

Utilisation des résines sodiques et des ultrasons dans le fractionnement granulométrique de la matière organique des sols. Intérêt et limites.

C. FELLER (1)

G. BURTIN (2)

B. GÉRARD (2)

J. BALESDENT (3)

RÉSUMÉ

En vue de l'étude, par fractionnement granulométrique, de la matière organique (MO) de sols tropicaux, différentes techniques de dispersion des éléments fins sont appliquées à deux échantillons de sols argileux (sol ferrallitique et vertisol), et comparées aux résultats obtenus par une analyse mécanique après destruction de MO par H_2O_2 , dispersion par l'hexamétaphosphate de sodium (HMP) et application d'ultrasons (US). Quand ils sont utilisés, et afin de limiter l'altération des débris végétaux, les US ne sont appliqués que sur les fractions $< 50 \mu m$. La moins bonne dispersion des argiles est obtenue par la méthode ne faisant intervenir que des billes (B) et des US (méthode B/US). Des dispersions meilleures, voire excellentes, sont obtenues avec l'intervention de l'ion Na^+ sous forme d'hexamétaphosphate de sodium (HMP), de NaCl, de NaOH à pH 10 ou de résine sodique (R) associée ou non à l'utilisation des US (méthodes HMP/US, NaCl/US, pH 10/US, R et R/US). Rapportée à un indice 100 pour l'analyse mécanique, la dispersion des fractions 0-2 μm est d'environ 80 pour B/US, 90 pour HMP/US, NaCl/US et R, et de 95 à 100 pour R/US. Les différences sont dues essentiellement à une dispersion incomplète des fractions 2-20 μm , la dispersion à 20 μm étant presque identique pour toutes les méthodes et proche de celle de l'analyse mécanique.

Les avantages et inconvénients de chaque méthode sont discutés. Les méthodes résines (R et R/US) permettent une bonne dispersion du sol (même sans US pour R) avec un pH de la suspension proche de la neutralité et une solubilisation du carbone inférieure à 4% de C total, mais elles sont moins pratiques en routine que HMP/US ou des méthodes de type B/US.

Pour illustration, la méthode R/US est appliquée à 19 échantillons de sols tropicaux (horizons 0-10 cm), très différenciés par leur texture, leur minéralogie et leur teneur en MO. L'efficacité de la dispersion et les caractéristiques des fractions (rapports C/N et répartitions du carbone) sont sommairement discutées.

MOTS-CLÉS : matière organique - sols tropicaux - fractionnement granulométrique - méthodes de dispersion.

USE OF SODIC RESINS AND ULTRASONS IN THE SIZE-FRACTIONATION OF SOIL ORGANIC MATTER. INTEREST AND LIMITATIONS.

For the study of organic matter (OM) associated to size-fractions of tropical soils, the dispersion obtained by different methods without OM destruction was compared, for two clayey soils (ferrallitic soil and vertisol), with that of a mechanical analysis including destruction of OM (H_2O_2), dispersion with Na-hexametaphosphate (HMP) and

(1) ORSTOM c/o CPB-CNRS, B.P. 5, 54501 Vandœuvre-les-Nancy Cédex, France.

(2) CPB-CNRS (UP 6831, associée à l'Université de Nancy I), B.P. 5, 54501 Vandœuvre-les-Nancy Cédex, France.

(3) INRA, Station de Science du Sol, 78026 Versailles Cédex, France.

application of ultrasons (US). To limit alteration of plant debris, US were applied only on size-fractions smaller than 50 μm . The lowest level of clay-dispersion was obtained by a method with glass-beads (B) and US (B/US method). Better results were obtained with methods including the addition of Na^+ to the soil-water suspension by way of HMP, NaCl, NaOH (pH 10) or Na-resin, with (HMP/US, NaCl/US, pH 10/US, R/US methods) or without (R method) ultrasonication. If 100 is an arbitrary value corresponding to the 0-2 μm weight obtained by mechanical analysis, the values for B/US were about 80, those for HMP/US, NaCl and R were 90 and those for R/US between 95 and 100. Differences are due essentially to a more or less incomplete disaggregation of the 2-20 μm fraction. Dispersion can be considered as good at the 20 μm level.

The advantages and disadvantages of each method are discussed. With the Na-resin methods (R and R/US), soil dispersion is good (even without ultrasonication for R), pH of soil-water suspension was between 6 and 7.3 and the solubilized carbon represented less than 4% of the total C ; but in terms of routine analysis, those methods are less useful than the HMP/US or the B/US-type ones.

For illustration, the R/US method was applied to 19 tropical soil samples (0-10 cm layers) differing broadly by their texture, mineralogy and OM contents. Efficiency of the dispersion and fraction characteristics (C/N ratios and carbon distribution) are succinctly discussed.

KEY-WORDS : organic matter - tropical soils - size-fractionation - dispersion methods.

INTRODUCTION

Depuis vingt ans, les travaux se sont multipliés sur les possibilités offertes par les fractionnements granulométriques pour étudier le rôle des matières organiques (MO) dans la micro-agrégation (BRUCKERT et KILBERTUS, 1980 ; TURCHENEK et OADES, 1979), ou encore pour préciser la nature, les propriétés et la dynamique des MO associées aux différentes particules (sables, limons, argiles) (AKROUME, 1985 ; TURCHENEK et OADES, 1979 ; BALESDENT *et al.*, 1988 ; CERRI *et al.*, 1985). Dans ce dernier cas, il est nécessaire d'obtenir un état de dispersion maximum du sol tout en minimisant l'extraction et l'altération des MO. Pour cela, les fractionnements sont effectués en milieu aqueux après dispersion et désagrégation des sols, soit par agitation des suspensions sol-eau en présence de billes (ANDREUX *et al.*, 1980), soit par application d'ultrasons sur le sol total (GREENLAND et FORD, 1964 ; EDWARDS et BREMNER, 1967 ; WATSON et PARSONS, 1974 ; TIESSEN et STEWART, 1983 ; BREMNER et GENRICH, 1985 ; CHRISTENSEN, 1985). Or, d'une part, BALESDENT *et al.* (1991) ont mis en évidence le risque de division des débris végétaux (largement représentés dans les fractions sableuses) en fractions plus fines (inférieures à 50 μm) si les ultrasons sont appliqués sur le sol total ; d'autre part, les travaux de BRUCKERT et KILBERTUS (1980) pour certains sols tempérés, et ceux de FRANÇOIS (1988) pour des sols tropicaux argileux, font apparaître que la destruction des agrégats de tailles supérieures à 50 μm par la seule agitation du sol en présence de billes peut être incomplète et ne permet donc pas la séparation désirée entre débris végétaux et colloïdes organo-minéraux.

Ainsi, la double contrainte de la non-utilisation des ultrasons sur le sol total et d'une désagrégation complète des agrégats de tailles supérieures à 50 μm impose-t-elle, dans certains cas, l'addition d'un dispersant à la suspension sol-eau initiale.

Par ailleurs, les résines cationiques sous forme sodique (résine-Na) sont utilisées depuis de nombreuses années (EDWARDS et BREMNER, 1967 ; ROUILLER *et al.*, 1972) comme agent dispersant dans les analyses mécaniques des sols. Pour des sols fortement microagrégés, comme certains sols ferrallitiques argileux très riches en sesquioxides, l'efficacité des résines-Na est bien supérieure aux agents dispersants usuels tels que l'hexamétaphosphate de sodium (HMP) (BARTOLI *et al.*, 1990).

L'objectif de ce travail est d'étudier les avantages et inconvénients de l'utilisation de résines-Na (avec ou sans application d'ultrasons) comme agent dispersant en vue d'une caractérisation des MO par fractionnement granulométrique. Des comparaisons sont faites avec d'autres méthodes de dispersion.

L'étude méthodologique porte sur deux échantillons de sols argileux tropicaux à forte stabilité structurale (un vertisol sous prairie, un sol ferrallitique faiblement désaturé cultivé en canne à sucre). Une méthode utilisant les résines-Na et les ultrasons est ensuite appliquée à 19 échantillons de sols tropicaux très différents par leur texture, leur minéralogie et leur teneur en matière organique.

I. MATÉRIEL ET MÉTHODES

A) ORIGINE DES ÉCHANTILLONS

Les situations et échantillons étudiés sont présentés au tableau I.

Deux échantillons argileux et à stabilité structurale élevée (n° 11 et 17) ont servi à l'étude méthodologique, les 17 autres permettant d'illustrer l'intérêt d'une des méthodes retenues pour l'étude de la matière organique.

Echantillon n° 11. Horizon 0-20 cm d'un sol ferrallitique faiblement désaturé, classé en "ferrisol" par COLMET-DAAGE et LAGACHE (1965), développé sur brèches andésitiques, cultivé en canne à sucre depuis plus de 50 ans, situé en Martinique (plantation "Le Galion", ROBERT) et étudié par FRANÇOIS (1988).

Echantillon n° 17. Horizon 0-10 cm d'un vertisol développé sur une brèche andésitique sous prairie artificielle à *Digitaria decumbens*, situé en Martinique (station SECI, Sainte-Anne) et étudié par ALBRECHT *et al.* (1986).

Les indices d'instabilité structurale (Is), déterminés selon HENIN *et al.* (1969) pour les échantillons n° 11 et 17, sont faibles et égaux respectivement à 0,4 et 0,2.

Autres échantillons. Ce sont des échantillons prélevés dans l'horizon 0-10 cm (exception n° 13 : 0-6 cm) de sols ferrugineux, ferrallitiques et de vertisols, sous forêt, savane, prairie ou culture et très différents quant à leur texture (5 à 60% argile), leur minéralogie (argiles 1/1 + oxydes ou smectites) et leur teneur en matière organique (1 à 9%). Aucun des sols n'est carbonaté. Ils sont tous bien drainés sur au moins 60 cm. La situation "Sénégal" (éch. 1 à 5) est présentée dans FELLER et MILLEVILLE (1977) ; les échantillons 6 à 10 appartiennent à une séquence étudiée par FRITSCH *et al.* (1989) ; la situation "Brésil" a été étudiée

par CERRI *et al.* (1985) et les situations "Antilles" (n° 11, 12 et 16 à 19) ont été présentées dans "CEE" (1988).

Tableau I : Présentation des échantillons étudiés.

Presentation of the studied samples.

N°	LOCALISATION	SOL	VÉGÉTATION	HORIZON ÉTUDIÉ			
				Prof. (cm)	0-2 μm (%)	RX**	MO*** (%)
1	Sénégal	FTL*	Sav. arbor.	0-10	8	K/Qz	1,5
2	Sénégal	FTL	Arachide/mil	0-10	6	K/Qz	1,0
3	Sénégal	FTL	Arachide/mil	0-10	9	K/Qz	1,1
4	Sénégal	FTL	Arachide/mil	0-10	4	K/Qz	0,9
5	Sénégal	FTL	Arachide/mil	0-10	5	K/Qz	0,9
6	Côte d'Ivoire	Ferrallitique	Sav. arbor.	0-10	25	K/Qz/He	3,0
7	Côte d'Ivoire	Ferrallitique	Sav. arbor.	0-10	22	K/Qz/He	2,7
8	Côte d'Ivoire	Ferrallit./FTL	Sav. arbust.	0-10	20	K/Qz/He	2,2
9	Côte d'Ivoire	FTL	Sav. arbust.	0-10	13	K/Qz/Go	2,0
10	Côte d'Ivoire	FTLH	Sav. arbust.	0-10	7	K/Qz/Go	1,3
11	Martinique	Ferrallitique	Canne à sucre	0-20	52	K/H/Go	3,8
12	Guadeloupe	Ferrallitique	Prairie	0-10	64	K/H/Go	7,1
13	Brésil	Ferrallitique	Forêt	0-06	52	K/Go/He	7,4
14	Brésil	Ferrallitique	Canne 12 ans	0-10	63	K/Go/He	2,5
15	Brésil	Ferrallitique	Canne 50 ans	0-10	57	K/Go/He	2,3
16	Martinique	Vertisol	Sav. arbor.	0-10	54	S	8,7
17	Martinique	Vertisol	Prairie	0-10	35	S	4,7
18	Martinique	Vertisol	Prairie	0-10	55	S	6,2
19	Martinique	Vertisol	Maraîchage	0-10	61	S	2,3

*FTL(H) = ferrugineux tropical lessivé (hydromorphe).

**RX = nature des argiles par diffractométrie RX - K = kaolinite - Qz = quartz - He = hématite - Go = goethite - H = halloysite - S = smectite.

***MO = matière organique.

B) MÉTHODES DE FRACTIONNEMENT GRANULOMÉTRIQUE UTILISÉES

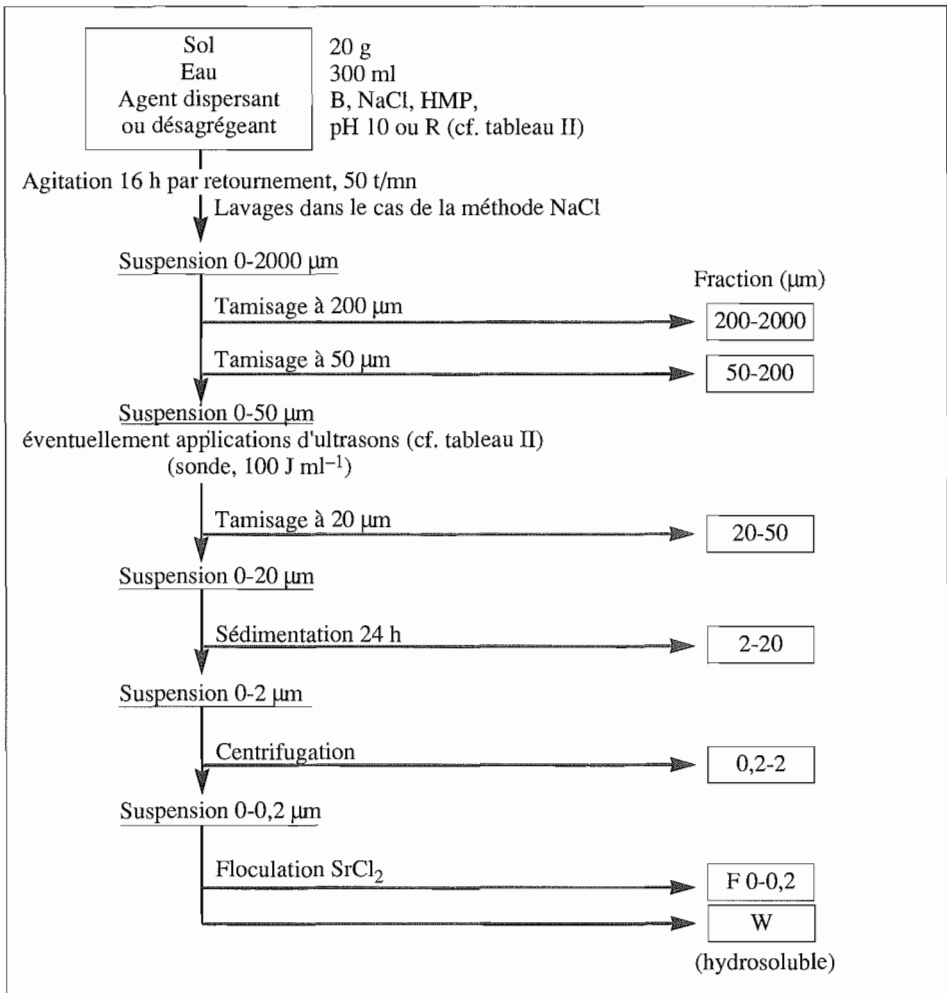
L'essentiel de l'étude méthodologique concerne des échantillons argileux. Toutefois, quelques modifications par rapport aux protocoles généraux sont nécessaires pour les sols à texture grossière. Elles seront signalées au paragraphe B3.

Il y a systématiquement au moins deux répétitions de fractionnement par type de méthode et par échantillon.

Un schéma général des méthodes utilisées est présenté sur la figure 1. Toutes les méthodes testées ont en commun :

- une agitation de 20 g de sol dans 300 ml d'eau (ou dans une solution aqueuse, basique ou saline) pendant 16 heures sur un agitateur rotatif à 50 t/mn (rayon de rotation de 15 cm) ;
- des tamisages de la suspension à 200, 50 et 20 μm ;
- des "épuisements" par siphonnage pour séparer quantitativement les fractions 0-2 et 2-20 μm ;
- une centrifugation de la suspension 0-2 μm en pots inclinables permettant la séparation des fractions 0-0,2 μm et 0,2-2,0 μm . La durée de centrifugation, pour une vitesse donnée et dans les conditions opératoires particulières de chaque étude, est déterminée selon ROBERT et TESSIER (1974). Avec le matériel utilisé, la durée de centrifugation pour effectuer cette séparation est de 60 mn pour une vitesse de rotation de 2500 t/mn.

Figure 1 : Schéma général du fractionnement granulométrique de la matière organique des sols.
Size-fractionation diagram of soil organic matter.



Toutes les opérations d'agitation, d'ultrasonication, de centrifugation sont effectuées dans des pots en polypropylène de 1 litre (h = 14 cm, ϕ = 9 cm).

Les différentes méthodes de dispersion testées mettent en œuvre l'un et/ou l'autre des agents physiques, chimiques ou électrochimiques suivants : billes (B), ultrasons (US), NaOH en quantité suffisante pour l'obtention d'un pH de la suspension sol/eau égal à 10 (pH 10), chlorure de sodium (NaCl), hexamétaphosphate de sodium (HMP), résine cationique de type Amberlite sous forme sodique (R).

Toutes ces méthodes sont appliquées sur l'échantillon brut (0-2 mm) sans destruction de la matière organique. Elles sont comparées, sur le plan granulométrique, à "l'analyse mécanique" de l'échantillon (destruction préalable de la MO par H₂O₂, dispersion par HMP et application d'ultrasons). Cette dernière méthode sert de référence.

Un résumé et les symboles des différentes méthodes testées sont présentés dans le tableau II.

Tableau II : Signification des symboles des différentes méthodes de dispersion utilisées et résumé des principales opérations appliquées.

Signification of the conventional signes used for the different dispersion methods and summary of the main stages.

Symbole	Destruction préalable de la MO par H ₂ O ₂	Agitation avec billes (B)	Apport d'ion Na ⁺ à la suspension sol-eau sous forme de :				Application d'ultrasons sur la suspension 0-50 μ m (US)
			NaCl (NaCl)	NaOH (pH 10)	HMP (*) (HMP)	Résine-Na (R)	
B/US	-	+	-	-	-	-	+
NaCl/US	-	-	+	-	-	-	+
pH 10/US	-	-	-	+	-	-	+
HMP/US	-	-	-	-	+	-	+
R	-	-	-	-	-	+	-
B/R	-	+	-	-	-	+	-
R/US	-	-	-	-	-	+	+
Analyse mécanique	+	-	-	-	+	-	+

(-) = NON - (+) = OUI.

(*) HMP = hexamétaphosphate de sodium.

1. Description des méthodes avec Résine-Na (R, B/R et R/US)

Les méthodes de dispersion avec Résine-Na présentées ici sont inspirées de celles de ROUILLER *et al.* (1972), mais adaptées à l'étude de la matière organique du sol.

a) Conditionnement de la résine

La principale contrainte est d'éviter la "contamination" du sol par des grains (ou fragments de grains) de résine, celle-ci étant organique. On utilise une résine "Amberlite

IRN77 (H⁺)" rendue sodique avant utilisation, puis soigneusement tamisée à 500 µm. Cette opération doit être renouvelée après chaque fractionnement. Puis 100 ml de résine-Na humide sont enfermés dans un sachet de polyamide (NYTREL TI45) (R) de maille 45 µm, lui-même contenu dans un sachet de maille 60 µm (NYTREL TI60) (R). Les sachets sont fermés par un élastique. Le double sachet est une précaution pour éviter la contamination du sol par la résine si l'un des deux sachets se déchirait.

b) Méthode R/US (résine-Na et ultrasons)

20 g de sol sec à l'air, 300 ml H₂O et le sachet de résine sont introduits dans le flacon de 1 litre. Le flacon est mis à agiter pendant 16 heures. Le sachet de résine est ensuite séparé de la suspension, lavé abondamment à H₂O et conservé pour estimation des faibles quantités de fractions 20-50 µm pouvant être piégées entre les grains de résine (poids de la fraction 20-50 µm restant sur un tamis de 20 µm après récupération et lavage de la résine sur un tamis de 50 µm). La suspension sol-eau est tamisée à 200 et 50 µm, les refus au tamis sont lavés et la suspension 0-50 µm obtenue est traitée par fractions de 1 litre aux ultrasons dans les conditions suivantes : appareil de marque "US Annemasse" type 250 TH, de fréquence 20 kHz, de puissance électrique variable (0 à 300 watts selon données du constructeur) équipé d'une sonde à tête plane de diamètre 9 mm. La tête de la sonde est située à 2,5 cm du fond du pot, la sonication est continue pendant 7 minutes à 75% de la puissance maximum, soit 0,23 W.ml⁻¹ suspension, ou environ 100 J.ml⁻¹ appliqués. La suspension 0-50 µm est ensuite tamisée, le refus au tamis lavé, puis la suspension 0-20 µm est transférée dans deux allonges complétées à 1 litre par H₂O. Les allonges sont agitées (30 retournements) et laissées à sédimenter le temps nécessaire à un prélèvement par siphonnage de la fraction 0-2 µm. L'opération est recommencée jusqu'à épuisement (5 fois minimum). Le sédiment restant au fond des allonges représente la fraction 2-20 µm. Les suspensions 0-2 µm prélevées sont centrifugées (1 h, 2500 t/mn), permettant la séparation d'un surnageant (fraction 0-0,2 µm) et d'un culot (fraction 0,2-2,0 µm). L'opération est recommencée deux fois. A la totalité des surnageants recueillis, on ajoute SrCl₂ saturé à raison de 2 ml/l de suspension et on sépare par centrifugation un surnageant limpide (fraction W) d'un culot (fraction 0-0,2 µm).

En résumé, on obtient :

- par tamisages, les fractions 200-2000, 50-200 et 20-50 µm ;
- par sédimentation et/ou centrifugation, les fractions 2-20, 0,2-2,0 et 0-0,2 µm ;
- par solubilisation de la MO au cours du fractionnement, la fraction W (MO hydro-soluble).

c) Méthodes R (résine-Na sans ultrasons) et B/R (résine-Na et billes)

La méthode R est identique à la méthode R/US, mais sans application d'ultrasons sur la suspension 0-50 µm. La méthode B/R est identique à la méthode R, mais avec addition de 3 billes de verre pendant les deux premières heures d'agitation. Elles sont retirées ensuite et la suspension est encore agitée pendant 14 heures.

2. Particularités des autres méthodes

a) Analyse mécanique (H₂O₂, HMP et ultrasons)

20 g de sol sont additionnés de 200 ml H₂O₂ (30 vol.) maintenus à 20°C pendant 6 h, puis à 60°C pendant 16 h. Le traitement est éventuellement renouvelé une seconde

fois. La suspension est amenée à 300 ml par H₂O, additionnée de 25 ml de HMP à 40 g/l, et agitée pendant 16 h à 50 t/mn. Les fractions sont ensuite séparées selon le protocole décrit pour la méthode R/US.

b) Méthode B/US (billes et ultrasons)

Le sol (20 g) est agité (50 t/mn) pendant 2 h avec 3 billes de verre ($\varnothing = 1,5$ cm) dans H₂O (300 ml), puis les billes sont retirées et la suspension encore agitée pendant 14 h. Les fractions sont ensuite séparées selon le protocole décrit pour la méthode R/US.

c) Méthode NaCl/US (NaCl M et ultrasons)

Afin de rendre le complexe d'échange sodique, le sol (20 g) est agité pendant 16 h dans une solution de NaCl M (300 ml). La suspension est centrifugée à 2500 t/mn pendant 15 mn, le surnageant est éliminé et le culot remis en suspension par agitation vigoureuse. Il est à nouveau centrifugé et le surnageant éliminé. L'opération est recommencée jusqu'au début de dispersion des éléments fins. La suspension est alors agitée pendant 16 h à 50 t/mn, puis les fractions sont séparées selon le protocole décrit pour la méthode R/US.

d) Méthode pH 10/US (addition de NaOH et utilisation d'ultrasons)

Cette méthode de dispersion à pH 10 est inspirée de RAFIDISON (1982). Le sol (20 g) est agité pendant 14 h avec H₂O (300 ml). Pour rendre le complexe d'échange sodique, la suspension est additionnée de quelques gouttes de NaOH M en quantité suffisante pour amener le pH de la suspension à 10,0. L'opération est renouvelée après 15 minutes d'agitation (50 t/mn) et ceci pendant 1 heure. Puis l'agitation est poursuivie encore 1 heure. Les fractions sont ensuite séparées selon le protocole décrit pour la méthode R/US.

e) Méthode HMP/US (hexamétaphosphate Na et ultrasons)

La méthode est identique à celle décrite pour l'analyse mécanique), mais sans destruction préalable de la MO par H₂O₂.

3. Fractionnement des échantillons sableux à sablo-argileux

Pour ces échantillons (n° 1 à 10), et d'après divers essais méthodologiques, il est recommandé de limiter la durée d'agitation de la suspension sol-eau initiale afin d'éviter une usure trop forte des débris végétaux par les sables. On opère comme suit :

– 40 g de sol additionnés du "dispersant" choisi (HMP ou R, par exemple) sont agités pendant 2 h dans 300 ml H₂O. Les fractions supérieures à 50 μ m sont séparées par tamisage. La suspension 0-50 μ m est alors remise à agiter avec le dispersant choisi pendant 14 h. La suite des opérations est identique aux protocoles décrits pour les sols à texture fine.

C) MÉTHODES D'ANALYSES

Tous les résultats pondéraux sont exprimés en % du sol sec à l'air.

L'humidité (H₂O) est déterminée après séchage à 105°C.

Les teneurs en C et N sont déterminées par voie sèche : sur Analyseur Élémentaire "CHN Carlo-Erba - Mod. 1106" pour la majorité des échantillons ; sur Analyseur "CNS

Carlo-Erba - Mod. NA 1500" pour les échantillons à faibles teneurs en azote ($N\%_{00} < 0,4$).

Les teneurs en carbone organique soluble de la fraction W sont dosées sur une partie aliquote de la suspension 0-2000 μm après filtration, précipitation à SrCl_2 et centrifugation à 10000 t/mn de la charge solide. Les solutions sont acidifiées (élimination des carbonates éventuels) et dosées en chromatographie en phase gazeuse sur appareil "TCM 480 (Carlo-Erba)". Dans les conditions opératoires de cette étude, le seuil de détection est de 4 $\mu\text{gC.ml}^{-1}$.

Les matières organiques fixées sur les résines-Na sont diluées par 150 ml HCl 3N. Le carbone organique ainsi solubilisé est dosé par "TCM".

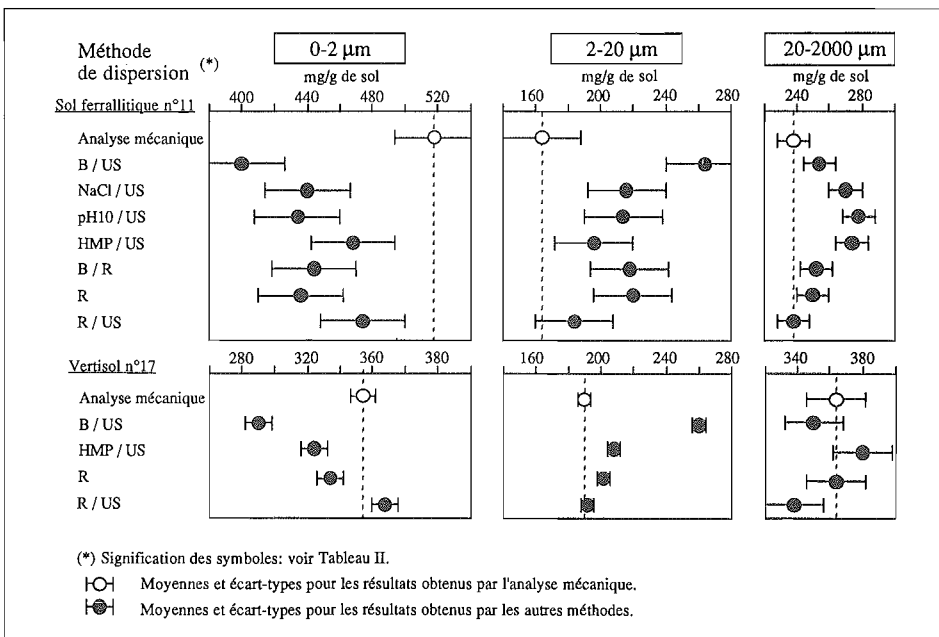
II. RÉSULTATS

A) COMPARAISON DES DIFFÉRENTES MÉTHODES DE DISPERSION

Les écarts-types (e.t.) utilisés sur les figures 2, 3 et 4 correspondent, pour l'échantillon 11, aux écarts-types maximum déterminés à partir de 4 répétitions par les 3 méthodes R, B/R et R/US, et pour l'échantillon 17 à l'écart-type déterminé à partir de 4 répétitions avec la méthode R/US.

Figure 2 : Masse des fractions granulométriques obtenues par différentes méthodes de dispersion du sol.

Weight of the size-fractions obtained by different methods of soil dispersion.



1. Dispersion des éléments fins.

Les résultats bruts en masse (mg.g^{-1} sol) sont présentés dans le tableau III. On constate que :

– les bilans en masse, tous fractionnements confondus, varient de 98,2% à 101,5%, la moyenne étant de 99,9% ;

– un effet des billes (méthodes B/US et B/R) se manifeste sur la distribution des masses dans les fractions comprises entre 50 et 2000 μm . Il y a, par rapport aux autres méthodes, une division des sables grossiers en sables fins, le transfert de masse ne s'exprimant pas au-delà de 50 μm .

Figure 3 : Répartition du carbone dans les fractions granulométriques obtenues par différentes méthodes de dispersion du sol.

Carbon distribution within the size-fractions according to different methods of soil dispersion.

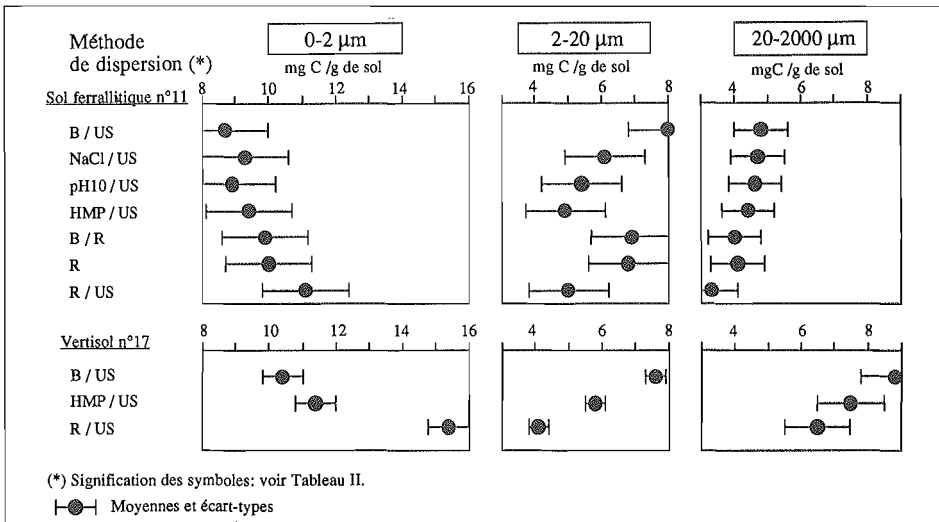
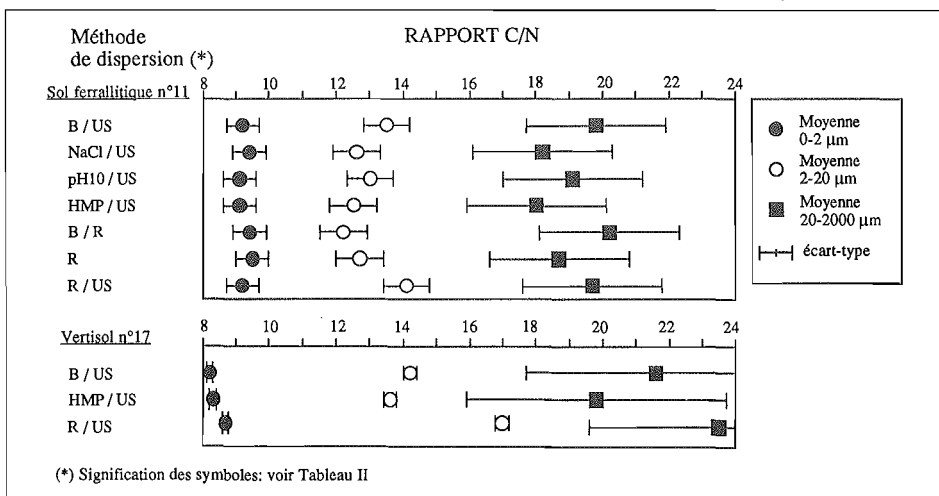


Figure 4 : Rapports C/N des fractions granulométriques selon les différentes méthodes de dispersion du sol.

C/N ratios of the size-fractions according to different methods of soil dispersion.



(*) Signification des symboles: voir Tableau II

Il en résulte que pour un même sol, tous fractionnements confondus, les fractions 20-2000 μm ont des masses assez proches, les rapports entre les valeurs maxima et minima étant respectivement de 0,86 et de 0,96 pour les échantillons 11 et 17 ; par contre, les variations sont beaucoup plus fortes pour les fractions 2-20 et 0-2 μm , les rapports minima/maxima étant respectivement, pour les échantillons 11 et 17, de 0,69 et 0,73 pour 2-20 μm et de 0,84 et 0,78 pour 0-2 μm .

La comparaison avec les résultats de "l'analyse mécanique" est faite sur la figure 2 pour les fractions 20-2000, 2-20 et 0-2 μm . Ne sont prises en compte ici que les masses des matières minérales (valeurs du tableau III diminuées des masses des matières organiques associées aux fractions). Les faits marquants sont les suivants :

- pour les fractions 20-2000 μm , les valeurs sont proches de celles obtenues par l'analyse mécanique pour les différentes méthodes testées ;
- on note une mauvaise dispersion de la fraction 2-20 μm par la méthode B/US (valeurs élevées pour les fractions 2-20 μm et faibles pour 0-2 μm par rapport à celles de l'analyse mécanique) ;
- les dispersions sont soit meilleures, soit semblables, mais encore incomplètes, par les méthodes NaCl/US, pH 10/US, B/R et R, en particulier pour le sol ferrallitique n° 11 (0-2 μm variant de 43 à 46% par les méthodes NaCl/US, pH 10/US, HMP/US, R et B/R à comparer à 52% par l'analyse mécanique) ;
- la dispersion la plus élevée est obtenue par la méthode R/US, avec des valeurs proches (voire supérieures, n° 17) de celles obtenues par l'analyse mécanique.

Rapportées à un indice 100 pour l'analyse mécanique, les masses des fractions 0-2 μm sont d'environ 80 par la méthode B/US, d'environ 90 par les méthodes HMP/US, NaCl/US, R et B/R, et de 95 à 100 par la méthode R/US.

En ce qui concerne la dispersion au sein des argiles (tableau III), les masses d'argile fine (0-0,2 μm), pour l'échantillon n° 11, varient dans l'ordre : HMP/US > R/US > pH 10/US > R \approx NaCl/US. La méthode HMP/US est ici plus efficace que R/US.

2. Distribution du carbone et rapports C/N

Toutes méthodes confondues, pour les deux échantillons n° 11 et 17, la somme du carbone des fractions granulométriques représente de 87 à 99% du carbone du sol non fractionné, valeurs auxquelles il faut ajouter de 0 à 4% de carbone hydrosoluble (W) et de 0 à 0,5% de carbone restant fixé sur la résine pour les méthodes R, B/R et R/US.

Les contenus en carbone de chaque fraction ($\text{mg C fraction.g}^{-1}$ sol) sont représentés sur la figure 3. Les faits marquants sont les suivants :

- pour les fractions 20-2000 μm , les différences entre les méthodes sont faibles ;
- pour les fractions 2-20 μm et 0-2 μm , les variations sont plus importantes selon les méthodes, en particulier pour le vertisol (éch. 17). Les variations en sens inverse observées pour ces deux fractions sont liées à leurs variations de masse. C'est ainsi que pour les deux sols, les différences sont significatives entre les méthodes B/US et R/US qui représentent les cas de dispersion minimum et maximum des argiles. Toutes les autres méthodes ont des comportements semblables et intermédiaires entre ces deux pôles ;
- les quantités de carbone solubilisé au cours du fractionnement (fraction W) sont

inférieures à 4,2% du carbone total (tous échantillons et méthodes confondus). Par la méthode R/US, on solubilise, pour les échantillons 11 et 17 respectivement, 4,2 et 3,5% du carbone total. Le carbone restant fixé sur la résine après fractionnement représente moins de 0,5% du carbone total.

Tableau III : Granulométries obtenues pour un sol ferrallitique (n° 11) et un vertisol (n° 17) selon différentes méthodes de dispersion. Masses en mg.g⁻¹ sol.

Size-fractionations obtained for a ferrallitic soil (n° 11) and a vertisol (n° 17) according to different dispersion methods. Weights in mg.g⁻¹ soil.

N°	FRACTION	MÉTHODE (*)							
		B/US	NaCl/US	pH 10/US	HMP/US	B/R	R	R/US	
11	200-2000	24	83	88	88	54	91	85	
	50-200	167	127	131	123	136	105	103	
	20-50	72	69	66	70	70	62	56	
	20-2000	263	279	285	281	260	258	244	
	2-20	277	227	223	205	231	232	192	
	0-2	412	456	451	485	461	456	493	
	H ₂ O	44	44	44	44	44	44	44	
	Somme	996	1006	1003	1015	996	990	982	
	0,2-2	nd	304	291	275	nd	308	315	
	0,2-2	nd	152	160	210	nd	148	178	
	17	200-2000	28	nd	nd	150	nd	145	135
		50-200	255	nd	nd	178	nd	163	148
		20-50	82	nd	nd	65	nd	69	66
		20-2000(**)	365	nd	nd	393	nd	377	349
2-20		273	nd	nd	218	nd	212	200	
0-2		309	nd	nd	343	nd	356	395	
H ₂ O		51	nd	nd	51	nd	56	56	
Somme		998	nd	nd	1005	nd	1001	1000	
0,2-2		nd	nd	nd	nd	nd	nd	139	
0-0,2		nd	nd	nd	nd	nd	nd	256	

(*) Signification des symboles : voir tableau II.

(**) 20-2000 = somme arithmétique des masses des fractions 200-2000, 50-200 et 20-50 µm.
nd = non déterminé.

Les valeurs moyennes des rapports C/N (Fig. 4) sont comprises entre 18 et 22 pour les fractions 20-2000 µm, 12 et 16 pour les fractions 2-20 µm et 8 et 10 pour les fractions 0-2 µm. Les rapports C/N pour une même fraction varient assez peu selon les méthodes. On doit toutefois noter que le rapport C/N des fractions 2-20 µm est signifi-

cativement plus élevé avec la méthode R/US qu'avec les autres méthodes, en accord avec l'efficacité de la dispersion obtenue par cette méthode. Les rapports C/N élevés des fractions supérieures à 20 μm expriment bien le caractère "débris végétal" de ces fractions. Ce caractère est confirmé par l'observation de ces fractions en microscopie optique.

3. Avantages et inconvénients des méthodes testées

Toutes les méthodes testées permettent une dispersion correcte des particules supérieures à 20 μm . Les différences concernent donc essentiellement la fraction 2-20 μm et, par voie de conséquence, la fraction 0-2 μm . Dans les conditions expérimentales de ce travail, on peut distinguer trois types de méthodes selon l'agent désagrégeant ou dispersant mis en œuvre.

a) Agents physiques seuls. Méthode B/US

- Avantages : pas d'introduction de dispersant chimique.
- Inconvénients : dispersion insuffisante de la fraction 2-20 μm .

b) Agents chimiques associés aux ultrasons. Méthodes NaCl/US, HMP/US, pH 10/US

- Avantages : faciles à mettre en œuvre, dispersion acceptable bien qu'incomplète de la fraction 2-20 μm . Peuvent être intéressantes dans des cas particuliers : NaCl/US pour des sols salés, pH 10/US dans des séquences d'extraction humique, HMP/US pour des comparaisons avec l'analyse mécanique, etc.

- Inconvénients : NaCl introduit des ions Cl^- et nécessite des lavages et centrifugations supplémentaires aux autres méthodes, HMP introduit du phosphore dans le milieu, pH 10 a l'inconvénient de solubiliser des matières organiques.

c) Agent électro-chimique (résine-Na) associé ou non aux ultrasons. Méthodes R et R/US

- Avantages : les travaux de ROULLER *et al.* (1972) et ceux plus récents de BARTOLI *et al.* (1990) soulignent l'intérêt d'utiliser les résines-Na comme agent dispersant dans les analyses mécaniques, en particulier pour des sols difficiles à disperser comme les oxisols riches en gibbsite, par exemple. Les résultats présentés ici sur des échantillons bruts, sans destruction de la matière organique, confirment cette efficacité des résines et élargit leur champ d'application à l'étude de la matière organique des sols. Il est intéressant de constater que les résultats obtenus par la méthode R (sans ultrasons) sont pratiquement équivalents à ceux obtenus par les méthodes NaCl/US, HMP/US, pH 10/US. On dispose donc d'une méthode "efficace" et "relativement douce" (pas de billes, pas d'ultrasons), avec des pH de la suspension sol-eau proches de la neutralité et une solubilisation du carbone inférieure à 4% du carbone total de l'échantillon. Enfin, dans le cas de la méthode R/US, l'application d'ultrasons à la suspension inférieure à 50 μm permet d'améliorer la dispersion de la fraction 2-20 μm .

- Inconvénients : la préparation des résines (lavages, régénérations, tamisages) représente un temps non négligeable.

B) APPLICATION DE LA MÉTHODE R/US A DIVERS SOLS TROPICAUX

Pour vérifier l'efficacité de la méthode R/US sur la dispersion des sols, on applique cette méthode à 19 échantillons d'horizons de surface de sols tropicaux (cultivés ou non).

1. Dispersion des éléments fins

L'étude porte sur 11 échantillons (n° 3, 5 à 11, 14, 15, 17) dont les textures varient de sableuses à argileuses. On compare les masses minérales (m) obtenues par la méthode R/US et l'analyse mécanique pour les fractions 0-2, 2-20 et 20-2000 μm (résultats détaillés non présentés ici). On obtient les relations suivantes, entre les deux variables-précédemment citées, qui confirment l'efficacité de la méthode R/US pour la dispersion des éléments fins :

$$\text{Fraction 0-2 } \mu\text{m} \quad m(\text{R/US}) = 0,996 m (\text{An. Mec.}) - 1,4821 \quad R = 1,00$$

$$\text{Fraction 2-20 } \mu\text{m} \quad m(\text{R/US}) = 1,0777 m (\text{An. Mec.}) - 0,7545 \quad R = 0,96$$

$$\text{Fraction 20-2000 } \mu\text{m} \quad m(\text{R/US}) = 1,0311 m (\text{An. Mec.}) - 0,2285 \quad R = 0,99$$

avec m exprimée en $\text{g} \cdot 100 \text{ g}^{-1} \text{ sol}$

2. Caractéristiques des fractions

On ne commentera ici que les valeurs moyennes (m), les écarts-types (e.t.) et les coefficients de variation (CV %) pour l'ensemble de la population d'échantillons étudiés sans détailler les résultats individuels. Les résultats sont dans le tableau IV.

Tableau IV : Moyennes (m), écarts-types (e.t.) et coefficients de variation (CV %) des rapports C/N et des teneurs en carbone des différentes fractions granulométriques pour l'ensemble des échantillons n° 1 à 19.

Mean values (m), standard deviations (e.t.) and variation coefficients (CV %) of C/N ratios and carbon contents of the different size-fractions for all soil samples n° 1 to 19.

FRACTION μm	RAPPORT C/N			TENEURS EN CARBONE en								
				mg C/g fraction			mg C/g sol			g C/100 g C total		
	m	e.t.	CV %	m	e.t.	CV %	m	e.t.	CV %	m	e.t.	CV %
200-2000	27,7	10,1	36	13,8	16,0	116	1,4	0,9	65	8,2	3,6	44
50-200	20,6	7,0	34	13,5	20,6	153	1,3	0,7	59	8,5	6,2	73
20-50	17,5	3,4	19	25,2	22,1	88	1,4	1,1	74	7,2	2,0	28
20-2000 (*)	20,8	4,4	21	12,7	14,6	115	4,0	2,5	63	24,8	9,7	39
2-20	16,5	3,2	19	40,8	20,5	50	4,3	2,5	58	25,7	9,1	35
0-2	10,5	1,2	11	30,9	9,8	32	10,7	8,7	81	46,7	15,5	33
0,2-2,0	10,6	1,3	12	40,5	15,8	39	6,1	4,9	80	30,8	7,1	23
0-0,2	10,1	1,2	12	22,0	8,7	40	3,3	3,4	103	14,3	9,3	65

(*) Les résultats sur cette fraction sont obtenus par calcul à partir de ceux des fractions 200-2000, 50-200, et 20-50 μm .

a) Rapports C/N

Ils diminuent des fractions grossières aux fractions les plus fines. On notera que les valeurs moyennes des fractions argileuses ($m = 10,5 \pm 1,2$) sont significativement infé-

rières à celles des fractions limoneuses fines ($m = 16,5 \pm 3,2$) et, a fortiori, à celles des fractions 20-2000 μm ($m = 20,8 \pm 4,4$). Le rapport C/N moyen élevé de la fraction 2-20 μm exprime son caractère végétal figuré relativement dominant. Les rapports C/N des argiles fines (0-0,2 μm) et grossières (0,2-2,0 μm) ne sont pas significativement différents.

b) Distribution du carbone dans les fractions

Les teneurs en carbone des fractions de tailles supérieures à 20 μm (mg C.g^{-1} fraction) présentent une variabilité très forte (CV de 88 à 153%), due à une grande variabilité des textures au sein de la population d'échantillons étudiée. Cette variabilité diminue des fractions 20-2000 μm aux fractions 2-20 μm , puis 0-2 μm (CV respectivement égaux à 115, 50 et 32%). On notera aussi : (i) que la teneur moyenne en carbone de la fraction limoneuse fine (2-20 μm) est élevée (40,8 mg C.g^{-1} fraction) et même supérieure à celle de la fraction argileuse (30,9 mg C.g^{-1} fraction) ; (ii) que les teneurs en carbone des argiles grossières (0,2-2,0 μm) sont significativement supérieures à celles des argiles fines (0-0,2 μm).

En valeurs relatives, les fractions 20-2000 μm , 2-20 μm et 0-2 μm représentent respectivement 25%, 26% et 47% du carbone total de la population testée.

III. DISCUSSION ET CONCLUSIONS

Sur le plan méthodologique, cette étude montre que pour deux échantillons argileux à forte stabilité structurale ($I_s < 0,4$), et sans destruction préalable de la matière organique, une dispersion satisfaisante jusqu'au niveau des limons fins (2-20 μm) peut être obtenue en associant l'utilisation de résines sodiques et d'ultrasons (méthode R/US), tout en n'appliquant les ultrasons que sur les fractions inférieures à 50 μm afin d'éviter une trop forte altération des débris végétaux du sol (BALESDENT *et al.*, 1991). Pour les deux échantillons étudiés, l'efficacité de la méthode R/US en terme de dispersion s'avère supérieure aux autres méthodes testées telle que l'utilisation de résine-Na sans ultrasons (méthode R), l'utilisation d'ultrasons et de divers agents chimiques faisant intervenir l'ion Na^+ (méthodes NaCl/US, pH 10/US, HMP/US), ou l'utilisation d'ultrasons et de billes (méthode B/US). Enfin, au cours du fractionnement, la solubilisation du carbone est relativement faible (inférieure à 4% du carbone total pour les échantillons étudiés) et le pH reste proche de la neutralité. Par contre, des contraintes d'ordre pratique doivent être signalées dans l'utilisation des méthodes "résine" en vue du fractionnement granulométrique de la matière organique des sols. Il s'agit, d'une part, du temps de préparation des résines (tamisages, régénérations), d'autre part, du risque de contamination du sol par des grains de résine très fins ($< 50 \mu\text{m}$).

Aussi, selon les objectifs de l'étude, les types de sols et le niveau de dispersion requis, d'autres méthodes, parfois plus pratiques, peuvent s'avérer intéressantes, telle que la méthode de type billes/ultrasons décrite par BALESDENT *et al.* (1991), ou la méthode HMP/US (d'efficacité équivalente à la méthode R) testée ici. Si une standardisation des méthodes nouvelles est toujours recherchée, l'un des intérêts de l'approche granulométrique pour l'étude de la matière organique des sols est justement son adaptabilité à des problématiques de recherche très variées.

L'application de la méthode R/US à 19 échantillons de sols tropicaux amène les commentaires suivants :

- confirmation de l'efficacité de cette méthode en terme de dispersion des éléments fins ;

- mise en évidence de différences importantes entre les rapports C/N relativement élevés ($C/N > 15$) des matières organiques associées aux limons fins (2-20 μm) et ceux, nettement plus faibles (C/N d'environ 10), des matières organiques associées aux argiles. Ces différences, qui s'expliquent par la présence importante (fractions 2-20 μm) ou faible (fractions 0-2 μm) de débris végétaux dans ces fractions, ne peuvent être révélées que dans des conditions de bonne dispersion des fractions 2-20 μm ;

- extension aux sols tropicaux de l'observation faite par BALESDENT *et al.* (1991) pour des sols bruns cultivés des régions tempérées, montrant que les teneurs en carbone (mg C.g^{-1} fraction) des argiles grossières (0,2-2,0 μm) sont toujours supérieures à celles des argiles fines (0-0,2 μm). Nous n'avons pas les données suffisantes pour discuter ici les raisons de ces différences, mais la généralisation de cette observation méritait d'être signalée.

REMERCIEMENTS : Nous remercions vivement MM. C. CERRI, E. FRITSCH et C. VALENTIN de nous avoir aimablement fourni les échantillons 13 à 15 et 6 à 10.

Reçu pour publication : Septembre 1990

Accepté pour publication : Mars 1991

BIBLIOGRAPHIE

- AKROUME C., 1985. – *Localisation et caractérisation de la matière organique des sols. Définition d'un modèle d'évolution*. Mémoire de thèse, INA-PG, Paris, 180 p.
- ALBRECHT A., BROSSARD M. et FELLER C., 1986. – Etude de la matière organique des sols par fractionnement granulométrique. 2. Augmentation par une prairie à *Digitaria decumbens* du stock organique de vertisols cultivés en Martinique. *C.R. 13^e Congr. Intern. Sci. Sol, AISS*, Hambourg, RFA, Vol. 11, 214-215.
- ANDREUX F., BRUCKERT S., CORREA A. et SOUCHIER B., 1980. – Sur une méthode de fractionnement physique et chimique des agrégats des sols : origines possibles de la matière organique des fractions obtenues. *C.R. Acad. Sci.*, Paris, 291, 381-384.
- BALESDENT J., WAGNER G.H. and MARIOTTI A., 1988. – Soil organic matter turnover in long-term field experiments as revealed by the carbon-13 natural abundance. *Soil Sci. Soc. Am. J.*, **52**, 118-124.
- BALESDENT J., PETRAUD J.-P. et FELLER C., 1991. – Effet des ultrasons sur la distribution granulométrique des matières organiques des sols. *Science du Sol* **2**, 95-106.
- BARTOLI F., BURTIN G. and HERBILLON A.J., 1990. – Disaggregation and clay dispersion of oxisols. Na-resin, a recommended methodology for determining particle size distribution of oxisols rich in gibbsite. *C.R. 14^e Congr. Intern. AISS*, Kyoto, Japon, Vol. II, 449-450.

- BREMNER D.A. and GENRICH J.M., 1985. – Characterization of the sand, silt and clay fractions of some mollisols. *In : Soil colloids and their associations in aggregates*. H.F. de Boodt, M.H.B. Hayes and A. Herbillon (eds), NATO ASI Series, Vol. 215, New York, 423-438.
- BRUCKERT S. et KILBERTUS G., 1980. – Fractionnement et analyse des complexes organo-minéraux de sols bruns et de chernozems. *Plant and Soil*, **57**, 271-295.
- CERRI C., FELLER C., BALESDENT J., VICTORIA R. et PLENECASSAGNE A., 1985. – Application du traçage isotopique naturel en ^{13}C à l'étude de la dynamique de la matière organique dans les sols. *C.R. Acad. Sci.*, Paris, 300, Sér. n° 9, 423-428.
- CEE-Project, 1988. – Étude de la fertilité des sols dans les agricultures paysannes caribéennes. Effet des restitutions organiques. Rapport final. Projet TSDA 0178 F. Rapp. mult. ORSTOM- Martinique, 127 p. + annexes.
- CHRISTENSEN B.T., 1985. – Carbon and nitrogen in particle size fractions isolated from Danish arable soils by ultrasonic dispersion and gravity-sedimentation. *Acta Agric. Scand.*, **35**, 175-187.
- COLMET-DAAGE F. et LAGACHE P., 1965. – Caractéristiques de quelques groupes de sols dérivés de roches volcaniques aux Antilles françaises. *Cah. ORSTOM, sér. Pédol.*, **3**, 91-121.
- EDWARDS A.P. and BREMNER D.A., 1967. – Dispersion of soil particles by sonic vibration. *J. Soil Sci.*, **18**, 47-63.
- FELLER C. et MILLEVILLE P., 1977. – Evolution des sols de défriche récente dans la région des Terres Neuves (Sénégal oriental). 1. Présentation de l'étude. *Cah. ORSTOM, sér. Biol.*, **12**, 199-211.
- FRANÇOIS C., 1988. – *Devenir à court terme de différentes formes d'azote (urée, végétaux, sol) dans un ferrisol (Martinique). Caractérisation de N-organique par fractionnement granulométrique. Etude avec ^{15}N* . Thèse Doctorat, Univ. Nancy I, 135 p. + annexes.
- FRITSCH E., HERBILLON A., JEANROY E., PILLON P. et BARRES O., 1989. – Variations minéralogiques et structurales accompagnant le passage "sols rouges - sols jaunes" dans un bassin versant caractéristique de la zone de contact forêt - savane de l'Afrique occidentale (Booro Borotou, Côte d'Ivoire). *Sci. Géol. Bull.*, **42**, 65-89.
- GREENLAND D.J. and FORD G.W., 1964. – Separation of partially humified organic materials from soils by ultrasonic dispersion. *Trans. 8th Int. Cong. Soil Sci.*, **3**, 137-148.
- HENIN S., GRAS F. et MONNIER G., 1969. – *Le profil cultural*. Masson Ed., 2^e éd., Paris, 332 p.
- RAFIDISON Z., 1982. – *Rôle de la faune dans l'humification. Transformation des feuilles de hêtre par un ver anécique (Nicodrilus velox)*. Thèse 3^e Cycle, Univ. Nancy I, 104 p.
- ROBERT M. et TESSIER D., 1974. – Méthode de préparation des argiles des sols pour des études minéralogiques. *Ann. Agron.*, **25**, 859-882.
- ROUILLER J., BURTIN G. et SOUCHIER B., 1972. – La dispersion des sols dans l'analyse granulométrique. Méthode utilisant les résines échangeuses d'ions. *Bull. ENSAIA*, Nancy, **14**, 193-205.
- TIESSEN H. and STEWART J.W.B., 1983. – Particle-size fractions and their use in studies of soil organic matter. II. Cultivation effects on organic matter composition in size fractions. *Soil Sci. Soc. Am. J.*, **47**, 509-514.
- TURCHENEK L.W. and OADES J.M., 1979. – Fractionation of organo-mineral complexes by sedimentation and density techniques. *Geoderma*, **21**, 311-343.
- WATSON J.R. and PARSONS J.W., 1974. – Studies of soil organo-mineral fractions. I. Isolation by ultrasonic dispersion. *J. Soil Sci.*, **25**, 1-8.

