

UTILISATION DE LA METHODE DES MINERAUX TESTS POUR LA CONNAISSANCE DU FONCTIONNEMENT ACTUEL DES SOLS FORESTIERS

J. RANGER ¹, M. ROBERT ², J. BERTHELIN ³ et C. NYS ¹

RESUME

Cet article (4) effectue un bilan des résultats obtenus depuis 1976 par la méthode des « minéraux tests » (caractérisation de l'évolution de minéraux connus introduits dans les sols). L'utilisation de tectosilicates ne permet pas d'obtenir des figures de dissolution caractéristiques du type de milieu. Par contre, les phyllosilicates, surtout s'ils sont trioctaédriques, conduisent à des évolutions chimiques et minéralogiques, en des temps relativement courts, qui peuvent être caractérisées.

Le minéral le plus intéressant est la vermiculite, dans la mesure où, en plus d'une évolution géochimique au sein du feuillet, il est possible de caractériser une évolution de la couche interfoliaire qui constitue une véritable interface avec le milieu d'agression.

Le traitement statistique des données permet de séparer l'effet des différents paramètres du fonctionnement actuel du sol : effet des types de sol, des horizons et même des espèces forestières, même si ce dernier est le plus difficile à mettre en évidence.

En milieu acide, une différenciation nette est obtenue concernant l'intervention de mécanismes d'acidification ou de complexation.

INTRODUCTION

La méthode dite des minéraux tests consiste à introduire des minéraux de référence dans les sols et à caractériser leur évolution au cours du temps. Expérimentée en France depuis 1976, elle a été, à ses débuts, utilisée pour suivre l'altération de différents minéraux dans les conditions du milieu naturel (SADIO, 1982 ; BERTHELIN *et al.*, 1983). Les résultats obtenus ont alors permis de choisir, pour les essais ultérieurs, un minéral particulièrement réactif et d'orienter l'expérimentation vers une caractérisation du fonctionnement actuel des sols et des relations sols-plantes (RANGER et ROBERT, 1985). Nous allons plus particulièrement appliquer cette méthode pour la connaissance du fonctionnement des sols forestiers.

I. PRESENTATION DE LA METHODE ET DES MINERAUX UTILISES

Les minéraux utilisés au cours des expériences (tableau I) diffèrent à la fois par leur structure (tectosilicates, phyllosilicates...) et leur composition. Après lavage et

- 1) Station de recherches sur le sol, la microbiologie et la nutrition des arbres forestiers. Centre de recherches forestières de Nancy, Champenoux, 52280 Seichamps.
- 2) Station de Science du Sol, INRA, route de Saint-Cyr, 78000 Versailles.
- 3) Centre de Pédologie biologique, CNRS, Vandœuvre-les-Nancy.
- 4) Ce travail a été effectué dans le cadre du projet PIREN : Conséquences de la monoculture des résineux et altérations possibles.

broyage, ils sont séparés à une taille homogène < 2 µm pour les argiles et 50 à 100 µm ou 100 à 200 µm pour les autres minéraux.

Tableau I : Différents minéraux utilisés au cours des expérimentations.

Minerals used in the experiments.

Tectosilicates (50 - 100 µ)	feldspath K (microcline) plagioclase (labrador)
Phyllosilicates	— de taille argileuse (< 2 µ) trioctaédrique = corrensite dioctaédrique = illite
	— macrophyllites (50 - 100 µ) parabiotite (100 - 200 µ) phlogopite
	*vermiculite Kenya (vermiculite + interstratifié 10/14) CEC = 31 méq/100 g ou 310 méq Kg ⁻¹
	*vermiculite Santa Olalla CEC > 160 méq/100 g ou 1 600 méq Kg ⁻¹
* Ces minéraux ont été saturés par Ba, Ca ou Mg.	

Tableau II : Quelques caractéristiques générales des stations expérimentales.

Some general characteristics for experimental sites.

Localisation	Climat général Temp. moy. annuelle Pluvio. mm		Altitude	R.M.	Type	Humus	Soi pH (H ₂ O)	Taux d'argile	Essences comparées	Référence
Ardennes primaires Forêt de Château Regnault	8 °C	1 100	390 m	Altérite limonneuse de schistes Revimens	Brun acide	Mull acide à Moder	4,0	13 %	Chêne, Hêtre Epicea	Nys (1981b)
Normandie Basse Forêt d'Eu	10 °C	1 100	200 m	Limons éolien sur argile à silex	Brun acide	Mull acide à Moder	4,0 à 4,5	20 %	Epicea, Douglas, Mélèze, Hêtre	Nys (1981a)
Massif Central Plateau de Millevaches Peyrelevalde	8 °C	1 400	950 m	Arène de granite à 2 micas	Podzol humi- fère	Moder à Mor	4,0	10 %	Epicea, Lande à Callune	Nys (1977)
Bassin parisien Cires-lès-Mello	10 °C	600	100 m	Sables de Beau- champ (quartzo- feldspaths) Bartonien	Podzol	Mor	4,0	5 %	Mélange résineux (Pin sylv. Epicea) Mélange feuillu (Hêtre, Chêne)	Nys (1981a)

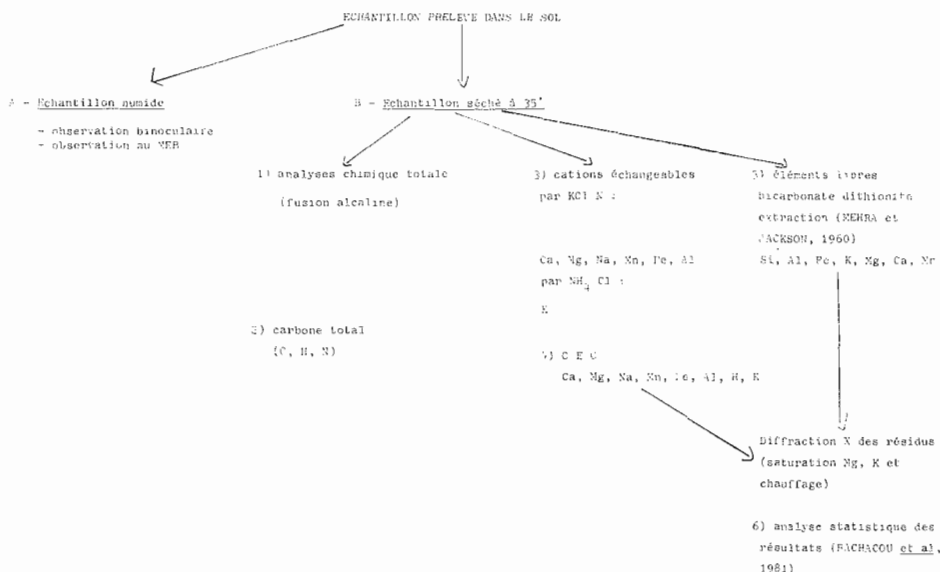
Les sachets sont placés au sein des horizons à partir d'une fosse. On évite au maximum les perturbations en glissant les sachets latéralement à partir de la fosse.

Dans les dernières expériences effectuées, les sachets ont été disposés à des profondeurs déterminées (litière, — 5 cm, — 15 cm, — 40 cm) qui correspondent approximativement aux horizons A0, A11, A12 et B.

Pour tester l'influence de différentes essences forestières sur le sol, les minéraux ont été installés dans plusieurs stations expérimentales (tableau II). On a effectué

des répétitions dans l'espace et dans le temps (prélèvement à 1 an et demi, 3 ans et demi ou plus). Lorsque les échantillons sont retirés des profils, on procède en général à une série de caractérisations morphologiques (binoculaire, M.E.B.), minéralogiques (diffraction des rayons X), ou chimiques, analyse totale, CEC par traitement KCl N + NH_4Cl N éléments libres par traitement CBD (citrate bicarbonate dithionide, test de MEHRA et JACKSON, 1960). Une caractérisation plus complète a été effectuée sur les minéraux de type vermiculite (tableau III).

Tableau III : Protocole utilisé pour la caractérisation des échantillons de vermiculite.
Experimental design used for the characterization of vermiculite samples.



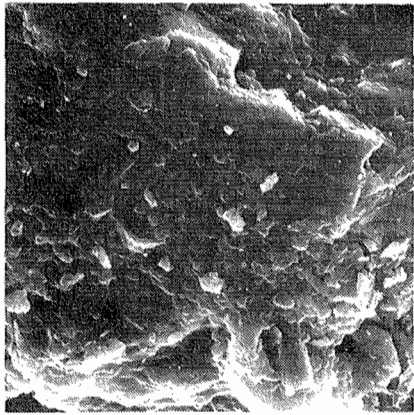
Les dernières expérimentations ayant exigé le dépouillement de nombreux échantillons (plusieurs dizaines), des traitements statistiques ont été nécessaires afin de relier les types d'évolution aux différents facteurs du milieu (site ou milieu bioclimatique, horizon, espèce, temps d'évolution).

II. RESULTATS

A) Apports des expérimentations préliminaires avec différents minéraux

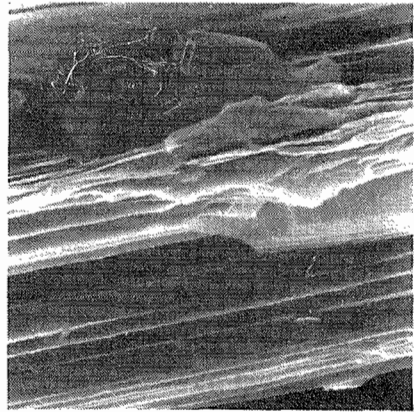
En ce qui concerne les tectosilicates, les expériences se poursuivent encore et nous ne présenterons que les premiers résultats avec plagioclase (planche 1).

— Une caractérisation microscopique montre que des figures de dissolution apparaissent, en ce qui rejoint les observations de BERNER *et al.*, 1979. Mais, pour l'instant, aucune figure spécifique d'un certain type de milieu n'a pu être mise en évidence, ceci contrairement à ce que l'on obtient avec la calcite (BERRIER *et al.*, 1985). Il faut noter que pour les tectosilicates, il existe déjà une grande variabilité des minéraux purs. Il serait donc nécessaire d'observer des monocristaux définis avant et après expérience et d'effectuer, d'une part des observations sur les surfaces externes au M.E.B., d'autre part des coupes minces ou ultra-minces pour observer les cortex d'altération à différentes échelles (M.E.B. + électrons rétrodiffusés ou M.E.T.).



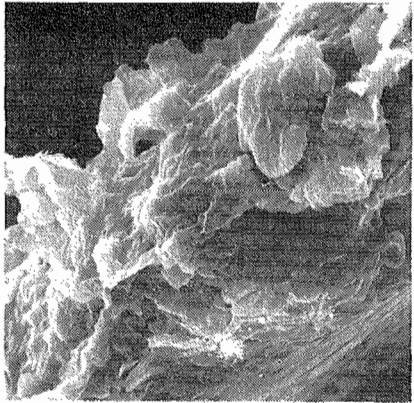
1

5,5 μm



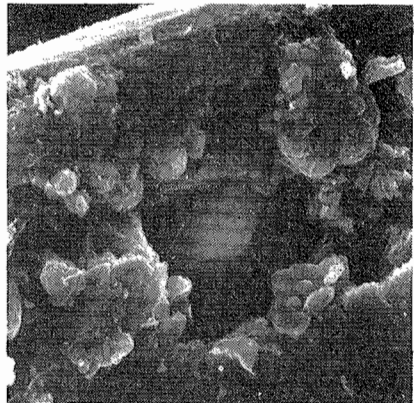
2

8,3 μm



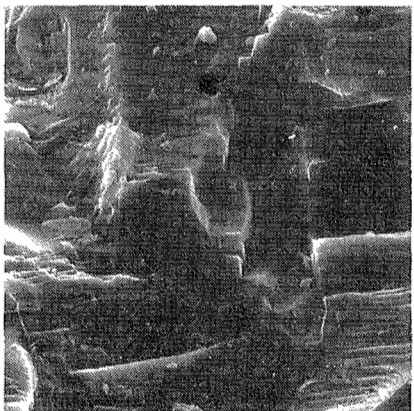
3

8,3 μm



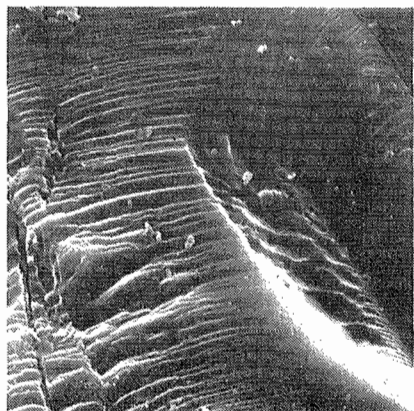
4

4,3 μm



5

8,3 μm



6

4,6 μm

— Un bilan pondéral montre cependant une certaine évolution (perte de 8 % maximum) par rapport à un quartz de référence (tableau IV), et l'analyse chimique totale montre une perte importante en Ca qui traduirait donc une certaine incongruence de la dissolution (BLET-CHARAUDEAU, 1984). Une certaine liaison entre le type d'horizon et l'évolution obtenue pourrait déjà être mise en évidence.

Tableau IV : Valeurs moyennes du rapport — Poids Labrador — (poids corrigés conformément aux termes du calcul du bilan pondéral le rapport initial est de 3).
Mean values of the labrador weight ; quartz weight ratio ; initial ratio : 3.

	Litière	A ₁₁	A ₁₂	B
Feuillus	2,827	2,931	2,930	2,943
Résineux	2,923	2,950	2,969	2,962
Témoin	3	3	3	3

Si l'on considère les phyllosilicates de taille argileuse, on peut constater au bout de quatre ans une certaine évolution au niveau de l'analyse chimique totale (tableau V) avec des pertes en fer et magnésium. Cette évolution est plus forte pour les minéraux trioctaédriques.

Tableau V : Evolution des quantités totales d'éléments chimiques de quelques minéraux : gains ou pertes calculés par rapport au témoin non aléré pour des minéraux di ou trioctaédriques placés en situations comparables (résultats en %).

Total chemical analysis of the minerals (di and trioctahedral) loss and gain are calculated relatively to the reference mineral.

			Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	MgO	K ₂ O
MACROMICAS	Parabiotite (trioctaédrique)	Humus de pessière	— 9	— 32	— 10	— 35
	Mica-vermiculite (dioctaédrique)	Humus de podzol	— 2	— 3	— 4	— 5
ARGILES	Corrensite (trioctaédrique)	Humus de pessière	+ 5	— 4	— 31	+ 8
	Illite (dioctaédrique)	Humus de podzol	0	— 13	— 17	— 4

PLANCHE 1

Observation des minéraux au microscope électronique à balayage (Jeol 35 M)

Observation of minerals with S.E.M. (Jeol 35 M)

1) Vermiculite témoin

Reference vermiculite

2 et 3) Vermiculite évoluée dans les sols : microdivision et revêtement organique

Vermiculite evolution of the soils : microdivision and organic matter precipitation

4) Vermiculite avec précipité de sulfate de baryum et de matière organique

Vermiculite with BaSO₄ and organic matter precipitation

5 et 6) Figures de dissolution du plagioclase

Dissolution features on plagioclase

Avec les parabiotes, les phénomènes physiques de microdivision sont importants (figure 1) et il est déjà possible de détecter des variations dans la capacité d'échange (augmentation de 3 à 12 méq) et le taux de saturation (apparition d'aluminium et de protons échangeables (fig. 2)). Ces évolutions chimiques s'accompagnent de changements décelables au niveau de l'évolution minéralogique telle qu'on peut la caractériser par diffraction des rayons X (BERTHELIN *et al.*, 1983).

Les évolutions chimiques et minéralogiques obtenues dans toutes ces expériences se révèlent déjà intéressantes (BERTHELIN *et al.*, 1983), mais leur amplitude n'est pas suffisante pour espérer caractériser en un laps de temps court des variations fines du milieu physico-chimique. Il apparaît en particulier que les phénomènes de simple dissolution (tectosilicates...) ne conduisent pas, dans nos études actuelles, à des critères spécifiques.

Ceci nous a amené à choisir des minéraux de type vermiculite à forte capacité d'échange où, en plus d'une évolution géochimique au sein du feuillet, il est possible de caractériser une évolution de la couche interfoliaire.

B) Utilisation de la vermiculite

On a utilisé (tableau I) la vermiculite du Kenya, qui est la plus couramment commercialisée en France. Il s'agit en fait, comme dans la majorité des cas pour ces vermiculites commerciales, d'un minéral complexe dont le comportement global indique que l'on a affaire à l'association de trois types de feuillets : des feuillets de type mica, des feuillets de type chlorite et des feuillets de type vermiculite. On est en présence de séquences monominérales — *mica* et *vermiculite* — et de séquences interstratifiées régulières de *mica-chlorite*. La valeur de la capacité d'échange du matériau (31 méq pour 100 g) indique que la vermiculite n'est pas majoritaire dans ce minéral. Ce premier inconvénient s'est révélé largement compensé par l'existence au sein d'une même particule (de taille sableuse 50 à 100 μm) de 3 minéraux qui constituent de véritables références « internes » pour la diffraction des rayons X, rendant ainsi possible la caractérisation d'une évolution relative des constituants.

1. Caractérisation globale de l'évolution

Les études microscopiques permettent de mettre en évidence, après séjour dans le sol, une certaine microdivision du minéral (planche 1), ce qui confirme les résultats obtenus sur biotite et la présence de dépôts organiques ou minéraux (Fe - Mn). Dans le cas des argiles saturées par du baryum, il est de plus possible de détecter autour des cristaux des précipités de sulfate de baryum qui se produisent après la sortie de l'élément de la couche interfoliaire.

Les analyses chimiques totales (tableau VI) permettent de détecter des différences significatives entre la litière et les horizons organo-minéraux : diminution d' Al_2O_3 et augmentation du MnO dans la litière et augmentation de Al_2O_3 avec la profondeur. Le calcium se maintient dans la litière et décroît avec la profondeur. On obtient au niveau de ces éléments une différenciation du site, c'est-à-dire entre les sols bruns et les podzols. Une liaison préférentielle avec le type d'horizon se retrouve en ce qui concerne l'évolution du taux de carbone dans les échantillons.

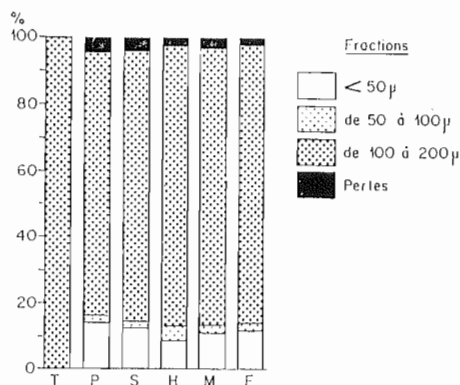
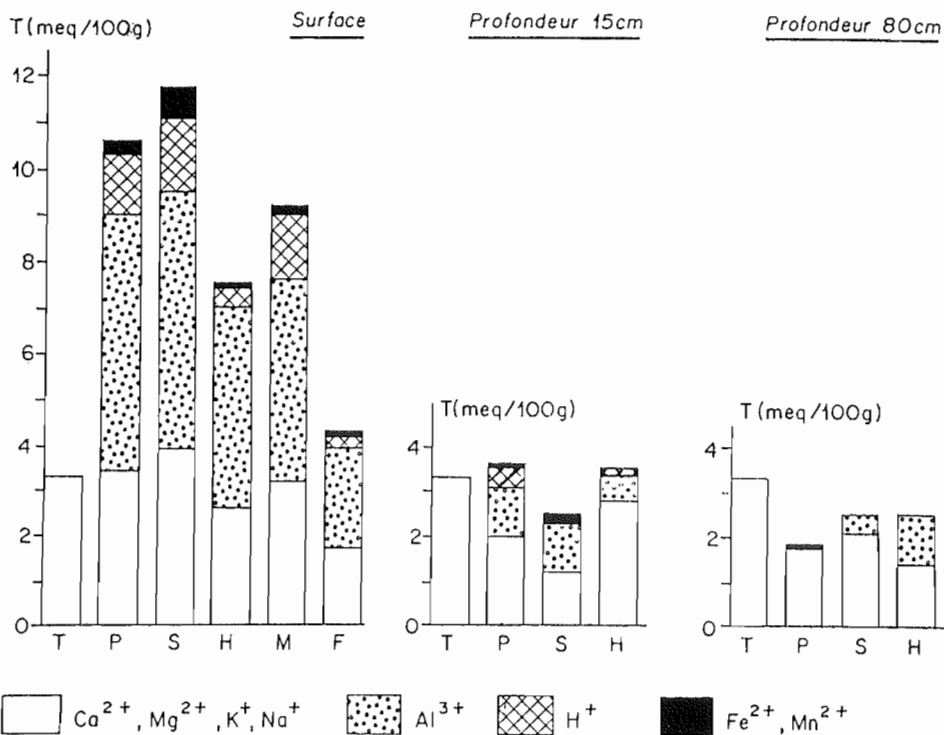


Figure 1 : Bilan pondéral et granulométrique pour les parabiotes (SADIO, 1982)

T = témoin 100 à 200 μ ;
 P = pessière ; S = sapinière ;
 H = hêtraie ; M = myrtille ;
 F = fétuque.

Weight loss and particle size evolution in the case of parabiotes (SADIO, 1982)

T = reference 100 - 200 μ ;
 P = spruce ; S = Fir ;
 H = beech ; M = bilberry ;
 F = Fescue.



T = témoin ; P = Pessière ; S = Sapinière ; H = Hêtraie ;
 M = Myrtille ; F = Fétuque.

Figure 2 : Capacité d'échange de la parabiote et composition du complexe après évolution dans différentes conditions (SADIO, 1982)

T = témoin ; P = pessière ; S = sapinière ; H = hêtraie ; M = myrtille ;
 F = fétuque.

Cation exchangeable capacity and base saturation of parabiote after evolution under various conditions.

2. Caractérisation de l'évolution de la couche interfoliaire

Les résultats concernant la capacité d'échange (fig. 3) sont particulièrement nets. On observe une augmentation dans les horizons de surface (30 → 45 méq), une diminution dans les horizons profonds (jusqu'à 12 méq). Ceci évidemment si on ne tient pas compte pour l'instant de l'aluminium non échangeable extrait par traitement CBD. Le podzol de Cires-lès-Mello montre les valeurs les plus élevées, et à l'intérieur d'une même station, l'épicéa donne les valeurs les plus faibles. La valeur globale de la CEC est donc un paramètre synthétique important qui est en relation directe avec l'évolution minéralogique et qui caractérise bien le fonctionnement du sol.

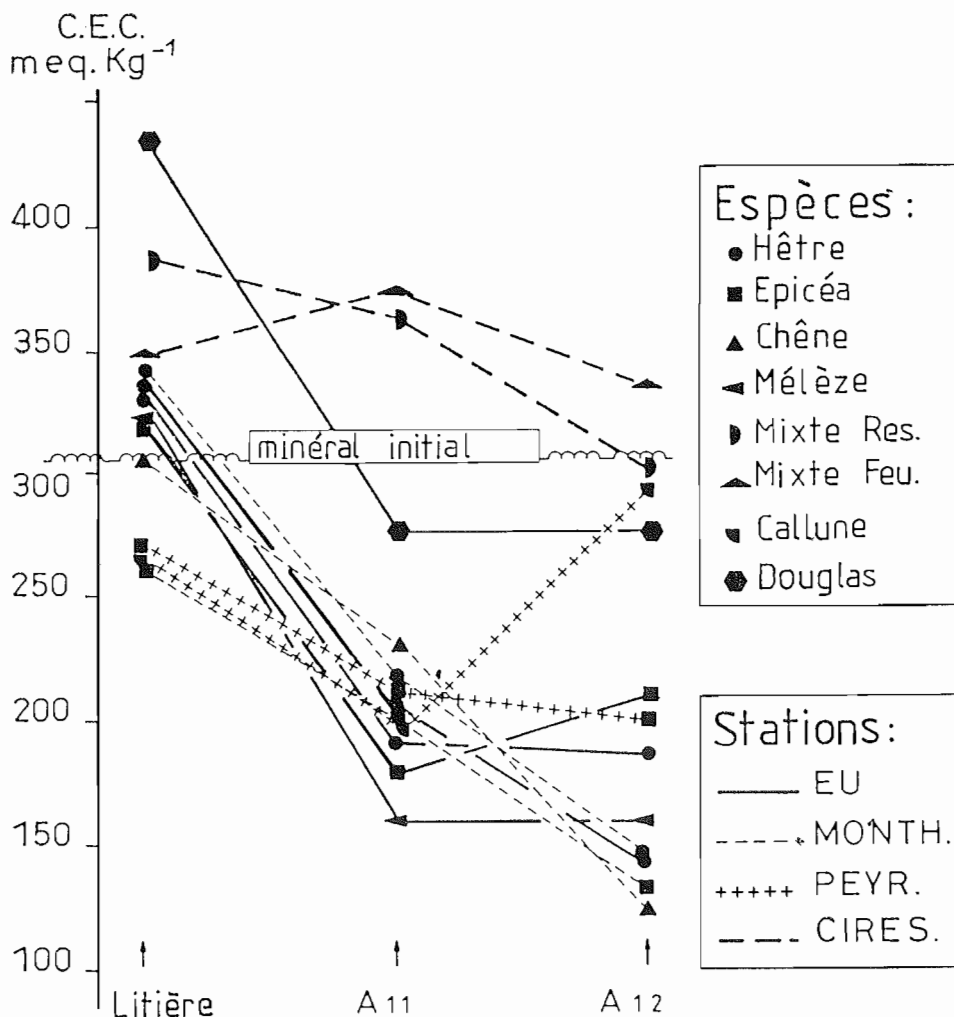


Figure 3 : Variation de la capacité d'échange globale de la vermiculite Kenya au cours de différentes expérimentations.

Variation of cation exchange capacity of Kenya vermiculite in different experiments

Caption of species (from top to bottom) : Beech, Spruce, Oak, Larch coniferous mixte, Broad leaf mixte, heath and Douglas Fir.

La connaissance des éléments échangeables (par traitement KCl, N) présent dans la couche interfoliaire va permettre de préciser les mécanismes intervenant dans le fonctionnement de deux sites très différents (podzol de Cires-lès-Mello — sol brun acide des Ardennes). Dans l'expérience présentée, la vermiculite était saturée par Mg^{2+} et l'expérience a duré trois ans et demi (fig. 4).

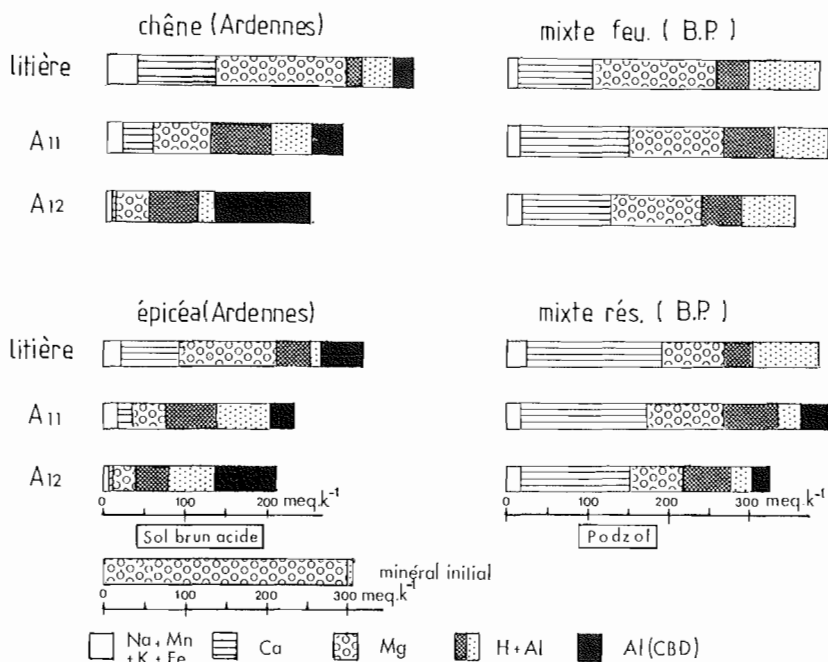


Figure 4 : Variation des éléments échangeables sur le complexe d'échange de la vermiculite Kenya saturée Mg ; durée : 3 ans et demi; sites choisis : Ardennes et Bassin Parisien, Cires-lès-Mello, avec différentes espèces forestières.

Variation of exchangeable cations of Kenya vermiculite initially Mg saturated, 3 years 1/2; different sites : Ardennes and Cires-lès-Mello with different tree species.

On peut voir que le premier phénomène est une désaturation importante, en relation avec l'acidité du milieu, qui se traduit par le remplacement de Mg^{2+} par Al^{3+} et H^{+} . D'une manière concomitante, on constate la présence de Ca^{2+} et Mn^{2+} issus du cycle biologique dans l'horizon de surface du sol brun acide et dans tous les horizons du podzol. La corrélation est significativement négative entre Mg et Al , et ceci nous servira de base pour une interprétation au niveau des mécanismes; elle est positive entre Ca et Mg . Le calcium est un important critère de la richesse du milieu et de l'aptitude des espèces à le recycler : ainsi, hêtre et douglas s'opposent au groupe mélèze-épicéa.

L'analyse discriminante (fig. 5) basée sur ces éléments pour le facteur synthétique station-espèce permet de distinguer les quatre stations et de regrouper les effets des espèces au sein de chaque station.

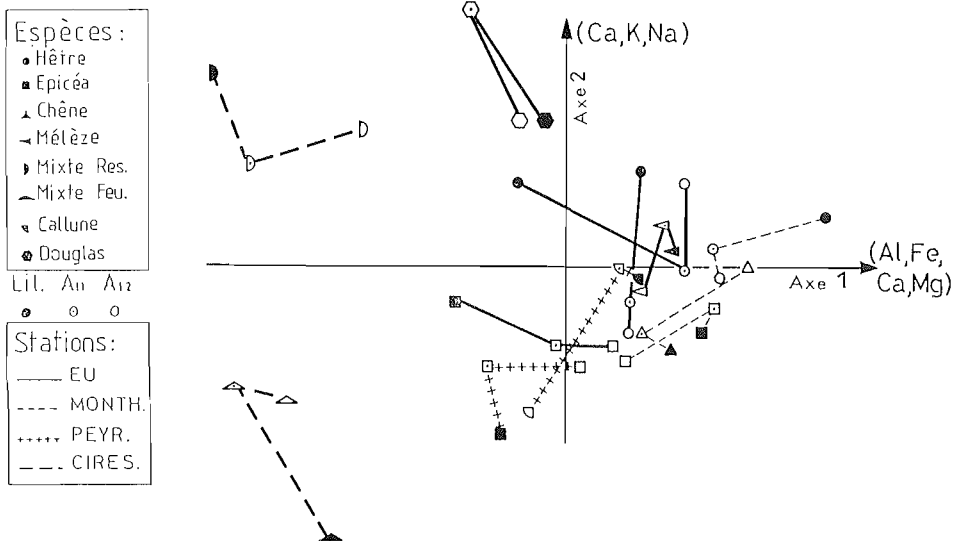


Figure 5 : Analyse factorielle discriminante basée sur les éléments échangeables (variables) pour le facteur synthétique station - espèce.
Multiple discriminant analysis using exchangeable cations (variables) for synthetic factor sites - species.

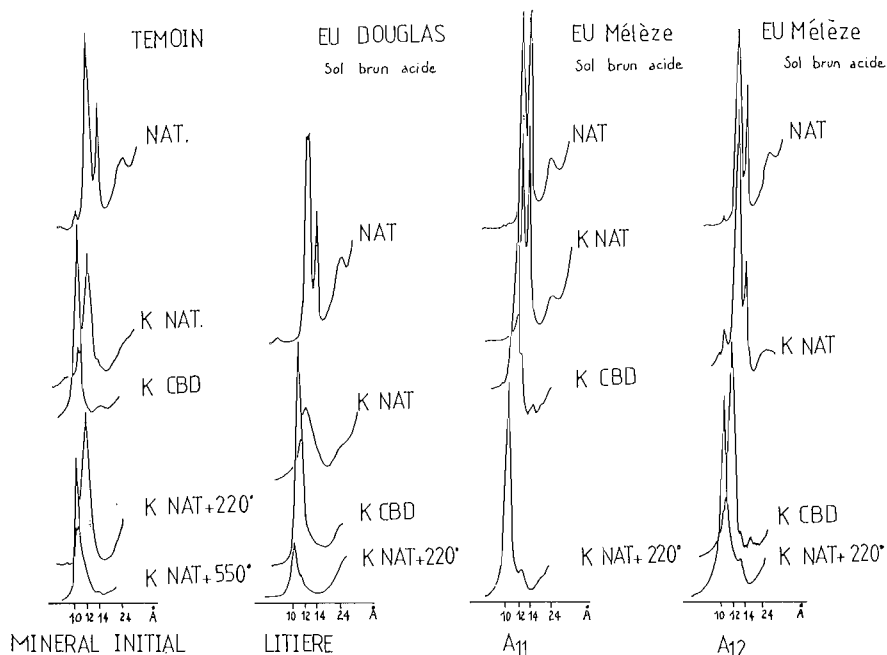


Figure 6 : Evolution minéralogique de la vermiculite Kenya : spectre de diffraction des rayons X du minéral initial et du minéral après évolution dans différents horizons (site d'Eu).

Mineralogic evolution of Kenya vermiculite. X-ray diffraction diagrams of reference mineral and mineral after evolution in different soil horizons (site d'Eu).

Différents cations ont été utilisés pour saturer la vermiculite avant son introduction dans les sols et tous les résultats obtenus convergent. Néanmoins, la saturation par Ca complique l'interprétation, la saturation baryum complique les protocoles d'analyse à cause de la précipitation de BaSO_4 .

Les résultats de l'évolution minéralogique telle qu'elle peut être caractérisée par diffraction des rayons X s'inscrivent très logiquement par rapport à ce que nous avons vu précédemment. Sur la figure 6 ne sont présentés que les résultats concernant la position des premiers pics de diffraction 001 obtenus avec la vermiculite du Kenya, avant et après traitement KCl (pour déterminer les éléments échangeables). L'interprétation repose sur le fait que dans ces conditions le pic à 14 Å d'une « vermiculite » revient vers 10 Å avec fermeture de la couche interfoliaire, ce qui n'est pas le cas d'une chlorite ou d'une vermiculite hydroxyalumineuse.

Malgré la complexité du minéral de départ, il est possible de caractériser assez nettement les principales évolutions obtenues dans les différentes expériences.

La partie mica-chlorite (1 Å) de l'interstratifié est instable : elle évolue, soit vers la vermiculite dans les litières (et le podzol), soit vers une vermiculite hydroxyalumineuse dans les horizons A_{11} et A_{12} des sols bruns acides (fig. 7).

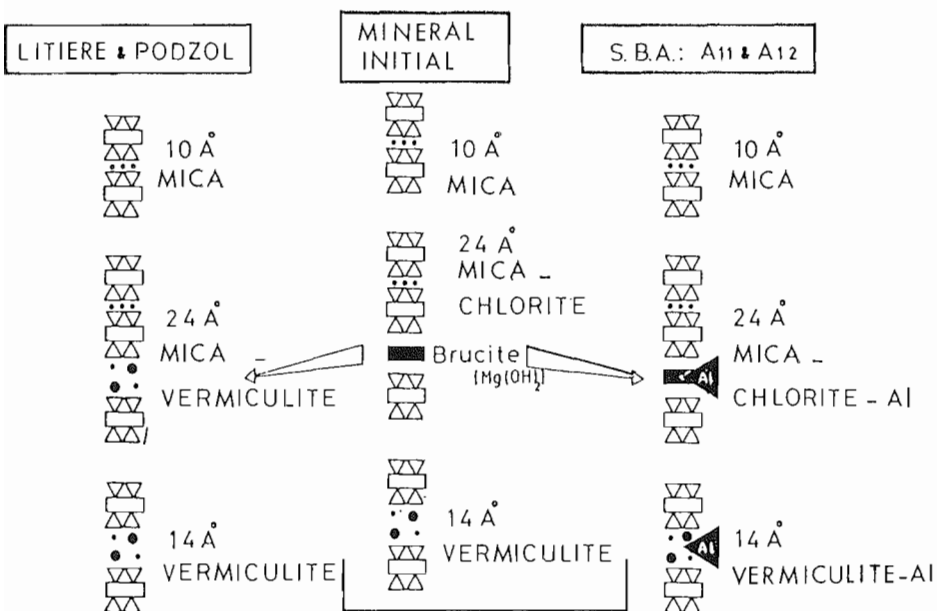


Figure 7 : Schéma montrant les différents types d'évolution des constituants de la vermiculite Kenya en fonction du type de sol ou d'horizon.

Diagrammatic representation of the evolution of the Kenya vermiculite in relation to type of soil and horizon.

La partie vermiculite (pic à 14 Å) évolue de manière parallèle et la persistance d'un pic important à 14 Å après traitement KCl montre l'évolution avec blocage des feuillets dans les horizons A_{11} et A_{12} .

Les éléments extraits par traitement CBD [MEHRA et JACKSON], reportés en noir sur la figure 4, permettent de préciser que chaque fois qu'il y a blocage des feuillets à 14 Å ou à 12 Å, il s'agit de l'accumulation d'aluminium non échangeable.

A l'aide de ces résultats, on peut préciser les relations statistiques existant entre CEC et l'aluminium non échangeable : il y a une relation négative globale avec augmentation de la CEC dans les podzols et les litières qui va de pair avec une diminution de l'aluminium non échangeable. Au contraire, dans les sols bruns acides (A_{11} , A_{12}), il y a augmentation de l'aluminium non échangeable. D'autres résultats permettent de préciser d'autre part que Al^{3+} échangeable et Al non échangeable ne sont pas fortement liés statistiquement.

Les expériences réalisées, pourtant relativement courtes mais toujours dans des sols acides (pH 2,5), ont donc permis d'obtenir des vermiculites ayant un comportement de vermiculite hydroxyalumineuse ; ceci est un résultat important sur le plan de la connaissance des évolutions minéralogiques dans les sols. On peut montrer que l'évolution vermiculite \rightarrow vermiculite hydroxyalumineuse est progressive au cours du temps. Il est de plus possible de préciser, grâce à des expériences complémentaires utilisant des résines échangeuses d'ions placées dans les mêmes conditions que les vermiculites, que l'exoaluminisation, c'est-à-dire l'apport d'aluminium externe (HETIER et TARDY, 1969) joue un rôle non égligeable dans les transformations.

3. Interprétation des résultats

L'interprétation des résultats obtenus peut être faite en se fiant à une série de références expérimentales sur l'évolution des micas et vermiculites (ROBERT, 1970 ; RAZZAGHE, 1976 ; ROBERT *et al.*, 1979 ; BERTHELIN, 1976). Il est possible de distinguer en milieu acide, et à un pH inférieur au pK_A de l'aluminium, deux systèmes impliquant des mécanismes différents. Le premier où domine l'acidité conduit à une accumulation d'aluminium (échangeable et hydroxylé) dans la couche interfoliaire, cet élément provenant, soit de la dissolution de la couche octaédrique du minéral (endoaluminisation), soit de la solution où il se trouve alors sous une forme faiblement complexée (exoaluminisation).

Lorsque des agents complexants vis-à-vis de l'aluminium ($pK_C > 5$) sont présents, ce dernier, entraîné en solution, ne peut s'accumuler entre les feuillets et on ne trouve alors sur le complexe d'échange que des cations divalents (Mg, Ca), ou monovalents, ou éventuellement des ions H^+ et Al^{3+} échangeables.

Expérimentalement, les deux systèmes conduisent à des évolutions minéralogiques différentes : formation de vermiculite hydroxyalumineuse, ou au contraire instabilité de ces minéraux. On ne peut qu'être frappé par le fait que la vermiculite introduite dans les sols a révélé deux types d'évolution très différents sur le plan chimique et minéralogique, et nous avons, par référence aux données expérimentales, impliqué deux mécanismes différents :

- complexation dans les litières et les horizons de podzol ;
- acidité dans les horizons A_{11} et A_{12} des sols bruns.

C) Discrimination des différents facteurs de l'environnement par utilisation de méthodes statistiques

En utilisant les méthodes statistiques (BACHACOU *et al.*, 1971), il est possible de préciser les données apportées par la caractérisation de l'évolution de la vermiculite et d'en tirer des éléments sur les conditions d'utilisation de la méthode des minéraux tests (fig. 8).

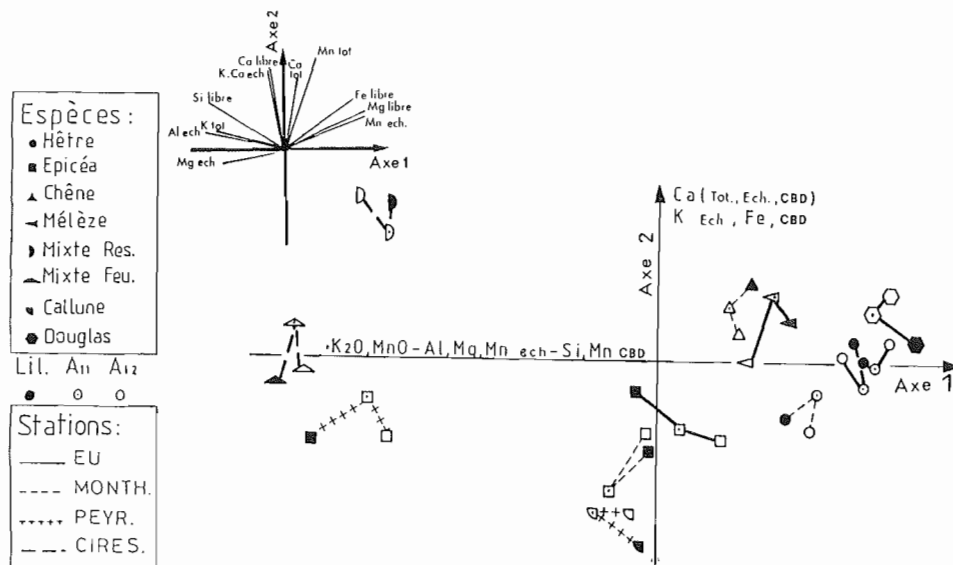


Figure 8 : Analyse factorielle discriminante basée sur les variables éléments totaux, libres et échangeables pour le facteur synthétique station-espèce.

Multiple discriminant analysis using sites and species of total, exchangeable and free elements.

1. Effets de l'horizon dans lequel le minéral a été introduit

C'est l'effet le plus net qui ressort en premier au traitement de données. Dans chaque profil l'opposition litière - horizons organo-minéraux est importante. Le tableau VI montre que de nombreux éléments sont concernés de façon significative (test F), des

Tableau VI : Effet horizon moyen dans l'expérience utilisant la vermiculite Kenya saturée Mg (Analyses chimiques après 3 ans et demi de contact).

Effect of « mean horizon » in the experiment with Mg vermiculite (3.5 years).

Eléments totaux	Minéral initial	Litière	A ₁₁	A ₁₂	Test F
%					
Al ₂ O ₃	10,80	10,5	11,6	11,3	24,7**
CaO	0,41	0,4	0,2	0,2	7,5**
K ₂ O	5,76	5,0	4,3	4,8	4,1*
MnO	0,03	0,14	0,06	0,06	7,0**
Carbone	0,23	0,43	0,20	0,13	28,5**
Eléments libres (CBD)					
%					
Al	0	0,50	0,71	0,78	8,2**
Si	0,3	1,20	0,76	0,44	7,7**
Mg	9,3	4,63	1,98	3,19	9,5**
Ca	1,6	3,90	1,71	1,60	9,5**
Eléments échangeables					
Ca		11,2	5,2	4,3	7,5**
Mg		11,8	4,5	6,2	15,3**
Mn		1,4	0,4	0,2	9,9**
H		3,9	7,1	5,3	12,8**
Acidité d'ed.		6,9	12,0	9,1	14,6**
S		25,8	11,4	11,9	16,7**
CEC		32,8	23,5	21,0	11,0**

liaisons statistiques relèvent la variation des éléments chimiques avec la profondeur du sol : c'est le cas des éléments échangeables Ca, Mg, Mn, CEC totale, des éléments libres Ca, Mg, Si, Al et même parfois des éléments totaux Al, Ca, Mn et carbone, même s'il existe une redondance certaine entre ces résultats.

Dans toutes les expériences réalisées, cet effet est constant, avec en particulier l'amortissement notable de l'évolution du minéral avec la profondeur. Le milieu minéral du sol (horizon B) est effectivement moins agressif que la partie organique du profil, cependant, un effet différentiel du facteur temps pourrait intervenir.

2. Effets station et espèce

En raison du dispositif fortement déséquilibré et le peu de sites pris en compte dans cette première expérience, les effets individuels des facteurs station et espèce n'ont pas pu être séparés. Le facteur synthétique Station + Espèce est introduit en analyse de variance, puis en Analyse Factorielle Discriminante (AFD) après élimination de l'effet du facteur horizon précédemment décrit. La figure 8 donne le résultat de cette analyse avec un diagramme des variables concernées.

Les deux axes permettent une discrimination importante des types de sols ; la relation de proximité indique une déstabilisation décroissante du minéral (mais non linéaire) du podzol aux sols bruns (lessivé et acide) ; le sol podzolique humifère ayant une position intermédiaire. Les variables concernées sont nombreuses ; elles caractérisent bien les processus décrits, de désaturation acide en sol brun opposée au maintien des cations peu complexables dans le podzol (Mg^{++} et Al_3 ech. < 0 sur l'axe 1), de déstabilisation du minéral (Si CBD et perte au feu < 0 mais Mg CBD > 0 sur l'axe 1). La discrimination liée à l'aluminium de l'espace interfoliaire apparaît sur l'axe 3 également significatif.

L'effet espèce est moins important, mais à partir des relations de proximité des diverses essences présentes dans une même station, on peut remarquer quelques tendances intéressantes.

1. Les positions relatives des mêmes espèces présentes dans les mêmes stations sont semblables (c'est essentiellement valable pour le hêtre et l'épicéa).
2. L'écart épicéa-autres espèces de la même station est le plus important.
3. L'écart épicéa-espèce climacique est fortement lié à la station (il est maximum dans le cas du sol podzolique humifère et minimum dans le cas du sol brun). La mesure de cet écart pourrait fournir, dans une expérimentation complète, un test de vulnérabilité de la station à l'introduction d'une espèce exotique.

3. Effet durée du contact dans les sols

La dynamique d'évolution du minéral test a été étudiée après un an et demi et trois ans et demi de contact dans les sols. Les résultats montrent que le processus d'évolution suit les mêmes lois, mais que l'amplitude augmente avec le temps. Une différentielle notable reliée à un facteur (horizon, type de sol ou espèce) peut apparaître en fonction du temps de contact. Pour prendre un exemple, on remarque que la CEC du minéral a peu évolué entre un an et demi et trois ans et demi de contact dans le podzol, alors qu'elle a fortement diminué dans les sols bruns en liaison avec l'hydroxylation de l'Al interfoliaire dans ces sols.

L'Analyse Factorielle Discriminante appliquée aux variables comparables en prenant les facteurs Station + Espèce et Temps montre (fig. 5) que l'évolution initiale du minéral consiste en un équilibrage avec le type de station, alors que l'effet des essences est plus lent. Ce dernier apparaît plus clairement après trois ans et demi, ce qui se traduit graphiquement par l'éclatement de l'effet station.

Ces résultats montrent qu'un temps de contact minimum (ici de trois ans pour le phyllosilicate), doit être respecté pour obtenir une discrimination de l'effet espèce.

CONCLUSION

En effectuant depuis 1976 différentes expérimentations, il a donc été possible de mettre au point et d'affiner une méthodologie dite des « Minéraux tests ». Des résultats ont été obtenus concernant l'évolution de différents types de minéraux, en particulier des phyllosilicates, en fonction des conditions du milieu, et d'autres sont encore à attendre sur l'évolution des tectosilicates, des chlorites... Mais il semble déjà que les phyllosilicates, et tout particulièrement les vermiculites, soient les minéraux les plus réactifs. Cette réactivité est à relier à la composition du feuillet (trioctaédrique), mais surtout à l'existence d'une zone interfoliaire qui constitue une véritable interface entre la solution du sol et le minéral proprement dit. Il est alors possible d'obtenir avec ce minéral une série de critères convergents ayant trait à la désaturation et à la variation concomitante de la CEC totale et de sa garniture cationique, à l'apparition d'aluminium échangeable, puis hydroxylé; ceci étant directement en relation avec une évolution minéralogique décelable par diffraction des rayons X.

Le minéral utilisé ici n'était pas pur et n'avait que 31 méq de capacité d'échange. En utilisant une vermiculite pure de haute charge (Santa Olalla, Espagne > 160 méq), il est probable que l'on aura encore un test beaucoup plus sensible et donnant des réponses plus rapides.

En utilisant l'évolution chimique et minéralogique de la vermiculite, il a été possible de caractériser un fonctionnement actuel des sols forestiers, qui peut d'ailleurs ne pas être toujours en relation avec la morphologie actuelle du profil, et de distinguer déjà l'intervention de différents paramètres contrôlant leur évolution. Il sera d'ailleurs nécessaire de comparer ces données avec l'évolution des argiles de ces sols : évolution du complexe d'échange et évolution minéralogique. Là encore, on pourra comparer le fonctionnement actuel et l'évolution globale du sol en relation avec la pédogenèse.

Ainsi, il a été possible de séparer l'effet du site ou de la station qui dépend globalement d'un bioclimat général et de la nature de la roche-mère, de l'effet horizon ou situation dans l'horizon en relation avec un pédoclimat particulier. Cette distinction, dans les conditions où nous l'avons obtenue, est à relativement court terme. Nous avons pu voir, par contre, que la séparation site-espèce, plus difficile à réaliser, s'améliore au cours du temps. Mais l'interprétation générale des résultats reste complexe et les expérimentations sont à poursuivre.

Nous avons cependant déjà obtenu un faisceau convergent de résultats mettant en évidence différents types d'évolution. Il a été possible d'interpréter ces évolutions en invoquant les mécanismes mis en jeu, et ceci grâce à des références sur l'évolution expérimentale des vermiculites. La méthode des « minéraux tests » dépasse donc le simple test.

Ainsi, toutes les évolutions constatées avec désaturation du complexe, désaluminium partielle et maintien relatif d'une forte proportion de cations divalents (Ca-Mg) mettent en jeu un mécanisme dominant de complexation : on le retrouve dans les litières et les podzols.

Au contraire, la désaturation, qui s'accompagne d'une diminution des ions bivalents sur le complexe d'échange, d'une augmentation d'Al échangeable et hydroxylé (extraction MEHRA et JACKSON), est une réaction d'acidité : on la retrouve dans les horizons organo-minéraux et les sols bruns acides.

La méthode des minéraux tests utilisée, conjointement à d'autres méthodes, (lysimétrie, étude du complexe d'échange des argiles des sols...), permet donc, dans des sols acides, de distinguer les deux mécanismes essentiels qui gouvernent l'évolution de ces sols : l'acidification et la complexation. Le deuxième mécanisme altère évidemment beaucoup plus les minéraux et diminue donc les réserves minérales du sol : sa mise en évidence sera donc un révélateur de risque de dégradation susceptible de se produire avec certaines espèces ligneuses et sur certains matériaux.

La réponse est relativement rapide (annuelle), voire même saisonnière avec une vermiculite de plus forte CEC, car ces mécanismes d'altération sont actifs en parti-

culier dans les horizons de surface. On peut penser à développer et diversifier l'utilisation de cette méthode, par exemple pour quantifier l'acidification des sols, caractériser des réactions d'échanges d'ions, ceci en relation avec les espèces végétales, mais également la fertilisation ou la pollution des sols.

Reçu pour publication : octobre 1985

Accepté pour publication : janvier 1986

THE MINERAL TEST METHOD AS AN ASSESSMENT OF THE FONCTION OF THE FOREST SOILS

This paper summarizes results obtained since 1976 using the test mineral method (characterization of the evolution of reference minerals introduced into soils). Dissolution features characteristic of the type of medium cannot be obtained by use of tectosilicates (Planche 1). However, phyllosilicates especially trioctahedral ones rapidly lead to characteristic chemical and mineralogical evolutions. Vermiculite is the most interesting mineral because in addition to layer geochemical evolution, a change in interlayer composition can be characterized, this interlayer acting as an interface with the weathering medium.

Both exchange capacity value and kind of exchangeable cations vary with appearance of exchangeable or hydroxylated aluminium (Fig. 3 and 4).

A correlative mineralogical evolution can be observed by X-ray diffraction (Al hydroxyl vermiculite formation) (Fig. 6 and 7).

Thus on the basis of weathering experimental data, it is possible in acid natural conditions, to differentiate acid and complexing mechanisms. Statistical combination of the data obtained in different sites, provides a better knowledge of the present forest soil environment : differentiation of the various horizons and types of soils in a relatively short time (up to one year).

Demonstrating the effect of tree species requires longer time of evolution (3 years) and the use of multiple discriminant analysis (Fig 8). This method could be applied to other subjects : effects of fertilization, pollution, soil acidification.

BIBLIOGRAPHIE

- BACHACOU J., MASSON J.P. and MILLIER C., 1981. — Manuel de la programmation statistique. AMANCE 81, INRA Biométrie.
- BERNER R.A. et HOLDREN G.R., 1979. — Mechanism of feldspar weathering II observations of feldspars from soils. *Geochim. et Cosmoch. Acta* 43, 1173-1186.
- BERTHELIN J., 1976. — Etude expérimentale des mécanismes d'altération des minéraux par des micro-organismes hétérotrophes. Thèse Doct. Etat Univ. Nancy, 198 p.
- BERTHELIN J., SADIO S., GUILLET B., ROUILLER J., 1983. — Altération expérimentale *in situ* de minéraux argileux di- et trioctaédriques, dans un podzol et un sol brun acide. In *Préologie et altération des sols. Colloque international du CNRS, Sciences géologiques, Mémoire* 71, 13-23.
- BERRIER J., DELMAS A.B. et BRESSON L.M., 1985. — Fonctionnement saisonnier et instantané d'un système d'altération calcaire. Approche micromorphologique. *Cong. Int. de Micromorphologie des sols*, Paris [sous presse].
- BLET-CHARAUDEAU C., 1984. — Caractérisation de la pédogenèse de quelques milieux forestiers par l'étude *in situ* de l'altération de minéraux tests. D.E.A. Université de Nancy I, 123 p. + annexes.

- HETIER J.M. et TARDY Y., 1969. — Présence de vermiculite Al, montmorillonite Al et chlorite Al et leur répartition dans quelques sols des Vosges. C.R. Ac. Sc., Paris, t. 268, 259-261.
- MEHRA O.P. et JACKSON M.L., 1960. — Iron oxide removal from soils and clays by dithionite-citrate system with sodium bicarbonate. Clays and clay minerals, 7, 317-327.
- NYS C., 1977. — Influence d'une plantation d'épicéas sur un sol granitique du Plateau de Millevaches (France). Proceedings of a ISSS workshop « Soils as a site factor for forests of temperate and cool zones ». Zuolen, Crechoslovakia, 1977.
- NYC C., 1981 a. — Evolution des sols sous différentes essences forestières : exemple de la forêt d'Eu (Normandie) et de Cires-les-Mellos (Bassin Parisien). Document interne du CNRF-INRA.
- NYS C., 1981 b. — Modifications des caractéristiques physico-chimiques d'un sol brun acide des Ardennes primaires par la monoculture d'épicéa commun. A.S.F. 38 (2), 237-258.
- RANGER J. et ROBERT M., 1985. — Etude des conditions physico-chimiques de milieux forestiers par une approche expérimentale *in situ* utilisant l'altération de minéraux primaires. Agronomie, 5 (2), 157-168.
- RAZZAGHE-KARIMI M.H., 1976. — Contribution à l'étude expérimentale des phénomènes d'altération en milieu organique acide. Application à l'évolution des micas et phyllosilicates 2/1. Thèse Doct., Univ. Paris VI, 222 p.
- ROBERT M., 1970. — Etude expérimentale de la désagrégation du granite et de l'évolution des micas. Thèse de Doct. Etat., Univ. Paris, 194 p., *in* Ann. Agron., 1970, 21 (6), 777-817, et Ann. Agron., 1971, 22 (1), 43-93.
- ROBERT M., RAZZAGHE-KARIMI M.H., VICENTE M.A. and VENEAU G., 1979. — Rôle du facteur biochimique dans l'altération des minéraux silicates. Science du Sol, 2-3, 153-174
- SADIO S., 1982. — Altération expérimentale des phyllosilicates-tests sous végétations forestières acidifiantes. Thèse Doct. Ing., Nancy I, 95 p.

