

Contribution à l'amélioration de l'étude analytique des sols gypseux*

Jacques VIEILLEFON

*Pédologue à la Mission ORSTOM en Tunisie,
18, rue Charles Nicolle, 1002 Tunis-Belvédère*

RÉSUMÉ

Les méthodes classiques d'analyse des sols s'appliquent difficilement aux sols gypseux, notamment en ce qui concerne la granulométrie et les mesures d'humidité et de pF, en raison de certaines propriétés particulières du gypse : solubilité non négligeable, densité plus faible que celle des constituants minéraux habituels des sols, facilités de déshydratation et de réhydratation.

Après l'analyse des principales causes d'erreurs, l'auteur propose quelques améliorations de la méthodologie qui consistent, dans le cas de l'analyse granulométrique, d'une part à traiter l'échantillon gypseux par le chlorure de baryum afin d'enrober les particules de gypse par un mince film de sulfate de baryum, pour empêcher la floculation, d'autre part à modifier les paramètres de prélèvement des fractions fines à la pipette en fonction de la teneur en gypse, enfin de ramener à 70° maximum la température de séchage à l'étuve des diverses fractions, et, dans celui des mesures des teneurs en eau et en gypse, à utiliser un certain nombre de traitements thermiques permettant de séparer les différentes formes plus ou moins hydratées.

ABSTRACT

CONTRIBUTION TO THE IMPROVEMENT OF THE ANALYSIS OF GYPSIFEROUS SOILS

In soil analysis, classical methods are not directly suitable to gypsiferous soils, namely concerning particle size and water content, owing to some particular properties of gypsum, i.e. shallow solubility, specific gravity minor than other mineral constituents one, easy dehydration and rehydration.

Having studied the main sources of error, the author proposes some improvements of the methodology which consist,

*— in the case of particle size analysis, to avoid the floculation of the suspension by treating the samples by a solution of baryum chloride to make coatings of baryum sulfate on the gypsum particles, correcting the Stokes law parameters owing to the minor density of gypsum, and drying the subsequent samples not greater than 70° celsius
— in the case of determining water and gypsum content, to use some thermic treatments allowing to separate the more or less dehydrated phases.*

*Cet article présente les résultats de travaux de recherche menés dans le cadre du Protocole d'Accord signé le 11-12-1971 entre le Ministère de l'Agriculture de Tunisie et l'ORSTOM.

PLAN

INTRODUCTION

I. PROPRIÉTÉS PHYSICO-CHIMIQUES DU GYPSE. LEUR INCIDENCE SUR LES RÉSULTATS ANALYTIQUES

1. Propriétés thermiques

1.1. Rappel sur les formes de deshydratation du gypse

1.1.1. Les phases hydratées et deshydratées du sulfate de calcium

1.1.2. Caractérisation par l'analyse thermique différentielle

1.2. Incidence des phénomènes de deshydratation sur certaines mesures

1.2.1. Mesures d'humidité dans les sols gypseux

1.2.2. Dosage du gypse

1.2.3. Granulométrie

2. Densité et solubilité

2.1. Les valeurs de la littérature

2.2. Incidence sur l'analyse granulométrique

2.2.1. Flocculation

2.2.2. Incidence du poids spécifique

2.3. Conclusion

II. AMÉLIORATION ET ADAPTATION DES TECHNIQUES ANALYTIQUES

1. Application des propriétés thermiques aux mesures d'humidité et profils hydriques

3.2.1. Modification de la constante de Stokes

3.2.2. Comparaison de la densité calculée en fonction de la teneur en gypse et de la densité réelle

3.2.3. Calcul des paramètres de prélèvement des fractions fines pour les sols gypseux

3.3. Résultats obtenus

3.3.1. Amélioration de la stabilité de la suspension

3.3.2. Effet du séchage en étuve ventilée à 60°

INTRODUCTION

Reconnus depuis longtemps en Tunisie, dans le domaine typologique et cartographique, les sols gypseux n'ont fait l'objet que de peu d'études dans celui de leurs propriétés physico-chimiques, eu égard aux nombreux problèmes que pose leur étude analytique.

La présence de gypse détermine de nombreux caractères spécifiques sur le plan de la couleur, de la structure, de la texture, de la consistance, etc. Elle est en outre un facteur primordial de la composition de leur couvert végétal et de leurs aptitudes culturales.

1.1. Résultats obtenus

1.1.1. Chauffage à 105°

1.1.2. Chauffage à 40, 50, 60, 70°

1.1.3. Chauffage à 75, 80°

1.2. Discussion

1.3. Conclusions

2. Application au dosage du gypse et de ses formes de deshydratation

2.1. Estimation rapide du gypse par variation de poids au séchage

2.1.1. Etude « cinétique »

2.1.2. Séchage en étuve ventilée 60° et 105°, réhydratation

a. Essai sur une gamme de teneur croissante

b. Influence des alternances de deshydratation et de réhydratation

c. Extension à la série

2.2. Recherche des différentes formes du sulfate de calcium

2.3. Estimation par l'analyse thermique différentielle

2.3.1. Dosage du gypse

2.3.2. Détection du semi-hydrate

2.4. Conclusion. Implications pédogénétiques

3. Amélioration de l'analyse granulométrique

3.1. Prévention de la flocculation

3.1.1. Mise au point de la méthode de dispersion

3.1.2. Contrôle de la stabilité de la suspension

3.2. Prise en compte du poids spécifique du gypse

3.3.3. Effet de la correction de la constante de Stokes

3.3.4. Influence de la répartition du gypse

3.4. Conclusion

BIBLIOGRAPHIE

ANNEXE : PROTOCOLES D'ANALYSE

1. Granulométrie des sols gypseux

2. Dosage du gypse et de ses formes de deshydratation

*Les propriétés physico-chimiques induites par le gypse sont donc très particulières et ont une influence non négligeable sur les résultats des analyses que l'on applique aux sols gypseux, et dont la difficulté est bien connue (SOURDAT, 1964).

Parmi celles qui sont susceptibles de provoquer ces difficultés à l'analyse, tout en ayant par ailleurs une forte influence sur leur pédogenèse, se placent au premier plan :

— sa solubilité, limitée, mais variable en fonction de la salure,

— ses facilités de deshydratation et de réhydratation.

Il faut également noter que sa densité (ou son poids spécifique) est nettement inférieure à celle des constituants minéraux habituels des sols.

Ces propriétés concourent notamment à fausser :

— l'analyse granulométrique, par suite de floculation, de pertes de poids au séchage et d'inadéquation des paramètres de prélèvement,

— les mesures d'humidité et de pF, par déshydratation plus ou moins complète,

— les dosages du gypse lui-même, par suite de la présence éventuelle de fractions plus ou moins déshydratées qui ne sont pas diversifiées par le dosage chimique qui porte sur les ions SO_4^{--} . (VIEILLEFON, 1976).

On voit que les phénomènes liés aux propriétés thermiques du gypse réagissent sur les trois types d'analyse, alors que la densité et la solubilité ne jouent de rôle que dans l'analyse granulométrique. On examinera donc, dans une première partie, en premier lieu les propriétés thermiques du minéral gypse et ses conséquences sur l'analyse des sols gypseux, avant d'aborder les problèmes posés par la densité et la solubilité sur la granulométrie. Dans une seconde partie, on exposera les résultats de recherches et les méthodes préconisées.

I. PROPRIÉTÉS PHYSICO-CHIMIQUES DU GYPSE, LEURS INCIDENCES SUR LES RÉSULTATS ANALYTIQUES

1. Propriétés thermiques du gypse

On sait depuis longtemps que le gypse se déshydrate à température relativement peu élevée pour donner du plâtre dont la réhydratation à l'eau est relativement aisée. Les très nombreuses études réalisées par l'industrie plâtrière, et plus récemment sur les sols gypseux, révèlent cependant que le problème est assez complexe.

1.1. RAPPEL SUR LES FORMES DE DÉSHYDRATATION DU GYPSE

1.1.1. Les phases hydratées et déshydratées du sulfate de calcium

Dans le milieu géologique deux minéraux surtout sont répandus : le *gypse* $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, et l'*anhydrite* CaSO_4 . Le premier semble seul exister dans les sols sauf pour certains des déserts chauds, mais on a soupçonné également l'existence de formes d'hydratation intermédiaires (JAUZEIN, 1974; COQUE, 1962).

C'est cependant surtout artificiellement que des espèces plus ou moins déshydratées apparemment

stables ont été obtenues, dont le type général serait le semi-hydrate $\text{CaSO}_4 \cdot 0,5 \text{H}_2\text{O}$. On distingue ainsi les espèces suivantes, en fonction des procédures adoptées (JAUZEIN, 1974; MARCOEN, 1974) :

- phase dihydratée : gypse, monoclinique
- phase semi-hydratée : hemihydrate
 - = naturel : bassanite
 - = artificiel :
 - variété α : préparée en solution ou en autoclave donc en présence d'un excès d'eau sous forme liquide ou vapeur
 - variété β : préparée en absence d'eau
- phase anhydre : anhydrite
 - = naturelle, orthorhombique
 - = artificielle :
 - anhydrite « réversible » ou anhydrite III, obtenue par chauffage au-dessous de 200° ; très hygroscopique
 - anhydrite « irréversible » ou anhydrite II, obtenue au-dessus de 200° et non réhydratable
 - plâtre surcuit ou γ - CaSO_4 , obtenu au-dessus de 1.000° .

D'après de nombreuses études, l'allure des phénomènes de déshydratation dépend de plusieurs facteurs, parmi lesquels la température, et surtout la vitesse de chauffe, la tension de vapeur, et leurs interactions.

En phase sèche, mais sous tension normale, on observe en général, sur les courbes de déshydratation (perte de poids en fonction de la température), un

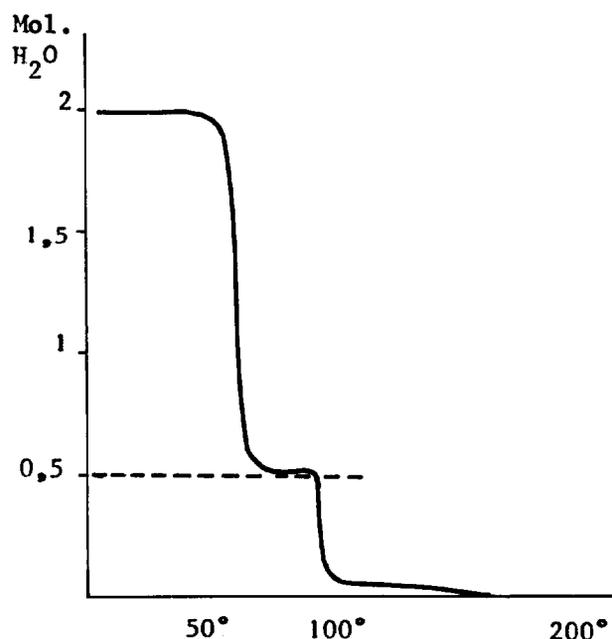


FIG. 1. — Déshydratation du gypse à température croissante (H.B. WEISSER *et al.* 1936).

palier correspondant au semi-hydrate. Ce palier apparaît pour le minéral pur vers 70-95°, mais dès 100° la déshydratation reprend et conduit plus ou moins rapidement à l'anhydrite.

Les premières mesures faites à la thermobalance montrent que la déshydratation peut commencer dès 40° et s'accélère à partir de 60° (WEISEN *et al.*, 1936; fig. 1).

Mais si on procède à une montée de température par paliers, on s'aperçoit que le passage au semi-hydrate ne s'effectue bien qu'à partir de 80° (EIPeltauer, 1958, fig. 2) ou même plus (KHALIL *et al.*, 1972).

Des études plus récentes montrent qu'à faible vitesse de chauffe le palier du semi-hydrate n'apparaît plus et qu'il en est de même si l'expérience est faite sous vide (GARDET *et al.*, 1970). Une pression de 50 torrs (50 mm de mercure) semble nécessaire pour l'apparition du palier, mais un autre auteur ramène cette limite à 2 torrs (LEBAILLY, 1966). GARDET *et al.* en ont conclu que les hémihydrates étaient en fait des solutions d'insertion de l'eau dans la forme anhydre.

Enfin un autre effet notable du vide est d'abaisser nettement la température du début de déshydratation de 86 à 89° dans l'air, à 31 à 44° sous vide poussé (valeurs extrapolées; GARDET *et al.*, 1970).

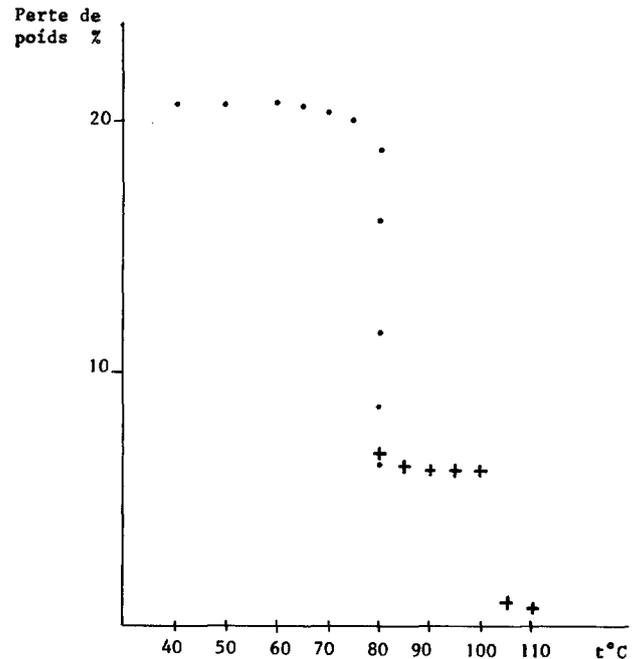


FIG. 2. — Perte de poids du gypse à différentes températures (d'après EIPeltauer, 1958)

. Chauffage 24 h à 40-50-60-65-70-75-80

+ Chauffage 72 h à 80-85-90-95-100-105-110

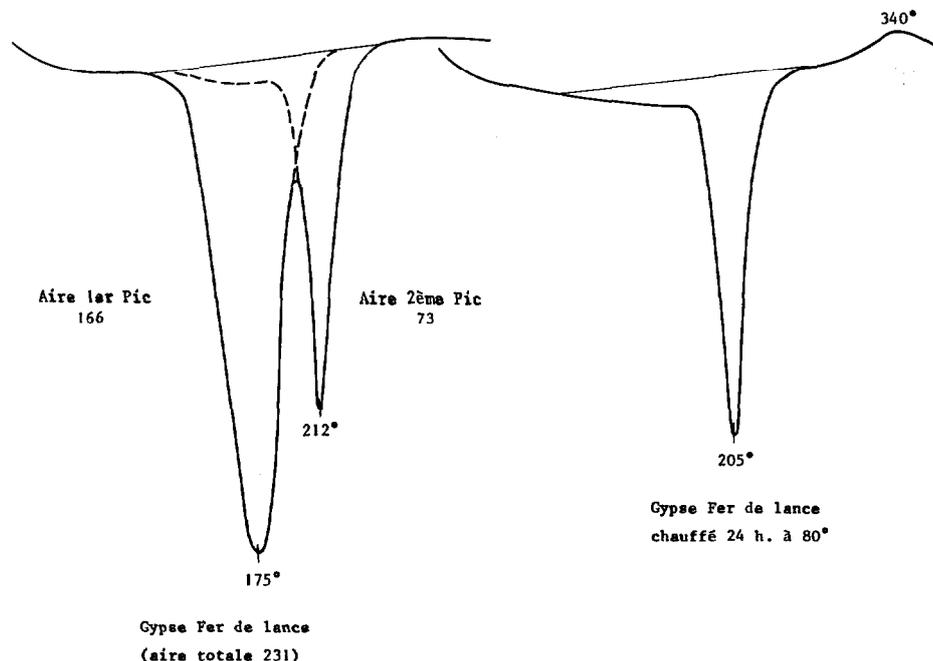


FIG. 3. — Courbes A.T.D. du gypse et du semi-hydrate.

1.1.2. Caractérisation par l'analyse thermique différentielle (A.T.D.)

Classiquement les réactions endothermiques de déshydratation du gypse se traduisent par deux pics plus ou moins résolus sur le thermogramme : le premier, qui est aussi le plus grand, vers 140-150°, le second plus petit, vers 190-200°, tandis que le semi-hydrate ne donne que le second (fig. 3; gypse « fer de lance »). Par ailleurs, les surfaces des deux pics sont en rapport direct avec les quantités d'eau d'hydratation correspondante.

Sur la figure 3, les surfaces des deux pics sont dans le rapport :

$$\frac{S_{P_1}}{S_{P_2}} = 2,98, \text{ très proche du rapport théorique } \frac{1,5 \text{ H}_2\text{O}}{0,5 \text{ H}_2\text{O}}$$

Des expériences de chauffage à température supérieure au seuil de formation de l'hémihydrate (130° par WEIDMANN, 1970) pendant des temps croissants montrent l'avancement de la réaction : le premier pic disparaît en 2 heures pour le gypse pur, en 4 à 7 heures pour les variétés impures, mais le second pic peut persister pratiquement inchangé après 7 heures. Par chauffage à température croissante (vitesse de chauffe non précisée), le second pic disparaît entre 250 et 350°.

On a observé en outre que si l'on n'a pas dépassé 200°, le produit se réhydrate aisément jusqu'au stade semi-hydrate en donnant un seul pic (GARDET *et al.*, 1970) (fig. 4c). L'addition d'eau permet le retour à la forme gypse (fig. 4d).

Il résulte de ces différentes études que les réactions thermiques des matériaux gypseux sont loin d'être régulières, mais sont au contraire fortement influencées, non seulement par la procédure de chauffage utilisée, mais aussi par le type d'échantillon, par suite de la présence éventuelle d'impuretés diverses.

Cependant, à l'air, donc dans le milieu naturel, il ne semble pas que le gypse puisse se déshydrater à des températures inférieures à 80° comme on le verra plus loin, ce qui rend douteuse l'hypothèse selon laquelle du semi-hydrate pourrait se former dans les régions arides, comme cela a déjà été maintes fois cité, et surtout repris dans la littérature (POUGET, 1968; JAUZEIN, 1974; MARCOEN, 1974...) sous réserve de l'observation de températures anormalement élevées que plusieurs campagnes de mesure n'ont pu mettre en évidence dans le Sud Tunisien (VIEILLEFON, *à paraître*).

Par ailleurs, et toujours dans le milieu naturel, le passage direct gypse-anhydrite à la pression atmosphérique n'aurait été observé que dans les régions littorales du golfe Arabique, où les conditions de

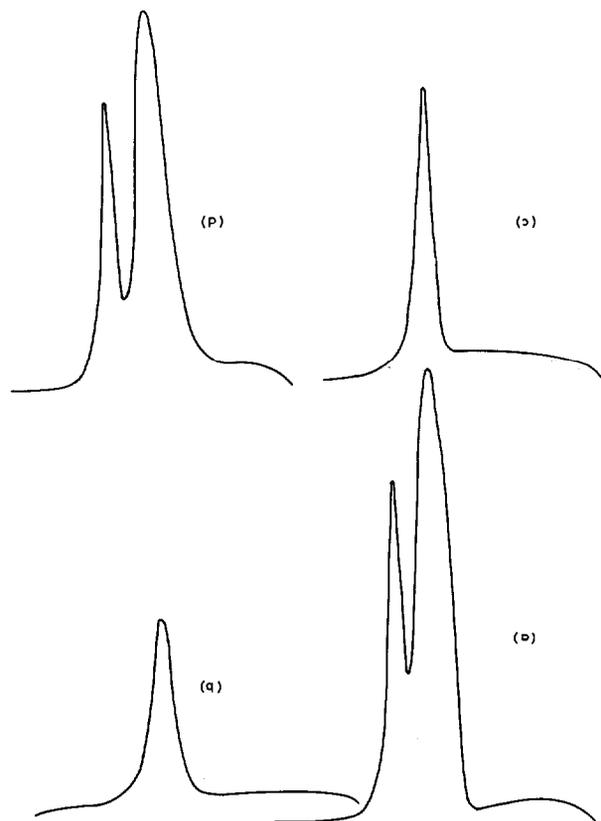


FIG. 4. — Contrôle par A.T.D. des phases de déshydratation et de réhydratation (a) sol séché à 60° 24 h; (b) sol séché à 105° 3 h; (c) + réhydratation à l'air; (d) + réhydratation à l'eau.

salure et d'oxygénation en milieu liquide seraient plus favorables que dans les zones équivalentes d'Afrique du Nord, apparemment plus réductrices (PERTHUISOT, 1978).

Il restait donc à vérifier sur les sols dans lesquels le gypse, tout en étant largement dominant, se trouve mêlé à d'autres constituants (quartz, argiles, calcaire et sels solubles) la validité des données recueillies sur des échantillons de pureté plus élevée.

1.2. INCIDENCES DES PHÉNOMÈNES DE DÉSHYDRATATION SUR CERTAINES MESURES

1.2.1. Mesures d'humidité et profils hydriques

La mesure de l'humidité des sols, qu'il s'agisse d'analyses de caractérisation ou d'études plus spécifiques du régime hydrique, se fait classiquement à l'étuve ordinaire, à la température de 105°. Les pédologues avaient depuis longtemps remarqué que cette technique donne des résultats erronés *par excès*, dans

le cas des sols contenant une certaine proportion de gypse.

Supposant qu'au bout de 24 heures à 105° le gypse était complètement transformé en anhydrite (SO_4Ca), POUGET (1966) imagine de retrancher de la perte d'eau à 105° une quantité proportionnelle à la teneur en gypse de l'échantillon, dosé séparément par une méthode chimique. En effet, l'eau de constitution du gypse représente $\frac{36}{172} \times 100 = 20,9\%$ de la teneur en gypse. Il suffirait donc de retrancher environ 1/5 de la teneur en gypse pour connaître la teneur en eau « mécaniquement » liée au sol.

Pendant cette méthode, qui suppose que le gypse est complètement déshydraté après 24 heures à 105°, ce qui n'est pas prouvé comme on le verra plus loin, n'est applicable à la rigueur qu'aux analyses de caractérisation, du fait de la nécessité de doser simultanément le taux de gypse. Elle ne peut convenir pour l'établissement de profils hydriques périodiques.

Le même auteur a alors proposé de chauffer l'échantillon à une température inférieure au seuil de déshydratation du gypse, dans une *étuve à vide*, afin d'extraire la totalité de l'eau d'imbibition. Néanmoins le défaut d'évacuation de la vapeur d'eau dégagée si le vide n'est pas poussé suffisamment rend cette détermination sujette à caution. Inversement sous vide intense la déshydratation du gypse peut se produire (GARDET *et al.*, *op. cit.*).

Les méthodes de dosage de l'humidité communément employées dans l'industrie du plâtre ont alors été testées au cours des recherches rapportées ci-dessous. Elles consistent à employer l'étuve-ventilée à basse température, 40 ou 45° (PIECE, 1952; A.S.T.M., 1954).

1.2.2. Dosage du Gypse

Diverses méthodes analytiques chimiques ont été appliquées au dosage du gypse dans les échantillons de sols. Elles font appel au dosage des ions SO_4^{--} , libérés en solution par dissolution dans l'eau ou attaque au carbonate d'ammonium ou de sodium, soit par précipitation de sulfate de baryum, soit par séparation par l'acétone et mesure de la conductivité de l'extrait (BOWER *et al.*, 1948; HESSE (P.R.), 1974).

Leur principal défaut est de doser exclusivement le sulfate de calcium, sans renseigner sur son état d'hydratation. Une méthode chimique cinétique permettant de séparer des fractions plus ou moins aisément solubles, pouvant correspondre à la séparation des semi-hydrates du gypse, en raison de leur solubilité plus grande, a été proposée par J. SUSINI (1973).

Mais, hormis la diffractométrie aux rayons X, qui

peut être utilisée dans un but qualitatif (B. FRIEDEL, 1978), c'est aux phénomènes de déshydratation-réhydratation des diverses formes du sulfate de calcium qu'il a été le plus souvent fait appel pour leur dosage quantitatif dans un mélange. Divers procédés mettent en œuvre, d'une part, le séchage en étuve ventilée à 40-50°, puis au four à 400°, d'autre part, la réhydratation à l'air ou à l'eau, complétés par le dosage chimique, pour aboutir à la détermination des teneurs respectives en dihydrate, semi-hydrate, anhydrites réversible et irréversible et plâtre surcuit (PIECE, 1952; A.S.T.M., 1954).

Dans les sols, les espèces minérales du sulfate de calcium sont certainement moins nombreuses; par contre, les constituants étrangers sont généralement plus importants. Ces méthodes devaient être testées sur les sols.

Par ailleurs l'analyse thermique différentielle a également été employée pour des dosages semi-quantitatifs (JAHAN *et al.*, 1976).

Ces deux méthodes ont été utilisées, conjointement à la méthode chimique, sur un certain nombre d'échantillons semblables à ceux qui ont servi pour l'étude de la cinétique de déshydratation (voir ci-après, paragr. II, 2).

1.2.3. Granulométrie

A la température de 105 °C, classiquement adoptée en analyse des sols pour les mesures d'humidité et le séchage des prélèvements de l'analyse granulométrique, la déshydratation peut être plus ou moins poussée, et conduire à des résultats erronés.

2. Densité et solubilité

2.1. LES VALEURS DE LA LITTÉRATURE

Pour la densité du gypse; les valeurs s'échelonnent de 2,30 à 2,37 (JAUZEIN 1974, DEER *et al.*, 1966); la valeur de 2,32 peut être retenue comme représentative. Pour l'anhydrite (CaSO_4 anhydre) naturelle, on donne 2,98 (JAUZEIN, 1974).

Sa solubilité est de 2,1 g/l dans l'eau pure, mais on sait qu'elle varie fortement en présence d'autres sels: elle augmente en présence de sels ne comportant pas d'ions communs (Ca ou SO_4); au contraire, elle diminue en présence de sels de calcium ou de sulfates plus solubles. Ainsi, d'après Mc DONALD (1953), elle passerait de 1,9 à 6,2 g/l quand la teneur en chlorures passe de 6 à 16 %. L'hémihydrate ($\text{CaSO}_4 \cdot 0,5 \text{H}_2\text{O}$) serait beaucoup plus soluble.

2.2. INCIDENCE SUR L'ANALYSE GRANULOMÉTRIQUE

L'analyse granulométrique de la fraction minérale

des sols repose sur un ensemble de concepts universellement admis qui en gouvernent la méthodologie. Elle comporte classiquement trois opérations principales, auxquelles viennent s'ajouter les préparations visant à la destruction des matières organiques et des ciments des agrégats, et qui sont successivement, pour l'étude des fractions fines :

— la mise en suspension stable des particules élémentaires,

— le prélèvement d'échantillons représentatifs des fractions « argile » et « argile + limon », alors que les particules chutent à vitesse constante,

— le séchage des échantillons prélevés précédemment pour en connaître le poids sec.

Partant d'un poids donné de sol (généralement 20 g), elle doit aboutir, en pourcentage, à un total aussi voisin que possible de 100, où doivent également apparaître, à côté des proportions des différentes fractions granulométriques (argile, limon fin, limon grossier, sable fin et sable grossier) les taux de matières organiques et d'humidité, ce dernier correspondant à l'eau retenue par le sol après séchage à l'air.

Lorsque l'on désire connaître la granulométrie des sols gypseux, il est rare que l'analyse classique (méthode internationale) donne des résultats satisfaisants, si tant est que le laboratoire puisse en donner. En effet, ou bien on observe une floculation franche, qui est de règle dès que la teneur en gypse excède 20 %, et souvent moins (COUTINET, 1965), ou bien la suspension semble stable mais donne presque toujours un total très inférieur à 100 %, sans aucune fiabilité, si bien que l'on renonce souvent aux études granulométriques sur ces sols.

Lorsque le gypse peut être considéré comme un constituant occasionnel, au même titre que des sels plus solubles, il est commode de tenter de le lessiver pour étudier la granulométrie du matériau non gypseux. Ceci est préconisé dans plusieurs méthodes (COUTINET, 1965; F.A.O., 1972). Cependant l'entreprise est illusoire pour les fortes teneurs; d'ailleurs la granulométrie ainsi établie sur une fraction seulement des constituants réels du sol n'en serait pas du tout représentative.

Au contraire, tant pour les études des propriétés physiques des sols gypseux en vue de leur utilisation, que dans celles qui cherchent à en expliquer la pédogénèse, il est capital de connaître la granulométrie du matériau total, donc ici plus spécialement celle des particules gypseuses, généralement sous forme de cristaux de tailles diverses, le plus souvent microscopiques. On remarquera en outre que l'absence de structure autre que parfois prismatique très grossière ne permet pas de juger de leurs qualités physiques.

Il convenait donc de rechercher les causes des difficultés rencontrées et d'y chercher des remèdes.

Plusieurs phénomènes aux effets plus ou moins contradictoires semblent intervenir comme sources d'erreur. Les trois principaux seraient :

— la floculation des suspensions de terre,

— l'incidence du poids spécifique du gypse sur les paramètres opératoires,

— l'incidence des propriétés thermiques du gypse au cours du séchage des échantillons.

2.2.1. La floculation

Ce phénomène résulte de la dissolution aisée d'une partie, même infime, du gypse de l'échantillon, fournissant en abondance des ions calcium à la solution. En cas de floculation totale le problème est vite résolu, mais dans les cas de *floculation partielle*, plus ou moins apparente, les mesures portant sur les fractions argile et limon seront inférieures à la réalité, mais une certaine part de ces fractions se retrouvera dans la fraction limon grossier.

Notons que la floculation des particules fines ne devrait pas avoir d'incidence sur la mesure des sables fins et grossiers, obtenus par tamisage préalable ou après lavage, quoiqu'il puisse encore subsister des amas floculés.

La solubilité du gypse dans l'eau est d'environ 2 g par litre en l'absence d'autres sels solubles. Les sols contenant plus de 10 % de gypse sont donc susceptibles de saturer complètement la suspension en ce corps, c'est-à-dire de libérer environ 23 milli-équivalents de calcium dans la solution. Même à des doses plus faibles, cet élément à un fort pouvoir floculant. Comme on ne peut songer à bloquer tout le calcium susceptible d'être libéré, il est nécessaire d'empêcher la dissolution du gypse.

Le problème a été résolu dans l'industrie du plâtre par tamisage à sec, mais cette technique entraîne d'énormes complications techniques du fait du colmatage des tamis, qui oblige à opérer en air forcé avec un seul tamis, ce qui rend l'opération longue et coûteuse, contraintes qui sont incompatibles avec l'analyse des sols en série.

C'est donc vers une atténuation des phénomènes de floculation que nous nous sommes orientés.

Pour ce faire, une méthode a été proposée par HESSE (1974), qui consiste à enrober les particules gypseuses par un dépôt mince de sulfate de baryum, par une réaction avec le chlorure de ce métal. Malheureusement cet enrobage est fragile, et susceptible d'être attaqué par le dispersant; il est donc nécessaire de régler avec précision les modes opératoires.

2.2.2. Incidence du poids spécifique du gypse

La mesure du pourcentage des fractions fines des sols, inférieures à 20 ou 50 microns, est généralement faite par décantation, soit par la méthode à la pipette, soit par densimétrie, en utilisant la loi de Stokes.

Cette loi rend compte de la relation simple qui existe entre le rayon r d'une particule sphérique tombant sous l'influence de la pesanteur dans un fluide, et la vitesse limite constante V atteinte par cette particule lorsque la force motrice, proportionnelle au poids apparent, devient égale à la résistance de frottement. On a :

$$r^2 = \frac{V}{C} \text{ ou } r = \sqrt{\frac{V}{C}} \quad (1)$$

C , appelé « constante de STOKES », étant égale à :

$$C = \frac{2(\rho^s - \rho^l)g}{9\eta}$$

avec ρ^s poids spécifique de la particule
 ρ^l poids spécifique du fluide
 η viscosité du fluide
 g constante de gravitation

Densité et viscosité du fluide, ici généralement l'eau, variant en fonction de la température, des tables donnent classiquement la valeur de la constante C aux différentes températures rencontrées au laboratoire, et pour une valeur de 2,65 pour le poids spécifique du sédiment.

Ces méthodes largement diffusées ont fait l'objet d'études poussées. Cependant, si l'incidence de la température d'expérience, de la viscosité du fluide dans lequel se fait la suspension ont été bien étudiées, les problèmes posés par la densité réelle des particules n'ont été que rarement mentionnés. Ces études reprennent comme base de calcul de la constante de Stokes la valeur 2,65, qui est précisément la valeur de la densité du quartz. Dans le traité de A. BRUNEL (1948), on signale les erreurs dues à la présence de matière organique incomplètement détruite; S. MERIAUX (1954) fait de même et signale en outre qu'une variation de 2,6 à 2,7 du poids spécifique des particules provoque une erreur relative de 2,2 % sur les limons, et de 1,4 % sur l'argile.

Seuls TANNER et JACKSON (1947) proposent les corrections pour certaines valeurs de la densité réelle, qui doit être mesurée à part.

*Nous tenons à remercier M. MEHIRI, du Laboratoire des Sciences du Sol de l'Institut National Agronomique de Tunisie pour nous avoir permis d'utiliser cet appareil de son laboratoire.

2.3. CONCLUSION

En résumé, on remarque que ces deux causes d'erreur combinées aux pertes survenant lors du séchage peuvent produire des résultats variés :

— la floculation partielle entraîne une sous-estimation manifeste des fractions fines (argile + limon fin), en gonflant par ailleurs la fraction limon grossier, obtenue par différence après le tamisage des sables,

— l'utilisation d'un poids spécifique théorique largement supérieur à celui du gypse a un effet contraire. Les prélèvements contiendront des particules de diamètres équivalents supérieurs à ceux que définissent les paramètres classiques,

— le séchage à 105 °C, éliminant une partie de l'eau de constitution des particules gypseuses, conduira lui aussi à une sous-estimation, à la fois dans les fractions fines et dans les fractions grossières.

Si il est vrai que ces deux dernières causes d'erreur pourraient être estimées connaissant la teneur en gypse, il ne peut en être de même de la première.

II. AMÉLIORATION ET ADAPTATION DES TECHNIQUES ANALYTIQUES DES SOLS GYPSEUX

1. Application des propriétés thermiques du gypse aux mesures d'humidité et profils hydriques

Dans ce travail on a réalisé un certain nombre d'extractions de l'eau à différentes températures, en suivant la cinétique de la déshydratation et en contrôlant, par analyse thermique différentielle, les transformations subies par le gypse contenu dans les échantillons.

Des échantillons de provenance et de teneur variées ont été utilisés pour ces essais (sols à croûte ou encroûtement gypseux de surface développés sur marnes du Crétacé, sur argiles du Miopliocène, sur sables gypseux de déflation du Quaternaire, 80 %, 70 % et 60 % de gypse).

Methodologie

L'étude de la cinétique de la déshydratation des échantillons gypseux a été réalisée à l'aide d'une étuve ventilée équipée d'une balance permettant de peser périodiquement l'échantillon sans le sortir de l'étuve (appareil BRABANDER)*; les essais ont été faits à des températures variées :

— à 105°, pour étudier l'effet de la procédure classique,

— à 40°, pour contrôler l'absence d'effet sur le gypse,

— enfin à des températures intermédiaires (50, 60, 70, 80°) pour déterminer le seuil critique.

On a procédé ensuite à l'analyse par A.T.D. des échantillons ayant subi des dessiccations de durée variée à ces différentes températures.

1.1. RÉSULTATS OBTENUS

1.1.1. Chauffage à 105°

La déshydratation est rapide pendant les trois premières heures (fig. 5a) et diminue fortement ensuite.

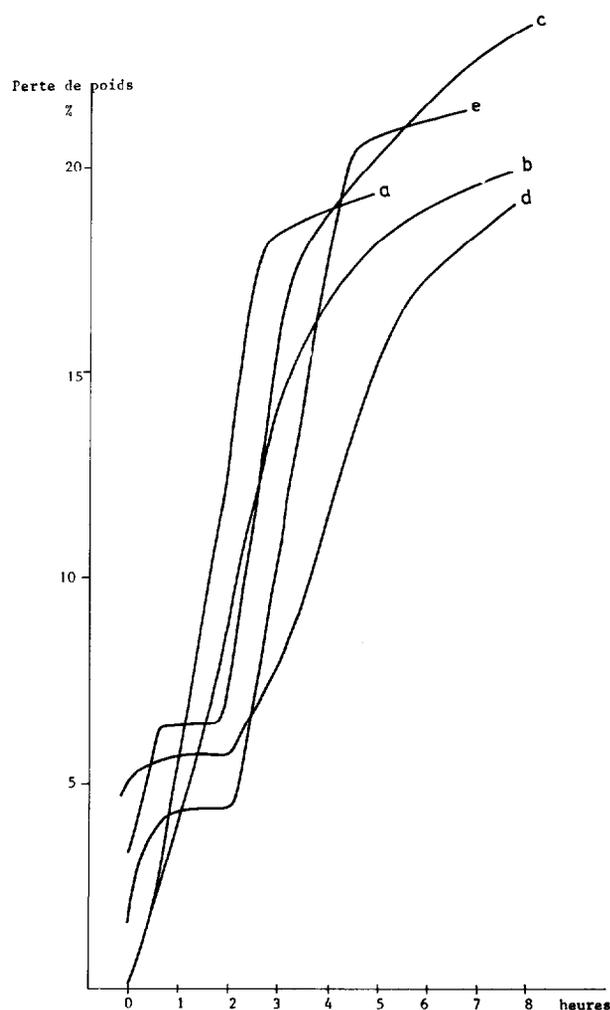


FIG. 5. — Courbes de perte de poids à différentes températures (a) 105°; (b) 80°; (c) 40-70-80°; (d) 40-70-75°; (e) 70-105°.

On distingue grossièrement 3 parties :

— une perte de poids assez rapide dans les premières 40 à 50 minutes,

— une perte plus rapide jusque vers la 3^e heure,

— enfin une perte beaucoup plus lente ensuite.

Cependant, même après 24 heures, la déshydratation du gypse n'est pas terminée comme le montre le diagramme d'A.T.D. (fig. 6a).

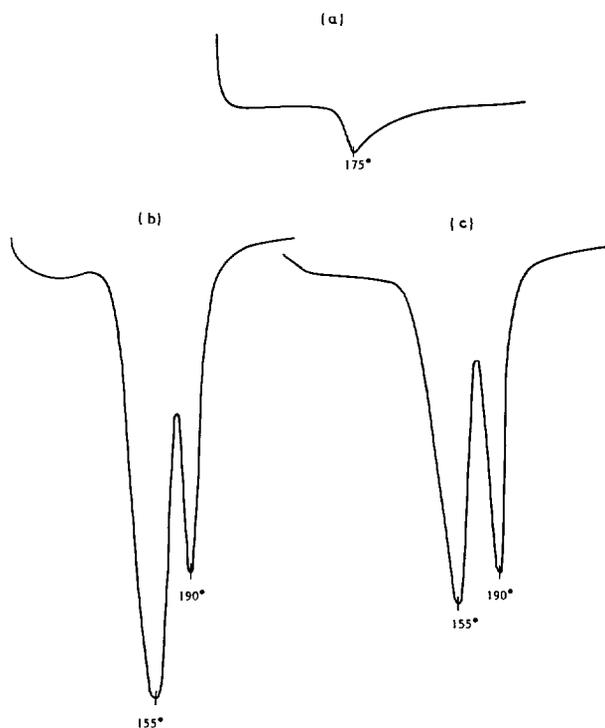


FIG. 6. — Contrôle par A.T.D. de l'effet de chauffage à différentes températures. (a) sol chauffé 24 h à 105°; (b) sol chauffé 24 h à 70°; (c) sol chauffé 15 h à 80°.

1.1.2. Chauffage à 40, 50, 60 et 70°

La déshydratation est rapide au début mais se stabilise dès 40°, et ne subit pas de changement aux températures supérieures, jusqu'à 70° (fig. 7). Le contrôle par A.T.D. montre que le gypse n'est absolument pas affecté, la conservation de la forme et de la hauteur des pics étant remarquable (fig. 6b). D'ores et déjà il est permis de penser que le chauffage pendant 24 heures à l'étuve ventilée, à des températures allant jusqu'à 70°, pour les échantillons étudiés ici, ne retire que l'eau d'imbibition, à l'exclusion de l'eau de constitution du gypse.

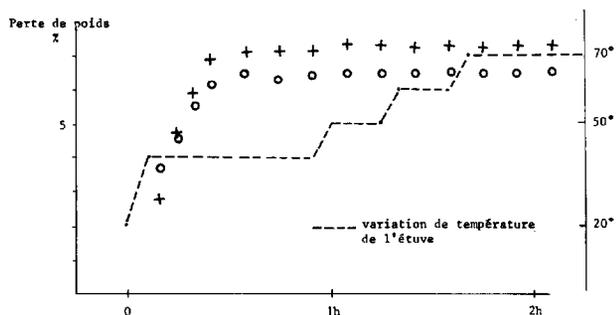


FIG. 7. — Perte de poids à 40-50-60-70° (2 échantillons).

1.1.3. Chauffage à 75 et 80°

Si l'on chauffe directement à 80°, on obtient une courbe assez semblable à celle qui est obtenue à 105°, quoique de pente un peu plus faible. La perte d'eau est très rapide pendant les 4 premières heures et diminue fortement ensuite (fig. 5b). L'A.T.D. montre qu'après 15 heures à 80° une grande partie du premier pic endothermique a disparu, alors que le second est presque intégralement conservé (fig. 6c).

Si maintenant, compte tenu des résultats de l'expérience précédente, on chauffe d'abord à des températures inférieures (de 40 à 70°) de façon à faire apparaître le palier correspondant à la perte d'eau d'imbibition, et que l'on passe ensuite à 75 ou 80°, on observe une reprise nette de la déshydratation. La branche correspondante se poursuit pendant près de 5 heures à 75° mais moins de 2 heures à 80°, et sans grands changements à 105° (fig. 5c, d, e).

Si le phénomène de déshydratation du gypse en semi-hydrate semble débiter vers 74° seulement en étuve ventilée, à cette température le processus est lent et le premier pic est simplement légèrement réduit au bout de 24 heures (fig. 8).

1.2. DISCUSSION

Une première interprétation conduit à penser que la portion à forte pente de la courbe de déshydratation ainsi obtenue correspond à la transformation du gypse en semi-hydrate ($\text{SO}_4\text{Ca}, 0,5 \text{H}_2\text{O}$), soit à la perte de 1,5 molécule d'eau par le gypse, la branche suivante à pente faible correspondant à la perte de la demi-molécule d'eau restante, et conduisant à la formation d'anhydrite. A cette température il s'agit d'anhydrite dite « soluble », susceptible de se réhydrater rapidement en semi-hydrate par absorption de la vapeur d'eau de l'air (POSNJACK, 1938). Il faut en effet chauffer à des températures bien supérieures, voisines de 350°, pour obtenir la transformation en anhydrite « insoluble » stable.

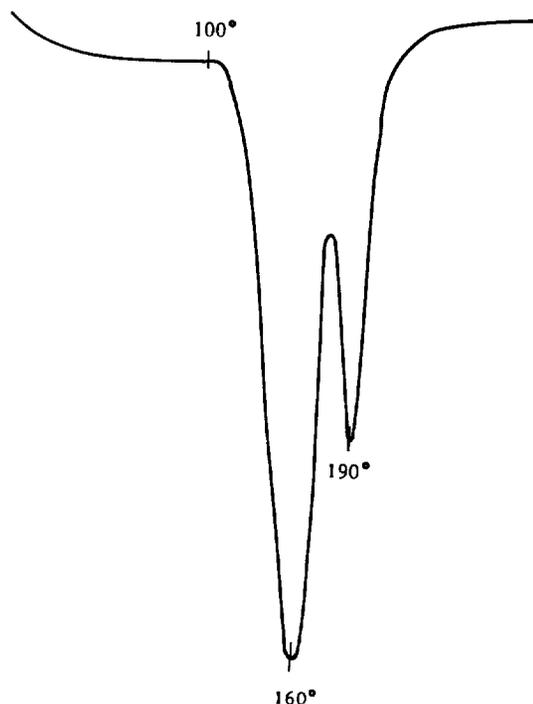


FIG. 8. — Courbe A.T.D. après chauffage à 74°.

Cependant la réhydratation à l'air de l'anhydrite soluble ne dépasse pas le stade du semi-hydrate qui, lui-même, ne se réhydrate pour reformer du gypse qu'en présence d'eau liquide (PIECE, 1952). On observe en effet que les échantillons qui ont été chauffés suffisamment longtemps à 80° pour que soit passé le point de changement de pente se réhydratent dans la nuit, à l'air, jusqu'à une teneur en eau voisine de ce point. Si on recommence à les chauffer à 80°, la déshydratation se fait à la même vitesse que dans la troisième partie de l'expérience précédente (fig. 9).

La seconde déshydratation débute à une teneur légèrement inférieure au point de changement de pente de la première, en raison de l'absorption de petites quantités d'eau. Par contre on peut remarquer que la figure 9 que lorsque la déshydratation est interrompue avant le changement de pente, elle recommence ensuite exactement à partir du point d'arrêt.

1.3. CONCLUSIONS

Il ressort des expériences relatées ci-dessus que la mesure de l'humidité d'un sol gypseux peut être valablement faite en étuve ventilée à une température ne dépassant pas 70°, donc sans dommage pour le gypse, et en extrayant la presque totalité de l'eau

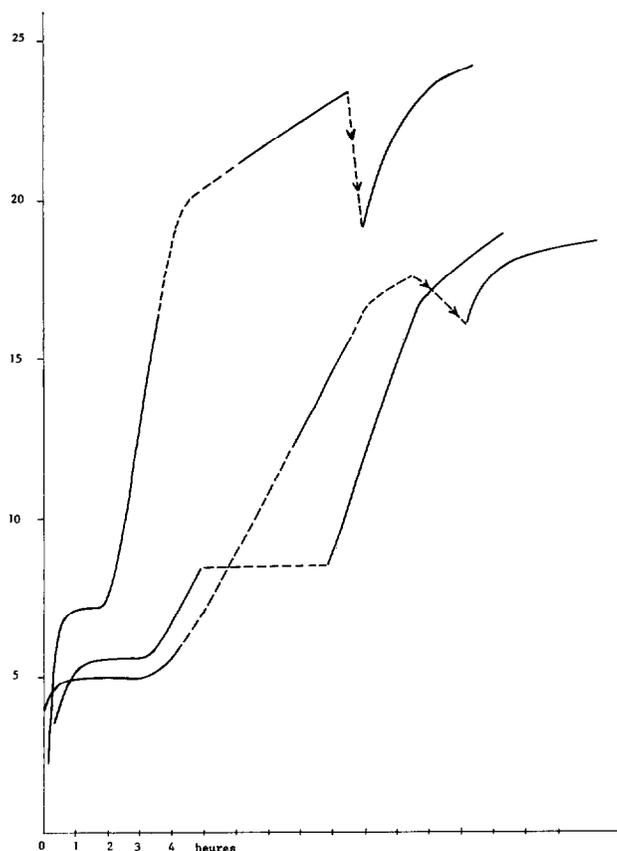


FIG. 9. — Courbes de perte de poids après réhydratation.

	Méthode graphique	Réhydratation	Dosage chimique
Encroûtement gypseux du Djebel Disa	67,5 à 76,4 % (4 éch.)	—	72,3 %
Croûte gypseuse de Oued Magroum	76,4 à 80,3 % (2 éch.)	77,7 à 87,9 % (10 éch.)	80,3 %

La réhydratation à l'air étant susceptible d'amener une reprise d'eau par la fraction non gypseuse, ce qui pourrait expliquer certaines valeurs plus élevées, il a été par la suite procédé à un séchage à l'étuve ventilée à 60° après la réhydratation à l'air.

2.2.2. Séchage en étuve ventilée à 60°, puis à 105° et réhydratation

a. Essais sur une gamme de teneurs croissantes

Dans un premier temps, on a préparé des mélanges d'un échantillon de l'encroûtement gypseux du Djebel d'imbibition; des essais complémentaires sur des sols

non gypseux ont en effet montré que la perte de poids obtenue à 70° en étuve ventilée n'était que très légèrement inférieure à celle que donne l'étuve classique à 105°, la différence n'étant sensible qu'aux très faibles humidités (moins de 5 % en poids).

2. Application au dosage du gypse et de ses formes de déshydratation

2.1. ESTIMATION RAPIDE DU GYPSE

2.1.1. Essais « Cinétique »

Sur les échantillons qui ont été chauffés dans l'étuve Brabander, d'abord à 40-50°, pour faire apparaître le palier dû à l'eau d'imbibition, puis à 80° pour suivre la déshydratation et le passage à la phase semi-hydratée, on a calculé la teneur en gypse en fonction de la perte de poids correspondant à la perte de 1,5 molécule d'eau. Les résultats sont en concordance avec le dosage chimique :

— d'une part, par une méthode graphique, on a déterminé le point correspondant au semi-hydrate au point de rencontre des deux portions de droite (cf. figure 5b, c, d, e);

— d'autre part, par différence entre la valeur obtenue après chauffage à 40-50° et celle qui est mesurée après chauffage à 80° et réhydratation une nuit.

Sur les deux lots d'échantillons les résultats ont été les suivants :

Dissa, préalablement séché à 60°, avec du sol sableux de type sierozem non gypseux du même site, les mélanges contenant de 10 à 90 % du sol gypseux (teneur approximative 70 % en gypse).

On a d'abord humecté les mélanges à l'eau distillée, et après passage à l'étuve à 60° pendant 24 heures, on a vérifié la permanence de l'hydratation (P'_1). On a ainsi obtenu des différences négligeables (0,1 à 0,45 %) avec les poids de départ (P_1). Après séchage à 105°, refroidissement et pesée (P'_2), on a obtenu une variation régulière de la perte de poids après correction de la perte d'eau due au sable pur; il en a été

de même, mais avec une pente faible, après réhydratation à l'air et séchage à 60° (P'₃) (fig. 10).

Enfin les échantillons ont été mélangés à un excès d'eau pour vérifier la réhydratation complète en phase dihydratée (P'₄). Après ce traitement, les différences avec les poids initiaux sont restées pratiquement

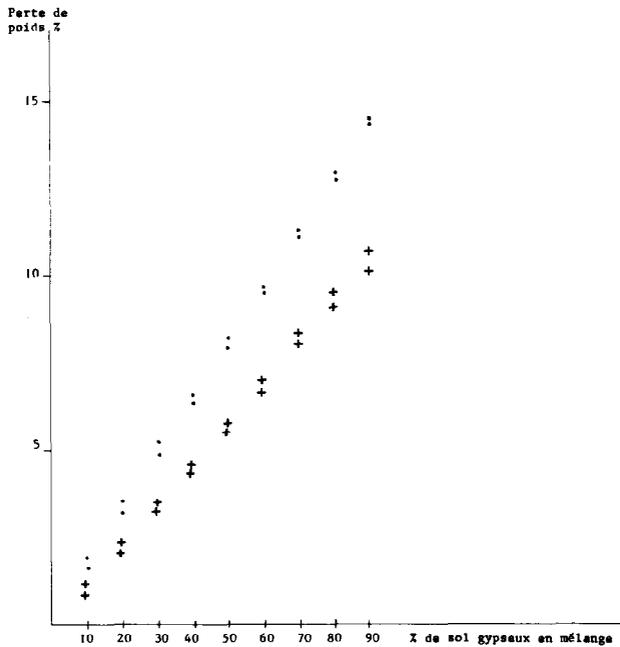


FIG. 10. — Perte de poids en fonction de la teneur en gypse : chauffage à 105° 3 heures (point inférieur après correction P'₁ - P'₂) + id. + réhydratation à l'air (point inférieur après correction P'₁ - P'₃).

négligeables (0,1 à 0,65 %). On a porté dans le tableau I les valeurs des pertes de poids en rapport avec les teneurs croissantes en sol gypseux, les pourcentages de gypse calculés correspondants, ainsi que la valeur théorique de la teneur en gypse de l'échantillon ayant servi au mélange.

On voit que les points des différents traitements sont correctement alignés (fig. 11). Les pentes des droites représentant les deux types de traitement (P'₁ - P'₂) et (P'₁ - P'₃) sont bien dans le rapport de pertes d'eau respectives de 2 et 1,5 molécules. Pour un même échantillon, le rapport de ces pertes varie en effet de 1,30 à 1,35 (sauf pour l'échantillon à 10 % de sol gypseux où il n'est que de 1,25), soit très proche du rapport théorique 1,33 (36/27).

Cependant, si l'on calcule la teneur théorique réelle du sol gypseux ayant servi au mélange (fig. 12), on s'aperçoit que c'est la dernière méthode qui livre les résultats les plus réguliers.

b. Influence des alternances de déshydratation et de réhydratation

Un autre essai a été réalisé pour vérifier que les successions de déshydratation et de réhumectation ne faisaient pas apparaître de semi-hydrate stable. Deux lots d'échantillons du même sol du Djebel Dissa ont été utilisés :

- l'un a été prélevé après une pluie,
- l'autre en pleine saison sèche au même endroit.

D'abord séchés à 50°, les échantillons ont été ensuite humectés (100 ml d'eau distillée pour 2 g de sol), puis de nouveau séchés à 50°, sans variation de poids notable. De même, après séchage à 105° et pesée, puis réhumectation et de nouveau passage à

TABLEAU I

Calcul de la teneur en Gypse après divers traitements

% de sol gypseux en mélange	(P' ₁ - P' ₂) %	Gypse % dans mélange	Gypse % dans encroût.	(P' ₁ - P' ₃)	Gypse % dans mélange	Gypse % dans encroût.	(P' ₄ - P' ₃)	Gypse % dans mélange	Gypse % dans encroût.
10	1,92	9,17	91,7	1,53	9,74	97,4	1,13	7,23	72,3
20	3,51	16,77	83,85	2,60	16,56	82,8	2,29	14,59	72,9
30	5,18	24,75	82,50	3,83	24,40	81,3	3,49	22,26	74,2
40	6,52	31,15	77,9	4,92	31,30	78,2	4,48	28,54	71,3
50	8,13	38,84	77,7	6,07	38,7	77,4	5,69	36,27	72,5
60	9,60	45,87	76,4	7,25	46,2	77,0	6,56	41,79	69,6
70	11,15	53,27	76,1	8,55	54,5	77,9	7,96	50,74	72,5
80	12,88	61,54	76,9	9,64	61,4	76,7	8,97	57,14	71,4
90	14,44	68,99	76,6	10,71	68,3	75,9	10,03	63,93	71,0

105°. Enfin les échantillons séchés à 105° ont été réhumectés et séchés à 50°. Le tableau II présente les valeurs de la teneur en gypse calculée, soit pour une perte de 2 molécules d'eau par chauffage à 105°, soit

par la perte de 1,5 molécule d'eau par chauffage à 105°, réhydratation en « chambre humide » et séchage à 60°.

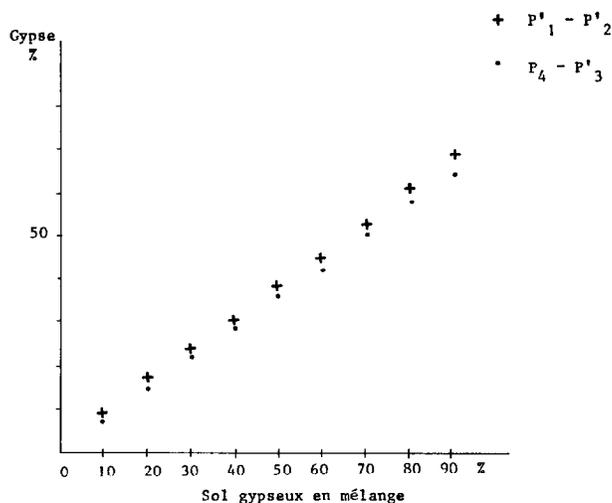


FIG. 11. — Calcul de la teneur en gypse en fonction des pertes de poids.

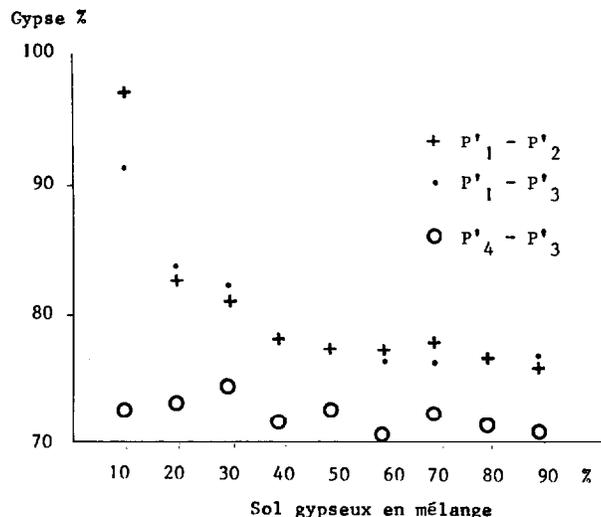


FIG. 12. — Calcul de la teneur en gypse du sol gypseux en mélange.

TABLEAU II

Calcul de la teneur en gypse en fonction des pertes de poids

		$\frac{172}{36}$	$\frac{172}{9}$	$\frac{172}{27}$
	$(P_1 - P_2)$	$(P_3 - P_2)$	$(P_1 - P_3)$	
Sol humide (humidité 16,2 %)	1	78,3	84,6	76,2
	2	84,7	91,6	82,4
	3	82,1	88,1	80,1
	4	86,3	88,6	87,3
Sol sec (humidité 0,4 %)	1	83,9	83,5	84,0
	2	80,1	78,7	82,5
	3	83,0	79,3	84,2
	4	79,8	82,7	78,9

P₁ = Poids après séchage à 60° 24 h; P₂ = Poids après séchage à 105° 3 h; P₃ = Poids après réhydratation en « chambre humide » + 60° 24 h.

On voit que la dispersion des résultats tient plus au type d'échantillon qu'à la procédure de calcul employée. Cependant compte tenu du fait que l'on n'est pas certain, par chauffage à 105°, d'arriver pour la totalité de l'échantillon au stade anhydre, et surtout de ne pas risquer une réhydratation spontanée, il est

préférable de s'en tenir à la différence de poids entre le premier séchage à 60° et le séchage à 105° suivi d'une réhydratation en chambre humide et séchage à 60°, qui correspond à la perte de 1,5 molécule d'eau exactement, comme le prouvent les essais rapportés précédemment.

c. Extension à la série

Cette méthode a été utilisée en série pour un lot d'échantillons d'une toposéquence sur encroûtement gypseux du Djebel Halouga.

Pour une trentaine d'échantillons analysés deux fois par cette méthode et par le dosage chimique, on a obtenu la relation suivante entre les deux séries de résultats :

$$\% \text{ Gypse}_{\text{chimie}} = \% \text{ Gypse}_{\text{« eau »}} \times 0,855 + 7,23$$

$$r = 0,955 \quad (\text{fig. 13})$$

Les divergences constatées, généralement peu importantes, peuvent sans doute être attribuées à des erreurs d'échantillonnage. D'autre part, les résultats de l'analyse chimique sont le plus souvent inférieurs à ceux que donne le calcul à partir des pertes de poids, du fait que l'analyse chimique a été faite sur des échantillons simplement séchés à l'air.

Afin de le vérifier, les deux types d'analyse ont été

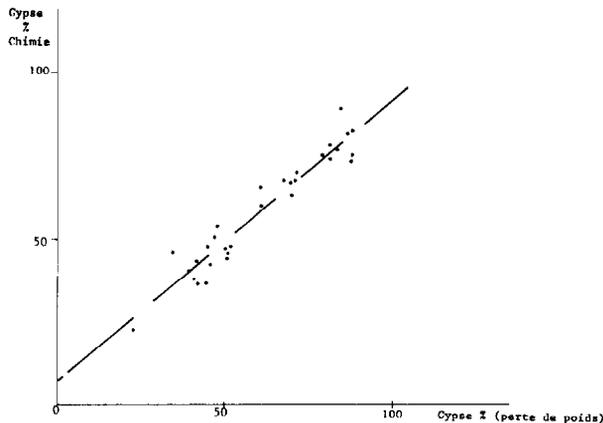


FIG. 13. — Comparaison de l'estimation de la teneur en gypse par perte de poids et le dosage chimique.

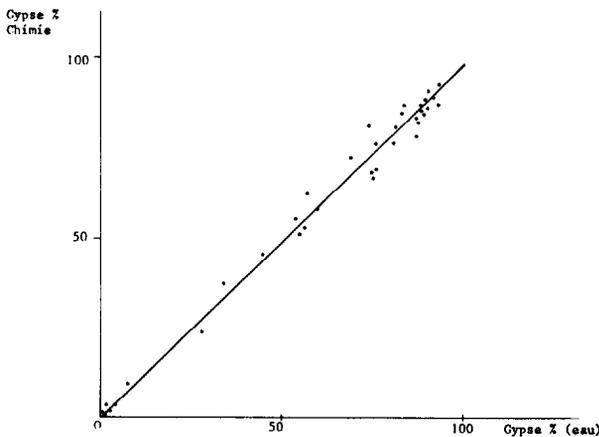


FIG. 14. — Comparaison de l'estimation de la teneur en gypse par perte de poids et le dosage chimique sur la même prise.

effectués sur la même prise pour 42 échantillons, c'est-à-dire que le dosage de SO_4Ca total a été fait sur la totalité de la prise antérieurement déshydratée au stade semi-hydrate. Par conséquent, les résultats obtenus pour le pourcentage de gypse ont été multipliés par le rapport entre le poids de la prise après séchage à 60° et le poids obtenu après séchage à 105° et réhydratation.

Les résultats obtenus par les deux méthodes sont alors plus étroitement corrélés :

$$\text{Gypse}_{\text{chimie}} = 0,979 \text{ Gypse}_{\text{« eau »}} \% - 0,303 \quad (r = 0,9943)$$

On peut remarquer sur la figure 14 qu'une douzaine de points sont au-dessus de la bissectrice, c'est-à-dire

que le gypse dosé par analyse chimique serait supérieur à celui que donne le calcul par perte de poids. On pourrait être tenté d'attribuer cette différence à la présence de sulfate de calcium anhydre, soit à de l'anhydrite soluble, soit à de l'anhydrite naturelle. Or les essais de réhumectation ont montré, dans ce cas, l'absence d'anhydrite soluble réhydratable aisément. Il pourrait donc y avoir éventuellement de faibles quantités d'anhydrite naturelle non hydratée; cette hypothèse devra être vérifiée par des méthodes qualitatives sensibles telles que les rayons X ou la spectrométrie I.R.

Si l'on désire mettre en évidence la présomption d'existence de ces formes anhydres, à côté du semi-hydrate et du gypse, il suffit de procéder, sur la même prise, à une suite d'opérations plus complexes (voir ci-après), mais toujours à la portée d'un laboratoire d'analyses courant. Pour des études moins fines, notamment pour l'estimation de la teneur en gypse en vue de l'analyse granulométrique (correction de la constante de Stokes - voir II, 3.2.), cette méthode simple nous semble suffisante.

2.2. RECHERCHE DES DIVERSES FORMES DU SULFATE DE CALCIUM

Bien qu'il soit assez improbable que des formes moins hydratées que le gypse existent dans les sols, du moins en Tunisie, il peut être utile de les rechercher systématiquement sur des échantillons de faible poids lors des recherches sur la pédogenèse des sols gypseux.

Leur grande hétérogénéité et l'importance de la fraction non gypseuse, considérée comme « impuretés » pour les techniciens du plâtre, interdit de procéder aux divers essais de déshydratation-réhydratation sur des prises différentes comme dans l'industrie du plâtre (PIECE 1952, A.S.T.M. 1954). On a donc mis au point une méthode qui permet de faire tous les essais sur la même prise. La succession des opérations est la suivante (à partir d'un poids de sol P_0 , séché à l'air ou tel quel) :

- (1) séchage en étuve ventilée à 60° pendant 24 heures (P_1)

= si l'on observe une perte de poids, elle correspond à l'humidité de l'échantillon, soit à l'eau mécaniquement liée (cas a), et on a

$$\Theta \% = \frac{P_0 - P_1}{P_1} \times 100$$

= si, au contraire, on observe une augmentation, elle correspond à une absorption d'eau par de l'anhydrite soluble, et dans ce cas il n'y a pas d'humidité (cas b).

- (2) dans le cas b, la détermination de l'anhydrite

soluble se fait par exposition de l'échantillon en chambre humide pendant 6 heures, puis séchage à 60° pendant 24 heures en étuve ventilée (P₂). L'anhydrite soluble est entièrement transformée en semi-hydrate, mais le semi-hydrate initial n'est pas affecté; on a alors :

$$A \% = \frac{P_2 - P_0}{P_0} \times \frac{136}{9} \times 100$$

- (3) après détermination, suivant le cas, de l'humidité ou l'anhydrite soluble, on humecte l'échantillon à l'eau distillée, on équilibre 1 heure en chambre humide et l'on sèche à 60° pendant 24 heures (P₃); l'augmentation de poids éventuelle est proportionnelle à la teneur en semi-hydrate transformé en gypse, et correspondant à la somme : semi-hydrate initial + anhydrite soluble transformée par l'opération précédente; on obtient :

$$\text{cas a} \quad H \% = \frac{P_3 - P_1}{P_1} \times \frac{145}{27} \times 100$$

$$\text{cas b} \quad H \% = \left(\frac{P_3 - P_2}{P_0} \times \frac{145}{27} \right) - \left(A \% \times \frac{145}{136} \right)$$

- (4) par séchage à 105° pendant 3 heures, le gypse correspondant à la somme : gypse initial + semi-hydrate et anhydrite soluble transformés en gypse par l'opération précédente, est déshydraté et partiellement transformé en anhydrite qui, exposée 6 heures en chambre humide puis séchée 24 heures à 60°, se réhydrate au stade semi-hydrate (P₄); on a alors :

$$\text{cas a} \quad G \% = \frac{P_4 - P_1}{P_1} \times \frac{172}{27} \times 100$$

$$\text{cas b} \quad G \% = \left(\frac{P_4 - P_0}{P_0} \times \frac{136}{27} \times H \% \times \frac{136}{145} - A \% \right) \times \frac{172}{136}$$

- (5) on effectue ensuite le dosage chimique de SO₄Ca total. Si la teneur en sulfate de calcium (anhydre) est supérieure à :

$$\text{cas a} : H \% \frac{136}{145} + G \% \frac{136}{172}$$

$$\text{cas b} : H \% \frac{136}{145} + G \% \frac{136}{172} + A \%$$

la différence correspond à de l'anhydrite naturelle.

La suite des opérations et calculs est schématisée dans la figure 15.

Remarquons que, dans le premier cas, les teneurs en eau, semi-hydrate, gypse ou anhydrite naturelle sont données par rapport au sol séché à 60°, alors que dans le second, les teneurs en anhydrite soluble, semi-hydrate, gypse ou anhydrite naturelle le sont par rapport au sol séché à l'air. Il y a cependant équivalence puisque l'existence d'anhydrite soluble exclut la présence d'eau d'imbibition dans le second cas, par suite de son fort pouvoir déshydratant.

Notons enfin que cette méthode, outre qu'elle implique que toutes les déterminations soient faites sur la même prise, ce qui a pour effet d'éliminer les erreurs dues à l'hétérogénéité de l'échantillon, présente l'avantage de ne pas nécessiter d'extraire l'eau totale (humidité + eau de constitution) à haute température, indispensable pour les méthodes mises en œuvre par les plâtriers (PIECE, 1952), mais fastidieuse pour les analyses en série.

2.3. ESTIMATION PAR L'ANALYSE THERMIQUE DIFFÉRENTIELLE

2.3.1. Dosage du gypse

Les mêmes mélanges d'encroûtement gypseux et de sierozem ont été passés en ATD. La variation de la teneur en gypse est bien illustrée par l'augmentation progressive des pics endothermiques (fig. 16). Simultanément, on assiste à une augmentation des températures des « accidents » quand augmente la teneur en gypse. La mesure de la surface de ces accidents semble ainsi que le conseille JAHAN *et al.*, être une meilleure estimation que la hauteur des pics (fig. 17). Néanmoins, cette méthode ne présente qu'un intérêt limité pour ce dosage en raison du temps nécessaire; par contre l'ATD est un excellent procédé de contrôle des autres méthodes de dosage basées sur le séchage à différentes températures.

Compte tenu de la légère pénétration des pics dans les conditions de l'expérience, qui dépendent notamment de la vitesse de chauffe et de la forme de l'enceinte et des creusets, la surface de l'ensemble des 2 pics est inférieure à la somme des surfaces des deux pics pris individuellement.

Il est possible de pallier à cet inconvénient en considérant que la nature des deux réactions successives de déshydratation est suffisamment proche pour que les vitesses soient pratiquement identiques, ce qui

θ : humidité pondérale A : anhydrite soluble
 H, H', H'' : semi-hydrate G, G' : gypse
 AN : anhydrite naturelle R : résidu (quartz, argile, calcaire, ...)

$SO_4 Ca$: sulfate de calcium anhydre (dosage chimique)

On part d'un poids P_0 de sol (env. 10 g.)

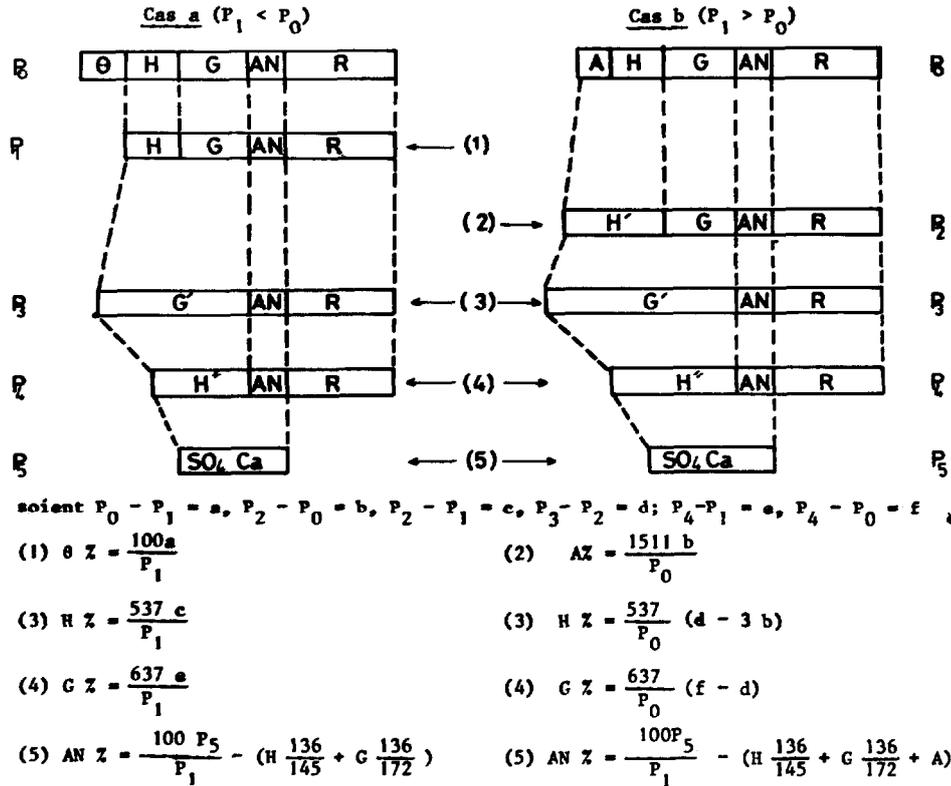


FIG. 15. — Schéma des étapes du dosage des formes plus ou moins hydratées du sulfate de calcium.

autorise à prolonger les courbes, à partir du point de rebroussement entre les deux pics, parallèlement aux branches externes, de façon à déterminer la surface oblitérée par la pénétration des pics (fig. 18).

Lors de la mesure de la surface totale, il est donc possible de prendre en compte cette surface masquée en déplaçant le planimètre dans le sens des flèches de la figure.

2.3.2. Détection de la présence éventuelle de semi-hydrate

Dans le but de vérifier la précision du dosage du

semi-hydrate, on a préparé, à partir d'un échantillon homogénéisé de l'encroûtement gypseux du Djebel Dissa, une certaine quantité de semi-hydrate, contrôlé par ATD, par chauffage à 105° et réhydratation à l'air. Ce matériel a été ensuite mélangé au sol gypseux préalablement séché à 60° dans les proportions : 1-3, 2-2, 3-1. Ces trois échantillons ont été ensuite passés à l'ATD et analysés par la procédure proposée.

On peut voir sur la figure 19 que l'ATD rend fidèlement compte des contributions respectives du gypse et du semi-hydrate dans la taille et la surface des pics endothermiques.

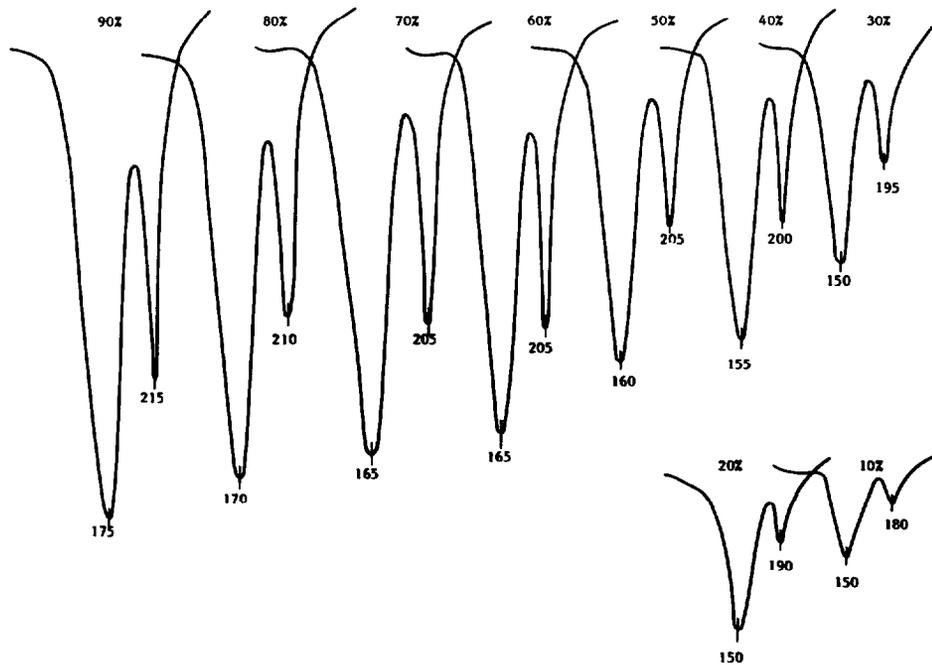


FIG. 16. — Courbes A.T.D. du sol gypseux en mélange.

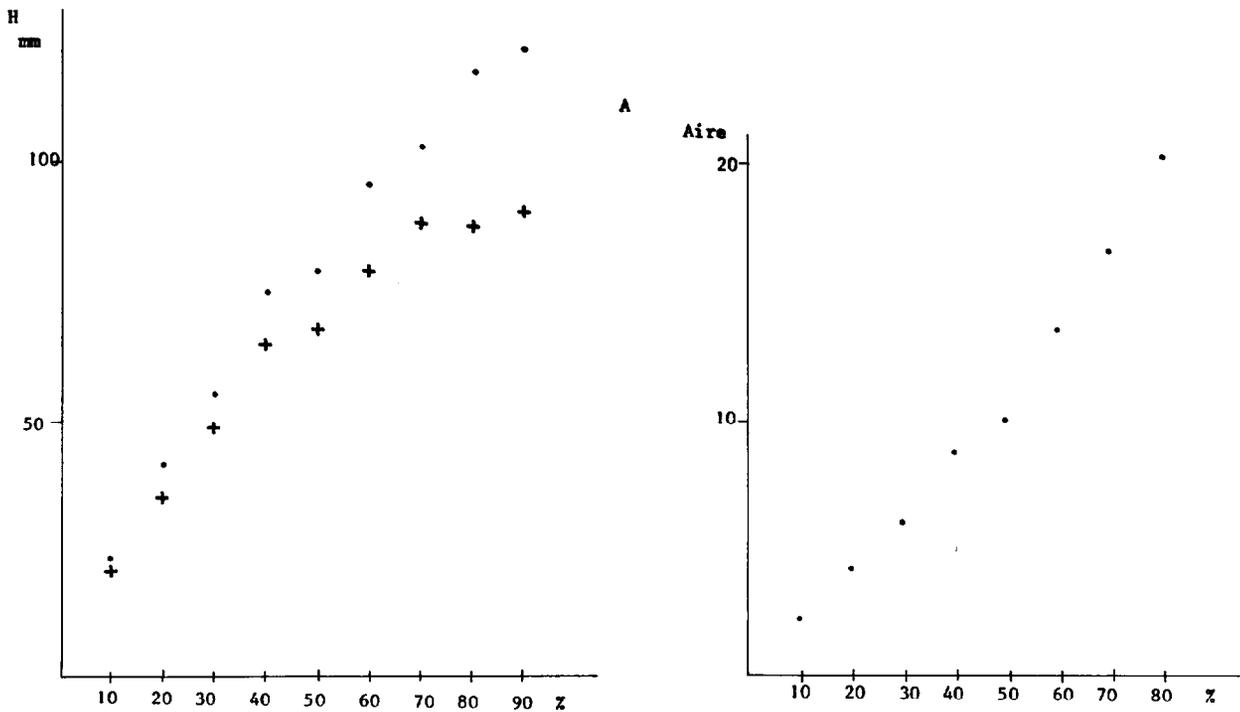
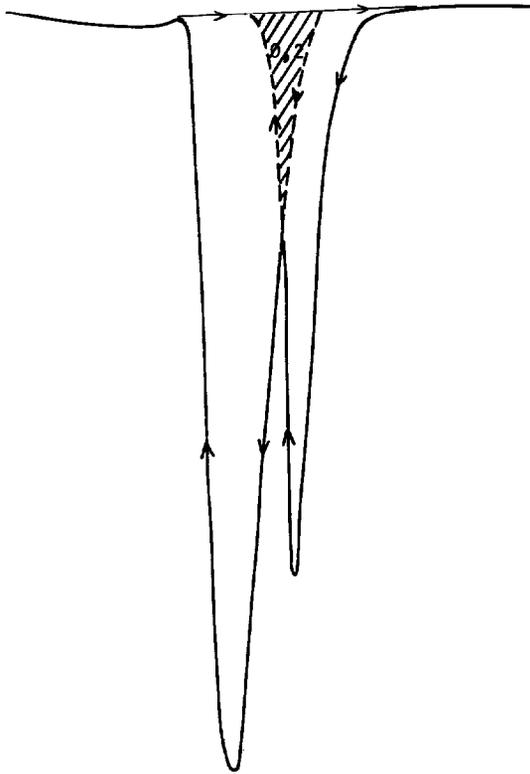


FIG. 17. — Evaluation de la teneur en gypse par A.T.D.

- A - hauteur des pics
- 1^{er} pic endothermique
- + 2^e pic endothermique
- B - Aire des pics



Si l'on mesure l'aire des pics par planimétrie et que l'on retranche l'aire du second pic de l'hémi-hydrate pur (fig. 17-e), on s'aperçoit alors que les surfaces correspondant au premier pic seul sont dans le rapport des proportions de gypse en mélange :

Gypse %	100	75	50	25
Surface	228	163	111	54

Par ailleurs, les mesures de perte de poids donnent, pour la teneur en gypse de l'échantillon d'origine, respectivement 88,6 %, 90,4 % et 93,7 % dans les mélanges à 75, 50 et 25 %.

2.4. CONCLUSIONS. IMPLICATIONS GÉNÉTIQUES

La méthode de dosage du gypse par perte de poids semble donc particulièrement facile à mettre en œuvre, ne nécessitant que des pesées de précision moyenne, une balance donnant le centigramme étant largement suffisante. Par ailleurs, la possibilité de réaliser de grandes séries permet de doubler, voire de tripler les déterminations sur un même échantillon pour parvenir à une meilleure précision.

Notons aussi que la présence éventuelle de semi-

FIG. 18. — Mesure de la surface réelle des pics endothermiques de gypse.

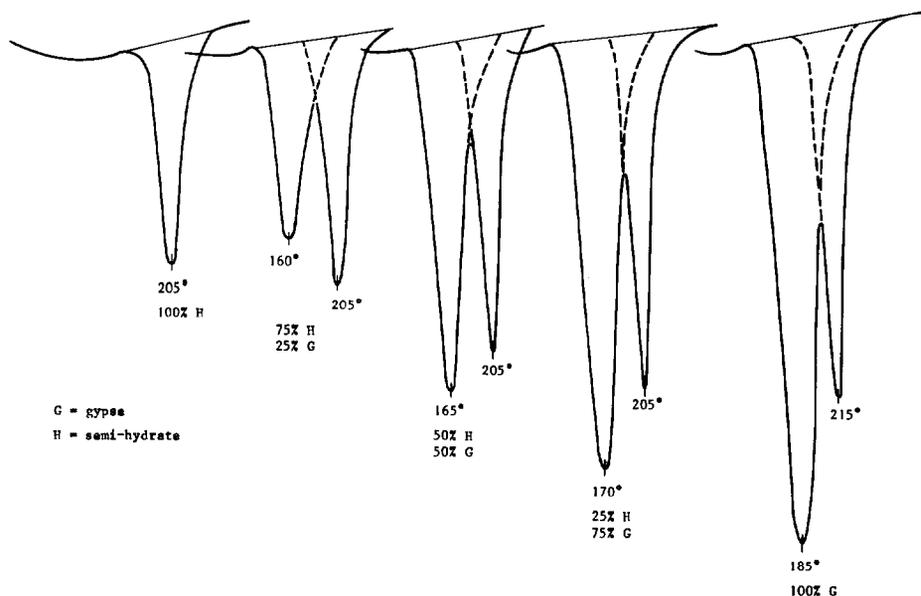


FIG. 19. — Courbes A.T.D. de mélanges gypse-semi-hydrate.

hydrate peut être décelée après séchage à 60°, par addition d'eau et nouveau séchage à 60°. De même, l'analyse granulométrique impliquant, pour la séparation des différentes fractions (sables grossiers, sables fins, limons grossiers, limons fins et argile), le séchage en étuve, l'emploi de l'étuve ventilée aux températures de 60° et 105°, suivi d'une réhumectation pour le second passage, devrait permettre une évaluation de la répartition du gypse dans les différentes fractions, ce qui peut être très utile pour la compréhension de la pédogenèse des sols gypseux.

Enfin comme on l'a vu ci-dessus, il semble fort improbable que le semi-hydrate puisse se former *in situ* par un processus de déshydratation qui ne débiterait que pour des températures supérieures à 70 °C à la pression normale, et qui, poursuivies suffisamment longtemps, devraient conduire progressivement à un stade beaucoup plus déshydraté, voire à l'anhydrite.

Comme on a d'autre part constaté que l'anhydrite réversible, obtenue par chauffage au-dessous de 200 °C, se réhydrate aisément à l'air jusqu'au stade semi-hydrate, il semble plus vraisemblable d'attribuer à la réhydratation de l'anhydrite naturelle l'existence de semi-hydrate naturel comme la bassanite, plutôt que par une déshydratation du gypse, qui est l'hypothèse généralement avancée.

Dans le cycle des sulfates de calcium proposé par JAUZEIN (1974) il s'avère que dans la plupart des cas le dépôt de sulfate de calcium se fait uniquement sous la forme dihydratée, le gypse. La pression qui intervient au cours de l'enfouissement des sédiments provoque l'abaissement de la température de transition gypse-anhydrite, et les couches profondes (à partir de 500 à 3.000 m) sont ainsi complètement transformées en anhydrite (même à des profondeurs plus faibles en présence de sels). Ensuite, au cours de l'épédiagenèse consécutive à des remontées tectoniques ou à l'ablation de la couverture, l'anhydrite se réhydrate *partiellement ou totalement*.

Sachant que la présence d'eau liquide est nécessaire à la réhydratation complète jusqu'au stade gypse, il est permis de penser que sous des climats secs et arides, la transformation puisse s'arrêter au stade semi-hydrate, la bassanite. Cette hypothèse semble d'ailleurs confirmée par les expériences de BOROS et JUHASZ (1973) qui ont montré que la tension de vapeur d'eau doit excéder 0,84 pour que la condensation provoque la formation d'eau liquide propice à la transformation de l'anhydrite en gypse. Pour des tensions comprises entre 0,32 et 0,84, ces auteurs n'ont pratiquement obtenu que du semi-hydrate.

3. Amélioration de l'analyse granulométrique

3.1. PRÉVENTION DE LA FLOCCULATION

3.1.1. Mise au point de la méthode de dispersion

Dans un premier temps, on a étudié la stabilité de la suspension sous l'influence des temps de contact avec le dispersant et de la quantité de gypse en présence. Il s'est avéré qu'aux fortes concentrations (supérieures à 50 %) la stabilité était insuffisante. On a donc procédé d'une manière différente de la procédure classique, au cours de laquelle on prélève d'abord les fractions correspondant à l'argile plus les limons fins (a + l) puis à l'argile (a), avant de laver les « sables » et de les tamiser pour avoir les fractions grossières. Ici, afin de diminuer les risques de dissolution du gypse dans la suspension, on a procédé d'abord à un tamisage sous l'eau de la fraction supérieure à 50 microns, avant d'homogénéiser la suspension pour la mesure des fractions fines (BEGHEIJN *et al.* 1971). Par ailleurs, l'agitation avant tamisage, en présence du dispersant, ici de l'hexamétophosphate de sodium, a été prolongée jusqu'à 15 à 16 heures. On a pu ainsi constater, par des prélèvements échelonnés à profondeur croissante que la suspension restait stable.

3.1.2. Contrôle de la stabilité de la suspension

Comme le note BALLIF (1965) « le fait de trouver une teneur en argile maximale n'est pas suffisant pour tester la validité d'une méthode. Elle doit être confirmée par la constance des résultats ». Nous avons donc testé la méthode décrite ci-dessus sur une série de suspensions d'un même échantillon dans lesquelles des prélèvements ont été faits successivement, à des profondeurs croissantes proportionnelles aux temps de sédimentation. Deux prélèvements ont été faits dans chaque allonge.

Les résultats montrent que la différence entre deux prélèvements successifs a tendance à croître quand la profondeur de prélèvement, donc le temps de sédimentation, croît. L'erreur relative se maintient entre 5 et 10 % entre 10 et 15 cm de profondeur, mais peut atteindre 25 % à 20 cm. Il convient donc de se limiter à une profondeur de 10 cm pour le prélèvement de la fraction « argile + limon ». Par contre les particules les plus fines semblent plus stables et pour la fraction « argile », généralement prélevée après 6 heures à moins de 10 cm, les variations sont très faibles.

Néanmoins il convient de faire particulièrement attention aux variations de température et surtout à ne pas effectuer les analyses à une température supérieure à 25°.

3.2. PRISE EN COMPTE DU POIDS SPÉCIFIQUE DU GYPSE

3.2.1. Modification de la constante de Stokes en fonction de la teneur en gypse

La densité du gypse est d'environ 2,32. On saisit aussitôt l'intérêt d'en tenir compte pour le calcul de la constante de Stokes. Extrapolant les données de S. MERIAUX, il apparaît que pour des concentrations en gypse élevées, fréquemment observées dans les sols calcomagnésimorphes gypseux encroûtés (teneur maximum 80 à 90 % !), l'erreur relative sur les particules fines pourrait atteindre et même dépasser 20 %.

En effet la valeur de la constante de Stokes, à 25 °C

$$\text{par exemple est égale à : } C = \frac{2}{9} \frac{2,65 - 0,997}{8,95 \cdot 10^{-3}} \times 9,81$$

Si la densité réelle passe de 2,65 à 2,35, le temps de sédimentation à retenir pour un prélèvement à la profondeur H donnée sera modifié comme suit :

sachant que $T_1 = \frac{H}{C_1 r^2}$ r étant le rayon équivalent de la

particule pour un échantillon gypseux on aura :

$$T_2 = \frac{H}{C_2 r^2}$$

$$\text{d'où } T_2 = T_1 \times \frac{1,65}{1,35} = T_1 \times 1,22$$

soit une différence supérieure à 20 %. Le temps théorique calculé sans tenir compte du gypse étant inférieur, la valeur des fractions « argile + limon » sera ainsi surestimée.

Inversement, pour un temps T donné (cas du prélèvement de la fraction « argile ») la profondeur théorique sera supérieure à celle qu'il conviendrait d'utiliser et la fraction correspondante sera également surestimée. Notons que l'erreur commise ici est de sens inverse à celle qui est due à la floculation.

Compte tenu de la densité du gypse, la densité moyenne d'un échantillon contenant X % de gypse sera :

$$\frac{2,65(100 - X) + 2,317 X}{100} = 2,65 - \frac{X}{300}$$

Le poids spécifique de l'eau ne variant pratiquement pas dans la gamme de température commune au laboratoire, de 0,99826 à 20° à 0,99677 à 30°, donc peu différent de l'unité, l'expression de C devient :

$$C = \frac{2}{9} \frac{(2,65 - \frac{X}{300} - 0,997) \times 9,81}{\eta_t}$$

3.2.2. Comparaison de la densité calculée en fonction de la teneur en gypse avec la densité réelle

Sur quelques échantillons étudiés au cours de ces recherches, on a procédé à la mesure de la densité réelle au picnomètre. On sait que cette mesure est très délicate (AUDRY *et al.*, 1973). La solubilité assez importante du gypse dans l'eau nous interdisant d'utiliser ce liquide, des solvants organiques, comme le benzène, ou mieux, le tétrachlorure de carbone, ont dû être employés pour aboutir à des résultats cohérents.

Ainsi, sur une vingtaine d'échantillons, on a observé la relation suivante :

$$d_r = 2,608 - 0,0034 G \% \quad (r = 0,9078) \quad (\text{fig. 20})$$

contre 2,65 - 0,0033 G % pour la relation théorique.

Si l'on tient compte également de la présence de calcaire (densité théorique 2,72) dans des proportions qui peuvent atteindre 20 % dans les échantillons gypseux, la comparaison de la densité calculée à la densité réelle aboutit à la relation suivante :

$$d_r = 0,9858 d_{\text{calculée}} - 0,015 \quad (r = 0,9112)$$

On peut voir que la correction en fonction de la teneur en gypse est justifiée.

3.2.3. Calcul des paramètres de prélèvement pour les sols gypseux

$$\text{De la relation (1), on tire : } V = \frac{H}{T} = Cr^2$$

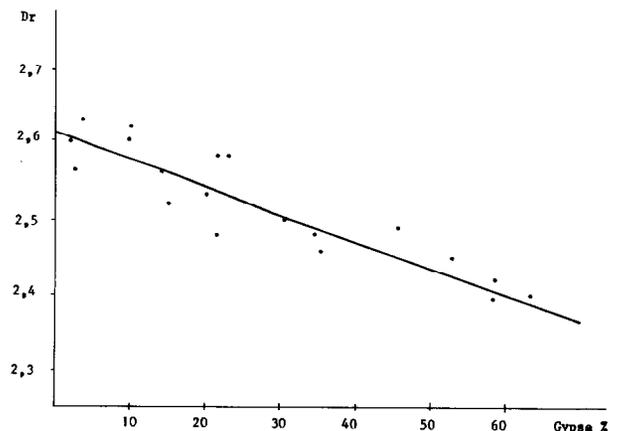


FIG. 20. — Variation de la densité réelle en fonction de la teneur en gypse.

et de là on calcule les valeurs de T (sec.) pour le prélèvement de la fraction (argile + limon), ou de H (cm) pour le prélèvement de la fraction argile correspondant à la teneur en gypse et à la température.

Pour les particules de diamètre inférieur ou égal à 0,02 mm, en prenant H = 10 cm, il vient :

$$T_{\text{sec.}} = \frac{H}{C \cdot r^2} = \frac{10 \times 137,61 \times \eta}{(496 - X) \times 10^4} = \frac{A_t}{496 - X}$$

Les temps de sédimentation pour le prélèvement de la fraction (A + L) à 10 cm de profondeur sont portés dans le tableau III pour des températures comprises

entre 20° et 30°, et pour des teneurs en gypse variant de 0 à 100 % de 10 en 10.

Pour les particules de diamètre inférieur ou égal à 0,002 mm, la profondeur de prélèvement après 6 heures de sédimentation se calcule comme suit :

$$H_{\text{cm}} = \frac{(496 - X)}{137,61 \times \eta} = A'_t (496 - X)$$

On a porté dans le tableau IV les valeurs de profondeur, pour un temps de sédimentation de 6 heures, correspondant aux températures de 20° à 30° et pour des teneurs en gypse croissant, de 10 en 10, de 0 à 100 %.

TABLEAU III

Temps de sédimentation pour la mesure de (A + L) à H = 10 cm en fonction de la teneur en gypse et de la température.

$$T_{\text{sec}} = \frac{A_t}{496 - X}$$

Teneur en gypse

T°	A _t	0	10	20	30	40	50	60	70	80	90	100 %
20°	138.848,49	4'40	4'46	4'52	4'58	5'04	5'11	5'18	5'26	5'34	5'42	5'51
21°	135.408,24	4'33	4'39	4'44	4'51	4'57	5'04	5'11	5'18	5'26	5'34	5'42
22°	132.243,21	4'27	4'32	4'38	4'44	4'50	4'57	5'03	5'10	5'18	5'26	5'34
23°	129.078,18	4'20	4'26	4'31	4'37	4'43	4'49	4'56	5'03	5'10	5'18	5'26
24°	126.050,76	4'14	4'19	4'25	4'30	4'36	4'43	4'49	4'56	5'03	5'10	5'18
25°	123.460,95	4'08	4'13	4'19	4'24	4'30	4'36	4'42	4'49	4'56	5'03	5'11
26°	120.271,14	4'02	4'07	4'13	4'18	4'24	4'30	4'36	4'42	4'49	4'56	5'04
27°	117.518,94	3'57	4'02	4'07	4'12	4'18	4'23	4'30	4'36	4'42	4'49	4'57
28°	115.041,96	3'52	3'57	4'02	4'07	4'12	4'18	4'24	4'30	4'37	4'43	4'50
29°	112.564,98	3'47	3'52	3'56	4'02	4'07	4'12	4'18	4'24	4'31	4'37	4'44
30°	110.088,01	3'42	3'48	3'51	3'56	4'01	4'07	4'12	4'18	4'25	4'31	4'38

Plus simplement on a construit des abaques (voir en annexe) permettant de lire directement les valeurs de H et de T correctes.

3.3. RÉSULTATS OBTENUS

Au cours des recherches réalisées, on a étudié les modifications de la répartition granulométrique apportées par l'application des méthodes corrigées présentées ci-dessus. On passera successivement en revue les effets dus à l'amélioration de la stabilité de la suspension, au choix de la température de séchage à l'étuve, et enfin à la correction de la constante de Stokes.

Tout d'abord les échantillons utilisés ont été analysés suivant la procédure classique. On trouvera dans le

tableau V les résultats de l'analyse granulométrique de certains d'entre eux, qui s'avèrent être les moins riches en gypse, les autres n'ayant pu être correctement dispersés.

On remarque que dans l'ensemble, la somme des particules décroît quand la teneur en gypse croît, mais cette relation n'est pas générale et certains résultats semblent corrects même avec 10 % de gypse.

3.3.1. Effet de l'amélioration de la stabilité des suspensions

En utilisant telle quelle la méthode préconisée par HESSE, et sans modifier les paramètres de la mesure, on a obtenu sur 8 répétitions, les résultats présentés dans le tableau VI colonne A.

TABLEAU IV

Profondeur de prélèvement pour l'argile après 6 heures de décantation en fonction de la teneur en gypse et de la température.
 $H_{cm} = A'_t (496 - X)$

T°	A' _t .10 ²	Teneur en gypse										
		0	10	20	30	40	50	60	70	80	90	100 %
20°	1,5559	7,72	7,56	7,42	7,25	7,09	6,94	6,78	6,63	6,47	6,32	6,76
21°	1,5955	7,91	7,75	7,59	7,43	7,27	7,11	6,96	6,80	6,64	6,48	6,32
22°	1,6337	8,10	7,94	7,78	7,61	7,45	7,29	7,12	6,96	6,80	6,63	6,47
23°	1,6737	8,30	8,13	7,97	7,80	7,63	7,46	7,30	7,13	6,96	6,79	6,62
24°	1,7139	8,50	8,33	8,16	7,99	7,81	7,64	7,47	7,30	7,13	6,96	6,79
25°	1,7541	8,70	8,52	8,35	8,17	8,00	7,82	7,65	7,47	7,30	7,12	6,95
26°	1,7959	8,91	8,73	8,55	8,37	8,19	8,01	7,83	7,65	7,47	7,29	7,11
27°	1,8380	9,12	8,93	8,75	8,56	8,38	8,20	8,01	7,83	7,65	7,46	7,28
28°	1,8776	9,31	9,12	8,94	8,75	8,56	8,37	8,19	8,00	7,81	7,62	7,43
29°	1,9189	9,52	9,32	9,13	8,94	8,75	8,56	8,37	8,17	7,98	7,79	7,60
30°	1,9621	9,73	9,53	9,34	9,14	8,95	8,75	8,55	8,36	8,16	7,97	7,77

TABLEAU V

Analyse granulométrique classique de sols gypseux
 (lunette de Sidi Mansour)

N° échantillon	132	133	138	139	140	141	144	145	146	151
Argile	12,5	12,0	16,0	14,5	10,5	9,5	13,5	14,5	9,0	14,0
Limon fin	1,0	3,0	6,0	10,5	1,5	8,0	11,0	11,0	8,0	21,0
Limon grossier	4,0	6,0	6,0	5,5	6,0	14,5	5,5	5,5	15,5	12,0
Sable fin	14,0	21,5	35,5	29,5	77,5	49,0	27,0	16,5	51,0	45,0
Sable grossier	52,0	42,5	23,5	27,5	0,5	14,0	30,5	30,0	13,5	5,0
Total	83,5	85,0	87,0	96,0	95,0	87,5	87,5	97,0	97,0	97,0
Gypse %	15,0	9,7	14,0	13,7	2,0	10,1	15,8	12,6	2,5	3,5

TABLEAU VI

Analyse granulométrique de l'encroûtement gypseux du Djebel Dissa (en % terre séchée à 105°)

	A	B	C
Argile	5,8 (5,1 à 6,5)	6,5 (3,7 à 8,6)	13,5 (12,3 à 14,5)
Limon fin	15,0 (12,8 à 18,5)	18,3 (15,6 à 20,9)	19,9 (18 à 21)
Sables (0,5-2 mm)	56,3 (39,1 à 64,2)	63,5 (58,8 à 66,7)	52,3 (49,5 à 55,9)

TABLEAU VII

Analyse granulométrique sans modification de la constante de Stokes
(lunette de la Sebkhah de Sidi Mansour)
Comparaison de deux températures de séchage : 105° (a), 50° (b)

N°chantillon Température	129		130		131		132		134	
	a	b	a	b	a	b	a	b	a	b
Argile	2,8	3,4	8,9	9,1	8,8	8,9	6,7	6,8	5,2	5,6
Limon	22,9	31,5	8,5	8,5	0,5	1,0	2,8	3,3	7,3	7,4
Sable fin	13,2	15,6	38,1	42,6	3,3	3,6	14,8	15,5	47,9	51,1
Sable grossier	34,5	41,8	32,4	38,1	75,5	87,3	61,1	71,3	25,8	29,9
Total	73,4	92,3	87,9	98,3	88,1	100,8	85,4	96,9	86,2	94,0
Gypse %	63,2		58,6		12,5		15,0		34,6	

N°échantillon Température	135		136		137		138		139	
	a	b	a	b	a	b	a	b	a	b
Argile	3,0	3,4	6,3	6,4	2,0	2,3	11,5	11,8	12,7	13,0
Limon	25,0	25,6	4,7	4,7	25,7	27,5	6,0	6,6	6,7	6,7
Sable fin	15,5	17,9	33,3	35,0	17,1	19,4	41,0	42,3	30,8	32,7
Sable grossier	36,5	44,6	41,3	48,1	35,3	42,7	30,8	36,2	38,5	45,3
Total	80,0	91,5	85,6	94,2	80,1	91,9	89,3	96,3	88,7	97,7
Gypse %	42,5		21,6		58,4		14,0		13,7	

N°échantillon Température	140		141		142		143		144	
	a	b	a	b	a	b	a	b	a	b
Argile	6,0	6,5	4,3	4,8	5,4	6,0	11,5	12,9	12,3	14,1
Limon	3,0	3,8	10,1	10,7	6,7	6,8	7,7	8,6	6,7	7,1
Sable fin	83,4	83,9	57,8	59,1	33,2	36,3	30,7	37,6	26,5	30,2
Sable grossier	2,8	3,2	17,9	18,8	37,5	44,9	35,6	37,9	38,1	45,4
Total	95,2	97,4	90,1	93,4	82,8	94,0	85,5	97,0	83,6	96,8
Gypse %	2,0		10,1		39,2		20,0		15,8	

N°échantillon Température	147		148		149		150		152	
	a	b	a	b	a	b	a	b	a	b
Argile	5,1	6,1	8,7	10,6	7,3	8,8	5,8	7,1	13,6	15,0
Limon	11,0	11,2	5,7	5,8	6,2	6,4	4,0	4,3	11,0	11,0
Sable fin	49,3	52,4	31,2	33,3	28,2	29,9	32,2	35,4	54,3	56,5
Sable grossier	18,3	20,0	38,9	46,3	40,9	48,7	38,8	46,6	8,1	8,1
Total	83,7	89,7	84,5	96,0	82,6	93,8	80,8	93,4	87,0	91,8
Gypse %	30,5		21,6		22,9		45,4		21,5	

TABLEAU VIII

*Analyse granulométrique après correction de la constante de Stokes
(lunette de la sebkha de Sidi Mansour)
Comparaison de deux températures de séchage : 105° (a), 50° (b)*

N° échantillon Température	129		130		131		132		133		134	
	a	b	a	b	a	b	a	b	a	b	a	b
Argile	2,6	3,3	5,5	6,4	5,3	6,0	6,2	7,2	7,1	8,6	5,8	6,5
Limon fin	25,9	27,6	7,8	8,0	1,7	1,8	2,2	2,7	3,6	3,7	7,1	7,4
Limon grossier	1,3	1,3	2,2	2,3	0,1	0,1	0,6	0,6	0,7	0,8	2,5	2,5
Sable fin	12,9	15,0	39,9	44,4	2,9	3,2	8,4	8,9	20,3	20,9	45,4	48,8
Sable grossier	36,4	44,3	31,3	36,9	76,0	88,3	67,8	79,4	56,8	64,2	28,5	32,8
Total	79,1	91,5	86,7	98,0	86,0	99,4	85,2	98,8	88,5	98,2	89,3	98,0

N° échantillon Température	135		136		137		138		139		140	
	a	b	a	b	a	b	a	b	a	b	a	b
Argile	2,8	3,6	8,9	9,8	2,9	3,8	9,4	10,5	9,5	10,7	7,0	8,2
Limon fin	19,0	24,8	5,3	5,7	28,4	30,0	5,1	5,5	5,5	5,6	2,3	2,4
Limon grossier	1,6	1,6	1,2	1,2	2,3	2,4	0,8	0,8	1,0	1,0	1,0	1,0
Sable fin	14,6	16,9	32,3	34,0	14,6	16,7	38,5	40,1	29,3	30,0	81,6	82,0
Sable grossier	35,1	43,2	40,9	48,0	32,1	39,1	38,1	42,8	44,7	50,0	3,5	4,1
Total	73,1	90,1	88,6	98,6	80,3	92,0	91,9	99,7	90,0	97,3	95,4	97,7

N° échantillon Température	141		142		143		144		145		146	
	a	b	a	b	a	b	a	b	a	b	a	b
Argile	4,3	4,7	6,8	7,2	8,8	10,2	12,6	13,8	8,3	9,5	2,7	3,7
Limon fin	6,9	7,3	7,3	7,4	5,0	7,0	7,5	7,9	4,0	4,4	5,7	5,8
Limon grossier	3,3	3,4	2,9	2,9	2,1	2,1	2,6	2,6	0,9	0,9	3,9	4,0
Sable fin	61,9	63,0	35,2	38,4	31,3	33,0	30,8	32,4	31,6	32,7	64,8	65,0
Sable grossier	18,8	19,7	36,0	42,8	38,5	46,0	36,2	42,8	44,2	49,4	19,3	19,6
Total	95,2	98,1	88,2	98,7	85,7	98,3	89,7	99,5	89,0	96,9	96,4	98,1

N° échantillon Température	145		148		149		150		151		152	
	a	b	a	b	a	b	a	b	a	b	a	b
Argile	4,9	5,4	12,2	13,7	8,3	10,4	7,1	8,8	8,7	10,2	14,2	15,6
Limon fin	12,0	12,3	7,5	8,3	5,5	6,6	5,5	7,1	10,6	10,7	13,7	14,4
Limon grossier	8,0	8,0	3,8	3,8	2,6	2,7	2,6	2,6	4,5	4,5	7,4	7,5
Sable fin	49,8	52,8	30,1	31,7	25,0	26,5	32,6	35,8	63,1	63,5	51,9	53,9
Sable grossier	18,7	21,7	36,1	43,5	44,0	52,8	38,1	45,2	8,4	8,5	7,0	7,6
Total	93,1	100,2	89,7	101,0	85,4	99,0	85,9	99,5	95,3	97,4	94,2	99,0

En augmentant d'abord le temps d'agitation (une nuit au lieu d'une heure) (colonne B), puis en doublant la quantité de dispersant, ajouté en deux fois, avant et après le tamisage des sables (colonne C), on a pu obtenir des résultats meilleurs et surtout plus groupés.

Si dans le dernier cas les résultats n'atteignent pas encore 100 % (ici 82,5 à 89,1), on remarque immédiatement que le déficit, de 10 à 20 %, peut être mis en rapport avec la teneur en gypse, qui peut produire, par séchage à 105°, un déficit comparable (70/5 à 80/5, soit 15 à 20 % !).

3.3.2. Effet du séchage en étuve ventilée à 50°

Rappelons nous les résultats exposés dans le tableau V : l'erreur par défaut sur la somme des particules est grossièrement proportionnelle à la teneur en gypse. Dans une expérience menée sur les mêmes sols (profils de la lunette de la sebka de Sidi Mansour), et sans modification de la valeur de la constante de Stokes, on a comparé les résultats obtenus sur les différentes fractions granulométriques après chauffage à 50° en étuve ventilée et à 105° en étuve classique (tabl. VII).

On remarque que le déficit est très variable, de 2,2 à 18,6 %, pour des teneurs en gypse variant de 2 à 63,2 %. Cependant la relation est assez lâche :

$$\Delta_{50^\circ - 105^\circ} = 0,19 \text{ gypse } \% + 4,27 \quad r = 0,741$$

Si l'on rapporte ce déficit à 100 %, la corrélation n'est pas meilleure :

$$\Delta_{100\% - 105^\circ} = 0,19 \text{ gypse } \% + 9,63 \quad r = 0,731$$

mais nous savons que les fractions fines n'ont pas été correctement mesurées. Si l'échantillon est plutôt riche en sables (particules supérieures à 0,05 mm) les points sont au-dessous de la courbe ou assez proches. Par contre, dans le cas d'une certaine abondance des particules fines (inférieures à 0,02 mm), les points se situent généralement au-dessus (fig. 21).

3.3.3. Effet de la correction de la constante de Stokes

Après correction de la constante C en fonction de la teneur en gypse, les valeurs présentées dans le tableau VIII montrent les faits suivants :

— les teneurs en argile et limon fin sont sensiblement diminuées, comme on pouvait s'y attendre,

— avec la mesure des limons grossiers, la plupart des valeurs par échantillon se totalisent aux environs de 100 %, sauf pour les échantillons d'une teneur en gypse supérieure à 40 %, où le total ne dépasse pas 90 à 95 %,

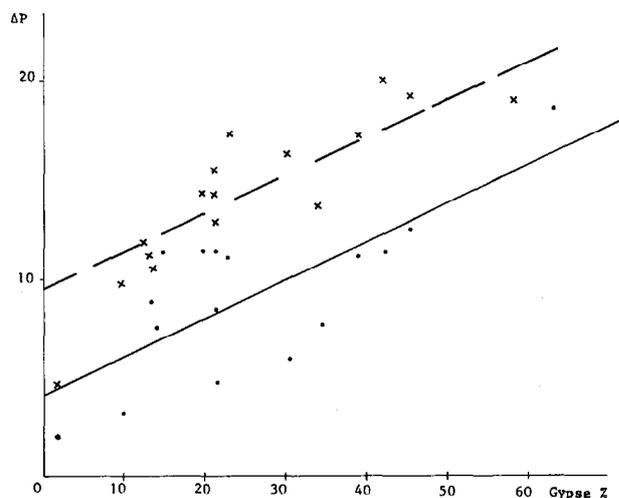


FIG. 21. — Relation entre le déficit au séchage et la teneur en gypse (sans correction de la constante de Stokes).
 • ΔP (50° - 105°)
 x ΔP (100 % - 105°)

— la comparaison des valeurs après séchage à 50° et à 105° montre une meilleure corrélation du déficit avec la teneur en gypse (fig. 22).

$$\Delta_{50^\circ - 105^\circ} = 0,18 \text{ gypse } \% + 2,97 \quad r = 0,857$$

3.3.4. Influence de la répartition du gypse

Lors des calculs effectués pour la correction de la constante de Stokes, nous avons fait l'hypothèse que le gypse était *uniformément réparti dans les diverses fractions*. Or justement la comparaison des valeurs

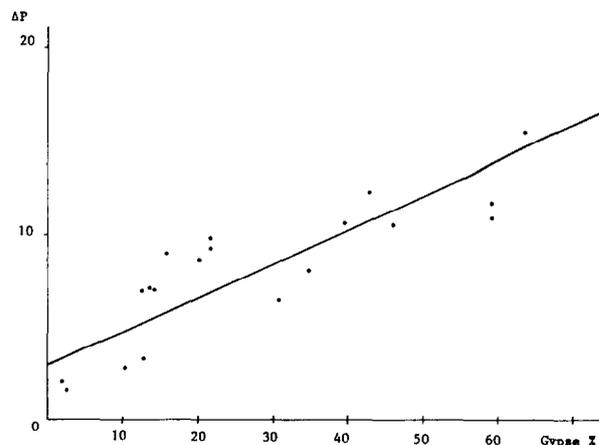


FIG. 22. — Relation entre le déficit au séchage et la teneur en gypse (après correction de la constante de Stokes).

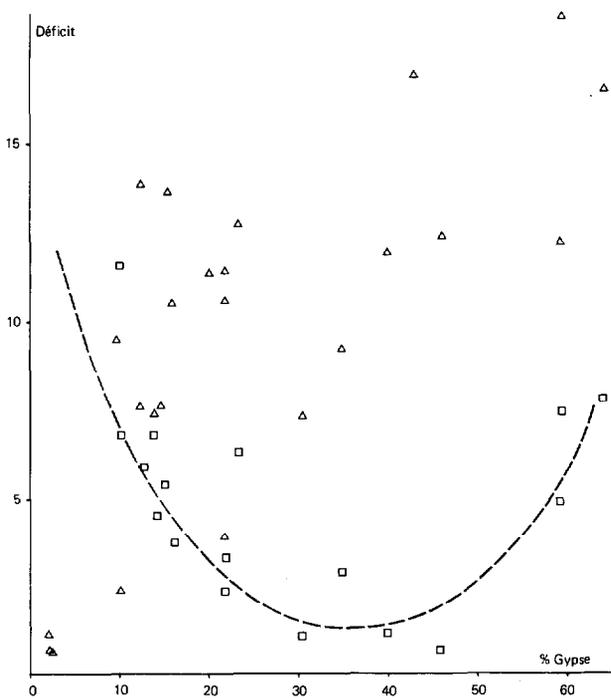


FIG. 23. — Comparaison du déficit (en %) des fractions sableuses et fines en fonction de la teneur en gypse.

□ Fraction fine (< 20 microns)
 Δ Fraction grossière (> 20 microns)

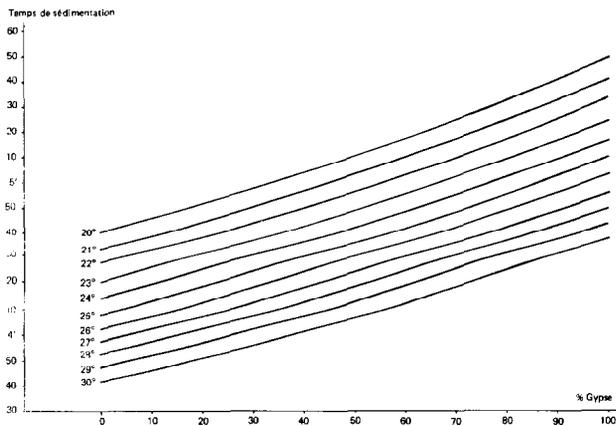


FIG. 24. — Temps de sédimentation pour prélèvement (argile + limon) à 10 cm de profondeur.

4. CONCLUSION

a prise en compte de certaines propriétés du gypse permet donc d'envisager avec quelques chances de

obtenues à 50° et 105° au niveau de chaque fraction montre que ce n'est pratiquement jamais le cas. Il semble, au contraire, que la répartition du gypse entre les différentes fractions évolue quand la teneur globale varie. Ainsi on peut voir sur la figure 23 que, pour les faibles teneurs, inférieures à 15 % environ, le déficit entre les poids obtenus par séchage à 50° et 105° est plus fort pour les particules fines que pour les grossières, alors que c'est l'inverse pour les teneurs plus élevées. Dans le premier cas, où la teneur en gypse des particules fines est plus élevée que dans l'échantillon global, on a donc une surestimation de ces fractions. Quand la teneur est relativement plus élevée pour la fraction grossière, on aura une sous-estimation des particules fines.

Ceci apparaît nettement si l'on compare les résultats du tableau V à ceux du tableau VI. Par l'analyse classique, on obtient toujours plus d'argile et de limon et toujours moins de sable que pour l'analyse corrigée.

D'ailleurs, si l'on se rapporte aux seules fractions grossières, leur variation est sensiblement proportionnelle à celle de la teneur en gypse. On observe cependant une forte remontée de la teneur en gypse dans les particules fines pour des teneurs globales supérieures à 30 %. Ces résultats pourront être utilisés pour comprendre la dynamique des encroûtements gypseux.

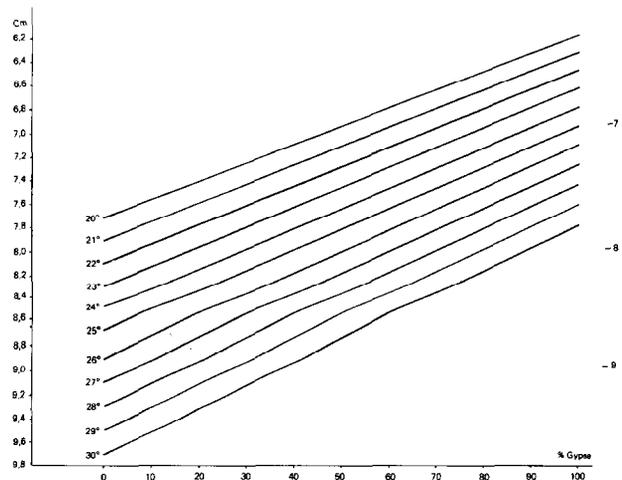


FIG. 25. — Profondeur de prélèvement pour l'argile après 6 heures de sédimentation.

succès l'analyse granulométrique des sols gypseux. Cependant, si l'on peut attendre à bon droit des résultats plus fiables dans le domaine de la stabilité des suspensions et l'absence de déshydratation à basse tem-

pérature, on pourra objecter, à propos de la correction de la constante de Stokes que le choix d'une densité moyenne ne peut s'appliquer correctement ni aux particules gypseuses dont la densité réelle reste 2,32, ni aux autres (quartz ou argiles) dont la densité

réelle serait plutôt proche de 2,65. En effet, si ces différents types de particules sont bien séparés, elles se déplaceront avec des vitesses différentes. Il semble cependant que l'on puisse se satisfaire de ce compromis.

Manuscrit reçu au Service des Publications de l'ORSTOM le 10 décembre 1979.

BIBLIOGRAPHIE

- A.S.T.M., 1954. — Standard Methods of Testing Gypsum and Gypsum Products. C — 26 — 54 : 291-296.
- AUDRY *et al.*, 1973. — Bulletin du groupe de travaux sur la dynamique actuelle des sols — n° 2 - ORSTOM.
- BALLIF (J.L.), 1965. — Critères de la qualité de la suspension en vue de l'analyse granulométrique - *Sc. du Sol*, vol. 1 : 15-32.
- BEGHEIJN (L. TH.), VAN SCHUYLENBORGH (J.), 1971. — Methods for the analysis of soils.
- BERNER (R.A.), 1971. — Principles of chemical sedimentology. Mc Graw Hill.
- BOROS (M.), JUHASZ (Z.), 1973. — Wasseraufnahme des Gipses aus der Luftfeuchtigkeit. *Zement - Kalk - Gips* - n° 5 : 232-233.
- BOWER (C.A.), HUSS (R.B.), 1948. — Rapid conductometric method for estimating gypsum in soils. *Soil Sci*, 66 : 199-204.
- BRUNEL (A.), 1948. — Traité pratique de chimie végétale - tome III.
- COQUE (R.), 1962. — La Tunisie Présaharienne. Etude Géomorphologique.
- COUTINET (S.), 1965. — Méthodes d'analyse utilisables pour les sols salés, calcaires et gypseux. *Agron. Trop.* 12 : 1.242-1.253.
- EIPeltauer (E.), 1958. — Aufberechnung und Überführung des Rohgipsteinen in seinen verschiedenen Halbhydrat - Plasterformen. *Zement-Kalk - Gips* n° 6 : 264-272.
- F.A.O., 1972. — Méthodes d'analyse physique et chimique des sols. *Bull.* n° 10.
- FRIEDEL (B.), 1978. — Zur Bestimmung von Gips in Böden. *Z. Pflanzenernaehr. Bodenk.*, 141 : 231-239.
- GARDET (J.J.), GUILHOT (B.), PIOT (J.), SOUSTELLE (M.), 1970. — Etude de la déshydratation dans l'air et sous vide du sulfate de calcium dihydraté. *Bull. Soc. Chi. Fr.*, n° 3 : 827-831.
- GARDET (J.J.), GUILHOT (B.), SOUSTELLE (M.), 1970. — Etude des formes hydratées du sulfate de calcium. *Bull. Soc. Chi. Fr.*, n° 10 : 3.377-3.382.
- HESSE (P.R.), 1974. — The Euphrates pilot irrigation project. Methods of soil analysis. FAO Raqqa.
- HOLDRIDGE (D.A.), 1965. — The characterization of Plaster. *Trans. Brit. ceram. Soc.*, 64 : 211-231.
- JAHAN (K.), KHAN (A.H.), KAISER (M.A.), 1976. — Quantitative estimation of gypsum differential thermal analysis *Pakistan. J. Sci. Res.* 19-2 : 86-89.
- JAUZEIN (A.), 1974. — Les données sur le système CaSO₄, H₂O et leurs implications géologiques. *Rev. Géol. Phys. Géol., Dyn.* XVI-2 : 151-159.
- KHALIL (A.), GAD (G.M.), 1972. — Comportement thermique du gypse.
- LEBAILLY (M.), 1966. — Déshydratation du sulfate de calcium : étude tensio-gravimétrique. *Rev. Mat. Const.*, n° 615 : 496-502.
- Mac DONALD (G.J.F.), 1953. — Anhydrite-gypsum equilibrium relations. *Amer. J. Sci.*, vol. 251 : 884-898.
- MARCOEN (J.M.), 1974. — Application de l'analyse thermique différentielle, de la spectrométrie infrarouge et de la diffraction des rayons X à l'étude des différents états cristallins d'un minéral hydraté : le gypse. *Bull. Rech. Agron. Gembloux* 9-1 : 12-27.
- MERIAUX (S.), 1954. — Analyse granulométrique par densimétrie. *Ann. Agro.* : 5-59, 149-205.
- MURRAY (R.C.), 1964. — Origin and diagenesis of gypsum and anhydrite. *J. Sed. Petrol* 34-3 : 512-523.
- PERTHUISOT (J.P.), 1978. — La sebkhah de Doukhane (Qatar) et la transformation gypse - anhydrite + eau. *Bull. Soc. Géol. France* XIX-5 : 1.145-1.150.
- PIECE (G.), 1952. — Méthode de dosage des principaux constituants des plâtres de construction - Schweizer Archiv. : 62-64.
- PIECE (R.), 1961. — Analyse thermique différentielle et thermogravimétrie simultanées du gypse et de ses produits de déshydratation. *Bull. Suis. Mineral. Petrog.* : 41-2.

- PIECE (R.), 1970. — Cinétique de la déshydratation du gypse. Etude par thermogravimétrie 9^e Congrès Eurogypsum.
- POSNJACK (E.), 1938. — The system $\text{CaSO}_4 - \text{H}_2\text{O}$ *Amer. J. Sc.* 35 A : 247-272.
- POUGET (M.), 1966. — Mesures d'humidité dans des échantillons de sols gypseux. ES 63 SP HER Tunis.
- POUGET (M.), 1968. — Contribution à l'étude des croûtes et encroûtements gypseux de nappe dans le Sud Tunisien. *Cah. ORSTOM sér. Pédol.*, vol. VI, n° 3/4 : 309-365.
- TANNER, JACKSON, 1947. — Nomographs of sedimentation Times for soil Particles under gravity or centrifugal Acceleration. *S.S.S.A. Proc.* : 60-65.
- SOURDAT (M.), 1961. — Etude pédologique du périmètre de Bir Chenchou - Djebel Dissa - n° 178 DRES Tunis.
- SOURDAT (M.), 1964. — Etude pédologique de Si Mehedeub (zonc sud) - *Rapport multigr.*, n° 257, Tunis., 3 cartes hors-texte.
- SUSINI (J.), 1973. — Recueil des méthodes d'analyses utilisées au laboratoire de la D.E.M.R.H., Alger, *multigr.*
- VERGER (F.), 1976. — Les techniques d'analyse granulométrique. ED. CNRS.
- VIEILLEFON (J.), 1976. — Inventaire critique des sols gypseux de Tunisie. ES 98 DRES.
- VIEILLEFON (J.), 1977. — Recherches sur l'analyse granulométrique des sols gypseux. ES 137 - DRES - Tunis.
- VIEILLEFON (J.), 1978. — Etude de l'application des phénomènes de déshydratation et de réhydratation du sulfate de calcium à l'estimation des teneurs en eau et en gypse des sols gypseux. ES 146 - DRES - Tunis.
- WEIDMANN (T.), 1970. — Differentiel thermo-analytische Untersuchungen am Gips und Anhydrit. *Zement-Kalk-Gips* n° 7 : 293-302.
- WEISEIR (H.B.), MILLIGAN (W.O.), ECKHOLM (W.C.), 1936. — Mechanism of the deshydration of calcium sulphate hémihydrate. *J. amer. chem. Soc.*, vol. 58, 1.261 p.

ANNEXE

PROTOCOLES D'ANALYSE

1. Granulométrie des sols gypseux

- 1 - Traiter 10 g d'échantillon de sol par 40 ml d'une solution à 50 g/l de Cl_2Ba et 20 ml/l de triethanolamine, dans un tube à centrifugation de 50 ou 100 ml. Agiter une heure à l'agitateur mécanique.
- 2 - Centrifuger à 2.000 t/mn pendant 10 minutes et jeter le liquide surnageant. Ajouter 40 ml d'eau distillée et agiter au vibreur pour homogénéiser la suspension; ce lavage a pour but d'enlever les ions Ba^{++} qui sont des flocculants énergiques; poursuivre lavage et centrifugation jusqu'à disparition complète de Ba, contrôlé par l'absence de trouble quand on ajoute une goutte de chromate de potassium.
- 3 - Ajouter 15 ml d'une solution dispersante contenant 4 % d'hexamétophosphate de sodium et 1 % de carbonate de sodium amenée à pH 8,2 par la soude à 10 % (virage rose pâle de la phénolphtaléine); agiter au vibreur.
- 4 - Laisser reposer 30 minutes *exactement*.
- 5 - Laver la pâte de sol à l'eau distillée; agiter 2 minutes et décanter la suspension sur un tamis de 50 microns sous un jet de pissette.
- 6 - Transvaser le refus du tamis dans une capsule; décanter et faire sécher en étuve ventilée à 50-70°, un tamisage ultérieur à sec avec un tamis de 200 microns permet de séparer les fractions 2-0,2 et 0,2 — 0,5 mm.

- 7 - Transvaser le filtrat dans une allonge d'un litre ou dans un ballon de même contenance; y ajouter 15 ml de la solution dispersante et agiter 15 à 16 heures à l'agitateur mécanique.
- 8 - Effectuer les prélèvements pour les fractions (A + L) et (A) aux profondeurs et aux temps commandés par la température et la teneur en gypse; sécher à 50-70° (fig. 24 et 25).
- 9 - Siphoner le contenu des allonges pour éliminer les particules de dimension inférieure à 20 microns. Recueillir le reliquat; décanter, sécher et peser la fraction correspondant à 0,02-0,05 mm.

Note : Compte tenu du point 5, il est nécessaire de programmer la manipulation de façon à ne jamais excéder le temps de contact de 30 minutes.

Remarque : Ce protocole suppose connue le teneur en gypse des échantillons.

Pour s'affranchir d'une détermination chimique assez longue qui peut n'être entreprise qu'ultérieurement, il peut être commode d'estimer approximativement la teneur en gypse par la mesure de la perte de poids due au séchage en étuve ventilée à 60° puis à 105°. La teneur en gypse est alors approximativement égale à cinq fois la différence obtenue.

2. Estimation des teneurs en gypse et autres formes du sulfate de calcium

- 1 - Placer 10 g de sol séché à l'air dans une capsule tarée préalablement séchée une heure à 60° (P_0), et mettre

- à l'étuve ventilée à 60° pendant 24 h. Refroidir en dessiccateur et peser (P₁).
- 2 - Si P₁ est inférieur à P₀, la perte de poids correspond à l'humidité de l'échantillon; passer alors directement à 3 — Si P₁ est supérieur à P₀, placer la capsule en « chambre humide » (enceinte close remplie d'eau à la base) pendant 6 heures puis 24 h à l'étuve à 60°; refroidir et peser (P₂).
- 3 - Ajouter 10 ml d'eau distillée dans la capsule, passer en chambre humide pendant 1 h puis encore 24 h à 60° en étuve ventilée; refroidir et peser (P₃).
- 4 - Placer la capsule dans une étuve classique à 105° pendant 3 h, laisser réhydrater en chambre humide pendant 6 heures puis mettre à l'étuve ventilée à 60° pendant 24 h; refroidir et peser (P₄).
- 5 - Effectuer ensuite le dosage du SO₄Ca total sur le même échantillon (exprimer les résultats en SO₄Ca et non en gypse, SO₄Ca 2 H₂O).

Calculs

Soient P = P₁ - P₀ + 10 le poids de sol séché à 60°

P₀ - P₁ = a, P₂ - P₀ = b, P₃ - P₁ = c, P₃ - P₂ = d,
P₄ - P₁ = e, P₄ - P₀ = f

On obtient :

a. si P₁ < P₀

$$\text{Humidité } \Theta \% = \frac{100a}{P}; \text{ Semi-hydrate H \%} = \frac{537c}{P};$$

$$\text{Gypse G \%} = \frac{637e}{P}$$

$$\text{Anhydrite naturelle An \%} = \frac{100 P_3}{P} - \left(\text{H \%} \frac{136}{145} + \text{G \%} \frac{136}{172} \right)$$

b. si P₁ > P₀

$$\text{Anhydrite soluble A \%} = \frac{1511 b}{P_0};$$

$$\text{Semi-hydrate H \%} = \frac{537}{P_0} (d - 3b)$$

$$\text{Gypse G \%} = \frac{637}{P_0} (f - d); \text{ Anhydrite naturelle An \%} = \frac{100 P_3}{P_0} - \left(\text{H \%} \frac{136}{145} + \text{G \%} \frac{136}{172} + \text{A \%} \right)$$