

OFFICE DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE ET TECHNIQUE OUTRE-MER

CENTRE DES ANTILLES

B.P. 504 Pointe-à-Pitre
GUADELOUPE

Bureau des Sols

B.P. 81 Fort-de-France
MARTINIQUE



OFFICE DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE
ET TECHNIQUE OUTRE-MER
CENTRE DES ANTILLES

R A P P O R T D E M I S S I O N
" L A B O R A T O I R E S "

9-23 juin 1974

J. GAUTHEYROU

Pointe-à-Pitre, le 10 juillet 1974

S O M M A I R E

I/- INTRODUCTION -

A/- Détermination des moyens actuels:

- 1) superficie.
- 2) personnel.
- 3) moyens financiers de fonctionnement et investissements.
matériels existants et en commande.
- 4) sources d'énergie.

B/- Prévisions - programme d'analyses:

- 1) détermination demandées par les pédologues.
- 2) rythme d'expédition.

II/- MESURES A COURT TERME - ETUDE DETAILLEE DES METHODOLOGIES -

1/- Réception des échantillons:

- 11)- séchage
- 12)- réduction à 2 mm (terre fine)
- 13)- détermination du % de terre fine
- 14)- échantillonnage
- 15)- broyage fin
- 16)- stockage et enregistrement
- 17)- numérotation des échantillons
- 18)- personnel nécessaire pour le travail de préparation
- 19)- conclusion

2/- Généralités - Organisation intérieure des laboratoires - Organisation scientifique du travail -

- 21)- centralisation des moyens
- 22)- postes de travail
- 23)- eau distillée et eau permutée
- 24)- séries verrerie - manutention
- 25)- utilisation de plastiques légers à utilisation unique
- 26)- calculs - tables de calculs
- 27)- préparation des réactifs
- 28)- feuilles d'analyses standardisées
- 29)- gestion - commandes produits
- stocks

3/- Méthodes physiques -

- 31)- granulométrie
 - 311)- méthode densimètre
 - 312)- méthode pipette
- 32)- argile dispersable à l'eau
- 33)- densité réelle
- 34)- densité apparente
- 35)- conductimètre électrique
- 36)- pH
- 37)- dominance amorphes
- 38)- sels solubles

- 39)- a) pF 3.0 et 4.2
- b) humidité équivalente
- c) coefficient d'extensibilité linéaire (COLE)
- d) limite d'ATTERBERG
- e) acidité totale

4/- Méthodes chimiques -

- 41)- matières organiques
- 42)- azote total
- 43)- phosphore Assi OLSEN (K, Ca, Mg Assi)
- 44)- capacité de fixation P et K
- 45)- capacité d'échange cations
- 46)- cations échangeables
- 47)- acidité d'échange (Al^{+++} , H^+)
- 48)- oxydes libres

5/- Analyses minéralogiques -

- 51)- argile
- 52)- sables
- 53)- sections minces

6/- Discussion -

7/- Aménagement des locaux -

III/- MESURES A MOYEN ET LONG TERMES -

1/- Les objectifs analytiques et les laboratoires -

2/- Concept laboratoires -

- 21)- partie scientifique (avec plan)
- 22)- réserve échantillons sols, réserve matériels, réserve produits (avec plan)

3/- Laboratoires de routine - Equipement, fonctionnement et moyens.
Introduction à la mécanisation.

- schéma général d'analyses (pédologie, agronomie)
- moyens d'action pour réaliser les analyses de sols
- annexe: étude préliminaire pour l'équipement d'un laboratoire de routine.

4/- Laboratoire de recherche - Pédologie fondamentale -

- schéma directeur - laboratoires communs.

IV/- FORMATION PRATIQUE DES PERSONNELS DES LABORATOIRES DU MINISTERE (AGRICULTURE)

1/- Objectifs de la formation -

2/- Organisation du stage

- annexe (1): exemple d'équipement -

3/- Programmes d'étude -

31)- formation théorique -

- chimie générale élémentaire
- chimie minérale
- dosages divers
- technologies laboratoire
- organisation scientifique du travail
- sécurité du travail
- conférences d'information

32)- formation pratique -

- travaux pratiques sur les analyses de sol, etc ...

33)- projet d'organigramme du stage.

Pointe-à-Pitre, le 10 juillet 1974

MISSION AUPRES DU MINISTERE DE L'AGRICULTURE EN EQUATEUR

QUITO - TUMBACO

10-22 juin 1974

I/-

INTRODUCTION

- Cette première mission d'information de courte durée a pour but d'étudier, dans le cadre de la convention passée entre l'O.R.S.T.O.M. et le Ministère de l'Agriculture de l'Équateur, les mesures à prendre pour intensifier rapidement l'action des laboratoires actuels, de déterminer les besoins en matériels à court et moyen termes et de définir éventuellement un programme d'action permettant de réaliser les objectifs fixés par les équipes de pédologues chargées de la cartographie.

A/- DETERMINATION DES MOYENS ACTUELS -

Le Ministère de l'Agriculture dispose d'un laboratoire installé à proximité de Quito, à TUMBACO. Ce laboratoire est placé sous la direction de l'ingénieur Beatriz H. de MENA et a été utilisé jusqu'à présent pour l'exécution d'analyses de fertilité destinées aux planteurs. Sa conception, sa superficie et son équipement ne répondent donc pas actuellement aux exigences imposées pour la réalisation des analyses de la carte des sols.

Des mesures doivent être prises à court terme et d'ailleurs certaines commandes ont été déjà passées pour pallier les déficiences actuelles, à l'initiative des Drs VERA et MENA.

1)- Les superficies disponibles sont relativement faibles et réparties en deux corps de bâtiments (voir plan en annexe):

- 1 bâtiment central: - rez de chaussée, environ 145 m² bâtis (126 m² utiles) répartis en 8 unités de faibles dimensions, dont 13 m² à usage de bureau.

- 1er étage, environ 145 m² (126 m² utiles environ) répartis en 7 unités dont 64 m² à usage de bureau.

Le sol est recouvert de parquet.

- 1 bâtiment annexe de construction légère de 25 m² environ, destiné à la préparation des échantillons de sol (séchage, broyage, stockage) et une petite annexe de 2 m² environ abritant le compresseur de l'absorption atomique et des bouteilles de gaz,

- 1 citerne de 12 m³ alimente le laboratoire en eau pure.

.../...

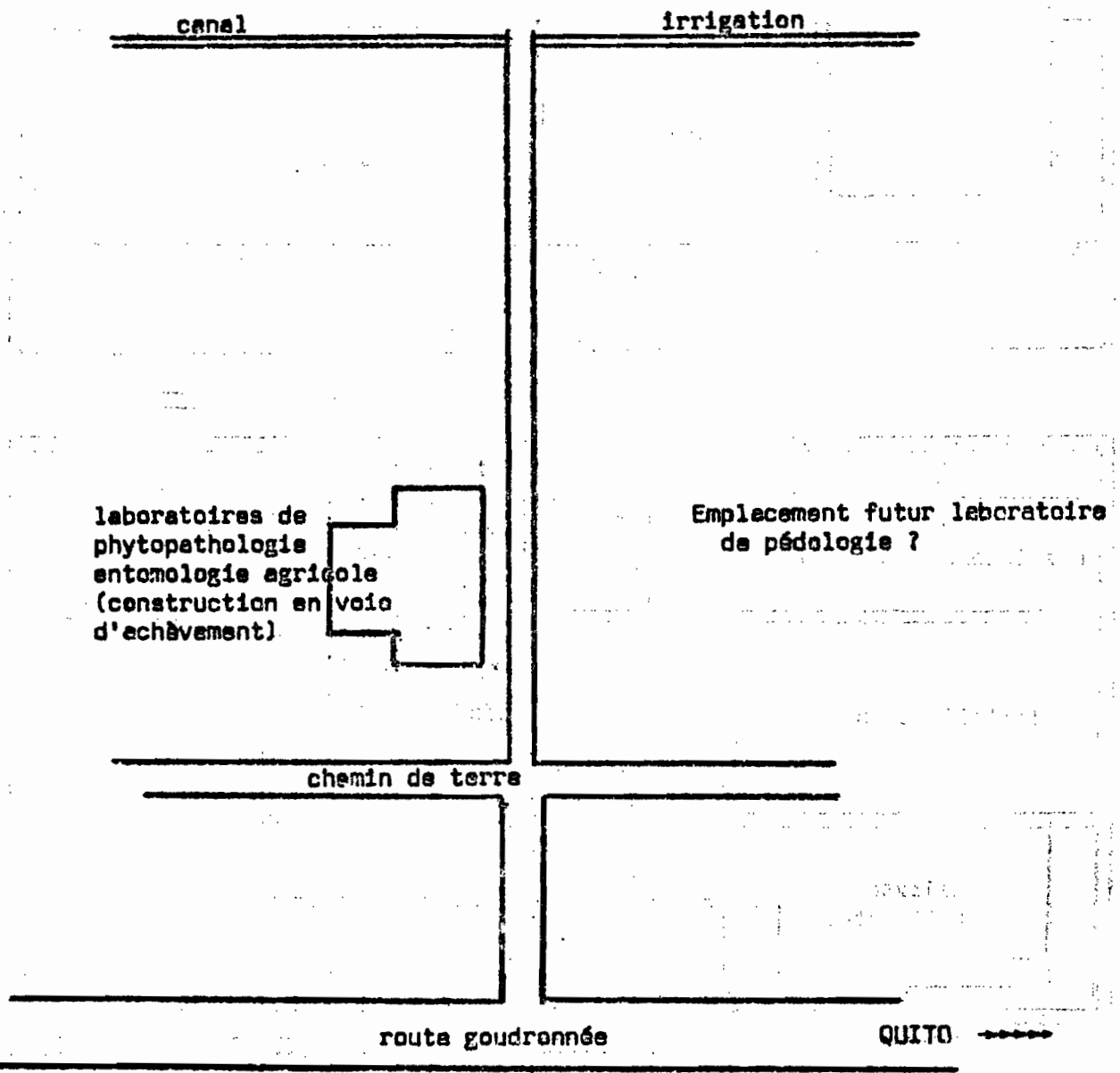
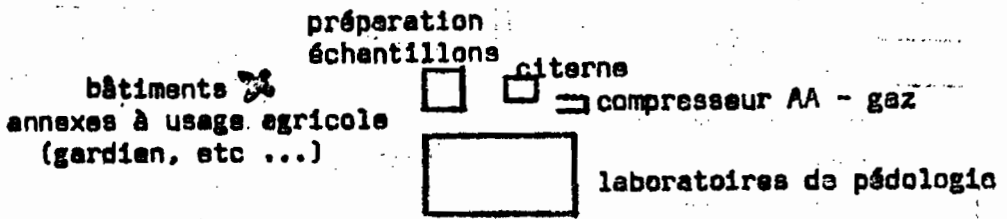
Récapitulation des surfaces *

Bâtiment principal	n°	appellation	surface utile m ²	dimensions mètres	observations
rez de chaussée (au sol: carrelages)	1	aparatos	12.40	4.00x3.10	pailles m.=6.40
	2	jefatura	12.71	4.10x3.10	
	3	personal	23.56	7.60x3.10	
	4	Kjeldahl	11.47	3.70x2.70	=2.70
	5	espectrofotometro	6.72	2.40x2.80	=2.70
	6	ss dénomination	6.96	2.90x2.40	=4.70
	7	foliar	9.99	3.70x2.70	=4.80
	8	baño	3.60	1.50x2.40	
	9	procesamiento	36.44	8.30x5.20	en L 20.60
	10	balanzas	6.72	2.80x2.40	=4.70
		TOTAL UTILE	130.57		46.60
		SURFACE EXTERIEURE	145.96	16.40x8.90	
1er étage (au sol: parquet ou carrelages) accès par escalier extérieur	11	mezcladora	5.29	2.30x2.30	
	12	bodega	6.90	3.00x2.30	
	13	micro-bodega	2.30	1.00x2.30	
	14	baño	3.45	1.50x2.30	
	15	secretario	6.24	2.60x2.40	
	16	jefatura	8.64	3.60x2.40	
	17	fertilización	15.12	5.40x2.80	
	18	fertilizantes	16.74	5.40x3.10	pailles m.=8.90 en L + 2 poteaux
	19	lev.edafologicos	49.00	10.40x6.00	
	20	fotointerpretacion	13.40	2.00x6.70	
		TOTAL UTILE	127.08		8.90
		SURFACE EXTERIEURE	145.96	16.40x8.90	
annexes	21	Préparation sols	≈ 25.00	5.00x5.00	
	22	compresseur-gaz	≈ 3.00	2.00x1.50	
	23	citerne (capacité)	12 m ³	4.00x3.00x1.00	

* cotes approximatives sur plan.

MINISTÈRE DE L'AGRICULTURE D'ÉQUATEUR

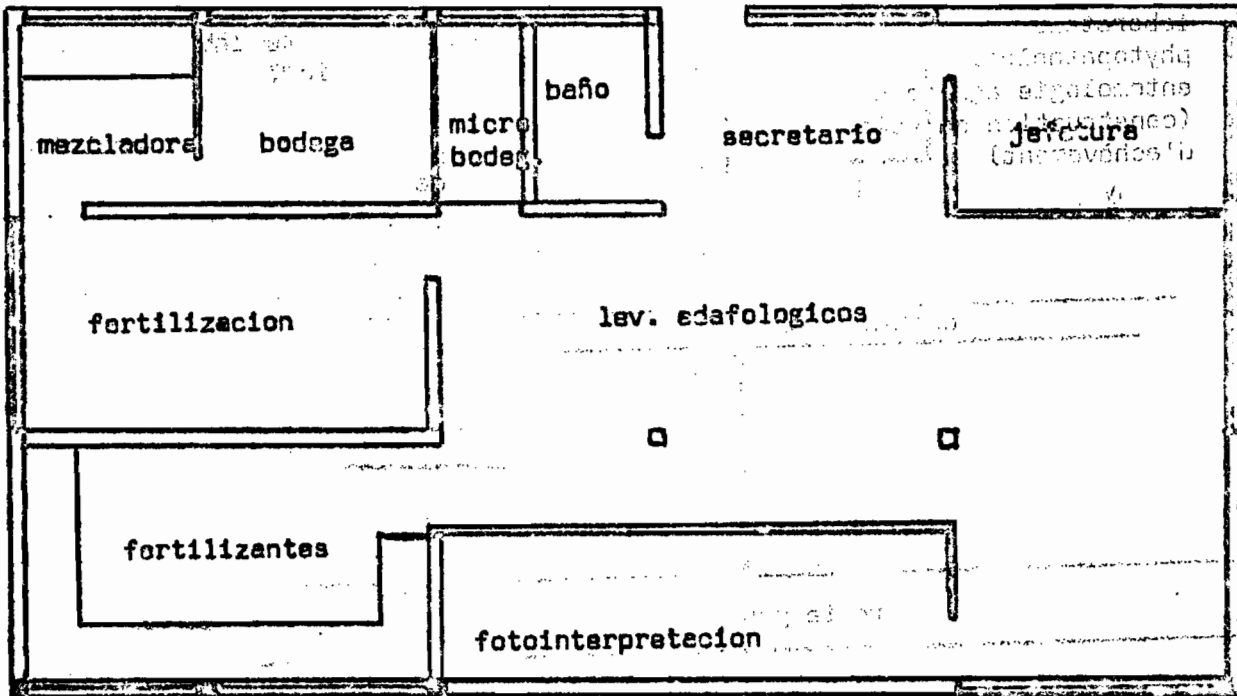
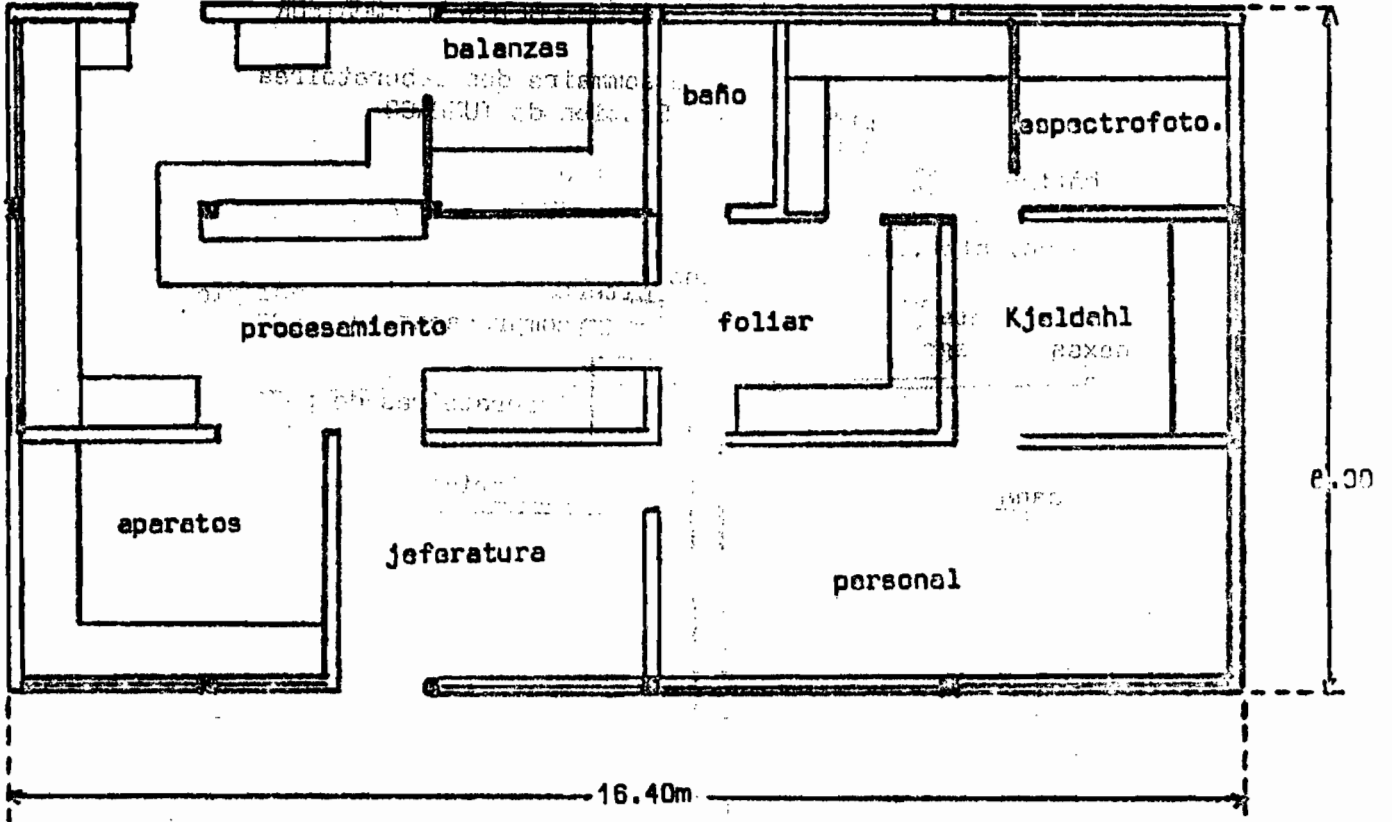
Plan de masse sommaire des laboratoires
de la Station de TUMBACO



PLAN DES LABORATOIRES DE TUMBACO

1 m

rez de chaussée



L'ensemble des laboratoires ne dispose que d'environ 50 mètres de paillasses réparties en courts segments atteignant rarement plus de 2.50m, ce qui rend difficile la réalisation d'analyses de routine en grandes séries.

Ce problème sera détaillé plus loin.

- 2)- Le personnel comprend au total 12 personnes, y compris le Chef des Laboratoires.

Le niveau excellent au niveau des ingénieurs et chimistes, laisse par contre à désirer lorsqu'on descend dans l'échelle hiérarchique.

Un problème de formation, de sélection et de recrutement sera donc à envisager en tenant compte du problème surface utile/nombre techniciens, ce rapport étant un facteur limitant.

- 3)- Les moyens financiers disponibles pour le fonctionnement et les investissements en matériels seront à redéfinir en fonction du volume d'analyses réalisable et réalisé annuellement.

Les délais de livraison sont très longs et des difficultés d'importation ralentissent les échanges internationaux. La constitution d'un stock de produits et de matériels de rechange sera donc nécessaire pour assurer pendant une période de 6 mois le fonctionnement autonome des laboratoires.

M A T E R I E L S

N = neuf
B = bon
V = ancien

FONCTION	opérationnel	en commande	observations
<u>TEMPERATURE</u>			
rampes attaque - distillation	1 appareil Kjeldahl LABCONCO 9 à 12 places	B 1 appareil Kjeldahl 12 pl. LABCONCO	appareil complet - minéralisation distillation et évacuation des gaz (existe 1 appareil à l'INERHI)
	1 micro Kjeldahl (6 tubes) LABCONCO	N 4 unités micro-Kjeldahl (6 tubes) LABCONCO	
		1 unité distill. micro Kjeldahl	
eau distillée	1 appareil 2.5 l/h	B	(voir eau permutée indispensable)
étuves	1 de 40x40x30	B	sans ventilation - petite
	1 40x40x30	V	" "
	1 50x50x50	N	avec ventilation
fours	1 microbio	B	t° maxi 40°C
	1 micro 22x13x7	B 1 micro type 1500, 22x13x7	petits, 1000°C THERMOLYNE Co

.../...

fours (suite)	1 four vertical rond micro	IV	peu pratique, capacité 1 bécher 600ml maxi
plaques chauffantes	1 plaque 56x18	B	très petite, THERMO PLATE
	1 " 30x30	IV	" "
	1 " 30x30	V	" "
réfrigérateur	1 150 litres capacité + freezer 50 litres	B	(ECASA)
baig-marie	1 de 12 places	V	modèle BOUYOUCOS
<u>AGITATION</u>	1 agitateur 10 places horizontal, rotatif à came	V	pour erlens- meyer
	1 micro agitateur 33 pl.		pour méthodes NORTH CAROLIMA
	5 agitateurs à pales verticales		pour BOUYOUCOS
<u>PESEE</u>	4 balances 1/10 2 plateaux	V	à réformer (BECKER)
	1 balance METTLER P 120	B	120g maxi Top- loading ± 10mg
	1 balance METTLER H 15	B	1/10, 160g maxi, mono-plateau
	1 balance OHAUS 2610	B	modèle à poids courseur (2610g maxi)
			1 METTLER P 1200 Top-loading, portée 1200g ± 0.100
			1 balance à sédimentation
<u>PRESSION-VIDE</u>	1 pompe à vide	B	
	1 presse CARVER manuelle	V	
			1 extracteur pF 15 bars pour pF 3.0 et 4.2 (matériel existant à l' INERHI
			1 extracteur pF 1 bar
			3 compresseurs pF
<u>MESURE VOLUME</u>	6 systèmes à 11 pipettes	B	système à vide NORTH CAROLINA
	5 pipettes à seringues	B	système NORTH CAROLINA fonc- tionnant en dis- tributeur de fraction ou en diluteur

<u>CENTRIFUGATION</u>	1 INTERNATIONAL pour H.E.	V	1 centrifugeuse	pour humidité équivalente à 1000 g
<u>APPAREILS ELECTRONIQUES DE MESURE</u>	1 spectro AA UNICAM SP 90	N		à mettre en route détendeur acétylène défectueux remplacé dosages Ca, Mg, Al, etc ... suivant cathodes
	1 photomètre flamme COLEMAN	B		dosage K, Na
	1 colorimètre BAUCH & LOMB	B		
	1 colorimètre à tube COLEMAN	B		
	1 pHmètre BECKMAN ZEROMATIC	B		
	1 pHmètre SARGENT LS	B		
	1 salinomètre SOLUBRIDGE	V	1 salinomètre SOLUBRIDGE	conductivité - sels solubles
			2 ponts de WHEATSTONE	
<u>DIVERS</u>	1 tube fluorescent	V		pour titrimétrie en lumière artificielle
			1 appareil ATTERBERG	(matériel existant à l'INERHI)

- 4)- Les sources d'énergie: - Electricité 110 volts, 60 périodes, triphasé. Ce système oblige à recourir aux matériels électriques ou électroniques made in U.S.A. dans la plupart des cas. La puissance installée est de 20 KVA environ. Le brochage des prises correspond au système américain: 2 lames + 1 terre ronde.
- Gaz butane, propane, oxygène, hydrogène, acétylène, protoxyde d'azote sont disponibles sur le marché.
 - Eau. Une citerne de 12 m³ récoltant les eaux du toit, alimente les laboratoires en eau pure. Un canal à l'air libre amène l'eau destinée à l'irrigation de la station de TUMBACO. Un bac de décantation permettrait de l'utiliser pour les réfrigérants, la préparation d'eau distillée ou le lavage primaire de la verrerie

B/- PREVISIONS - PROGRAMMES D'ANALYSES -

1)- Déterminations demandées par les équipes pédologiques: volume mensuel, types de déterminations, rythme d'arrivée des échantillons.
 Une excellente étude a été réalisée par le Dr VERA et les ingénieurs ESPINOSA et LUZURIAGA (n°317 du 18 février 1974). Elle définit dans son annexe (1) les analyses susceptibles d'être réalisées avec les matériels et le personnel actuels et celles nécessitant l'adoption de nouvelles techniques. Cette étude servira de base de travail.
 Nous la reproduisons ci-dessous, simplifiée, avec quelques annotations:

code: x agronomie A = technique actuelle C = technique plus
 xx classification N = " nouvelle complexe
 xxx mixte

TYPE ANALYSES	opérationnel		à prévoir		volume		OBSERVATIONS quantité de sol nécessaire
	méthode	analyses !jour!mois!	méthode	analyses !jour!mois!	+ égal		
x granulométrie	densimètre BOUYOUCOS	24 480	pipette ROBINSON	50 1000	+ 520	NC	BOUYOUCOS - 40+40 = 80g ROBINSON - 20+20 = 40g
xx % argile dispersable eau			pesée	50 1000	+1000	N	20g
xx densité réelle			picnomètre	30 600	+ 600	N	20g
xxx densité apparente	poids/vol.	50 1000	id.	50 1000		x A	échantillon spécial
xxx conductivité	conductimètre	10 200	id.	20 400	+ 200	A	100g
xxx pH	pHmètre	100 2000	id. eau-KCl	100 2000		x AC	20g
xx dominance amorphes			NaF	20 400	+ 400	N	
xxx sels solubles CO ₃ ²⁻ , CO ₃ H ⁻ Cl ⁻ , SO ₄ ²⁻ Ca ⁺⁺ , Mg ⁺⁺ , Na ⁺ , K ⁺			extrait conductivité	80 1600	+1600	N	100g
xx pF 3.0 et 4.2			tensiométrie	20 400	+ 400	N	INERHI 20g
xx humidité équivalente	centrifugation 1000 g	12 240	id.	40 800	+ 560	A	50g
xx COLE (extension liné- aire)			(méthodol.)	50 2000	+2000	N	
xx limite ATTERBERG			ATTERBERG	50 2000	+2000	N	INERHI 200g
xxx acidité totale	BaCl ₂						rapprocher d'acidité d'échange 10g
xxx M.O.	WAKLEY BLACK	50 1000	id.	80 1600	+ 600	A	5g
x azote total	KJELDAHL	10 200	id.	24 480	+280	A	
xxx P ₂ O ₅ Assi	OLSEN	80 1600	id.	80 1600		x A	2g
xxx K ⁺ , Ca ⁺⁺ , Mg ⁺⁺ Assi	OLSEN	80 1600	id.	80 1600		x A	INERHI 5g

xxx	!capacité fixation! !P et K	!	!	!saturation	!	80	!	1600	!	+1600	!	IN	!	INERHI	!	20g				
xxx	!capacité d'échange pH 8.2, 7.0, 4.8	!	10	!	200	!	id.	!	50	!	1000	!	+	!	800	!	A	!	6 à 60g	
		!		!		!		!		!		!		!		!		!		
xxx	!cations échang. !K ⁺ ,Na ⁺ ,Ca ⁺⁺ ,Mg ⁺⁺	!	8	!	160	!	id.	!	50	!	1000	!	+	!	740	!	A	!	20g	
xxx	!acidité d'échange	!	12	!	600	!	id.	!	64	!	1280	!	+	!	680	!	A	!	100g	
xx	!oxydes libres !Fe, Al, Si	!		!		!	dithionite	!	60	!	1200	!	+	!	1200	!	IN	!	Escuela de Ingen. Química Universidad Quito	20g
xxx	!argiles	!		!		!	RX	!	16	!	320	!	+	!	320	!	N	!	O.R.S.T.O.M.	100g
xx	!sables	!		!		!	microscope	!	10	!	200	!	+	!	200	!	IN	!	O.R.S.T.O.M.	
		!		!		!	polarisant	!		!		!		!		!		!		
xxx	!sections minces	!		!		!	sciage	!	5	!	100	!	+	!	100	!	N	!	O.R.S.T.O.M. éch. spécial	

SOL POIDS TOTAL séché air = 932g
x 1.5 (sécurité 1.400g

Pour ALLOPHANE: 1.000g HUMIDE en

(ATTENTION : densité apparente de 0.4, donc
volume double de l'habitude).

On peut rapidement se rendre compte que seulement 4 types d'analyses peuvent être actuellement réalisés avec le volume optimum souhaité: phosphore Assimilable OLSEN, cations Assimilables OLSEN (K, Ca, Mg), pH et densités apparentes.

Ces analyses avaient été mécanisées, au moyen de distributeurs de fractions, de diluteurs et d'agitateur mécanique, pour l'agronomie (méthode NORTH-CAROLINA).

13 types d'analyses nouvelles sont introduits et 7 types d'analyses déjà opérationnels doivent voir leur volume mensuel considérablement amplifié. Le recours à des laboratoires extérieurs permettrait de démarrer rapidement certaines analyses en attendant d'acquérir les matériels spécifiques nécessaires (laboratoires de l'INERHI pour pH 3.0 et 4.2, limite d'ATTERBERG, Ca⁺⁺, Mg⁺⁺ Assi OLSEN; laboratoires de l'INIAP pour la capacité de fixation de P et K, laboratoires de l'Ecole d'Ingénieurs Chimistes de l'Université de Quito pour les oxydes libres, l'O.R.S.T.O.M. pour la détermination des argiles et des sables), suivant les termes de la convention.

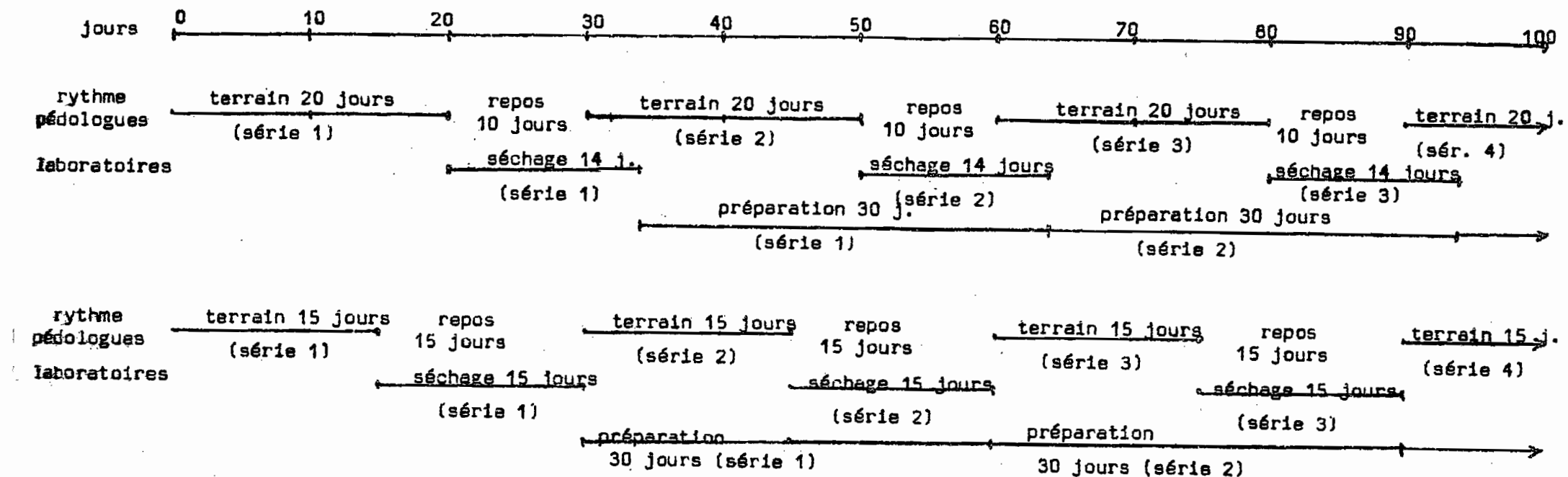
2/- Le rythme d'expédition des échantillons aux laboratoires pourrait être, soit hebdomadaire, soit bimensuel, soit calqué sur le rythme des équipes pédologiques qui travaillent 20 ou 22 jours sur le terrain, puis prennent 10 jours de repos.

Il n'y a là qu'un problème de liaison qui pourra recevoir quelques variantes suivant l'éloignement des équipes pédologiques du laboratoire central.

.../...

DIAGRAMME O.S.T.

(prélèvement, séchage, préparation des échantillons)



On voit donc que la réserve devra pouvoir accueillir les échantillons en cours de séchage et les échantillons en cours de préparation.
 Dans le cas (A), il faudra, par exemple, pour accueillir simultanément 500 échantillons de sol, 750 places (250 échantillons déjà secs environ restent à broyer de la série précédente).
 Le système d'envoi chaque semaine sera légèrement plus compliqué pour le laboratoire, car il faudra avoir 4 à 5 séries imbriquées les unes dans les autres et ne pas se tromper dans les dates de séchage.

Nous allons donc étudier en détail chaque analyse sur ces bases et essayer de définir:

- d'une part, les possibilités d'amélioration rapide du potentiel des laboratoires sans dépenses excessives,
- d'autre part, les mesures qui pourraient être envisagées à moyen terme pour satisfaire les exigences futures du programme de la carte des sols.

La première partie sera donc essentiellement concrète, détaillée et pratique.

La deuxième partie sera orientée sur la définition d'axes généraux qui pourront servir de guide pour l'action future du service de la planification.

II/- / MESURES A COURT TERME - ETUDE DETAILLEE DES METHODOLOGIES /

1/- RECEPTION DES ECHANTILLONS -

Il est indispensable que la préparation des échantillons au laboratoire suive facilement le rythme des prélèvements sur le terrain. Il faut donc prévoir une capacité de séchage au moins égale au plus fort apport d'échantillons prévu.

11)- Séchage -

système actuel -

séchage à l'air en plateau de bois recouvert de papier journal, en réserve ventilée naturellement.

observations -

le système des plateaux en étagères compactes est excellent, cependant, il faut éviter l'utilisation de papier journal qui risque de contaminer les échantillons pour certaines déterminations (M.O., C, oligo-éléments, etc ...) et le remplacer par des feuilles de polythène.

organisation scientifique du travail (O.S.T.) - améliorations possibles -

solution (1) -

- extension des étagères actuelles pour atteindre une capacité de stockage suffisante (voir § I/B/2).

solution (1 bis) -

- réalisation de plateaux plus petits que le modèle actuel (voir plan annexe) dans des étagères compactes.

solution (2) -

- utilisation de plats aluminium léger (pour plats cuisinés) avec feuille plastique à l'intérieur, selon prix de revient en Equateur (voir modèle expédié).



plateau alu 35x21x5

Dans le cas des sols à ALLOPHANE (andepts, andosols), une partie de l'échantillon doit être stockée dans son humidité naturelle, en double sac plastique (ATTENTION, la densité apparente de ces sols est de l'ordre de 0.4 à 0.8).

Le pédologue doit le signaler sur la fiche d'échantillon.

12)- Réduction à 2mm (terre fine) -

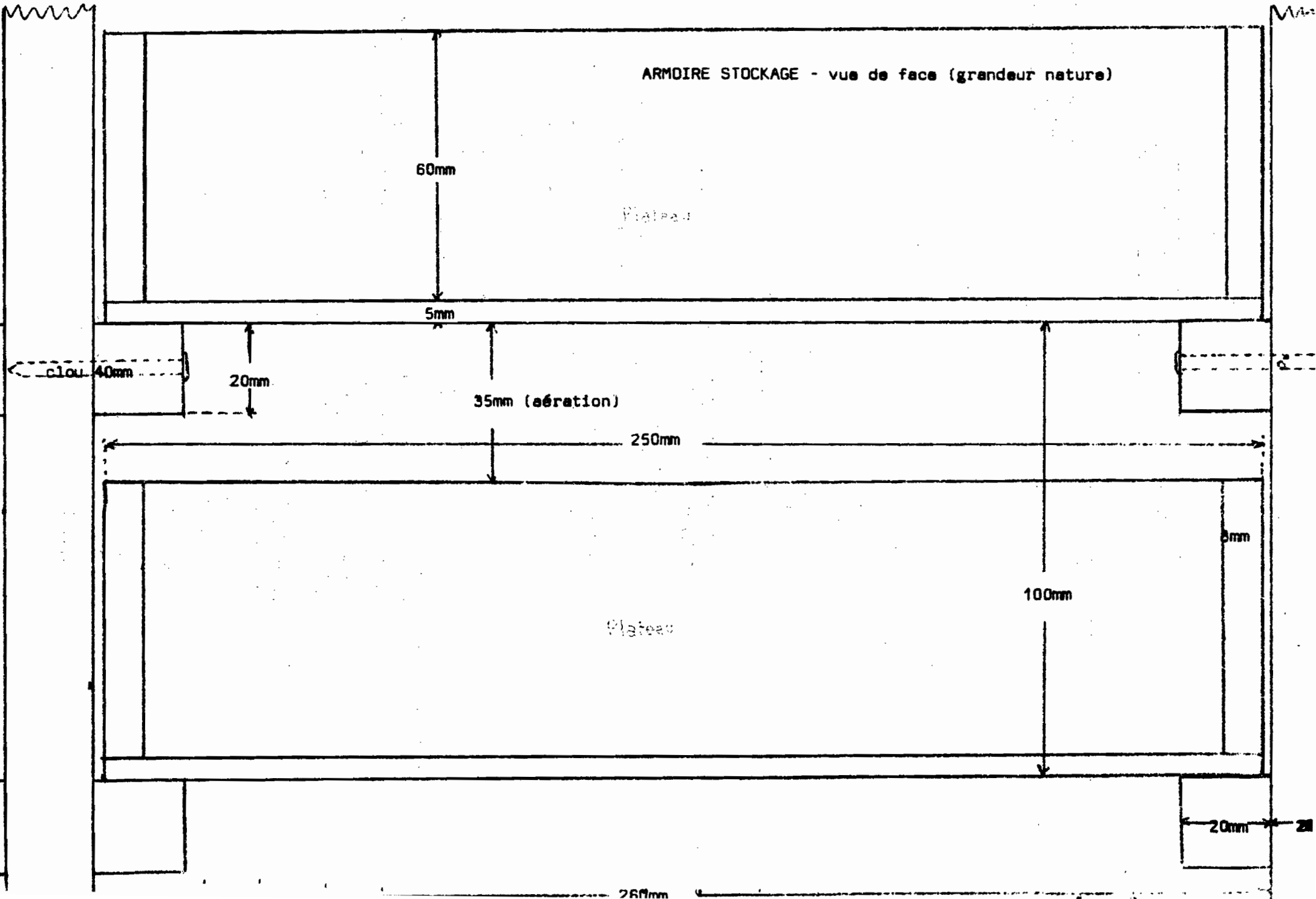
système actuel -

la réduction se fait dans un mortier de fonte de 2kg avec pilon lourd en fonte.

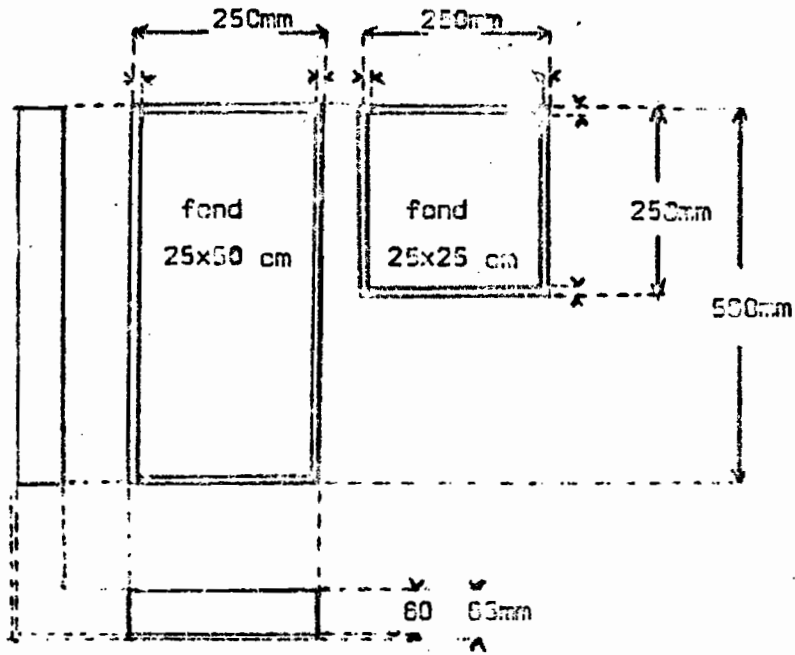
observations -

en présence de cailloux, de nodules, de concrétions, on risque de concasser la totalité de l'échantillon et de fausser l'analyse si le broyage est trop énergique (par exemple, trop de cailloux abaisserait les taux apparents d'éléments dosés, l'illite libère K⁺ qui apparaîtra comme échangeable, etc ...)

ARMOIRE STOCKAGE - vue de face (grandeur nature)



DETAILS PLATEAUX SECHAGE



grand modèle

1 fond 500x250
 2 côtés 500x60
 2 " 250x60
 capacité = 6800cm³
 maxi = 3kg sol
 pratique 3kg sol
 plastique 620x260

petit modèle

1 fond 250x250
 2 côtés 250x60
 2 " 250x60
 capacité = 3170cm³
 maxi 3kg sol
 pratique 1.5kg sol
 plastique 350x260

contreplaqué 5mm épaisseur
 " 10mm "
 " " "

1 bande de protection

DETAIL ELEMENTS ETAGERES

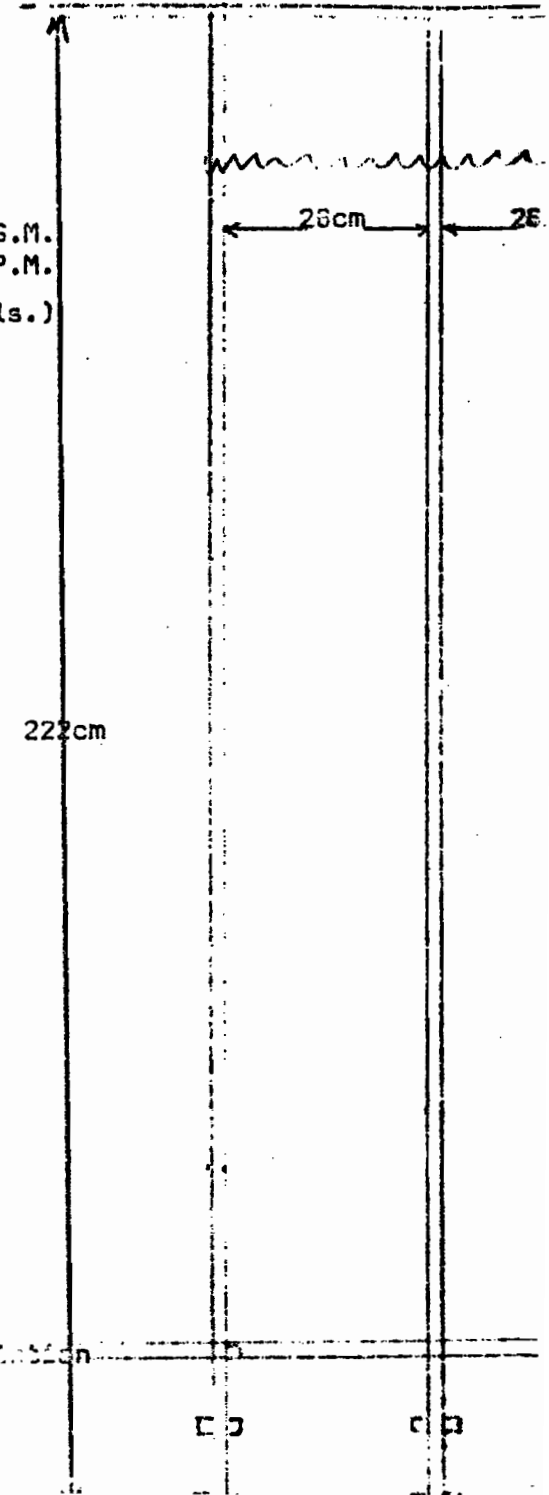
hauteur = 2.22 mètres
 profond. = 0.50 "
 22 placets H = 10 cm
 capacité: 22 plateaux G.M.
 ou 44 " P.M.
 (contreplaqué 20mm épais.)

222cm

borne de médiation
 écartement
 2x2cm

C B

C B

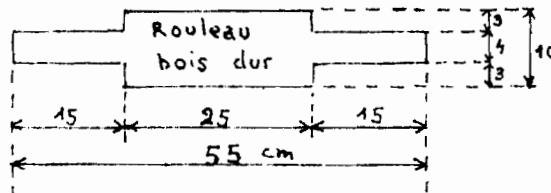
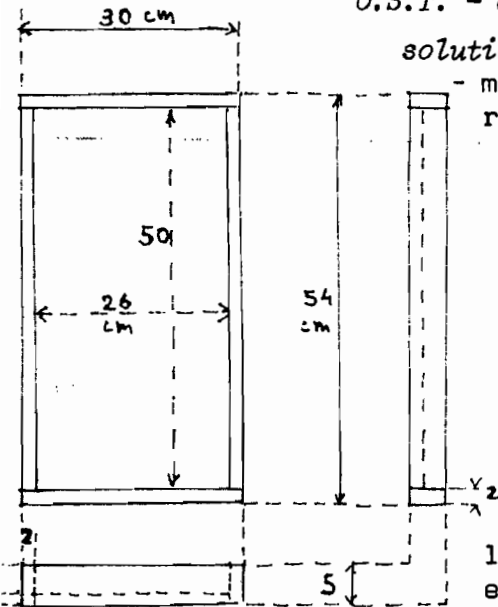


la séparation de la salle de broyage de la salle de séchage est obligatoire pour éviter la contamination des échantillons au séchage par les poussières des échantillons en cours de broyage.

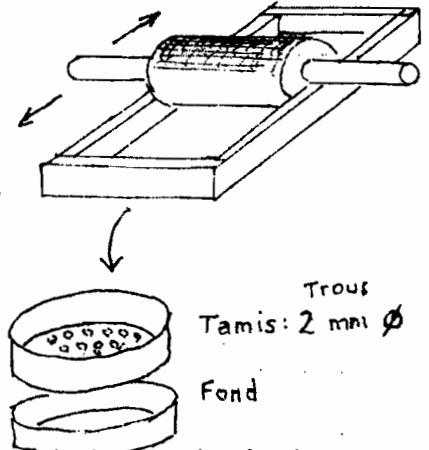
O.S.T. - améliorations possibles -

solution (1) -

méthode manuelle: fabrication de plateaux de bois dur avec rouleau de bois dur aussi.



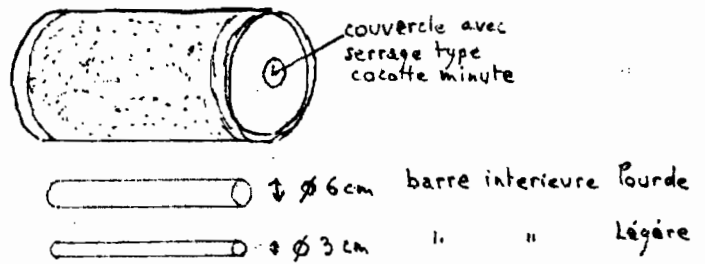
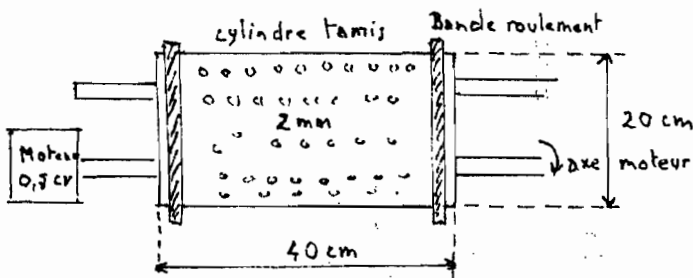
- 1 Fond 50x26
- 2 cotés 5x50
- 2 cotés 5x30



l'échantillon est écrasé par un mouvement de va-et-vient et tamisé régulièrement pour éliminer les particules de 2mm et les petits cailloux, micas, schistes, concrétions pouvant être éliminés en grande partie et joints au refus plus grossier quand on le juge nécessaire.

solution (2) -

méthode mécanisée semi-manuelle: broyeur à cylindres-tamis. Cette méthode est très rapide pour les échantillons ne contenant pas trop d'argile. Dans le cas de vertisols à 80% d'argile et très secs, le rendement n'est pas bon.



On introduit à l'intérieur du cylindre une barre de métal, lourde, qui écrase le sol. Les particules de 2mm s'échappent au fur et à mesure de l'appareil.

L'ensemble est enfermé dans un carter qui évite les poussières.

On peut monter 3 ou 4 cylindres sur un seul moteur. Pour les vertisols sans cailloux, très secs et très durs, broyeur à mâchoires ou à disques avec tamis (PASCALL, RETSCH, MORITZ, etc ...)

13)- Détermination du % de terre fine - cailloux - racines -

système actuel - néant

observations -

- peut être utile dans les régions riches en graviers qui seront plus tard exploitées par des agriculteurs.

- notion introduite dans la 7e Approximation (voir fiche AMG). Cette détermination rapide peut être effectuée grâce à la balance OHAUS existante.

O.S.T. - améliorations possibles -

une balance Top-loading serait plus rapide (du genre METTLER 4kg ou 6kg, précision $\pm 100\text{mg}$).

14)- Echantillonnage -

système actuel -

observations -

le broyage laisse d'abord passer les particules les plus friables, puis les plus dures. Il est donc nécessaire d'homogénéiser l'échantillon. Eventuellement, si l'on n'en conserve qu'une fraction, il faut qu'elle soit représentative.

O.S.T. - améliorations possibles -

solution (1) -

agitation de tout l'échantillon dans un sac plastique assez grand.

solution (2) -

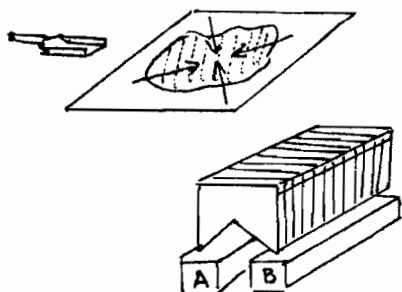
étalement de la totalité de l'échantillon et prélèvement, dans toute l'épaisseur, d'une fraction.

solution (3) -

passage dans échantillonneur de JONES (voir catalogue A. THOMAS ou Soil Test) à 18 ouvertures de 1/2".

solution (4) -

répartiteur d'échantillon semi-automatique RETSCH permettant l'échantillonnage rapide en plusieurs sous-échantillons.



15)- Broyage fin - détermination des éléments totaux (C, N, etc ...) -

système actuel - néant

observations -

la division à 0.1mm environ est nécessaire pour assurer un échantillonnage parfait, donc la représentativité des prises, et permettre une attaque plus régulière et profonde lors de certaines analyses (carbone, azote, éléments totaux, triacides, etc ...).

O.S.T. - améliorations possibles -

solution (1) -

méthode manuelle: broyage au mortier d'agate (LONG)

solution (2) -

méthode mécanique: broyeurs électriques:

- à billes et percussion: PROLABO (broyeur DANGOUMEAU), RETSCH, SPEX, CRESCENT, BRONWIL, etc ...
- électromagnétiques à boules: FRISCH, etc ...
- à moteur rotatif: FRISCH, RETSCH, etc ...
- vibrobroyeurs à masselotte et disque oscillant: ANGSTROM Inc., SOFICA, PLEUGER, etc ...

quantité - on doit réduire de 20 à 50g d'échantillon.

ATTENTION - si les oligo-éléments doivent être déterminés (ou le fer), choisir des billes et des pots ne contenant pas les éléments à doser.

16)- Stockage et enregistrement -

système actuel - on conserve seulement la terre à 2mm.

observations -

il ne coûte pas plus cher de conserver le refus au tamis de 2mm Ø. Ce refus est utilisé éventuellement pour la minéralogie ou la pétrographie.

O.S.T. - améliorations possibles -

pour chaque échantillon prévoir:

- 1 sac en polythène de 2kg qui contiendra:
 - le sac avec la terre fine 2mm (environ 1.5kg).
 - le sac avec le refus cailloux (la 7e Approximation sépare 3 classes).
 - le sac avec le refus végétaux (peut être rejeté généralement).
- éventuellement pour les andepts, une partie de l'échantillon FRAIS tamisée à la main sur un tamis à mailles carrées de 6mm et homogénéisée sera conservée dans un sac double en polythène pour éviter la dessiccation.
- tenir un cahier d'enregistrement qui contiendra des colonnes où l'on pointera les analyses à effectuer et qui servira à établir les fiches d'analyses pour chaque détermination (exemple joint).
- étagères de stockage à prévoir (voir p.12'et 13).
Politique à définir pour la conservation des échantillons après analyses: ce qu'il faut conserver
ce qui peut être jeté.

17)- Numérotation des échantillons -

Il faudra établir un code simple commun à tous les pédologues et dont les numéros ne font pas double emploi. Par exemple:

- 1 lettre région + 1 numéro profil + lettre horizon
(ex. A 520 b).

Un système trop compliqué est une source d'erreur et complique la tâche des chimistes, donc entraîne des pertes de temps.

18)- Personnel nécessaire pour le travail de préparation -

TYPE MANIPULATION	11 éch.	8h/jour	pratique	total mois
	temps	théorique	jour	20 jours
- broyage 2mm - méthode avec rouleau et plateau	10mn	48 éch.	40 éch.	800 éch.
échantillon moyen 2.0 kg				
difficultés standards				
broyage-tamissage et mise en sac				
- avec système électrique à 4 cy-	3mn	160 éch.	130 éch.	2600 éch.
lindres-tamis (sols sur cendres				
sols sableux, etc ...) et broy-				
eur à mâchoires (sols sans caill-				
oux, vertisols, etc ...)				

- broyage fin - 20g sol - manuel - mortier agate tamis 80 ou 100.	15mn	32 éch.	25 éch.	500 éch.
- électrique (DANGOUMEAU double).	3mn	160 éch.	130 éch.	2600 éch.
- échantillonnage manuel ou mécanique	3mn	160 éch.	130 éch.	2600 éch.
- pesée terre fine - refus avec Top-loading	2mn	240 éch.	200 éch.	4000 éch.
- enregistrement - fichier - report analyses	3mn	160 éch.	130 éch.	2600 éch.

19)- Conclusion - Réception des échantillons -

- séparation de la salle de broyage de la salle de séchage et stockage.
- construction d'étagères de séchage pour 1000 échantillons au moins.
- fabrication de plateaux 50% plus petits pour ci-dessus, permettant de passer à 1000 échantillons environ avec échantillons plus réduits (actuellement près de 4kg).
- plastique à l'intérieur des plateaux.
- 2 plateaux de broyage à 2mm à faire avec rouleau et ensuite achat de broyeurs mécaniques à tamis et à mâchoires.
- échantillonnage par étalement. 1.5kg d'échantillon sec à conserver + refus. Prévoir un échantillonneur de JONES ou RETSCH.
- **
- code simple de numérotation des échantillons des pédologues.
- étagères de stockage des échantillons.
Sort des échantillons après analyses: - à conserver
- à jeter
- personnel nécessaire pour 500 échantillons/mois minimum:
 - manuel - 1 responsable réserve
 - 2 manoeuvres solides
 - mécanisé - 1 responsable réserve
 - 1 manoeuvre solide (pouvant atteindre 1000 éch/mois)

Le programme est réalisable à court terme sans dépenses excessives.

- ** - broyage fin pour C, N, etc ... Prévoir broyeur à billes rapide.

- chaque fois que cela est possible sans perte de précision, utiliser pour les calculs des courbes ou des graduations permettant de passer directement de la valeur lue au résultat.
Les corrections d'interférences éventuelles peuvent être effectuées ensuite.

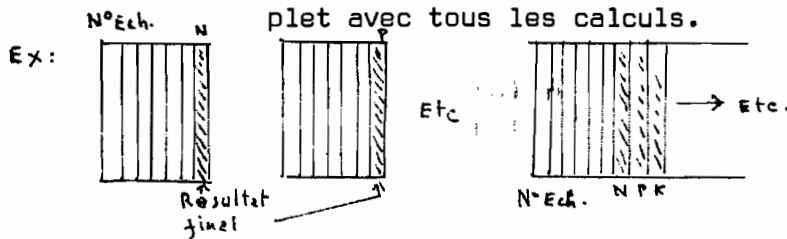
- achat d'une machine à calculer électrique rapide imprimante, 4 opérations avec facteur constant en division et multiplication.
Les bandes de calculs sont jointes par les techniciens à leurs résultats, ce qui permet un contrôle aisé.

27)- Préparer les réactifs en grande quantité, 50 litres au moins (pour les extractions). Donc prévoir des moyens de stockage et des bacs plastique de préparation (cuve 100 litres, bonbonnes de 50 litres avec robinets bas pour chaque type de réactif d'extraction).
Capacité en fonction de la consommation journalière et de la stabilité des réactifs.



.../...

28)- Utilisation de feuilles d'analyses multigraphiées avec colonnes standardisées permettant de constituer un dossier complet avec tous les calculs.



Quand toutes les analyses sont terminées, la superposition des feuilles avec chaque fois le décalage d'une colonne laissant apparaître la colonne de résultats permet d'avoir une idée d'ensemble et d'effectuer rapidement les reports et les contrôles.

29)- Gestion - établir des fiches de commande comprenant la liste de tous les produits nécessaires à 1000 analyses, par exemple, d'un type donné. Il sera facile de centraliser les commandes ensuite (voir exemple ci-joint):

- stocks - un fichier permet de noter les entrées et les sorties par flacons entiers.
Pour les produits de faible consommation, commander 2 ou 3 flacons de petite capacité. On évitera ainsi des ruptures brutales de stock.

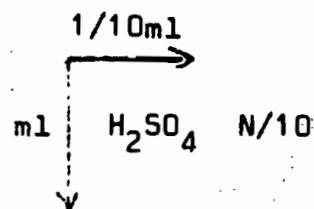
- contrôle des sorties: à l'arrivée au laboratoire, les flacons recevront une petite étiquette portant le nom du produit. Chaque fois qu'un technicien prendra un flacon il déposera l'étiquette dans une "boîte aux lettres" que l'on relèvera périodiquement. Ce système permet une gestion souple et offre généralement une sécurité suffisante

.../...

.../...

Exemple

EXEMPLE TABLE CALCUL N°3



AZOTE TOTAL

mg % g

Sg Sol Distillation
Totalité
Acide H₂SO₄ N/10

	00	10	20	30	40	50	60	70	80	90
0										
1	20.0	30.8	33.6	36.4	39.2	42.0	44.8	47.6	50.4	53.2
2	56.0	58.8	61.6	64.4	67.2	70.0	72.8	75.6	78.4	81.2
3	84.0	86.8	89.6	92.4	95.2	98.0	100.8	103.6	106.4	109.2
4	112.0	114.8	117.6	120.4	123.2	126.0	128.8	131.6	134.4	137.2
5	140.0	142.8	145.6	148.4	151.2	154.0	156.8	159.6	162.4	165.2
6	168.0	170.8	173.6	176.4	179.2	182.0	184.8	187.6	190.4	193.2
7	196.0	198.8	201.6	204.4	207.2	210.0	212.8	215.6	218.4	221.2
8	224.0	226.8	229.6	232.4	235.2	238.0	240.8	243.6	246.4	249.2
9	252.0	254.8	257.6	260.4	263.2	266.0	268.8	271.6	274.4	277.2
10	280.0	282.8	285.6	288.4	291.2	294.0	296.8	299.6	302.4	305.2
11	308.0	310.8	313.6	316.4	319.2	322.0	324.8	327.6	330.4	333.2
12	336.0	338.8	341.6	344.4	347.2	350.0	352.8	355.6	358.4	361.2
13	364.0	366.8	369.6	372.4	375.2	378.0	380.8	383.6	386.4	389.2
14	392.0	394.8	397.6	400.4	403.2	406.0	408.8	411.6	414.4	417.2
15	420.0	422.8	425.6	428.4	431.2	434.0	436.8	439.6	442.4	445.2

AZOTE TOTAL - méthode KJELDAHL

- Produits à commander pour 1000 analyses
- références sans nom de fournisseur = PROLABO

*Exemple fiche
commande*

référence	nature	quantité et condition	prix unitaire	prix total (a)	frais (b)
20.700	acide sulfurique R.P. d=1.83 pour analyse	20 x 1 l.			
26.998	potassium sulfate R.P. pour analyse	2 x 1kg			
23.174	cuivre (cuivrique) SO ₄ ²⁻ R.P. cristallisé P.A.	2 x 250g			
27.596	sélénium 99% en poudre	2 x 25g			
20.185	acide borique R.P. cristallisé P.A.	1 x 1kg			
CIS P.à P.	éthanol "bon goût" 94° GL	1 litre			
BOH Indicator	méthyl red soluble dans l'eau	1 x 1g			
34.030	vert de bromocrésol	1 x 1g			
28.246 ou	soude caustique pure en pastilles, en bidon F.B. avec sac polythène	9 x 5kg			
28.252	soude caustique R.P. en pastilles P.A.	42 x 1kg			
MERCK 9984	titrisol 0.1 N acide sulfurique	20 x 1 amp.			
21.333	ammonium sulfate R.P. P.A.	1 x 250g			

BASES CALCUL PRIX DE REVIENT ANALYSES

- A/- MAIN D'OEUVRE -
- 1) préparation échantillons
 - 2) pesée
 - 3) manipulations (extraction, filtration, etc ...)
 - 4) calculs
 - 5) lavage vaisselle
 - 6) frappe résultats
 - 7) prélèvements sur le terrain: temps prélèvements et transport, séchage, broyage et conditionnement, enregistrement.

.../...

- B/ - ENERGIE - électricité
 - gaz butane
 - propane
 - oxygène
 - air comprimé
 - eau
 - etc ...
- C/ - FOURNITURES - produits chimiques
 - papiers filtres
 - papier machine
 - frais divers: timbres
 - téléphone
- D/ - AMORTISSEMENT MATERIEL - scientifique
 - secrétariat
 - transport
- E/ - FRAIS DE TRANSPORT (prélèvements) - entretien véhicules
 - essence
 - huile
- F/ - COEFFICIENT DE (SOUS)-UTILISATION -

	1974	1975	1976	1977	1978	1979
A/- MAIN D'OEUVRE - salaire						
- frais sociaux sur						
plafond et hors						
plafond						
- frais voyage						
- logement						
- congé travail effec-						
tif 250 j/an						
8h/jour = 2000 h/an						
B/- ENERGIE - électricité KWh						
- butane 40 kg						
- propane 50 kg						
- oxygène 7 m ³						
- air comprimé 5 m ³						
- eau m ³						
C/- FOURNITURES - (voir fiches)						
D/- prix global matériel laboratoire						
E/- dépenses entretien, essence, huile						
F/- heures utilisation matériel.						

3/- METHODES PHYSIQUES -

Etude détaillée des méthodes déjà opérationnelles ou à mettre en route.

31)- Granulométrie -

311 - *méthodologie actuelle* -

Densimètre BOUYOUCCOS: sol = 40g + 40g (poids sec)
produit = calgon (NaPO_3)

observations -

Méthode relativement facile et rapide, mais précision très inégale selon les manipulateurs (introduction du densimètre et sortie, appréciation du ménisque et présence de mousses quelquefois). Calculs souvent imprécis, obligent à tenir compte de l'enfoncement variable du densimètre.

O.S.T. - améliorations possibles -

sol = 20g (+ humidité).

Pour une précision égale ou supérieure, adoption de la méthode de la carte des sols belge, de LEENHEER.

Densimètre à chaîne à enfoncement constant. Pratiquement, pas de calculs. Lecture semi-directe en % d'argile et limons 2-20 μ .

méthodologie à fournir - (voir mode opératoire ci-contre).

Densimètre spécial à commander à l'INSTITUT AGRONOMIQUE de GAND en Belgique.

Méthode de série ne demandant qu'un personnel de formation moyenne. On détermine argile, limons fins, et par lavage et pesée sables fins et grossiers.

(références: VAN RUYMBEKE M., DE LEENHEER L.

Etude comparative d'analyses granulométriques par décantations successives et par l'hydromètre à chaîne.

Actes et compte rendus du Ve Congrès International de la Science du Sol, 1954, vol. II, 322-8.

DE LEENHEER L., VAN RUYMBEKE M., MAES L.

L'analyse mécanique au moyen de l'hydromètre à chaîne.

Silicates Industriels, 1955, tome XX, n°6-7

DE LEENHEER L., MAES L.

Analyse granulométrique avec l'hydromètre à chaîne.

Bull. Soc. Belge de Géologie, Paléontologie et Hydrologie, 1952, 61, 138-64

DE LEENHEER L., VAN RUYMBEKE M.

L'analyse granulométrique par l'hydromètre à chaîne de terres riches en matières organiques
Transactions 5th International Congress Soil Science, 1954

DE LEENHEER L., VAN HOVE J.

Werkwijze Voor de Mechanische Analyse Met de Kettinghydrometer

Landbouwhogeschool en de Opzoekingsstations

Van de Staat, Gent, 1956, Deel XXI, blz 249-74

(ci-joint copie méthode, 7 pages).

L'analyse mécanique au moyen de l'hydromètre à chaîne

par L. DE LÉENHEER, M. VAN RUYMBEKE et L. MAES
(Institut agronomique, Gand, Belgique)

Étant donné le grand nombre d'analyses granulométriques, qui doivent être effectuées dans le cadre de l'élaboration de la carte pédologique de la Belgique (prestation mensuelle supérieure à 700 analyses mécaniques), il s'avéra nécessaire d'utiliser à cette fin une méthode exacte, se prêtant bien à un travail en série.

A partir de 1948 (la cartographie systématique des sols belges étant à ses débuts) jusqu'en 1952, nous avons employé une méthode assez rapide combinant un tamisage sous eau et l'emploi de la pipette de Köhn. En bref nous résumons cette méthode comme suit :

- 1) destruction des matériaux organiques et du calcaire,
- 2) élimination des électrolytes par siphonnages répétés,
- 3) tamisage sous eau sur tamis de 50μ ,
- 4) dispersion de la fraction $0-50 \mu$ au moyen d'oxalate de soude (0,01 N) et de carbonate de soude (0,002 N),
- 5) détermination des fractions 0-2, 0-10 et 0-20 μ au moyen de la pipette de Köhn,
- 6) détermination de la fraction $0-50 \mu$ par un prélèvement au moyen d'une pipette de 25 cc au temps de sédimentation zéro (l'aspiration instantanée s'effectuant par un vide d'air),
- 7) détermination des fractions supérieures à 50μ au moyen d'une série de tamis dans un appareil Ro-Tap (tamis de 105, 210, 500 et 1000 microns).

Les points 5 et 6 de cette méthode, impliquant de nombreuses et longues manipulations (séchage sur bain-marie, emploi d'étuves et de dessiccateurs, pesées de précision, le tout multiplié par quatre par échantillon) nous avons cherché à les remplacer par une méthode plus rapide.

L'emploi du densimètre (méthode de Bouyoucos) était alléchant, car une mesure de densité pouvait par simple calcul donner directement le poids de la fraction déterminée.

Un des désavantages majeurs du densimètre de Bouyoucos consiste cependant dans le fait que la concentration de la suspension ne peut être déterminée à une profondeur constante, la profondeur d'immersion du densimètre en équilibre, variant avec la concentration.

La méthode idéale consisterait à combiner la précision de la méthode gravimétrique (pipette de Köhn) à la rapidité de la méthode densimétrique.

Cet idéal a été atteint en construisant un hydromètre à chaîne, qui présente comme caractéristique principale la possibilité de mesurer par gravimétrie la densité de la suspension à une profondeur déterminée et rigoureusement constante.

L'hydromètre à chaîne se compose d'un corps à immersion et d'une tige métallique de forme déterminée. Le corps de l'hydromètre en verre et de forme cylindrique est alourdi par l'introduction d'une quantité déterminée

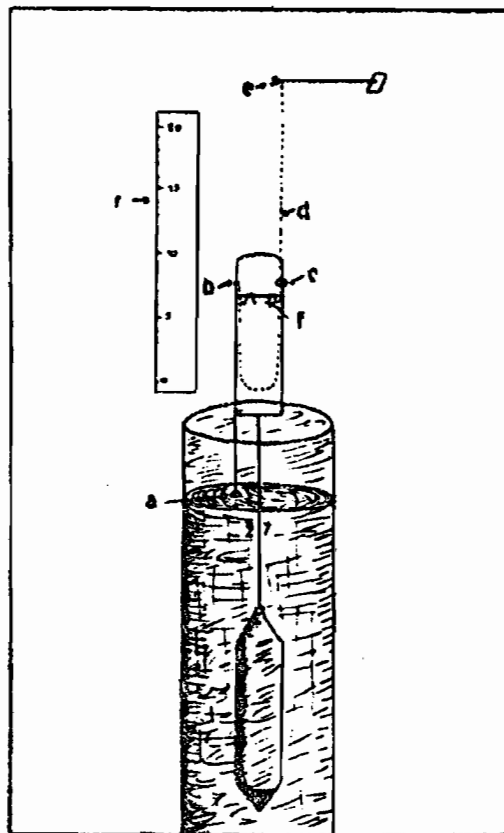


Fig. 1. — Principe de l'hydromètre à chaîne.

de mercure, ceci afin d'obtenir le poids et la stabilité requis pour l'hydromètre (fig. 1).

La tige comprend, à sa partie inférieure, une aiguille (a), permettant une lecture de densité à profondeur constante, celle-ci étant la profondeur au moment où l'aiguille touche la surface de la suspension lorsque l'hydromètre a la surcharge requise. La surcharge est obtenue en premier lieu par des cavaliers de poids divers (100 mgr. étant le minimum) que l'on place sur une partie transversale de la tige et enfin par une légère chaînette de 100 mgr, accrochée à la partie supérieure de l'hydromètre. La construction est telle que la surcharge finale de la chaînette est lisible sur une échelle divisée en cm et mm.

Le poids de l'hydromètre augmenté du poids des cavaliers et du poids du nombre de mm de chaînette employée permet de calculer la densité de la suspension.

1. Reproductibilité obtenue par la méthode de l'hydromètre à chaîne.

Les erreurs expérimentales, ainsi que les erreurs

théoriques ont été soigneusement épluchées lors d'une première étude (1). Dans cette étude les résultats d'analyse de 100 échantillons, obtenus respectivement par la méthode de la pipette et celle de l'hydromètre à chaîne, ont été confrontés, chaque détermination ayant été exécutée en double.

Le tableau suivant donne, à titre d'exemple, les résultats comparatifs de quatre échantillons de limon :

Fraction	0-2 μ		0-10 μ		10-20 μ		20-50 μ	
	Pip.	Hydr.	Pip.	Hydr.	Pip.	Hydr.	Pip.	Hydr.
Echant. 1	24,4	24,2	10,3	12,1	13,8	13,6	47,5	46,1
	25,6	24,4	12,1	11,3	14,6	16,5	43,5	43,8
Echant. 2	17,4	18,5	9,8	9,8	14,8	14,6	52,7	52,2
	16,9	18,4	10,2	9,2	16,9	16,4	50,0	50,2
Echant. 3	19,0	18,9	7,1	8,7	13,8	13,7	55,3	53,8
	18,1	18,9	5,0	8,5	18,4	15,0	58,1	52,7
Echant. 4	22,4	21,0	9,0	9,0	15,8	16,5	49,4	50,3
	20,0	20,0	13,2	10,6	16,9	14,8	46,7	51,4

Notons que les échantillons étudiés comprenaient également des sables et des argiles lourdes.

Les écarts entre les déterminations, effectuées en double dans un même cylindre de sédimentation, afin de réduire au minimum les autres sources d'erreur, s'élevaient en moyenne à :

pour la fraction		hydromètre	
		pipette	à chaîne
>	>	1,4 %	0,3 %
>	>	2,4 %	0,3 %
>	>	2,6 %	0,5 %
>	>	3,0 %	0,4 %

Nous pouvons en déduire que la reproductibilité obtenue au moyen de la méthode de l'hydromètre est pratiquement 5 fois supérieure à celle obtenue par la technique de la pipette.

Les écarts moyens entre la technique de la pipette et celle de l'hydromètre, et calculés pour les 100 échantillons étudiés, sont les suivants :

pour la fraction	0-2 μ :	+0,05	
>	>	2-10 μ :	-0,14
>	>	10-20 μ :	+0,23
>	>	20-50 μ :	-0,17

Nous nommons l'écart positif lorsque le résultat obtenu par l'hydromètre est supérieur à celui obtenu par la pipette. Comme on peut le voir, les écarts entre les deux techniques sont très petits.

Les avantages principaux de la technique de l'hydromètre à chaîne sur celle de la pipette sont :

- obtention de résultats exacts et plus grande reproductibilité;
- méthode économique : plus de récipients, ni bain-marie, ni étuves, ni pesées sur balance de précision;
- meilleure méthode pour les analyses en série, traduite par une hausse de rendement d'environ 40 %, comme

nous avons pu l'établir par chronométrages répétés. (Le mode opératoire est donné à la fin de cette note).

Notons ici, que dans la méthode de l'hydromètre à chaîne

-- les fractions 0-2 μ , 0-10 μ et 0-20 μ sont directement déterminées, ce qui était aussi le cas pour la technique de la pipette;

-- les fractions supérieures à 50 μ (après séparation sous eau sur tamis de 50 μ) sont également directement obtenues par pesées;

-- dans la méthode initiale toutes les fractions minérales, déterminées directement, étaient totalisées et majorées des résultats des déterminations de matière organique, de calcaire et d'humidité; la différence de ce total avec 100 % donnait la fraction de 20 à 50 μ . (Dans le cas de la pipette, la fraction 0-50 μ étant également directement déterminée, la fraction 20-50 μ se calculait par différence de la fraction 0-50 μ et de la fraction 0-20 μ).

2. Exactitude des résultats obtenus par l'hydromètre à chaîne.

L'étude comparative de l'analyse mécanique par la pipette d'une part et l'hydromètre à chaîne d'autre part, nous a montré clairement la supériorité de cette dernière méthode, tant au point de vue de la reproductibilité que du rendement.

La précision absolue n'a cependant pu être établie que par une deuxième étude comparative, permettant la comparaison des résultats obtenus avec l'hydromètre à chaîne avec ceux obtenus par la méthode de siphonnages successifs; cette dernière rend possible la séparation complète de chaque fraction granulométrique envisagée.

Les flacons d'Atterberg n'étant pas particulièrement satisfaisants pour les séparations quantitatives (2), nous avons exécuté les séparations dans des béchers de 800 cc forme haute.

Pour cette seconde étude comparative (3), 55 échantillons de sols, de textures allant du sable à l'argille lourde, ont été utilisés, et les déterminations faites par l'hydromètre à chaîne ont été exécutées en double.

Le tableau suivant présente, à titre d'exemple, les résultats de 7 échantillons à teneur en argile croissante et obtenus par les deux méthodes précitées :

Fraction	0-2 μ		0-10 μ		0-20 μ		20-50 μ	
	hydr.	siph.	hydr.	siph.	hydr.	siph.	hydr.	siph.
4/6	7,15	8,28	9,90	10,43	12,35	13,13	27,55	25,71
6/4	17,65	16,70	21,80	21,88	25,90	26,79	35,10	32,49
9/2	23,35	24,05	29,20	30,11	32,00	34,04	15,05	12,57
10/5	33,65	34,84	45,40	45,42	53,35	54,32	32,65	31,22
15/1	45,55	45,40	63,95	66,26	73,05	77,62	17,55	13,05
16/7	56,35	57,22	72,75	74,02	83,45	85,60	14,90	12,69

Les erreurs, établies statistiquement par la comparaison des deux groupes de résultats, ont été représentées dans le tableau suivant :

Fraction	0-2 μ	0-10 μ	0-20 μ	20-50 μ	> 50 μ
Déviati on systématique	+0,24	+0,62	+1,08	-1,71	+0,63
Déviati on aléatoire	1,22	0,76	0,87	1,01	0,67
Déviati on standard	1,24	0,98	1,38	1,99	0,92
Plus petite différence significative au niveau de probabilité de 95 %	3,52	2,78	3,92	5,62	2,60

Cette seconde étude a permis d'améliorer quelques détails de l'analyse granulométrique par l'hydromètre à chaîne. En outre l'analyse statistique de ces 55 paires de résultats démontra, pour la méthode de l'hydromètre, l'existence d'erreurs systématiques pour la fraction inférieure à 20 μ et la fraction supérieure à 50 μ , dont la somme était identique mais de sens contraire à l'erreur systématique de la fraction 20-50 μ .

Dans le cas de la méthode par siphonnages successifs, nous devons retrouver théoriquement 100 % du poids initial pesé en majorant les teneurs des fractions minérales, par les teneurs trouvées en matières organiques, calcaire et humidité. Plus la différence entre la somme obtenue et le chiffre théorique de 100 est petite, plus la garantie que les résultats des différentes analyses soient exacts est grande.

Sur les 55 échantillons nous avons obtenu :

pour 27 échantillons (50 %) une somme = 100 \pm 0,5 %
> 44 > (80 %) > > = 100 \pm 1 %
> 51 > (93 %) > > = 100 \pm 2 %
> 53 > (96 %) > > = 100 \pm 3 %
> 54 > (98 %) > > = 100 \pm 4 %

Les échantillons donnant les écarts les plus grands étaient des échantillons contenant le plus de matière organique. Pour ces mêmes échantillons les différences entre les fractions 20-50 μ , déterminées d'après les deux méthodes, étaient également les plus grandes.

Connaissant en outre la déviation systématique élevée de la fraction 20-50 μ , et le signe opposé au signe des déviations systématiques pour les autres fractions, une troisième étude comparative s'imposait.

Nous supposons à ce moment que la cause d'erreur pour la fraction 20-50 μ était due au fait que sa teneur dans le cas d'une détermination avec l'hydromètre à chaîne, était calculée par différence, tenant compte dans ce calcul de la teneur en matière organique, celle-ci étant déterminée selon la méthode titrimétrique de Walkley & Black, après oxydation au $K_2Cr_2O_7$ et H_2SO_4 (4).

Sous notre climat, une accumulation de matériaux organiques en surface n'est possible que dans des conditions de forte humidité (cas le plus fréquent), par exemple aux endroits à nappe phréatique élevée ou dans des conditions d'aridité relative, par exemple sur les fortes pentes.

Sous ces conditions, les matériaux organiques ne sont plus suffisamment décomposés par les micro-organismes faisant presque défaut dans ces sols; ceci provoque une accumulation. Or l'oxydation par voie humide au laboratoire est d'autant plus incomplète que l'humification des matières organiques est moins évoluée. On conçoit ainsi

très bien que, moins l'oxydation par voie humide est avancée, plus l'erreur pour la fraction 20-50 μ , calculée par différence, sera grande.

(Notons que, lors de la préparation des échantillons pour l'analyse mécanique, on détruit les matières organiques par oxydation au moyen d' H_2O_2 , 30 % et ébullition prolongée).

C'est afin de mieux étudier ce phénomène et de voir comment il était possible d'éliminer ces erreurs, que nous avons entrepris une troisième étude comparative (5), comprenant surtout des échantillons de sols riches en matériaux organiques. 71 échantillons de terres, dans lesquels les teneurs en matière organique (selon W & B) variaient entre 0 et 20 %, furent étudiés. Dans à peu près la moitié des cas les teneurs variaient entre 6 et 16 %.

Voulant déterminer l'ordre de grandeur de l'erreur sur la fraction 20-50 μ (erreur principale, qui est fonction de la teneur en matière organique), nous avons prélevé au moyen d'une pipette, une partie de la suspension homogène, au temps de sédimentation = zéro. De cette façon on obtenait directement la fraction 0-50 μ , qui donnait à son tour, par différence avec la fraction 0-20 μ , la fraction 20-50 μ ; d'autre part cette même fraction était calculée une seconde fois par différence, tenant compte, entre autre, de la teneur en « humus », comme il est indiqué à la dernière page de cette note, § 5, a.

Par le prélèvement à la pipette de la fraction 0-50 μ et tenant compte de la fraction sableuse > 50 μ , nous étions à même de déterminer directement les teneurs en constituants minéraux; la somme de ceux-ci, de la matière organique, de la chaux carbonatée et de l'humidité doit donner aussi un total théorique de 100 %, si toutes les déterminations sont exactes. Appelons la somme des constituants : Σ const.

La troisième étude comparative nous apprend que :

- 1) la Σ const. ne dépasse pas 100 \pm 3 % pour tout échantillon contenant peu d'humus (selon W & B); le calcaire pouvant varier dans de très larges proportions,
- 2) une diminution rapide de Σ const. allait de pair avec augmentation de la teneur en matière organique (déterminée titrimétriquement selon W & B) (voir fig. 2.),
- 3) à une teneur en « humus » supérieure à 2,5 % nous risquons de voir s'abaisser la Σ const. en dessous de 97 %,
- 4) que la différence « 100 - Σ const. » est environ égale à l'erreur absolue sur la fraction 20-50 μ .

Comme nous voulons éviter le plus possible de pipeter systématiquement tous les échantillons, nous concluons que, pour éviter une faute absolue de \pm 3 % dans la fraction de 20 à 50 μ , nous sommes obligés de faire un prélèvement à la pipette (au temps de sédimentation = 0) pour tous les échantillons dont la teneur en « humus », déterminée selon Walkley & Black, dépasse 2,5 %.

Nous donnons pour finir le mode de travail qui, présentement, donne le plus de satisfaction.

Photo n° 1 :
Tamisage sous eau sur tamis de 50 μ . Les béciers
400 cc (seconde série) contenaient les échantillons
non tamisés. Les béciers de 400 cc contiennent les
fractions sableuses retenues sur le tamis, tandis que
les cylindres de 1 L. reçoivent les fractions fines
passant le tamis et recueillies dans le bassin.

Photo n° 2 :
Pipetage de la fraction 0-50 μ (au temps de
sédimentation égal à zéro) au moyen d'une pipette
actionnée par un vide d'air. Ce prélèvement s'effectue
pour tout échantillon dont la teneur en matière
organique est supérieure à 2,5 %.
A l'avant-plan on voit un agitateur, ainsi que des
récipients en nickel pour les fractions inférieures
à 50 μ .

Photo n° 3 :
Agitation des suspensions
dans des cylindres de sédimentation sont
placés dans un bac d'eau thermostaté.
L'hydromètre à chaîne, au
repos, est accroché à son montage.

MODE OPERATOIRE

1. Préparation.

On introduit dans un béccher de 800 ml, forme haute, 20 gr. \pm 0,01 gr de terre séchée à l'air* et 100 ml d' H_2O_2 à 30 %. Les bécchers sont placés dans un grand bac en zinc peu profond, contenant de 1 à 2 cm d'eau, afin d'éviter dans certains cas une trop forte réaction. Si l'effervescence est, malgré cette précaution, tout de même trop forte, on ajoutera au moyen d'une pissette quelques ml d'alcool. On laisse ensuite réagir toute une nuit.

Le lendemain on porte à ébullition et laisse réagir jusqu'à la fin de l'effervescence, tout en ajoutant de temps à autre une dizaine de ml d' H_2O_2 à 30 %. Cette attaque demande plusieurs heures et parfois toute une journée dans le cas d'échantillons riches en matière organique.

On ajoute ensuite au moyen d'une burette 0,33 ml de HCl concentré (12 N) par unité % de $CaCO_3$ déterminé titrimétriquement (6); ensuite 100 ml de HCl, 0,2 N et autant d'eau distillée nécessaire pour remplir aux 3/4 le béccher; on porte le tout à ébullition pendant 15 minutes (bien agiter).

Les électrolytes flocculateurs sont ensuite éliminés en grande partie par siphonnages répétés du liquide limpide après floculation. Les siphonnages s'effectuent toutes les 24 heures**.

Après cette opération, on ajoute 50 ml de peptisateur*** et on reporte à ébullition pendant 10 minutes afin

2. Tamisages.

Après refroidissement, on verse le contenu du béccher sur un tamis de 50 μ . On frotte au moyen du doigt l'échantillon sur le tamis, tout en arrosant de temps à autre, au moyen d'un fin jet d'eau distillée. A diverses reprises on plonge le fond du tamis sous eau, de telle sorte que l'eau filtrante puisse entraîner les plus petites particules.

L'exercice aidant, on est assez vite à même d'effectuer un tamisage sous eau tout en n'employant qu'une quantité d'eau d'environ 800 à 900 ml.

La fraction inférieure à 50 μ est transvasée dans un cylindre de sédimentation (éprouvette graduée de 1000 ml) et on porte le tout à un volume total d'un litre. On verse ce qui reste sur le tamis de 50 μ dans un béccher de 400 ml; après sédimentation rapide de la fraction supérieure à 50 μ , on décante avec précaution, puis on laisse évaporer. Cette fraction est finalement tamisée mécaniquement à sec, pendant 10' dans un appareil Ro-Tap; les tamis couramment employés sont ceux de 1000, 500, 210 et 105 μ .

(*) Si l'échantillon contient des cailloux ou des débris de roches on tamisera au préalable sur tamis de 2 mm.

(**) Le nombre de siphonnages dépendra de la teneur en chaux carbonatée. Si cette teneur est voisine de zéro, deux ou trois siphonnages suffiront. Pour les échantillons riches en calcaire, on répétera cette opération une ou deux fois de plus.

(***) Peptisateur : un mélange de 13,309 gr d'oxalate de soude et 2,12 gr de carbonate de soude par litre. Les concentrations dans les cylindres de sédimentation sont de 0,01 N pour l'oxalate de soude et de 0,002 N pour le carbonate de soude. d'obtenir une dispersion totale.

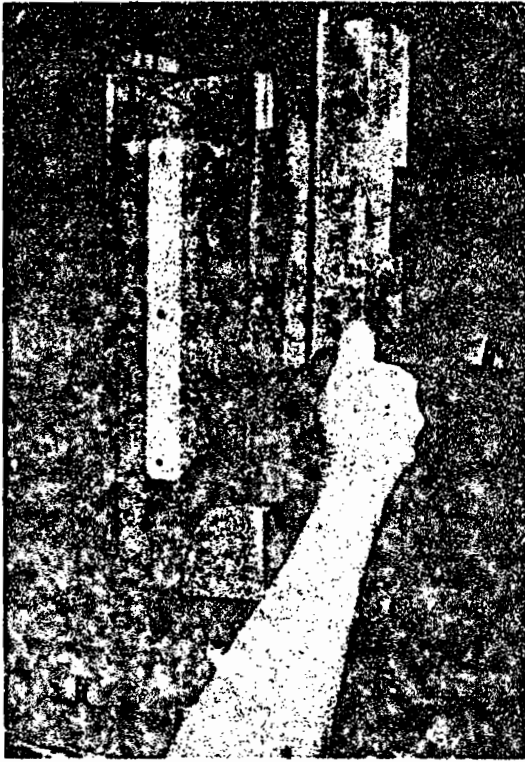


Photo n° 4 :
Après la mise à zéro de la chaînette au moyen de la vis à l'extrême droite de la photo, on alourdit au moyen de la chaînette le poids de l'hydromètre en abaissant la partie avant du statif, au moyen de la seconde vis. La photo montre également deux petits cavaliers reposants sur une lige transversale de l'hydromètre.

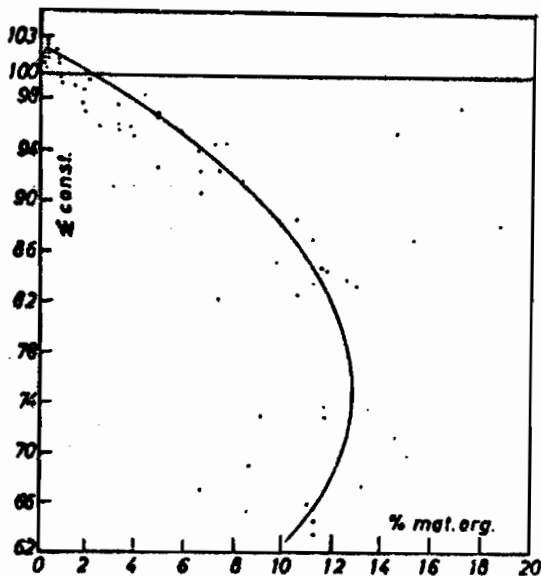


Fig. 2. — Corrélation entre la teneur en matières organiques et la somme de tous les constituants trouvés par l'analyse.

3. Déterminations au moyen de l'hydromètre.

La série de cylindres de sédimentation est placée dans un bac d'eau thermostaté et de forme allongée. Le niveau d'eau dans le bac est de 1 cm supérieur au niveau de la suspension dans les cylindres. On veillera également à attendre assez longtemps, afin que la suspension prenne la température requise. On agite ensuite carrément la suspension au moyen d'un agitateur (notons que les cylindres ne bougent pas de place). Les mesures de densité se font après des temps calculés exactement en se basant sur la loi énoncée par Stokes, lorsque la profondeur de détermination est connue. Celle-ci n'est autre que la distance entre la pointe de l'aiguille (a dans la figure 1) et le milieu du corps immergé lorsque celui-ci est symétrique. En général on a une profondeur de détermination variant de 20 à 22 cm.

Pour ces profondeurs, le temps de sédimentation pour la fraction argileuse sera d'environ 15 heures, ce qui permet une agitation à 17,30 h le soir et une détermination le lendemain matin à 8,30 h.

Une minute avant le temps de détermination, on introduira déjà avec précaution l'hydromètre dans la suspension. Au moyen de cavaliers on alourdira le poids de l'hydromètre de telle façon qu'il s'enfoncera jusqu'au moment où la pointe de l'aiguille (a fig. 1) sera à une distance de 1 à 2 cm du niveau de la suspension. L'ensemble du statif est ensuite baissé au moyen d'une

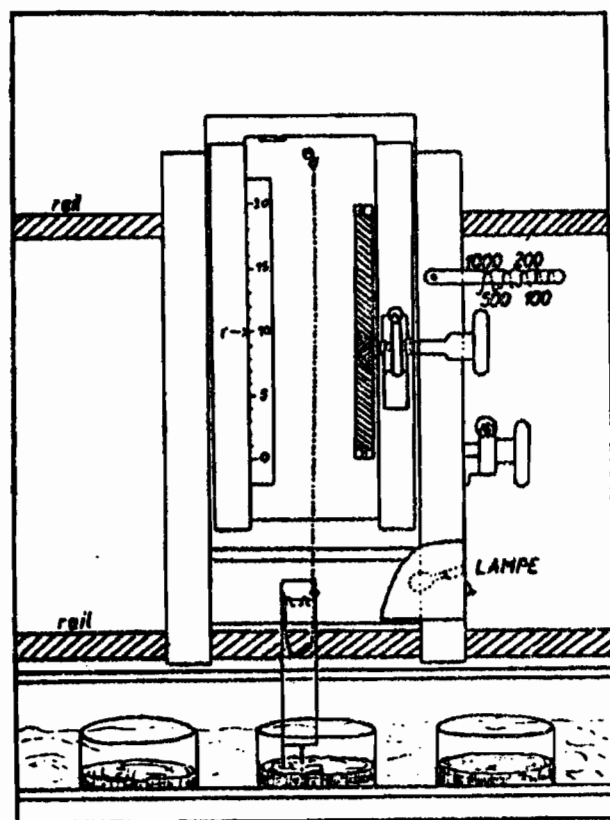


Fig. 3. — Montage de l'hydromètre à chaîne.

vis pour la mise à zéro de la chaînette. A cet effet un point noir de la chaînette (l'hydromètre est taré avec le bout de chaînette) doit arriver au niveau d'un anneau (c. fig. 1) fixé à l'hydromètre. En tournant la seconde vis de réglage, on abaisse la partie avant du statif, ce qui a pour effet d'augmenter le poids de la chaînette, pesant sur l'hydromètre et ainsi finalement le poids de l'hydromètre jusqu'au moment précis (et déterminé d'avance) où l'aiguille touchera la surface du liquide*. L'ensemble du statif repose sur deux rails horizontaux, le long desquels on peut le déplacer (fig. 3).

On a avantage à déterminer d'abord la fraction 0-2 μ et ensuite les fractions 0-10 et 0-20 μ . En effet, dans ce cas on aura tout le temps pour choisir les petits poids supplémentaires (les cavaliers), qui seront connus lorsqu'il s'agira de travailler avec plus de précision pour les fractions 0-10 et 0-20 μ .

Tenant compte de la surcharge totale de l'hydromètre, on déduit au moyen d'un graphique la concentration de la suspension.

Note importante : on prélèvera au moyen d'une pipette, une partie de la suspension homogène (temps de sédimentation égal zéro) de tout échantillon qui contient plus de 2,5 % d'« humus » (selon Walkey & Black). A cette fin on utilise une pipette de 25 ml, muni d'un robinet et actionné par une trompe à eau. On obtient ainsi directement la fraction 0-50 μ .

4. Calcul de la concentration de la suspension.

Il est facile de déterminer exactement le volume V de l'hydromètre en le plongeant dans un liquide de densité connue, notamment l'eau distillée; d'autre part, on connaît également le poids G_t de l'hydromètre au moment où il est en équilibre avec la suspension étudiée, c'est à dire au moment où l'aiguille touche la surface du liquide; on en déduit la densité de la suspension D_s pour une profondeur déterminée et à un temps donné, ce dernier correspondant au temps de sédimentation pour la fraction granulométrique que l'on veut connaître.

$$D_s = \frac{G_t}{V}$$

La quantité de sol ou de sédiment meuble en suspension, exprimée en grammes par litre, est donnée par la formule

$$g/l = \frac{1000 D_g (D_s - D_m)}{D_g - D_m}$$

dans laquelle :

D_g = densité du sol ou du sédiment

D_s = densité de la suspension

D_m = densité du milieu dans lequel s'effectue la suspension.

La valeur D_m est connue : $D_m = D_e + D_p$.

D_e étant la densité de l'eau.

D_p étant l'augmentation de la densité par suite de l'addi-

(*) La chaînette peut provoquer une surcharge de 100 mgr. Chaque cm de l'échelle graduée correspondant à plusieurs mgr de chaînette.

tion du liquide de peptisation : cette valeur D_p s'établit expérimentalement.

D_p est une constante = 0,0005868 pour le peptisateur employé. On obtient ainsi finalement :

$$\text{gr. susp./litre} = \frac{1000 D_g (D_s - D_e - 0,0005868)}{(D_g - D_e - 0,0005868)}$$

5. Détermination du pourcentage des fractions.

- a) si la teneur en « humus » est inférieure à 2,5 % : un graphique, dans lequel est reporté en ordonnée la surcharge de l'hydromètre, permet de lire en abscisse et en fonction du pourcentage de la fraction minérale totale, les pourcentages des fractions 0-2 μ , 0-10 μ et 0-20 μ et les fractions supérieures à 50 (ce qui évite pour chaque fraction l'emploi de la règle de trois). La fraction minérale totale = 100 — % matière organique — % CaCO_3 — humidité*. La fraction 20-50 μ est alors calculée par différence :
100 — % de la fraction 0-20 μ — % de la fraction supérieure à 50 μ .
- b) Si la teneur en « humus » est supérieure à 2,5 % ; dans ce cas la fraction 0-50 μ est obtenue directement par pipettage de cette fraction au temps de sédimentation égal à zéro.

Le pourcentage de la fraction minérale totale est, dans ce cas, égal à la fraction 0-50 μ majorée de la fraction supérieure à 50 μ . Au moyen du même tableau on déterminera les teneurs de chaque fraction.

BIBLIOGRAPHIE

- (1) L. De Leenheer et L. Maes. « Analyse granulométrique avec l'hydromètre à chaîne ». Bull. Soc. belge de Géologie, Paléontologie et Hydrologie. 1952, 61, 138-164.
- (2) H. Gesener. « Die Schlämmanalyse ». Akademische Verlagsgesellschaft. Leipzig. 1931.
- (3) M. Van Ruymbeke et L. De Leenheer. « Etude comparative d'analyses granulométriques par décantations successives et par l'hydromètre à chaîne ». Transactions 5th International Congress Soil Science. Léopoldville 1954.
- (4) A. Walkley and I. A. Black. « Soil Science » 1934, 37, 29-38.
- (5) L. De Leenheer et M. Van Ruymbeke. « L'analyse granulométrique par l'hydromètre à chaîne de terres riches en matières organiques ». Transactions 5th International Congress Soil Science. Léopoldville. 1954.
- (6) L. De Leenheer, L. Maes et M. Marcour. « De bepaling van calciumcarbonaat in gronden ». Mededelingen van de Landbouwhogeschool en de opzoekingsstations van de staat te Gent, Gent. 1954, XIX, 83-87.

(* Humidité par perte d'eau à 105°C de l'échantillon séché à l'air au préalable.

OPERATIONS	temps travail par éch.	délais	observations
PESEE	3 mn		
- destruction M.O.	2 mn	24 heures	
- désaturation	5 mn	3 heures	
- siphonage ou lavage sur filtre	2+2+2 mn 5 mn	24 ou 48 heures	
- dispersion ultrasons	3 mn		
- tamisage sables F. et G. (sur 50 μ)	5 mn		
- mise à volume 1000ml et dispersion	3 mn		15 fractions (2mm-200 μ (sables gross.) (200- 50 μ (sables fins) (50- 20 μ (limons gross.) (20- 2 μ (limons fins) (< 2 μ (argile)
- lavage sables séchage	5 mn 1 mn	2 heures	
- tamisage mécanique sables	1 mn	15 mn	
- mesure argile	2 mn	15 heures !(suivant t°)!	
- mesure limons F.	2 mn	≈ 5 mn (suivant t°)!	
- mesure limons G.	2 mn	≈ 5 mn !(suivant t°)!	
	45 mn		

encombrement: 50 échantillons en hydromètre de 1 litre
(largeur pied = 12 cm = 6 m)

matériel: salle climatisée (climatiseur) car on ne peut placer
50 éprouvettes de 1 litre en bain-marie.

plaques chauffantes pour 50 béciers de 1 litre

tamis

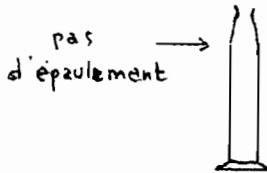
balance 1/10

personnel nécessaire: 3 techniciens (attaques, dispersions,
mesures suspensions) pour 500 analyses
par mois environ.

On peut éventuellement simplifier l'analyse avec résultats
moins précis (id. BOUYOUCOS) ou la limiter à certaines fractions.

CONCLUSION - méthode DE LEENHEER plus précise et plus régulière que la
méthode BOUYOUCOS, mais il y a manque de place et de personnel qualifié.
Diminuer fortement le chiffre des analyses et se contenter du chiffre
actuel de 24 échantillons par jour, soit 480 échantillons par mois
(BOUYOUCOS).

matériel: béchers 1000ml pyrex pour attaque M.O. par H_2O_2
matériel pour détermination humidité échantillon
chauffage sur bain de sable
entonnoirs et filtres pour lavage du sol



dispersion en allonge de sédimentation avec calgon, NaOH, NH_4OH , HCl, etc ... suivant le type de sol ou les analyses qui pourront être effectuées sur les argiles éventuellement.
Agitation sur agitateur rotatif à renversement ou avec ultrasons (allophanes).

couppelles pour détermination du blanc dispersant (calgon ou autre).

couppelles pour prélèvement argile + limons fins

couppelles pour prélèvement argile

pipette de ROBINSON avec bâti

tamisage sur agitateur mécanique classique ou à ultrasons (ALLEN-BRADLEY) des sables après siphonage.

balance 1/10 monoplateau + automatisée

encombrement: poste pipette = 0.60m
allonges 12cm Ø pied - 50 échantillons = 6m
bain-marie pour 50 béchers 1 litre

personnel: avec les pertes de temps obligatoires, on ne peut compter plus de 40 analyses par semaine et par technicien.

CONCLUSION - diminuer fortement le chiffre des analyses à la pipette de ROBINSON en limitant les déterminations aux échantillons les plus représentatifs.

- utiliser la méthode DE LEENHEER ou BOUYOCOS pour les séries moyennes éventuellement.

- utiliser le rapport pF 4.2/argile.

Achats indispensables pour la méthode à la pipette:

- plaque chauffante avec bain de sable amovible
- pipette ROBINSON avec support mobile
- agitateur rotatif de 20 places environ (40 retournements/mn)
- allonges à sédimentation sans épaulement
- appareil à ultrasons 20.000 à 40.000 Hpz maximum, 100 à 150 watts
- gamme de tamis (méthode U.S.A. ou INTERNATIONALE plus simple et largement suffisante).
- balance de pesée au 1/10 (la balance METTLER actuelle convient)
- local ne présentant pas de variations de température (non exposé au soleil, ni au vent).

Mécanisation partielle:

- balance à dépose électronique des poids (VOLAND, DU CHAMP).
Pesée rapide des sables, couppelles argile, argile + limons, etc ...)
- tamiseur avec agitation mécanique et ultrasons (ALLEN BRADLEY).
séparation rapide des sables.

.../...

32)- Argile dispersable dans l'eau -

méthode nouvelle ne présentant pas de difficultés particulières: dispersion, pipettage aliquote, mise à sec et pesée (environ 20g de sol).

Réalisable avec un technicien à plein temps:
40 éch./jour = 800 éch./mois.

Balance, étuve ou plaque chauffante, allonges, coupelles, etc ...

OPERATIONS	! temps travail! ! par éch. !	délais !	observations
PESEE	2 mn		
- dispersion eau	5 mn	8 à 15 heures!	! suivant t° et profondeur
- prélèvement	3 mn		
- séchage	1 mn	5 heures!	
- pesée	1 mn		
	<hr/>		
	12 mn		

33)- Densité réelle -

méthode nouvelle: environ 10g de sol + contrôle humidité

Matériel: picnomètre, balance

Avec un matériel adéquat, le programme est réalisable.

Salle à température régulière (pas de soleil, pas de vent).

De préférence, dégazer le sol à la trompe à vide plutôt que par chauffage ou éventuellement aux ultrasons. Le gain de temps est appréciable et la précision identique.

ATTENTION avec le kérosène dont l'utilisation est projetée.

Sous vide, il peut y avoir un début de volatilisation (pompe à vide anti-deflagrante).

Possibilité d'utiliser l'eau avec une précision légèrement inférieure (1 ou 2%).

CONCLUSION - Programme réalisable avec picnomètres en quantité.

34)- Densité apparente -

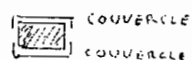
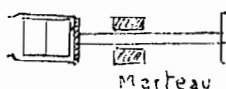
méthode actuelle: relation poids/volume (sol: échantillon spécial).

observations -

L'obtention de cylindre représentatif est difficile pour les sols sableux et secs, notamment. On a intérêt à déterminer l'humidité du sol en place en même temps, sur le même échantillon. On peut aussi effectuer, si le sol est assez argileux, un indice de contraction linéaire et volumique.

O.S.T. - améliorations possibles -

Utilisation d'un appareil de prélèvement avec cylindres standards de 100 ml (voir SOIL TEST, Soil Core Sampler A 145 de 2 1/4 OD)



Le pédologue doit veiller à la représentativité du cylindre (macro structure, roches, racines).

Le chimiste après les déterminations doit veiller à la présence éventuelle de gros cailloux, de racines, etc ... qui rendent la détermination imprécise.
Utilisation de résine SARAN pour stabiliser les cylindres d'échantillons sableux entre prélèvement et laboratoire.

CONCLUSION - analyse sans problèmes.

Achat appareil prélèvement et cylindres en quantité suffisante (si le sol est argileux, le cylindre d'échantillon peut être dégagé de l'anneau de prélèvement et expédié en sac plastique en évitant tout dessèchement et toute perte de sol).

Programme réalisable avec le matériel adéquat et du personnel (étuve à ventilation, balance Top-loading, cylindres D.A.).

Sol = 50 à 100 g.

35)- Conductivité électrique -

méthode actuelle: avec conductimètre

Pas de problèmes particuliers.

Réalisable avec conductimètre, salle sans variations excessives de température (étalons et extraits de sols à la même température).
Dégrossissage et choix des analyses sur extraits rapides de sol/eau 1/10. Si les mesures sont peu élevées, ne pas faire d'extractions sur pâte de sol.

Sol = 20g

36)- pH -

méthode actuelle - pHmètre

observations - néant

O.S.T. - améliorations possibles -

utilisation d'une électrode combinée avec un bras à parallélogramme (I.L.) facilitant la mise en place de l'électrode.

Temps de contact électrode/sol = 1 mn, puis lecture dans la solution surnageante avec agitation.

Faire pH eau et KCl (rapport 1/2.5) sur le même échantillon (addition de KCl en poudre).

Utilisation d'eau distillée bouillie, bien refroidie.

Grouper si possible les sols calcaires d'une part et les sols acides d'autre part (test préalable HCl).

Utilisation éventuelle de pots plastique léger à usage unique à fond plat. Pas de lavages à faire, etc ...

100 échantillons par jour (pH eau et KCl), soit 2000 échantillons par mois. Possible pour 1 technicien.

37)- Détermination de la dominance des substances amorphes -

méthode nouvelle -

sol = 5g - détermination seulement dans certains types de sol (andepts, par exemple).

Utilisation de FNa pour déplacer rapidement les ions OH⁻

.../...

Mesure du pH ou titration des ions OH⁻ présents.

Cette détermination n'intéresse que certaines zones de prospection.

Le FNa donne déjà une indication qualitative rapide sur le terrain et la méthode chimique de dosage des oxydes libres (Fe, Al, Si) donne une analyse quantitative précise.

Il faudra donc voir si une simplification n'est pas possible, en éliminant l'une ou l'autre des déterminations au début, en attendant l'équipement des laboratoires.

Il faudra tenir compte de la corrosion des électrodes de verre dans ce milieu et des moyens d'y remédier (électrode plastique pour ionomètre, par exemple, électrode quinhydrone, etc ..., type de jonction, pont, etc ...).

L'attaque du verre est très élevée et rapide et ne permet pas à l'équilibre thermodynamique de s'établir dans ce milieu.

Dès la concentration molaire de 10⁻⁶ en HF, l'effet est déjà sensible.

Avec une solution 0.001 N de HF, l'erreur est d'environ - 3 millivolts

0.01 N	HF	-15 "
0.1 N	HF	-54 "

erreur ± marquée suivant le verre composant l'électrode.

38)- Sels solubles -

sol = 100g

méthode nouvelle: Cette méthode^{ne} sera utilisée qu'après détermination de la conductivité. Si elle est élevée, on fera les tests qualitatifs pour voir s'il y a dominance de CO₃⁻⁻⁻, CO₃H⁻, Cl⁻, SO₄⁻⁻⁻, etc ... Il faudra doser les anions présents et obligatoirement les cations pour corriger les cations échangeables.

Le chiffre de 1600 analyses par mois paraît, dans ces conditions, excessif et sera vraisemblablement ramené dans la pratique à un niveau bien inférieur, sauf pour certaines zones.

On pourra donc se contenter de réaliser ces analyses de façon sporadique.

Les dosages sont longs, délicats, coûteux et requièrent un technicien habile si on désire avoir le détail et faire la balance cation/anion. L'INERHI possède une technologie qui pourrait très utilement permettre de former le personnel.

Matériel nécessaire:

solution (1): manuelle (lente et délicate) -

- dosage volumétrique pour CO₃⁻⁻⁻, CO₃H⁻, Cl⁻
- dosage par turbidimétrie pour SO₄⁻⁻⁻, ou éventuellement par gravimétrie pour les hautes teneurs.
- dosage de K⁺, Na⁺, par photométrie de flamme, Ca⁺⁺, Mg⁺⁺ par complexométrie.

solution (2): semi-mécanisée (plus rapide mais coûteuse en matériel) -

- titricolorimètre
- photomètre de flamme et absorption atomique

solution (3): complètement mécanisée - après extraction.

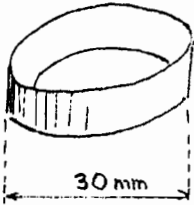
Prix très élevé du matériel. Les 8 paramètres sont dosés simultanément.

Dosage de 1 échantillon avec 8 déterminations toutes les 2 mn 180/jour, soit 3200 par mois, avec 2 techniciens pour les extractions + 1 technicien de haut niveau pour l'appareil.

39) - a) - pF 3.0 et 4.2 -

méthode nouvelle: l'INERHI peut former les techniciens.

observations:



Si le sol est bien échantillonné, on peut utiliser des anneaux prénumérotés de dimensions réduites (30mm Ø).

Une plaque de 28.5cm Ø SOIL TEST peut contenir 30 échantillons. Chaque emplacement sera numéroté (voir ex. joint).

Si l'appareil peut recevoir 3 plaques, le débit de 80 à 90 échantillons/jour avec un technicien est possible.

ATTENTION, avec les sols gonflants (montmorillonite, chlorite), ne remplir les anneaux qu'aux 2/3.

Pour les sols allophaniques, prévoir pF 3.0 et 4.2 sur sol SECHE AIR et dans son HUMIDITE NATURELLE (sac à double paroi).

Matériel - appareil à pression pF 4.2 avec 2 jeux de plaque poreuse

- appareil à pression pF 3.0 " " " "

- 180 boîtes à tare pour les humidités

- 1 étuve à ventilation

- 1 balance type P 120 à ± 2 mg Top-loading

- l'utilisation de compresseur est coûteuse. L'air comprimé en bouteille est plus économique et silencieux. ATTENTION, si le dispositif de réglage est commandé, il n'est plus possible de changer de système sans avoir les manomètres adaptés!

Programme réalisable: 80 à 90 pF 3.0

+ 80 à 90 pF 4.2 (éventuellement alterner, avec 1 technicien, un jour pF 4.2, un jour pF 3.0).

CONCLUSION - Sans problèmes si ce n'est la livraison du matériel déjà commandé en février 1974.

39) - b) - Humidité équivalente -

méthode actuelle: centrifugé 1000 g

observations -

Le pF 3.0 donne une indication similaire à l'humidité équivalente à 1000 g. On peut donc éviter de faire simultanément les 2 opérations, sauf si on désire faire des comparaisons.

39) - c) - Coefficient d'extensibilité linéaire (COLE) -

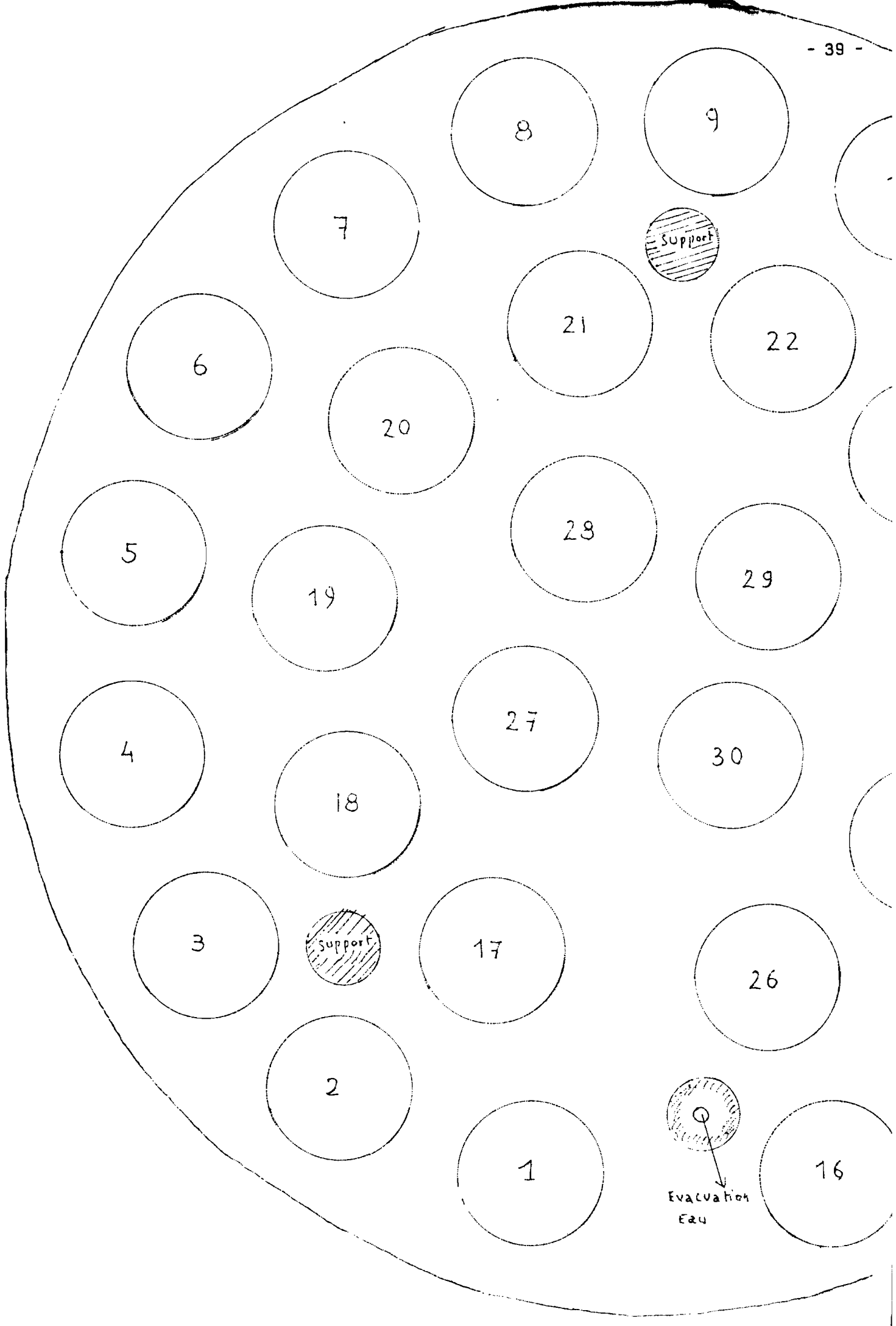
Méthode nouvelle - (voir méthodologie 7e Approximation.)

Méthode française similaire sur échantillons amenés à un degré d'humidité donné (à voir).

39) - d) - Limites d'ATTERBERG -

méthode nouvelle - l'INERHI peut former les techniciens.

.../...



observations -

La détermination correcte de limite de liquidité repose sur la régularité d'utilisation de l'appareil (2 tours/sc). Acheter de préférence le modèle à moteur plus régulier.

Limite plastique: demande une grande habitude.

Limite adhérence: " " " "

Le chiffre de 2000 déterminations/mois paraît difficile à atteindre sans un personnel très nombreux et habile.

CONCLUSION - Nécessité de ramener ce type de détermination à un taux beaucoup plus bas en raison de son coût en personnel et en matériel.

39) - e)- Acidité totale -

méthode actuelle - extraction par solution $\text{BaCl}_2\text{-HCl}$ 0.03 N en base, pH 8.0

- titrage volumétrique HCl

A rapprocher de l'acidité d'échange H^+ et Al^{+++} qui totalisée donne un résultat assez proche de la méthode BaCl_2 ce qui éviterait une détermination.

4/- METHODES CHIMIQUES -

41)- Matières organiques -

méthode actuelle - WAKLEY-BLACK à froid

observations - méthode à froid plus facile à réaliser que les méthodes à chaud.

Matériel réduit. Dosage par volumétrie.

Si on utilise FNa pour le masquage du fer, il y a attaque du verre des erlen-meyer.

Si on utilise H_3PO_4 pour masquer le fer, le prix du réactif est élevé.

La verrerie utilisée pour cette détermination sera spécifique de la méthode.

Prévoir plaques d'amiante pour les erlens afin d'avoir le même échauffement pour tous les échantillons.

Etablir un rythme attaque-dosage très régulier. Généralement, un échantillon toutes les 6 à 10 minutes, suivant l'habileté du technicien (attaque, dosage imbriqués).

Importance du broyage fin et homogène.

Soit 50 échantillons par jour. Il faut tenir compte des échantillons trop concentrés ou insuffisamment concentrés. La détermination préalable du taux d'azote est un guide précieux.

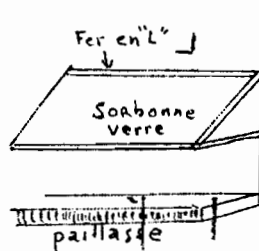
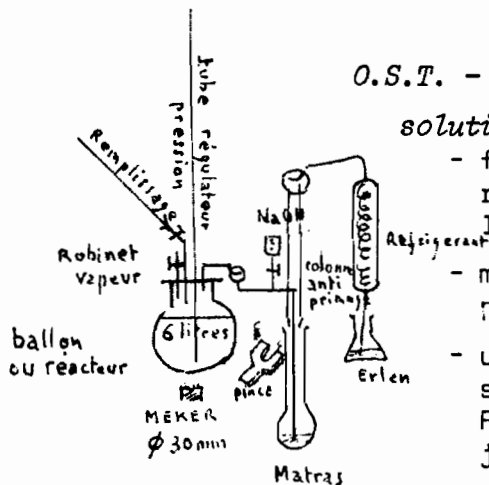
42)- Azote total -

méthode actuelle - KJELDAHL

observations - matériel d'attaque splendide, mais encombrant et ne disposant que de 9 postes d'attaque et de distillation simultanées (3 à réparer).

.../...

O.S.T. - améliorations possibles -



solution (1) - manuelle.

- faire réaliser une rampe d'attaque compacte à gaz (prix relativement peu élevé) (plan ci-joint pour 40 échantillons sur 2 étages, sur 2.10m).
- monter une batterie de 4 appareils entraînement à la vapeur (schéma joint).
- utilisation de matras de 300ml moins encombrants, mais suffisants avec 2g de sol. Pesée dans papier à cigarette très pur (voir échantillon joint).
- mettre un peu d'eau sur les échantillons, le soir, la veille de l'attaque. Résultats plus réguliers et l'addition de SO_4H_2 est alors plus facile.
- hotte d'attaques efficace nécessaire. Prévoir un moteur puissant avec pales plastique, débit $\approx 3000 \text{ m}^3/\text{heure}$. La hotte peut être simplement réalisée avec des cornières métalliques en L, scellées au mur et recouvertes par des plaques de verre.
- Si le moteur du ventilateur-aspirateur de vapeur est suffisamment puissant, il est possible de travailler sans porte de hotte.
- confection de supports de manipulation et stockage des matras (voir schéma joint).

solution (2) - semi-manuelle -

Azote dosé par méthode de DUMAS dans appareil COLEMAN semi-automatique.
5 échantillons environ par heure au maximum, soit 30 échantillons par jour en pratique \rightarrow 600 échantillons par mois (sur 500mg de sol maximum).

solution (3) - automation plus poussée (prix élevé) -

Appareil AUTOMATIC KJELDAHL système de FOSS ELECTRIC (Danemark).
Environ 20 échantillon à l'heure (digestion + distillation + titration + affichage digital des résultats), soit environ 3000 échantillons par mois, sur 1g de sol.

43)- Phosphore Assimilable - (+ K^+ , Ca^{++} , Mg^{++} , Assi) -

méthode actuelle - méthode OLSEN pH 8.4

observations -

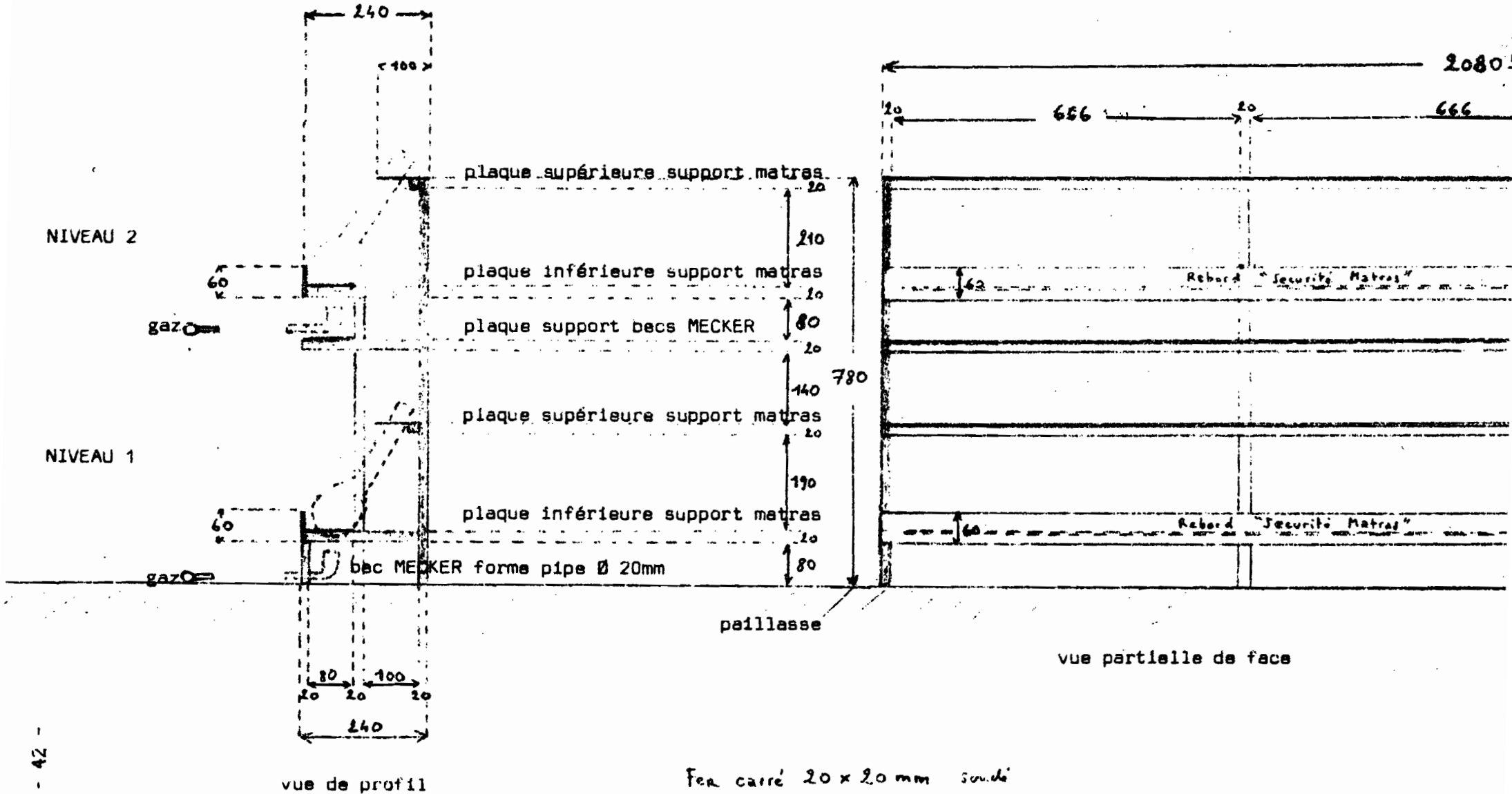
Méthode bien organisée et rationalisée. Débit important, pas de problèmes, si ce n'est le dosage de Ca et Mg par complexométrie.

O.S.T. - améliorations possibles -

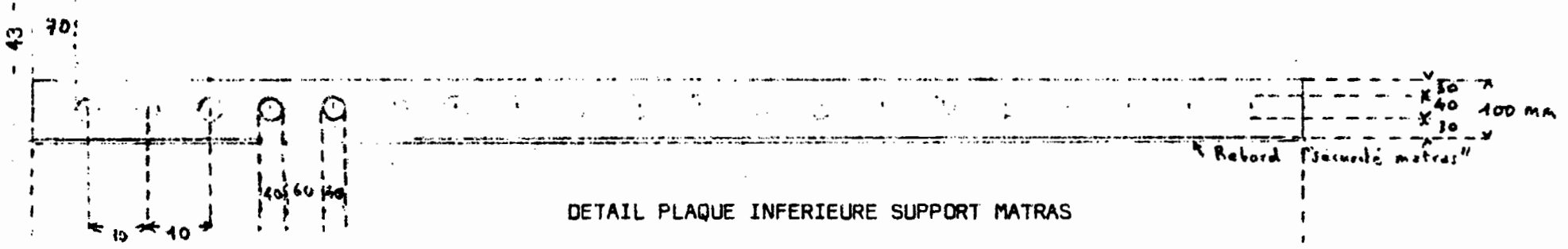
Dosage de Ca et Mg par absorption atomique en 2 passages. On pourrait se contenter de faire P Assi et de reporter le matériel sur les dosages de Ca, Mg, K et Na Echangeables plus utiles et d'ailleurs peu différents de l'Assi et mieux définis.

.../...

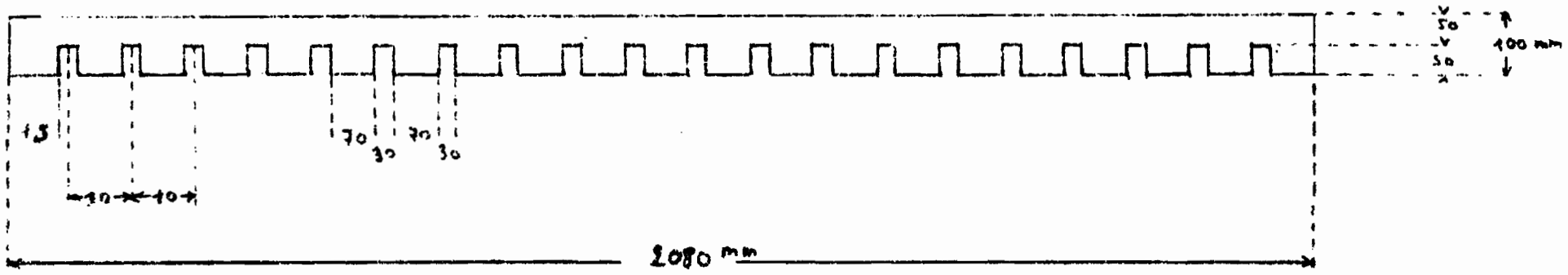
RAMPES D'ATTAQUE KJELDAHL
(pour matras de 300ml)



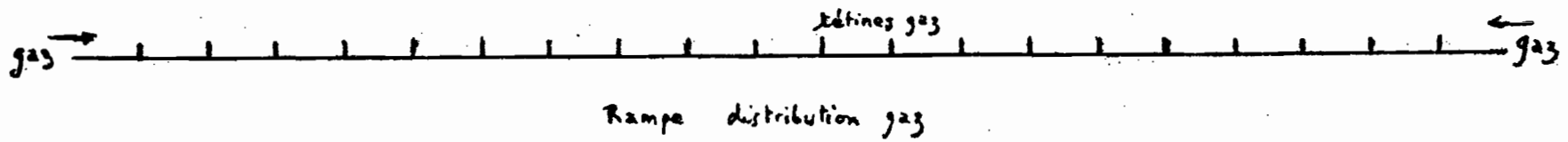
Fer carré 20 x 20 mm soudé
Tôle 2 à 3 mm épaisseur (plaques support matras et becs)
Tôle 3 mm " " (Rebord Sécurité Matras)

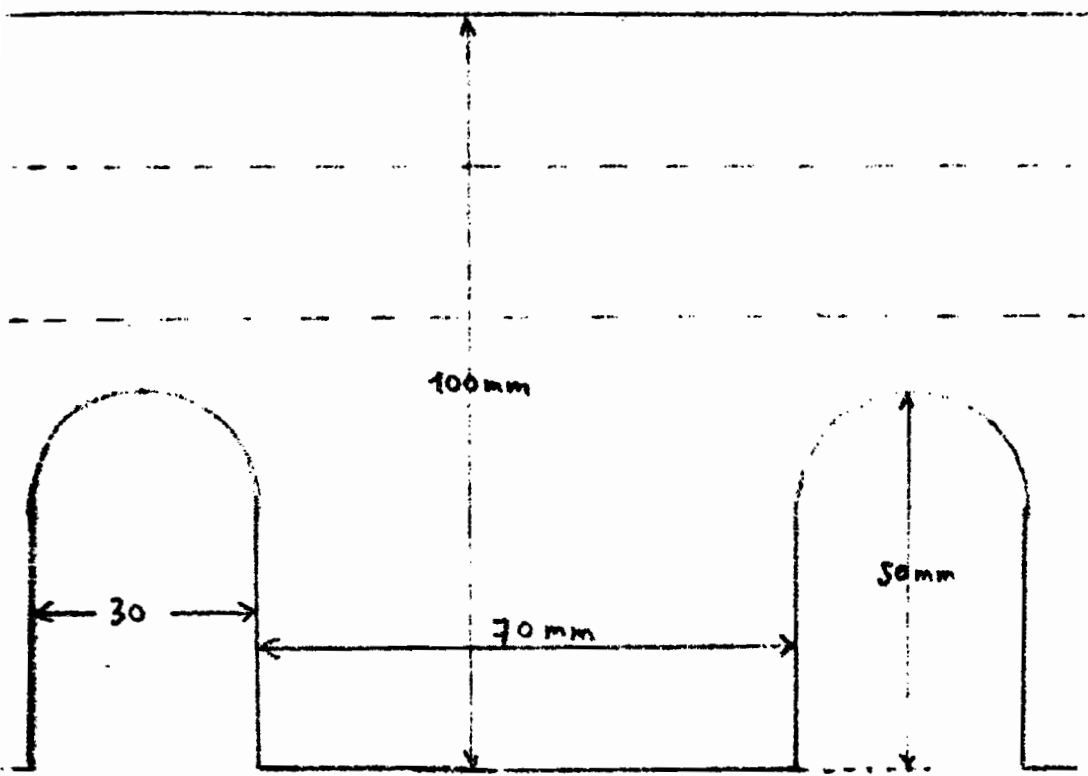


DETAIL PLAQUE INFÉRIEURE SUPPORT MATRAS

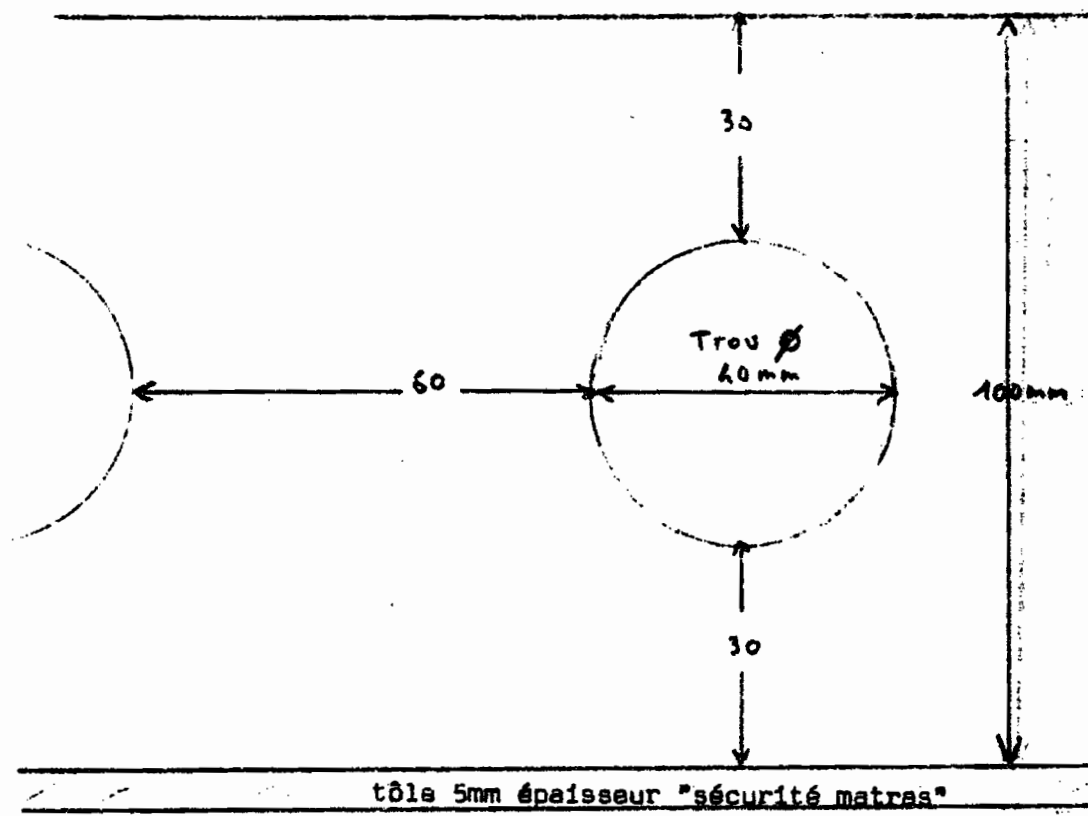


DETAIL PLAQUE SUPÉRIEURE SUPPORT MATRAS





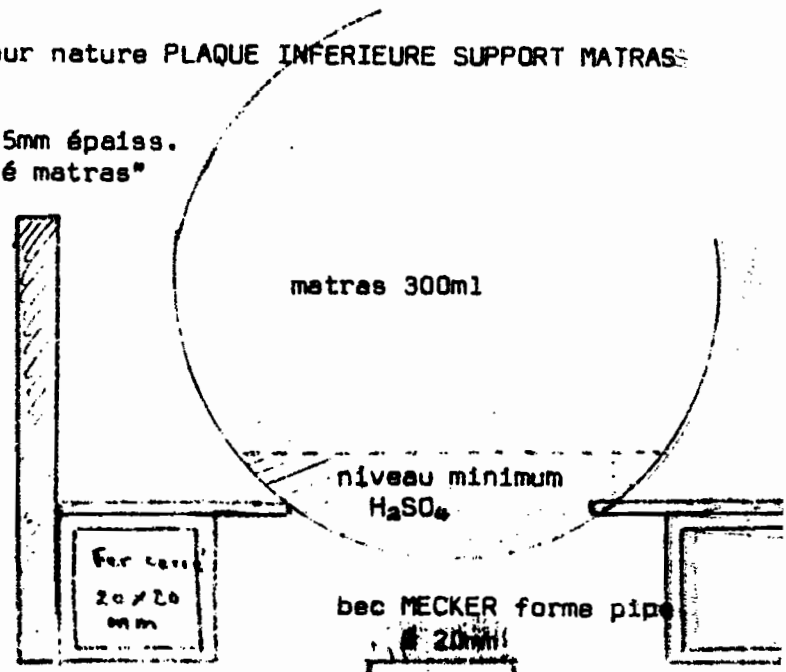
DETAIL grandeur nature PLAQUE SUPERIEURE SUPPORT MATRAS



DETAIL grandeur nature PLAQUE INFÉRIEURE SUPPORT MATRAS

DETAIL grandeur nature
profil plaque inférieure support matras

tôle 5mm épais.
"sécurité matras"



matras 300ml

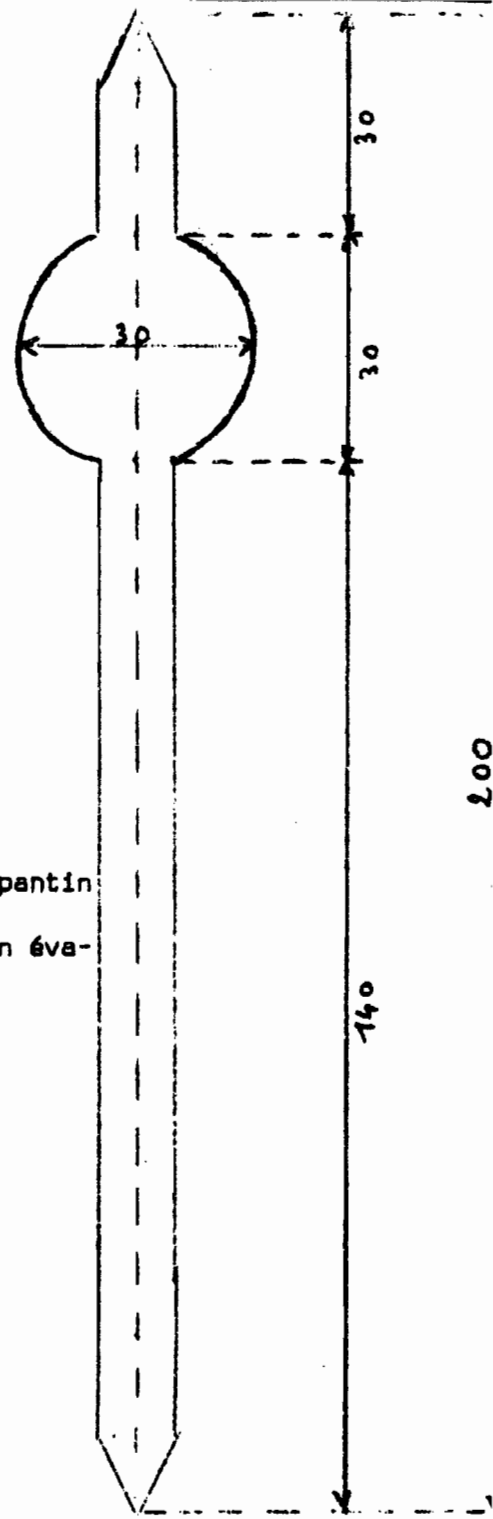
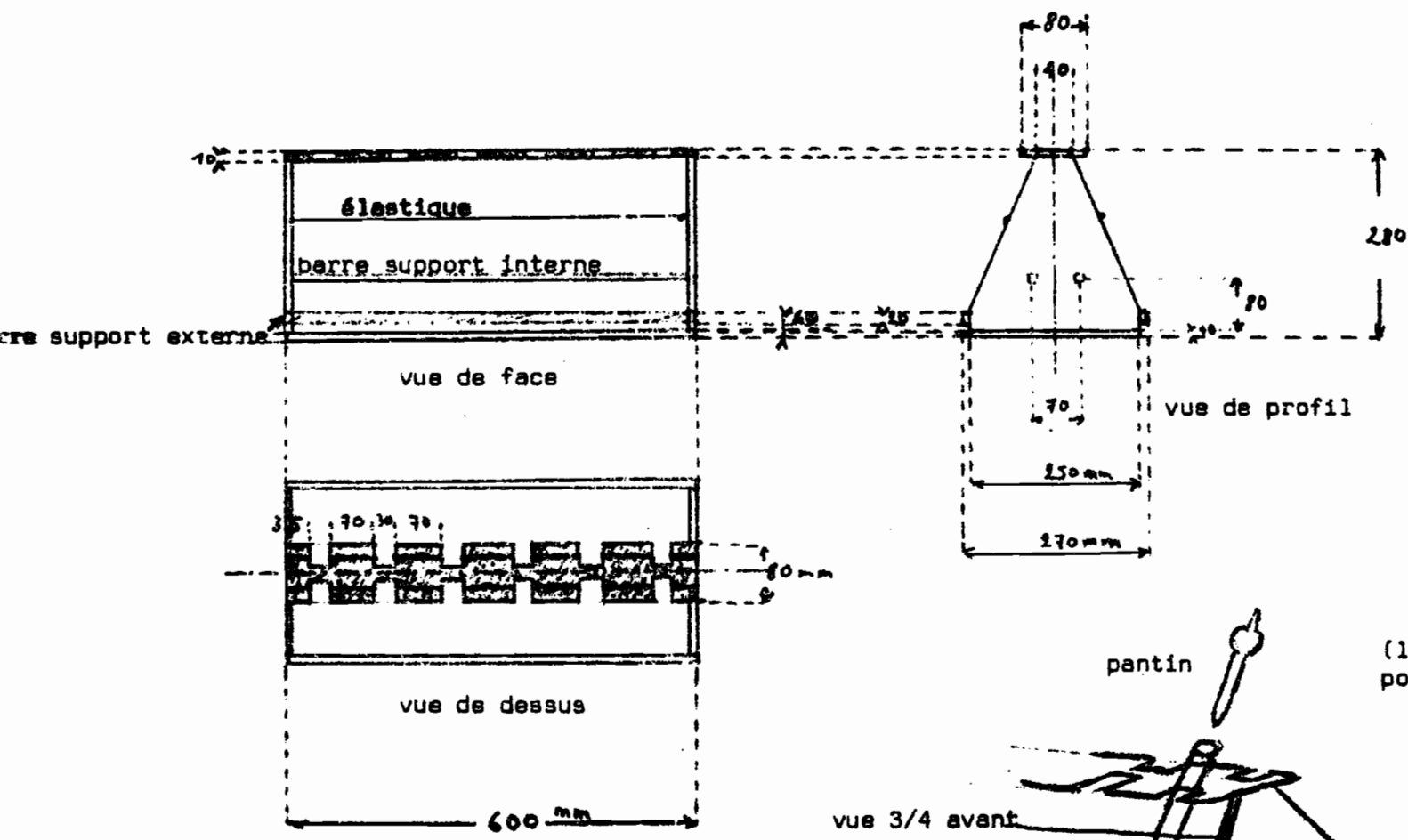
niveau minimum
 H_2SO_4

Fer 1000
20x20
mm

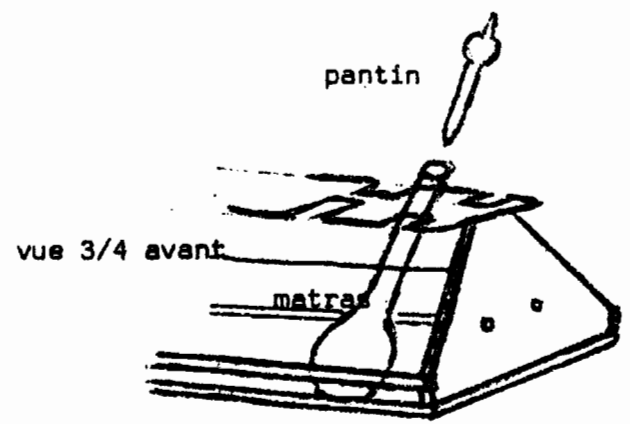
bec MECKER forme pipe
20mm

MANIPULATION ET STOCKAGE DES MATRAS APRES PESEE OU ATTAQUE

(12 matras)



détail pantin
pyrex
(limitation évaporation)



200

140

30

30

44)- Capacité de fixation P et K -

méthode nouvelle - à déterminer

méthode française - saturation en P

- lavage par réactif P_2O_5 Assi
- attaque totale P_2O_5 par HNO_3 bouillant
- dosage P_2O_5 par volumétrie ou colorimétrie d'absorption.
- pour le dosage de K, id. méthode Bases Totales.

On peut saturer par du phosphate de potassium pour n'avoir qu'une seule opération.

Méthode de recherche assez longue, intéressante particulièrement dans les sols issus de cendres volcaniques (amorphes)(à voir).

45)- Capacité d'Echange de cations - pH 8.2, 7.0, 4.8 -

méthode actuelle - acétate NH_4 + éthanol + KCl \rightarrow distillation NH_4

observations -

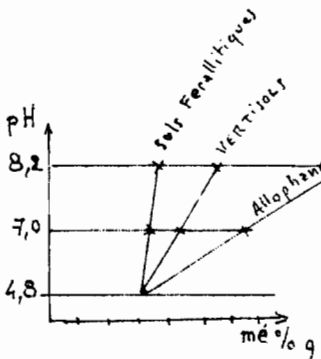
- saturation, lavage, déplacement sur fiole à vide.
- Bonne organisation.
- Impossibilité cependant de quintupler le rendement.

O.S.T. - améliorations possibles -

adoption système avec centrifugation qui demande moins de place (méthode de référence U.S.A.)

Centrifugeuse à 8 ou 10 pots de 50ml nécessaire + VORTEX pour décoller les culots de sol, ou méthode sur filtre mixée avec extraction des cations échangeables (pH 7.0).

Les méthodes avec pH 8.2 et 4.8 ne sont vraiment intéressantes qu'avec les allophanes dont la Δ value est importante.



46)- Cations échangeables - K^+ , Na^+ , Ca^{++} , Mg^{++} -

méthode actuelle - acétate d'ammonium N, pH 7.0

observations -

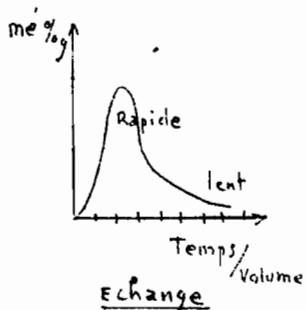
On peut extraire par de l'acétate d'ammonium (ou de sodium) et recueillir le réactif (le sol est saturé en ammonium. On peut laver par l'éthanol, puis déplacer par KCl pour doser la Capacité d'échange. La consommation en éthanol est plus importante que si on opère par centrifugation pour T.).

O.S.T. - améliorations possibles -

Les possibilités actuelles sont de 8 échantillons/jour, ce qui est faible. On travaillera sur rampe de percolation avec entonnoir à tige longue.

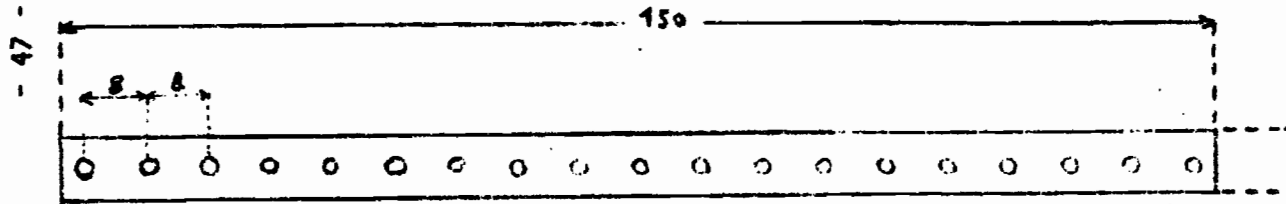
4 rampes par paillasse de 3m = \approx 70 échantillons à la fois. Ces rampes seront adaptées aux entonnoirs de 75mm \emptyset , tige longue.

La percolation doit être lente et durer de 2 à 3 heures. On opère par petites fractions successives.

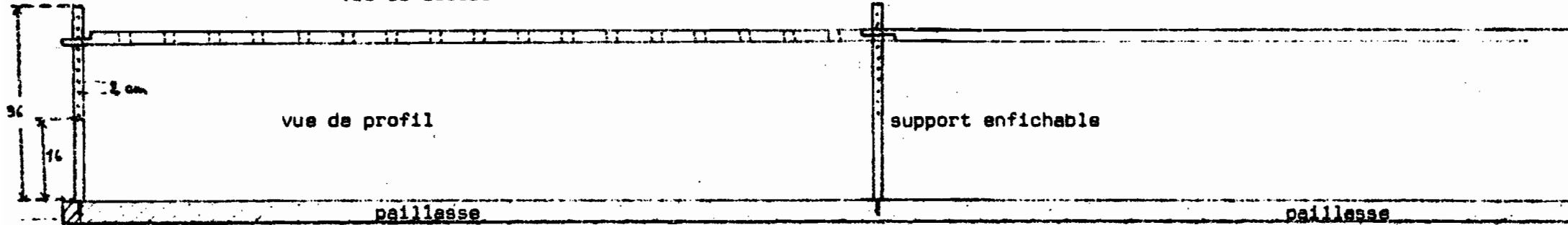


.../...

RAMPES AMOVIBLES POUR PERCCLATION



vue de dessus

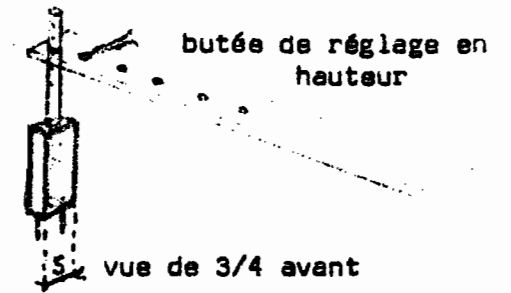


vue de profil

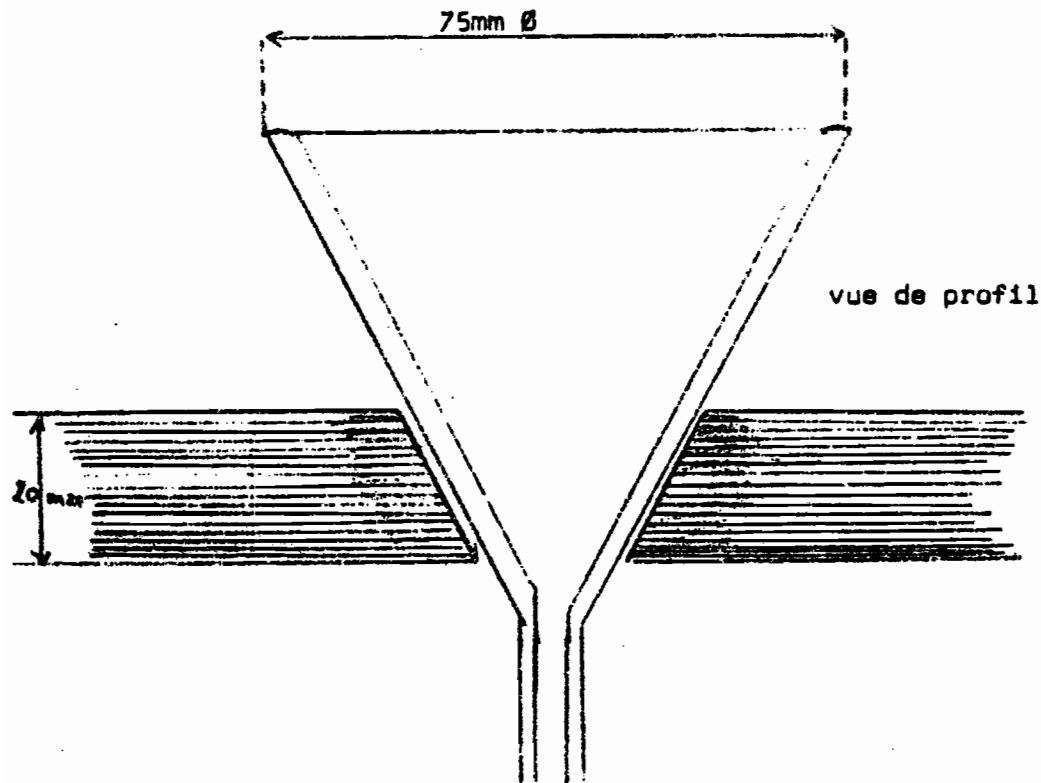
support enfichable

pailasse

pailasse

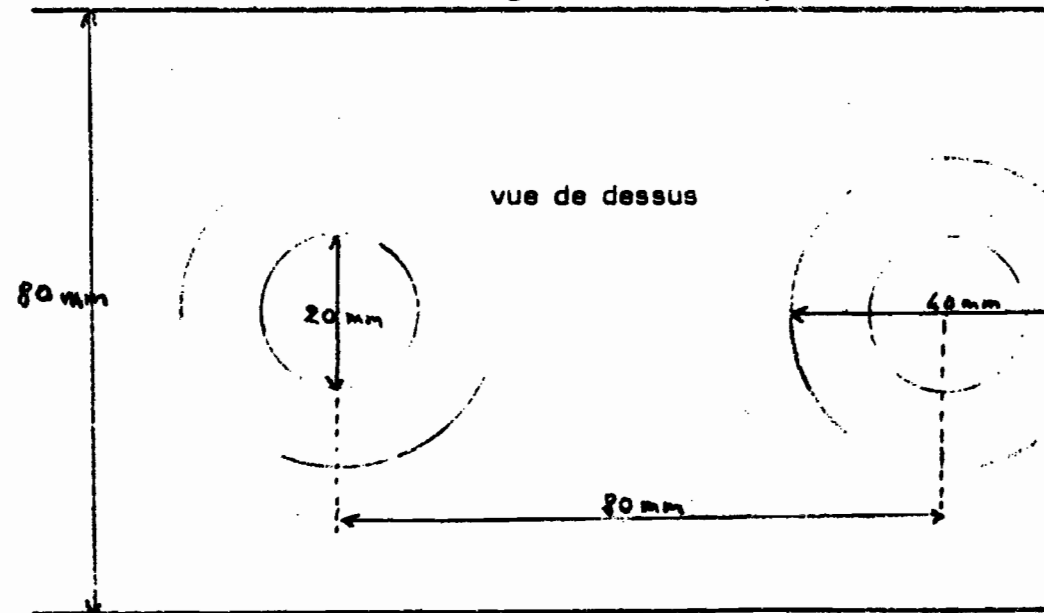


vue de 3/4 avant



vue de profil

détail grandeur nature pour entonnoirs 75



vue de dessus

Adoption d'un mode opératoire simple:

20g de sol \rightarrow 200ml

Les lectures en γ /ml donnent directement la valeur en mg % g. Pour les mé, on peut opérer de même en utilisant des solutions en mé % g d'élément, donc pas de calculs, si ce n'est les interférences pour une méthode de dosage donnée.

Ne pas stocker les extraits dans les fioles jaugées, mais dans des flacons plastique plus faciles à conserver au réfrigérateur s'il y a du retard.

Bien veiller à l'homogénéisation avant de passer en flacon plastique.

Dosage de K^+ par photométrie de flamme

Na^+ " "

Ca^{++} par absorption atomique

Mg^{++} " "

Si on doit opérer par complexon, il faut éliminer la M.O. et détruire l'excès d'acétate d'ammonium. Des quantités de P Assi trop importantes perturbent le dosage et il faut l'éliminer sur résine anionique, préalablement (Amberlite IR 4 B).

Actuellement, le passage au four n'est pas pratique, le four étant minuscule et n'accueillant qu'un échantillon à la fois.

On pourra, soit acheter une étuve de grande capacité pouvant chauffer à $200^\circ C$ au moins, soit traiter les échantillons sur plaques chauffantes électriques en béccher avec verre de montre et acide nitrique concentré.

matériel nécessaire -

Plaques chauffantes assez vastes pour recevoir au moins la moitié d'une série en une seule opération.

Hotte puissante nécessaire pour éliminer les vapeurs.

Avec la complexométrie, il y a possibilité de ne faire qu'un seul pipettage et dosage de Ca^{++} et Mg^{++} sur la même aliquote, d'où gain de temps (voir méthode jointe).

ATTENTION - ne pas utiliser la percolation sur colonne avec des échantillons de porosité différente. Utiliser la percolation sur entonnoir, plus rapide.

Ce dosage est similaire à celui de K^+ , Ca^{++} , Mg^{++} Assimilables, donc possibilités d'utiliser sans doute le matériel en jouant sur la capacité des seringues.

47)- Acidité d'Echange - Al^{+++} + H^+ -

methodologie actuelle - KCl ou $BaCl_2$.

observations - dosage par volumétrie.

O.S.T. - améliorations possibles -

Le système avec percolation sous vide semble bon et peu susceptible d'amélioration à peu de frais (titrimètre automatique).

.../...

48)- Oxydes Libres - fer, aluminium, silice -

méthode nouvelle -

Méthodes de recherche complexes et très coûteuses.

Par exemple méthode SEGALIN permettant de doser les amorphes:
prix unitaire 200 FF = 1000 Sucres.

Méthode de DE ENDREDY un peu moins chère.

Méthode au dithionite, etc ...

Ces méthodes donnent différents aspects à ce dosage.

A adopter dans des cas d'espèce précis.

A déterminer le but poursuivi?

CONCLUSION - chiffre d'analyses à ramener à bas niveau. Intéresse surtout les andepts, les andaquets, etc ...

5/- ANALYSES MINERALOGIQUES - (pour mémoire) -

51)- Argile -

- RX plaques orientées, diagrammes de poudres, traitements thermiques et chimiques.

- ATD

- Spectre IR

- séparation de la fraction < 2 μ , etc ...

52)- Sables -

53)- Sections minces -

6/- DISCUSSION -

L'étude du Dr VERA conclut à l'emploi de 42 personnes pour réaliser ce programme. En mécanisant une partie des opérations et en rationalisant les séries, une équipe d'environ 15 techniciens entraînés, de formation de haut niveau pourrait mener à bien cette tâche.

Or, le recrutement de ce personnel qualifié ou non ne peut être fait dans de brefs délais, soit pour des raisons budgétaires, soit pour des difficultés de recrutement, mais aussi en raison de l'exiguïté et de la conception même du laboratoire.

Le manque d'équipement rend impossible certaines déterminations. L'achat de matériel automatique à haut débit est lui aussi très coûteux et les délais de livraison très longs.

Il faut donc, dans un premier temps, faire un choix parmi les déterminations demandées et sélectionner les échantillons pour n'envoyer à l'analyse que les plus représentatifs.

Quelles sont les méthodes qui paraissent fondamentales pour la cartographie et qui doivent être exécutées sur le plus grand nombre d'échantillons dans des délais raisonnablement courts?

.../...

ORGANIGRAMME

code	FONCTION	TYPE ANALYSE (jours/technicien)										man- que	ré- serve
		pH eau/ KCl	pF 3.0 4.2	M.O	N Total	cond. tests	prép. éch.	C.E.	D.A.	gran.			
1	CHEF DE LABORATOIRE												
1	Chimiste			20									
2		15/5											/5
2			25									/5	
2				20									
2					13/7					7/0			
2					13/7								/7
2						20							
2							20						
3								20					
3									20				
3									10/10	10/10			
11	effectif actuel						peut être réduit suivant expérience du pédologue						
1	à recruter							20					
1	à recruter										20		
14													

Rôle du CHEF DE LABORATOIRE: - synchronisation
 - distribution du travail
 - contrôle des résultats
 - mise au pont des méthodes
 - formation du personnel
 - gestion - prévisions commandes produits et matériels

Sur l'organigramme, on peut voir qu'il reste disponibles:
 - 5 jours du technicien niveau 2 utilisé pour les pH,
 - 7 + 7 jours de techniciens niveau 2 utilisés pour l'azote total
 - 10 jours de manoeuvre niveau 3 utilisé pour la préparation des échantil-
 lons.

Ces jours non utilisés peuvent être reportés pour réaliser des déterminations en petit nombre (par exemple D.A.) ou pour aider un poste présentant des difficultés provisoires non prévues (cas d'échantillons comportant par exemple du calcaire, du gypse, etc ...).

Pour le dosage des sels solubles complets, des cations échangeables, de la granulométrie pipette, le recrutement de 2 techniciens au moins (niveau 1) est indispensable.

7/- AMENAGEMENTS DES LOCAUX -

Local préparation des échantillons -

- séparer par une cloison légère les postes de broyage et tamisage pour éviter la poussière,
- mettre partout en place des étagères avec plateaux de séchage.

A noter que ce local ne peut servir que de lieu de séchage et préparation. Le stockage de milliers d'échantillons pose des problèmes, ce qu'il faut conserver et ce qu'il faut jeter!

Bâtiment central -

Si la conception actuelle de ce laboratoire est un peu archaïque, par contre les équipements intérieurs sont d'excellente qualité. Il serait donc dommage et coûteux de casser certaines paillasses ou abattre certains murs ne jouant pas un rôle fondamental dans l'assiette du bâtiment.

Cela ne pourrait que nuire à une mise en condition rapide.

Les modifications qui seront suggérées seront seulement des mesures de détail et de destination.

Par exemple, la salle utilisée pour l'analyse KJELDAHL pourrait être transformée en salle d'attaque, le poste de dosage par volumétrie étant transporté ailleurs (laboratoire personnel, par exemple, qui est bien éclairé par deux fenêtres, une au nord, l'autre à l'ouest).

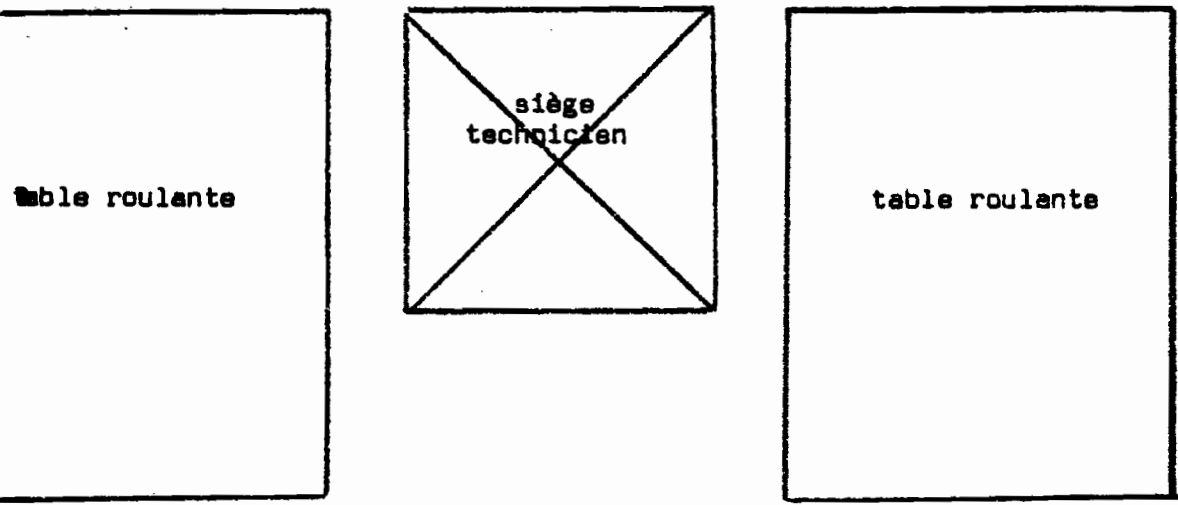
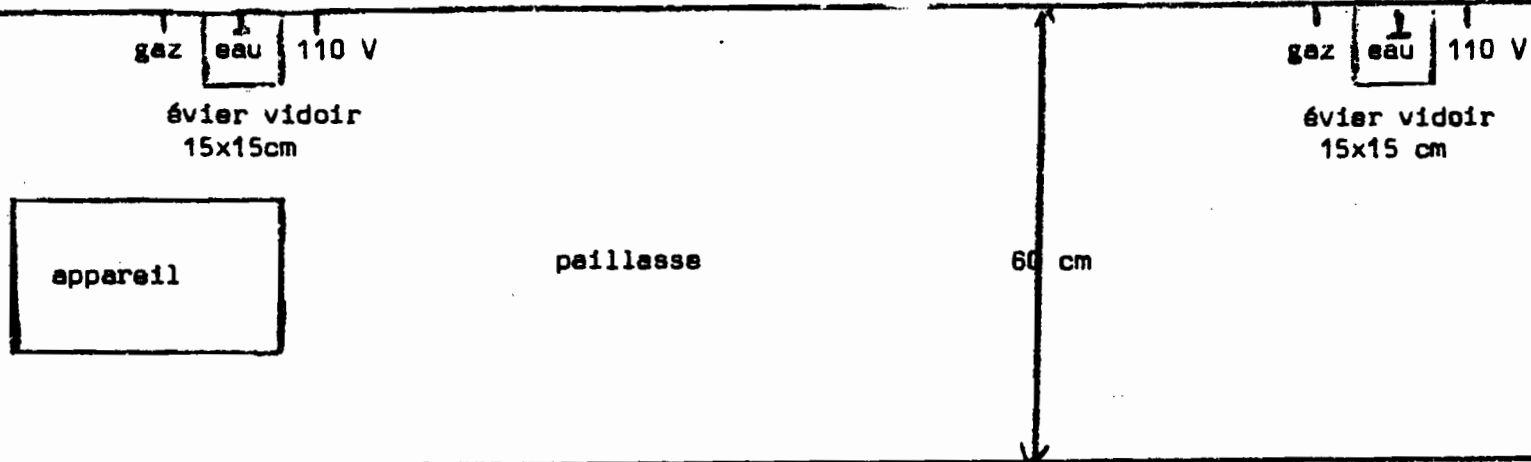
- cette salle dite "personnel", déjà utilisée pour les titrages, pourrait donc devenir la salle de volumétrie, tout en lui conservant son rôle actuel.
- la salle de spectro demeure inchangée. On pourrait y adjoindre, cependant, l'appareil de photométrie de flamme (émission), si cela paraît nécessaire par la suite.
- une salle pour les pF 3.0 et 4.2 pourrait être installée dans le laboratoire dit "balanzas" et regrouper centrifugeuse et appareils à pression.
- une salle des balances, sans courant d'air, à l'abri du soleil, de position assez centrale, pourrait être installée dans le laboratoire dit "aparatos".
- des postes de travail, pH, conductimètre, etc ... pourraient être constitués dans le laboratoire "foliar", par exemple.
- au premier étage, le local "lev. edafologicos" pourrait recevoir des paillasses légères et devenir un laboratoire percolations, extractions (sels solubles, cations échangeables, etc ...). Le parquet serait protégé par un plastique mur à mur.

Les réserves produits, matériels, sols, pourraient recevoir des étagères compactes, du sol au plafond, pour stocker le maximum. Pour ne pas perdre de place, on peut prévoir des étagères en épis avec circulation de 0.80 m environ.

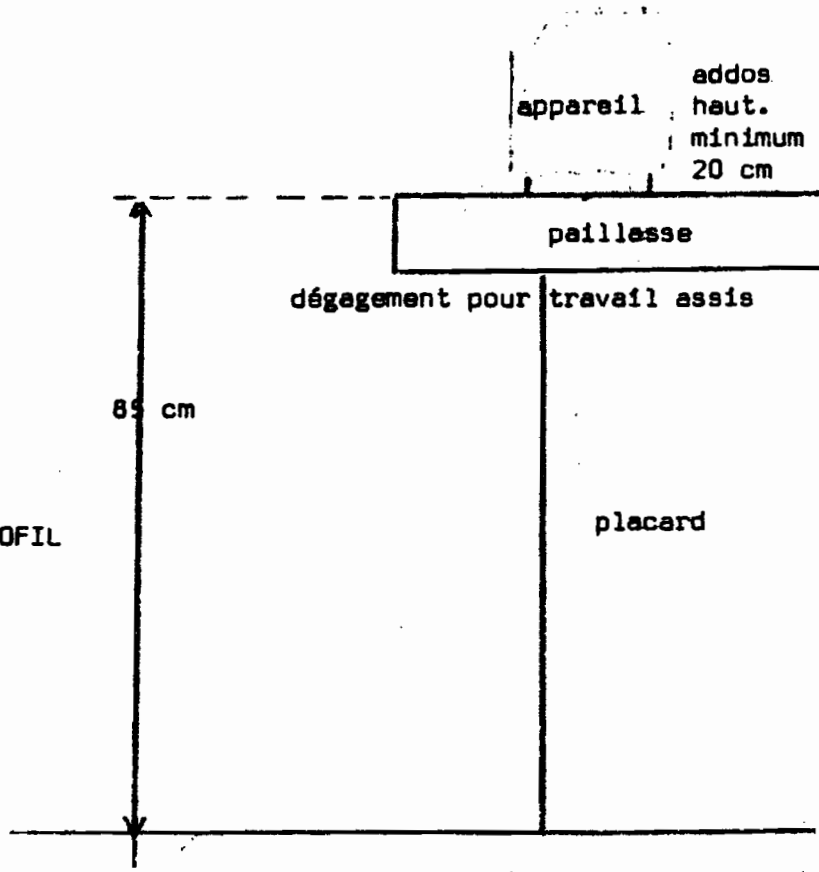
Toutes ces mesures sont à prendre au niveau du Chef de Laboratoire qui est chargé de distribuer et de centraliser les analyses en tenant compte des mesures qui peuvent être prises rapidement.

Les postes de travail doivent avoir 1.50 m de large pour recevoir un technicien et ses deux tables roulantes (voir schéma).

.../...



VUE DE DESSUS



VUE DE PROFIL

POSTE DE TRAVAIL STANDARD: paillasse 0.60 m larg.
0.85 m haut.

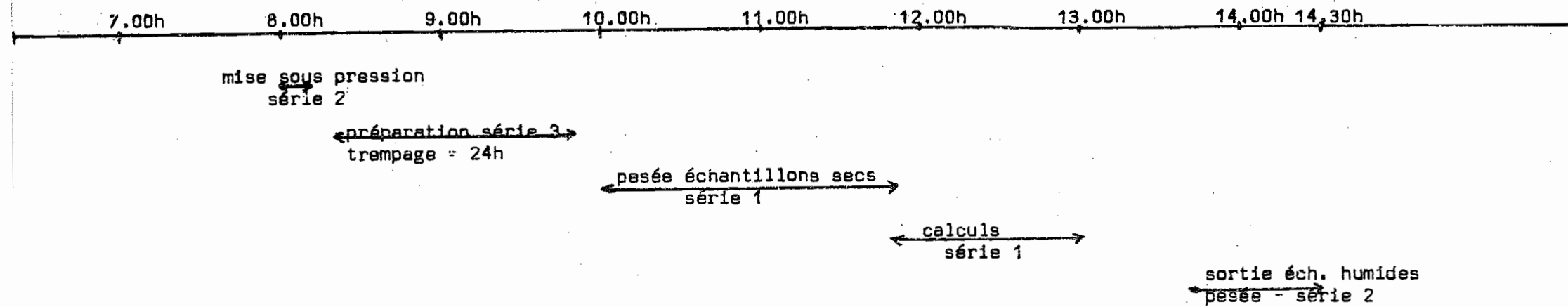
p.s.: les tables roulantes sont représentées avec une largeur de 0.50 m
ATTENTION - la porte du labo "spectrofotometro" est plus étroite!

Veiller aux circulations, aux accès, aux transports d'échantillons difficiles entre le premier étage et le rez-de-chaussée (escalier extérieur), la liaison réserve et le laboratoire, etc ...)

Le travail sera planifié grâce à des diagrammes d'organisation scientifique du travail qui pourront être adaptés au rythme du personnel, à son degré d'intelligence et de compétence.

L'organigramme ne doit pas être conçu sous une forme trop rigide, mais doit être destiné à aider le technicien qui ne sait pas s'organiser et perd beaucoup de temps en n'exécutant pas les opérations analytiques dans un ordre déterminé et privilégié.

Exemple d'organigramme horaire logique pour un type d'analyse donné:



2/- CONCEPT LABORATOIRES -

(On se réfèrera pour les points de détail (électricité, standardisation, etc ...) à la copie du fascicule "LABORATOIRES ANTILLES" effectuée au cours de la mission, par le Dr VERA).

Le laboratoire peut se dissocier en deux parties distinctes:

- la partie scientifique regroupant les laboratoires proprement dits et les bureaux,
- les réserves comprenant la réception des sols, des matériels et des produits, leur conditionnement et leur stockage.

21)- Partie scientifique -

Le concept généralement admis actuellement pour la partie scientifique est celui d'un laboratoire dont le cloisonnement intérieur est essentiellement amovible et susceptible de s'adapter en fonction de l'évolution rapide des techniques et des changements d'orientation éventuels.

On pourra prévoir des possibilités d'extension, la conception modulaire s'y prêtant aisément.

Le chimiste, le physicien et l'électronicien demanderont à l'architecte de leur fournir un outil dont la modulation des points d'appui sera la plus grande possible sans poteaux intérieurs, ce qui est facilement réalisable avec des structures métalliques.

Une dalle-plancher et une dalle-plafond, des murs-rideaux en verre, par exemple, formeront l'édifice établi sur un vide sanitaire qui accueillera toutes les canalisations: eau, gaz divers, égout, électricité.

De cette façon, il sera facile, sans arrêter le fonctionnement des laboratoires, d'effectuer des réparations ou d'apporter éventuellement des modifications de distribution d'eau ou d'électricité.

Le cloisonnement intérieur sera adapté au type de travail demandé:

- soit en petites unités s'il s'agit d'un laboratoire de recherche accueillant des équipes réduites de chercheurs,
- soit en laboratoires assez vastes s'il s'agit d'effectuer des analyses de routine en séries moyennes en fonction de la mécanisation plus ou moins poussée prévue au départ,
- soit en unités spécifiques d'extractions et de dosages s'il s'agit de réaliser des analyses en très grandes séries avec une automatisation poussée.

Il faut toujours prévoir des zones de circulation de 1.50m environ pour introduire des matériels volumineux et éviter les couloirs générateurs de perte de place.

La surface optimale des laboratoires sera donc déterminée au départ sur ces bases.

Equipements intérieurs -

Si les cloisons doivent être amovibles, il en est de même des paillasse de laboratoire, des zones de stockage (placards), etc ...

Des matériels parfaitement conçus existent sur le marché international. Mobilité ne veut, cependant, pas dire fragilité ou légèreté excessive. Ce terme doit être pris dans le sens d'installations pouvant être déplacées sans être amené à casser le gros oeuvre.

gaz eau 110 V

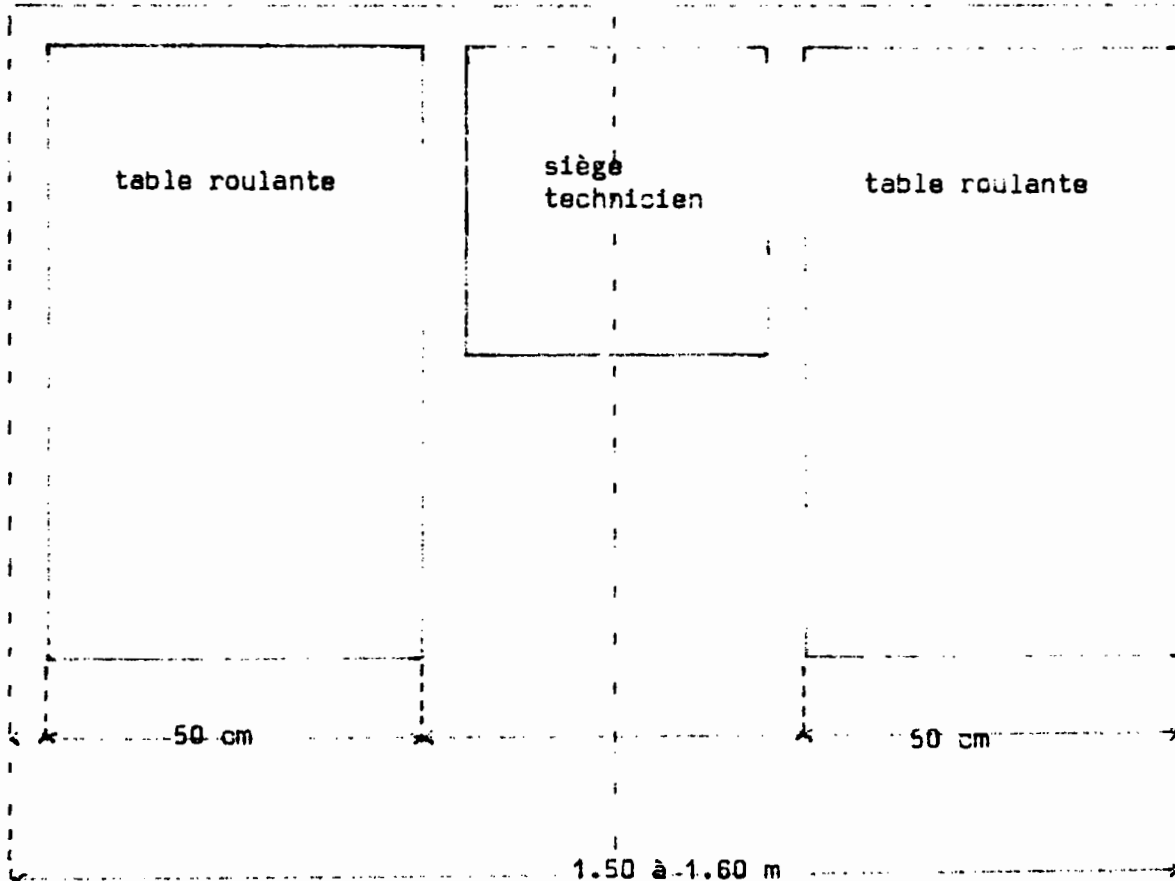
évier-vidoir 15x15 cm

paillasse

normes: H = 85 cm
l = 60 cm

modulation sources d'énergie: 1.50 m

appareils

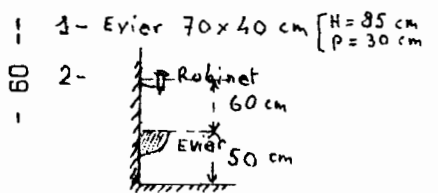
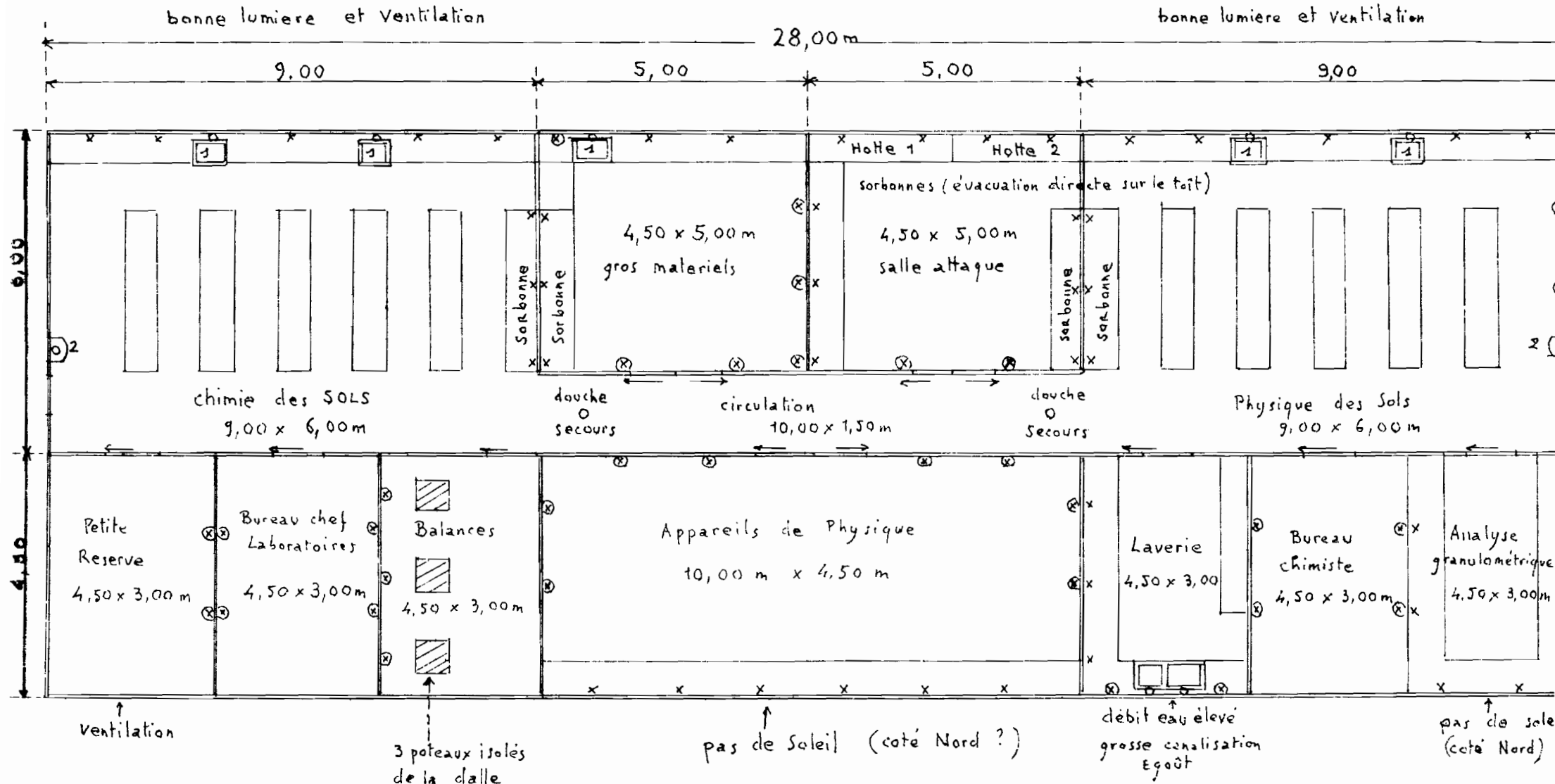


POSTE DE TRAVAIL TYPE AVEC DEUX TABLES ROULANTES

Le plan sommaire de la page 60 représente une surface au sol d'environ 300 m². Il ne comprend pas les sanitaires, les accès, les réserves à échantillons, produits et matériels reportées à l'extérieur, une salle pour le personnel, la citerne.

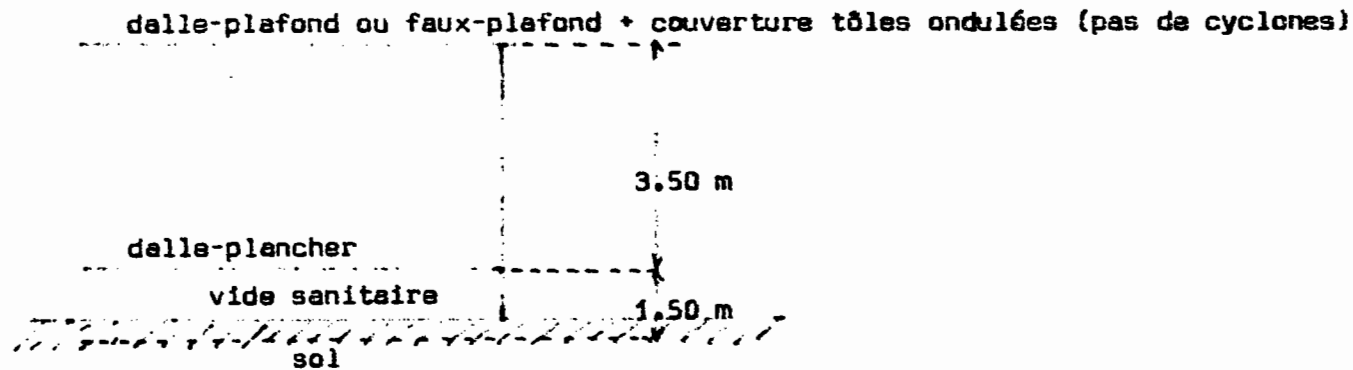
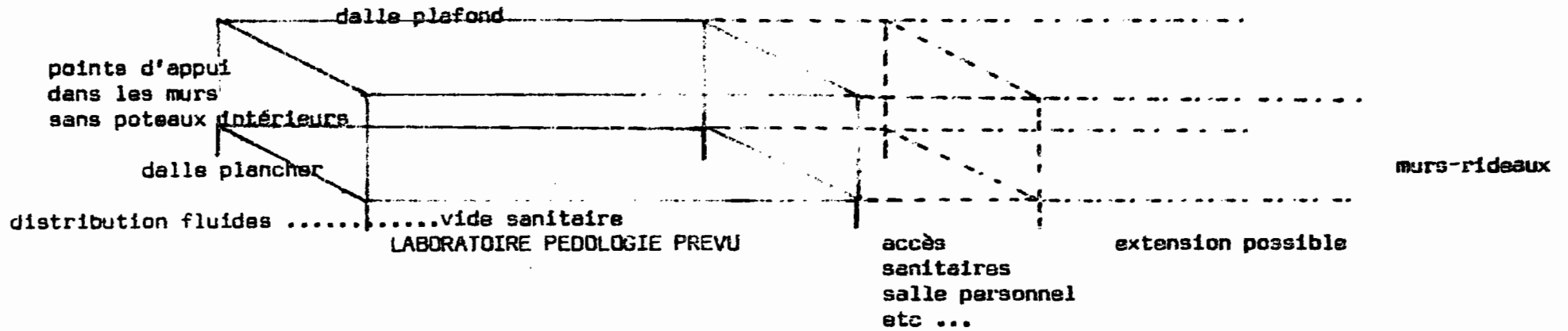
Les divisions intérieures sont représentées avec la même épaisseur que les murs-rideaux externes.

PROJET de laboratoire d'analyse des SOLS



code: x eau, electricité, gaz tous les 1,50m
 ⊗ Electricité seulement 20 A minimum (40 A. en 110 volts)
 ○ eau seulement

EXEMPLE DE CONSTRUCTION MODULAIRE STANDARDISEE



Une paillasse, en effet, demande certains aménagements qui sont "fixés" (eau, électricité, gaz), mais restent aisément déconnectables grâce à la conception avec vide sanitaire placé sous le laboratoire.

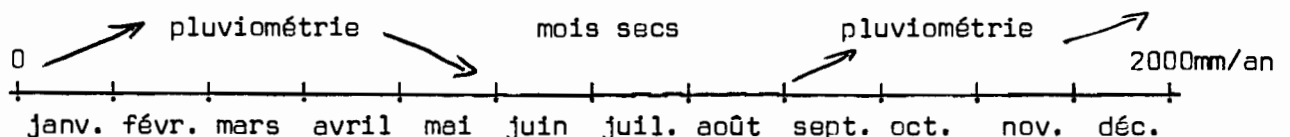
La standardisation sera totale (dans le laboratoire actuel, pas une seule porte ne présente la même largeur, entre 45 et 78 cm).

La hauteur des paillasses sera de 0.85 m, norme internationale.

La largeur de 0.60 m (voir détails dans fascicule).

Un certain nombre d'équipements spécifiques sera nécessaire et sera schématisé sur le plan ci-joint qui n'est qu'une esquisse rapide destinée à guider les architectes et ne comprenant pas les sanitaires, les réserves et la citerne indispensable à TUMBACO avec en plus des bacs de décantation pour pouvoir utiliser l'eau brute du canal en cas de pénurie. La pluviométrie annuelle étant de 1500 à 2000 mm/an, l'eau susceptible d'être recueillie sera pour 300 m² de toit, d'environ 450 à 600 m³.

La citerne devra donc atteindre un volume correspondant au moins au 1/4 de ce chiffre, soit environ 150 m³, s'il n'y a pas de période de sécheresse marquée et prolongée. L'essentiel est d'équilibrer la consommation des laboratoires et l'eau recueillie par le toit. Ce système rendra indispensable le recyclage de l'eau chaque fois que cela sera possible (réfrigérants, appareils eau distillée, etc ...)



22)- Réserves et salle de préparation des échantillons -

Les réserves pour le stockage des sols, des matériels et des produits peuvent être séparées des laboratoires, à condition d'être situées à proximité et de conserver un accès facile avec des tables roulantes (bande de circulation en béton lisse).

La construction peut être légère, du style hangar fermé, avec une bonne ventilation et une efficace protection contre les pluies.

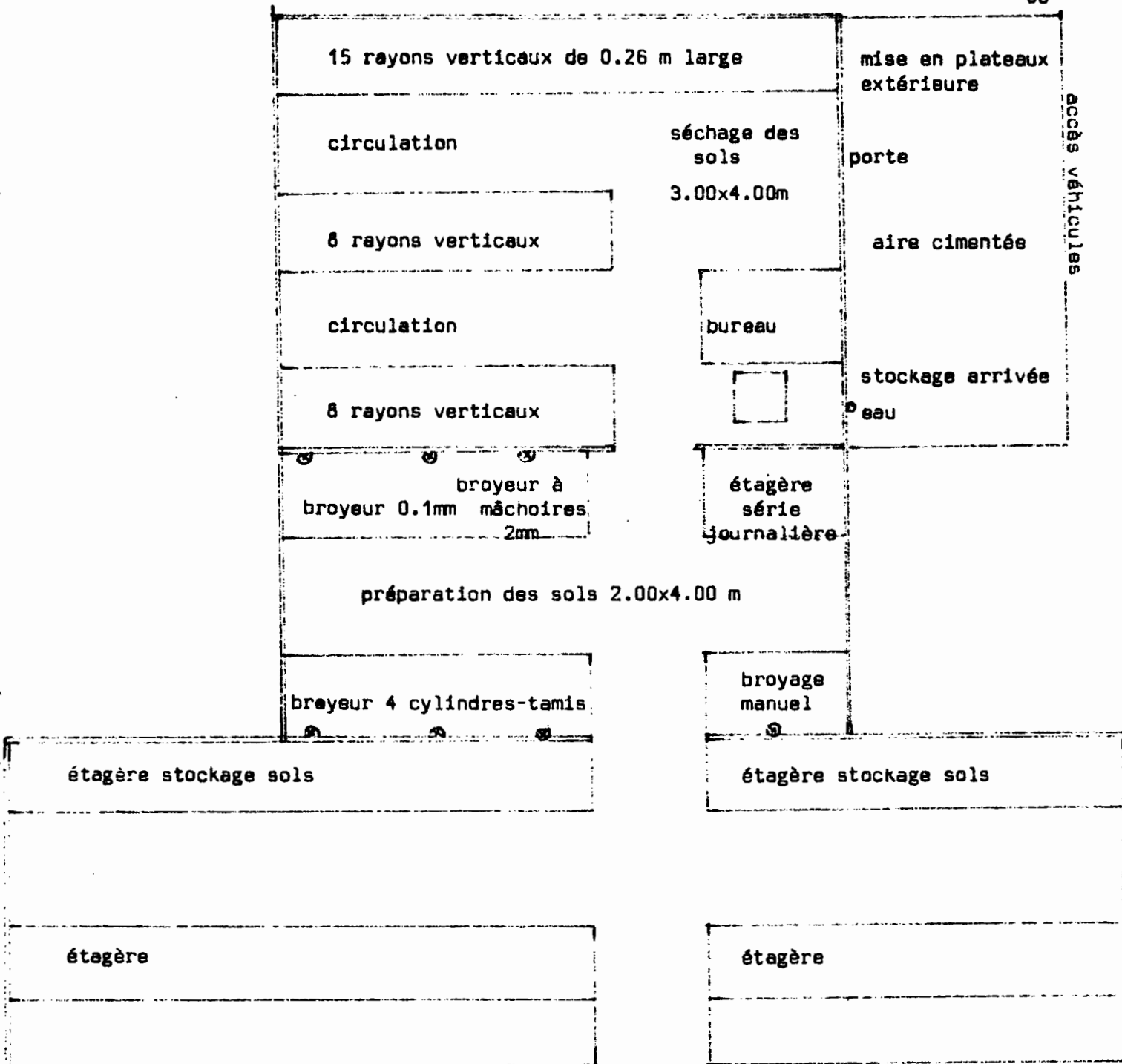
Le sol doit être solide et pouvoir supporter une charge de 720kg/m² au moins (voir plan annexe et étude rapide du stockage des sols).

Il faudra prendre conscience du poids des échantillons stockés, de leur volume et des mesures à prendre lorsque les analyses seront terminées.

Quels échantillons seront conservés? Que peut-on éliminer?

Il faut en effet se représenter que 1000 échantillons /mois avec un poids moyen de 2 à 3kg vont, en 3 ans, donner un volume de 36.000 échantillons et un poids de près de 100.000kg!

Certes, une partie (environ 50%) sera utilisée pour les analyses, mais il faudra adopter une politique rigoureuse de tri des échantillons à conserver pour éviter d'avoir à construire des réserves pléthoriques.



RESERVE ET PREPARATION ECHANTILLONS SOLS:
 séchage, broyage, stockage
 (stockage = 8.00x10.00m)

STOCKAGE DES SOLS - ETAGERES

Par étagère, on stocke 6 profils de 5 horizons
environ = 30 sacs = 45 kg

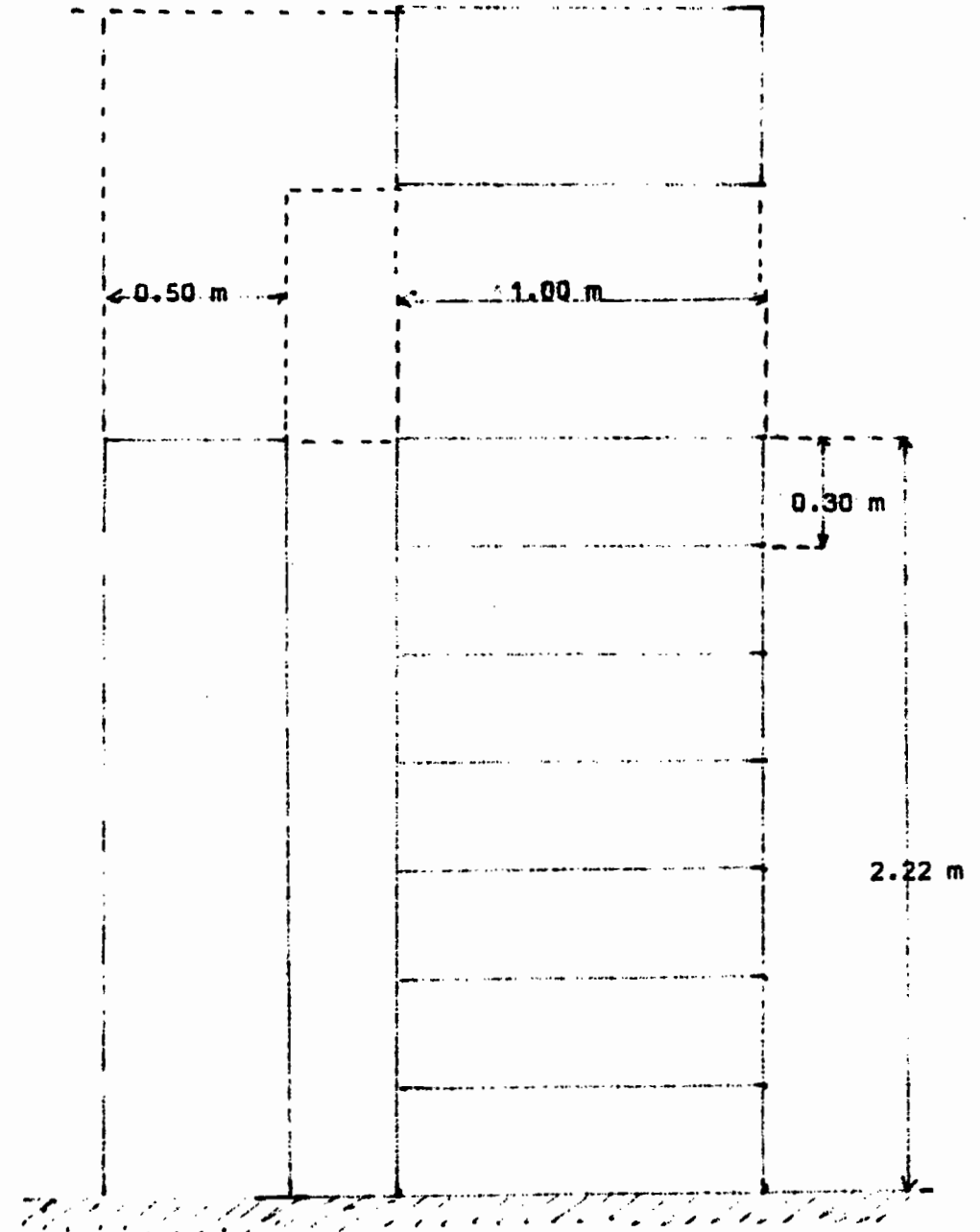
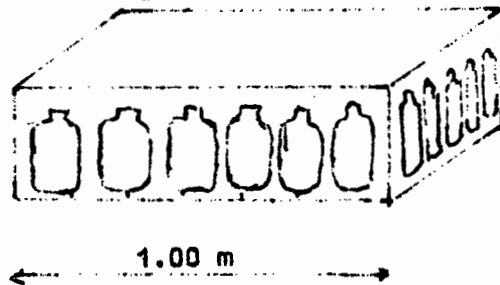
Pour 8 étagères, la charge au sol est au m²
de 720 kg.

Nombre de sacs au m² = 450 sacs.

Pour une année, 12.000 sacs
sur 3 ans, 36.000 sacs,
soit: surface = 80 m² étagères + circulation

En pratique, une partie des échantillons
étant éliminée, 50%, 40 m² utiles seront
suffisants, vraisemblablement.

L'adoption de boîtes carton, de format
standard, permettrait de diminuer le
volume et d'augmenter le nombre
d'échantillons par unité de surface
avec pour corollaire une augmentation
de la charge au m².



3/- LABORATOIRES DE ROUTINE -

EQUIPEMENT, FONCTIONNEMENT ET MOYENS - INTRODUCTION A LA MECANISATION -

C'est une des clés de la section de pédologie. Le laboratoire actuel utilisant des méthodes manuelles sera très rapidement saturé.

L'objectif à atteindre est le traitement de 1000 échantillons de sols par mois environ.

Les déterminations suivantes sont demandées par les pédologues français, dans le cas de profils de référence. Ces analyses se rapprochent beaucoup de celles demandées pour le classement dans la 7e Approximation:

- Réactions du sol -

- 1)- capacité d'échange (méthode au Ca^{++}) (2 variables Ca^{++} et Cl^-)
- 2)- capacité d'échange (méthode au NH_4^+) pH 7.0, 4.0, 9.0
(1 variable, 3 milieux)
- 3)- cations échangeables Ca^{++} , Mg^{++} , K^+ , Na^+ (Al^{+++} , H^+)
(5 à 6 variables)
- 4)- acidité d'échange (1 à 3 variables)
- 5)- pH eau et KCl (2 variables)
- 6)- analyse TOTALE triacide (perte au feu,
 SiO_2 , silicates, quartz, Al_2O_3 , Fe_2O_3 ,
 CaO , MgO , K_2O , Na_2O , MnO_2 , TiO_2 (11 variables)
- 7)- formes amorphes: silice, fer, aluminium (3 variables)
- 8)- fer libre (1 variable)
- 9)- (aluminium ECHANGEABLE - voir réaction du sol)
- 10)- silice SOLUBLE (1 variable)
- 11)- éléments TRACES (Fe, Mn), Cu, Cr, Co,
Zn, Mo (5 à 6 variables)

- Fertilité -

- 12)- phosphore TOTAL (1 variable)
- 13)- phosphore ASSIMILABLE - TRUOG (1 variable)
- 14)- phosphore ASSIMILABLE - OLSEN (1 variable)
- 15)- sels SOLUBLES: chlorures, sulfates, (+ cations)
sulfures, conductibilité, carbonates (2 variables)
- 16)- carbonate TOTAL (CO_3Ca) (1 variable)

.../...

matières organiques -

- 17 /- carbone TOTAL - méthode d'Anne (1 variable)
- 18 /- azote TOTAL - méthode Kjeldahl (1 variable)
- 19 /- humus: acides fulviques, humiques, humines (3 variables)

PHYSIQUE DU SOL -

- 20 /- granulométrie 5 fractions (argile 2 μ
(limons fins 2 - 20 μ
(limons grossiers 20 à 50 μ
(sables fins 50 à 200 μ
(sables grossiers 200 μ à 2 mm

structure et caractéristiques hydriques -

- 21 /- pF 2.5, 3.0, 4.2
- 22 /- instabilité structurale
- 23 /- perméabilité
- 24 /- porosité

25 /- minéralogie des argiles et des sables + traitements spéciaux divers

Ces 25 analyses de base (soit 70 variables élémentaires environ) doivent être réalisées par des modes opératoires déjà éprouvés, en ce qui concerne l'extraction, qui ne peut être modifiée sans introduire des variations dans l'échelle des valeurs et sans risquer de fausser les fourchettes d'interprétation généralement admises.

Le chimiste ne peut moderniser le dosage qu'après s'être plié à ce stade d'extraction ou de minéralisation.

On ne peut donc, dans le premier temps, que créer une nouvelle méthode ou qu'apporter des améliorations suggérées par l'organisation scientifique du travail sans toucher à l'essentiel. Il vaut mieux alors parler de mécanisation de certaines opérations plutôt que d'automatisation.

Dans le deuxième stade, celui du dosage, on peut choisir avec plus de liberté les moyens à mettre en oeuvre.

Par exemple, pour l'analyse TOTALE, le recours au dosage par quantomètre de la plupart des éléments, ne permet pas d'individualiser la silice provenant du quartz, il faut faire une attaque triacide pour l'apprécier, ce qui limite l'intérêt du dosage direct (si on désire obtenir le quartz).

Le développement des techniques, le volume des déterminations, la difficulté de trouver du personnel spécialisé, le coût de la main-d'oeuvre et son rendement rendent nécessaire l'achat de matériel automatique.

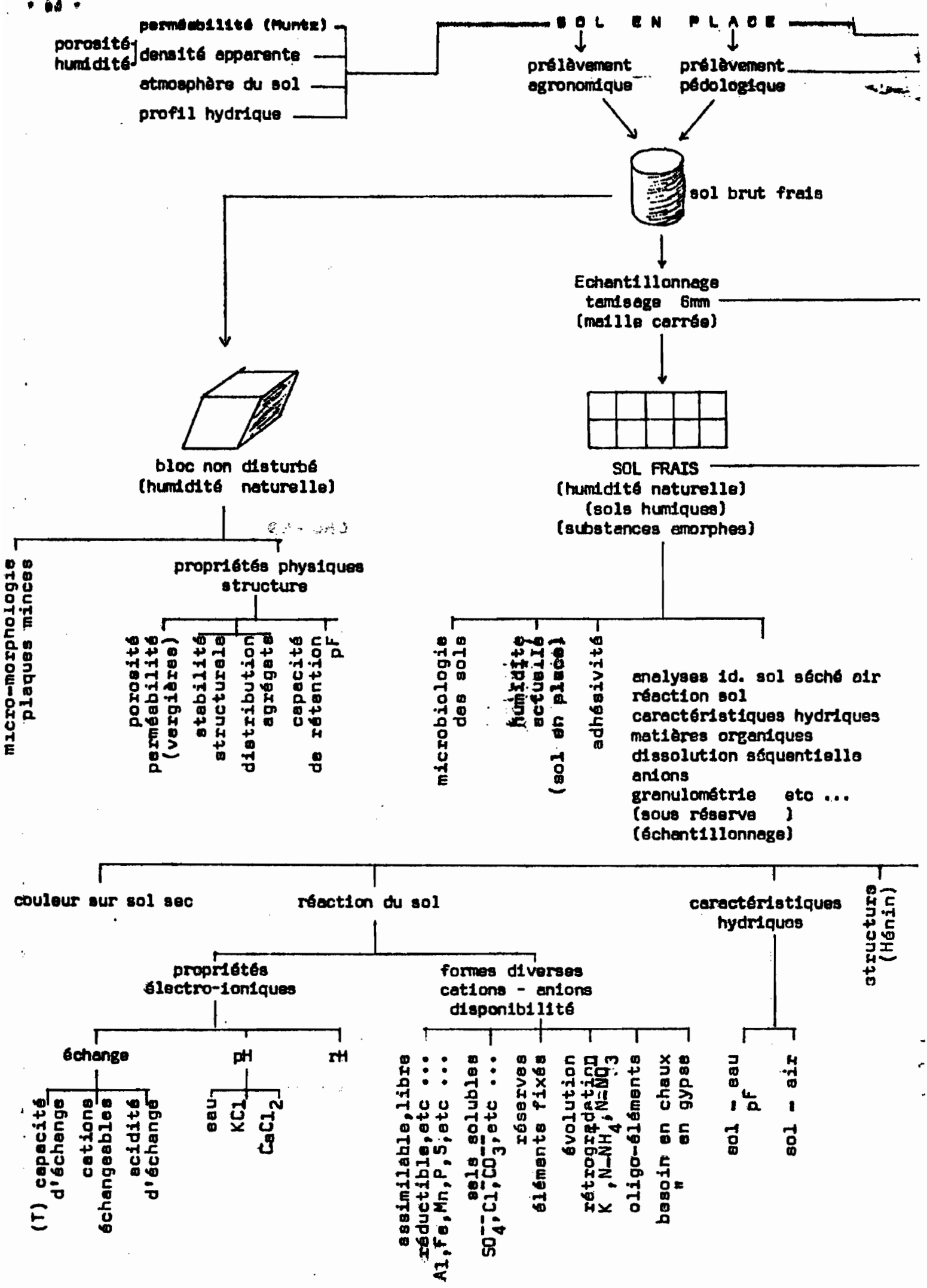
Dans ce domaine, le matériel atteint rapidement des prix considérables compensés par le fait que l'on économise à la construction sur la surface des locaux nécessaires et que l'on dispose d'un débit élevé qui donne une grande rentabilité.

Le critère du nombre de mètres de peillasse disponibles qui autrefois donnait la puissance potentielle d'un laboratoire est remplacé (sauf s'il s'agit d'enseignement) par la puissance du matériel.

Il faudra donc choisir le matériel qui, pour le prix minimum, permette de réaliser les objectifs (rapport performances + fiabilité / prix).

De nombreux fabricants réalisent des appareils permettant l'automatisation de certaines opérations (voir annexe II).

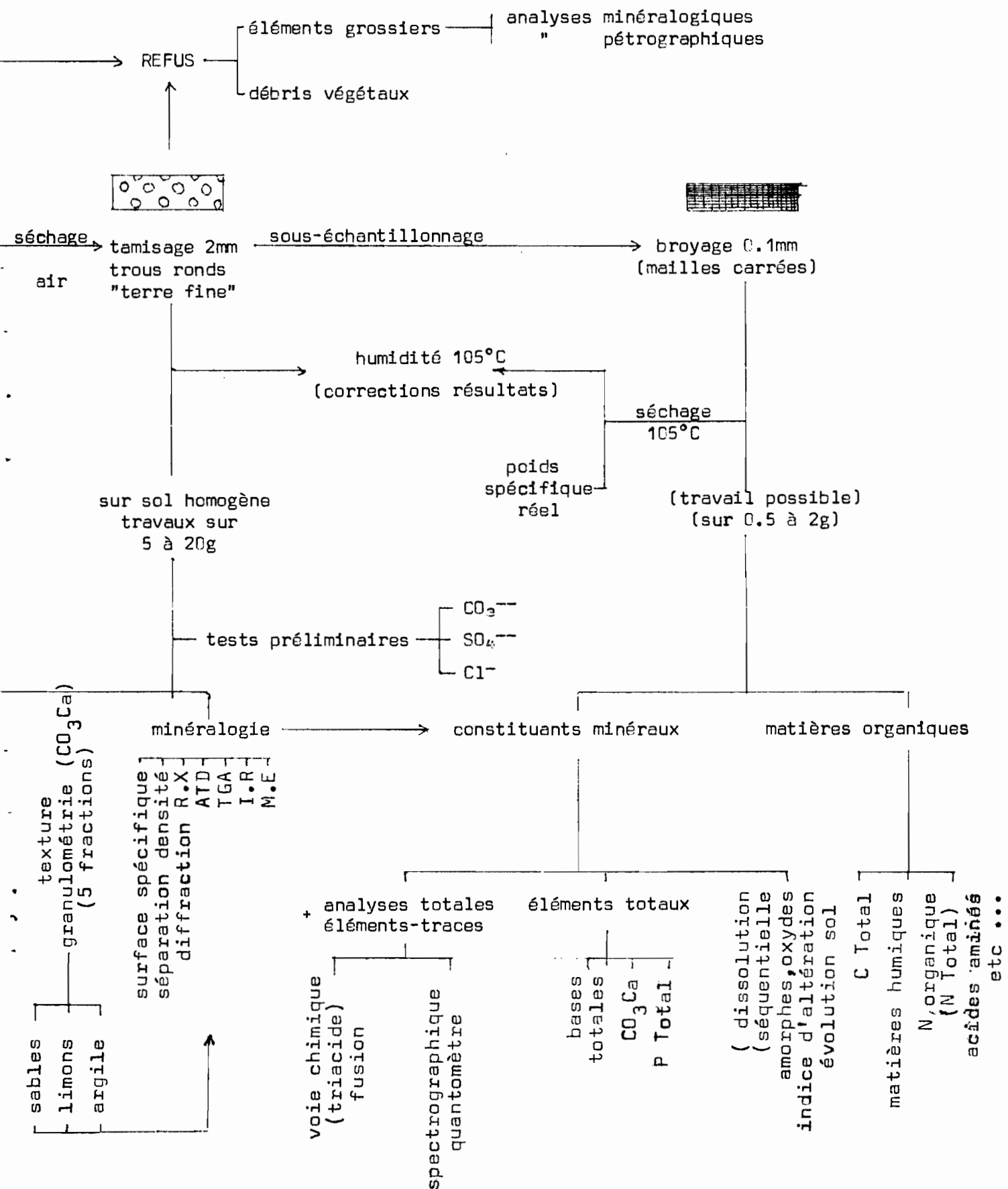
Les performances sont très diverses et les prix peuvent varier dans une gamme importante. Certains modèles sont adaptés plus particulièrement à un travail donné (analyses médicales par exemple) et il faut pouvoir utiliser toutes les possibilités offertes, pour les analyses de sols, ce qui pose quelquefois des problèmes difficiles à surmonter.



couleur sol frais

tests — FNa
 — HCl

S C H E M A D ' A N A L Y S E



Pour des raisons de fiabilité et facilité de dépannage on a intérêt à composer une chaîne à partir d'éléments conçus pour une grande flexibilité et pouvant être éventuellement réexpédiés individuellement pour réparation:

- distributeur d'échantillons permettant de présenter les tubes de solution
- à une cadence donnée et d'assurer le rinçage pendant un laps de temps déterminé.
- distributeur de fractions ou pompe péristaltique permettant de mélanger des réactifs en quantité déterminée.
- dialyseur continu permettant d'assurer la "filtration" des substances contenant en suspension des colloïdes et des impuretés non solubles.
- bain-marie permettant d'accélérer certaines réactions.
- spectro-colorimètre permettant d'effectuer les mesures par absorption dans le visible et éventuellement l'ultra-violet.
- spectrophotomètre d'émission pour les dosages d'alcalins, à 1 ou 2 canaux.
- spectrophotomètre d'absorption atomique pour les dosages de Mg et des éléments traces avec un ou plusieurs canaux.
- fluoromètre automatique.
- enregistreur à un ou plusieurs canaux.
- minéralisateur continu pour les minéralisations acides de produits organiques.
- filtre continu pour la séparation de solides en continu.
- etc ...

Toute une gamme de matériels plus complexes existe, destinée à des débits d'analyses beaucoup plus élevés ou à la recherche pure, mais les prix sont tels qu'il n'est possible de les envisager que dans des cas bien précis, par exemple spectromètre à lecture directe du type quantomètre pour le dosage simultané, dans les roches et les sols, des éléments majeurs et des éléments traces, diffractomètre X, thermobalance, etc.

Le calcul des courbes étant long, coûteux et fastidieux, les résultats peuvent être calculés directement dans un intégrateur qui imprime en clair ces résultats pour un canal donné. C'est un poste très important, car le goulot d'étranglement du laboratoire devient rapidement le calcul. On peut aussi passer par une bande perforée en temps réel qui sera analysée avec une petite calculatrice à programme, ou avec un dispositif de compatibilité convenable envoyée directement sur ordinateur pour des calculs complexes.

L'automatisme est particulièrement intéressant quand il s'agit de déterminer plusieurs éléments sur le même extrait. C'est là que le procédé prend toute son ampleur.

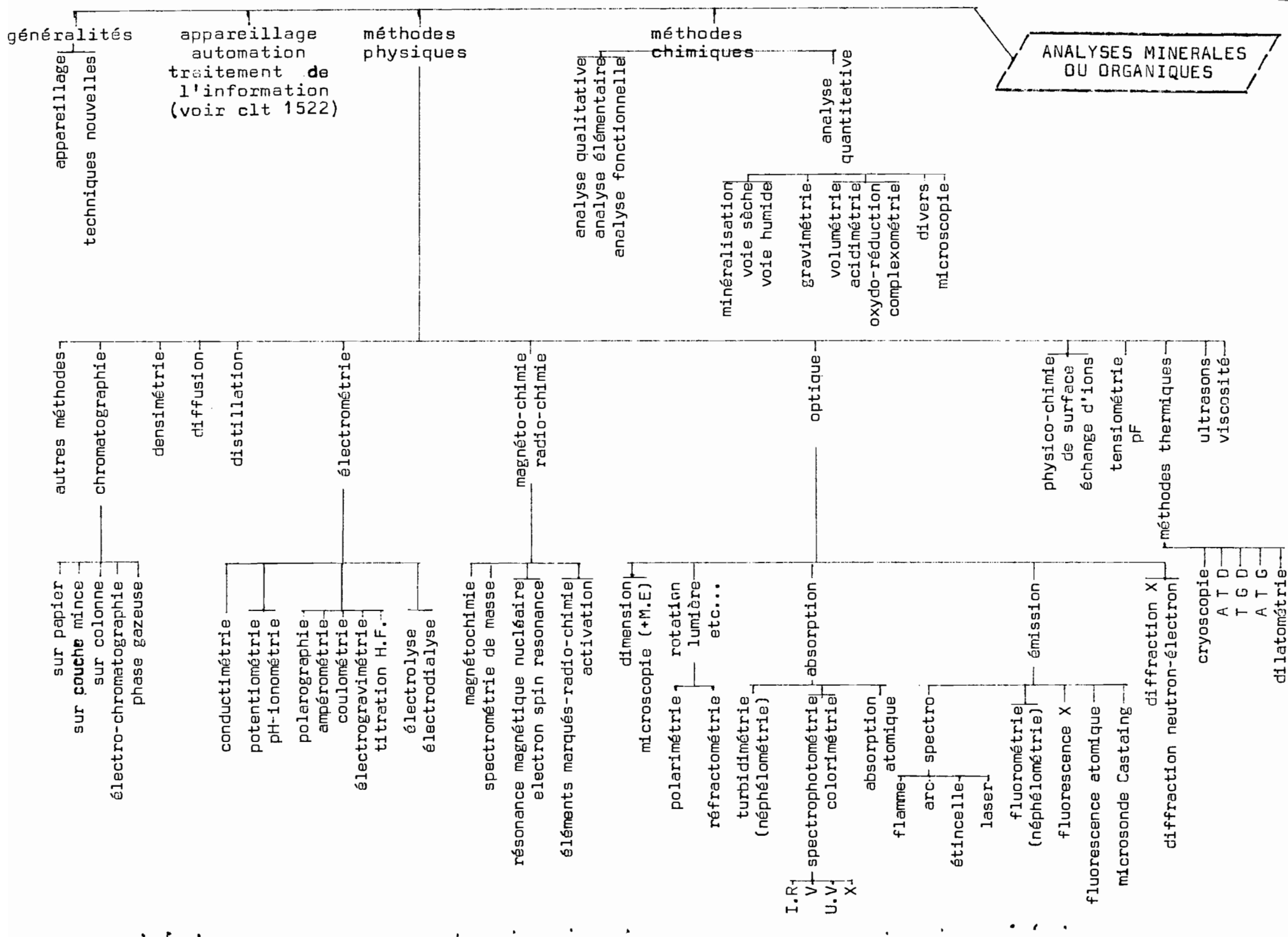
En principe, on peut réaliser tout dosage classique sur chaîne automatique, à la vitesse minimale de 20 échantillons à l'heure, soit environ 100 dosages par jour en conservant une marge de sécurité. (des matériels réalisent 100 dosages/heure). Des méthodes existent pour la plupart des dosages des éléments, par spectrophotométrie d'émission, spectrophotométrie d'absorption atomique, spectrocolorimétrie, ionométrie ou potentiométrie.

Ces appareils étant "relativement" peu coûteux, on fera donc appel de préférence à ces techniques, lorsque cela est possible.

Il faudra prendre garde d'équilibrer le travail du "laboratoire de physique du sol" et répartir le personnel en conséquence pour permettre un rythme harmonieux.

La fiche financière sera établie ultérieurement après étude détaillée de l'ensemble des analyses, en tenant compte:

- de la nature des échantillons, des types d'analyses et du volume annuel (1000 échantillons de sols séchés air/mois, par ex. au programme réduit).
- des délais d'exécution souhaitables.
- de la précision de chaque détermination qui permet de définir la fourchette plus ou moins étroite dans laquelle les appareils devront travailler.



**ANALYSES MINÉRALES
OU ORGANIQUES**

généralités
appareillage
techniques nouvelles

appareillage
automation
traitement de
l'information
(voir clt 1522)

méthodes
physiques

méthodes
chimiques

analyse qualitative
analyse élémentaire
analyse fonctionnelle

analyse
quantitative

minéralisation
voie sèche
voie humide
gravimétrie
volumétrie
acidimétrie
oxydo-réduction
complexométrie
divers
microscopie

autres méthodes
chromatographie

densimétrie

diffusion

distillation

électrométrie

magnéto-chimie
radio-chimie

sur papier
sur couche
sur colonne
électro-chromatographie
phase gazeuse

conductimétrie
potentiométrie
pH-ionométrie
polarographie
ampérométrie
coulométrie
électrogravimétrie
titration H.F.
électrolyse
électrodialyse

magnétochimie
spectrométrie de masse
résonance magnétique nucléaire
electron spin resonance
éléments marqués-radio-chimie
activation

dimension
microscopie (+M.E)

polarimétrie
rotation
lumière
etc...

réfractométrie
turbidimétrie
(néphélométrie)

I.R
V
U.V
X
spectrophotométrie
colorimétrie

absorption
flamme
arc spectro
étincelle
laser

fluorométrie
(néphélométrie)
fluorescence X
fluorescence atomique
microsonde Castaing

diffraction X
diffraction neutron-électron

cryoscopie
A T D
T G D
A T G
dilatométrie

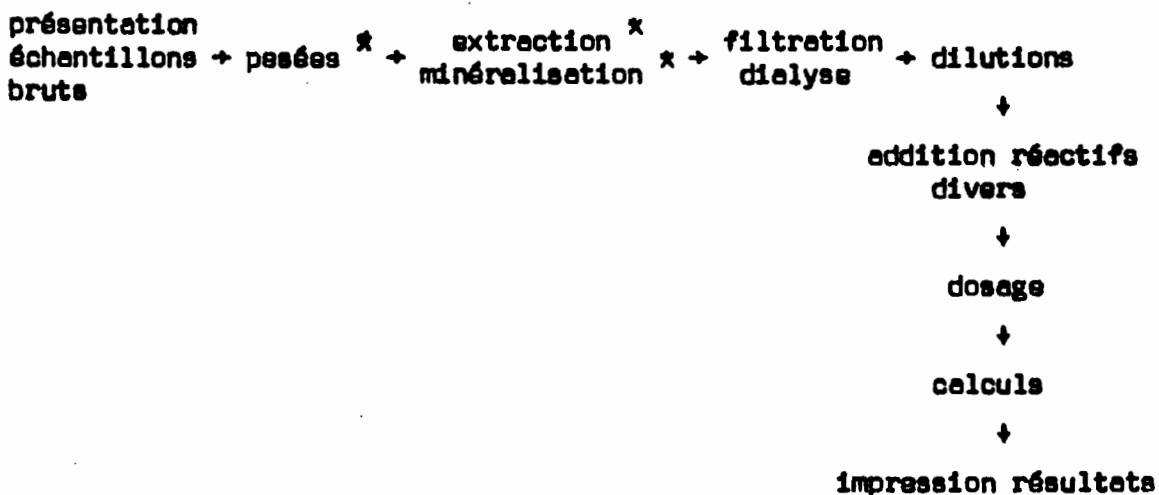
physico-chimie
de surface
échange d'ions
tensiométrie
pf
méthodes thermiques
ultrasons
viscosité

méthodes thermiques

ANNEXE -

ETUDE PRELIMINAIRE SUCCINCTE POUR L'EQUIPEMENT DU LABORATOIRE DE ROUTINE (PEDOLOGIE)

A/- EXEMPLE AUTOMATISATION TOTALE -



* Pour les sols, ces opérations sont très difficiles à adapter et il faut, pour la plupart des analyses, conserver des méthodes semi-manuelles. L'automatisation complète de toutes les analyses courantes, dans le cas des sols, serait extrêmement onéreuse et ne pourrait être envisagée que pour des débits extrêmement élevés (20.000 à 50.000 échantillons/an).

B/- AUTOMATISATION PARTIELLE -

Dans la pratique, pour des débits moyens, on doit se contenter d'automatiser certaines opérations seulement pour effectuer un dosage donné par une technique donnée. Les échantillons sont présentés soit sous forme solide (pastilles), soit sous forme liquide, après extraction ou minéralisation convenable. On pourra étudier rapidement ci-dessous les matériels existant actuellement sur le marché international et susceptibles de réaliser l'automatisation de certaines opérations:

- 1)- séchage
- 2)- réduction des échantillons à 2 mm et 0.1 mm
- 3)- pesées
- 4)- mesures de volume
- 5)- minéralisation
extraction
- 6)- agitation, dispersion, sédimentation

.../...

- 7)- séparation: centrifugation
 chromatographie - échange d'ions
 dialyse
 diffusion
 distillation
 filtration

- 8)- appareils de mesure courants: spectrophotomètre absorption (colorimètre
 (et
 (turbidimètre
 " absorption atomique
 " émission (photomètre flamme
 (fluoromètre
 (fluorescence
 (" atomique
 électromètre (potentiomètre, pH-mètre
 (ionomètre, etc ...
 polarimètre.

- 9)- appareils divers.

Selon le volume d'analyses prévu, on utilisera une chaîne simple, soit pour un seul dosage, soit pour deux dosages simultanés, ou plus. On pourra aussi faire appel à plusieurs chaînes.

Si un appareil est utilisé pour plusieurs déterminations, son utilisation sera cyclique et devra permettre un travail à pleine capacité.

Le niveau économique qui doit présider à toute décision est un appareil disposant de deux canaux au minimum.

On essaiera de doubler tous les matériels: de cette façon, en cas de panne d'un canal, l'autre canal, encore en fonctionnement pourra absorber les analyses dans un temps double, avec des aménagements d'horaires de courte durée.

OPERATIONS	TECHNIQUE CLASSIQUE	AMELIORATIONS POSSIBLES
1/- SECHAGE	séchage air en couches minces	- adaptation avec prudence du séchage pour certains types de sols: - en couloir air chaud ventilé (basse t° 45°C) - par I.R. - en tunnel à chauffage haute fréquence par pertes diélectriques. - modifications impossibles pour sols amorphes (allophane), halloysite, méta-halloysite, etc ... (vieillessement des gels, élimination ou de cristallisation).
2/- REDUCTION A 2 mm ET BROYAGE A 0.1 mm ECHANTILL.	pour 2 mm, réduction à la main avec maillet de bois	- adaptation possible pour sols ne contenant pas de roches fortement altérées ou des concrétions calcaires fragiles: - broyeurs mécaniques à rouleaux et cylindres tamis avec élimination continue des particules de 2mm (modèle Bondy). - éventuellement, pour les vertisols très durs à l'état sec: broyeurs à mâchoires ou à disques avec tamis (PASCALL, PETUCH, MORITZ, GONDARD, CONDUX, FGRFLEX, etc ...)

	<p>pour 0.1 mm, mortier agata.</p>	<p>broyeur isogranulométrique (ALBA)</p> <ul style="list-style-type: none"> - broyeurs à billes (attention pour éléments traces à la nature des pots et des billes) (PROLABO, RETSCH, GLEN CRESTON, SPEX, BRONWILL, CRESCENT, etc ...) - broyeurs électromagnétiques à boules (FRITSCH, etc ...) - broyeurs à mortier rotatif (FRITSCH, RETSCH, etc ...) - vibrobroyeurs à masselote et disque oscillant (ANGSTROM Inc., SOFICA, PLEUGER, etc ...) - broyeurs sécheurs à jet (FLUID ENERGY PROCESSING EQUIP.Co, etc ...)
	<p>échantillonnage manuel avec échantil- lonneur de JONES</p>	<p>répartiteur d'échantillons semi-automatique permettant l'échantillonnage rapide d'un échan- tillon en plusieurs sous-échantillons (RETSCH).</p>
<p>3/- PESEES</p>	<p>pesées manuelles classiques ou Top-loading.</p>	<p>pesées courantes au 1/10 mg:</p> <ul style="list-style-type: none"> - balances manuelles avec sortie binaire permettant par la suite le traitement des données, de ramener éventuellement le résultat au sol séché 105°C par calcul automatique, etc ... (SARTORIUS, METTLER, AINSWORTH, SAUTER, etc ...) - balances électroniques avec imprimante ou enregistreur (METTLER, AINSWORTH, LECO, CAHN, BECKMAN, C.I.ELECTRONIC, SAUTER, SETARAM, SARTORIUS, etc ...) - pour les pesées de sables, ou limons, ou de résidus, balances automatiques sans manipulations à dépose électronique des poids et affichage au 1/10 (VOLAND, DU CHAMP). - balances proportionnantes à dispensateur de volume (pour P₂O₅ Assi, cations échangeables etc ...) permettant de peser un poids quelconque, mais avec addition d'un volume donné de réactif proportionnel (de 1 à 10 ou 1 à 50 dans la limite de 100 g maxi) (METTLER, REYERS, etc ...) - dispositif de pesage en continu avec alimentation et évacuation des échantillons + sortie binaire (SARTORIUS) (pour les sols nécessité de présenter l'échantillon en gélules ou pastilles). - balances-humidimètres, etc ...
<p>4/- MESURES DE VOLUME</p>	<p>verrerie volumétrique pipettes, burettes, éprouvettes, fioles jaugées, etc..</p>	<p>pompes proportionnantes péristaltiques (PYE, TECHNICON, BUCHLER, REEVE ANGEL, ISMATEC, SCIENTEC, ROUCAIRE, MATON, PHOENIX, PRECIBIO, WARNER-CHILCOTT, HARWARD, MANDSTAT, QUICKFITT, SCIENTIFIC IND., BECKMAN, GREINER, SIGMAMOTOR, DURRUM, etc ...)</p>

5/-

MINERALISATION
EXTRACTION

rampes Kjeldahl
classiques à gaz ou
électriques
plaques chauffantes,
etc ...

fours

- titrimètre semi-automatique (spectrocolorimètre, potentiomètre)
- burettes à piston automatiques avec ou sans enregistreur (PLEUGER, TACUSSEL, PROLABO, RADIOMETER, METROHM, etc ...)
- dispensateurs de volume divers auto ou semi-auto, auto-dilueurs (AMERICAN INSTR., BUCHLER, MANOSTAT, KLEES, HAMILTON, OXFORD, WARNER-LAMBERT, MICROMEDIC, BRAND, GREINER, GRIFFIN, JOYCE, MISCO, FILAMATIC, RSCO'S, THOMAS).

minéralisation par voie humide:

- Il est difficile de remplacer les rampes classiques d'attaque. On peut constituer des unités importantes et compactes.

Dans certains cas (matières organiques) on pourra éventuellement utiliser des minéralisateurs continus à hélice (TECHNICON) ou utiliser une minéralisation par voie sèche.(DUMAS)

Minéralisateur automatique KJELDAHL FOSS ELECTRIC

minéralisation par voie sèche:

- les fours classiques pourront dans certains cas être remplacés par des calcinateurs à oxygène (MORITZ) ou par des calcinateurs à basses t° plus évolués (LFE, PLASMATIC, TRACERLAB, etc ...)
- analyse micro ou semi-micro par pyrolyse, doseurs automatiques par voie sèche (azote total méthode DUMAS) (BARNES, TECHNICON, COLEMAN, LECO, etc ...)

extraction:

- pour échantillons finement broyés, appareil permettant de présenter l'échantillon, de lui additionner un réactif et d'assurer un contact énergétique par mixeur (SOLIDPREP TECHNICON)
- utilisation ultra-sons de basse fréquence pour limiter les phénomènes d'attrition et de rupture des particules élémentaires du sol.

6/-

MISE EN
SUSPENSION
SEDIMENTATION

agitateurs rotatifs,
hydromètres,
etc ...

- utilisation ultra-sons (cuve ou sonde) pour analyses granulométriques lorsqu'il n'y a pas de pseudo-sables ou de minéraux très fragiles (20.000 Hz - 100 watts) (BRANSON, ULTRASONIC, ALCATEL, BLACKSTONE, HEAT, etc ...)
- balance pour enregistrement continu chute des sables (CAHN, COMEDO, etc ...)
- compteurs de particules (systèmes divers) (PHOENIX, FISHER, FLEMING, COULTER, AMINCO, MICROMERITICS INSTR.Co, CLIMET, JOYCE, DIETERT, etc ...)
- centrifugation contrôlée (JOYCE, BUCHLER, etc ...)
- centrifugation continue pour séparation semi-quantitative (SHARPLES, LOURDES, MSE, SORVAL, etc ...) ou avec mesure d'adsorption et enregistrement du processus de sédimentation (CHRIST, BECKMAN, etc ...)

.../...

7/-

SEPARATIONS

méthodes manuelles ou
semi-manuelles:
filtration
dialyse
distillation
diffusion (CONWAY)
échange ions
chromatographie
centrifugation

- densimètre à chaîne à enfoncement constant (DE LEHNEER) (nécessite l'installation d'un poste de travail fixe).
 - tamisoir de laboratoire pour sables et limons avec agitateur mécanique et par ultra-sons (ALLEN-BRADLEY).
- suivant les cas on peut utiliser:
- des rampes de filtration sous vide avec de petits filtres disques
 - des filtrations continues avec filtres à déroulement en continu (TECHNICON)
 - la dialyse continue dans des disques à circulation (TECHNICON)
 - des appareils automatiques pour chromatographie liquide avec utilisation des résines échangeuses d'ions assurent la présentation des échantillons, le passage dans la colonne, le dosage en continu de certains éléments déplacés par un gradient automatique de pH et de température, la régénération des résines, etc ... (PACKARD, TECHNICON, PYE-UNICAM, BECKMAN, etc ...)
 - séparation automatique sur gel (SEPHADEX, INDUBIOSE, etc ...)
 - séparation par chromatographie en phase gazeuse après traitements préliminaires adéquats (chromatographie simple ou préparative, etc ...) (LKB, NESTER/FAUST, SARGENT-WELCH, INTERSMAT, CRS, FISCHER-PORTER, MICROTEK, RS Co, TECNATION, TRACOR, VARIAN, WILKS, etc ...)

8/-

APPAREILS DE MESURE

par spectrométrie d'absorption manuelle (colorimétrie ou turbidimétrie)

- automatisation dosage par spectrophotométrie d'absorption: selon les matériels, l'automatisation est plus ou moins poussée. On peut obtenir:
- la présentation des échantillons
 - le mélange des réactifs dans un ordre déterminé
 - le passage dans le spectrocolorimètre après délais variables
 - l'impression des résultats avec calculs en concentrations éventuellement, ou sortie sur bande perforée pour traitement ordinateur (American Instrument Co (USA) "ASSAYOMAT" (Autokemi (Suède) "AUTOCHEMIST" (Bausch et Lomb (Allemagne) "SPECTRONIC AUTOMATIC" (Beckman (USA) "DSA SAMPLE ANALYSER" (Coleman (USA) (Coultronics (Angleterre) "COULTER CHEMISTRY" (Eppendorf (Allemagne) "AUTOMATES" (Erba Carlo (Italie) "AUTOMATIC CHEMICAL ANALYSER" (Gilford (USA) (Gilsen (Angleterre)

	(Honeywell (USA) "DICLAN AUTOMATIC" (Joyce Loebel Co (Angleterre) "FLOWSCAN MECOLAB" (Perkin Elmer (USA) "AUTOMATIC ANALYSER" (Pye Unicam Phillips (Hollande) (Research Specialities Co (USA) "AUTOMATION (INSTRUMENTS" (Technicon International (USA) "AUTOANALYSER" (Vickers (Angleterre) "MULTICHANNEL 300" (Vitatron (Warner Lamber (USA) "ROBOT CHEMIST" (Zeiss (Allemagne) "PL-PM SYSTEM"
par absorption atomique semi-manuelle	- amélioration alimentation appareil par distribu- - teur échantillons, réception des signaux sur - enregistreur, imprimante ou perforation bande, - etc ... (PERKIN-ELMER, JARREL-ASH, BAUSCH et LOMB, - VARIAN TECHTRON, BECKMAN, etc ...) - utilisation d'appareils à 2 ou plusieurs canaux (IL, JARREIL-ASH, etc ...)
par fluorescence atomique	appareil à 6 canaux avec imprimante digitale compatible avec ordinateur (TECHNICON, SPECTRA-METRICS)
par électrométrie: potentiométrie, pH, ionométrie	- il est impossible de réunir ici la multitude de matériels permettant de mesurer le pH avec enregistrement des mesures (titrimètres automa- tiques: FISCHER, METTLER, LONDON Co, BECKMAN, METROHM, SARGENT-WELCH, RADIOMETER, PLEUGER, RSCo, etc ...) - citons pour l'ionométrie les appareils de la gamme ORION qui peuvent se prêter à une automa- tisation poussée avec 6 électrodes (à circulation) montées sur un seul appareil au moyen d'un com- mutateur automatique d'électrodes à 6 voies et recevoir les informations sur imprimante (ou sorties enregistreur et binaires, etc ...) avec numérateur d'identification d'échantillons. L'appareil peut commander l'addition des réac- tifs, recevoir des limites de consigne, être relié à une perforatrice, etc ...
par polarimétrie manuelle	Il existe maintenant des appareils semi-automati- ques qui peuvent être alimentés facilement et peuvent imprimer les résultats directement en termes de concentration.
9/- APPAREILS DIVERS	(p.m.) - certains appareils de recherche qui ne travail- lent que sur un seul échantillon à la fois sont très automatisés, par exemple: les microsondes électroniques capables d'analyser pour de nom- breux éléments, par balayage, des échantillons de 0.3 x 0.3 mm - collecteurs de fractions. Ils sont chargés de recueillir automatiquement les fractions séparées par chromatographie, par exemple, si on n'opère pas le dosage continu des effluents d'une colonne ou si l'on en n'utilise qu'une fraction (QUICKFIT, PREMATIC, TOYO, UNIFRAC, SHANDON, PACKARD, BECKMAN, SERVA, BUCHLER, GILSON, LKB,

- distributeurs d'échantillons qui permettent de présenter automatiquement les échantillons et d'assurer les rinçages intermédiaires (constructeurs sensiblement id. ci-dessus).
- une place doit être donnée aux analyseurs séquentiels qui permettent de doser simultanément, par spectrophotométrie d'absorption on général, de 4 à 12 paramètres. Ils sont particulièrement intéressants pour les analyses d'eau, mais sont d'utilisation plus délicate pour les sols, pour d'analyses comportant suffisamment d'éléments à doser pour rentabiliser le matériel sur une seule solution d'extraction. Cependant, ces appareils pourraient permettre d'effectuer le dosage simultané des éléments intéressant directement le pédologue, mais aussi les éléments interférents qui intéressent le chimiste pour effectuer les corrections nécessaires.

+ + +
+ +
+

4/- LABORATOIRE DE RECHERCHE - PEDOLOGIE FONDAMENTALE -

Ce laboratoire peut revêtir une importance considérable, mais demande la constitution d'une équipe de pédologie solide et la définition de thèmes-programmes.

Dans un premier temps, les laboratoires existants servent de base aux recherches courantes: pour la chimie, la géochimie et la physique des sols, les déterminations peuvent être effectuées sous contrôle du laboratoire de routine en liaison avec d'autres laboratoires d'Equateur qui disposent éventuellement de spectrographes, de diffractomètre X, de thermobalance, de microscope électronique, etc ...

Des équipements complémentaires, toujours extrêmement coûteux lorsqu'on fait appel à des techniques de pointe, pourraient être commandés ultérieurement si la nécessité s'en fait sentir (spectrographie I.R, chromatographie en phase gazeuse pour l'étude de la matière organique, analyseur C H N, microscope à balayage, microsonde, etc).

Mais il faut être prudent dans ce domaine, car chaque appareil peut être intéressant en lui-même, mais souvent demande de nouveaux matériels pour aller encore plus loin dans la connaissance:

par exemple, la chromatographie en phase gazeuse préparative permet de séparer finement des fractions de produits organiques. Mais l'identification de ces produits est très difficile, sinon impossible sans spectres I.R ou sans recours à la spectrométrie de masse.

La spectrométrie de masse conduit naturellement à l'ordinateur, etc, etc ...

Il y a un enchaînement logique qui demande une étude très réfléchie et des programmes solides, sinon on assistera à une sous-utilisation chronique de ces matériels, ce qui est anormal.

En effet, actuellement, avec l'évolution rapide des techniques, on peut considérer que l'achat d'un matériel bloque pour 5 ans ou plus, tout autre achat de même nature. On oblitère donc l'avenir.

Il faut aussi envisager, avec chaque achat de matériel le recrutement d'ingénieurs susceptibles de les mettre en service ce qui rend le problème doublement complexe.

L'extension de matériel sophistiqué justifiera alors la présence indispensable d'un électronicien chargé à plein temps de la maintenance de ces matériels et de la formation des personnels chargés de les utiliser.

Il est nécessaire de noter au passage que s'il existe des problèmes d'humidité atmosphérique, la climatisation permanente doit être prévue pour tous les laboratoires contenant des appareils de physique sensibles, d'où la nécessité de regrouper, autant que possible, ces matériels pour diminuer les frais de fonctionnement.

Le laboratoire de recherche doit être considéré comme un vecteur de progrès et contribuer puissamment à l'étude de mécanismes complexes trop souvent abordés avec des moyens élémentaires qui ne permettent pas d'aboutir.

Une planification à long terme est donc nécessaire.

L'évolution des techniques, le prix des matériels, la nécessité de développer des études pluridisciplinaires obligent maintenant les laboratoires, même à l'échelon d'une nation, à regrouper leurs efforts sur des objectifs communs.

C'est ainsi que agronomes, biométriciens, chimistes, électroniciens, géologues, hydrologues, pédologues, physiciens, etc ... doivent constituer des équipes homogènes au sein des sciences de la terre et doivent disposer d'un outil commun, les laboratoires sur lesquels un effort financier unique sera fait.

.../...

Une analyse prospective interdisciplinaire permettra de donner corps à un courant d'idées qui catalysera les efforts sur des problèmes particulièrement dignes d'intérêt, susceptibles à la fois d'aider au développement économique du pays, mais aussi d'assurer aux chercheurs équatoriens la place qui leur est due dans la Science Internationale.

Dans le cas d'un laboratoire, il faudra dégager deux pôles de travail, comme nous l'avons vu précédemment:

- les analyses de routine demandant un matériel important automatisé. Ce matériel doit permettre un débit et une précision élevés, fournir des données brutes sur bande perforée en temps réel pour des méthodes standardisées. Les services d'informatique sont alors en mesure d'effectuer, selon des programmes donnés, les calculs nécessaires et d'établir les variances des laboratoires. Ce type d'analyses demande d'homogénéiser les modes opératoires, chaque technique recevant un numéro code, et de connaître avec précision les différents paramètres analytiques pour déterminer les limitations de ces méthodes et les domaines d'application. Le choix des techniques devra être établi sur les critères de la précision, de la rapidité, de la simplicité de mise en oeuvre, de l'universalité, du prix de revient moyen.
- Les analyses de recherche spéciales qui demandent un matériel diversifié, choisi pour ses performances et dont la rentabilité ne peut être justifié qu'à long terme.

Le choix des matériels, dont l'amortissement doit être envisagé sur 3 ou 5 ans, doit être déterminé sur les critères suivants:

- nature, type,
- conception: qualité des circuits,
- fiabilité: composants électroniques,
localisation des pannes et dépannages aisés (plaques enfichables),
simplicité relative,
- performances: obtention des résultats,
domaine de dosage, sensibilité,
sortie enregistreur, affichage mécanique, perforation bandes,
extensions possibles, matériels annexes divers,
- mise en oeuvre: rapidité, simplicité,
degré d'automation,
- poids: possibilités de réexpédition par avion au constructeur.

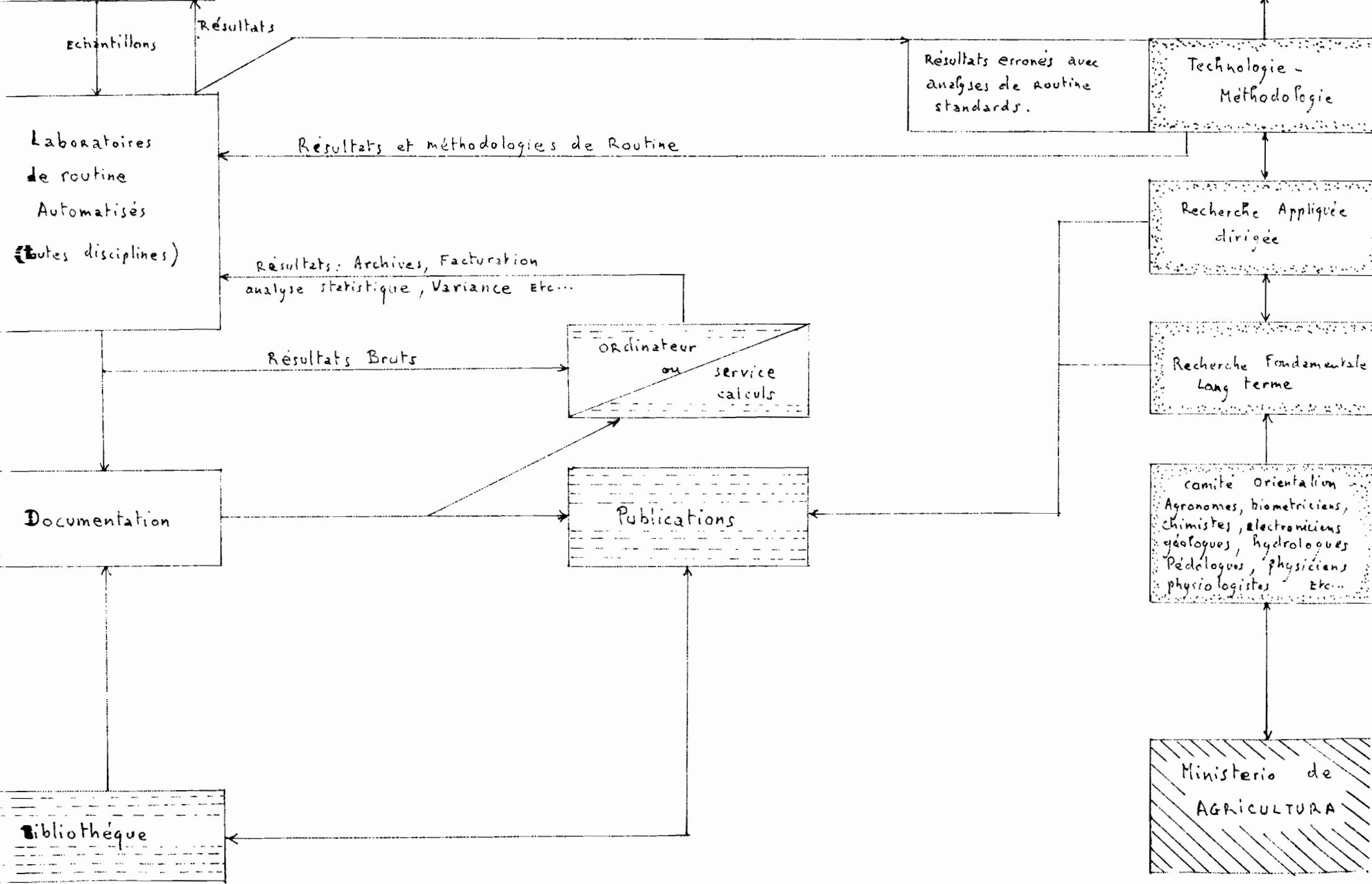
Ces critères peuvent être pondérés par la présence d'un représentant, d'un dépanneur local averti, etc ...

.../...

SCHEMA DIRECTEUR à LONG TERME

Utilisateurs

formation continue
d'exécution - stages
personnel scientifique



IV/- / FORMATION PRATIQUE DES PERSONNELS DES LABORATOIRES DU MINISTERE /

1/- OBJECTIF DE LA FORMATION -

Le stage de deux mois, prévu, doit permettre aux personnels des laboratoires du Ministère de l'Agriculture, TUMBACO, INERHI, INIAP, d'acquérir une formation essentiellement pratique d'Agent de Laboratoire, tout en lui donnant une compréhension des opérations analytiques qu'ils sont en mesure d'exécuter.

A la suite de ce recyclage, les Agents de Laboratoires devront être capables de réaliser les analyses les plus courantes pratiquées dans les laboratoires travaillant, soit pour la pédologie, soit pour l'agronomie, soit pour l'hydrologie.

Ils devront acquérir les qualités d'ordre, d'observation, de minutie, de précision nécessaires aux manipulateurs, approfondir leurs connaissances techniques et former leur jugement.

2/- LA FORMATION PEUT COMPRENDRE -

- un enseignement spécialisé donnant des bases élémentaires de physique et de chimie,
- une rapide définition des buts poursuivis en pédologie, agronomie, hydrologie,
- des travaux pratiques détaillant les opérations analytiques et les réactions intervenant au cours des dosages.

Le stage pourrait être concrétisé:

- par la rédaction d'un rapport personnel qui serait une relation des travaux accomplis avec une courte épreuve de fin de stage qui pourrait comporter un travail sur une analyse simple (dosage rapide),
un travail élémentaire de technologie (montage d'un appareil simple),
- préparation d'un exposé oral sur une analyse donnée (selon le niveau de l'élève) qui lui permettrait de s'affirmer et de se spécialiser dans quelques types d'analyses.

Le déroulement de ce stage ne peut être vraiment rentable que si chaque technicien peut réaliser personnellement chaque tâche d'analyse (ou éventuellement en binôme en groupant un niveau faible + un niveau fort). Il faudra donc prévoir du matériel de verrerie en quantité suffisante et donner à chaque élève environ 1.50m de paillasse.

Le manque d'homogénéité dans la formation des techniciens peut être la source de difficultés, les éléments ayant déjà une formation convenable plus ou moins élevée pouvant mal rentabiliser leur temps, si le rythme est lent et le niveau peu élevé, alors que les plus faibles risquent de ne pouvoir assimiler les notions émises.

Il serait donc, peut-être, nécessaire d'opérer quelques regroupements qui, sans créer une ségrégation, permettraient d'adopter une formule mieux adaptée à chaque catégorie.

.../...

ANNEXE I

EXEMPLE D'EQUIPEMENT MINIMUM PAR ELEVE pour les T.P. de pédologie - chimie des sols -
(peut être modifié en fonction des techniques utilisées).

CHAUFFAGE - MINERALISATION -

- 1 bac bunzen avec support trépied, plaque métallique amiantée et triangle pour creuset.
- 1 matras de 300 ml pyrex
- 1 ballon rodé de 500 ml pyrex avec éventuellement réfrigérant à reflux et support.

VERRERIE JAUGEE - VOLUMETRIE -

- 2 burettes de 50ml au 1/10 avec support et pince double,
- 1 fiole jaugée de 1 litre, 500 ml, 250 ml, 200 ml, 100 ml,
- 1 pipette à cylindre médian à 2 traits de 50 ml, 25 ml, 10 ml, 5 ml, 2 ml, 1 ml,
- 1 pipette bâton de 20 ml graduée 1/10, zéro en haut,
- 1 support pipettes incliné en bois ou plastique,
- 1 éprouvette de 500 ml, 100 ml, 50 ml.

VERRERIE PYREX -

- 1 bécher forme basse 1000 ml, 500 ml, 250 ml,
- 4 béchers forme basse 100 ml,
- 1 erlen-meyer 500 ml, 100 ml,
- 1 cristalliseur Ø 80 mm,
- 10 tubes à essai de 30 ml + support.

DIVERS -

- 3 flacons verre brun de 1 litre,
- 1 pince en bois grand modèle,
- 2 entonnoirs de Jouly de 100 mm Ø environ + filtres rapidité moyenne
- 1 support pour 2 entonnoirs,
- 1 creuset de porcelaine,
- 1 assortiment de verres de montre,
- 4 agitateurs avec policeman caoutchouc,
- 1 main en nickel petit modèle, L = 80 mm
- 1 spatule inox,
- 1 pissette eau en plastique de 500 ml,
- 2 valets de liège de 100 mm Ø extérieur,
- 1 boîte à tare de 50 mm Ø forme basse.

.../...

/ ANNEXE I - SUITE /

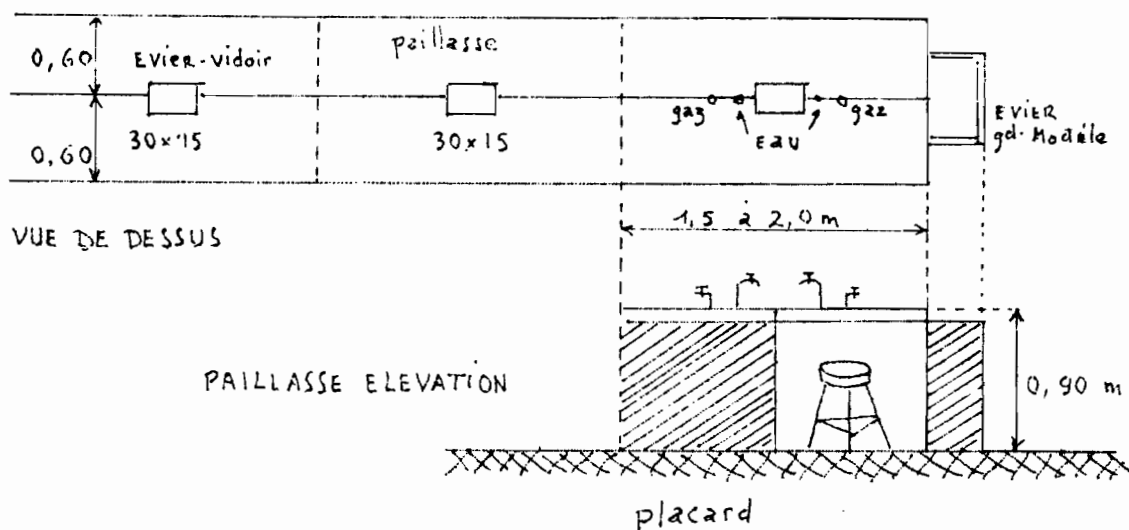
EQUIPEMENTS COLLECTIFS LABORATOIRES T.P. -

GROS MATERIEL -

- pHmètre avec électrode combinée renforcée,
- balance monoplateau (pesée par 1/10 mg),
- balance Top-loading (pesée par 25 mg),
- agitateur rotatif,
- agitateur magnétique,
- appareil eau permutée débit 50 litres/heure,
- calcimètre,
- rampe attaque avec hotte d'aspiration,
- appareil distillation avec entraînement à la vapeur,
- spectrocromimètre simple à filtres,
- étuve à ventilation,
- plaque chauffante,
- marmite à pression et plaque poreuse pour pF 3.0 et 4.2

PETIT MATERIEL -

- mortiers,
- pinces à creuset et à bécber,
- baril eau de 50 litres avec robinet à voie de 10 mm,
- boîte à réactifs,
- éléments de montage (noix, supports, pinces, etc ...),
- assortiment de bouchons caoutchouc pleins, percés 1, 2 ou 3 trous,
- filtres plissés, filtres plats quantitatifs moyens et fins,
- assortiment tuyaux plastique,
- barboteur pour tube à essai,
- thermomètres,
- tamis mailles carrées 0.200 mm, 0.050 mm, Ø 100 mm, avec fond et couvercle,
- passoire à trous ronds de 2 mm avec fond et couvercle, Ø 200 mm,
- picnomètre,
- produits.



3/- PROGRAMMES D'ETUDE -

	<u>temps</u>
31)- <u>Formation théorique</u> -	
CHIMIE GENERALE -	
- l'atome, la molécule, les ions,	2.00h
- les liaisons chimiques (valence, etc ...)	2.00h
- état de la matière	
CHIMIE MINERALE -	
- réactions chimiques - équations simples	
- les acides	
- les bases	
- les sels	6.00h
DOSAGES DIVERS -	
- pH, rH, théorie succincte	
- indicateurs colorés, pHmètre	2.00h
- dosages par volumétrie (normalité titrimétrie (solutions titrées	4.00h
- expression des résultats - calculs milliéquivalents, etc ...	1.00h
- dosages par colorimétrie	1.00h
- " par photométrie de flamme	1.00h
- " par absorption atomique	1.00h
- " par conductimétrie	1.00h
TECHNOLOGIE LABORATOIRES -	
- les verres, classification, propriétés les plastiques, les métaux autres matériaux	
- précision des verreries jaugées	0.30h
- les moyens de chauffage: becs bunzen Mecker électriques fours, étuves; bain-marie, bain de sable, plaques, etc ...	0.30h
- filtration: les filtres, qualité, pureté, rapidité filtration, sous vide, dialyse, etc ...	0.30h
- distillation: distillation simple, " fractionnée entraînement à la vapeur	0.30h
ORGANISATION SCIENTIFIQUE DU TRAVAIL -	
- organisation générale	
- tenue fiche analyse du cahier de laboratoire	
- matériel: rangement, entretien	
- produits: classement, manutention, flaconnage, étiquetage, dénomination	
- nettoyage, matériel et séchage	4.00h

SECURITE DU TRAVAIL -

- produits chimiques: toxicité, brûlures, etc ...
- incendie: prévention
manipulation des solvants,
traitement des brûlures
- conduite à tenir en cas d'accident, traitements d'urgence 2.00h

Conférences:	qu'est-ce que la pédologie ?	1.00h
"	" l'agronomie ?	1.00h
"	" l'hydrologie ?	1.00h
"	" la planification ?	1.00h
TOTAL:		33.00h

32)- Formation pratique -

On essaiera de dépouiller de leur caractère ésotérique les méthodes d'analyse du sol par une présentation didactique de chaque analyse permettant une meilleure compréhension des processus mis en oeuvre. Chaque analyse fera l'objet d'un cours théorique d'une heure pendant le déroulement de la séance de T.P.

1)- texture - analyse granulométrique (+ argile dispersable dans l'eau)	(3 séances)	12.00h
2)- densité apparente densité réelle	(1 séance)	4.00h
3)- conductimétrie électrique sels solubles	(3 séances)	12.00h
4)- pH	(1 séance)	4.00h
5)- dominance des amorphes oxydes libres Fe, Al, Si	(4 séances)	16.00h
6)- pF 3.0 et 4.2 humidité équivalente	(2 séances)	8.00h
7)- COLE	(1 séance)	4.00h
8)- limite ATTERBERG	(1 séance)	4.00h
9)- acidité totale acidité d'échange $H^+ - Al^{+++}$	(1 séance)	4.00h
10)- matières organiques	(1 séance)	4.00h
11)- azote total	(2 séances)	8.00h
12)- éléments assimilables P,K,Ca,Mg	(2 séances)	8.00h
13)- capacité de fixation P,K	(3 séances)	12.00h
14)- C E C (NH_4^+)	(2 séances)	8.00h
15)- cations échangeables (Ca,Mg,Na,K)	(2 séances)	8.00h
16)- tests FNa (amorphes) tests HCl (carbonates) tests nitrate d'argent (chlorures) tests chlorure de baryum (sulfates)	(1 séance)	4.00h
TOTAL		30 séances 120.00h

33/- Synthèse des temps de stage -

Formation théorique	33.00h
" pratique	120.00h
séances de synthèse et rédaction journalière du rapport	
Contrôle des connaissances acquises: théoriques (1.00h)	2.00h
pratiques	4.00h
(+ cahier rapport)	
Deux poses journalières de 0.30h environ = 1.00h	40.00h
TOTAL	238.00h

total théorique: 2 mois de 20 jours =
40 jours x 6.30h = 260.00h
(journée
(continue

ou avec pose midi:
40 jours x 8.00h = 320.00h

environ 22 heures pourront être éventuelle-
ment: utilisées pour effectuer des révisions,
donner plus de temps à certaines séances,
aborder les analyses intéressant plus par-
ticulièrement l'hydrologie ou absorber cer-
tains jours de fête non prévus.

HORAIRES: Exemple ORGANIGRAMME HEBDOMADAIRE

Jour Heure	Lundi	Mardi	Mercredi	Jeudi	Vendredi	Total
8 ^h 00	cours théorique prof. :					5h00
9 ^h 00		pose				2h30
9 ^h 30	T.P. surveillant:					} 20 ^h 00
10 ^h 00		T.P. (+ théorie dosages)				
11 ^h 00	T.P.					
12 ^h 00	T.P.					
13 ^h 00	T.P. ou Pose					
	compte-Rendu Séances					5 ^h 00
	questions					