

Technique d'échange de l'eau de gros échantillons de sol par l'acétone en phase vapeur

Michel BOURLET, Jean-Claude FIES

I.N.R.A., Station de Science du Sol, Centre de recherches agronomiques d'Avignon
Domaine Saint-Paul, 84140 Montfavet

SOMMAIRE

Une technique d'échange de l'eau par l'acétone en phase vapeur a été utilisée sur des échantillons de sols humides de volume voisin de 1.300 cm³, et présentant des comportements très différents vis-à-vis du phénomène de retrait-gonflement.

L'effet propre à cette technique d'échange sur la conservation de l'espace poral initial a été évalué par des mesures de masses volumiques.

Cette technique paraît adaptée à la préparation d'échantillons destinés à l'étude de l'espace poral structural et de ses variations.

INTRODUCTION.

Il est possible de caractériser l'état physique d'une couche de sol par des mesures de densité permettant d'établir le bilan volumique des phases solide, liquide et gazeuse, et de suivre les variations des termes du bilan quand le sol se réhumecte ou se dessèche (STENGEL, 1979).

Remarquons cependant que cette approche ne renseigne pas sur les caractéristiques de l'espace poral telles que la taille des pores, leur orientation, leur tortuosité et sur les variations de ces caractéristiques accompagnant, dans la plupart des sols, les changements d'état hydrique.

Aussi, en raison de ces variations, l'établissement des caractéristiques de l'espace poral n'a de sens que relativement à un état hydrique donné.

TABLEAU 1. — *Constitution des matériaux étudiés.*

- a) *analyse granulométrique*
 b) *nature de la fraction 0-2 μm (R.X.)*

Soil samples analysis

- a) *Particles size distribution*
 b) *Clay mineralogical analysis (R.X.)*

MATERIAUX ETUDIÉS	en p.cent de terre séchée à 105°C					M.O %	CaCO ₃ %
	Argile 0-2 μm	Limon 2-20 μm	Limon 20-50 μm	Sable 50-200 μm	Sable 200-2000 μm		
Boigneville	27	32.8	32.1	6.4	1.7	2.1	-
Les Vignères	51.1	30	7.7	7.9	3.3	1.1	28
Barre	34.5	49.7	9.5	5.5	0.8	1.2	37

a)

Matériaux étudiés	Minéraux argileux	Autres Minéraux		
		Quartz	Calcite	Goethite
Boigneville	Minéraux interstratifiés 10-14Å (Illite-vermiculite)- Kaolinite - peu de smectite	non	non	traces
Les Vignères	Très forte proportion de smectite avec de la Chlorite gonflante. Peu d'Illite, peu de Kaolinite.	oui	oui	non
Barre	Très forte proportion d'Illite et présence notable de smectite Trace de Kaolinite.	oui	oui	non

b)

Or, les techniques qui permettent établir ces caractéristiques imposent généralement que les échantillons soient préalablement déshydratés (porosimétrie à mercure, M.E.B.) et/ou inclus par une résine (microscopie optique, M.E.T.).

Déshydrater un échantillon de sol tout en figeant l'organisation de son espace poral à l'état humide constitue une étape nécessaire et préalable à l'observation et à la caractérisation de cet espace.

Actuellement, les méthodes mises en œuvre peuvent être classées en trois groupes, en fonction du chemin suivi pour éliminer la phase aqueuse (GREENE-KELLY, 1973).

Le premier groupe recouvre les méthodes de lyophilisation dont le principe consiste à congeler très rapidement l'eau du sol, la glace étant ensuite évacuée par sublimation. Le second correspond à la méthode dite du point critique. Il s'agit ici de placer l'échantillon dans des conditions de pression et de température supérieures à celle du point critique de l'eau (220 atm./374 °C). Il n'y a plus alors d'interface liquide-gaz et on peut procéder au dégazage du sol pour le déshydrater. Le troisième groupe comporte les méthodes qui visent à remplacer l'eau par des produits organiques miscibles en toutes proportions, tels le méthanol, le dioxane ou l'acétone (MURRAY et QUIRK, 1980).

Cet échange précède soit la réalisation du point critique dans des conditions moins drastiques que celles imposées par le point critique de l'eau, en utilisant le dioxyde de carbone par exemple, soit l'imprégnation et la fixation de l'espace poral par une résine polyester (MEDIEMA, PAPE, WAAL, 1974).

Il convient de noter que la mise en œuvre de ces techniques ne peut se faire indépendamment de l'échelle à laquelle on cherche à caractériser l'espace poral. On sait en particulier que la congélation exige un transfert rapide de chaleur, ce qui explique qu'elle n'est applicable qu'à des échantillons de dimensions très petites, de l'ordre de quelques millimètres (LUYET, 1951, cité par GREENE-KELLY, 1973 ; TESSIER et BERRIER, 1979). Aussi cette technique est-elle utilisée pour l'étude des pores résultant de l'assemblage des constituants élémentaires du sol et en particulier des phyllites (LAWRENCE G.-P., PAYNE D. GREENLAND, 1979).

Par contre, pour pouvoir étudier l'espace poral à l'échelle de l'assemblage de systèmes complexes comme des agrégats, des mottes ou des éléments structuraux d'horizons de sols naturels, seules les méthodes comportant un échange préalable de l'eau paraissent utilisables.

Les résultats obtenus dans ce domaine par FITZPATRICK et GUDMUNSSON en 1977 pour la fixation de tourbes humides nous ont incités à appliquer à des échantillons de sols humides, de gros volume, une technique d'échange eau-acétone en phase vapeur.

L'objet de cette note est de présenter les modalités retenues pour cet échange. L'efficacité de la technique d'échange est évaluée par rapport à un séchage à l'air des échantillons, sur la base de mesures de densité.

I. — MATERIAUX UTILISES - PREPARATION - MESURE DES MASSES VOLUMIQUES.

Trois types de sols ont été retenus en fonction de leur susceptibilité au retrait lorsqu'ils sont soumis à dessiccation. Les compositions granulométriques, ainsi que les natures minéralogiques des fractions 0-2 μm , sont présentées au tableau 1.

1. NATURE ET CONSTITUTION DES MATERIAUX.

a) **Boigneville** est un matériau de texture limono-argileuse provenant de l'horizon A d'un sol brun faiblement lessivé des limons du bassin parisien. L'espace poral apparent est essentiellement de type biologique, avec des pores tubulaires de grand diamètre liés

à la présence d'une faune importante de vers de terre. Les pores planaires sont rares et le réseau de fissuration peu développé. Ce sol présente un retrait assez faible.

b) **Les Vignères** est un matériau de texture argileuse provenant de l'horizon (B) d'un sol brun calcaire à caractère verticale du dépôt alluvial récent de la vallée du Rhône.

L'espace poral structural est constitué de pores planaires fins et très fins conférant à l'horizon une apparence de structure continue à une humidité proche de la capacité de rétention. Ce sol présente un retrait très important lorsqu'il est soumis à dessiccation. Le réseau de fissuration atteint alors de grandes dimensions et affecte le profil depuis la surface jusqu'à la base de l'horizon (B), soit une épaisseur de 1,20 m de sol environ.

c) **Barre** est un matériau de texture argilo-limoneuse de l'horizon B d'un sol brun calcaire. L'espace poral structural est difficilement appréciable sur le profil de sol à la capacité de rétention, mais la structure de l'horizon s'affirme en séchant et lui donne une apparence fragmentaire polyédrique de taille moyenne. Les pores planaires sont fins et les pores biologiques rares ; la susceptibilité de ce matériau au retrait est plus faible que celle des Vignères.

2. PRELEVEMENT ET PREPARATION DES ECHANTILLONS.

Les prélèvements sont effectués avec des anneaux en acier inoxydable de 150 mm de diamètre et de 72 mm de hauteur. Les anneaux ont une épaisseur de 2 mm et possèdent un biseau tranchant facilitant leur pénétration.

Avec ce mode de prélèvement, le sol doit être à une humidité suffisante pour limiter les risques de tassement et/ou la création de fissures.

Les anneaux sont dégagés avec précaution, arasés et enfermés dans deux demi-couvercles étanches en P.V.C. dont la fixation est assurée par une large bande adhésive pouvant recevoir les indications et références propres aux prélèvements et soustrayant les matériaux à l'évaporation. On peut se débarrasser des vers de terre (cas de Boigneville) en ennoyant le site de prélèvement avec de l'eau permanganatée à 1‰, quelques heures auparavant.

L'expérience nous a montré que les échantillons ainsi prélevés peuvent être conservés en l'état pendant plusieurs mois dans une armoire à 3 ou 4 °C, ce qui permet d'inhiber l'activité microbienne et l'évolution des matières organiques.

Les mesures d'humidité au moment du prélèvement des échantillons ont fait apparaître que leurs taux de saturation en eau étaient supérieurs à 70 %.

Les échantillons Boigneville et Vignères, destinés par ailleurs à des mesures de conductivité hydraulique en saturé, ont été (toujours munis de leurs anneaux) amenés progressivement à un état d'humectation proche de la saturation, d'abord par remontée capillaire, puis par ennoyage progressif jusqu'à immersion totale dans l'eau durant 48 heures.

Ce traitement particulier nous a permis, en disposant d'échantillons susceptibles de présenter une plus grande amplitude de retrait, de mieux juger des performances de la méthode d'échange.

3. MESURE DES MASSES VOLUMIQUES DES ECHANTILLONS.

Pour tester la validité de la méthode d'échange, on s'est proposé de mesurer la masse volumique des échantillons afin de comparer le retrait obtenu par séchage à l'air au retrait observé après l'échange de l'eau par le solvant.

Ces mesures ont été réalisées à différents stades.

3-1. Mesure des masses volumiques des échantillons humides.

La masse volumique des échantillons au moment du prélèvement a été calculée à partir du volume de l'anneau, du poids de sol et de sa teneur en eau, cette dernière donnée étant obtenue sur des fractions aliquotes du matériau étudié.

Pour les échantillons portés à la saturation dans leurs anneaux, un comparateur placé sur la face supérieure a permis d'évaluer la nouvelle hauteur après gonflement des matériaux et de calculer la masse volumique correspondante.

3-2. Mesure des masses volumiques des échantillons déshydratés.

En ce qui concerne les échantillons déshydratés par séchage à l'air et par l'échange de l'eau par l'acétone, la méthode utilisée a permis de mesurer la poussée hydrostatique après enrobage des échantillons avec de la paraffine.

Ce type de mesure étant relativement bien connu, nous indiquerons seulement ici les modifications que nous avons introduites pour répondre à notre problème particulier de mesures.

L'imperméabilisation des échantillons débarrassés de leurs anneaux et munis d'un fil fin et résistant est obtenue en plongeant ceux-ci deux fois dans de la paraffine chaude (60 °C-65 °C maximum). Il est nécessaire d'effectuer une première pesée de l'échantillon avant l'enrobage.

Entre chaque trempage, on laisse la première couche durcir quelques instants.

Après refroidissement (une dizaine de minutes), on effectue une seconde pesée afin de connaître la masse de paraffine enrobant l'échantillon.

On effectue alors la mesure de son volume par poussée hydrostatique dans l'eau.

Le volume de l'échantillon sera connu par la différence entre le volume total et le volume de paraffine. Ce dernier est obtenu à partir de la masse et de la densité de la

TABLEAU 2. — *Caractéristiques des échantillons avant et après traitements, comparaison des retraits observés après échange à l'acétone et après séchage à l'air*

soil samples characteristics and shrinkage values obtained after water acetone exchange and air drying

Matériaux étudiés	Masses volumiques (g/cm ³) et Humidité %				Retrait global %		Taux de conservation de l'espace poral total %
	au prélèvement	à la saturation	après échange à l'acétone	après séchage à l'air	Acétone	Air	
Boigneville	1.57	1.57	1.58	1.66	1	5.4	81
	19.50	24.20	2.45	1.40			
Les Vignères	1.44	1.43	1.55	1.94	7.6	26.3	71
	26.1	31.3	0.7	3.7			
Barre	1.52	/	1.58	1.78	4.0	14.7	73
	23.2						
	1.60	/	1.65	1.79	2.7	10.6	
20.8		4.9	3.2				

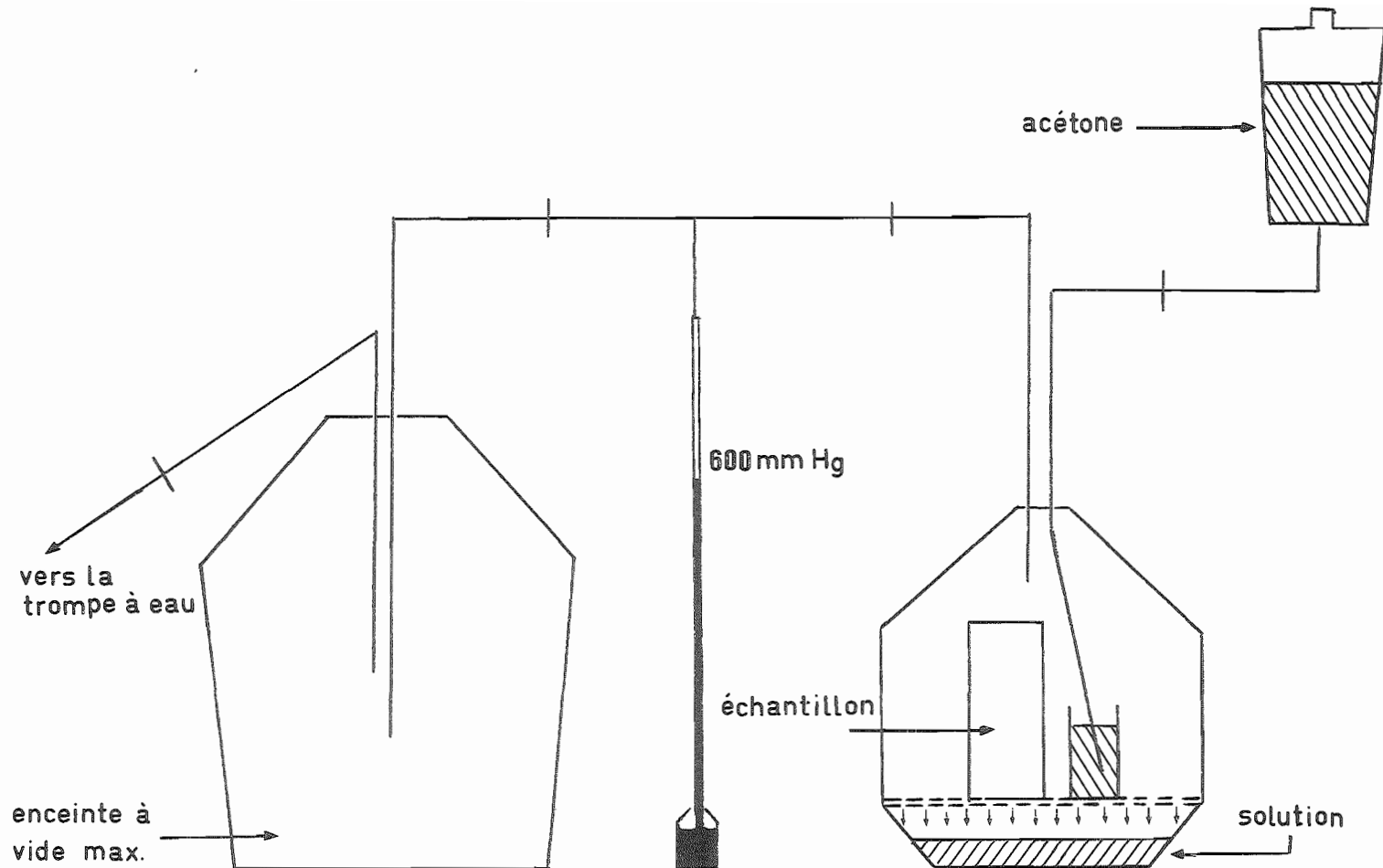


FIGURE I. — Dispositif pour l'échange eau-acétone en phase vapeur
 Apparatus for a water-aceton exchange in vapour phase

paraffine. Elle a été déterminée pour ce type d'utilisation sur des couches enrobantes obtenues après 3 trempages dans un bain thermostaté à 60°C. La valeur moyenne mesurée est $d_p = 0.773$.

Sur les spécimens traités par l'acétone, il est nécessaire d'effectuer très rapidement l'enrobage ; nous avons constaté que des échantillons exposés à l'air libre après échange et saturation par l'acétone ont présenté un retrait et une fissuration comparables à ceux observés sur les échantillons non traités.

Pour cette raison, il n'a pas été possible d'effectuer des mesures de masses volumiques de petits agglomérats (\varnothing 2-3 mm) afin de contrôler les variations de porosité aux niveaux textural et structural (FIES - STENGEL, 1981), le temps exigé par les manipulations étant trop long en regard de l'évaporation intense de l'acétone.

II. — ECHANGE DE L'EAU PAR L'ACETONE EN PHASE VAPEUR.

1. DESCRIPTION DE LA TECHNIQUE UTILISEE.

L'échantillon muni de son anneau (essayer de l'enlever reviendrait à sacrifier le spécimen) est placé sur la tranche métallique dans une enceinte.

La plaque perforée servant de support doit laisser un espace suffisant entre l'échantillon et le fond de l'enceinte (une dizaine de cm). La figure 1 schématise le dispositif permettant de faire un vide partiel de 600 mm Hg avant d'introduire 200 ml d'acétone pure ($d = 0.791$) dans un récipient posé près de l'échantillon. La fermeture hermétique de l'enceinte est obtenue avec une graisse à vide résistante aux vapeurs cétoniques (Apiezon 100).

L'échange s'opère par diffusion moléculaire et le transfert s'effectue sans modification notable de température dans l'enceinte.

Pour les taux de saturation en eau auxquels nous avons travaillé (80% et plus de 90%), le phénomène d'absorption du gaz s'accompagne d'un phénomène de désorption d'une phase liquide ou solution qui s'écoule à la base de l'échantillon. Ceci est observable pendant les premières heures de l'échange. Ensuite, le transfert s'effectue d'une manière plus discrète, une condensation apparaissant sur les parois avant de s'écouler et s'accumuler au fond de l'enceinte.

La vaporisation de l'acétone introduite est totale et nous avons conduit l'échange en renouvelant l'acétone par fractions de 200 ml. Pour éviter un branchement permanent et direct sur la trompe à vide, nous avons maintenu la dépression à 600 mm Hg avec le montage intermédiaire d'une enceinte (figure 1) dans laquelle on réalise au préalable une dépression maximum permettant d'intervenir pour corriger les variations de pression.

2. CONTROLE DE L'ECHANGE EAU-ACETONE.

On peut connaître avec une assez bonne précision la quantité d'eau extraite de l'échantillon en cours d'échange et suivre ainsi la déshydratation.

L'eau contenue dans la solution ne peut provenir que du matériau exposé aux vapeurs d'acétone.

Après chaque vaporisation du volume de solvant introduit, on procède à la mesure de la masse volumique de la solution.

Un abaque construit à partir des masses volumiques de mélanges connus eau-acétone permet de définir la teneur en eau volumique de la solution (figure II).

Connaissant le volume total de solution, le volume d'eau (Q) transféré hors de l'échantillon est calculé par la relation suivante :

$$Q = q \cdot V_s$$

avec q = teneur en eau de la solution (cm^3/cm^3)

V_s = Volume de la solution (sa valeur est toujours sous-estimée, une partie de la solution restant sur les parois de l'enceinte sous forme de gouttelettes ou de film).

La teneur en eau résiduelle du matériau peut être contrôlée après immersion dans 1.000 cm^3 d'acétone pure durant 48 heures. Après égouttage rapide de l'échantillon à l'abri de l'air, on mesure la masse volumique du bain. Ceci nous a permis de suivre la réalisation de l'échange eau-acétone.

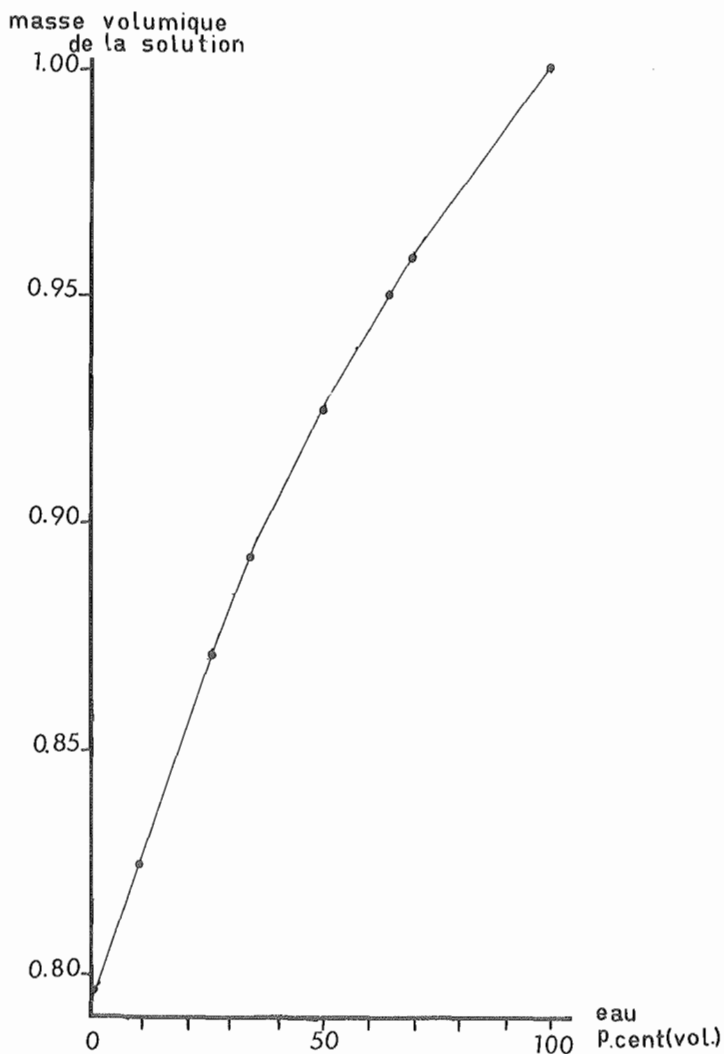


FIGURE II. — Masse volumique et teneur en eau de la solution

Specific weight and water content of aqueous solution

Remarque :

Une fois l'eau remplacée par l'acétone, l'architecture des matériaux est très sensible à l'évaporation du solvant. Macroscopiquement, elle est d'autant plus fragile que la teneur en smectites est élevée.

Il est impératif de fixer aussitôt par la résine, sous vide partiel, les échantillons débarrassés de leur eau ; sinon, il est recommandé de les conserver immergés dans l'acétone pure.

3. DUREE DE L'ECHANGE.

La vaporisation de l'acétone, qui s'effectue rapidement au départ, a naturellement tendance à ralentir lorsque les pressions partielles de vapeur s'équilibrent entre les phases.

Laisser chuter fortement la dépression imposée et/ou ne pas renouveler le solvant lorsque cela s'avère nécessaire, revient à ralentir, voire à stopper l'échange.

Après une période de 15 à 20 jours, environ 60 % du volume d'eau de l'échantillon est transféré dans la solution au fond de l'enceinte.

Une période d'un mois a été nécessaire dans les conditions standard pour échanger les 4/5^{es} de l'eau contenue dans le sol des Vignères ; un mois et demi pour le sol de Boigneville. La figure III illustre la cinétique de l'échange eau-acétone pour les matériaux de Boigneville et des Vignères.

III. — EVALUATION DU RETRAIT EN FIN D'ECHANGE.

Il convient d'abord d'examiner les échantillons portés à saturation, relativement à leur état initial au prélèvement.

Avec le sol de Boigneville, aucun gonflement appréciable à l'échelle de l'anneau n'a été observé. La différence de teneur en eau entre l'état initial et le traitement de saturation correspond au remplissage d'un volume de pores biologiques représentant 17,6 % de la porosité totale de l'échantillon. Cette valeur est certainement sous-évaluée, compte tenu du drainage rapide des pores les plus gros.

Le sol des Vignères a présenté un léger gonflement apprécié par le soulèvement de la surface libre d'environ 0,6 mm.

Pour ces deux types d'échantillons, les taux de saturation en eau avant échange sont respectivement de 92 et 93 %.

Les échantillons de matériau « Barre » soumis directement à l'échange de l'eau par l'acétone ont un taux de saturation initial en eau voisin de 83 %.

Si nous considérons maintenant l'échange de l'eau par l'acétone, les résultats présentés au tableau 2 montrent que les teneurs en eau mesurées après échange sont du même ordre de grandeur que celles observées après séchage direct à l'air libre.

Pour juger de l'effet propre au procédé d'échange utilisé sur la conservation de l'espace poral, nous avons comparé les volumes massiques des échantillons traités soit par l'acétone, soit par séchage à l'air, aux volumes massiques des échantillons saturés en eau au moyen de l'indice de Retrait global (R_G) suivant :

$$R_G \text{ p. cent} = \left(1 - \frac{\text{Volume massique après traitement}}{\text{Volume massique à l'état saturé}} \right) \cdot 100$$

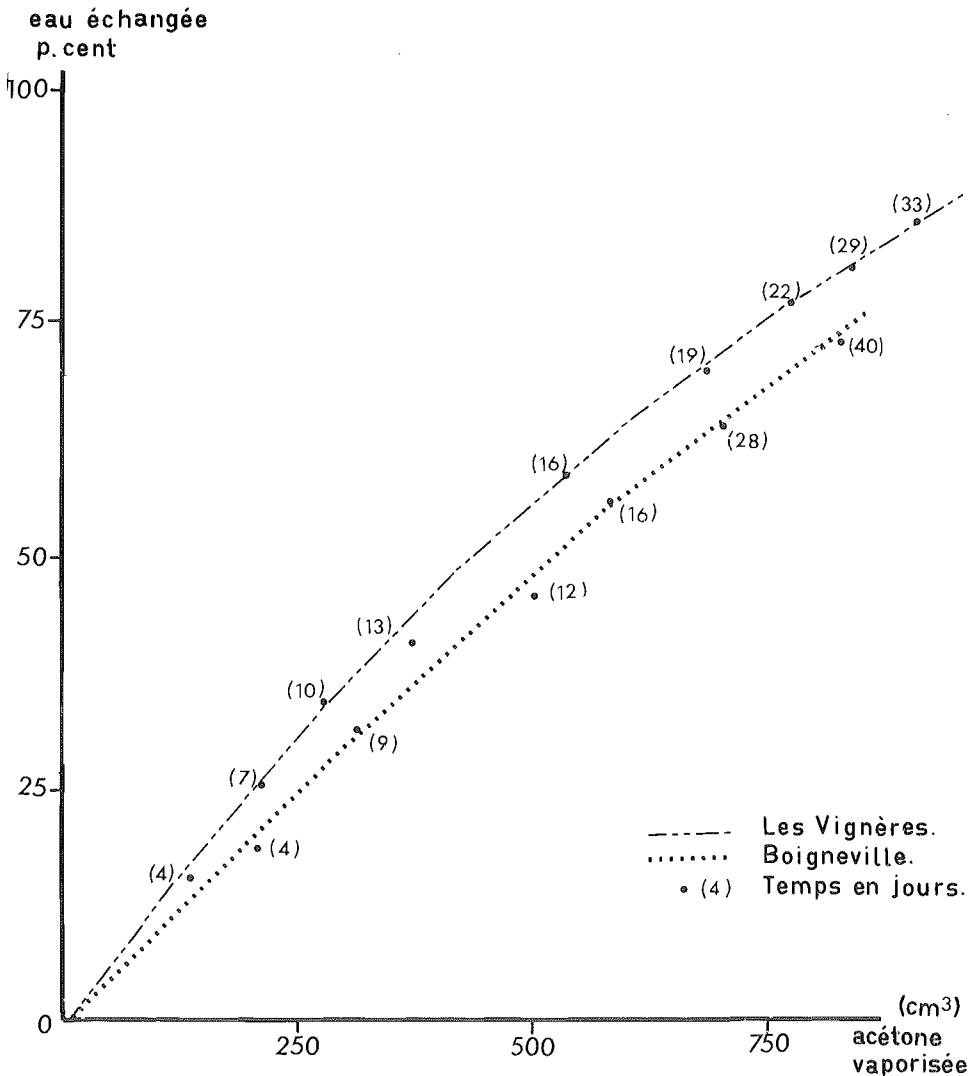


FIGURE III. — Contrôle de la durée de l'échange de l'eau par l'acétone en phase vapeur

Estimation of the duration of the water-acetone exchange in vapour phase

Il ressort des valeurs obtenues que l'échange par l'acétone provoque toujours un certain retrait. Ce retrait reste cependant 4 à 5 fois plus petit que celui mesuré sur les échantillons séchés directement à l'air.

On peut remarquer aussi que les valeurs de retraits provoqués par l'échange à l'acétone et par séchage à l'air se classent dans le même ordre pour les trois matériaux étudiés.

On peut également juger des résultats du traitement à l'acétone relativement au retrait maximal obtenu lors du séchage direct à l'air et évaluer le taux de conservation de l'espace poral total (T) qui a été calculé par la relation suivante :

$$T \text{ p. cent} = 100 \left(1 - \frac{R_G \text{ acétone}}{R_G \text{ air}} \right)$$

Mis à part le cas du sol présentant peu de retrait, pour lequel ce taux est supérieur à 80 %, on constate que sur des matériaux argileux plus de 70 % de l'espace poral est conservé après l'échange par de l'acétone.

IV. — CONCLUSIONS.

Sur le plan pratique, il n'y a pas de difficulté particulière à utiliser cette technique d'échange tant par les matériels qu'elle nécessite, qui sont simples et peu coûteux, que par sa mise en œuvre qui permet :

- Une réduction importante des manipulations vis-à-vis de celles exigées par les méthodes nécessitant différents bains d'échange, et, ceci d'autant plus, que les échantillons à traiter sont volumineux et fragiles ;
- De transférer de grandes quantités d'eau avec un volume minimal de solvant.

Un autre avantage de cette technique, c'est que la déshydratation s'effectue en circuit fermé, sans émanations, ce qui limite les risques attachés à l'utilisation de l'acétone.

Du point de vue de son domaine d'application, cette technique paraît répondre en grande partie aux problèmes de la conservation de grands échantillons de sol prélevés « in situ » en vue de la caractérisation de leur espace poral d'origine structurale à un état hydrique donné.

Il est clair cependant qu'un retrait se manifestera toujours ; il sera d'autant plus important que les matériaux étudiés seront riches en smectites et proches de la saturation en eau au début de l'échange par l'acétone.

On a vu par ailleurs que la technique de prélèvement choisie imposait un taux d'humidité du sol relativement important. Indépendamment du fait que d'autres modes de prélèvement peuvent être utilisés pour dégager des matériaux à des taux de saturation plus faibles, il est possible de porter des échantillons initialement saturés en eau à différents équilibres de potentiel avant de réaliser l'échange par l'acétone.

Les résultats obtenus sur les échantillons Barre prélevés alors que le matériau était au voisinage de p_f 2,7 permettent de bien augurer de l'application de la technique d'échange aux sols à différents états hydriques.

Enfin, après l'imprégnation des échantillons traités à l'acétone par une résine, quelques essais ont montré qu'il est possible de disposer d'images de l'espace poral structural en particulier sur sections polies. Ceci permet d'envisager le traitement de ces images par les méthodes d'analyse de morphologie mathématique.

SUMMARY

TECHNIQUE OF DEHYDRATION BY AN EXCHANGE WATER-ACETON

In order to characterize the soil structure in wet states, a water-aceton exchange technique, in vapor phase, was used on large samples (about 1.300 cm³).

Those samples, with clay contents, ranging from 27 to 51 % were more than 70 % water saturated in the initial state.

The removal of water was checked by repeated measurement of the density of the water-aceton solution accumulated during the exchange.

After 1 or 2 monthes, the water remaining in the samples was less than 4 %.

The effect of exchange on pore space was evaluated by bulk density measurements.

In all cases, the exchange had produced some shrinkage. Comparing to direct air drying water-aceton exchange had preserved 80 or 70 % of the total pore space, according to samples composition.

Références bibliographiques

- FITZPATRICK E.A., GUDMUNSSON T. (1977). — Note. The impregnation of wet peat for the production of thin sections. *Dept. Soil Science, Univers. Aberdeen, Holl.*
- GREENE-KELLY R. (1973). — The preparation of clay soils for determination of structure. *J. Soil Science*, **24**, 277-283.
- LAWRENCE G.P., PAYNE D., GREENLAND J. (1979). — Pore distribution in critical point and freeze dried aggregates from clay subsoils. *Journal of Soil Science*, **30**, 499-516.
- MEDIEMA R., PAPE Th., WAAL G.J. (1974). — A method to impregnate wet soils samples producing high quality thin sections. *Neth. J. Agr. Sc.*, **22**, 37-39.
- FIES J.-C., STENGEL P. (1981). Densité texturale de sols naturels. I. - Méthode de mesure. *Agronomie*, **1** (0), 651-658.
- MURRAY R.S., QUIRK J.P. (1980). — Clay-water interactions and the mechanism of soil swelling. *Colloids and surfaces*, **1**, 17-32.
- STENGEL P. (1979). — Utilisation de l'analyse des systèmes de porosité pour la caractérisation de l'état physique du sol in situ. *Ann. Agron.*, **30** (1) 27-51.
- TESSIER D., BERRIER J. (1979). — Utilisation de la microscopie électronique à balayage dans l'étude des sols. *Science du Sol, Bulletin de l'A.F.E.S. n° 1*, p. 67 à 82.
-