



Marc Pansu, Jacques Gautheyrou

L'analyse du sol

minéralogique, organique et minérale



Springer

SOMMAIRE

PARTIE I - ANALYSE MINÉRALOGIQUE

CHAPITRE 1.1 Teneur en eau et perte au feu

1. Introduction	3
2 Teneur en eau à 105°C (H₂O-)	6
2.1 Principe	6
2.2 Matériel	6
2.3 Échantillon	6
2.4 Mode opératoire	7
2.5 Remarques	7
3. Perte au feu à 1 000°C (H₂O+)	8
3.1 Introduction	8
3.2 Principe	9
3.3 Matériel	11
3.4 Mode opératoire	11
3.5 Calculs	11
3.6 Remarques	12
Bibliographie	12

CHAPITRE 1.2 Analyse granulométrique

1. Introduction	15
1.1 Situation pédologique	15
1.2 Principe	17
1.3 Loi de la sédimentation	18
1.4 Conditions d'application de la loi de Stokes	24
2. Méthodes classiques	26
2.1 Prétraitement de l'échantillon	27
2.2 Mise en suspension et dispersion des particules	31
2.3 Méthode pipette Robinson-Köhn ou Andreasen	34
2.4 Méthode densimétrique à profondeur variable	42
2.5 Méthode densimétrique à profondeur constante	46
2.6 Granulométrie des seuls sables	48
3. Appareillages automatisés	49
3.1 Introduction	49
3.2 Méthodes mettant en jeu la sédimentation par gravité simple	50
3.3 Méthodes par sédimentation accélérée	52
3.4 Méthodes mettant en jeu la diffraction et diffusion Laser	53
3.5 Méthodes mettant en jeu des propriétés optiques et électriques	54
3.6 Méthodes permettant l'observation directe des particules	55
3.7 Méthodes mettant en jeu la conductivité	55
Références	56
Bibliographie	57
Généralités	57
Prétraitements	58
Méthode pipette	61
Méthodes densimétrie-hydromètre	61
Méthodes instrumentales	62

CHAPITRE 1.3 Fractionnement des systèmes colloïdaux

1. Introduction	65
2. Fractionnement par centrifugation continue	66
2.1 Principe	66
2.2 Théorie	69
2.3 Matériels et produits	72
2.4 Mode opératoire	74
3. Pré-traitements divers des phases extraites	79
Références	81
Bibliographie	81

CHAPITRE 1.4 Caractérisations minéralogiques par diffractométrie RX

1. Introduction	83
1.1 Situation de la méthode	83
1.2 Principe	86
1.3 Instrumentation DRX	87
2. Pratique de la diffractométrie qualitative	90
2.1 Schéma général de préparation des échantillons	90
2.2 Préparations pour diagrammes de poudre	90
2.2 Préparations pour diagrammes orientés	94
2.3 Prétraitement des argiles	99
2.4 Interprétation qualitative des diffractogrammes	113
3. Analyse minéralogique quantitative	118
3.1 Intérêt	118
3.2 Analyse minéralogique quantitative par DRX	118
3.2 Analyse minéralogique quantitative multi-instrumentale	124
Références	126
Bibliographie	127
Généralités	127
Préparation agrégats orientés sur plaque céramique poreuse	128
Saturation des argiles par les cations	129
Saturation, solvation, complexe d'intercalation, dissolution	129
Préparation des oxydes de fer	130
DRX quantitative	130

CHAPITRE 1.5 Analyse minéralogique par spectrométrie Infrarouge

1. Introduction	133
1.1 Principe	133
1.2 Instrumentation I.R.	135
2. Pratique de la spectrométrie IR	139
2.1 Matériels et produits	139
2.2 Préparation des échantillons	139
2.3 Clés succinctes d'interprétation des spectres	147
2.4 Analyse quantitative	152
3. Techniques complémentaires	156
3.1 Spectrométrie dans le proche IR (NIRS)	156
3.2 Couplage mesures thermiques et spectro FTIR des produits volatils	158
3.3 Microscopie Infrarouge	159
3.4 Spectroscopie de diffusion Raman	159
Références	161
Chronobibliographie	162

CHAPITRE 1.6 Séparations minéralogiques par dissolution sélective

1. Introduction	167
1.1 Intérêt pédologique	167
1.2 Substances "amorphes"	169
1.3 Méthodes de dissolutions sélectives	173
1.4 Réactifs - Etalons synthétiques	174
2. Principales méthodes de dissolution sélective	180
2.1 Acide oxalique-oxalate d'ammonium à l'obscurité	180
2.2 Méthode dithionite-citrate-bicarbonate (DCB ou CBD)	187
2.3 Méthode EDTA	192
2.4 Méthode pyrophosphate	196
2.5 Extraction en milieux fortement basiques	200
3. Autres méthodes, évolution et choix	206
3.1 Méthodes séquentielles différentielles	206
3.2 Méthodes sélectives diverses des produits amorphes	210
3.3 Clé succincte d'utilisation des méthodes différentielles	214
Références	215

CHAPITRE 1.7 Analyse thermique

1. Introduction	221
1.1 Définition	221
1.2 Intérêt	223
2. Méthodes classiques	226
2.1 Analyse thermogravimétrique	226
2.2 Analyse thermique différentielle et calorimétrie diff. à balayage	235
3. Matériels combinés d'analyse thermique	246
3.1 Concepts	246
3.2 Les couplages analyse thermique - analyse des gaz	247
Références	249
Chronobibliographie	250

CHAPITRE 1.8 Analyse microscopique

1. Introduction	253
2. Préparation des échantillons	254
2.1 Intérêt	254
2.2 Enrobage et imprégnation, lames minces	255
2.3 Grilles et répliques pour microscopie électronique en transmission	261
2.4 Montage des échantillons pour microscopie électronique à balayage	264
2.5 Traitement de surface (ombrages, flash-carbone, métallisation)	265
3. Etudes	267
3.1 Microscopie optique	267
3.2 Microscopie électronique, généralités	270
3.3 Microscopie électronique en transmission, microdiffraction	271
3.4 Microscopie électronique à balayage	280
3.5 Microanalyse élémentaire par spectrométrie RX	282
Références	284
Chronobibliographie	285

PARTIE 2 - ANALYSE ORGANIQUE

CHAPITRE 2.1 Fractionnement physique des matières organiques

1. Principe et limitations	289
1.1 Situation pédologique.....	289
1.2 Principe.....	289
1.3 Difficultés.....	291
2. Méthodes	293
2.1 Classification.....	293
2.2 Extraction des racines.....	293
2.3 Dispersion des particules.....	296
2.4 Séparations densimétriques.....	310
2.5 Fractionnements granulométriques.....	314
2.6 Précision des méthodes de fractionnement.....	320
3. Conclusion et perspectives	322
Références	323

CHAPITRE 2.2 Analyse élémentaire organique et totale C, N (H, O, S)

1. Introduction	327
1.1 Matière organique des sols.....	327
1.2 Prélèvements, préparation des échantillons, représentativité.....	330
2. Méthodes par voie humide	333
2.1 Carbone total, généralités.....	333
2.2 C organique total par voie humide à température de réaction.....	335
2.3 C organique total par voie humide à température contrôlée.....	340
2.4 Carbone organique total par voie humide et spectrophotométrie.....	341
2.6 Azote total par voie humide, introduction.....	342
2.7 Azote total par méthode Kjeldahl classique et titrimétrie.....	344
2.8 Azote Kjeldahl classique, dosage par spectrophotométrie.....	348
2.9 Azote total Kjeldahl, dosage par électrode spécifique.....	351
2.10 Mécanisation et automatisation de la méthode Kjeldahl.....	353
2.11 Modes opératoires modifiés pour NO_3^- , NO_2^- , N fixé.....	353
3. Méthodes par voie sèche	355
3.1 Carbone total par volatilisation simple.....	355
3.2 Analyse instrumentale simultanée CHN(OS) par voie sèche.....	356
3.3 CHNOS par les méthodes d'analyse thermique.....	361
3.4 Carbone et azote par analyse instrumentale non destructive.....	362
3.5 Analyse simultanée des différents isotopes C et N.....	363
Références	364
Bibliographie	366

CHAPITRE 2.3 Quantification des composés humiques

1. Intérêt pédologique	371
1.1 Définitions.....	371
1.2 Rôle dans le sol et l'environnement.....	373

1.3 Extractions	374
2. Principales techniques	375
2.1 Extraction	375
2.2 Quantification des extraits	379
2.3 Précision et correspondance des méthodes d'extraction	383
2.4 Purification des matières humiques	389
3. Autres développements	392
3.1 Variantes d'extraction	392
3.2 Fractionnement du culot d'humine	392
Références	395
Généralités sur les matières humiques	395
Extraction, dosage, purification et fractionnement des matières humiques	396

CHAPITRE 2.4 Caractérisation des composés humiques

1. Introduction	399
1.1 Mécanismes de formation	399
1.2 Structure moléculaire,	400
2. Principales techniques	401
2.1 Fractionnement des composés humiques	401
2.2 Titrage des principaux groupes fonctionnels	408
2.3 Spectrométrie UV-visible	410
2.4 Spectrographie infrarouge	413
3. Autres techniques	415
3.1 Evolution des techniques de fractionnement	415
3.2 Titrage de groupes fonctionnels	417
3.3 Caractérisation par fragmentation	419
3.4 Résonance magnétique nucléaire (RMN ou NMR)	424
3.5 Spectroscopie de fluorescence	433
3.6 Spectroscopie de résonance de spin électronique RSE	435
3.7 Mesures de poids et encombrement moléculaire	437
3.8 Observations microscopiques	441
3.9 Autres techniques	442
Références	443
Modèles moléculaires	443
Fractionnement, détermination des poids et tailles moléculaires	443
Groupes fonctionnels des composés humiques	445
Caractérisations spectrométriques et diverses	446

CHAPITRE 2.5 Dosage des molécules non humiques

1. Introduction	453
1.1 Les molécules non humiques	453
1.2 Sucres des sols	453
1.3 Lipides des sols	456
1.4 Pesticides et polluants	457
2. Techniques classiques	458
2.1 Hydrolyse acide des polysaccharides	458
2.2 Purification éventuelle des hydrolysats acides	462
2.3 Dosages colorimétriques des sucres	464

2.4 Dosage des sucres par chromatographie gazeuse	467
2.5 Dosage des lipides totaux	472
2.6 Quantification des hydrosolubles organiques	474
3. Autres techniques	475
3.1 Sucres par chromatographie gazeuse	475
3.2 Sucres par chromatographie liquide	475
3.3 Fractionnement et étude des lipides	477
3.4 Dosages de résidus de pesticides et polluants	483
Références	492
Sucres des sols	492
Lipides des sols	495
Extraits aqueux	495
Pesticides et polluants	496

CHAPITRE 2.6 Formes de l'azote organique, azote (et C) minéralisable

1. Introduction	497
1.1 Intérêt pédologique	497
1.2 Types de méthodes	499
2. Méthodes classiques	500
2.1 Formes de l'azote organique par hydrolyse acide	500
2.2 Formes de l'azote organique par hydrolyse acide : méth. simplifiée	509
2.3 Dosage de l'urée	511
2.4 Azote potentiellement minéralisable : méthodes biologiques	513
2.5 Azote potentiellement minéralisable : méthodes chimiques	522
2.6 Cinétiques de minéralisation	526
3. Autres développements analytiques	531
3.1 Variantes de protocoles d'hydrolyses acide	531
3.2 Dosage colorimétrique et chromatographique des acides aminés	532
3.3 Dosage colorimétrique et chromatographique des amino-sucres	537
3.4 Protéines et glycoprotéines (glomaline)	538
3.5 Azote potentiellement minéralisable par EUF	539
Références	540
Formes d'azote organique : articles généraux	540
Formes d'azote : méthodes hydrolyse acide et distillation	541
Améliorations de l'hydrolyse acide	541
Dosage des acides aminés	541
Dosage des amino-sucres	542
Glomaline	542
Dosage de l'urée	543
Azote potentiellement minéralisable : articles généraux	543
Azote potentiellement minéralisable : méthodes biologiques	544
Azote potentiellement minéralisable : méthodes chimiques	545
Azote potentiellement minéralisable par EUF	545
Cinétiques de minéralisation	546

PARTIE 3 - ANALYSE MINÉRALE
ÉLÉMENTS ÉCHANGÉABLES ET TOTAUX

CHAPITRE 3.1 Mesure du pH

1. Introduction	549
1.1 Intérêt de la mesure	549
1.2 Difficultés	551
1.3 Rappels théoriques	552
2. Mesures courantes	554
2.1 Méthodes	554
2.2 Méthode colorimétrique	556
2.3 Méthode électrométrique	558
2.4 Mesure électrométrique, généralités	562
2.5 Mesure sur les suspensions de sols	563
2.6 Détermination du pH-K et pH-Ca	565
2.7 Mesure sur les "pâtes saturées"	566
2.8 Mesure sur extrait de pâte saturée	567
2.9 Mesure du pH-NaF	567
3. Mesure in situ	568
3.1 Appareillage	568
3.2 Mise en place sur le terrain	569
3.3 Mesure sur monolithe de sol	571
Références	572
Bibliographie	572
Annexes	573
Annexe 1 – Potentiels des électrode de référence/électrode à hydrogène	574
Annexe 2 - Constantes de dissociation de quelques équilibres	575
Annexe 3 - Solutions tampon	575
Annexe 4 - Indicateurs colorés	577

CHAPITRE 3.2 Mesure du potentiel d'oxydo-réduction

1. Définitions et principe	579
2. Matériels et réactifs	581
2.1 Electrodes	581
2.2 Pont salin de liaison	582
2.3 Système de mesure	582
2.4 Solutions d'étalonnage	583
3. Mode opératoire	583
3.1 Prétraitement de l'électrode	583
3.2 Mesure sur échantillons	583
3.3 Mesure sur monolithe	584
3.4 Mesure in situ	584
3.5 Mesure de la vitesse de diffusion de l'oxygène (VDO)	585
3.6 Détermination colorimétrique de Eh	587
Références	587
Bibliographie	588

CHAPITRE 3.3 Carbonates

1. Introduction	591
2. Dosage des carbonates totaux	593
2.1 Introduction.....	593
2.2 Détermination au calcimètre.....	594
2.3 Détermination par acidimétrie.....	597
3. Dosage du calcaire actif	599
3.1 Principe	599
3.2 Mise en oeuvre.....	599
3.3 Indice de pouvoir chlorosant.....	601
Références	601

CHAPITRE 3.4 Sels solubles

1. Introduction	603
2. Extraction	604
2.1 Rapport sol/solution.....	605
2.2 Extrait de pâte saturée	605
2.3 Extraits dilués	606
2.4 Prélèvement de l'eau du sol in situ	608
2.5 Extraits à l'eau chaude	608
3. Mesures et dosages	608
3.1 Conductivité électrique des extraits	608
3.2 Conductivité in situ	611
3.3 Matières solides dissoutes totales	612
3.4 Cations extractibles	613
3.5 Carbonates et bicarbonates extractibles (alcalinité)	614
3.6 Chlorures extractibles	616
3.7 Sulfates, nitrates, phosphates extractibles	618
3.7 Bore extractible	619
3.8 Dosage par chromatographie ionique des anions extractibles	620
3.9 Expression des résultats	623
Références	624

CHAPITRE 3.5 Complexe adsorbant

1. Introduction	627
2. Origine des charges	628
2.1 Echange ionique.....	628
2.2 Complexe échangeable.....	629
2.3 Théorie	632
Références	634
Chronobibliographie	635

CHAPITRE 3.6 Point isoélectrique et point de charge nulle

1. Introduction	643
1.1 Charges des colloïdes	643
1.2 Définitions.....	645

1.3 Conditions pour la détermination des charges	647
2. Principales méthodes	649
2.1 Détermination de pH ₀ (PZSE), protocole avec temps d'équilibre long	649
2.2 Point d'effet de sel nul (PZSE), avec temps d'équilibre court.....	650
Références	654

CHAPITRE 3.7 Charges permanentes et charges variables

1. Introduction	655
2. Principales méthodes	659
2.1 Détermination des charges variables	659
2.2 Détermination des charges permanentes.....	660
Références	662
Bibliographie	663

CHAPITRE 3.8 Détermination des cations échangeables

1. Introduction	665
1.1 Intérêt.....	665
1.2 Extractants.....	666
1.3 Appareillages	667
2. Méthode à l'acétate d'ammonium pH 7	669
2.1 Principe.....	669
2.2 Protocole.....	669
3. Extraction continue automatisée	672
Références	672
Bibliographie	673

CHAPITRE 3.9 Détermination de l'acidité d'échange

1. Introduction	675
1.1 Rappels théoriques.....	675
1.2 Buts de l'analyse.....	676
2. Méthode	678
2.1 Principe.....	678
2.2 Réactifs.....	678
2.3 Mode opératoire.....	678
3. Autres méthodes	681
Références	682
Chronobibliographie	682

CHAPITRE 3.10 Détermination du besoin en chaux

1. Introduction	685
1.1 Intérêt.....	685
1.2 Techniques d'évaluation.....	687
2. Méthode tampon SMP	688
2.1 Principe.....	688
2.2 Réactifs.....	689
2.3 Mode opératoire.....	689
2.4 Remarques	690
Références	691
Chronobibliographie	691

Chapitre 3.11 Affinité et sélectivité d'échange, isotherme d'échange

1. Introduction	695
2. Détermination de l'isotherme d'échange	700
2.1 Principe	700
2.2 Réactifs	700
2.3 Mode opératoire	701
2.4 Remarques	703
Références	703
Chronobibliographie	705

CHAPITRE 3.12 Capacité d'échange cationique

1. Introduction	707
1.1 Théorie générale	707
1.2 Variables influençant la détermination de la CEC	709
2. Détermination de la CEC effective par sommation (ECEC)	716
2.1 Principe	716
2.2 Variantes	717
3. Détermination de la CEC au pH du sol en milieu non tamponné	717
3.1 Principe	717
3.2 Méthode avec sels métalliques non tamponnés	718
3.3 Protocoles avec cations organo-métalliques non tamponnés	721
3.4 Méthodes non tamponnées avec cations organiques	727
4. Détermination de la CEC en milieux tamponnés	728
4.1 Méthodes tamponnées, généralités	728
4.2 Méthode à l'acétate d'ammonium à pH 7,0	730
4.3 Méthodes tamponnées à pH 8,0 à 8,6	736
4.4 Méthodes tamponnées à pH divers	741
Références	743
Bibliographie	748
Théorie générale CEC	748
Méthode Ba^{++} (pH du sol)	749
Méthode tamponnée à pH 7,0	750
CEC cobalti-hexamine	751
Ag-Thiourée	751
CEC avec organo-cations (colorants)	751
Méthodes tamponnées pH 8,0 à 8,6	751
Chlorure de Baryum-Triéthanolamine à pH 8,1	751

CHAPITRE 3.13 Capacité d'échange anionique

1. Théorie	753
2. Mesure	757
2.1 Principe	757
2.2 Description	758
3. Détermination simultanée de CEA, CE, CEC et CEC nette	759
3.1 Intérêt	759
3.2 Description	759
Références	761

CHAPITRE 3.14 **Formes de l'azote minéral**

1. Introduction	765
1.1 Ammonium, nitrates et nitrites	765
1.3 Difficultés d'échantillonnage	766
1.4 Difficultés de dosage	766
2. Méthodes courantes	767
2.1 Extraction des formes échangeables	767
2.2 Séparation par micro-diffusion	768
2.3 Dosage colorimétrique de l'ammonium	771
2.4 Dosage colorimétrique des nitrites	773
2.5 Dosage colorimétrique des nitrates	776
2.6 Azote organique extrait	777
3. Autres méthodes	778
3.1 Nitrates et nitrites par absorption photométrique dans UV	778
3.2 Ammonium à l'aide d'une électrode spécifique	780
3.3 Nitrates avec une électrode ionique spécifique	784
3.4 Mesure in situ	786
3.5 Ammonium non échangeable	788
Références	789
Bibliographie	790

CHAPITRE 3.15 **Phosphore**

1. Introduction	791
2. Le phosphore total des sols	792
2.1 Introduction	793
2.2 Minéralisation totale par voie humide	794
2.3 Minéralisation par voie sèche	796
3. Méthodes de fractionnement des formes de P	797
3.1 Introduction	797
3.2 Méthodes séquentielles	798
3.3 Extractions sélectives diverses - indice de disponibilité	802
3.4 Extraction par dilution isotopique	811
3.5 Détermination du phosphore organique	812
4. Rétention du phosphore	817
4.1 Introduction	817
4.2 Détermination de la rétention de P	818
5. Dosages de P dans les extraits	819
5.1 Introduction	819
5.2 Dosage de P orthophosphorique par spectrophotométrie	821
5.3 Dosage de P par méthodes spectrographiques	826
5.4 Dosages des formes de P par RMN ^{31}P	826
5.5 Séparation des composés de P par chromatographie liquide	828
6. Spéciation directe de P "in situ", ou sur particules extraites	828
Références	829
Chronobibliographie	831

CHAPITRE 3.16 **Soufre**

1. Introduction	833
1.1 Les composés du soufre	833
1.2 Etudes minéralogiques	834
2. Soufre total et composés du soufre	838
2.1 Particularité des sols du domaine fluvio-marin	838
2.2 Prélèvement et préparation des échantillons.....	839
2.3 Test des formes sulfurées solubles	840
2.4 Méthodes de dosage du Soufre total.....	840
2.5 Mise en solution de S total par fusion alcaline oxydante	841
2.6 Solubilisation totale par l'hypobromite de sodium en milieu alcalin	843
2.7 Dosage de S par colorimétrie au bleu de méthylène	844
2.8 Dosage des sulfates par colorimétrie au bleu de méthyl thymol.....	849
2.9 Soufre total par analyse élémentaire voie sèche CHN(OS).....	851
2.10 Dosage de S total-SO ₄ par chromatographie ionique	854
2.11 Dosage de S total par spectrométrie d'émission à plasma.....	856
2.12 Dosage par fluorescence X	856
2.13 Dosage par absorption atomique	856
2.14 Fractionnement analytique des composés du soufre	856
2.15 Dosage des composés de S organique lié à C.....	858
2.16 Dosage des composés S organique non liés à C	860
2.17 Extraction et dosage des sulfures solubles	861
2.18 Dosage du soufre dans les pyrites	864
2.19 Dosage du soufre élémentaire	866
2.20 Dosage des sulfates solubles à l'eau	868
2.21 Dosage des sulfates extractibles par Na ₃ -EDTA	869
2.22 Dosage de la jarosite.....	872
2.23 Analyse séquentielle des formes de S.....	874
3. Le soufre des sols gypseux	876
3.1 Les sols gypseux.....	876
3.2 Tests préliminaires	877
3.3 Extraction et dosage à partir d'extraits multiples	879
3.4 Méthode par précipitation à l'acétone	880
4. Besoin du sol en soufre et en gypse	882
4.1 Introduction.....	882
4.2 Extraction des composés du soufre à but agronomique.....	883
4.3 Besoin en gypse	885
Références	886
Chronobibliographie	889

CHAPITRE 3.17 **Dosage des éléments extractibles et totaux**

1. Eléments dans les sols	893
1.1 Eléments majeurs.....	893
1.2 Eléments traces et polluants	895
1.3 Eléments biogènes et toxiques.....	897
1.4. Eléments totaux.....	898
1.5 Eléments extractibles	899

2. Méthodes avec solubilisation	899
2.1 Méthodes de solubilisation totale	899
2.2 Principaux réactifs pour dissolutions totales.....	901
2.3 Attaque acide en milieu ouvert	904
2.4 Attaque acide en milieu fermé	909
2.5 Minéralisation par micro-ondes	911
2.6 Fusion alcaline	913
2.7 Extractions sélectives	918
2.8 Méthodes de dosage	923
2.9 Dosages par spectrophotométrie	925
2.10 Dosages par spectrométrie d'émission de flamme	929
2.11 Dosages par spectrométrie d'absorption atomique de flamme.....	930
2.12 Dosage de traces par SAA hydrures et vapeur froide.....	934
2.13 Dosage de traces par SAA électrothermique	937
2.14 Dosages par spectrométrie d'émission de plasma.....	939
2.15 Dosages par spectrométrie de masse à plasma	943
3. Analyses sur milieu solide	948
3.1 Méthodes	948
3.2 Analyse par fluorescence X.....	950
3.3 Analyse par activation neutronique	958
Références	966

INDEX ALPHABÉTIQUE	971
--------------------------	-----

TABLEAU PÉRIODIQUE DES ÉLÉMENTS.....	992
--------------------------------------	-----