Ex → E.P.

OFFICE de la RECHERCHE SCIENTIFIQUE et TECHNIQUE OUTRE-MER

Services Scientifiques Centraux - BONDY

Semaine pédologique du 22-26 septembre 1975

Problème de la détermination des substances minérales amorphes

Résumé de la communication de P. QUANTIN

O.R.S.T.O.M. Fonds Documentaire
N° : 79 ex 1
Cote : B
Date : 30 MARS 1981

PÉDOLOGIE
R.G. 75.18
QUANTIN P.
PÉDOLOGIE

- Problème de la détermination des substances minérales amorphes ou cryptocristallines des sols par la cinétique de dissolution du fer, de la silice et de l'alumine, selon la méthode de SEGALEN -

par P. QUANTIN *

Introduction

La méthode de SEGALEN (1968) consiste en la dissolution d'un sol sous l'effet huit fois renouvelé d'un réactif alternativement acide (HCl 8 N, 30') puis alcalin (NaOH 0, 5 N, à ébullition, 5'). Une représentation simple, sous forme de courbe cumulative, des trois éléments extraits : Fe, Al, Si, en fonction du nombre d'extraction, permet d'obtenir par différence la quantité de chaque élément provenant de substances amorphes.

Cette méthode a été très fréquemment utilisée par les pédologues et les géologues de l'O.R.S.T.O.M., en raison de la simplicité et de la rigueur apparentes de son principe. Mais, à l'usage, des problèmes d'interprétation des résultats sont apparus, soit en partant de minéraux purs (SEGALEN et al., 1972; GOUT et SOUBIES, 1972), soit en traitant des sols (LAMOUROUX et QUANTIN, 1973; COLMET-DAAGE et al., 1973). Une certaine ambiguité apparaît quand certains minéraux cristallisés sont très rapidement dissous par le réactif de SEGALEN. Ceci nous a conduit à remettre en question, non le principe, mais les modalités de cette méthode (QUANTIN et LAMOUROUX, 1974).

Méthodologie

1. Principe

Nous avons comparé les effets des facteurs conditionnant l'action des réactifs acide et alcalin sur la dissolution des éléments : Fe, Al et Si. Cet effet apparaît sur les courbes de dissolution et sur les diagrammes de diffraction de rayons X.

Nous avons tout d'abord, reprenant la méthode d'extraction alternativement acide et alcaline, fait varier un seul facteur : la concentration de HCl de 8 à 4 N ; la concentration de NaOH de 0,5 à 0,05 N ; la température de NaOH à ébullition, à 50°c et à 25°c. Puis, nous avons comparé l'effet des réactifs HCl 4 N et NaOH 0,5 N utilisés séparément, successivement ou alternativement. Enfin, nous avons utilisé HCl seul à divers concentrations de 8 à 0,5 N.

* Ce travail a été entrepris en collaboration avec M. LAMOUROUX. Il a bénéficié aussi des conseils de P. SEGALEN. Il fera l'objet d'une publication ultérieure.

O.R.S.T.O.M.
Fonds Documentaire
N° : 81/75/00079
Cote : B 00017 ex1
Date : 10 MARS 1981

2. Echantillons de référence

Nous avons choisi une large gamme de minéraux ou de sols comprenant des oxy-hydroxydes de fer et d'aluminium, des argiles et des substances amorphes ou cryptocristallines. Ceux-ci ont été choisis parmi des échantillons bien connus provenant de minerais du Brésil ou de Madagascar et de sols sur roches basiques et ultrabasiques, originaires de Nouvelle Calédonie et des Nouvelles Hébrides.

a) oxy-hydroxydes : magnétite, hématite, goethite, gibbsite, bauxite ferrifère meuble.

b) argiles : kaolinite, kaolinite désordonnée, métahalloysite, halloysite ferrifère, nontronite et smectite ferrifère.

c) substances amorphes : andosol désaturé à imogolite et gibbsite, andosol saturé à allophane et halloysite glomérulaire ultrafine.

Résultats

1. Oxy-hydroxydes de fer

a) La réduction de la concentration du réactif acide HCl, de 8 à 4 N a permis de réduire très fortement la vitesse de dissolution de certains minéraux bien cristallisés comme la magnétite ou la goethite fine, et de certaines phases cryptocristallines de goethite ou d'hématite adsorbée sur les argiles ou de goethite très fine des bauxites meubles. Mais elle n'a pas modifié la courbe de dissolution des hydroxydes amorphes.

b) Le prétraitement par le réactif alcalin, NaOH à 0,5 N, accroît très sensiblement la dissolution acide de la goethite, même quand elle est bien cristallisée.

c) La détermination des hydroxydes de fer à l'état amorphe peut être obtenue avantageusement par l'utilisation du réactif acide HCl seul, à la concentration de 2 N. Ce qui évite la dissolution rapide des oxy-hydroxydes de fer et d'aluminium cristallisés et réduit sensiblement l'attaque des argiles les plus fragiles.

2. Argiles 1 : 1, halloysite-ferrifère

a) La réduction de la concentration du réactif alcalin NaOH, de 0,5 à 0,05 N, ou de la température de l'ébullition à 25°c, a permis une diminution sensible de la vitesse de dissolution de l'argile. Mais ce n'est pas suffisant.

b) L'effet du prétraitement acide HCl à 4 N, sur l'accroissement de la dissolution de la silice par la soude est très spectaculaire. Il est évident que l'on ne doit pas utiliser les deux réactifs acide et alcalin ni alternativement, ni même successivement.

c) L'utilisation du réactif acide HCl, seul, de préférence à une concentration 2 N, permet d'obtenir une dissolution très lente et constante de la silice et du fer, assez lente et presque constante de l'alumine dès la troisième extraction.

3. Argiles 2 : 1, smectites-ferrifères

a) L'effet de l'abaissement de la concentration ou de la température du réactif alcalin, NaOH, est encore moins sensible que dans le cas de l'halloysite ferrifère.

b) Par contre, l'effet du prétraitement acide sur l'accroissement de la dissolution de la silice de l'argile par le réactif alcalin est encore plus spectaculaire. Il ne faut pas utiliser les deux réactifs, acide et alcalin, ni successivement, ni alternativement.

c) L'utilisation du réactif acide HCl, seul, de préférence à une concentration 2 N, permet d'obtenir une dissolution faible et constante de la silice. Elle modère très sensiblement la dissolution du fer et de l'alumine et produit une dissolution constante à partir de la troisième extraction.

4. Andosols saturés à allophane siliceuse et à halloysite ultra fine

Les résultats sont très proches de ceux obtenus sur les smectites ferrifères très solubles. Il faut éviter l'effet de l'alternance des réactifs acide et alcalin et l'utilisation de l'acide HCl à la concentration de 8 N. L'utilisation de HCl à 2 N permet d'obtenir un résultat qui semble satisfaisant pour le fer et l'alumine. Mais la dissolution assez lente et constante de la silice, aussi bien par le réactif acide (HCl 2 N) que le réactif alcalin (NaOH 0,5 N) utilisés seuls, pose un problème relatif à l'état cryptocristallin de cet élément.

5. Andosols désaturés à imogolite et à gibbsite très fine

a) L'effet de la variation de la concentration et de la température des réactifs est relativement très faible. Il ne modifie pas la forme de la courbe de dissolution : les trois éléments Fe, Al et Si, constituants des substances amorphes ou cryptocristallines, sont dissous en une ou deux extractions. L'abaissement de la concentration des réactifs fait apparaître nettement des petites quantités de minéraux facilement solubles comme la magnétite et la gibbsite très fine.

b) L'effet de l'alternance ou de la succession des réactifs, acide et alcalin, est relativement faible. Il est nul sur la dissolution du fer. Il est sensible mais peu important sur l'extraction de l'alumine et de la silice. Ces deux éléments sont presqu'aussi solubles dans le réactif acide que dans

le réactif alcalin. Les oxy-hydroxydes de fer et d'aluminium amorphes, l'allophane et probablement aussi l'imogolite sont très facilement solubles dans l'acide HCl 4 N. La légère différence dans la dissolution de Al et Si par le traitement acide seul relativement au traitement des réactifs alternés mettrait en évidence une petite quantité de minéraux argileux.

c) L'utilisation du réactif acide HCl à la concentration 2 N permet d'obtenir de belles courbes de dissolution des trois éléments : Fe, Al et Si et de bien distinguer les produits amorphes (ou cryptocristallins) des substances cristallisées.

Conclusions

Si l'on limite strictement le problème à la détermination des substances minérales amorphes dans des sols contenant des minéraux cristallisés, oxy-hydroxydes de fer et d'aluminium et argiles ferrifères, très facilement solubles, l'expérimentation des deux réactifs, acide et alcalin, préconisés dans la méthode SEGALEN nous amene aux principales conclusions suivantes :

I°- Il faut éviter d'utiliser alternativement les deux réactifs, l'effet prétraitant de l'un pouvant accroître abusivement l'action de l'autre sur des minéraux cristallisés.

2°- Pour obtenir la dissolution différentielle des oxy-hydroxydes de fer et d'alumine à l'état amorphe et à l'état cristallin, il est possible d'utiliser l'acide chlorhydrique seul aux concentrations 4 ou 2 N. La concentration 8 N est trop forte. En dessous de 2 N, la courbe de dissolution du fer n'est plus suffisamment significative.

3°- Pour obtenir la dissolution différentielle du fer, de l'alumine et de la silice dans un sol contenant des oxy-hydroxydes et des silicates à l'état amorphe et cristallin, il est possible d'utiliser l'acide chlorhydrique seul. Mais il faut, en présence d'argiles ferrifères, limiter la concentration de l'acide à 2 N pour réduire au minimum la dissolution du fer et de l'aluminium des argiles. Dans le cas particulier des andosols saturés, riches en silice et à argiles cryptocristallines, l'extraction de la silice amorphe pourrait être obtenue séparément par le réactif alcalin seul ; il conviendrait d'utiliser la soude à la concentration 0,5 N et à 25°c.

En conclusion, pour la détermination la plus stricte possible du fer, de l'aluminium et de la silice à l'état amorphe dans les sols, par la méthode cinétique de dissolution chimique on pourrait proposer d'utiliser exclusivement comme réactif l'acide chlorhydrique à la concentration 2 N. Mais il

est certain que la méthodologie préconisée par SEGALEN, si l'on fait varier la concentration ou la succession des réactifs, peut contribuer à préciser la nature des minéraux ou l'état cristallin de ces minéraux dans les sols. Il s'agit alors d'une autre voie de recherche.

Bibliographie

COLMET-DAAGE (F.) et al. - 1973 - Etude des sols à allophane dérivés de matériaux volcaniques des Antilles et d'Amérique Latine, à l'aide de techniques de dissolution différentielle. Cah. ORSTOM, sér. Pédol. XI, 2:97-120.

GOUT (R.) et SOUBIES (F.) - 1972 - Sur le problème de la reconnaissance des oxydes de fer amorphes dans les sols. Rapp. Centre ORSTOM Adiopodoumé, 4 p. multigr.

LAMOUROUX (M.) et QUANTIN (P.) - 1973 - Utilisation des courbes de vitesse de dissolution dans la méthode cinétique de SEGALEN ; Cah. ORSTOM, sér. Pédol., XI, 1: 3-14.

QUANTIN (P.) et LAMOUROUX (M.) - 1974 - Adaptation de la méthode cinétique de SEGALEN à la détermination de constituants minéraux de sols variés. Cah. ORSTOM, sér. Pédol., XII, 1: 13-46.

SEGALEN (P.) - 1968 - Note sur une méthode de détermination des produits minéraux amorphes dans certains sols à hydroxydes tropicaux. Cah. ORSTOM, sér. Pédol., VI, 1: 105-126.

SEGALEN (P.) et al. - 1972 - Effet de méthodes d'extraction cinétique utilisées pour la détermination des produits ferrugineux sur quelques minéraux purs. Cah. ORSTOM, sér. Pédol., X, 3: 251-271.