 2 montrent combien les résultats sont différents. Ils sont exprimés sur la même base du sol séché à l'étuve à 100°.

En milieu acide, la dispersion est insignifiante, à peine 2 % d'argile entre pH 2 et pH 3. Pour les valeurs de pH plus élevées, elle se produit par contre, nettement plus tôt que sur échantillons séchés à l'air. Déjà appréciable à pH 7, pour l'échantillon sans gibbsite, elle est presque totale pour l'échantillon avec gibbsite. Le maximum de dispersion est atteint vers pH 8 à 10 pour l'échantillon sans gibbsite et la teneur en argile est alors pratiquement identique à celle obtenue sur sol séché à l'air. On constate également une très légère diminution du pourcentage d'argile par dispersion avec la soude.

Pour l'échantillon avec gibbsite, le maximum de dispersion est atteint entre pH 8 et pH 11, mais les teneurs en argiles obtenues, sont nettement supérieures à celles trouvées en opérant sur sol séché à l'air, bien que l'écart s'atténue avec les fortes valeurs du pH.

4.1.3. Conclusion

Les conditions de la dispersion et des quantités d'argiles trouvées, peuvent donc être fort différentes, suivant que l'on opère sur des échantillons provenant de niveaux de surface, séchés au préalable à l'air ou maintenus dans leur humidité naturelle.

Les résultats indiquent, de façon très claire, que la dispersion en milieu basique est préférable et aussi plus aisée qu'en milieu acide. L'ajustage du pH dans les basses valeurs est, en effet, très délicat et sujet à des variations dans le temps. Dans le cas des sols riches en gibbsite, les quantités d'argiles obtenues, sont enfin nettement plus élevées en milieu basique qu'en milieu acide. Si on opère la dispersion à partir d'échantillons séchés à l'air, séchage d'ailleurs modéré puisque les humidités restent relativement importantes, on a donc la possibilité d'extraire l'argile, soit en milieu acide, soit en milieu basique. Quelques sols bauxitiques permettent seuls une alternative analogue.

Le choix du pH de dispersion peut alors être guidé par certaines considérations telles qu'éviter la dissolution de composés organiques, aisément solubles en milieu basique, ou d'éléments métalliques comme le fer et l'alumine, en milieu acide. On peut aussi vouloir disposer d'échantillons d'argile désaturés en bases, pour des études ultérieures.

4.2. Dispersion par le pyrophosphate et l'hexamétaphosphate

Le pyrophosphate de sodium, aux doses précédemment indiquées, assure dans tous les cas, une dispersion au moins égale et souvent un peu supérieure à celle que l'on obtient avec l'acide chlorhydrique, l'ammoniaque ou la soude. Le pH de la suspension est voisin de 8. L'hexamétaphosphate de sodium, par contre, donne des résultats d'argile nettement inférieurs, en particulier pour l'échantillon AS sans gibbsite, et ne semble donc pouvoir convenir. Le tableau 2 indique les teneurs en argile ainsi obtenues et les compare au maximum obtenu par d'autres méthodes.

Tableau 2

Comparaison des teneurs en argile par dispersion au pyrophosphate, avec le maximum obtenu par d'autres méthodes

Sol		Dispersion maximum		Argile en % par dispersion au	
		à pH	argile en %	Pyrophosphate de Na	Hexamétaphosphate
Sans gibbsite AS	Conservé humide	9 à 10	20,2	19,8	11,9
	Séché air	3,5 à 10	20,6	22,6	11,1
	Séché 100°	—	—	20,5	—
Avec gibbsite GS	Conservé humide	10 et 11	45,3	46,4	33,7
	Séché air	11 soude	42,1	46,6	29,0
	Séché 100°	—	—	43,2	—

Si on essaie la dispersion au pyrophosphate de sodium sur des échantillons séchés à 100° à l'étuve, la somme de l'argile et du limon fin est identique à celle que l'on obtient en partant d'échantillons séchés à l'air, à température ordinaire. Il y a, cependant, une faible diminution de la teneur en argile, au dépens du limon fin (tableau 3).

En conclusion, c'est la dispersion classique au pyrophosphate qui semble donner les meilleurs résul-

TABLEAU 3

Comparaison des résultats de la dispersion au pyrophosphate sur échantillons séchés à l'air ou à l'étuve à 100°

	Echantillon sans gibbsite			Echantillon avec gibbsite		
	Argile < 2 µ	Limon 2-20 µ	Argile + Limon	Argile < 2 µ	Limon 2-20 µ	Argile + Limon
Séché air	22,6	18,5	41,1	46,6	21,3	67,9
Séché 100°	20,5	20,5	41,0	43,2	24,6	67,8

tats pour les niveaux de surface des sols à allophanes avec ou sans gibbsite.

4.3. Influence des sables attirables à l'aimant sur la stabilité de la suspension et la fidélité des analyses granulométriques

Les sables attirables à l'aimant ont été éliminés avant la mise en suspension et les résultats précédemment indiqués sont obtenus en leur absence. Ils résultent de la moyenne de trois analyses distinctes, bien concordantes. Lorsque ces sables ne sont pas retirés, la stabilité de la suspension paraît fort irrégulière, sans que, d'ailleurs, l'on en connaisse les raisons exactes. Les taux d'argile obtenus pour un traitement identique, appliqué au même échantillon en plusieurs répétitions, sont alors fort variables. Les résultats ne sont pas fidèles, ni reproductibles. Dans une même série, la dispersion peut être maximum, nulle ou très incomplète.

Les sables attirables à l'aimant ont donc été systématiquement éliminés avant la mise en suspension, bien qu'on ignore encore les causes réelles de leur action sur la stabilité des suspensions argileuses.

4.4. Dissolution des hydroxydes métalliques

Avec des substances aussi fragiles et aussi aisément dissoutes par les acides ou les bases que les allophanes (COLMET-DAAGE, GAUTHEYROU, SEGALEN - 1972) le fer, l'alumine, le manganèse, voire la silice, sont susceptibles de passer en solution. Ces substances dissoutes peuvent avoir une influence sur la stabilité de la suspension.

Il est, de fait, très fréquent que, par simple siphonnage du liquide clair décanté au-dessus du floculat d'argile et par son remplacement par de l'eau pure, une dispersion meilleure, ou même parfaite, puisse être obtenue. Outre un meilleur ajustement probable du pH, il est possible qu'on ait éliminé quelque chose qui nuisait à la stabilité de la suspension.

Le poids des substances totales ainsi solubilisées au cours de la désaturation par l'acide chlorhydrique, a été déterminé sur le sol AS, sans gibbsite, par précipitation et séchage. Exprimé en pour cent de sol séché à 100 °C, il atteint 6 % lorsqu'on part du sol séché à l'air, mais semble-t-il, 4 % seulement, lorsqu'on part du sol conservé dans son humidité naturelle. L'alumine paraît très largement dominer.

Plus que la désaturation en bases, généralement peu utile d'ailleurs, avec les échantillons fortement allophaniques et désaturés des régions pluvieuses, est-ce la mise en solution et l'élimination de la fraction des hydroxydes la plus aisément soluble qui facilitent ainsi la dispersion ? Des études plus détaillées seraient à entreprendre.

4.5. Conclusion

Il est possible de tirer de ces essais les conclusions suivantes :

1. *Pour l'analyse granulométrique de série* des échantillons allophaniques de surface, avec ou sans gibbsite :

(*a*) On peut hésiter entre partir d'échantillons séchés à l'air ou conservés dans leur humidité naturelle. Sur échantillons maintenus humides, la dispersion est cependant bien meilleure en milieu basique. Lorsqu'il s'agit de sols jeunes sans gibbsite, encore riches en sables et graviers ponceux, il semble qu'on ait intérêt à partir de l'échantillon séché à l'air. En effet, l'obtention d'un échantillon homogène représentatif par tamisage, est beaucoup plus facile et l'élimination des graviers ponceux plus aisée. L'humidité de l'échantillon est plus constante, plus précise à déterminer, plus stable aussi au cours des diverses opérations de préparation et de pesée. Les corrections à apporter aux résultats exprimés en sols séchés à l'étuve à 100°, sont bien moins importantes et en même temps plus sûres.

(*b*) Le pyrophosphate de sodium donne presque systématiquement les meilleurs résultats, qu'il s'agisse des échantillons séchés à l'air ou conservés dans leur humidité naturelle. Il semble donc préférable de s'adresser à ce réactif.

(*c*) La soude donne aussi de très bons résultats avec les sols riches en gibbsite, mais ne semble pas à conseiller pour les sols sans gibbsite. Il est possible qu'il y ait une surcharge due à une certaine dissolution de la gibbsite des limons et sables fins.

(*d*) L'hexamétaphosphate de sodium est, dans tous les cas, à rejeter.

2. *Pour l'extraction des argiles en vue d'études ultérieures* :

(*a*) L'emploi du pyrophosphate ne peut être envisagé lorsqu'il s'agit d'effectuer sur les argiles certaines déterminations physiques ou chimiques. L'emploi de la soude peut aussi être une source de difficultés, car par la suite l'élimination par lavage de l'excès est rendu difficile par la dispersion de l'argile. La méthode classique à l'ammoniaque, par contre, ne présente pas cet inconvénient et semble la mieux indiquée, que l'on parte de sols séchés à l'air ou maintenus dans leur humidité naturelle. Avec les sols riches en gibbsite, on risque cependant, une dispersion moins complète. Il est possible d'opérer avec des concentrations d'ailleurs nettement plus faibles que celles indiquées pour la méthode classique et de se limiter à des pH de la suspension, voisins de 8.

(*b*) Si l'on craint une solubilisation des substances organiques résiduelles, ou que l'on désire une argile H ou AlH il est possible d'opérer en milieu acide, mais la technique de la dispersion est beaucoup plus délicate et l'ajustage du pH difficile et long à réaliser. La valeur optimale du pH peut varier sensiblement autour de pH 3, suivant les échantillons. A s'en tenir à une seule valeur fixe de pH, on risque des mises en suspension souvent incomplètes.

5. DISPERSION DES ÉCHANTILLONS DE PROFONDEUR

La dispersion des échantillons de surface, riches en matières organiques fraîches, intéresse davantage l'agronome ; celle des échantillons de profondeur, préoccupe aussi bien le pédologue que l'agronome.

5.1. Modifications apportées à la technique de dispersion

5.1.1. Les dispersants et les pH de dispersion

Tenant compte de nombreuses observations et de résultats antérieurs, le schéma de l'étude a été simplifié. On n'a, en particulier, retenu en milieu acide que deux valeurs de pH pour la dispersion : pH 3 et pH 4, ou un pH intermédiaire : pH 3,2. En cas d'insuccès dans la mise en suspension, l'adjonction très légère d'acide, permet de descendre jusqu'au voisinage de pH 2. Par siphonnages successifs du liquide surnageant clair et décanté, et son remplacement par de l'eau, on élève très progressivement le pH jusqu'à 4 ou au-delà. Il est ainsi possible de voir si des modifications légères, mais sensibles, de pH, avec élimination vraisemblable de substances dissoutes gênantes, peuvent améliorer la mise en suspension.

En milieu alcalin, on utilise les méthodes standard à l'ammoniaque (17 ml d'ammoniaque de d : 0,92 pour un litre), avec un pH voisin de 10. La soude, à raison de 8 ml de solution normale pour un litre, donne un pH sensiblement égal à 11. Le pyrophosphate a été essayé ; par contre l'hexamétaphosphate, dont les résultats sur les échantillons de surface étaient systématiquement trop faibles, n'a pas été retenu.

5.1.2. Destruction de la matière organique a l'eau oxygénée

Bien qu'il s'agisse d'échantillons de profondeur, les teneurs en matière organique sont loin d'être négligeables. La coloration beige ou jaune très clair du sol dans son humidité naturelle, permet de penser qu'il s'agit de formes de matière organique évoluées, plus ou moins liées aux substances minérales.

L'analyse thermique différentielle met fréquemment en évidence la présence de matière organique résistante à la destruction à l'eau oxygénée. Il a donc été jugé utile de connaître le carbone non détruit après l'attaque à l'eau oxygénée à 130 volumes sur sol frais, à froid durant 20 h, puis en chauffant 1 h à 80° et en reprenant encore trois fois par l'eau oxygénée durant 1 h à 80°, et de comparer les résultats obtenus avec ceux d'autres techniques classiquement utilisées, telles que l'eau oxygénée à 20 volumes, employée dans les mêmes conditions, l'eau oxygénée à 20 et 130 volumes à l'ébullition, sans contact à froid préalable, l'attaque à l'hypochlorite de sodium à pH 9,5. On est parti, soit du sol conservé dans son humidité naturelle, soit du sol séché à 80 °C. La forte teneur en eau des sols à allophanes, peut entraîner, en effet, une certaine dilution des réactifs d'attaque.

Les résultats des tableaux 4, 5, 6 concernent plusieurs sols à allophanes (niveaux de surface et de profondeur), l'un d'entre eux renfermant une proportion notable d'halloysite. L'attaque à l'eau oxygé-

TABLEAU 4

Comparaison du contenu initial du sol en carbone et du carbone résiduel après diverses attaques sur sols frais ou secs (Résultats exprimés en C p. 100 de sol séché étuve à 100 °C)

Echantillons	Prof. (cm)	C/N	C (%)	Attaque à l'eau oxygénée								Attaque ClONa		Eau de sol p. 100 sol séché 105 °C	
				A froid 20 h, puis à 80 °C				A l'ébullition							
				20 vol		130 vol		20 vol		130 vol					
				Frais C %	Sec C %	Frais C %	Sec C %	Frais	Sec	Frais	Sec	Frais	Sec	Cons. hum.	Séché 80°
S 58 *a*	0-20	11,0	8,50	4,54	1,78	1,45	0,48	1,78	0,16	1,20	0,09	5,45	3,61	124	5
S 58 *b*	140	10,1	2,67	1,88	0,74	0,58	0,37	1,39	0,46	0,84	0,39	1,59	1,21	225	9
SM 26 *d*	140	10,0	1,11	0,30	0,28	0,06	0,07	0,20	0,07	0,04	0,02	0,32	0,16	97	11
MR 144 *a* ...	0-20	8,3	3,90	1,04	0,59	0,08	0,12	0,59	0,29		0,08	0,86	1,30	41	2
MR 144 *b* ...	40	7,0	2,50	0,64	0,26	0,00	0,06	0,25	0,16	0,00	0,07	0,35	0,63	107	5
SM 52 *a*	0-20	7,4	2,32	0,51	0,49	0,13	0,16	0,27	0,42	0,38	0,17	0,37	0,19	51	6
SM 52 *b*	50	8,5	0,80	0,47	0,54	0,15	0,16	0,39	0,19	0,07	0,00	0,23	0,00	68	7

TABLEAU 5

Pourcentage de carbone restant dans le sol par rapport au carbone initial du sol après les attaques à l'eau oxygénée ou l'hypochlorite de sodium

Echantillons		C Initial	Attaque à l'eau oxygénée								Attaque ClONa	
			A froid 1 nuit, puis 80°				A l'ébullition					
			20 vol		130 vol		20 vol		130 vol			
			Frais	Sec	Frais	Sec	Frais	Sec	Frais	Sec	Frais	Sec
S 58 *a*	Surf.	100	53	21	17	6	21	2	14	10	65	43
S 58 *b*	Prof.	100	70	28	22	14	53	17	31	15	60	46
SM 26 *d*	Prof.	100	27	25	5	6	18	6	4	2	28	14
MR 144 *a*	Surf.	100	27	15	2	3	15	7		2	22	33
MR 144 *b*	Prof.	100	26	10	0	2	10	6	0	3	14	25
SM 52 *a*	Surf.	100	21	21	6	7	12	18	16	7	15	8
SM 52 *b*	Prof.	100	59	68	19	2	50	23	9	0	29	0

TABLEAU 6

Pourcentage du carbone contenu dans les filtrats d'attaques par rapport au carbone initial du sol

Echantillons		C Initial	Attaque à l'eau oxygénée								Attaque ClONa	
			A froid 20 h, puis à 80°				A l'ébullition					
			20 vol		130 vol		20 vol		130 vol			
			Frais	Sec	Frais	Sec	Frais	Sec	Frais	Sec	Frais	Sec
S 58 *a*	Surf.	100	2	3	3	2	3	3	1	2	10	7
S 58 *b*	Prof.	100	0	1	0	1	0	1	0	0	30	14
SM 26 *d*	Prof.	100	0	0	0	2	2	0	0	0	32	23
MR 144 *a*	Surf.	100	2	3	0	0	1	4	0	0	7	10
MR 144 *b*	Prof.	100	0	1	3	0	5	1	0	1	20	13
SM 52 *a*	Surf.	100	0	3	2	1	3	6	1	1	19	15
SM 52 *b*	Prof.	100	0	4	4	4	6	8	0	1	62	35

née à 130 volumes à froid, puis à 80 °C, fait disparaître 80 à 100 % du carbone initial du sol. Sur sol séché à 100 C°, la destruction est plus prononcée que sur sol frais. Opérer plus brutalement et plus rapidement, en portant l'eau oxygénée à ébullition, n'apporte pas d'amélioration sensible. Un long contact à froid est même parfois plus efficace. L'eau oxygénée à 20 volumes est nettement trop diluée et, avec certains sols, 30 à 40 % seulement du carbone sont éliminés. L'ébullition en ce cas améliore sensiblement l'oxydation.

L'hypochlorite de sodium est un agent destructeur peu efficace. Il agit d'ailleurs de deux manières pour éliminer le carbone du sol : par oxydation et par dissolution de matières organiques solubles en milieu sodique à pH 9,5. Le tableau 6 montre bien, en effet, la forte proportion du carbone contenue dans les filtrats, alors qu'après les attaques à l'eau oxygénée, ceux-ci renferment fort peu de carbone.

Les filtrats d'attaque à l'eau oxygénée, repris par l'acide chlorhydrique concentré à froid, puis la soude à chaud, ne contiennent que très peu de silice, fer et alumine. La moyenne de quatre déterminations donne ainsi pour l'échantillon : S 58 d : Fe_2O_3 = 0,0014 ; Al_2O_3 = 0,035 ; SiO_2 = 0,05 en g pour 100 g de sol séché à 100 °C. Il n'y a donc pratiquement pas solubilisation de l'allophane par l'eau oxygénée.

L'eau oxygénée à froid à 130 volumes, durant 20 h, sur sol frais, suivie de trois reprises à 80 °C, détruit donc 80 à 100 % du carbone initial du sol, sans provoquer de dissolution sensible des produits allophaniques.

5.1.3. LA DÉSATURATION EN CATIONS

La plupart des sols à allophane étudiés sont situés dans des régions très humides et les horizons de profondeur ne renferment que très peu de cations échangeables, nettement moins en général que les horizons de surface. La désaturation par l'acide chlorhydrique ne paraît donc pas une nécessité et peut être évitée. On ne risque pas ainsi des entraînements incontrôlés, par dissolution, de fer et d'alumine.

La tendance de ces sols à se disperser en milieu acide, gène d'ailleurs considérablement les opérations de lavage à l'eau pour l'élimination de l'acide jusqu'à disparition des chlorures, contrôlée au nitrate d'argent. La suspension se trouble et la filtration est difficile. Les pertes dues à un entraînement d'argile ou de substances dissoutes, peuvent être sensibles, comme l'indique le tableau 6.

TABLEAU 7

Argile extraite après désaturation par l'acide chlorhydrique dilué

Echantillon	Désatur. très ménagée par l'acide ≠ N/200	Désatur. par 250 ml d'acide N/10
M 187 a	31,5	29,7
M 188 a	15,4	11,0
M 191 a	19,0	16,8

Certains échantillons, comme l'indique le tableau 8, se dispersent bien aussi, en milieu acide, qu'ils aient ou non, au préalable, subi un traitement pour l'élimination des cations échangeables.

TABLEAU 8

Dispersion avec ou sans désaturation en cations échangeables

Echantillon	Argile extraite en % sol séché 100 °C		Teneurs en cations échangeables mé p. 100 de sol
	Sans désatur. en bases	Avec désatur. par HCl N/100	
MR 144 a ..	6,1	6,1	2,0
M 180 b ...	22,7	21,4	2,3

D'une manière générale, cependant, la mise en suspension est plus facile et plus complète après désaturation très ménagée par l'acide chlorhydrique dilué N/90 ou N/100, lorsqu'elle est possible sans risque de mise en suspension, que sans aucun traitement.

Opérer directement la mise en suspension après attaque à l'eau oxygénée, peut avoir, en effet, certains inconvénients. Certains résidus ou produits organiques solubilisés, mais incomplètement attaqués, peuvent subsister et causer des perturbations dans les déterminations ultérieures exécutées sur l'argile. Ainsi, dans l'analyse thermique différentielle, des crochets exothermiques imprévus et variables, peuvent apparaître entre 400 et 600°. Pour cette raison, les argiles, après extraction, sont systématiquement reprises à l'eau oxygénée, avant de passer au four.

Il est possible aussi que, réagissant sur le calcium (heureusement généralement très faible) libéré par le sol, l'eau oxygénée ait tendance à former de l'oxalate de calcium (GREENE-KELLY, 1957). Cet oxalate n'est pas éliminé et peut donner ensuite, dans l'examen des argiles à l'analyse thermique différentielle, des crochets endothermiques vers 200 et 770°, avec un pic très marqué exothermique à 470°.

Plusieurs siphonnages et décantations successifs permettent d'éliminer ces substances gênantes, lorsqu'il n'y a pas dispersion spontanée.

5.1.4. LE TRAITEMENT AUX ULTRA-SONS

Avant adjonction du produit dispersant, l'échantillon est traité durant 8 mn aux ultra-sons (70 W, 20 kHz).

On a essayé de voir (tableau 9) l'influence du temps de traitement, en partant d'un échantillon qui renferme, à la fois, des allophanes, de l'halloysite et de la gibbsite. L'augmentation de l'argile est sensible, après une heure, mais malgré tout limitée.

TABLEAU 9

Influence du temps de traitement aux ultra-sons sur un sol de transition allophane/halloysite. renfermant de la gibbsite

	Temps de traitements aux ultra-sons		
	8 mn	30 mn	60 mn
Argile en g p. 100	48,8	46,5	49,6

Le traitement aux ultra-sons entraîne, très probablement, un meilleur nettoyage des sables, une division plus complète des fins agrégats stables de produits colloïdaux, et par là même, la libération d'un peu d'argile.

Pour étudier les phénomènes d'attrition sur les argiles, susceptibles d'être provoqués par le traitement aux ultra-sons, on a choisi un échantillon riche en illite de Colombie et déterminé les teneurs en bases échangeables sans traitement ou avec traitement. Une action énergique des ultra-sons sur l'argile, devrait entraîner l'apparition sous forme échangeable, de potassium fixé, auparavant, en position interne dans les mailles du réseau. On constate (tableau 10) qu'il n'en est rien et qu'un broyage de l'échantillon à 50 μ est plus efficace.

TABLEAU 10

Influence des traitements ultrasons sur la libération de cations d'un sol à illite de Colombie

Traitement	Cations échangeables en mé p. 100			
	K	Na	Ca	Mg
Sol tamisé à 2 mm				
Sans contact préalable	0,06	0,30	14,13	1,43
Avec 20 h de contact	0,06	0,30	14,59	1,48
Sol broyé à 50 µ				
Avec 20 h de contact	0,22	0,59	15,20	2,56
Après traitement avec ultrasons				
Durée de 5 mn ...	0,10	0,34	15,0	1,50
Durée de 10 mn ...	0,10	0,32	14,82	1,43
Durée de 15 mn ...	0,10	0,32	14,52	1,43

TABLEAU 11

Dispersion des échantillons de profondeur maintenus dans leur humidité naturelle

Echantillons	Densité apparente	Eau p. 100 de sol séché étuve 100°	Observations et teneurs en argiles pour différentes valeurs de pH ou dispersants				
			pH 3 ou 3,2	pH 4	pH 10 ammoniaque	pH 11 soude	Pyrophosphate
Sols à Allophane hydrates sans gibbsite ni minéraux argileux							
MR 144 *b*		102	20,4	19,5	Floculé	Floculé	Floculé
MR 145 *b*		66	21,6	20,1	Floculé	Floculé	Floculé
M 188 *b*	0,29	250	45,4	42,5	Floculé	Floculé	Floculé
M 189 *b*		131	52,5	Floculé	Floculé	Floculé	Floculé
SM 53		150	24 inc.	Floculé	Floculé	Floculé	Floculé
Sols à Allophane hydratés avec de la gibbsite							
M 191 *b*	0,34	200	47,8	38,5	Floculé	Floculé	Floculé
SM 3 *c*		130	23,5 inc.		Floculé		
SM 51 *b*	0,55	120	34,7 inc.	40,9	14 inc.	Floculé	Floculé
G.P.		100	Floculé	Floculé	40	Bon	Floculé
Sols à Allophane avec présence de gibbsite et de minéraux argileux à 7 ou 14 Å							
CA 10 *b*		180	36,7		12,1 inc.		
M 187 *b*	0,44	160	38,0		27,5 inc.		
M 180 *b*		376		Trouble	21,4		
Sols avec halloysite							
SM 52 *b*	0,80	53	Floculé	Floculé	44,7	45,6	

TABLEAU 12

Variations du pH au cours de la sédimentation et pouvoir tampon

Echantillons	Valeurs du pH après att. H_2O_2 et lavages	ml d'HCl N nécessaire pour ramener la suspension au		Variation du pH de la suspension après 15 h à partir de		Vol. d'HCl nécessaire après 15 h pour ramener la suspension au	
		pH 4	pH 3	pH 4	pH 3	pH 4	pH 3
Echantillons conservés dans leur humidité naturelle							
MR 144 *b*	6,0	1,05	3,15	+0,42	+0,80	0,4	1,25
MR 145 *b*	6,0	1,35	3,75	+0,42	+0,78	0,45	1,50
M 188 *b*	5,5	1,30	4,15	+0,36	+0,69	0,60	1,65
M 189 *b*	5,8	2,50	7,2	+0,50	+0,71	1,00	2,25
M 191 *b*	5,45	1,50	4,75	+0,42	+0,54	0,65	1,50
SM 51 *b*	5,7	1,45	4,00	+0,34	+0,65	0,45	1,65
SM 52 *b*	5,15	1,15	3,30	+0,32	+0,57	0,45	1,15
Echantillons préalablement séchés à l'air							
MR 144 *b*	5,8	0,75	2,35	+0,50	+0,88	0,45	1,20
MR 145 *b*	5,65	0,75	2,40	+0,53	+0,78	0,40	1,25
M 188 *b*	5,2	1,10	3,10	+0,42	+0,85	0,70	1,70
M 189 *b*	5,6	2,15	4,85	+0,53	+0,80	0,85	1,65
M 191 *b*	5,2	1,35	3,60	+0,40	+0,75	0,65	1,90
SM 51 *b*	5,7	0,80	2,00	+0,55	+0,90	0,40	1,75
SM 52 *b*	5,2	0,85	2,10	+0,46	+0,60	0,35	1,40

N.B. — L'acide chlorhydrique normal a été ajouté goutte à goutte, très lentement, en agitant durant 6 mn environ. Il a été réajusté de la même façon après 15 h de repos avant la mise en suspension définitive pour analyse.

Le pH du Perhydrol Merk stabilisé pour pays tropicaux mesuré à l'électrode de verre est de 5,4.

TABLEAU 13

Comparaison de la dispersion sur sol séché à l'air ou maintenu dans son humidité naturelle (Teneurs en argile 2 μ exprimées en p. 100 de sol séché à 100°)

Echantillons	pH 3		pH 4		Ammoniaque # pH 10		Soude # pH 11		Pyrophosphate		Eau p. 100 sol séché étuve	
	Sol frais	Sol sec	Sol frais	Sol sec	frais	sec	frais	sec	frais	sec	frais	sec
MR 144 *b*	20,4	15,9	19,9	14,5	Floculé		Floculé		Floculé	10,5	102	10
MR 145 *b*	21,6	12,8	20,1	11,6	Floculé		Floculé		Floculé	8,7	66	8
M 188 *b*	51,2	45,4	54,2	42,5	Floculé		Floculé		Floculé		250	36
M 189 *b*	52,5	47,1	Floculé	38,6	Floculé		Floculé		Floculé		130	28
M 191 *b*	47,8	41,2	38,4	36,6	Floculé		Floculé		Floculé		200	29
SM 51 *b*	34,7	20,7	40,9	18,4	13,8	Inc.	Floculé	17,2	Floculé	11,8	120	29
SM 52 *b*	Floculé	6,5	Floculé	Inc.	44,7	27,5	45,6	27,4	46,4	26,0	53	16

TABLEAU 14

Influence des sables attirables à l'aimant sur la dispersion (argile en p. 100 de sol séché étuve 100°, avec ou sans élimination des sables magnétiques)

Echantillons	Sol séché à l'air		Erreur négative (%)	Sol conservé humide		Erreur négative (%)	Importance des sables magnétiques
	sans sables magnétiques	avec sables magnétiques		sans sables magnétiques	avec sables magnétiques		
	à pH 3,0			*à pH 3,0*			
MR 144 *b*	15,9	13,1	−17,8	20,4	19,5	−4,3	**
MR 145 *b*	12,8	12,0	−6,1	21,6	20,4	−5,7	***
M 188 *b*	45,4	32,7	−27,9	51,2	—		*
M 189 *b*	47,1	41,5	−11,8	52,5	45,9	−12,5	***
M 191 *b*	41,2	34,6	−16	47,8	46,9	−1,9	*
SM 51 *b*	20,7	14,9	−2,8	Floculé		—	*****
				à pH 4,0			
M 188 *b*	—	—	—	54,2	47,1	−13	*
SM 51 *b*	—	—	—	40,9	40,8	−0,2	*****
avec halloysite	*avec la soude*			*avec pyrophosphate*			
SM 52 *b*	27,4	22,3	−18,7	46,4	43,8	−5,8	****

5.2. Résultats de la dispersion

Le tableau 11 résume l'ensemble des résultats obtenus sur les échantillons de profondeur séchés à l'air ou conservés dans leur humidité naturelle. Les sols ont été classés en plusieurs catégories.

5.2.1. Les sols a allophane fortement hydratés avec peu ou pas de minéraux argileux à 7 Å, 14 Å ou halloysite et peu de gibbsite

Aucune dispersion n'est, en général, observée en milieu basique, en partant d'échantillons conservés humides ou séchés à l'air, que l'on opère avec l'ammoniaque, la soude ou le pyrophosphate. A noter cependant, une exception avec les deux échantillons d'allophanes les plus récents, les moins évolués, qui se dispersent avec le pyrophosphate, mais uniquement quand ils ont, au préalable, été séchés à l'air. Par contre, tous les échantillons de profondeur se dispersent en milieu acide, aux alentours de pH 3, qu'ils aient été conservés dans leur humidité naturelle ou séchés au préalable à l'air.

A pH 4, la dispersion est encore satisfaisante pour certains échantillons, mais il y a floculation pour d'autres. A noter, d'ailleurs, que le pH varie sensiblement dans le temps et que l'indication d'un pH précis

de dispersion est sujette à caution. Le tableau 12 montre que le pH ajusté, pourtant très lentement, durant environ 6 mn, peut s'élever, après quinze heures de repos, de 3 à 3,6 ou 3,8, ou encore de 4 à 4,5. Les quantités d'acide chlorhydrique normal qu'il faut ajouter pour ramener les pH aux valeurs choisies, ne sont pas négligeables. Le tableau 11 montre que l'effet tampon, peu marqué pour ramener le pH de la suspension initial de 5,5 ou 6 au pH de 4, est beaucoup plus net entre pH 4 et pH 3.

Les teneurs en argile résultant de la dispersion d'échantillons préalablement séchés à l'air, sont, de façon très nette et très systèmatique, bien inférieures à celles obtenues en partant de sols conservés dans leur humidité naturelle. Seuls font exception, avec le pyrophosphate de sodium, les échantillons d'allophane les plus récents et peu évolués.

N.B. L'acide chlorhydrique normal a été ajouté goutte à goutte, très lentement, en agitant durant 6 minutes environ. Le pH a été réajusté de la même façon après 15 h de repos avant la mise en suspension définitive pour analyse.

Le pH du Perhydrol Merk stabilisé pour pays tropicaux mesuré à l'électrode de verre est de 5,4.

Contrairement aux niveaux de surface, il est donc préférable de toujours partir du sol maintenu dans son humidité naturelle (tableau 13).

L'élimination au barreau magnétique, des particules sableuses attirables à l'aimant entraine indépendamment des quantités présentes une modification sensible des résultats, mais moins prononcée, semble t-il, que dans le cas des niveaux de surface. Systématiquement, cependant, les résultats obtenus en laissant les sables magnétiques, sont inférieurs à ceux obtenus aprés leur élimination. Il est vraisemblable que l'action floculante des sables magnétiques est liée à d'autres causes, que leur présence est susceptible d'aggraver ou de réduire. S'agit-il du passage en solution de certains éléments après l'attaque à l'eau oxygénée ou le contact avec des acides dilués ? (tableau 14).

5.2.2. Sols a allophane hydratés avec gibbsite en quantité notable

Les résultats sont beaucoup plus variables et de fortes différences apparaissent selon les sols.

Avec certains échantillons (M 191 *b*, SM 3 *c*) les suspensions stables ne peuvent être obtenues qu'en milieu acide, au voisinage de pH 3 ou 4, que l'on parte du sol séché à l'air ou conservé dans son humidité naturelle.

Avec d'autres échantillons (SM 51 *b*), la dispersion peut avoir lieu en milieu acide et en milieu basique, mais de façon très incomplète. En milieu acide, les meilleurs résultats seraient obtenus en partant des sols conservés dans leur humidité naturelle. Ce serait l'inverse en milieu basique, la dispersion à l'ammoniaque, à la soude ou au pyrophosphate étant possible sur échantillon séché à l'air, quoique très incomplète, avec un optimum avec la soude, mais très difficile à impossible sur les échantillons conservés dans leur humidité naturelle.

Dans quelques cas, enfin, il est très difficile (échantillon G.P avec gibbsite) d'obtenir une moyenne stable en milieu acide, et la soude donne les meilleurs résultats. Lorsque les échantillons peuvent se disperser, de façon très inégale d'ailleurs, soit en milieu acide, soit en milieu basique, il est rare d'observer, dans l'un ou l'autre cas, une mise en suspension complète de l'argile. Une certaine floculation se produit, entraînant l'apparition d'un dépôt au bas de l'allonge à sédimentation.

En conclusion, il paraît difficile de se donner une règle pour la dispersion des sols à allophanes renfermant de la gibbsite.

Il semble qu'avec peu de gibbsite, une dispersion en milieu acide sur sol conservé humide est préférable. En présence de beaucoup de gibbsite, avec généralement aussi un peu d'argile de type kaolinite, la dispersion par la soude sur sol humide peut donner les meilleurs résultats. Une certaine dispersion, mais semble-t-il incomplète, peut être tentée en milieu basique par l'ammoniaque, la soude ou le pyrophosphate de préférence, sur échantillon séché à l'air.

5.2.3. Sols a allophanes renfermant, outre la gibbsite, une proportion notable de minéraux argileux a 7 ou 14 Å

La mise en suspension peut se faire en milieu acide, au voisinage de pH 3, ou en milieu basique avec l'ammoniaque et, probablement aussi, la soude. La dispersion semble, cependant, plus complète en milieu acide.

5.2.4. Sols de transition allophane-halloysite (échantillon SM 52 *b*)

Bien que d'apparence peu argileuse au toucher, et renfermant encore certainement une notable proportion d'allophane, la dispersion en milieu basique, que ce soit avec l'ammoniaque, la soude ou le pyrophosphate, de l'échantillon SM 52 *b*, donne 45 % d'argile

lorsqu'on opère sur échantillon conservé humide. Sur sol séché à l'air, les résultats sont bien inférieurs, mais se tiennent aussi très bien entre eux : 27 % avec l'ammoniaque, la soude ou le pyrophosphate, comme si une fraction constante du sol avait été immobilisée durant la dessiccation à l'air (tableaux 11, 13, 14).

L'élimination des sables attirables à l'aimant, améliore la dispersion, qu'il s'agisse du sol séché à l'air ou conservé humide. En milieu acide, la dispersion est très incomplète et ne s'observerait que sur échantillon séché à l'air.

5.2.5. Les sols brun-rouille

Lorsqu'on passe, dans les régions moins humides, à des sols plus évolués, plus argileux, la dispersion n'est plus possible qu'en milieu basique.

5.3. Conclusion

Il existe donc une opposition très nette entre le comportement des niveaux de surface des sols à allophane qui se dispersent bien en milieu basique et celui des niveaux de profondeur, dont la dispersion n'est, le plus souvent, possible qu'en milieu acide.

Le tableau 15 résume ces propriétés pour des niveaux de surface (de 0 à 30 cm) et de profondeur (50 à 70) appartenant à des mêmes profils de sols. Les déterminations ont été effectuées sur les sols conservés humides, puisque dans presque tous les cas, c'est en partant du sol humide qu'on obtient les meilleurs taux d'argile en suspension, bien que l'ajustage au pH optimum en milieu acide soit délicat et exige, parfois, plusieurs décantations successives.

Cette opposition s'atténue un peu lorsqu'on opère sur échantillons séchés à l'air, par suite d'une amélioration de la dispersion, quoique encore très incomplète d'une part des niveaux de surface en milieu acide, d'autre part de certains niveaux de profondeur en milieu basique. L'opposition entre sol séché à l'air ou conservé humide, s'atténue aussi dès qu'apparaissent en mélange, des substances cristallines.

En présence de la gibbsite, deux seuils de dispersion en milieu acide et basique sont souvent observés, mais une partie seulement de la fraction fine semble demeurer en suspension. Certains sols à allophanes très riches en gibbsite, tout comme certains sols rouges bauxitiques, continuent à se disperser, de préférence en milieu acide, d'autres en milieu basique (ammonium) ou très basique (soude).

En présence de quantités encore très modérées de minéraux argileux à 7 ou 14 Å, deux seuils de dispersion, acide et basique, sont aussi observés. Lorsque la teneur en argile devient importante, le sol séché à l'air ou conservé humide ne se disperse plus qu'en milieu basique, qu'il s'agisse de niveaux de surface ou de profondeur.

Un certain nombre d'orientations générales se dégagent de ces travaux. Le choix de la méthode dépendra des résultats désirés :

— S'il s'agit de déterminer le pourcentage le plus vraisemblable des substances inférieures à deux microns, l'éventail des choix est restreint pour les niveaux de profondeur. Opérer avec plusieurs valeurs de pH autour de 3, semble une nécessité, car les écarts notables dans la dispersion ne peuvent s'observer à l'œil. La détermination est longue et délicate et l'obtention du pH optimum peut exiger plusieurs décantations successives, ayant pour effet, non seulement un meilleur ajustage du pH, mais probablement aussi, l'élimination de substances non déterminées qui tendent à faire floculer la suspension. Eliminer les sables à l'aimant semble prudent dans tous les cas.

Opérer sur échantillons conservés dans leur humidité naturelle est théoriquement préférable. Pratiquement, il n'est pas toujours possible de tamiser des échantillons humides pour obtenir une homogénéité suffisante. En utilisant des tamis à grosses mailles, la présence de graviers ponceux ou de débris végétaux, provoque de sérieuses erreurs. Les corrections dues à l'humidité sont, enfin, extrêmement importantes, dans le cas de fortes teneurs en eau et enlèvent de la précision aux résultats.

Dans le cas de sols jeunes, très riches en graviers ponceux, et très difficiles à échantillonner correctement à l'état humide, il sera possible de tenter la dispersion par le pyrophosphate de l'échantillon préalablement séché à l'air, tamisé et donc plus représentatif.

S'il s'agit d'extraire les substances fines colloïdales, le choix de la méthode est guidé par le souci d'obtenir le produit le plus représentatif, en évitant l'apport de substances gênantes, pouvant difficilement être éliminées par la suite. Suivant les déterminations ultérieures envisagées, il faudra, soit éviter ou non toute dessiccation, soit veiller ou non à l'élimination de certaines substances susceptibles de passer en solution, comme l'alumine, etc. Les produits obtenus par ces diverses méthodes, sont-ils alors identiques ou différents ? Le chapitre suivant apportera une réponse partielle.

TABLEAU 15

Comparaison de la dispersion des niveaux de surface et de profondeur de mêmes profils
(La dispersion est dans tous les cas maximum sur sol humide)

	Profils	Niveau de surface		Niveau de profondeur	
		Dispersion		Dispersion	
		Acide	Basique	Acide	Basique
Sols à allophane sans gibbsite et sans minéraux argileux	MR 144	0	Bon	Bon	0
	MR 145	0	Incomplet	Bon	0
	M 188	0	Bon	Bon	0
	M 187 *a*	0	Bon	Incomplet	Incomplet
Sols à allophane avec gibbsite	M 191	0	Incomplet	Incomplet	0
	SM 51	Incomplet	Incomplet	Incomplet	Incomplet
Sols de transition allophane/halloysite	SM 52	0	Bon	Incomplet	Bon
Sols brun-rouille à halloysite		0	Bon	0	Bon

6. COMPARAISON DES PRODUITS INFÉRIEURS A DEUX MICRONS EXTRAITS D'UN MÊME SOL PAR DISPERSION EN MILIEU BASIQUE OU ACIDE

Certains sols se dispersent, à la fois, en milieu basique et en milieu acide. Il est donc intéressant de savoir si la dispersion préférentielle éventuelle de certaines substances, peut entraîner l'apparition de produits en suspension de nature sensiblement différente ou des variations dans la proportion des constituants du mélange.

On a choisi, pour cette étude, trois niveaux de profondeur. L'analyse a porté sur des échantillons conservés dans leur humidité naturelle.

SM 51*b* est un sol à allophane hydraté (eau = 120), riche en gibbsite, mais avec très peu d'argiles cristallines apparentes.

M 187 *b* est un sol à allophane hydraté (eau = 180) riche en gibbsite, avec déjà une certaine proportion d'argile à 7 Å.

SM 52 *b* est un sol de transition allophane-halloysite, dans lequel la proportion d'halloysite est déjà notable.

Le tableau 16 résume les quantités d'argiles extraites, soit par dispersion en milieu acide chlorhydrique au pH voisin de 3,2, soit en milieu basique par l'ammoniaque. L'argile a été obtenue par siphonnage, puis centrifugation et séchée à l'air sans chauffage.

TABLEAU 16

Echantillon	Argile extraite séchée air p. 100 g de sol séché étuve	
	Dispersion basique	Dispersion acide
SM 51 b	13,8	34,7
M 187 b	27,5	38,0
SM 52	30,6	21,7

Les résultats sont exprimés en gramme pour 100 de sol séché à 100°. Les siphonnages ont été effectués avec précaution, pour éviter les entraînements de limon. Les teneurs en argiles réelles, telles que les donnerait l'emploi de la méthode pipette, seraient donc supérieures.

Les figures 3, 4 et 5 montrent que fort peu de différences sont décelables dans les diagrammes de rayons X.

— *Dans l'échantillon SM 51 b* (fig. 3), il y a peut-être un léger renforcement par dispersion acide, des raies de la gibbsite et, en particulier, de celle à 2,39 Å.

La kaolinite n'existe qu'en très faible quantité et il s'agirait de kaolinites désordonnées, ou fire-clays. Certaines raies semblent un peu plus prononcées en milieu acide, en particulier 3,34 Å et 3,52 Å. On n'observe pas de raies vers 14 Å, qu'il s'agisse des échantillons dispersés en milieu acide ou ammoniacal. Après saturation en magnésium et examen en lame orientée, aucune raie n'apparaît. Par chauffage à 150° et 500°, il y a peu de changements dans cette partie du spectre, hormis la diminution d'un fond important. L'intensité de la raie à 4,04 Å de la cristobalite demeure inchangée.

Les produits obtenus par dispersion acide ou basique, en quantités pourtant inégales, sont donc de nature voisine. Tout au plus, peut-on dire que la dispersion acide améliore très légèrement les raies de la gibbsite et de la kaolinite. Il n'y a donc pas dispersion préférentielle de la kaolinite en milieu basique, comme on aurait pu le supposer.

Dans l'échantillon M 187 b, une proportion notable de kaolinite est présente et on observe une raie faible, mais nette vers 14,24 (fig. 4). Les diagrammes de rayons X des produits obtenus par dispersion acide ou basique sont identiques. Tout au plus, peut-on signaler une très légère amélioration des raies à 7,28, 3,57 et 2,55 Å de la kaolinite, dans le cas de l'argile dispersée en milieu acide. La raie à 14 Å et le renflement vers 11 Å seraient moins nets sur le produit dispersé en milieu acide, mais l'expérience montre que d'une extraction à l'autre sur un même échantillon et par les mêmes méthodes, des variations notables apparaissent dans cette partie du spectre. Il est d'ailleurs difficile de préciser la nature exacte de cette argile à 17 Å. Après saturation en magnésium et examen en lame orientée, cette raie à 14 Å est à peine plus importante et semblerait passer à 14,6 Å, par traitement au glycérol. Elle disparaît par chauffage à 250°, le fond restant tout aussi important. A 500°, par contre, le fond diminue fortement et il y aurait passage vers 12,8 Å avec un renflement vers 10,5 Å. Il s'agirait donc de vermiculite ou montmorillonite très alumineuse.

L'échantillon SM 52 b renferme, à la fois, des substances amorphes allophaniques, de l'halloysite et de la gibbsite. Là, encore, peu de différences sont à signaler entre les diagrammes obtenus par dispersion acide ou basique. On note, cependant, une séparation plus nette de la raie à 4,06 Å, en dispersion acide, accompagnée de l'apparition d'une petite raie vers 3,80 Å, peut-être due à des feldspaths et d'un renflement de 3,1 à 3,2 Å (cristobalite ou feldspaths) (fig. 5). Une très petite raie à 4,16 Å apparaît sur l'échantillon dispersé par l'ammoniaque et un renflement sur l'échantillon dispersé en milieu acide. S'agit-il de la goethite ? On note aussi, par dispersion en milieu acide, une meilleure séparation des raies entre 2,39 et 2,55 Å, avec, en particulier, l'apparition d'une petite raie vers 2,51 Å, peut-être attribuable à un peu de kaolinite.

La raie à 9,87 - 10,06 Å de l'halloysite, passe à 7,2 Å par chauffage à 100° et à 11 Å sur échantillon orienté, saturé en magnésium et glycérolé.

Le diagramme d'absorption dans l'infra-rouge confirme cette absence de variations. Les courbes sont très exactement superposables dans la partie comprise entre 400 et 1 400 cm^{-1} et pratiquement aussi entre 3 000 et 3 800 cm^{-1}. A noter l'absorption beaucoup plus importante à 3 620 qu'à 3 695 cm^{-1} dans les deux cas, indiquant une halloysite de cristallisation imparfaite. La composante SiO vers 1 090 cm^{-1} est assez peu marquée. La bande vers 800 cm^{-1} demeure identique, qu'il s'agisse de la dispersion basique ou acide, bien que la raie à 4,06 paraisse augmenter d'intensité en milieu acide.

En conclusion, il n'y a pas de différence sensible, de nature et de composition, entre les produits obtenus par dispersion en milieu basique par l'ammoniaque ou acide en milieu chlorhydrique, au voisinage de pH 3. Tout au plus, observe-t-on une très légère amélioration aux rayons X de certaines raies.

7. COMPARAISON DES PRODUITS INFÉRIEURS A 2 MICRONS EXTRAITS SUCCESSIVEMENT D'UN MÊME SOL PAR DISPERSION ACIDE, PUIS BASIQUE OU L'INVERSE

Au lieu d'opérer séparément la dispersion, soit acide, soit basique sur le sol, on va tenter d'éliminer les produits dispersables en milieu acide, avant de redisperser le reliquat de sol en milieu basique ou inversement. Il est, en effet, possible de penser que l'élimination des particules se dispersant bien en milieu acide, permettra, ensuite, une meilleure dispersion en milieu basique ou l'inverse. En fait, il n'en est rien. Les résultats après cette élimination de fractions fines, sont quasi identiques à ceux obtenus en partant directement du sol.

Les sols conservés humides sont attaqués à l'eau oxygénée, lavés sur filtre, traités par les ultrasons, avec élimination des sables magnétiques avant la première dispersion. Après élimination des fractions inférieures à 2 microns, par siphonnages jusqu'à léger louche de la suspension, on redisperse à nouveau dans une gamme de pH opposé.

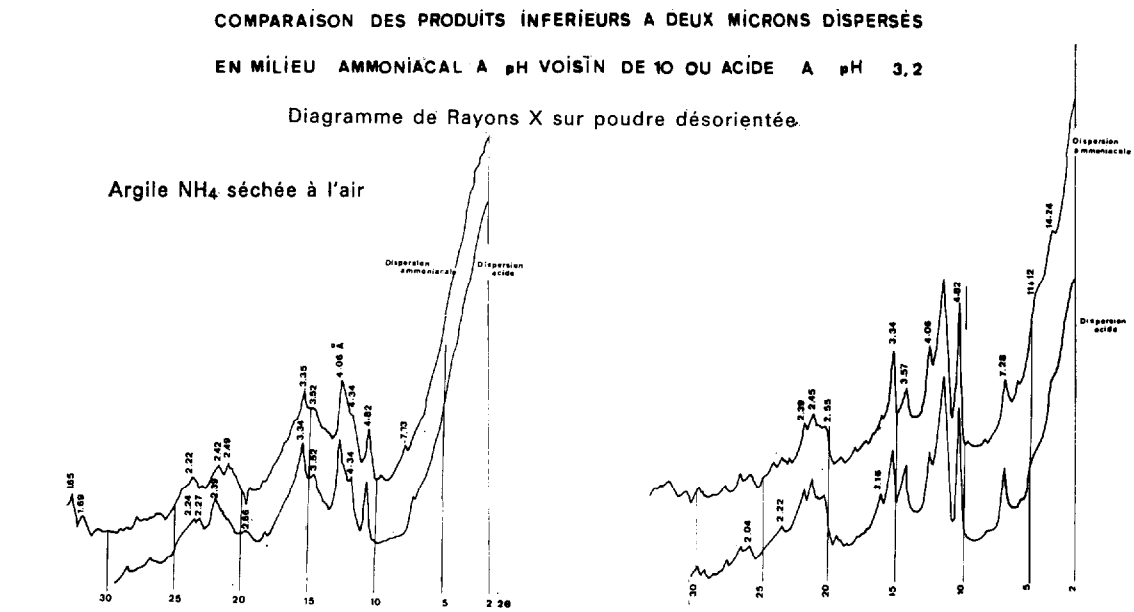

FIG. 3. — Sol à allophane hydraté, avec gibbsite
Echantillon de profondeur SM 51 b

FIG. 4. — Sol à allophane hydraté avec gibbsite et argiles à 7 et 14 Å
Echantillon M 187 b de profondeur. GUADELOUPE

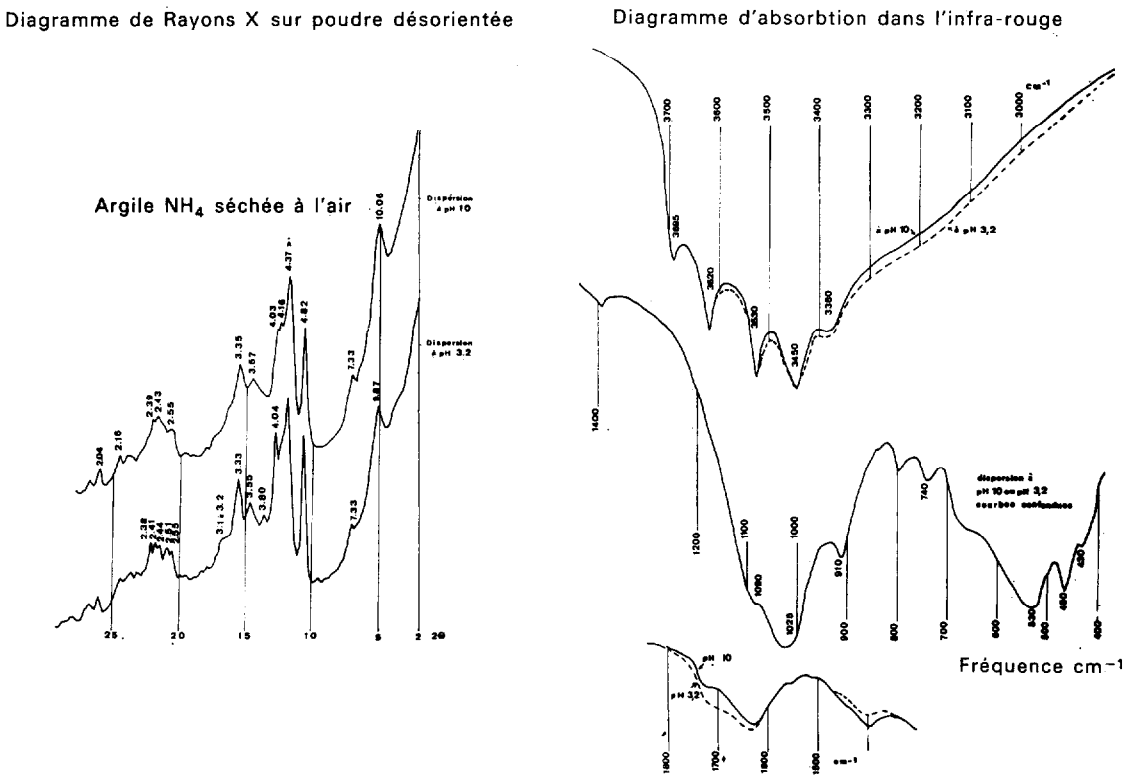

FIG. 5. — Sol de transition allophane-halloysite
Echantillon de profondeur SM 52 b. MARTINIQUE

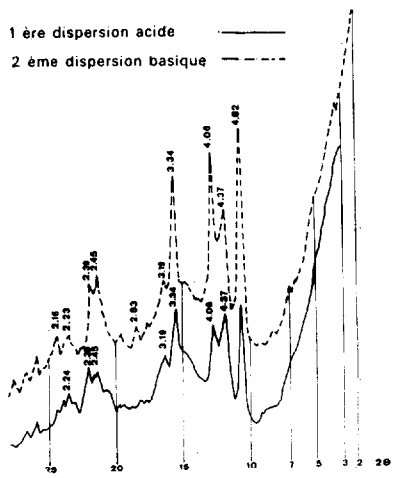

FIG. 6. — Sol à allophane hydraté : SM 26 d : Classe I de particules

La mise en suspension des amorphes dans la première dispersion acide se traduit par un ennoyage général des pics. Après élimination de ces produits, les raies sont beaucoup plus nettes et effilées dans la deuxième dispersion basique. Par comparaison avec la raie à 4,37 Å, les raies de la cristobalite à 4,06 Å et de la gibbsite à 4,82 Å s'accroissent fortement.

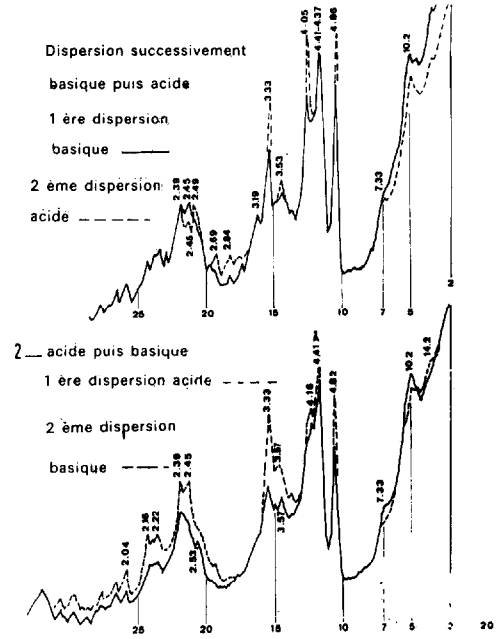

FIG. 7. — Sol brun-rouille à halloysite : SM 52 b : Classe I de particules

Cas I : Il y a léger renforcement des raies, surtout pour la cristobalite, le quarz et la gibbsite après élimination de la majorité des produits fins par dispersion basique.

Cas II : Il y a peu de modifications. La dispersion en milieu acide est faible et on y trouverait probablement davantage de particules plus grosses, quarz et gibbsite.

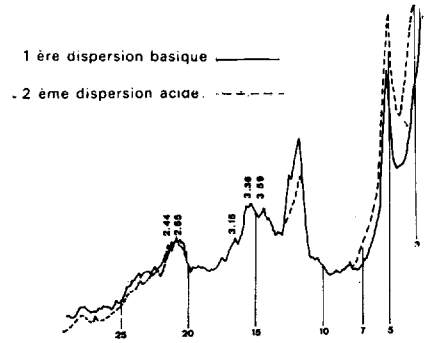

FIG. 8. — Sol à halloysite jeune hydratée : N 93 c : Classe I de particules

Il n'y a pas de modifications sensibles des produits dispersés. Tout au plus peut-on suggérer une meilleure cristallinité de l'halloysite dans la deuxième dispersion acide probablement attribuable à l'élimination des produits amorphes ou mal cristallisés lors de la première dispersion basique.

FIG. 6, 7, 8. — **Produits inférieurs à 2 microns recueillis par dispersions successivement basique puis acide ou inversement**

Sols a allophane

Après dispersion en milieu acide entre pH 3 et 4 et élimination de la fraction argile par siphonnage de la suspension, il est pratiquement impossible d'obtenir une deuxième dispersion en milieu basique. On peut conclure que toute la fraction fine colloïdale a été touchée par la dispersion acide.

Sur de rares échantillons, on obtient, cependant, une légère dispersion en milieu basique, après l'élimination des particules dispersables en milieu acide. C'est le cas de l'échantillon SM 26 *d* qui donne, par siphonnage, après dispersion en milieu acide : 49 % d'argile et 1,6 % par la dispersion suivante en milieu basique. L'examen aux rayons X de ces deux fractions de très inégale importance, montre que l'ennoyage général des pics, attribuable à la présence de l'allophane dans le premier dispersat acide, s'estompe lors de la deuxième dispersion basique et les raies apparaissent beaucoup plus nettement, en particulier celles de la gibbsite, du quartz, de la cristobalite. Ces dernières raies sont très renforcées (du double environ) par rapport à la raie à 4,37 Å qui traduisait la présence d'un peu d'halloysite ou d'une ébauche de réseau cristallin de ce type, dont la dispersion en milieu acide est ainsi clairement mise en évidence (fig. 6).

Sols a allophane et halloysite

Avec les sols qui renferment une proportion notable d'halloysite et qui se redispersent mieux en milieu basique qu'acide, on peut tirer les mêmes conclusions que ci-dessus. Il y a renforcement léger des raies du quartz, de la cristobalite et de la gibbsite, par rapport à la raie 4,37 - 4,41 Å. Par contre, si on opère sur ce même sol une première dispersion acide qui extrait fort peu de produit, suivie d'une dispersion basique qui entraîne l'essentiel de la fraction fine, il y a fort peu de changement dans la composition des produits. Notons un renforcement de la raie à 3,33 Å dans la dispersion acide qui n'est pas clairement explicable (fig. 7).

Sols a halloysite jeune hydratée glomérulaire

Il y a très peu de différences entre les diagrammes de rayons X (fig. 8).

8. CONCLUSION

La mise en suspension stable et complète des particules inférieures à deux microns est donc particulièrement délicate avec les sols à allophane.

Le traitement aux ultrasons permet l'éclatement des agrégats très stables du sol et la libération des fines particules dans des conditions qui paraissent satisfaisantes, en évitant l'emploi de substances chimiques susceptibles de dissoudre partiellement les produits à disperser.

L'eau oxygénée, convenablement employée, détruit, en général, plus de 80 % de la matière organique totale du sol, qui est susceptible de contribuer à la cohésion des particules, mais le comportement, après ce traitement des horizons de surface et de profondeur, vis-à-vis des agents dispersants, n'en reste pas moins souvent très différent. Cette opposition doit-elle être attribuée aux liaisons de la matière minérale avec la matière organique, dont l'effet persiste même après destruction quasi totale de celle-ci, ou est-elle indépendante de la matière organique et liée aux conditions plus particulières de dessiccation temporaire des niveaux superficiels qui entrainent une modification de l'évolution des substances minérales néoformées présentes.

Pour les horizons de surface, l'utilisation d'agents dispersants basiques, comme l'ammoniaque ou le pyrophosphate de sodium, est conseillée. On a intérêt à opérer sur le sol conservé humide, s'il peut être finement homogénéisé par tamisage, car la dispersion est généralement plus complète. Si le sol renferme des éléments sableux ou graveleux : ponces, etc. qui rendent l'échantillonnage difficile, il est préférable de partir du sol séché à l'air.

Le choix des agents dispersants pour les niveaux de profondeur est étroitement lié à la nature du produit dispersable. Aux techniques de dispersion exclusivement acides pour les allophanes, s'opposent les techniques exclusivement basiques pour les sols à halloysite, mais la transition est progressive, comme le passage de ces sols les uns aux autres sur le terrain, et des doubles seuils de dispersion sont fréquemment observés. Les divers faciès d'halloysite, même les plus mal cristallisés, que l'on hésite souvent, avec certaines techniques d'identification, à classer parmi des mélanges à dominance d'allophane, se dispersent tous en milieu basique. Partir du sol humide paraît néces-

saire dans le cas des niveaux allophaniques de profondeur et la grande friabilité de ces sols facilite l'échantillonnage. Dans le cas de sols assez riches en halloysite et déjà argileux au toucher, mieux vaut partir du sol séché à l'air, pour assurer une bonne homogénéité.

Lorsque les sols se dispersent, soit en milieu acide, soit en milieu basique, les résultats sont nettement moins reproductibles, plus aléatoires. Les produits dispersés par l'une ou l'autre technique, soit séparément, soit successivement, ne présentent pourtant que des différences de nature mineures. Nous verrons, par contre, dans la deuxième partie, les variations importantes de la composition des produits en mélange suivant la dimension des particules.

Septembre 1971

Manuscrit reçu au S.C.D le 23 juin 1972

BIBLIOGRAPHIE

COLMET DAAGE (F.), CUCALON (F.), DELAUNE (M.), GAUTHEYROU (J. et M.), MOREAU (H.), 1967. — Caractéristiques de quelques sols d'Equateur dérivés de cendres volcaniques.
1re partie : Essai de caractérisation des sols. *Cah. ORSTOM*, sér. Pédol., vol. V, fasc. 1 : 1-38.
2e partie : Conditions de formation et d'évolution. *Cah. ORSTOM*, sér. Pédol., vol. V, fasc. 4 : 353-392.

COLMET DAAGE (F.), GAUTHEYROU (J. et M.), DE KIMPE (C.), SIEFFERMANN (G.), DELAUNE (M.), FUSIL (G.), KOUKOUI (M.), 1969. — Caractéristiques de quelques sols d'Equateur dérivés de cendres volcaniques, 3e partie, Comparaison de l'évolution des sols des régions chaudes tropicales et tempérées froides d'altitudes. *Cah. ORSTOM*, sér. Pédol., vol. 7, fasc. 4 : 495-559.

COLMET DAAGE (F.), GAUTHEYROU (J. et M.), DE KIMPE (C.), SIEFFERMANN (G.), DELAUNE (M.), FUSIL (G.), 1970. — Caractéristiques de quelques sols dérivés de cendres volcaniques de la côte pacifique du Nicaragua. *Cah. ORSTOM*, sér. Pédol., vol. 8, fasc. 2 : 113-170.

FIELDES (M.), 1955. — Clay mineralogy of New Zealand soils, Part II, Allophane and related mineral colloids. *New Zealand J. Soil Technol.* : 336-350.

KANNO (I.), ARIMURA (S.), 1967. — Dispersion of allophane soils with supersonic vibration. Soil Sci. Plant. Nutrit., vol. 13, n° 6 : 165-170.

GREENE-KELLY (R.), 1957. — The montmorillonite minerals (spectites) in MACKENZIE (R.C.) The differential thermal investigation of clays. Mineralogical Society, London, 456 p.