

SECRETARIAT D'ETAT  
A L'AGRICULTURE

H. E. R.

Subdivision  
d'Etudes Pédologiques

**EXPOSÉ DES MÉTHODES D'ANALYSES DE SOL ET D'EAU**  
**EN USAGE A LA SUBDIVISION D'ÉTUDES DE PÉDOLOGIE**  
**ET D'HYDROLOGIE**

Par M<sup>me</sup> L. HOLDERBACH, Licenciée es-sciences  
avec la collaboration de M<sup>me</sup> M. MINTCHEVA et M<sup>me</sup> E. GAVINELLI

**E - S 48**

EXPOSE DES METHODES D'ANALYSES DE SOL ET D'EAU  
EN USAGE A LA SUBDIVISION D'ETUDES DE PEDOLOGIE & D'HYDROLOGIE

Par

Madame L. HOLDERBACH - Licenciée Es-Science  
avec la collaboration de :

Madame M. MINTCHEVA (Ingénieur Pédologue)

et Madame E. GAVINELLI (Technicienne O.R.S.T.O.M)

(2ème édition : Mai 1963)

T A B L E   D E S   M A T I E R E S

-----

A N A L Y S E   D E S   S O L S

1 - ANALYSES PHYSIQUES

	Page
11 - <u>ANALYSES GRANULOMETRIQUES</u>	
111 - Eléments grossiers .....	3
1111 - Tamisage des sables grossiers .....	3
1112 - Détermination des sables grossiers sur la même prise que les éléments fins ..	3
112 - Eléments fins .....	3
1121 - Méthode pipette de Robinson .....	4
1122 - Méthode Bouyoucos .....	10
12 - <u>HUMIDITE</u> .....	15
13 - <u>AGREGATS</u> (méth. Hénin) .....	16
131 - Principe de la méthode .....	16
1311 - Détermination de $I_s$ .....	16
1312 -                 "         de la perméabilité .....	17
1313 - Représentation des résultats .....	17
132 - Préparation des échantillons .....	18
133 - Techniques .....	18
1331 - Détermination de $I_s$ .....	18
1332 - Détermination de $(A + L)$ maximum .....	20
1333 - Détermination de $K$ .....	21

	Page
14 - <u>CAPACITE DE RETENTION</u> .....	23
141 - Méthode Bouyoucos .....	23
142 - Méthode à la centrifugeuse .....	24
15 - <u>LIMITES D'ATTERBERG</u> .....	25
151 - Liquidité .....	25
152 - Plasticité .....	27
153 - Retrait .....	28
2 - <u>ANALYSES CHIMIQUES</u>	
21 - <u>AZOTE TOTAL</u> .....	31
211 - Mode opératoire .....	31
212 - Réactifs .....	32
22 - <u>CARBONE ORGANIQUE</u> .....	34
221 - Dosage à chaud (méth. ANNE) .....	34
222 - Dosage à froid (WALKLEY ET BLACK) .....	36
223 - Rapport C/N .....	37
23 - <u>HUMUS</u> .....	37
231 - Méthode à la soude .....	39
232 - Méthode au pyrophosphate avec dosage des acides humiques et fulviques .....	40
2321 - Principe .....	40
2322 - Extraction .....	40
2323 - Dosage des matières humiques totales.	41
2324 - Séparation et dosage des acides humiques et fulviques .....	42
2325 - Réactifs .....	43

2326 - Argile dispersée dans la solution d'extraction .....	44
2327 - Prises d'essais et limites .....	44
24 - <u>CALCAIRE TOTAL</u> .....	45
25 - <u>CALCAIRE ACTIF DROUINEAU MODIFIÉ GALLET</u> .....	46
26 - <u>SELS SOLUBLES</u> .....	47
261 - Sels solubles dans l'extrait de saturation d'une pâte de sol .....	47
2611 - Préparation de la pâte .....	47
2612 - Extraction de l'extrait de saturation .....	47
2613 - Mesure de la conductivité .....	47
26131 - Vérification de la constante de cellule .....	48
26132 - Courbe d'étalonnage .....	49
2614 - Dosage des anions .....	51
2615 - Dosage des cations .....	52
2616 - Calcul du S.A.R. ....	53
262 - Dosage des chlorures sur terre sèche .....	53
27 - <u>COMPLEXE ABSORBANT</u> .....	55
271 - Méthode Sogreah (Toujan) .....	55
2711 - Principe .....	55
2712 - Mode opératoire .....	55
27121 - Sols non salés .....	55
27122 - Sols salés .....	57
272 - Méthode Bondy (Ollat) .....	59
2721 - Principe .....	59
2722 - Réactifs .....	59
2723 - Mode opératoire .....	61
28 - <u>PHOSPHORE ASSIMILABLE DANS LES SOLS CALCAIRES</u> <u>(METHODE D'OLSEN)</u> .....	65

281 - Réactifs utilisés .....	65
282 - Extraction du P <sup>2</sup> O <sup>5</sup> assimilable .....	66
283 - Colorimétric .....	66
2831 - Gamme étalon .....	66
2832 - Mesure proprement dite .....	67
284 - Courbes .....	68
285 - Calculs .....	68
286 - Echelle de fertilité .....	68
29 - <u>FER TOTAL</u> .....	70
291 - Méthode I .....	70
292 - Méthode II Bondy .....	71
210 - <u>FER LIBRE</u> .....	73
2101 - Méthode Demolon .....	73
2102 - Méthode Deb .....	74
21021 - Extraction .....	74
210211 - Réactifs .....	74
210212 - Mode opératoire .....	74
21022 - Volumétrie .....	75
210221 - Principe .....	75
210222 - Réactifs .....	75
210223 - Mode opératoire .....	76
21023 - Colorimétrie .....	77
210231 - Principe .....	77
210232 - Réactifs .....	77
210233 - Mode opératoire .....	78
211 - <u>SULFATES</u> .....	79
212 - <u>p H</u> .....	81

A N A L Y S E D E S E A U X  
=====

	Page
1 - <u>pH</u> .....	83
2 - <u>RESIDU SEC</u> .....	84
3 - <u>DILUTION ET PRISE D'ESSAI</u> .....	85
31 - Prises d'essais .....	85
32 - Dilution pour le sodium .....	85
4 - <u>DOSAGE DES ANIONS</u> .....	86
41 - $SO_4$ .....	86
411 - par gravimétrie .....	86
412 - par complexométrie .....	86
4121 - Mode opératoire .....	86
4122 - Prises d'essai et calculs .....	87
4123 - Réactifs .....	87
4124 - Inconvénients de la méthode .....	88
42 - Cl .....	88
43 - $CO_3$ .....	88
5 - <u>DOSAGE DES CATIONS</u> .....	90
51 - Dosage du Ca au complexon .....	90
511 - Réactifs .....	90
512 - Mode opératoire .....	91
52 - Dosage du Mg au complexon .....	91
521 - Réactifs .....	91
522 - Mode opératoire .....	92

	Page
53 - Dosage du Na .....	92
6 - <u>DIGRE HYDROTOMETRIQUE</u> .....	94
7 - <u>CALCULS</u> .....	95

ANALYSE DES SOLS  
=====

L'échantillon de sol qui va être soumis à l'analyse a déjà subi une préparation à savoir :

- séchage à l'air libre;
- tamisage et pesée des éléments grossiers de  $\phi > 2 \text{ m/m}$

Les analyses qui vont suivre se font donc sur la fraction du sol dont les particules sont  $< 2 \text{ m/m}$ . Chaque échantillon sera parfaitement homogénéisé avant chaque prise d'essai.

.../...

I - ANALYSES PHYSIQUES  
=====

11 - ANALYSE GRANULOMETRIQUE  
=====

111 - ELEMENTS GROSSIERS :

1111 - TAMISAGE DES SABLES GROSSIERS.

Se fait aux 5 tamis à maille de 1 m/m

0,5

0,2

0,1

0,05

- Peser 100 g de sol à la Mettler (type K 7 T - portée 800 g)
- Les placer sur tamis de 0,05 et laver sous jet du robinet en remuant avec un pinceau jusqu'à ce que l'eau qui s'écoule soit claire.
- Transvaser le refus dans une assiette alu.
- Porter à l'étuve à 105° jusqu'à séchage.
- Placer ce sol sec sur les 5 tamis emboîtés et secouer à la main si l'échantillon est peu sableux ou mécaniquement au Planchister (ROTEX) si très sableux.
- Peser le refus de chaque tamis.
- Ce qui donne le sable % pour chaque fraction.
- Ces 5 pourcentages serviront à marquer les 5 premiers points de la courbe granulométrique aux 5 diamètres de grains correspondants dans le cas d'utilisation de la méthode Bouyoucos pour laquelle les résultats sont exprimés par une courbe cumulative.

1112 - DETERMINATION DES SABLES GROSSIERS SUR LA MEME PRISE D'ESSAI QUE LES ELEMENTS FINS.

Après décantation des éléments fins de la suspension, les sables restent au fond de l'éprouvette et peuvent être séparés et posés (voir plus loin).

112 - ELEMENTS FINS

- 2 méthodes { (1) pipette de Robinson  
(2) densimétrique : Bouyoucos

Nous décrivons la méthode Bouyoucos quoique tendant de plus en plus à l'abandonner pour la méthode pipette.

Nous n'utiliserons le Bouyoucos que dans le cas particulier de sols très argileux et ne renfermant que 0 à 5 % d'éléments grossiers.

De nombreux essais comparatifs Bouyoucos - Pipette de Robinson nous permettent de constater que la méthode Pipette donne des résultats s'accordant avec la texture observée sur le terrain alors que la méthode Bouyoucos semble donner une appréciation trop forte de l'argile (10 % en moyenne), les pourcentages de limon concordant.

#### 1121 - PIPETTE DE ROBINSON

##### a) Mise en suspension

- Peser 20 g de sol.
- Les placer dans béccher de 400 cc. forme haute.
- Attaquer par 5 cc.  $H_2O_2$  (110 V.).
- Humecter par quelques  $cm^3$  d'eau ordinaire.
- Remuer.
- Rajouter eau ordinaire jusqu'à volume total de 200 cc. environ (on peut réduire ce volume à 50 ou 100 cc. mais il faut veiller à ne pas aller à sec).
- Porter à l'ébullition au B.S. pendant 3 heures (surveiller effervescence et mousse au départ pour empêcher de déborder). Les matières organiques sont ainsi détruites.
- Prendre soin de rincer les bords du béccher d'un jet de pissette (eau ordinaire) dès la cessation du chauffage.
- Laisser décanter.
- Jeter le liquide surnageant clair.
- Faire passer ce qui reste sur filtre plat et sur entonnoir de 100 cc. de  $\phi$  à l'aide d'une pissette remplie d'eau ordinaire.
- Après écoulement de cette eau remplir une fois l'entonnoir avec KCl N/10 (7,5 g/l).
- Puis un lavage à l'eau ordinaire.
- Décoller la terre du filtre en ouvrant le filtre sur une coupelle creuse en aluminium ( $\phi$  200 m/m) et en s'aidant d'un pinceau souple et d'une pissette remplie d'eau. Détruire les agrégats dans l'eau à l'aide du pinceau, bien rincer le filtre, le presser.

- Transvaser terre + eau dans éprouvette graduée de 1.000.
- Ne pas compléter à 1.000
- Ajouter le dispersant :
  - ( 40 cc d'héxamétaphosphate de soude (à 50 g/l)
  - ( (préparé à chaud) + 2 cc. d' $\text{NH}_4\text{OH}$
- ( L'adjonction d' $\text{NH}_4\text{OH}$  permet d'atteindre un pH en général voisin de 10, pH pour lequel les suspensions sont parfaitement stables et à l'abri de toute possibilité de floculation (en l'absence de gypse).
- Cette préparation y compris la mise en éprouvette et l'addition de dispersant se fait la veille du jour où l'on fait la mesure proprement dite.
- Le lendemain on complètera à 1.000 avec de l'eau ordinaire (préparée la veille dans un ballon de 10 l. par exemple pour être à la température ambiante).
- Procéder par séries de 10.
- Préparer une 11ème éprouvette contenant :
  - 40 cc héxamétaphosphate
  - 2 cc  $\text{NH}_4\text{OH}$
  - Eau ordinaire Q.S. à 1.000 cc.

#### REMARQUE

Si présence de gypse dans l'échantillon la suspension flocule. Dans ce cas :

- siphonner le liquide clair - Transvaser la terre dans béccher de 400
- ajouter 5 g d'oxalate d'ammonium + eau.
- ébullition au B.S. 1 h.
- refroidir - Mettre en éprouvette.
- dispersant.

Si nouvelle floculation recommencer cette opération.

#### b) Mesure proprement dite

Se fait à la pipette de Robinson (20 ou 30 ml) montée sur un support.

- 1er prélèvement : limon + argile + dispersant  
( $\phi$  0,02 m/m).

( à 10 cm de profondeur.  
( intervalle de temps variant avec la température.

- Prendre la température et se reporter au tableau page 10 pour voir le temps auquel il faudra faire le prélèvement, soit une température de 15° - Temps de chute = 5'27".
- Agiter la suspension avec un agitateur à main. Mettre en marche un chronomètre. Attendre 5'27".
- Placer l'éprouvette sous la pipette. Faire descendre la pipette au niveau du liquide dans l'éprouvette.
- Au bout de 5'27" plonger la pipette sur une profondeur de 10 cm. lisible sur règle graduée fixée au support de la pipette.
- Aspirer la suspension jusqu'à remplissage de la pipette (20 ou 30 ml).
- La vider dans une capsule tarée en aluminium de poids (T).
- Evaporer à sec à l'étuve.
- Refroidir. Peser (à la Mettler type B 5 portée 200 g)  
poids sec = (S)  
(S) - (T) = différence I (limon + argile + dispersant).
- Faire aussi un prélèvement du même volume de dispersant en solution dans 1.000 d'eau.  
(S) - (T) = différence III
- 2ème prélèvement : argile + dispersant ( $\phi = 0,002$  m/m).  
après 6 h., 7 h. ou 8 h.  
profondeur variant avec la température.
- Se reporter au tableau page 10 pour connaître la profondeur en fonction de la température.
- Faire le prélèvement. Evaporer dans capsule tarée.
- Refroidir. Peser.  
(S) - (T) = différence II (argile + dispersant).  
Les résultats peuvent être notés comme suit :

.../...

Exemple

Limon + argile + dispersant			Argile + dispersant			Eau + dispersant	
	<u>Diffé-</u> <u>rence I</u>	<u>Diffé-</u> <u>rence (A)</u>		<u>Diffé-</u> <u>rence II</u>	<u>Diffé-</u> <u>rence (B)</u>		<u>Différence</u> <u>III</u>
<u>1</u> (S)	9.068	0.356	<u>12</u> (S)	9.035	0.242	<u>13</u> (S)	8.831
(T)	8.712	0.242	(T)	8.793	0.063	(T)	8.768
	<u>0.356</u>	<u>0.114</u>		<u>0.242</u>	<u>0.179</u>		<u>0.063</u>

où 1 - 12 - 13 sont les numéros des capsules.

(S) : le poids sec

(T) : la tare

Différence I - différence II = différence A = limon

Différence II - différence III = différence B = argile

Limcn % = différence A x 166

Argile % = différence B x 166

et dans l'exemple précédent en supposant un volume de pipette Robinson de 30 ml :

$$\text{Limon \%} = 0,114 \times \frac{1.000}{30} \times \frac{100}{20} = 19 \%$$

$$= 166$$

$$\text{Argile \%} = 0,179 \times 166 = 30 \%$$

Après avoir fait ces 2 prélèvements d'éléments fins on peut décanter ces éléments fins pour obtenir des éléments grossiers.

- 1ère décantation des éléments fins.

- Calculer le temps de chute limon + argile + dispersant pour une profondeur de 30 cm (hauteur moyenne de la suspension dans l'éprouvette) et pour la température mesurée.

- Autrement dit ce temps sera 3 fois celui qui est porté sur le tableau page 10 dans la colonne : particules de 0,02 m/m de  $\phi$ .

- La manipulation est la suivante :

Agiter avec agitateur à main :

Mettre chrono en route

Si température 20°, temps de chute sera :

3 x 4'48"

Donc attendre 14'24" et décantier.

Les décantations peuvent se faire à 15" d'intervalle entre chaque échantillon.

- 2ème décantation des éléments fins.

- Rajouter 10 cc hexamétaphosphate.

- Compléter à 1.000 à l'eau ordinaire.

- Mesurer la température (qui est généralement différente de la première).

- Calculer le temps de chute sur 30 cm (soit trois fois le temps de chute limon + argile).

- Agiter (agitateur à main).

- Mettre chrono en marche.

- Attendre le temps calculé et décantier le liquide clair.

- Faire passer le sol qui reste au fond de l'éprouvette (sable) dans une assiette à sable.

- Sécher à l'étuve. Peser. Ce poids est le poids total des sables sur cette fraction de 20 g de sol.

- Sable.

Laver ces éléments grossiers totaux sur le tamis de 0,05 sous le jet du robinet.

Faire passer le refus du tamis de 0,05 sur une assiette alu. Sécher à l'étuve.

Peser en fractionnant aux différents tamis suivant la demande : 2 de 5 tamis.

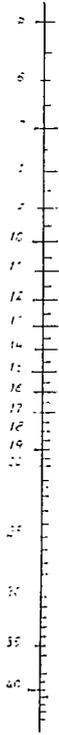
2 tamis = peser le refus du tamis de 0,2 mm.  
puis " " " " de 0,05 mm.

La différence entre le poids total de sable et cette somme est la fraction "sable très fin" comprise entre 20  $\mu$  et 50  $\mu$ .

.../...

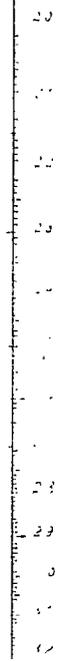
## Nomogramme pour analyse mécanique

- 1 Viscosité de l'eau en  $\text{g. cm}^{-1} \text{sec}^{-1}$
- 2 Poids spécifique des grains
- 3 Poids spécifique de l'eau
- 4 Vitesse en  $\text{cm. sec}^{-1}$
- 5 Diamètre en mm
- 6 Température en degrés  $^{\circ}\text{C}$
- 7 Hauteur en cm
- 8 Temps en secondes

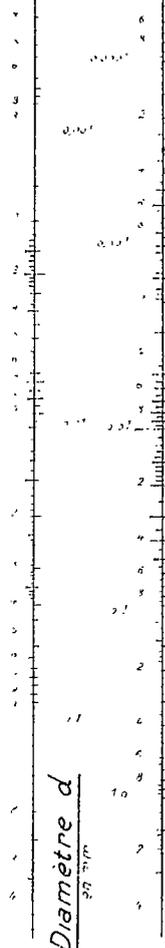


Température  $t$

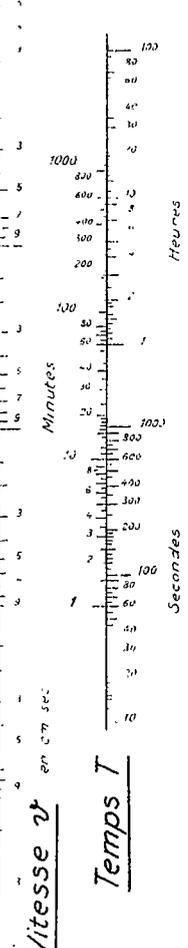
Poids  
spécifiques  $S$



Diamètre  $d$   
en mm



Vitesse  $v$   
en cm sec



Temps  $T$



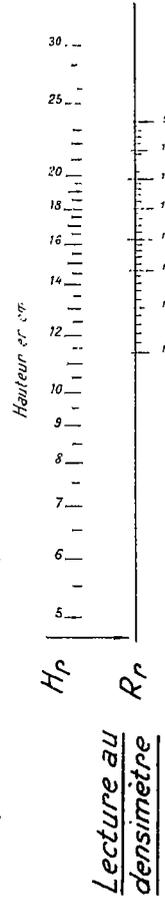
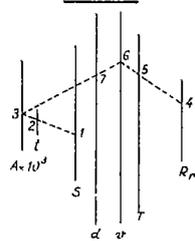
## Loi de Stokes

$$d = \sqrt{A \cdot v}$$

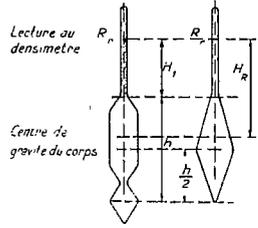
$$A = \frac{1800n}{S - S_1}$$

$$v = \frac{H}{T}$$

### Clef.



Hauteur en cm  
 $H_p$   
 $R_p$   
Lecture au densimètre



Lecture au densimètre  $R_p$   
Centre de gravité du corps  
Hauteur  $H$  qui correspond à la lecture  $R$  de :  
$$H_R = H_1 + \frac{1}{2} \left( h \cdot \frac{\text{Volume du corps du densimètre}}{\text{Surface de l'éprouvette}} \right)$$
  
Constant

Après avoir déterminé  $H_R$  pour différentes valeurs  $R_p$  ou trouver ces dernières inscrites sur le côté droit de l'échelle  $H_R$  on peut alors établir ensuite la graduation

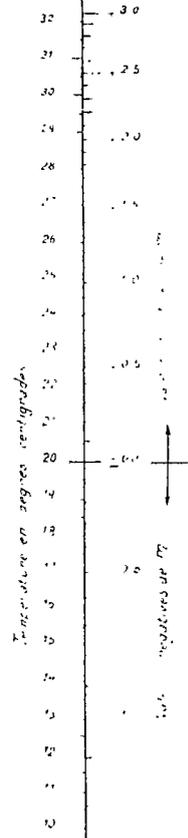
## Tableau pour la détermination de l'influence de la température

Pour densimètre étalonné à 20° centigrades

- $S$  : Poids spécifique de l'échantillon
- $R_p$  :  $(n \cdot 1) 10^3$
- $n$  : Lecture de la densité au densimètre
- $m$  : Correction de température
- $W_0$  : Poids total de l'échantillon

Etant donné une catégorie de grains de diamètre  $d$ ,  $W_0$  représente le pourcentage par rapport à l'échantillon entier des grains de diamètre inférieur à  $d$

$$W_0 = \frac{S}{S - 1} \cdot \frac{100}{W_0} \cdot (R_p + m)$$



5 tamis = peser le refus des tamis de 1 mm  
0,5  
0,2  
0,1  
0,05

La fraction 20  $\mu$  - 50  $\mu$  est obtenue de la même manière.

On obtient ainsi les différentes fractions :

Argile ..... 2  $\mu$   
Limon ..... 2  $\mu$  à 20  $\mu$   
Sable très fin ..... 20  $\mu$  à 50  $\mu$   
Sable fin ..... 50  $\mu$  100 - 200  $\mu$   
Sable grossier ..... 200  $\mu$  500 - 1000 - 2000  $\mu$

La somme de tous les pourcentages obtenus doit se rapprocher le plus possible de 100.

TABLEAU SERVANT AU PRELEVEMENT DES PARTICULES DE 0,02 et de 0,002 m/m de  $\phi$

Tres en °	Particules de 0,02 m/m de $\phi$	Particules de 0,002 m/m de $\phi$				
	Temps de chute. pour 10 cm en min. et sec.	Temps de chute. pour 10 cm en h. et min.	Profondeur de décantation ou de prélèvement en cm après			
			8 h	7 h	6 h	5 h
10°	6'14"	10 h. 23'	7,7 cm	6,7 cm	5,8 cm	4,8 cm
11	6 03	10 06	7,9	6,9	5,9	4,9
12	5 54	9 49	7,1	7,1	6,1	5,1
13	5 44	9 34	8,4	7,3	6,3	5,2
14	5 35	9 19	8,6	7,5	6,4	5,4
15	5 27	9 05	8,8	7,7	6,6	5,5
16	5 19	8 51	9,0	7,9	6,8	5,6
17	5 10	8 37	9,3	8,1	7,0	5,8
18	5 03	8 24	9,5	8,3	7,2	5,9
19	4 55	8 12	9,8	8,6	7,3	6,1
20	4 48	8 00	10,0	8,8	7,5	6,2
21	4 41	7 48	10,3	9,0	4,7	6,4
22	4 34	7 37	10,5	9,2	7,9	6,6
23	4 28	7 26	10,8	9,4	8,1	6,7
24	4 22	7 16	11,0	9,7	8,3	6,9
25	4 15	7 06	11,3	9,9	8,5	7,0
26	4 10	6 56	11,5	10,1	8,7	7,2
27	4 04	6 47	11,8	10,3	8,9	7,4
28	3 59	6 38	12,1	10,6	9,1	7,5
29	3 54	6 29	12,3	10,8	9,3	7,7
30	3 48	6 21	12,6	11,0	9,5	7,9

1122 - METHODE BOUYOUCOS

- a) étalonnage du densimètre
- b) mise en suspension
- c) mesure proprement dite
- d) résultats obtenus
- e) expression des résultats

a) Etalonnage du densimètre et des éprouvettes

D'après la formule

$$HR = H_1 + \frac{1}{2} \left( h - \frac{V}{S} \right)$$

ou  $H_R$  : est la hauteur en cm pour les différentes densités de 995 à 1.030.

$H_1$  : est la hauteur de la tige du densimètre pour la division considérée.

$h$  : la hauteur du corps du densimètre.

$V$  : le volume du corps du densimètre (obtenu en plongeant le corps du densimètre dans une éprouvette graduée remplie d'eau).

$S$  : la surface de l'éprouvette ( $= \pi r^2$ ).

On obtiendra donc  $H_R$  pour 995,  $H_R$  pour 1.000,  $H_R$  pour 1.005, etc...;  $H_1$  étant le facteur variable et  $\frac{1}{2} \left( h - \frac{V}{S} \right)$  le facteur constant.

Les valeurs trouvées seront portées sur la ligne  $R_T$  du nomogramme.

b) Mise en suspension

Se reporter à la mise en suspension décrite dans la méthode pipette qui est identique dans les 2 cas.

c) Mesure proprement dite

Se fait au densimètre Bouyoucos.

- Aligner les éprouvettes complétées à 1.000 (une série de 10 en général).
- Prendre la température; la noter.
- Agiter la première suspension avec un agitateur à main.
- Mettre en marche un chronomètre dès l'arrêt de l'agitation.
- Introduire doucement le densimètre dans la suspension afin de ne pas perturber la chute des particules et lire les densités aux différents intervalles de temps  
4' - 8' - 15' - 30' - 1h. - 2h. - 3h. - 4h. - 5h. ...  
..... 24h.
- Après la lecture des 15' on agite la deuxième suspension et on commence les lectures.
- Chaque échantillon se commence donc à  $\frac{1}{4}$  d'h. d'intervalle du précédent.

d) Résultats obtenus

Exemple :

Part	Intervalle	Température	Densité lue	Densité corrigée	Diamètre des grains en m/m	% des éléments
h 30	4'	19°	1.011			
	8'		1.010,5			
	15'		1.010			
	30'					

- Les densités lues sont corrigées à cause de l'influence du dispersant utilisé.

- Dans notre cas particulier on diminuera chaque densité lue d'1 unité pour obtenir la densité corrigée.

- Les chiffres obtenus permettent de calculer d'une part

- Les diamètres des particules portés en abscisse sur la courbe;

d'autre part :

- Le pourcentage des éléments portés en ordonnée (graduation de 0 à 100 de bas en haut).

- Calcul du diamètre des particules

Se servir du nomogramme et suivre la clef :

- Marquer 1 : poids spécifique moyen = 2,65

- Joindre 1 à 2 : marquer 3

- Joindre 4 à 5 : marquer 6

- Joindre 6 à 3 : noter le résultat 7 = diamètre en m/m.

Répéter cela pour chaque valeur de la densité corrigée.

- Calcul du pourcentage des éléments

Donné par la formule :

$$W \% = \frac{S}{S - 1} \times \frac{100}{W_0} (R + m)$$

dans laquelle :

S = poids spécifique de l'échantillon (2,65 en moyenne)

W<sub>0</sub> = poids total de l'échantillon (20 g).

$$\bar{R} = (r - 1) \cdot 10^3.$$

ou  $r$  = lecture de la densité.

$m$  = correction de température calculée sur l'abaque situé à droite du nomogramme:

(valeurs  $> 0$  pour les températures  $> 20^\circ$ )  
(valeurs  $< 0$  pour les températures  $< 20^\circ$ )

Ces pourcentages se calculent une fois pour toutes pour chacune des densités aux différentes températures.

De 1.013	à 1.000	pour 15°, 16°, 17°,
1.012,5	à 1.000	pour 18°, 19°, 20°,
1.012	à 999,5	pour 21°, 22°, 23°,
1.011,5	à 999	pour 24°, 25°, 26°,
1.010,5	à 998	pour 29°, 28°,
1.010	à 997,5	pour 29°, 30°, 31°, 32°.

e) Expression des résultats

Sous forme de courbes cumulatives tracées sur un papier semi-logarithmique.

- Les diamètres des particules sont lus de droite à gauche de  $2\ \mu$  à  $2.000\ \mu$ .
- Les pourcentages des éléments sont lus de bas en haut de 0 à 100.

- Construction de la courbe

En abscisse : à 2 m/m de  $\phi$  marquer le point 0  
à 1 m/m " " le 1er chiffre du tamisage de sable grossier  
à 0,5 m/m de  $\phi$  marquer le 2ème chiffre qui s'ajoute au premier  
à 0,2 m/m de  $\phi$  marquer le 3ème chiffre qui s'ajoute aux 2 1ers  
à 0,1 m/m de  $\phi$  marquer le 4ème chiffre qui s'ajoute aux 3 1ers  
à 0,05 m/m de  $\phi$  marquer le 5ème chiffre qui s'ajoute aux 4 1ers.

Pour ces 5 points les pourcentages se lisent de haut en bas sur l'axe des ordonnées. Puis en fonction des  $\phi$  et des pourcentages calculés marquer les autres points de la courbe. Joindre les différents points.

- Lecture de la courbe

% d'argile = chiffre lu à 0,002  
% de limon = " " à 0,02 - argile

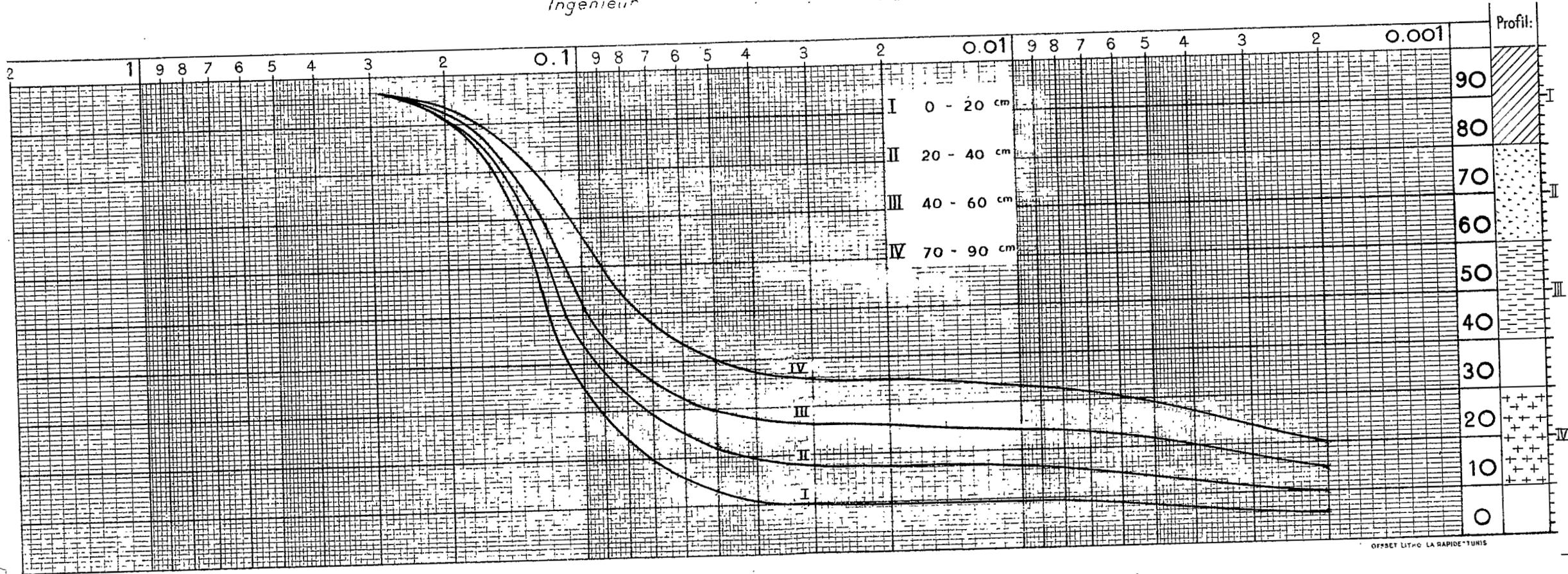
% de sable fin = chiffre lu à 0,2 - limon + argile

% de sable grossier = 100 - (sable fin + limon + argile).

Perimetre de

Ingénieur

Sondage: \_\_\_\_\_



12 - HUMIDITE

=====

- Tarer une capsule en aluminium avec couvercle → poids (T).
- Mettre un poids indéterminé de terre humide. Peser → poids (H).
- Porter la capsule ouverte à l'étuve à 105° pendant 24 heures.
- La sortir. Boucher. Refroidir au dessiccateur. Peser → poids (S).
- Remettre la capsule débouchée 2 heures à l'étuve.
- Refroidir. Peser.
- Opération terminée si la 2ème pesée ne diffère pas de la 1ère de plus de 10 mg.
- Sinon remettre à l'étuve jusqu'à poids constant.

Exemple :

N° capsule	Poids	Différence	Humidité %
1	(H) - 27.441	1.010	5,8
	(S) - 26.431	17.507	
	(T) - 8.924		

13 - AGREGATS (Méthode HENIN)<sup>+</sup>

131 - PRINCIPE DE LA METHODE :

1311 - DETERMINATION DE L'INDICE DE STABILITE DE LA STRUCTURE - I<sub>S</sub> -

- a) L'un des facteurs de cet indice est le pourcentage d'agrégats compris entre 0,2 et 2 mm stables à l'eau.

Un prétraitement à l'alcool a en général un effet protecteur sur la structure. Un prétraitement au benzène a, au contraire, un effet sensibilisateur sauf sur les terres riches en matière organique.

On déterminera donc le taux d'agrégats stables :

- a') sans prétraitement (témoin)
- b') après un prétraitement à l'alcool
- c') après un prétraitement au benzène

Le pourcentage d'agrégats stables sera la moyenne arithmétique des 3 chiffres obtenus.

- b) Le second facteur de l'Indice I<sub>S</sub> est l'aptitude de la terre étudiée à se disperser. On déterminera donc la fraction (argile + limon) (plus représentative que la fraction argile) dans les 3 cas.

On se placera dans les conditions les plus défavorables en prenant le chiffre maximum pour cette fraction. (Ce chiffre est en général celui obtenu avec le témoin, ou, le plus souvent, avec le prétraitement au benzène - mais il importe de faire les 3 déterminations).

- c) La fraction Sable grossier jouant un rôle important dans le taux d'agrégats stables obtenus, il importe d'en tenir compte, d'où la formule permettant de calculer I<sub>S</sub>

$$I_S = \frac{(A + L) \text{ maximum}}{\text{Moyenne agrégats grossiers} - 0,9 \text{ S.G.}}$$

(+) Méthode mise au point par M. HENIN au C.N.R.A. (Versailles), utilisée par G. MONNIER pour l'étude des sols de France (Cf. Ann. Agro. 1955, N°4)

- Agiter en 20 retournements successifs de l'erien.  
(Cette opération doit être identique avec tous les échantillons).
- Faire passer le contenu de l'erien sur un tamis Modèle 24 NF XII - 501 de 0,2 mm ( $\varnothing$  10 cm) lui-même dans une capsule de porcelaine de 1 litre à fond plat. Bien rincer l'erien.
- Tapoter 5 ou 6 fois le tamis contre le fond de la capsule pour éliminer les bulles d'air qui se sont formées sous le tamis.
- Tamiser. - Le tamisage est l'opération la plus délicate. Le niveau d'eau dans la capsule doit se trouver à peu près à 1 cm en dessous du bord supérieur du tamis. Imprimer au tamis, maintenu à pleine main, un mouvement de rotation alternatif dont l'amplitude sera approximativement de  $120^\circ$ . Dans un sens le tamis doit monter, la toile affleurant alors la surface de l'eau, dans l'autre, il descend pour toucher finalement le fond de la capsule. (La résultante est donc, en théorie, un mouvement hélicoïdal, assez vigoureux pour qu'on entende crisser le sable sur la toile du tamis. Faire 20 allers et retours de tamis. Cette opération demande une certaine adaptation pour être exécutée correctement et de façon identique sur tous les échantillons.
- Conserver le contenu de la grande capsule (pour la détermination de (A + L) - (voir plus loin).
- Retirer le tamis, le retourner sur une capsule en porcelaine de 500 cc et par un jet de pissette tangent à la toile, faire passer les agrégats restés sur la toile dans la capsule. Bien rincer le tamis.
- Décanter le liquide de la capsule de 500 dans la grande capsule de porcelaine.
- D'un jet de pissette, faire passer les agrégats dans une petite capsule de porcelaine de 75 cm de  $\varnothing$ .
- Décanter le liquide de cette petite capsule dans la grande capsule. Sécher les agrégats à l'étuve à  $105^\circ$ .
- Après dessiccation, laisser refroidir à l'air.
- Peser.
- Mêmes opérations sur les béchers 2 et 3.
- Les poids obtenus multipliés par 10, donnent le % d'agrégats stables à l'eau, après prétraitement à l'alcool et après prétraitement au benzène.
- Remarque : Il peut être intéressant de comparer les 3 chiffres obtenus pour l'eau, l'alcool et le benzène. (Par exemple, un chiffre nettement plus faible pour le prétraitement au benzène traduit la pauvreté en matière organique).

- Effectuer la moyenne des 3 chiffres obtenus.

Remarque :

- Pratiquement opérer par séries de 10 échantillons.
- Faire 3 pesées pour chaque échantillon.
- S'occuper d'abord du traitement à l'eau.
- Au temps 0 remplir d'eau l'échantillon n° 1  
 après 5' " " " n° 2  
 " 10' " " " n° 3  
 etc...
- Au bout de 30' :  
 on remplit d'eau le n° 7  
 et on commence le tamissage du 1
- A 35' :  
 remplissage du 8 et tamisage du 2  
 etc...
- Au bout de 45' :  
 remplir d'eau le n° 10  
 et en même temps mettre 10 cc d'alcool  
 dans le n° 1  
 et tamisage de l'échantillon suivant.
- A 50' :  
 mettre 10 cc d'alcool dans le n° 2 et  
 compléter le n° 1 en eau  
 etc...
- Idem pour le benzène  
 10 cc dans chaque échantillon à 5' d'inter-  
 valle et compléter en eau après 5'.

1332 - DETERMINATION DE (A + L) MAXIMUM

- Récupérer le contenu de la grande capsule de porcelaine, la faire passer en allonge de 1 litre. Compléter à un litre.
- Déterminer le taux (A + L) sans dispersant à la pipette de Robinson. Agiter énergiquement avec un agitateur à main pendant 20 secondes.
- Des trois chiffres obtenus pour (A + L) on ne doit retenir que le chiffre le plus élevé. Pratiquement ce chiffre correspondant au traitement au benzène on ne détermine la valeur (A + L) que sur l'échantillon traité au benzène.

$$I_s = \frac{(A + L) \text{ maximum } \%}{\text{Moyenne des agrégats } \% = (0,9) \text{ S.G. } \%}$$

(S.G. = % sables grossiers donné par l'analyse mécanique normale de la terre ou sables grossiers obtenus sur le tamis de 2 mm après destruction des agrégats par l'eau directement (en l'absence de matière organique) ou bien par H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> à chaud puis par l'eau (si les sols contiennent de la matière organique)).

Temps	Traitement à l'eau										Traitement à l'alcool										Traitement au benzène									
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
0	E																													
5min.		E																												
10			E																											
15				E																										
20					E																									
25						E																								
30	T						E																							
35		T						E																						
40			T						E																					
45	..... T .....										..... A .....																			
50					T					E	A																			
55						T					E	A																		
60							T					E	A																	
1 H 05								T					E	A																
1 H 10									T					E	A															
1 H 15										T					E	A														
1 H 20											T					E	A													
1 H 25												T					E	A												
1 H 30													T					E	A											
1 H 35	.....										..... T .....										..... E .....									
1 H 40														T					E	B										
1 H 45															T					E	B									
1 H 50																T					E	B								
1 H 55																	T					E	B							
2 H																		T					E	B						
2 H 05																			T					E	B					
2 H 10																				T					E	B				
2 H 15																					T					E	B			
2 H 20																						T					E	B		
2 H 25																							T					E	B	
2 H 30																								T					E	B
2 H 35																									T					
2 H 40																										T				
2 H 45																											T			
2 H 50																												T		
2 H 55																													T	

Légenda:

- E : Remplir le becher d'eau distillée.
- A : Verser 10 ml d'alcool.
- B : Verser 10 ml de benzène.
- T : Agiter l'échantillon dans un erlenmeyer et tamiser dans l'eau .

(Le facteur 0,9 est choisi pour tenir compte des variations possibles dans le taux d'éléments grossiers des sols pauvres en sables).

En conséquence, plus le sol étudié est stable, plus l'indice  $I_s$  sera faible.

### 1312 - DETERMINATION DE LA PERMEABILITE

Cette détermination faite en laboratoire, a pour but de calculer le coeff. K de la loi de Darcy :

$$Q = \frac{K h x s}{l} \quad \text{d'où} \quad K = \frac{Q l}{h s}$$

Q = débit

h = charge

s = surface

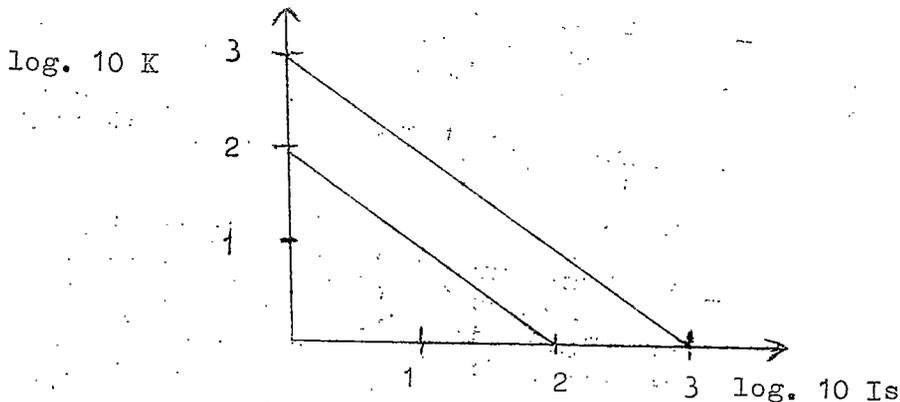
l = hauteur de la colonne de terre.

La terre est soumise à une charge d'eau constante, dans un tube calibré et l'on mesure la quantité d'eau qui la traverse pendant une heure (Q). On connaît h, s et l - d'où la valeur de K (pente motrice, en cm/heure).

### 1313 - REPRESENTATION DES RESULTATS

On constate une corrélation entre les valeurs obtenues pour  $I_s$  et K. Pour des raisons de commodité dans la représentation graphique, on porte en abscisses le logarithme de ( $I_s \times 10$ ) et en ordonnée le logarithme de ( $K \times 10$ ).

Les sols se répartissent comme il est indiqué ci-dessous



Les limites indiquées ont été tracées par M. HENIN d'après les résultats obtenus sur des sols de France. Elles n'ont qu'une valeur figurative et pourront subir des modifications.

### 132 - PREPARATION DES ECHANTILLONS

- Choisir des mottes n'ayant pas été abimées au contact du piochon ou de la pelle lors du prélèvement. Laisser sécher à l'air.
- Tamiser la terre sur tamis Modèle 34 NF XII - 501, 2 mm, à trous carrés (tamis  $\phi$  10 cm). La terre doit être forcée à la main à travers ce tamis. Tamiser fréquemment pour obtenir le maximum d'agrégats intacts.

Si les mottes sont très dures, et s'il n'est absolument pas possible de les forcer à la main, on pourra utiliser le mortier, mais à condition d'opérer avec ménagement, et de tamiser très souvent. Ce procédé est vivement déconseillé.

Il convient de tamiser au moins 500 g, de préférence, entre 500 et 800 g.

L'échantillonnage au cours des pesées est très délicat. Eten- dre la terre en une couche d'un centimètre d'épaisseur, dans un plateau (30 x 20 cm environ). Eviter de secouer le plateau, ce qui entraînerait un triage de particules.

- Prélever les 10 g nécessaires à l'étude de  $I_s$  en 5 à 6 prises réparties sur le plateau, les 50 g pour l'étude de la permé- abilité en une dizaine de prises.

### 133 - TECHNIQUES

#### 1331 - DETERMINATION DE $I_s$

- Echantillonner 3 fois 10 g de terre et les placer dans 3 béchers de 250 cc parfaitement secs. Etaler en couche uniforme.
- Verser doucement dans le 1er bécher 10 cc d'alcool éthylique, dans le second 10 cc de benzène. Remplir le 3ème avec de l'eau distillée ou échangée.
- 5 minutes plus tard, compléter les béchers 1 et 2 avec de l'eau distillée ou échangée. Laisser reposer 25 minutes.
- Une demi-heure après le début de l'opération, vider le contenu du 1er bécher dans un erlen de 750 cc par l'intermédiaire d'un entonnoir de verre de 13 cm de diamètre. Rincer le bécher à la pissette en évitant d'envoyer le jet sur des agrégats. Toute la terre étant passée dans l'erlen, boucher après rinçage de l'enton- noir.

$I_s$  peut varier entre 0,1 pour les terres de très bonne stabilité structurale (terres noires sur pouzzolanes de l'Ouest Cameroun p.ex.) et 300 ou plus pour des terres à très mauvaise structure (terres salées d'Irak p.ex.).

### 1333 - DETERMINATION DE K

Cette détermination exige l'emploi de tubes pyrex de 15 cm environ de hauteur et de  $\phi$  intérieur 32 mm. Ces tubes seront fermés à la base par un morceau d'étoffe maintenu par un élastique. Placer dans le fond du tube du sable grossier ou du gravier (calibre 2 à 3 mm) sur une hauteur de 2 cm exactement.

- Échantillonner 50 g de terre
- Placer le tube, dont le fond est garni de gravier, dans un bécher de 250 cc forme haute. Mettre de l'eau dans le bécher jusqu'à environ 1,5 cm au-dessus du niveau du gravier.
- Prélever, dans une main métallique, environ  $1/5$  de la prise d'essai, soit 10 g. Laisser tomber cette terre au centre du tube aussi régulièrement que possible. Les particules tombent dans l'eau contenue dans le fond du tube et subissent ainsi un dégazage. Par 2 mouvements de rotation sur place, égaliser le niveau de la terre.
- Faire monter lentement le niveau d'eau dans le tube à 2 cm environ au-dessus de la terre, au moyen d'une pissette. Opérer avec précaution et éviter dans la mesure du possible les tourbillons perturbant la colonne de terre. Amener ensuite le niveau d'eau du bécher à la hauteur du niveau à l'intérieur du tube. Égaliser le niveau de la terre par 2 nouvelles rotations.
- Continuer le remplissage de la même façon par fraction de 10 g environ. On doit éviter la formation d'anneaux dans la colonne de terre entre chacune des additions.
- Lorsque le remplissage est terminé, ajouter de l'eau dans le tube jusqu'à 1 cm du bord supérieur. Placer le tube sur une rampe, et par l'intermédiaire d'un siphon, le relier à un cristalliseur alimenté par un flacon de Mariotte de façon à conserver un niveau constant. Régler la position du tube pour que le niveau se maintienne à 14,5 cm environ au-dessus du bord inférieur du tube.

- Laisser l'équilibre s'établir pendant 5 à 10 minutes.

Au bout de 10 minutes, commencer à recueillir l'eau qui s'écoule à la base du tube. Noter le temps. Mesurer la quantité écoulée au bout d'une he.

- Mesurer la hauteur de la colonne de terre, en mesurant la distance "base du tube - surface de la terre" et en retranchant 2 cm (gravier au fond du tube).

$$K \text{ (cm/h)} = \frac{Q \text{ cm}^3 \text{ l cm}}{S \text{ cm}^2 \text{ h cm}}$$

Cette détermination peut être faite sur 6 à 10 échantillons à la fois.

Q peut varier de  $\zeta$  à 400 cm<sup>3</sup>

l est en général compris entre 4,4 et 8,5 cm

h = 14,5

s = 8 cm<sup>2</sup>

K peut varier de  $\zeta$  à 40 cm/h

.../...

14 - CAPACITE DE RETENTION

---

141 - METHODE BOUYUCOS

- Poser 15 g de sol environ.
- Les placer sur creuset filtrant de porosité 1 (avec rondelle de papier filtre).
- Remarque : la porosité du creuset est le dernier chiffre à droite du nombre de plusieurs chiffres que porte le creuset.
- Tasser la terre par petits coups sur la table.
- Placer le tout dans un bécher de 400 cc dans lequel on a mis de l'eau ordinaire jusqu'à affleurement à la base de la terre.
- Quand le sol est imbibé par capillarité rajouter de l'eau jusqu'à 2 m/m du niveau supérieur de la terre.
- Laisser en contact une nuit.
- Le lendemain placer le creuset sur une fiole à vide à l'aide d'un joint de caoutchouc et aspirer 20' sous 25 cm de mercure (avec système de flacons barboteurs pour opérer en atmosphère humide). Ces flacons se composent d'un premier flacon rempli d'eau réuni par un tube de verre à un 2ème flacon rempli de coton humide.
- Après aspiration faire un prélèvement de cette terre et placer dans une capsule tarée (T).
- Poser le sol humide (H).
- Sécher à l'étuve.
- Refroidir. Peser. Poids sec = (S).
- Ramener à 100.
- Ceci revient à une mesure d'humidité à partir des trois données : (H), (S), (T).

Humidité % = capacité de rétention du sol pour l'eau.

$$\frac{\text{Capacité rétention}}{1,84} = \text{point de flétrissement}$$

La capacité de rétention est à peu près égale à la moitié de la limite de liquidité d'Atterberg.

142 - METHODE A LA CENTRIFUGEUSE

On opère avec la centrifugeuse M.S.E. Soil Centrifuge.

Cette centrifugeuse est munie d'une tête spéciale permettant d'analyser 16 échantillons à la fois. Un régulateur automatique maintient une vitesse de 2.440 t/min correspondant à une force centrifuge de 1.000 g.

- peser 20 g de terre dans les boites spéciales livrées avec la centrifugeuse après avoir disposé un filtre au fond de la boite.
- placer les boites dans un récipient plein d'eau (cristallisateur, plateau). L'eau doit pénétrer par le fond de la boite, imbibé l'échantillon de terre par capillarité et former à sa surface une lame d'eau de 2 mm environ.
- Laisser en contact 1 heure.
- Bien égoutter.
- Placer les boites dans la tête spéciale de la centrifugeuse.
- Centrifuger 40 minutes.
- Faire passer le contenu des boites dans des capsules à humidité.
- Sécher 24 heures à 110° C. Laisser refroidir.
- Peser.

Calculs :

S = poids sec de la capsule.

T = tare de la capsule

$$\boxed{\text{Capacité de Rétention \%} = (S - T) 5}$$

Remarque : Les résultats obtenus à la centrifugeuse sont plus faibles que ceux que l'on obtient à la méthode Bouyoucos. Ils sont moins précis que les résultats obtenus à l'aide de la plaque poreuse. La méthode a cependant l'avantage de pouvoir être pratiquée en série. Elle peut être mise entre toutes les mains. La précision est trop faible pour du travail de recherche mais suffisante pour évaluer des doses d'irrigation lors d'un travail de cartographie.

15 - LIMITES D'ATTERBERG

{ Liquidité  
{ Plasticité  
{ Retrait

La terre est séchée, pulvérisée (au pilon de caoutchouc), passée au tamis de 0 m/m,5 ou 0 m/m,42 (américain) ou 0 m/m,435 (Saulas).

151 - LIMITE DE LIQUIDITE

Définition : La limite de liquidité est la teneur en eau d'une pâte remaniée de sol exprimée en pourcentage de poids sec, au-dessus de laquelle cette pâte passe de l'état plastique au seuil de l'état liquide.

- Mettre une quantité indéterminée de terre (200 g environ) dans une capsule. Ajouter un peu d'eau distillée. Faire une pâte bien homogène (se détachant de la spatule).
- Placer une partie de cette pâte dans la coupelle de l'appareil Casagrande.
- Aplanir la surface avec une spatule en lucoflex par exemple. Creuser un sillon central à l'aide de la lame en V se trouvant sur le socle de l'appareil.
- Imprimer des secousses à la coupelle par la manivelle latérale (2 secousses par seconde).

Remarque : la hauteur de chute de la coupelle sur le socle doit être de 1 cm. La régler en conséquence.

Expérimentalement : La limite de liquidité est la teneur en eau du sol nécessaire pour que le sillon se referme sur 1 cm à la 25<sup>ème</sup> secousse.

- Il est difficile de se trouver exactement dans ces conditions. Pour y remédier on fait 4 essais dont le nombre de secousses encadre 25. 2 essais auront un nombre de secousses compris entre 10 et 25, et 2 essais entre 25 et 50.

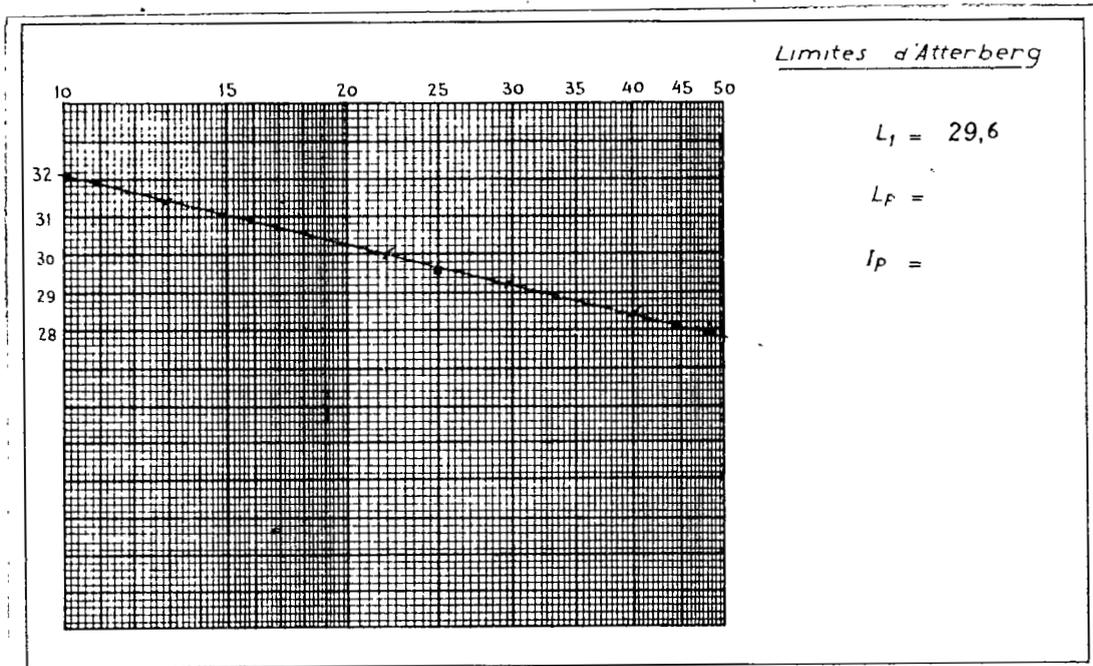
10 est un minimum de secousses et correspond à la limite la plus forte.

- Supposons que pour le premier essai le sillon se soit refermé sur 1 cm, à 13 secousses. Noter ce chiffre.
- Prélever une petite quantité de cette pâte (sur les bords du sillon). La placer dans une capsule à humidité avec couvercle (préalablement tarée (T)).

- Peser  $\longrightarrow$  poids (H).
- Sécher à l'étuve. Peser  $\longrightarrow$  poids (S).
- Rajouter à la pâte un peu de sol sec pour faire un 2ème essai.
- Les 4 essais se feront comme le 1er en rajoutant chaque fois un peu de sol sec. La quantité de sol rajoutée diminue du 1er essai au 4ème (pour ce dernier une petite pincée de sol sec suffit).
- On mesurera donc l'humidité des 4 prises.
- Sur un diagramme on porte :
  - en abscisse : le nombre de secousses
  - en ordonnée : l'humidité correspondante

Les 4 points obtenus doivent se trouver en ligne droite (ou tout au moins 3 points, le 4ème pouvant être aberrant).

La limite de liquidité se lit au point où la droite passe par la ligne 25;



Calculs pour la limite de liquidité

	<u>Pesées</u>	<u>Différences</u>	<u>H %</u>	<u>Nombre de secousses</u>
(H) -	27.609	2,538	31,4	13
(S) -	25.051	8,143		
(T) -	16.908			
(H) -	28.045	2,632	30	22
(S) -	25.413	8,725		
(T) -	16.688			
(H) -	28.194	2,581	29,2	29
(S) -	25.613	8,844		
(T) -	16.769			
(H) -	25.749	1,992	28,4	40
(S) -	23.757	7,015		
(T) -	15.742			

152 - LIMITE DE PLASTICITE (L.P.)

Définition : La limite de plasticité est la teneur en eau d'une pâte remaniée exprimée en % du poids sec, au-dessous de laquelle cette pâte passe de l'état plastique à l'état semi-solide.

Expérimentalement : c'est la plus faible teneur en eau pour laquelle on puisse rouler à la main contre une plaque de verre dépoli un filament de sol qui se fragmente quand il atteint 3 m/m de diamètre environ.

- On utilise la pâte préparée pour la L.L. On rajoute de la terre sèche. Au moment où elle ne colle plus au doigt, on pétrit à la main.
- On prépare deux boules pour pouvoir faire la limite de retrait (l'une plus petite que l'autre pour les reconnaître). On les abandonne au séchage à l'air libre.
- Continuer à pétrir pour faire la L.P.
- Sur une plaque de verre former les bâtonnets d'environ 3 m/m de  $\phi$  et de 10 cm de long. A la limite le bâtonnet se casse. Ramasser les bâtonnets, les mettre dans une capsule tarée (T).
- Faire 3 essais pour chaque échantillon.
- Peser les capsules contenant les bâtonnets humides  $\longrightarrow$  poids (H).

- Sécher à l'étuve. Peser  $\longrightarrow$  poids (S)  $\longrightarrow$  la limite de plasticité.
- Ce qui revient à une mesure d'humidité; la moyenne des 3 résultats  $\longrightarrow$  la limite de plasticité.

Exemple numérique limite de plasticité

	<u>Pesées</u>	<u>Différences</u>	<u>Humidité %</u>	<u>Moyenne</u>
(H) -	19.426	0,420	19,8	
(S) -	19.006	2,124		
(T) -	16.882			
(H) -	22.634	0,674	20,2	
(S) -	21,960	3,327		20,2
(T) -	18.633			
(H) -	20.748	0,718	20,6	
(S) -	20.030	3,521		
(T) -	16.509			

Indice de plasticité : Il représente la différence entre la limite de liquidité et celle de plasticité.

$$IP = IL - LP$$

Il caractérise l'amplitude du domaine du comportement plastique du matériau remanié et constitue une caractéristique qui intervient dans la classification des sols.

Note : On dira que le sol n'est pas plastique  $IP = 0$  si la détermination de  $IL$  s'est avérée impossible.

153 - LIMITES DE RETRAIT (L.R.)

Définition : La limite de retrait est la teneur en eau exprimée en pourcentage du poids sec au-dessous de laquelle un échantillon remanié de sol, moulé au voisinage de L.L. et ne contenant plus d'air après moulage, casse au cours du séchage sans diminuer de volume.

- Les boules, pour les limites de retrait, ont été préparées et mises à sécher à l'air libre d'abord (2 à 3 jours) pour éviter le fendillement, puis à l'étuve (1 à 2 heures à 110°).
- Peser les boules encore chaudes.
- Remplir un vase de mercure jusqu'au bord.

- Mettre le vase à mercure dans un récipient plus grand.  
Bien égaliser le niveau supérieur avec la plaque de verre à 3 pointes.
- Tarer un petit bécher de 100 cc.
- Immerger le bloc de terre.
- Recueillir le mercure déplacé (en prenant soin de ne rien perdre).
- Le peser dans le bécher taré.
- Faire la même opération pour la 2ème boule.

Exemple numérique limite de retrait

<u>Tares béchers</u>	<u>Poids boules sèches</u>	<u>Poids béchers + mercure déplacé</u>
N°		
(1) 45	23	193
(2) 49	12	122

Poids de mercure déplacé

$$193 - 45 = 148$$

$$122 - 49 = 73$$

Volume apparent (13,6 = densité de mercure)

$$\frac{148}{13,6} = 10,9$$

$$\frac{73}{13,6} = 5,35$$

Volume réel (2,6 = densité moyenne du sol)

$$\frac{23}{2,6} = 8,85$$

$$\frac{12}{2,6} = 4,6$$

Volume des vides

$$10,9 - 8,85 = 2,05$$

$$5,25 - 4,6 = 0,75$$

Limite de retrait

$$\frac{2,05 \times 100}{23} = 8,9$$

$$\frac{0,75 \times 100}{12} = 6,25$$

Moyenne = 7,6

II - ANALYSES CHIMIQUES  
=====

21 - AZOTE TOTAL (DEMOLON)

211 - MODE OPERATOIRE

- Prise d'essai : 10 g de sol (qui peut être réduit à 5 g; 2 g; 1 g; suivant la teneur en N).
- Les placer dans matras Kjeldhal à long col de 300 cc
- + 20 cc  $\text{SO}_4\text{H}_2$  au 1/2 (entonnoir sur le col du matras).
- Quand l'effervescence a cessé, chauffer doucement 15' (sous hotte bien ventilée).
- Laisser refroidir.
  - { + 10 cc  $\text{SO}_4\text{H}_2$  pur
  - { + 5 g  $\text{SO}_4\text{K}_2$
  - { + 0,1 g  $\text{SO}_4\text{Cu}$
- Chauffer jusqu'à décoloration (plusieurs heures).
- Après décoloration du liquide surnageant chauffer 1 heure encore.
- L'azote est ainsi transformé en  $\text{SO}_4(\text{NH}_4)_2$ .
- Après refroidissement rajouter en plusieurs fois 100 cc d'eau distillée environ et décantier dans ballon à distiller;
  - + quelques grains de pierre ponce,
  - + lessive de soude en excès (à 30 %) jusqu'à réaction franchement alcaline.
- Adapter à l'appareil à distiller. Chauffer.
- Recevoir le distillat dans un bécher contenant eau distillée + quelques gouttes de rouge de méthyle ou ac. borique à 2 %.
- Neutraliser au fur et à mesure le  $\text{NH}_3$  dégagé par  $\text{SO}_4\text{H}_2$  N/10 versé à la burette;
  - soit : X  $\text{cm}^3$   $\text{SO}_4\text{H}_2$  N/10 versés
  - 1  $\text{cm}^3$   $\text{SO}_4\text{H}_2$  N/10 ----- 0g,0014 N
- si prise d'essai 10 g
  - $\text{Ng} \% = 0,014 x$
- opérer de préférence avec  $\text{SO}_4\text{H}_2$  N/100 où
- 1 cc  $\text{SO}_4\text{H}_2$  N/100 ----- 0 g,00014 N ou 0 mg,14.

Remarque I : On peut aussi recevoir le distillat dans un erlenmeyer de 500 contenant :

( 20 cc d'acide borique à 4 %  
( + un peu d'eau distillée.

Au bout d' 1/4 d'heure la distillation est terminée.

Boucher la fiole contenant le distillat.

Passer à l'échantillon suivant.

Les distillations terminées titrer le  $\text{NH}_3$  fixé à l'état de borate par  $\text{SO}_4\text{H}_2$  N/10 en présence d'indicateur mixte contenant :

( 75 mg de vert de bromocrésol  
( + 50 mg de rouge de méthyle  
pour 100 ml d'alcool à 95°

Remarque II : La minéralisation de l'N peut être obtenue par le mélange  $\text{SO}_4\text{Na}_2$  anhydre + sélénium (dans la proportion de 5 % de sélénium en poudre pour 95 % de  $\text{SO}_4\text{Na}_2$  anhydre.

Autre formule de préparation (  $\text{SO}_4\text{Na}_2$  anhydre 1.000 g  
(  $\text{SO}_4\text{Cu}$  16 g  
( Sélénium 16 g

On attaque donc la prise d'essai par 2 g environ du mélange précédent + 10cc  $\text{SO}_4\text{H}_2$  pur.

On porte à l'ébullition jusqu'à décoloration. Cette dernière est obtenue plus rapidement.

Le colorant rouge de méthyle peut être mélangé au bleu de méthylène, ce qui donne un virage du vert au violet plus net que celui du jaune au rouge.

## 212 - REACTIFS

- Lessive de soude à 30 %
- Rouge de méthyle à 0,02 g dans l'eau, ou  
à 0,1 g dans l'alcool.

Dissoudre 20 mg de l'indicateur dans 100 cc d'eau chaude. Refroidir. Filtrer.

- $\text{SO}_4\text{H}_2$  N/10. A partir de  $\text{SO}_4\text{H}_2$  N en mettant 100 cc de  $\text{SO}_4\text{H}_2$  dans 1.000 cc d'eau distillée.

-  $\text{SO}_4\text{H}^2$  N est à 49 g/l

Prendre la densité de  $\text{SO}_4\text{H}^2$  pur. Soit par ex. 1,84 Vol. de  $\text{SO}_4\text{H}^2$  à mettre dans 1.000 cc d'eau =

$$\frac{49}{1,84} = 27 \text{ cc}$$

En mettre 30 cc pour avoir une solution plus forte.

Doser  $\text{SO}_4$  par gravimétrie. Pour cela prendre :

10 cc de solution (en triple)

+ quelques gouttes hélianthine

+ 20 cc  $\text{Cl}^2$  Ba à 10 % à l'ébullition.

Repos. Calcination. Pesée.



Soit un poids de  $\text{SO}_4\text{Ba} = 1,248$  pour 10 cc de solution.

Poids de  $\text{SO}_4\text{H}^2$  contenu dans les 10 cc de solution

$$\frac{98 \text{ g} \times 1,248}{233} = 0,524 \text{ g}$$

et par conséquent 52,4 g pour 1.000.

La solution est donc à

$$52,4 \text{ g/l au lieu de } 49 \text{ g/l.}$$

Titre de cette solution :

$$\frac{52,4}{49} = 1,069$$

Quantité de solution de titre 1,069 à prélever pour faire un litre de solution normale :

$$\begin{array}{l} x \times 1,69 = 1.000 \times 1 \\ x = \frac{1.000}{1,069} = 935 \text{ cc.} \end{array}$$

On prélèvera donc

$$935 \text{ cc de } \text{SO}_4\text{H}^2 \text{ 1,069 N}$$

auxquels on ajoutera

$$65 \text{ cc d'eau distillée}$$

Ce qui donnera 1 litre de  $\text{SO}_4\text{H}^2$  N.

22 - CARBONE ORGANIQUE

221 - DOSAGE A CHAUD : METHODE ANNE

Principe : on fait agir sur le sol un corps oxydant dont on dose l'excès inutilisé. L'oxygène consommé est proportionnel au carbone que l'on veut doser.

1°) Mode opératoire

- 1 g de terre dans fiole rôtée (250 cc) s'adaptant à un réfrigérant ascendant à eau.

- { + 10 cc Cr<sup>2</sup> O<sup>7</sup> K<sup>2</sup> à 8 %
- { + 15 cc SO<sup>4</sup>H<sup>2</sup> pur

- Faire bouillir 5' exactement (chronomètre en marche à partir du début de l'ébullition).

- Refroidir. Décantier 3, 4 fois dans fiole jaugée de 250.

- Compléter à 250 cc.

- Prélever 50 cc pour le dosage (dans bécher).

- + 150 cc environ eau distillée.

- + 1,5 de FNa (0,5 g par cm<sup>3</sup> de SO<sup>4</sup>H<sup>2</sup> présent);

ou 1,5 cm<sup>3</sup> de PO<sup>4</sup>H<sup>3</sup> (acide phosphorique d = 1,71 dans la même proportion).

Important { Le rapport SO<sup>4</sup>H<sup>2</sup>/FNa ou SO<sup>4</sup>H<sup>2</sup>/PO<sup>4</sup>H<sup>3</sup> doit être respecté car si un excès de FNa ou de PO<sup>4</sup>H<sup>3</sup> n'est pas gênant, le virage est étalé s'il n'y en a pas assez.

- + quelques gouttes de diphenylamine.

- Titrer par le sel de Mohr 0,2 N jusqu'à coloration vert clair ----- V.

- Faire un essai à blanc avec du sable calciné (1 g) ----- V'.

1 cm<sup>3</sup> de sel de Mohr 0,2 N = 0,6 mg de C.

Essai sur 1 g - Dilution à 250 cc - Dosage sur 50 cc -----  
0,2 g de terre.

$$C \% (\text{en mg}) = \frac{(V' - V) \times 0,60 \times 100}{0,2}$$

$C \text{ en } g \% = \text{Différence} \times 0,300$
$\text{Matière organique} = C \% \times 1,724$

2°) Réactifs

- Sel de Mohr 0,2 N (78 g,44 de sel pur + 20 cc  $\text{SO}_4\text{H}_2$  pur par litre); à conserver dans un flacon brun.
- Diphénylamine  
0,5 g dans 100 cc  $\text{SO}_4\text{H}_2$  + 20 cc  $\text{H}_2\text{O}$  (flacon brun).
- Solution aqueuse de  $\text{Cr}^{2+} \text{O}_7 \text{K}^2$  à 8 % (avec  $\text{H}_2\text{O}$  distillée bouillie).  
 $\text{Cr}^{2+} \text{O}_7 \text{K}^2$  est difficile à dissoudre.  
Placer les 80 g de  $\text{Cr}^{2+} \text{O}_7 \text{K}^2$  dans béccher.  
+  $\text{H}_2\text{O}$  distillée. Décantier successivement dans ballon de 1.000 jusqu'à disparition du produit dans le becher.

Remarques

- 1) Augmentation prise d'essai  
5 ou 10 g si nombre de  $\text{cm}^3$  de sel de Mohr > pour l'échantillon à mesurer que pour le sable calciné. Plus le nombre de  $\text{cm}^3$  est élevé et plus le chiffre de carbone est faible. C'est le cas des sables très blancs par exemple.
- 2) Diminution prise d'essai  
Si le bichromate n'est pas en excès on obtient une coloration verte au lieu de jaune après les 5' d'ébullition.

Autres remarques

- La prise d'essai ne doit pas contenir plus de 30 mg de carbone organique.
- La fraction aliquote sur le titrage est généralement de 1/5.
- La dilution se fait à 200  $\text{cm}^3$  environ.
- La différence trouvée entre le témoin et le dosage sur le sol est considérée comme proportionnelle au C organique si l'on admet que la matière organique du sol a globalement la formule d'un hydrate de carbone.

Si titrage sur fraction aliquote = 1/5

1  $\text{cm}^3$  sel de Mohr 0,2 N  $\longrightarrow$  0,6 mg de C.

Si titrage sur la totalité de la liqueur d'attaque, il faut réduire la prise d'essai et la concentration en  $\text{CrO}_3$  de la liqueur d'attaque.

- Prise d'essai 8 mg de C;
- + 10 cc Cr<sup>2</sup> O<sub>7</sub> K<sup>2</sup> (et non à 8 %);
- + 15 cc SO<sup>4</sup>H<sup>2</sup> concentré.

Titration sur la totalité et 7,5 g de FNa par dosage. Cette technique -----> des résultats légèrement inférieurs à la précédente (écart 2,3 %).

On peut donc dans ce cas admettre que 1 cm<sup>3</sup> de solution de sel de Mohr 0,2 N -----> 0,63 mg de C.

222 - DOSAGE A FROID : METHODE WALKLEY ET BLACK

1°) Mode opératoire

- p.g. de sol (0,1 à 10 g). (10 à 25 mg de C.), dans erlenmeyer de 300 cc.

- Même prise de sable calciné pour essai à blanc.

- { + 10 cc de Cr<sup>2</sup> O<sub>7</sub> K<sup>2</sup> N (à la burette).
- { + 20 cc de SO<sup>4</sup>H<sup>2</sup>

- Agiter l'. Repos 30'

- { + 200 cc eau
- { + 10 g FNa ou 10 ml Po<sup>4</sup>H<sup>3</sup>
- { + 6 gouttes diphénylamine

- Titrer l'excès de bichromate par le sel de Mohr.

N.B. : Le titre exact du sel de Mohr est donné par rapport au Cr<sup>2</sup> O<sub>7</sub> K<sup>2</sup> lors du dosage avec le sable calciné.

Exemple

Résultat essai à blanc =  $\frac{10}{n} = x$

dans lequel n = cm<sup>3</sup> sel de Mohr utilisés pour le dosage sable calciné : soit  $\frac{10}{19,9} = 0,5$

soit 19,1 cm<sup>3</sup> de sel de Mohr utilisés pour le dosage de l'échantillon à analyser.

$$C \text{ en g \%} = \frac{\text{titre sel de Mohr} \times 10 - (19,1 \times 0,5) \times 0,0039 \times 100}{1} = 0,175$$

bichromate uti-      Prise d'essai  
lisé au départ

M. 0.% = C x 1,724
--------------------

2°) Réactifs

- $\text{Cr}^{207}\text{K}^{2}\text{N}$  (M = 294)  
Dissoudre 49,035 g de  $\text{Cr}^{207}\text{K}^{2}$  dans 1.000 cc d'eau distillée.  
Sécher le produit dans un dessiccateur à  $\text{Cl}^{2}\text{Ca}$  ou à  $\text{SO}^{4}\text{H}^{2}$ .
- Sel de Mohr N/2 (M = 392)  
196,05 g de  $\text{SO}^{4}\text{Fe}$ ,  $\text{SO}^{4}(\text{NH}^{4})^{2} \cdot 6\text{H}^{2}\text{O}$  dans 1.000 cc de  $\text{SO}^{4}\text{H}^{2}$   
environ N/2. Conserver dans un flacon brun.
- Diphénylamine  
0,5 g dans 100 cc  $\text{SO}^{4}\text{H}^{2}$  concentré. Verser dans 20 cc d'eau.  
Conserver dans flacon brun.

Concentration de réactifs utilisés dans les 2 méthodes

	<u>METHODE ANNE</u>	<u>METHODE WALKLEY ET BLACK</u>
Sel de Mohr	0,2 N = 78,5 g/l	N/2 = 196 g/l
Bichromate	8 % = 80 g/l	N = 49 g/l

223 - RAPPORT C/N

Après avoir obtenu C par la méthode ANNE par exemple, on peut obtenir N sur le reste du filtrat Sulfo-chromique.

- Pour cela : prélever 100 cc = 0,4 g de sol  
(prise de départ 1 g dans 250)
- Les placer dans ballon à distiller de 500 cc
- Neutraliser par Na OH à 40 %
- Distiller par entraînement de vapeur
- Recevoir le distillat dans  
20 cc acide borique à 4 %  
+ 80 cc  $\text{H}^{2}\text{O}$  distillée
- + indicateur mixte { 3 parties de vert de bromocrésol  
                          { 1 partie de rouge de méthyle
- Titrer par  $\text{SO}^{4}\text{H}^{2}$  N/100  
1 cc  $\text{SO}^{4}\text{H}^{2}$  N/100 = 0,14 mg d'N

L'expérience a montré que 89,4 % seulement de l'azote est minéralisé.

Le coefficient 0,14 devient alors :  $\frac{0,14 \times 10}{89,4} = 0,156$  mg

$$N \text{ en g } \% = \frac{x \cdot x \cdot 0,000156 \cdot x \cdot 100 \cdot x \cdot 250}{1 \cdot x \cdot 100} = 0,039 \cdot x$$

- On peut ainsi calculer C/N

REACTIF : Indicateur mixte.

pour 100 ml d'alcool à 95° { 75 mg de vert de bromocré-  
sol  
50 mg de rouge de méthyle

23 - HUMUS

231 - METHODE A LA SOUDE

Mode opératoire

- 10 g de sol dans un bécher;
- + HCl dilué (75 cc/l).  
Filtrer
- Laver avec HCl dilué (45 cc/l) puis à l'eau jusqu'à absence de Cl.  
Laisser sécher la terre sur filtre à l'air libre.
- Sol placé dans un pot hermétique (de 500 cc) pour agitateur mécanique.
- + 250 cc de NaOH à 1 %
- Agitation mécanique 2 heures.
- Repos 16 heures.
- Filtrer.
- 25 cm<sup>3</sup> de filtrat  
+ 20 cm<sup>3</sup> MnO<sub>4</sub>K N/10 } ébullition 10' exactement.
- Refroidir.
- Ajouter 5 cc SO<sub>4</sub>H<sub>2</sub> pur ou 20 cc SO<sub>4</sub>H<sub>2</sub> au 1/4
- + 20 cc acide oxalique N/10
- Titrer par MnO<sub>4</sub>K N/10 à 65°.
- Soit n' le nombre de cm<sup>3</sup> de MnO<sub>4</sub>K versés.

Essai témoin :

- 25 cm<sup>3</sup> de NaOH à 1 %  
+ 20 cm<sup>3</sup> de MnO<sub>4</sub>K N/10 } ébullition 10' exactement.
- Refroidir.
- + 5 cc SO<sub>4</sub>H<sub>2</sub> pur.
- + 20 cc acide oxalique N/10.
- Titrer par MnO<sub>4</sub>K N/10

- Soit  $n''$  le nombre de  $\text{cm}^3$  de  $\text{MnO}_4\text{K}$  versés.  
 $n' - n'' = N$  (nombre de  $\text{cm}^3$  de  $\text{MnO}_4\text{K}$  nécessaires pour oxyder les matières organiques).

$$\text{Humus g \%} = N \times 0,102$$

1  $\text{cm}^3$  de  $\text{MnO}_4\text{K}$   $N/10 = 1,02$  mg d'acide humique.

#### Remarque

- Quand le titre de  $\text{MnO}_4\text{K}$  n'est pas exact on multiplie 0,102 par le coefficient approprié.
- Si la liqueur humique est trop noire ( $N \geq 12 \text{ cm}^3$ ) on recommence l'opération avec une prise d'essai de 10  $\text{cm}^3$ .  
(Le coefficient sera multiplié par 2,5).  
Si  $N$  est encore trop grand il est recommandé de recommencer l'analyse avec 5 g de terre au lieu de 10).

#### Réactifs

- NaOH à 1 %
- $\text{MnO}_4\text{K}$   $N/10 = 3,16$  g/l
- $(\text{CoOH})^2, 2\text{H}_2\text{O}$   $N/10 = 6,3$  g/l

### 232 - METHODE AU PYROPHOSPHATE DE SODIUM AVEC DOSAGE DES ACIDES HUMIQUES ET FULVIQUES.

#### 2321 - Principe

On dose la fraction humifiée de la matière organique du sol composée :

- des acides humiques solubles dans Na OH et précipitables par  $\text{SO}_4\text{H}^2$ .
- des acides fulviques solubles dans  $\text{SO}_4\text{H}^2$ .

Ces 2 fractions sont extraites du sol par un sel alcalin, le pyrophosphate de sodium, oxydées ensuite par une solution sulfurique de  $\text{Cr}^{2+}$   $0,7 \text{ K}^2$  et dosées volumétriquement.

#### 2322 - Extraction

- 20 g de sol tamisés à 0,5 mm sont placés dans un erlenmeyer.

- + 100 cc de pyrophosphate de sodium M/10.  
Boucher la fiole - agiter à la main tous les 1/4 d'h.  
pendant 9 h.  
Repos 15 h.
- Centrifuger dans des tubes de 100 cc pendant 15' à  
3000 t/m.
- Décanter la solution humique et filtrer sur filtre bleu  
dans un erlen.
- Conserver cette solution (solution A).

2323 - Dosage des matières humiques totales

- Mettre 20 cc du filtrat (A) dans un petit erlen de 100
- Evaporer à l'étuve à 70° (cette opération nécessite au  
moins 24 h).
- Quand le résidu est bien sec procéder à l'oxydation en  
ajoutant :  
10 cc Cr<sup>2</sup> O<sub>7</sub> K<sup>2</sup> à 2 %
- Mettre un petit entonnoir sur l'erlen.  
Ebullition 5' exactement sur la plaque chauffante  
(215 - 220°)
- Laisser refroidir - Rincer l'entonnoir.
- Ajouter 50 cc H<sup>2</sup>O distillée.
- + FNa (1,250g)
- + gttos de diphénylamine.
- Titrer le Cr<sup>2</sup> O<sub>7</sub> K<sup>2</sup> non réduit par le sel de Mohr 0,2 N  
soit V' le nombre de cm<sup>3</sup> versés.

Pour chaque série de dosages :

1) Déterminer le titre exact du sel de Mohr.

Pour cela, mettre dans un bécher :

- 10 cc Cr<sup>2</sup> O<sub>7</sub> K<sup>2</sup> 0,5 N
- + 15 cc de SO<sub>4</sub>H<sup>2</sup> concentré
- + 3,750 g FNa
- + 200 cc H<sup>2</sup>O
- + 3 gouttes diphénylamine

Titrer le sel de Mohr théoriquement 0,2 N

Soit Y cc versés.

Titre du sel de Mohr x :

$$x \times Y = 0,5 \times 10$$

$$x = \frac{0,5 \times 10}{Y}$$

Normalité du sel de Mohr = x N.

2) Faire un témoin

10 cc Cr<sup>2</sup> O<sup>7</sup> K<sup>2</sup> à 2 % que l'on traite de la même manière que les échantillons.

Soit V le nombre de cc de sel de Mohr versés.

- Calcul

1 cc Sel de Mohr 0,2 N = 0,6 mg de C.

Si normalité sel de Mohr = x N

1 cc Sel de Mohr x N = à

$$\frac{0,0006 \times X}{0,2} \text{ grammes de C}$$

$\begin{array}{l} \text{C en g \% o des} \\ \text{matières humi-} \\ \text{ques totales} \end{array} = \frac{0,0006 \times X}{0,2} (V - V') \frac{1000}{P}$
---

ou X = normalité du sel de Mohr.

V = cc sel de Mohr pour le témoin.

V' = cc sel de Mohr pour l'échantillon.

p = poids en g de sel.

Dans ce cas : 20 g de sol/100 cc titrage sur  
20 cc = 4 g de sol.

2324 - Séparation des acides humiques et fulviques -

Dosages des acides humiques.

- Mettre 40 cc de la solution (A) dans un bécher.
- 4 cc SO<sup>4</sup> H<sup>2</sup> concentré pur (le rapport  $\frac{SO_4 H_2}{\text{solution}}$  doit être  $\frac{1}{10}$ )
- Laisser les flocons d'humus se rassembler.
- Centrifuger 5' à 6000 t/m.
- Eliminer la solution surnageante correspondant aux acides fulviques.
- Rincer le culot de centrifugation avec SO<sup>4</sup> H<sup>2</sup> N/10 (20 cc environ).
- Centifuger à nouveau.

- Jeter la solution surnageante.
- Dissoudre les acides humiques par  $\text{Na OH N/10}$ ; ajouter  $\text{Na OH}$  par petites quantités (5 cc environ).
- Décanter sur fiole jaugée.
- Répéter l'opération jusqu'à dissolution complète des acides humiques;  
amener à volume connue (solution B)  
à 50 cc si le sol est pauvre en matière organique  
à 100 cc si le sol est moyennement riche.  
à 200 cc si le sol est riche.

De préférence on amènera à 50 cc si la dissolution des acides humiques nécessite moins de 50 cc de  $\text{Na OH N/10}$  même si le sol est riche.

- Opérer comme précédemment pour le dosage des matières humiques totales :  
prélever 20 cc de la solution (B) dans un orlon.  
évaporer à l'étuve à  $70^\circ$  etc...

Les acides fulviques sont obtenus par différence.

- Calculs :

dans ce cas titrage sur 20 cc de solution B correspondant à 3,2 g de sol.

#### 2325 - Réactifs utilisés

- Pyrophosphate de sodium 0,1 M.  
Dissoudre à chaud 44,6 g de  $\text{P}^2 \text{O}^7 \text{Na}_4$ , 10  $\text{H}_2\text{O}$  et ajuster à 1 litre (ph de la solution aqueuse  $\neq 10$ ).
- Bichromate de potassium à 2 %  
Dissoudre 20 g de  $\text{Cr}^2 \text{O}^7 \text{K}^2$  dans 500 cc d' $\text{H}_2\text{O}$  distillé.  
Ajouter lentement 500 cc  $\text{SO}^4 \text{H}^2$  concentré.  
Agiter. Laisser refroidir, ajuster à 1 litre.
- Bichromate de potassium N/2 : 24,52 g/l (exactement) dans  $\text{H}_2\text{O}$  dist. Q.S. à 1.000.
- Sel de Mohr 0,2 N  
Dissoudre 78,5 g de  $\text{SO}^4 \text{Fe}$ ,  $\text{SO}^4 (\text{NH}_4)^2$ , 6  $\text{H}_2\text{O}$  dans 500 cc d'eau.  
Ajouter 20 cc  $\text{SO}^4 \text{H}^2$  - ajuster à 1.000.
- Solution sulfurique de diphénylamine.  
0,5g de diphénylamine dans 100 cc  $\text{SO}^4 \text{H}^2$ .  
Verser sur 20 cc d'eau - conserver en flacon brun.
- $\text{SO}^4 \text{H}^2$  N/10 environ
- $\text{Na OH}$  N/10 environ.
- $\text{FNa}$

2326 - Cas de l'argile dispersée dans la solution d'extraction.

Si l'argile reste en suspension dans la solution de pyrophosphate, au moment de centrifuger ajouter 2,5 ou 10cc de  $\text{SO}_4 \text{K}^2$  saturé (11 g pour 100) pour flocculer cette argile.

Centrifuger et poursuivre le dosage normalement en tenant compte du  $\text{SO}_4 \text{K}^2$  ajouté.

2327 - Prises d'essais et limites

Pour que l'oxydation s'effectue dans les meilleures conditions il est nécessaire que la moitié du  $\text{Cr}^{2+} \text{O}_7 \text{K}^2$  soit réduite, l'autre moitié restant sous forme oxydée.

Faire les prises d'essai en conséquence de façon que le rapport :

$\frac{\text{Cr}^{2+} \text{O}_7 \text{K}^2 \text{ réduit}}{\text{Cr}^{2+} \text{O}_7 \text{K}^2 \text{ oxydé}}$  soit compris entre 0,6 et 1,65 environ.

Si le titrage final nécessite plus de 12,5 cc de sel de Mohr 0,2 N c'est que la prise d'essai est trop faible.

Si le titrage nécessite moins de 7,5 cc de sel de Mohr 0,2 N la prise d'essai est trop forte.

24 - CALCAIRE TOTAL

Au calcimètre Bernard.

Un poids connu de sol est attaqué par HCl.

Le volume de CO<sup>2</sup> dégagé correspond au calcaire.

Le volume trouvé est comparé à celui dégagé par du CO<sup>3</sup>Ca pur.

Mode opératoire

- p.g. de CO<sup>3</sup>Ca pur (0,5 g) attaqué par HCl au 1/2 dans un calcimètre Bernard

-----> V cm<sup>3</sup> de CO<sup>2</sup> dégagé

- p'.g. de sol à analyser (1g) attaqué par HCl au 1/2

-----> V' cm<sup>3</sup> de CO<sup>2</sup> dégagé.

Calcul

$$\text{Calcaire \%} = \frac{p}{V} \times \frac{V'}{p'} \times 100$$

25 - CALCAIRE ACTIF

(Méthode DROUINEAU modifiée par GALLET)

Principe :

Le calcaire dit "actif" correspond au calcaire précipité à froid par l'oxalate d'ammonium N/5 suivant la réaction :



Utilisant une quantité connue d'oxalate d'ammonium correspondant à 2,5 g de  $\text{CO}_3\text{Ca}$ , on dose l'oxalate d'ammonium non utilisé dans la réaction à l'aide d'une solution titrée de  $\text{MnO}_4\text{K}$  pour obtenir par différence le calcaire précipité à froid sous forme d'oxalate de chaux.

1°) Mode opératoire

- 2,5 g de terre dans un pot hermétique de 500 cc ou 1.000 cc
- + 250 cc  $\text{C}_2\text{O}_4 (\text{NH}_4)_2, \text{H}_2\text{O}$  N/5 environ (14,2 g/l).
- Agitation mécanique 2 heures.
- Filtrer en rejetant les premiers  $\text{cm}^3$  de filtrat.
- Prélever 20  $\text{cm}^3$  du liquide clair dans béccher de 400 cc  
+ 100 cc  $\text{H}_2\text{O}$  distillée  
+ 5 cc  $\text{SO}_4\text{H}_2$  pur.
- Titrer par  $\text{MnO}_4\text{K}$  N/5 = n
- Chauffer vers 60 - 70°
- Titrer de même la solution d'oxalate (20 cc) ----- N.

$$\text{Ca}^{++} \% = (\text{N} - \text{n}) \times 5$$

2° Réactifs

$$\text{C}_2\text{O}_4 (\text{NH}_4)_2, \text{H}_2\text{O} \text{ N/5} = 14,2 \text{ g/l}$$

$$\text{MnO}_4\text{K} \text{ N/5} = 6,32 \text{ g/l}$$

(Le titre du permanganate est vérifié par l'acide oxalique titré par exemple).

Terre pauvre en calcaire actif	-	< 30 %
Terre moyenne	"	30 à 50 %
Terre riche	"	50 à 80 %
Terre très riche	"	> 80 %

26 - SELS SOLUBLES

261 - SELS SOLUBLES DANS L'EXTRAIT DE SATURATION D'UNE PÂTE DE SOL

2611 - Préparation de la pâte saturée

- Peser 250 g de terre. Les placer dans une boîte en plastique.
- Faire une pâte en versant de l'eau distillée d'une burette de 50 cc ou d'une éprouvette graduée de 250.
- Les tests de Riverside sont les suivants :  
La pâte doit briller comme un miroir,  
couler le long des parois,  
se détacher de la spatule.
- + Noter la quantité d'eau ajoutée qui, multipliée par 0,4 sera le pourcentage de saturation.

2612 - Extraction de l'extrait de saturation

- La pâte a été préparée et laissée au repos 2 heures. Au bout de 2 heures : extraction.
- La placer dans un buchner muni d'un filtre, le tout sur une fiole à vide.
- On peut préparer une série de 10 fioles que l'on branche aux robinets d'une rampe à vide (avec compresseur, moteur et manomètre) permettant d'opérer sous 60 cm de mercure.
- Aller jusqu'à extraction totale.
- On obtient une vingtaine de cm<sup>3</sup> d'extrait de saturation que l'on filtre s'il est trouble.
- Sur cet extrait on mesurera :
  - Conductivité
  - Sels solubles

2613 - Mesure de la conductivité

La conductivité se mesure au halomètre CHAUVIN ET ARNOUX qui comprend un pont de Kolraush à signal sonore et une cellule de conductivité Riverside (type cel. G 2). Cette dernière contient un volume de 2 à 3 cm<sup>3</sup>. Rincer la cellule avec l'extrait à analyser. Puis faire la mesure. Noter la température.

On utilise aussi un pont de conductivité Philips type G.M. 4249 avec une cellule Riverside G 2.

Les 2 appareils indiqués ci-dessus mesurent des résistances.

On obtient la conductivité de la solution à mesurer, conductivité exprimée en millimhos par cm, en appliquant la relation :

$$\text{Cté mmhos/cm} = \frac{f(t) \times 10^3}{k \times R}$$

dans laquelle :

f (t) = facteur de correction de température

k = constante de cellule

R = résistance

Le produit de la résistance lue par la constante de cellule est la résistance spécifique.

La conductivité en sera donc l'inverse.

#### 26131 - Vérification de la constante de cellule

On utilise pour cela une solution de KCl 0,01 N. (0,7456 g/l de KCl pur et sec) dont la conductivité à 25° C est 1,4118 mmhos/cm.

Mesurer la résistance de cette solution et appliquer la relation ci-dessus dans laquelle k est l'inconnue,

ou bien appliquer la suivante :

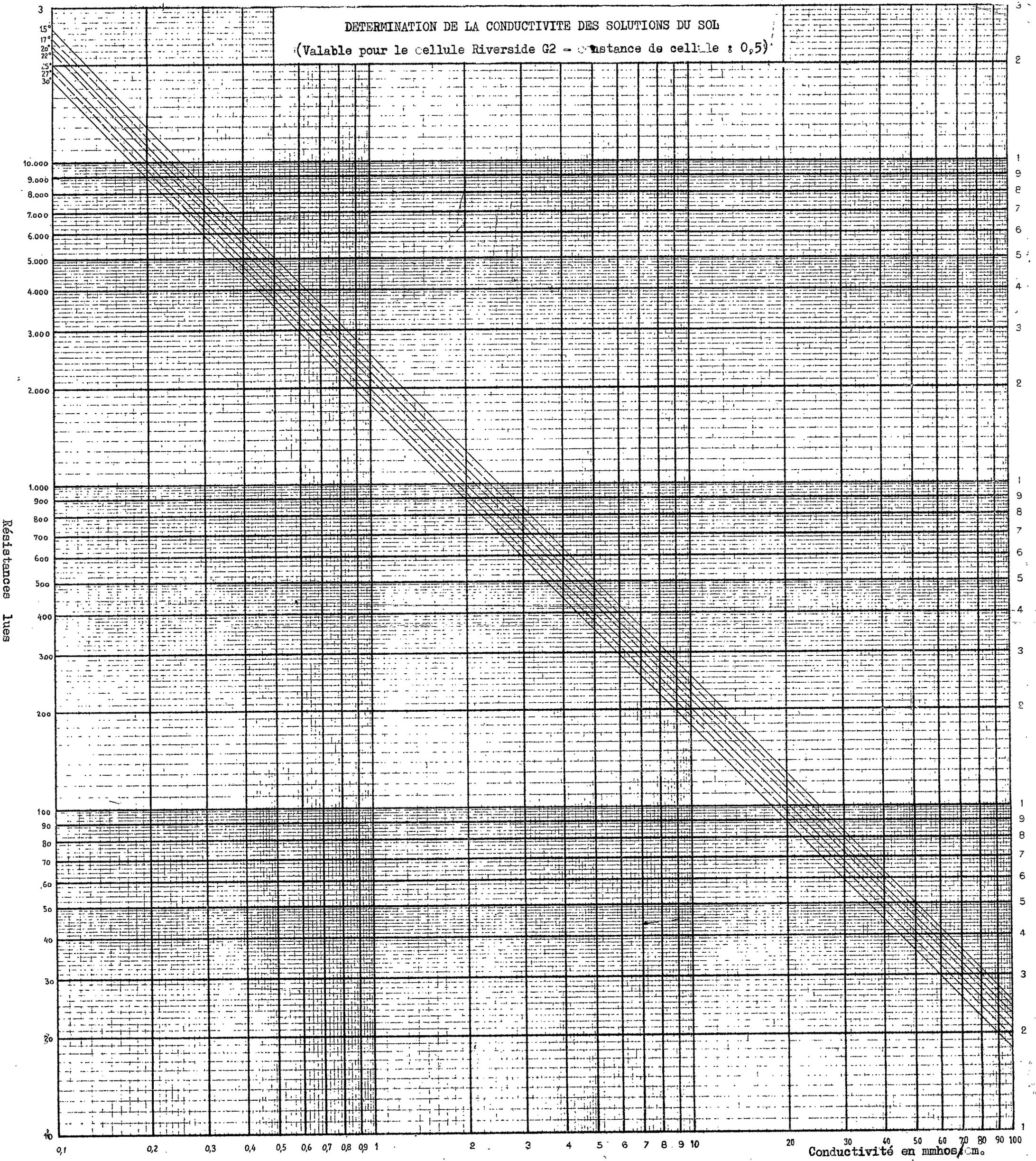
$$k = \frac{\text{résistance spécifique}}{\text{résistance lue}}$$

Les résistances spécifiques de KCl 0,01 N à différentes températures étant données le tableau ci-dessous :

Température	Résistance spécifique de la solution de KCl 0,01 N en Ohm cm
15°	872
16°	852
17°	834

DETERMINATION DE LA CONDUCTIVITE DES SOLUTIONS DU SOL

(Valable pour le cellule Riverside G2 - constante de cellule : 0,5)



Température	Résistance spécifique de la solution de KCl 0,01 en Ohm cm
18°	817
19°	800
20°	782
21°	766
22°	751
23°	736
24°	721
25°	708

26132 - Etablissement des courbes permettant de convertir la résistance mesurée en conductivité en fonction de la température

D'après la relation :

$$C = \frac{f(t) \times 10^3}{k \times R}$$

Calculer la conductivité pour différentes résistances par exemple 10 - 100 - 1.000 - 10.000 aux différentes températures utilisables 15° - 17° - 20° - 22° - 25° - 27° - 30°.

Tracer les courbes sur papier logarithmique, en portant en abscisse les conductivités exprimées en millimhos/cm et en ordonnée les résistances lues au conductimètre.

Calcul des conductivités en fonction de la résistance, de la température et de la constante de cellule :

Tre	f(t)
15°	1,247
17	1,189
20	1,112
22	1,064
25	1,000
27	0,960
30	0,907

Si constante de cellule = 0,5, la conductivité aux températures ci-dessus sera pour des résistances de 100, 1.000, 10.000 par exemple :

$$\begin{aligned} \text{Conductivité} &= \frac{1.247 \times 10^3}{0,5 \times 100} = 24,9 \\ &\quad (15^\circ) \qquad \qquad \qquad 1.000 \qquad \qquad 2,49 \\ &\qquad \qquad \qquad \qquad \qquad \qquad 10.000 \qquad \qquad 0,249 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Conductivité} &= \frac{1.189 \times 10^3}{0,5 \times 100} = 23,8 \\ &\quad (17^\circ) \qquad \qquad \qquad 1.000 \qquad \qquad = 2,38 \\ &\qquad \qquad \qquad \qquad \qquad \qquad 10.000 \qquad \qquad = 0,238 \end{aligned}$$

etc...

! Lecture au !	! 15° !	! 17° !	! 20° !	! 22° !	! 25° !	! 27° !	! 30° !
! Conductimè- !	!	!	!	!	!	!	!
! tre !	!	!	!	!	!	!	!
! 100 !	! 24,9 !	! 23,8 !	! 22,2 !	! 21,3 !	! 20 !	! 19,2 !	! 18,2 !
! 1.000 !	! 2,49 !	! 2,38 !	! 2,22 !	! 2,13 !	! 2 !	! 1,92 !	! 1,82 !
! 10.000 !	! 0,249 !	! 0,238 !	! 0,222 !	! 0,213 !	! 0,2 !	! 0,192 !	! 0,182 !

Remarque : Après un grand nombre de mesures il faut replatiniser les électrodes de la cellule. Pour cela préparer une solution de tétrachlorure de platine. Pt Cl<sub>4</sub> est soluble dans l'eau froide. En dissoudre 2 g dans 66 cm<sup>3</sup> d'eau distillée. Pour platiniser les électrodes remplir la cellule de la solution de platine préparée. Replier les fils aux 2 bornes d'une pile. Faire passer le courant jusqu'à ce que les électrodes soient noires, et chronométrer pour faire passer le courant en sens inverse pendant le même temps.

2614 - Dosage des anions

A) Carbonates

1' - Si absence de carbonates :

- Prélever 5 ml
- ajouter quelques gouttes de phénolphtaleine - pas de coloration.
- ajouter quelques gouttes d'hélianthine et titrer les bicarbonates (cf. B).

2' - Si présence de carbonates :

- Prélever 5 ml
- ajouter quelques gouttes de phénolphtaleine - coloration rose.
- verser  $\text{SO}_4\text{H}_2$  0,01 N jusqu'à décoloration (soit y ml).

$$\text{CO}_3^{--} \text{ me/l} = 2 y \times 0,01 \times \frac{1.000}{5}$$

$\text{CO}_3^{--} \text{ me/l} = 4 y$
---------------------------------------

B) Bicarbonates

Sur la prise de 5 ml qui a servi au dosage des carbonates :

- ajouter quelques gouttes d'hélianthine
- titrer par  $\text{SO}_4 \text{H}_2$  0,01 N jusqu'à virage du jaune au rose (soit x ml versés).

1' - Bicarbonates avec absence de carbonates

$$\text{CO}_3 \text{H}^- \text{ me/l} = x \times 0,01 \times \frac{1.000}{5}$$

$\text{CO}_3\text{H} \text{ me/l} = 2 x$
--

2' - Bicarbonates avec présence de carbonates

$$\text{CO}_3 \text{H} \text{ me/l} = (x - 2 y) 0,01 \times \frac{1.000}{5}$$

$\text{CO}_3\text{H} \text{ me/l} = 2(x - 2 y)$
---

C) Chlorures

Sur la prise de 5 ml qui a servi au dosage de  $\text{CO}_3$  et  $\text{CO}_3\text{H}$  :

- ajouter quelques gouttes de chromate de potassium ( $\text{Cr O}_4 \text{K}_2$ ) à 5. %
- titrer par  $\text{NO}_3 \text{Ag}$  0,1 N jusqu'à virage du jaune au rouge (x ml versés)

$$\text{Cl me/l} = x \times 0,1 \times \frac{1.000}{5}$$

$\text{Cl me/l} = 20 x$
-------------------------

2615 - Dosage des cations

A) Dosage de Ca + Mg

- prélever 1 ml d'extrait de saturation
- ajouter quelques gouttes de tampon Mg
- " " " Noir Eriochrome
- titrer au complexon 0,01 N (virage au bleu franc)

$$(\text{Ca} + \text{Mg}) \text{ me/l} = x \times \frac{1.000}{1} \times 0,01$$

$\text{Ca} + \text{Mg me/l} = 10 x$
-------------------------------------

B) Calcium

- prélever 1 ml d'extrait
- ajouter quelques gouttes de soude 2 N
- " " " de murexide ou de calcéine
- titrer par le complexon 0,01 N (virage de rose au pourpre)

$$\text{Ca me/l} = y = x = 0,01 \times \frac{1.000}{1}$$

$\text{Ca me/l} = 10 y$
-------------------------

C) Magnésium

$$\boxed{\text{Mg me/l} = (x - y) 10}$$

D) Sodium

Na est dosé au photomètre à flamme BEAUDOUIN

- Diluer l'extrait au 1/25ème si sa conductivité est comprise entre 0 et 20 mmhos/cm.
- Diluer l'extrait au 1/50ème si sa conductivité est comprise entre 20 et 50 mmhos/cm.
- Diluer l'extrait au 1/100ème si sa conductivité est supérieure à 50 mmhos/cm.

2616 - Calcul de S.A.R. (taux d'absorption du sodium) et de Na/T calculé.

Calculer le S.A.R. d'après la formule

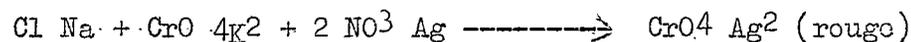
$$\text{S.A.R.} = \frac{\text{Na}}{\sqrt{\frac{\text{Ca} + \text{Mg}}{2}}}$$

Le graphique du Hand Book N° 60 (U.S. dep. of Agric) donne la relation entre S.A.R. et Na/T calculé (p. 103)

262 - DOSAGE DE CHLORURES SUR TERRE SECHE

Ce dosage peut servir à une évaluation rapide de la salure du sol dans certaines études particulières.

Principe : Solution d'un chlorure alcalin ou alcalino-terreux + quelques gouttes  $\text{CrO}_4^{2-} + \text{NO}_3^- \text{ Ag}$ . A l'endroit où tombe la goutte il se forme un précipité rouge de chromate d'argent.



qui disparaît par agitation car  $\text{CrO}_4 \text{ Ag}^2$  est décomposé par le chlorure alcalin en chlorure d'argent et chromate alcalin.



Lorsque tout le Cl est transformé en chlorure d'argent la goutte suivante de solution d'argent provoque une coloration rouge persistante.

1°) Mode opératoire

- 10 g de sol placés sur filtre plissé ordinaire et entonnoir.
- Epuiser par H<sub>2</sub>O dist. bouillante (3 à 4 fois).
- Filtrat + quelques gouttes de CrO<sub>4</sub>K<sup>2</sup>.
- Titrer par NO<sup>3</sup> Ag N/2,5 (dans burette) jusqu'à virage du jaune au rouge.

$$1 \text{ cm}^3 \text{ NO}_3 \text{ Ag N/2,5} = 0,0142 \text{ g Cl}$$
$$\text{Cl \%} = 0,0142 \times 10 \times$$

$\text{Cl \%} = 0,142 \times$
-------------------------------

2°) Réactifs

- NO<sup>3</sup> Ag N/2,5 = 68 g/l
- CrO<sub>4</sub>K<sup>2</sup> = 5 %

3°) Cas d'un sol peu salé

Lorsque le sol à analyser est peu salé on peut, pour augmenter la précision, utiliser le mode opératoire suivant :

- 10 g de sol sont épuisés à l'eau bouillante
- Laisser refroidir et amener à volume connu (150 ml)
- Prélever 25 ml - ajouter quelques gouttes de Cr O<sub>4</sub> K<sup>2</sup>
- Titrer par NO<sup>3</sup> Ag N/50.

$$\text{Cl en g \%} = \frac{x \times 0,02 \times 100 \times 150 \times 0,0355}{10 \times 25}$$

$\text{Cl en g \%} = 0,0426 \times$
-------------------------------------

27 - COMPLEXE ABSORBANT

Les particules minérales et organiques du sol (ou "complexe argilo-humique") présentent les propriétés de colloïdes électro-négatifs qui leur permettent de retenir "absorbés" à leur surface un certain nombre de cations :

- $\text{Na}^+$  et  $\text{K}^+$  faciles à échanger
- $\text{Ca}^{++}$  et  $\text{Mg}^{++}$  plus fortement retenus
- $\text{H}^+$

La somme  $\text{Na} + \text{K} + \text{Ca} + \text{Mg}$  est appelée S.

La capacité totale d'échange représentée par la somme  $\text{Na} + \text{K} + \text{Ca} + \text{Mg} + \text{H}$  est appelée T.

On extrait les cations absorbés en les déplaçant par un autre cation. La difficulté réside dans le fait que la plupart des réactifs d'extraction dissolvent également des éléments étrangers au complexe tels que  $\text{CO}_3\text{Ca} - \text{CO}_3\text{Mg}$  et  $\text{SO}_4\text{Ca}$ . De ce fait il n'existe encore aucune méthode satisfaisante pour doser le complexe absorbant dans les sols calcaires ou gypseux.

271 - METHODE SOGREAH (S.TOUJAN)

2711 - Principe

On pratique une double extraction :

- Ca, Mg sont extraits à l'acétate de Na qui a l'avantage de dissoudre peu de calcaire et de  $\text{CO}_3\text{Mg}$ .
- T est dosé au photomètre sous forme de Na qui a déplacé Ca et Mg et qu'on déplace à son tour par l'acétate  $\text{NH}_4$ .
- Na et K sont extraits séparément à l'acétate  $\text{NH}_4$

2712 - Mode opératoire

Faire la pâte saturée. Mesurer la conductivité de l'extrait :

- Si conductivité  $< 1$  mmhos/cm à  $25^\circ$  = sol non salé
- Si conductivité  $> 1$  mmhos/cm à  $25^\circ$  = sol salé

27121 - sols non salés

Na et K

- 5 g de terre dans un erlen + 100 ml acétate

d'ammonium N (pour 6 l  $\text{CH}_3\text{COO NH}_4$  N mettre  
( 3 à 4 l eau distillée  
( + 350 ml  $\text{CH}_3\text{COOH}$   
( + 710 ml  $\text{NH}_4\text{OH}$

Refroidir complétement. Vérifier la neutralité au bleu de Bromothymol).

- Contact 2 heures en agitant de temps en temps.
- Filtrer.
- Doser Na et K au photomètre.

Na me % = 2 x
K me % = 2 y

#### Ca - Mg et T

Effectuer toutes les percolations dans une même journée de préférence.

- Dans un tube à percolation muni d'un robinet, à la base placer :
  - 1 ou 2 cm de sable propre.
  - puis 5 g de terre mélangée à 20 - 50 g de sable.
  - puis 1 à 2 cm de sable.
  - puis 2 à 3 cm de coton de verre tassé.
- Percoler en au moins une heure par 3 fois 50 ml d'acétate de Na N (136 g/l).
- Le filtrat servira à doser Ca et Mg.
- Après égouttage, laver avec 25 ml d'alcool méthylique.
- Puis avec 3 fois 10 ml d'alcool éthylique.
- Mesurer la résistance du dernier alcool passé. Arrêter le lavage pour une lecture de  $0,5 \times 10^5$  (50.000). Ne pas dépasser cette valeur sinon il y aurait péptisation rendant l'alcool trouble et tout serait à recommencer.
- Percoler en au moins une heure par 4 portions successives de 25 ml avec de l'acétate d'ammonium N.
- Faire bouillir 3 ou 4 minutes pour chasser l'alcool. Laisser refroidir.
- Compléter à 100 avec de l'acétate  $\text{NH}_4$ .

- On dose T sous forme de Na

$$T = 2 x$$

- Doser Ca et Mg = prendre le filtrat à l'acétate de Na.

- Compléter à 150 ml.

- Doser Ca : 50 ml de filtrat + 10 ml Na OH 2N (90 g/l) préparé du jour + 1 pincée de murexide.

Verser le complexon N/5 (37,2 g/l) jusqu'à virage du rose au violet.

$$\text{Ca me \%} = \frac{x \cdot x \cdot 150 \cdot x \cdot 100}{5 \cdot x \cdot 50 \cdot x \cdot 5}$$

$$\text{Ca me \%} = 12 x$$

- Doser Ca + Mg - 50 ml de filtrat + une pincée de complexonate de magnésium + 2 ml CNK 2 % + 1 ml tampon Mg (87,5 g ClNH<sup>4</sup> + 570 ml NH<sup>4</sup> OH complétés à 1 litre).

Chauffer à 45 - 50°.

Ajouter quelques gouttes de Noir Eriochrome.  
Verser y ml de complexon jusqu'à virage au bleu

$$\text{Ca} + \text{Mg} = \frac{y \cdot x \cdot 150 \cdot x \cdot 100}{5 \cdot x \cdot 50 \cdot x \cdot 5} = 12 y$$

$$\text{Mg me \%} = 12 y - 12 x$$

### 27122 - Sols salés

Voir si la teneur en Cl (me/l) est supérieure ou inférieure à Na (me/l). Si le chiffre de Cl sur pâte saturée est exprimé en g/l, le transformer en me/l.

$$\text{Cl me/l} = \frac{\text{Cl g/l} \cdot x \cdot 1.000}{35,5}$$

Si : Cl me/l > 8,7 x conductivité — 6,4 on a Cl > Na

Si : Cl me/l < 8,7 x conductivité — 6,4 on a Cl < Na

a) Si Cl < Na

On effectuera une extraction analogue à celle qui est pratiquée avec les sols non salés. Des chiffres de Na et K trouvés on retranche Na et K solubles dosés dans la pâte saturée (hydrolyse minimum des argiles Na).

- 2,5 g de terre + 25 ml d'acétate  $\text{NH}_4\text{N}$ .
- agiter 2 heures.
- centrifuger 5 minutes à 1.200<sup>t</sup>/min, décantter.
- compléter à 100 avec de l'acétate.
- doser Na et K au photomètre : Na me % = 4 x
- faire la pâte saturée. Diluer l'extrait pour le ramener à une conductivité de 1 mmhos/cm (dans une éprouvette de 10 ml). Doser au photomètre le Na soluble.

$$\text{Na sol me \%} = \frac{\text{Na me/l} \times \text{saturation \%}}{1.000}$$

$$\text{Na échangeable} = \text{Na sol} + \text{échang.} - \text{Na sol.}$$

$$\text{K échangeable} = \text{K sol} + \text{échang.} - \text{K sol.}$$

- Doser Na, Mg et T comme dans le cas des sols non salés mais déterminer le Ca et Mg soluble et le retrancher de Ca et Mg trouvés.

Pour cela 50 g de sol dans ml  $\text{H}_2\text{O}$  distillée.

Agiter 2 heures.

Repos une nuit : si le filtrat est trouble pas de Ca et Mg soluble

: si le filtrat est clair doser Ca et Mg au complexon sur des prises de 50 ml.

b) Si Cl > Na

Dans ce cas Na s'unit préférentiellement à Cl, comme  $\text{Cl}_2\text{Mg}$  est très soluble dans l'alcool éthylique, Cl Na et Cl K moyennement, on peut donc éliminer tout le Na par lavage à l'alcool sans hydrolyser le Na du complexe.

- 5 g de terre dans 60 à 80 ml d'alcool méthylique à 70 % si C > 20 mmhos/cm ou dans 10 à 80 ml d'alcool éthylique si C < 20 mmhos/cm.
- agiter 2 heures ou laisser en contact si la conductivité est faible.
- laisser décanter une nuit.

- mesurer la conductivité puis siphonner l'alcool.
- recommencer jusqu'à lecture d'une conductivité supérieure à  $0,2 \times 10^4$ , puis continuer à l'alcool éthylique jusqu'à lecture supérieure à  $0,5 \times 10^5$ . Si l'alcool est trouble on a dépassé. Il faut tout recommencer.
- remplacer le dernier alcool par 80 ml d'acétate  $\text{NH}_4\text{N}$ .
- agiter 2 heures, laisser décanté une nuit.
- filtrer. Rincer le flacon avec environ 20 ml acétate  $\text{NH}_4$  et verser la solution de rinçage sur le filtre. Laisser égoutter.
- faire bouillir 3 ou 4 minutes pour chasser l'alcool.
- laisser refroidir et compléter à 100 ml avec de l'acétate.
- doser Na et K au photomètre.
- doser Ca, Mg et T comme dans le cas précédent.

## 272 - METHODE IDERT-BONDY (Ch.OLLAT)

### 2721 - Principe

- Les bases échangeables sont extraites par une solution d'acétate d'ammonium normal à pH 7 et dosées par spectrographie.
- Le complexe absorbant est alors saturé de calcium à l'aide d'une solution normale de chlorure de calcium tamponnée à pH 7. Ensuite, sans lavage préalable, on lessive avec une solution de nitrate de potassium. Le percolat obtenu contient le calcium provenant du complexe, plus celui provenant de l'excès de chlorure de calcium.

En dosant d'une part la totalité du calcium, et d'autre part le chlore, on obtient par différence le calcium réellement fixé sur le complexe.

- Le calcium est dosé par complexométrie
- Le chlore est dosé par argentimétrie

### 2722 - Réactifs

- Solution d'acétate d'ammonium N, pH 7

- Pour 1 litre de solution :
- 50 ml d'acide acétique cristallisable
  - ajouter 200 ml d'eau
  - neutraliser par de l'ammoniac (95 à 100 ml d'ammoniac 22° Bé)
  - vérifier la neutralité au bleu de bromothymol ou au pH mètre
  - terminer l'ajustage à pH 7 avec des solutions diluées.

- Solution  $\text{Cl}_2\text{Ca} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  N tamponnée à pH 7

Préparation (pour 6 litres de réactif)

- Solution A : - verser 90 ml de triéthanolamine dans 2.800 ml d'eau distillée.
  - Ajouter 30 ml d'acide nitrique  $d = 1,33$ .
  - Amener à 3.000 ml.

- Solution B : - Dissoudre 441 g de  $\text{Cl}_2\text{Ca} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  dans 3.000 ml d'eau distillée.

- Mélanger solution A et solution B

Amener à l'aide du pH mètre à pH 7, par addition suivant le cas, soit de triéthanolamine soit d'acide nitrique dilué.

- Solution  $\text{Cl}_2\text{Ca} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  N/10 non tamponné
- Solution  $\text{NO}_3\text{K}$  N.
- Alun de fer et d'ammonium saturé (environ 140 g/l)
- Nitrate d'argent titré N/20
- Thiocyanate de potassium N/20
- Nitrobenzène pur
- $\text{NO}_3\text{H}$  environ 6 N.
- Solution étalon de Ca : - dissoudre 2,4972 g de  $\text{CO}_3\text{Ca}$  P.A. (tenir compte des impuretés si nécessaire) dans 25 ml environ d' $\text{HCl}$  au 1/2.
  - amener à 1.000 ml avec de l'eau distillée : 1 ml de cette solution correspond à 1 mg de Ca.

- Solution de Complexon III N/50: - dessécher le complexon à 80°
  - dissoudre 3,721 g de Complexon III dans 1.000 ml d'eau distillée
  - déterminer le titre exact à partir de la solution étalon de Ca.

- Solution de Soude 5 N.

- Indicateur : Calcon

- Faire une solution comprenant :
- 0,2 g de calcon
  - 20 ml de triéthanolamine
  - 80 ml de méthanol

ou : Calcéine

- 0,2 g calcéine
- 0,1 g thymolsulfonephthaleine
- 100 ml de soude N/10

#### 2723 - Mode opératoire

- Peser 10 g de terre (20 g si le sol est pauvre) passée au tamis module 34 NFX II 501, qui seront mélangés avec 20 g de sable calibré aux environs de 1 mm, préalablement lavé à l'acide nitrique et à l'eau distillée et calciné.
- Introduire dans une colonne à percolation (hauteur 45 cm  $\phi$  2 cm) :
  - un tampon de coton suffisamment tassé sur une hauteur de 2 cm.
  - 10 g de sable.
  - le mélange : 10 g (ou 20 g) de terre + 20 g (ou 30 g) de sable.
  - 10 g de sable.le mélange terre + sable doit être le plus homogène possible.  
Il est recommandé de l'introduire par petites quantités.
- Introduire lentement la solution d'acétate d'ammonium de façon à imbiber entièrement la terre; remplir ensuite la colonne et boucher par le haut afin d'arrêter l'écoulement.
- Déboucher et percoler lentement avec la solution d'acétate d'ammonium jusqu'à 250 ml. La percolation doit durer 3 heures. Recevoir le percolat dans une fiole de 250 ml. Ces 250 ml serviront au dosage des bases échangeables.  
Na et K sont dosés au photomètre  
Ca et Mg sont dosés par complexométrie.

- Percoler ensuite lentement, avec la solution de  $\text{Cl}_2\text{Ca}$  N tamponnée jusqu'à 500 ml.
- Percoler par petites fractions, avec 150 ml de la solution  $\text{Cl}_2\text{Ca}$  N/10.
- Ecarter ces 2 filtrats.
- Percoler enfin avec 500 ml de la solution de  $\text{NO}_3\text{K}$  N et recevoir le percolat dans une fiole jaugée de 500 ml.

#### Dosage de Cl

- Prélever 50 ml du percolat  $\text{NO}_3\text{K}$
  - Ajouter 5 ml de  $\text{NO}_3\text{H}$  6N
    - 10 ml de  $\text{NO}_3\text{Ag}$  N/20
    - 3 ml de Nitrobenzène
    - 1 ml d'Alun de fer et d'ammonium.
  - Agiter énergiquement une minute pour coaguler le précipité.
- Sur les sols de Tunisie dont le pH est en général neutre ou alcalin on peut procéder par titrage direct du chlorure par le nitrate d'argent en présence de chromate de potassium.

#### Dosage de $\text{Ca}^{++}$

- Prélever 50 ml du percolat
  - Ajouter : 2 ml de soude 5 N
    - 6 gouttes d'indicateur (calcon ou calceine)
  - Agiter
  - Titrer immédiatement par le Complexon III N/50
- Au point terminal { pour le calcon : la couleur viro au violet bleu.  
                          { pour la calcei-  
                          { ne : la fluorescence disparaît brutalement.

soit  $v$  = nombre de ml de Complexon III N/50.

#### Calculs

Dans les conditions de ce mode opératoire et pour une prise de 10 g :

- Si la liqueur de Complexon III est exactement N/50 et les liqueurs de Nitrate d'argent et de Sulfocyanure exactement N/20, appliquer la formule :

$$T \text{ en meq. pour } 100 \text{ g de terre} = \\ 2 v + 5 V = 50$$

N.B. - Faire un témoin avec une quantité de sable équivalente à celle se trouvant dans la colonne.

Remarques :

- Dans le cas particulier des sols de Tunisie qui sont souvent salés, calcaires, gypseux, utiliser des concentrations de réactifs un peu différentes.

- Schéma des percolations :

10 g sol + $\text{CH}^3 \text{Co ONH}^4$	250	
$\text{Cl}^2 \text{Ca}$ tamponné à pH 7	500	) écarter ces
$\text{Cl}^2 \text{Ca}$ non tamponné	150	
$\text{N O}^3 \text{K}$	500	) filtrats

- Différents titrages

a) Dans le percolat  $\text{CH}^3 \text{Co O. NH}^4$

Ca : 25 ml.  
+ 4 cc Na OH 5N  
+ Calcéine (5 gouttes)  
Titrer par EDTA 0,2 N

Ca + Mg : 25 ml  
+ 10 cc tampon Mg  
+ noir d'ériochrome (8 gouttes)  
titrer par EDTA 0,2 N

Na et K au photomètre  
On dose Na soluble + échangeable  
On déduit du chiffre trouvé le Na soluble mesuré dans l'extrait de saturation.  
La différence donne le Na échangeable.

b) Dans le percolat  $\text{No}^3 \text{K}$

Ca c/précédemment  
prise d'essai 50 ml  
EDTA = 0,2 N

$\text{Co}^3 \text{H}$   
prise d'essai 50 ml  
+ quelques gouttes d'hélianthine  
Titrer par  $\text{SO}^4 \text{H}^2$  0,1 N

Cl  
Sur la même prise que  
 $\text{Co}^3 \text{H}$  rajouter quelques gouttes de  $\text{CrO}^4 \text{K}^2$   
Titrer par  $\text{No}^3 \text{Ag}$  0,1 N

SO<sub>4</sub>

Dans le cas des sols gypseux, par gravimétrie ou complexométrie.

Le Ca total dosé, diminué de la somme  $Co^3H + Cl + SO_4$  correspond à la capacité d'échange.

- Dans le cas des sols calcaires ou gypseux le Ca échangeable est calculé par différence entre la capacité d'échange et la somme des 3 autres cations.

28 - DOSAGE DU PHOSPHORE ASSIMILABLE DANS

LES SOLS CALCAIRES

(Méthode d'Olsen)<sup>+</sup>

281 - REACTIFS UTILISES

- Bicarbonate de Sodium 0,5 M ajusté à pH 8,5.

42 g de  $\text{CO}_3\text{NaH}$  dans 900 ml environ d'eau distillée.

Ajuster à pH 8,5 (15 à 18 cc de Na OH N).

Amener à 1.000.

- Réactif chlorosulfomolybdique

a) dissoudre 12,5 g de molybdate d'Ammonium dans 100 ml d'eau distillée à 60°.

Filtrer si trouble.

b) Mélanger lentement et en agitant 140 ml  $\text{SO}_4\text{H}_2$   $d = 1,84$  (pour toxicologie) avec 112,5 ml HCl  $d = 1,19$

Laisser refroidir et verser sur 120 ml d' $\text{H}_2\text{O}$  distillée.

Amener à 400.

Verser lentement en agitant (a) dans (b).

Amener à 500.

Conserver en flacon brun.

- Chlorure Stanneux

a) Verser 10 ml HCl  $d = 1,19$  sur 90 ml eau distillée.

Amener à 100.

b) Dissoudre dans (a) 2,5 g de Chlorure Stanneux - Filtrer rapidement.

Conserver dans un flacon à siphon, mettre quelques grains d'étain métallique qui conservent le chlorure à l'état Stanneux.

Recouvrir le tout d'une couche d'huile de paraffine.

Solution étalon de phosphate monopotassique

1/ Solution à 100  $\mu\text{g}/\text{ml}$  de  $\text{P}_2\text{O}_5$ .

péser 0,1917 g de  $\text{PO}_4\text{K H}_2$  et dissoudre dans 1.000 d'eau distillée.

Ajouter 3 - 4 gouttes de chloroforme

+ M.L. JACKSON - Soil Chemical Analysis p. 162 et OLSEN et al. U.S.D.A. cir. 939 (1954)

- 2/ Solution à 10 %/ml.  
Diluer la précédente au 1/10ème

Charbon actif exempt de phosphore

Agiter 100 g de charbon actif avec 200 ml de  $\text{CO}_3\text{Na H}$  pH 8,5 pendant 30 minutes à l'agitateur rotatif.

Filtrer - Laver - Laisser sécher le charbon à l'air.

Remettre le charbon ainsi traité en contact avec 100 ou 200 ml de  $\text{CO}_3\text{Na H}$  0,5 M pendant 30 minutes.

Agiter de temps en temps à la main.

Vérifier si le filtrat contient encore du Phosphore.

Répéter l'opération jusqu'à disparition totale du phosphore.

282 - EXTRACTION DU  $\text{P}_2\text{O}_5$  ASSIMILABLE

- 5 g de sol dans un erlenmeyer.
- + 100 ml  $\text{CO}_3\text{Na H}$  0,5 M.
- + un peu de charbon actif pour décolorer l'humus.

le rapport  $\frac{\text{terre}}{\text{solution}}$  doit être  $\frac{1}{20}$

- Agiter 30 minutes à l'agitateur mécanique.
- Filtrer sur filine bleu.
- Si tout l'humus n'est pas décoloré, ajouter du charbon actif, agiter à la main.
- Filtrer à nouveau.

283 - COLORIMETRIE

On détermine les concentrations inconnues des échantillons à mesurer à partir de concentrations connues d'une gamme étalon préparée à cet effet.

2831 - Gamme étalon de 0 à 100 %/ml de  $\text{P}_2\text{O}_5$  dans 50 ml

Concentration en $P_2O_5$ ‰/50 ml	Volume de $PO_4KH_2$ à 10 ‰/ml
0g	0
5	0,5
10	1
15	1,5
20	2
25	2,5
30	3
40	4
50	5
75	7,5
100	10

a/ pour la gamme

mettre dans des fioles jaugées de 50  
 10 ml de  $CO_3 Na H 0,5 M$   
 + les quantités ci-dessus de  $PO_4 K H_2$  à 10 ‰/ml

b/ pour les échantillons à doser.

mettre dans des fioles jaugées de 50  
 10 ml du filtrat d'extraction  
 + un peu d'eau distillée - agiter.

Dans ces 2 séries de fioles, 15 minutes avant la colorimétrie :

Ajouter 2 ml de réactif chloro-sulfo-molybdique.

Compléter à 50 ml

Agiter en retirant fréquemment le bouchon pour laisser partir le  $CO_2$ .

2832 -- Mesure proprement dite

Se fait au colorimètre LANGE muni d'un filtre rouge.

Au temps 0 mettre 3 gouttes de  $\text{Cl}^2\text{Sn}$  dans la 1ère fiole de la gamme étalon.

Toutes les 2 minutes, mettre les 3 gouttes de  $\text{Cl}^2\text{Sn}$  dans chacune des fioles de la gamme puis des échantillons à mesurer.

Temps de contact = 8 minutes

Donc au bout de 8 min. colorimétrer la 1ère fiole.

" " " 10 " " " 2ème et ainsi de suite.

#### 284 - COURBES

Construire la courbe étalon sur papier millimétré en portant en abscisse = les concentrations en  $\text{P}^2\text{O}_5$  g/50 cc et en ordonnée = les lectures au colorimètre. En déduire les concentrations en  $\text{P}^{205}$  des échantillons à mesurer.

#### 285 - CALCULS

##### 2851 - en p.p.m

Soit h le nombre de % de  $\text{P}^{205}$ /50 ml donné par la courbe.

$$\text{P}^{205} \text{ en p.p.m} = h \times \frac{100}{5 \times 10}$$

où 100 = volume solution d'extraction.

5 = poids en g de sol.

10 = fraction aliquote.

##### 2852 - en $\text{P}^{205}$ %

1 p.p.m = 1 mg par kg.

= 1 % pour 1 g.

=  $10^{-6}$  g pour 1 g.

donc  $\text{P}^{205}$  en p.p.m  $\times 0,0001 = \text{P}^{205} \%$

##### 2853 - en P %

$\text{P}^{205} \% \times 0,437 = \text{P} \%$

#### 286 - ECHELLE DE FERTILITE

5 p.p.m de P sols pauvres

5 à 10 p.p.m    sols moyens.  
  > 10 p.p.m    sols riches.  
  > 18 p.p.m    sols très riches.

29 - FER TOTAL

291 - METHODE I

1°) Mode opératoire

- Porphyriser la terre.
  - Peser 1 g.
  - Calciner légèrement (400° environ) pour éliminer les matières organiques.
  - Traiter dans un petit erlenmeyer de 150 cc par 20 cc HCl concentré (entonnoir dessus pour condenser les vapeurs).
  - Ebullition au B.S. jusqu'à résidu à peu près blanc.
  - Reprendre le tout dans un bécher de 1 litre (ou un erlenmeyer).
- + 50 cc HCl

Ebullition

Ajouter goutte à goutte en agitant une solution de chlorure stanneux jusqu'à décoloration, puis 2 gouttes en excès.

- Diluer à presque 1 litre.

Eliminer l'excès de  $Cl^2Sn$  par 5 cm<sup>3</sup> de bichlorure de mercure (saturé à froid).

- Repos un moment.
- + 20 cc du mélange  $SO^4Mn$   
 $SO^4H^2$   
 $PO^4H^3$

et titrer à froid par  $MNO^4K$  N/10 jusqu'à coloration rose.

1 cm<sup>3</sup> de  $MNO^4K$  N/10 ----- 5,6 mg de fer.

2°) Réactifs

Chlorure stanneux ( $Cl^2Sn$ )

- 50 g de sel cristallisé
- + 100 cc HCl pour 1 litre
- + quelques grains de Sn métallique

Mélange

$SO^4Mn$	67 g	}	1 litre
$SO^4H^2$	130 cc		
$PO^4H^3$	138 cc		

(d = 1,7)

### 3°) Calcul

Fe en mg % = X x 100

$$\boxed{\text{Fe \%} = 0,56 \times}$$

#### Remarque :

- Si le sol est calcaire procéder comme suit :
- peser 1 g de sol
- calciner légèrement au moufle à 400°
- Traiter ce sol dépourvu de matières organiques par HCl jusqu'à non effervescence (dans un erlenmeyer de 150 cc)
- Une fois le calcaire détruit ajouter 20 cc d'HCl concentré.
- Poursuivre comme précédemment.

### 292 - METHODE II (BONDY)

#### Réactifs :

- HCl concentré
- \* H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> à 110 volumes
- solution stanneuse (la même qui a servi pour le dosage du fer libre)
  - 5g de Cl<sub>2</sub>Sn
  - 5 ml d'HCl au 1/2
  - Chauffer
  - Compléter à 100 ml avec HCl au 1/2
- Cl<sub>2</sub>Hg (dans les mêmes conditions que le fer libre à 5 % en chauffant)
- Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub>K<sub>2</sub> N/20
- Solution mélange dans les proportions suivantes
  - SO<sub>4</sub>H<sub>2</sub> pur 83,3 cc
  - PO<sub>4</sub>H<sub>3</sub> pur 250 cc
  - eau distillée quantité suffisante pour compléter à 1 litre
- Diphénylamine sulfonate de Baryum à 0,5 % dans l'eau.

#### Extraction :

- 5g de sol dans matras de 150 cc à col long
- + 30 cc d'HCl concentré
- + quelques billes de verre pour arrêter les projections
- Boucher les matras à l'aide d'entonnoir
- Ebullition 5 h sur bain de sable
- Refroidir et filtrer sur filtre . . . bleu dans béccher de 250 cc (se servir d'une pissette contenant H<sub>2</sub>O distillée pour faire passer les dernières gouttes qui restent sur le rebord du col du matras chaque fois que l'on verse la solution d'extraction sur le filtre)
- Laver à l'eau distillée 3 fois dans le matras et 3 fois sur le filtre
- Ajouter 5 cc de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> pour éliminer les matières organiques et porter à ébullition sur plaques chauffantes on couvrant avec des verres de montre.

- Après un certain temps d'ébullition retirer les verres de montre et continuer à concentrer jusqu'à volume de 50 cc environ.
- Transvaser dans des fioles jaugées de 100 cc et compléter à 100 avec eau distillée.

Dosage :

- Prélever 20 cc de la solution d'extraction dans une fiole cylindro-conique de 250 cc + 20 cc d'HCl au 1/2
- Porter à ébullition et réduire par le chlorure stanneux  $\text{Cl}^3\text{Fe}$  en  $\text{Cl}^2\text{Fe}$ . Pour cela ajouter goutte à goutte  $\text{Cl}^2\text{Sn}$  jusqu'à décoloration et une goutte en excès (ne pas dépasser)
- Refroidir sous jet d'eau froide.
- Ajouter ensuite 10 cc de  $\text{Cl}^2\text{Hg}$  pour éliminer l'excès de  $\text{Cl}^2\text{Sn}$  et 20 cc de la solution mélange
- Amener à un volume de 200 cc avec de l'eau distillée
- Ajouter 8 gouttes de diphenylamine sulfonate de Baryum
- Titrer au bichromate de potassium N/20 même virage que pour le fer libre du blanc au vert de plus en plus foncé et enfin au violet.  
 $2 \text{Cr}^{207}\text{K}^2 = 1 \text{Fe}^{203}$   
1 cc de  $\text{Cr}^{207}\text{K}^2$  N/20 = 0,003992 g de Fe 203 total

Calcul :

Dans les conditions de l'analyse c'est à dire une prise de terre de 5 g et une prise pour le dosage de 20 cc sur une solution d'extraction totale de 100 cc

$$\text{Fe}^{203} \text{ en g pour 100 g de sol} = \frac{X \times 0,003992 \times 100 \times 100}{5 \times 20}$$

$$X \times 0,003992$$

X = volume de  $\text{Cr}^{207}\text{K}^2$  utilisé.

210 - FER LIBRE  
-----

2101 - METHODE DEMOLON  
-----

- Peser 2 g de terre fine. Les placer dans un erlenmeyer.
- + 100 cc solution acide oxalique à 2 %
- +  $(\text{COOH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  (en poudre) jusqu'à effervescence.  
par petites quantités avec intervalle d'1/4 d'h de repos  
entre chaque addition.
- Laisser en contact 48 heures.
- + 10 cc de citrate ammoniacal (acide citrique 400 g +  $\text{NH}_4\text{OH}$   
q.s. au litre).
- Agiter et laisser en digestion 1/4 d'heure.
- Filtrer sur fiole jaugée de 250 cc (filtre ordinaire).
- Compléter à 250 cc.
- Prélever 135 cc (correspondant à 1 g de terre).  
Les placer dans un erlenmeyer.
- Peroxyder par quelques gouttes d' $\text{H}_2\text{O}_2$ .  
Porter à l'ébullition.
- Ajouter alors progressivement KOH à 20 % et chauffer jus-  
qu'à élimination de  $\text{NH}_3$  avec séparation totale du fer à  
l'état floconneux -----  $\text{Fe}(\text{OH})_3$ .
- Filtrer. Laver. (5 ou 6 fois le filtre)
- Redissoudre le précipité dans une solution bouillante ren-  
fermant 24 o/oo en volume d'HCl + 5 cc de  $\text{SO}_4 \text{Cu}$  à 10 g/l.  
Ebullition -----  $\text{Cl}_3\text{Fe}$ .
- + 1 cc et plus de salicylate de soude à 40 g/l jusqu'à colo-  
ration violacée.
- Titrer par l'hyposulfite de soude N/10 que l'on verse à la  
burette jusqu'à décoloration.

Fer en g % = x cm<sup>3</sup> x 0,28  
(exprimé en Fe)

Fe g % = x cm <sup>3</sup> x 0,8 exprimé en $\text{Cl}_3\text{Fe}$
---

2102 - METHODE DEB

21021 - Extraction

210211 - Réactifs

- Solution normale d'acétate de sodium et 0,2 N de tartrate de sodium : 136 g d'acétate et 23 g de tartrate pour 1 litre.
- Hydrosulfite de sodium ( $S_2O_4 Na_2$ ).
- Acide chlorhydrique N/20
- Acide sulfurique et nitrique concentré.

210212 - Mode opératoire

- Broyer entièrement et tamiser à 0,2 mm, 10 g de sol
- Peser 1 g de terre fine passant au tamis 100, échelle américaine, module 24 HFX II 501 et l'introduire dans un tube à centrifuger.
- Ajouter 50 ml d'eau ou 50 ml de la solution mixte de tartrate et d'acétate (qui sert à tamponner le milieu et à complexer le fer dissous).
- Agiter énergiquement.
- Ajouter 2 g d'hydrosulfite et laisser au B.M. à 40° en agitant de temps en temps pendant 30 à 50 minutes jusqu'à ce que la décoloration soit complète (réduction du fer)
- Centrifuger et décanter dans un bécher de 250 ml.
- Agiter le culot de temps en temps pendant 15' en présence de 50 ml d'HCl N/20 à 40° (dissolution).
- Centrifuger et ajouter le centrifugat au premier.
- Faire un deuxième traitement identique au précédent (attaque à l'hydrosulfite et lavage chlorhydrique). Joindre les solutions. Le résidu doit être blanchâtre; un troisième traitement est parfois nécessaire.
- Concentrer au bain de sable très chaud en présence de 5 ml de  $SO_4 H_2$  concentré (jusqu'à 40 cc environ). .../...

- Recouvrir le bécher d'un verre de montre ou mieux d'un entonnoir renversé de dimension appropriée pour jouer le rôle de condensateur.
- Amener à fumées blanches et introduire par le bec du bécher  $\text{NO}_3\text{H}$  concentré goutte à goutte en attendant que chaque goutte ait bien réagi avant d'ajouter la suivante. (après avoir retiré du feu)
- L'attaque est terminée lorsque la solution est devenue d'un jaune franc stable. Une quantité très faible d'acide nitrique est nécessaire. (1/2 cc environ)
- Chasser les vapeurs nitreuses en amoniant à sec. Reprendre le résidu avec de l'eau et filtrer. La solution sulfurique ainsi obtenue se trouve débarrassée de l'hydrosulfite et également des matières organiques éventuellement présentes, par oxydation.

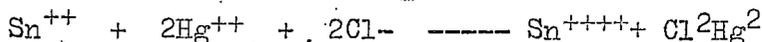
Le dosage du fer peut ensuite s'effectuer par de nombreuses méthodes : deux sont décrites ci-après :

- 1) Volumétrie : bichromate N/20 - N/50 - N/100.
- 2) Colorimétrie : o.phénanthroline.

## 21022 - Volumétrie : Bichromate de Potassium

### 210221 - Principe

Le fer amené à l'état  $\text{Fe}^{++}$  par le chlorure stanneux; de cette façon  $\text{Ti}^{++++}$  n'est pas réduit. L'excès de chlorure stanneux est enlevé par oxydation par le chlorure mercurique.



$\text{Fe}^{++}$  est alors dosé par une solution de bichromate titré N/10

On ajoute de l'acide phosphorique afin de provoquer un complexe avec les ions  $\text{Fe}^{+++}$  formés au cours du titrage. La fin de la réaction d'oxydation est donnée par un indicateur : diphénylamine sulfonate de Ba.

### 210222 - Réactifs

- Solution stanneuse

(5 g de  $\text{Cl}_2\text{Sn}$   
(5 ml d' $\text{HCl}$  concentré  
(chauffer  
(compléter à 100 ml

- $\text{Cl}_2\text{Hg}$  5 %
- $\text{PO}_4\text{H}_3$  conc. 84 %
- $\text{SO}_4\text{H}_2$  6 N (1/6)
- Diphenylamine sulfonate 0,2 - 0,5 % dans l'eau.
- Bichromate de potassium N/50 ou N/100
- Solution étalon de fer : 1 g de fer pur, attaqué par  $\text{HCl}$  (50 cc au 1/2), chauffer doucement, oxydor (1cc à 2cc) par  $\text{H}_2\text{O}_2$ .

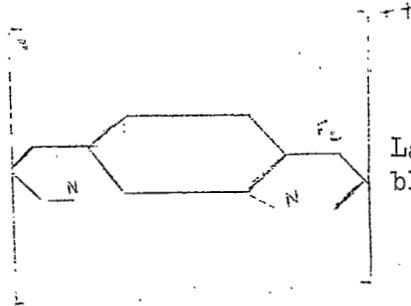
210223 - Mode opératoire

- Reprendre le résidu 20 ml  $\text{ClH}$  1/2.
- Chauffer au voisinage de l'ébullition.
- Ajouter goutte à goutte du chlorure stanneux jusqu'à disparition du complexe ferrichlorhydrique jaune. Ajouter une goutte en excès.
- Refroidir sous un courant d'eau.
- Ajouter en une seule fois 10 ml de chlorure mercurique : attendre 2 minutes. Le précipité de  $\text{Cl}_2\text{Hg}_2$  doit être faible, (Il correspond à un faible excès de  $\text{Cl}_2\text{Sn}$
- Ajouter 10 ml  $\text{SO}_4\text{H}_2$  6N  
5 ml  $\text{PO}_4\text{H}_3$  concentré  
6 - 8 gouttes d'indicateur.
- Faire tomber le bichromate titré en agitant. Il apparaît une coloration verte due aux ions  $\text{Cr}^{+++}$ . Aller lentement à la fin jusqu'à apparition de la teinte violette : un excès de bichromate détruit l'indicateur.
- Faire un dosage avec les mêmes réactifs sur une solution donnée de fer.  
1 ml de bichromate exactement N/10 = 5 mg  
58 de Fer.

21023 - Colorimétrie : à l'Orthophénanthroline

210231 - Principe

Fe<sup>++</sup> donne avec l'o.phénanthroline  
Cl<sub>2</sub>H<sub>8</sub>N<sub>2</sub> H<sub>2</sub>O un ion complexe rouge contenant  
trois molécules d'o.phénanthroline pour un  
Fe<sup>++</sup>.



La forme oxydée est  
bleu pâle

La coloration reste stable plus de six mois.  
Elle est indépendante du pH entre 2 et 9;  
le complexe est très stable, la coloration  
dépend peu de l'excès de réactif et de la pré-  
sence d'un certain nombre d'autres anions.  
Cependant, de nombreux autres hydroxydes et  
de phosphates peuvent précipiter : l'addi-  
tion de citrate peut souvent éviter ces pré-  
cipitations. Il est nécessaire de réduire au  
préalable Fe<sup>+++</sup> en Fe<sup>++</sup>. On utilise l'hydro-  
quinone.

On dose habituellement de 0,1 à 6 γ par cen-  
timètre cube.

210232 - Réactifs

- Solution de citrate d'ammonium ou de so-  
dium à 1 %
- Hydroquinone à 1 % dans un tampon acétique  
à pH 4,5 (mélanger 65 ml d'acide acétique  
N/10 : acide cristallisable dilué à 1/170  
et 35 ml d'acétate de sodium N/10 : 13 g 6  
de CH<sub>3</sub>CO<sub>2</sub>Na, 3 H<sub>2</sub>O par litre. Conserver  
au frigidaire. A rejeter dès que la solu-  
tion d'hydroquinone se colore.
- Solution d'acétate de sodium 2 M : dissou-  
dre 272 g de CH<sub>3</sub>CO<sub>2</sub>Na, 3H<sub>2</sub>O dans un li-  
tre d'eau distillée.
- Solution d'o.phénanthroline à 0,5 % :  
dissoudre dans de l'eau chaude (+ 0,5 ml  
de HCl au 1/2 pour conservation).

- Solution étalon de fer à 100  $\gamma$  par ml  
(partir du fer pur, attaquer par  $\text{ClH}$  au  $1/2$ , oxyder par  $\text{H}_2\text{O}_2$ )

210233 - Mode opératoire

- Amener le filtrat à 50 ml.
- Prélever 2 fractions aliquotes de 10 ml  
(plus ou moins suivant la richesse en fer - voir courbe d'étalonnage) l'une dans un bécher de 50 ml l'autre dans un ballon jaugé de 50 ml.
- Ajouter 4 ml de solution de citrate d'ammonium à 1 %.
- Déterminer au pH-mètre sur la fraction contenue dans le bécher, la quantité nécessaire d'acétate 2 M pour amener à pH 3,5.
- Amener le pH à 3,5 sur l'autre fraction par addition de la quantité voulue d'acétate.
- Ajouter 2 ml de solution d'hydroquinone  
2 ml de réactif o.phénanthroline.
- Attendre 2 heures.
- Amener à 50 ml.
- Colorimétrer à 480 - 520  $\text{m}\mu$  (filtre vert).

N.B. La courbe sera établie avec des concentrations en Fe allant de 0,2 à 4% par ml.

211 - SULFATES

---

Le dosage pratiqué est un dosage des sulfates totaux, sans autre indication sur la nature de ces sulfates. Le résultat trouvé peut être exprimé en gypse en multipliant par le coefficient 1,79.

1°) Mode opératoire

- + Peser 5 g de terre  
et 5 g de  $\text{CO}_3\text{Na}^2$   
Bien mélanger; les placer dans un creuset de porcelaine.
- Porter au moufle pour le frittage : rouge sombre à  $650^\circ$  pendant 20'.
- Placer sur filtre plissé ordinaire au-dessus de fiole jaugée de 250.
- Reprendre par l'eau bouillante.
- Refroidir et compléter
- Prélever 50 cc de solution ( ---- 1 g de terre).
- Les placer dans un erlenmeyer de 300 cc,  
+ 50 cc environ d'eau distillé,  
+ 2 gouttes d'hélianthine (à 0,02 %);  
+ HCl pur jusqu'à réaction acide sans excès (hélianthine jaune devient rose)  
Ebullition.
- Ajouter doucement, sans arrêter l'ébullition, 20 cc de  $\text{Cl}^2\text{Ba}$  à 10 %.
- Faire bouillir 10'.  
Le précipité se rassemble au fond. La liqueur surnageante est claire.
- Repos 12 heures.
- Filtrer sur filtre sans cendre.
- Laver le précipité à l'eau distillée bouillante jusqu'à disparition complète de Cl.
- Placer filtre + précipité dans creuset taré.
- Calciner au moufle à  $1.000^\circ$ .
- Peser.

2°) Calculs

$$\text{SO}_4\text{---} \% = x \times 0,412 \times 100$$

$$\text{SO}_4\text{Ca, 2H}_2\text{O} = \text{SO}_4 \% \times 1,79$$

$\text{SO}_4 \% = 41,2 x$
$\text{SO}_4\text{Ca, 2H}_2\text{O} = \text{SO}_4 \% \times 1,79$

3°) Réactifs

$\text{Cl}^2\text{Ba}$  à 10 %.

Hélianthine à 0,02 %.

212 - p H

- Préparer une suspension dans le rapport

$$\frac{\text{Sol}}{\text{eau}} = \frac{1}{2,5}$$

- Bien remuer et laisser reposer 2 heures.
- Mesurer le p H à l'aide d'un pH mètre - Remuer la suspension avant d'y plonger l'électrode.

#### Utilisation du pH mètre METROHM

L'électrode combinée mesure et référence doit être trmpée avant son emploi 3 à 4 jours dans l'eau distillée.

Veiller à ce que la chambre extérieure de l'électrode soit complètement remplie de solution de KCl saturée.

Pendant la mesure, le bouchon de caoutchouc doit être enlevé de l'orifice latéral.

Après usage conserver l'électrode dans une solution de KCl saturée.

III - ANALYSE DES EAUX  
=====

1 - p H

Au colorimètre ou au pH mètre directement sur l'échantillon.

Puis filtrer l'échantillon sur grand filtre plissé ordinaire pour séparer les matières en suspension du filtrat. Toutes les prises d'essai se feront sur ce filtrat.

2 - RESIDU SEC

Evaporer à sec au bain-marie électrique 50 cm<sup>3</sup> d'eau dans une capsule tarée (en argent).

Puis porter à l'étuve à 180° pendant 1 heure.

Refroidir au dessiccateur.

Peser la capsule (légèrement tiède encore car absorption d'humidité très rapide).

Exprimer l'extrait sec en mg/l.

3 - DILUTIONS ET PRISES D'ESSAIS

Le résidu sec étant assez long à obtenir, faire la conductivité pour avoir une idée rapide du résidu sec approximatif et pouvoir calculer les dilutions et prises d'essai à effectuer.

31 - PRISES D'ESSAIS (en ml)

Conductivité	Résidu sec approximatif	CO <sup>3</sup>	Cl	SO <sup>4</sup>	Ca et Mg
< 1,5	< 1 g	100	25	100	100
1,5	1 g	100	25	50	100
5	3,5 g	100	10	25	50
10	7 g	100	5	25	25
15	10 g	100	2	25	25

Si conductivité > 15 mmhos diluer l'échantillon de façon à le ramener à une eau ayant un résidu sec inférieur à 10 g/l.

32 - DILUTION POUR LE SODIUM

Doser tous les éléments ci-dessus puis calculer par différence entre anions et cations la quantité hypothétique de Na (en milliéquivalents) à trouver.

Diluer en conséquence en sachant que l'étalonnage actuel du photomètre permet de doser au maximum de déviation galvanométrique : 13 mé de Na.

Quantités hypothétiques de Na à trouver (en mé)	Coefficient de dilution	Dilution à effectuer
10 à 24 mé	1/2	25/50
24 à 60	1/5	10/50
60 à 120	1/10	5/50
120 à 240	1/20	25/50
240 à 300	1/25	1/25
300 à 600	1/50	1/50
600 à 1200	1/100	1/100

4 - DOSAGE DES ANIONS

41 - DOSAGE DE SO<sup>4</sup>

411 - Par gravimétrie

- Eau dans erlenmeyer de 300 cc
- + méthyl orange à 0,02 %
- + HCl concentré (1 cm<sup>3</sup> environ) jusqu'à réaction acide.
- Si prise de 50 cm<sup>3</sup> compléter à 100 cc environ avec de l'eau distillée.
- Porter à l'ébullition.
- Verser Cl<sup>2</sup> Ba à 10 % (20 cm<sup>3</sup>) goutte à goutte sans arrêter l'ébullition, jusqu'à non précipitation.
- Continuer l'ébullition 10' jusqu'à ce que le précipité tombe au fond et la liqueur surnageante soit claire.
- Retirer du feu. Laisser au repos une nuit.
- Filtrer sur filtre sans cendre.
- Laver à l'eau distillée bouillante (3 fois dans la fiole, une fois sur le filtre).
- Calciner au moufle une 1/2 heure à 400° environ.
- Refroidir. Peser.

Dans 1 g de SO<sup>4</sup> Ba il y a 0,412 de SO<sup>4</sup>---

$$SO_4 = x \quad x \quad 0,412$$

puis ramener à 1.000

Exprimer le résultat en mg pour 1.000

412 - Par complexométrie

4121 - Mode opératoire

- prise d'essai
- + 1 cc HCl dilué
- + Cl<sup>2</sup>Ba N/10 (exactement titré)
- Compléter à 100 si nécessaire. Ebullition modérée 20'.

- + 6 cc de solution tampon  $SO_4$
- + 5 gouttes de noir d'ériochrome
- + 1 pincée de complexonate de Mg
- Titrer au complexon 0,1 m jusqu'à virage au bleu ciel (Si le virage n'est pas atteint quelques grains de complexonate de magnésium tombant dans cette solution bleue donnent une coloration rose).
- On dose Ca + Mg + Ba

$$\text{Sulfate} = \begin{cases} 1/2 \text{ du volume de } Cl_2Ba \text{ ajouté} \\ + \text{ chiffre de burette de Ca + Mg} \\ \text{soit (A)} \\ - \text{ chiffre de burette de } SO_4 \text{ soit} \\ \text{(B)} \end{cases}$$

4122 - Prises d'essais et calculs

! Résidu sec	! Prises	! $Cl_2Ba$	! $SO_4$	! $SO_4$
!	! d'essai	! à ajouter	! en mg/l	! en milliéquivalents/
!	!	!	!	! l
! < 1.000 mg/l	! 100 cc	! 5	! $(2,5 + A - B) \times 96$	! $(2,5 + A - B) \times 2$
! 1.000 à 2.000	! 100	! 10	! $(5 + A - B) \times 96$	! $(5 + A - B) \times 2$
! 2.000 à 4.000	! 50	! 10	! $(5 + A - B) \times 2 \times 96$	! $(5 + A - B) \times 4$
! 4.000 à 8.000	! 25	! 15	! $(7,5 + A - B) \times 4 \times 96$	! $(7,5 + A - B) \times 8$
! > 8.000	! 10	! 15	! $(7,5 + A - B) \times 10 \times 96$	! $(7,5 + A - B) \times 20$

4123 - Réactifs

- HCl dilué = 187 cc HCl du commerce dilués à 1 litre.
- Tampon  $SO_4$  =  $ClNH_4$  35 g  
 +  $NH_4OH$  225 cc  
 +  $CnK$  5 g  
 +  $H_2O$  dist. Q.S. à 1.000
- Complexon III 0,1 m = N/5 = solution à 37,21 g/l  
 (voir préparation au dosage du Ca)
- $Cl_2Ba$  N/10 = 12,2153 g/l

Vérifier le titre de  $\text{Cl}^2\text{Ba}$  par le complexon III.  
10 cc de  $\text{Cl}^2\text{Ba}$  doivent correspondre à 5 cc de complexon.

Pour cela :

10 cc Solution de  $\text{Cl}^2\text{Ba}$  à titrer

+ 1 cc HCl dilué

Compléter à 100

Chauffer à  $45^\circ$

Ajouter 6 cc de tampon  $\text{SO}_4$

+ 4 à 5 gouttes de noir d'ériochrome

+ quelques grains de complexonate de Mg

Titrer au complexon  $\longrightarrow$  bleu ciel

- Noir d'ériochrome

préparation décrite plus loin avec le dosage de Mg.

#### 4124 - Inconvénient de cette méthode

La quantité de  $\text{Cl}^2\text{Ba}$  ajoutée peut être insuffisante.  
D'où précipitation incomplète et résultat trop faible.

#### 42 - DOSAGE DU CL

- Eau dans bécher

+ 2,3 gouttes de chromate de potassium à 5 %.

- Titrer par  $\text{NO}_3 \text{ Ag N}/10$  jusqu'à virage au rouge.

1  $\text{cm}^3$  de  $\text{NO}_3 \text{ Ag N}/10 \longrightarrow$  3,55 mg de Cl.

$\text{Cl} = x \times 3,55$

ramener à 1.000

Le  $\text{NO}_3 \text{ Ag N}/10$  est à 17 g par litre.

#### 43 - DOSAGE DU $\text{CO}_3$

- Ce dosage se fait en premier après le pH pour éviter que les vapeurs de laboratoire ne faussent le dosage.

- 100 cc d'eau dans erlenmeyer.

- + 2 gouttes d'hélianthine

(à 0,02 % dans l'eau ou à 0,1 % dans l'alcool à  $60^\circ$ ).

- Titrer par  $\text{SO}_4\text{H}^2$  N/10 jusqu'à virage au rose.

1  $\text{mc}^3$  de  $\text{SO}_4\text{H}^2$  N/10 correspond à 3 mg de  $\text{CO}_3$ .

$$\text{CO}_3 = x \quad x \quad 3$$

ramener à 1.000.

5 - DOSAGE DES CATIONS

51 - DOSAGE DU Ca AU COMPLEXON

511 - Réactifs

1 - Complexon III 0,1 moléculaire

Peser très exactement 37,21 g/l de complexon III séché au dessiccateur ou à 80° au maximum. Les placer dans une fiole jaugée de 1.000.

+ 200 cc environ d'eau distillée.

+ 200 cc de soude 2 N (froide).

Compléter à 1.000

Agiter. Conserver dans flacon pyrex.

2 - Soude 2 N

Peser 90 g de NaOH. Laver la surface extérieure pour enlever le carbonate.

Compléter à 1.000

Solution approximativement 2 N est suffisante.

3 - Colorant : Murexide ou bien calcéine (voir préparation au complexe absorbant).

Se prépare au moment de l'emploi.

Dans flacon compte-gouttes mettre 0,1 g environ de murexide et 20 cc d'eau distillée froide.

512 - Mode opératoire

On opère avec un témoin pour mieux observer les couleurs.

- a) Témoin : 100 cc eau distillée
  - + 10 cc NaOH 2N
  - + 5,6 gouttes de murexide
  - + 1 goutte de complexon
- {

-----> coloration violette

{

(le complexon se trouve dans la burette).

b) Eau à analyser

- > ) 100 cc d'eau (prise variable suivant la conductivité)
- coloration ) + 10 cc de NaOH 2 N
- pourpre ) + 5,6 gouttes de murexide

Le virage bleu violet de la murexide étant délicat à observer, on dépasse le virage d'une goutte (  $\longrightarrow$  violet franc que l'on retranchera à la lecture de la burette).

Titrer l'eau à analyser jusqu'à virage au violet (semblable au témoin);

soit  $x \text{ cm}^3$  de complexon

$1 \text{ cm}^3$  de complexon III M/5 correspond à 4 mg de Ca.

Ca en mg/l =  $x \text{ cm}^3 \times 40$

## 52 - DOSAGE DU Mg AU COMPLEXON III

### 521 - Réactifs

1 - Complexon III comme pour Ca .

2 - Solution tampon de pH 10,5.

54 g de Cl NH<sub>4</sub>

+ 350 cc de NH<sub>4</sub>OH au 1/4

Compléter au litre.

3 - Colorant : Noir d'ériochrome

A préparer au moment de l'emploi.

1 pincée de colorant

+ 3,4 gouttes de solution tampon

+ un peu d'eau distillée.

Autre préparation de l'Erio T

0,40 g Erio T

200 cc alcool à 95°

100 cc Triéthanolamine

Total solution : 300 ml.

Cette préparation est stable.

Dissoudre d'abord Erio T dans une petite quantité d'alcool.

Puis ajouter 100 cc de triéthanolamine.

Rincer l'éprouvette avec l'alcool restant.

Mélanger.

Transvaser dans flacon à bouchon émeri.

522 - Mode opératoire

Mettre dans un erlenmeyer

100 cc d'eau à analyser

+ 5 cc de solution tampon.

Chauffer à 40 - 45° (pas plus).

Ajouter 4 à 5 gouttes de colorant ce qui donne une coloration violette.

Titrer avec la solution complexon jusqu'à virage au bleu (sans trace de rouge).

Soit Y cm<sup>3</sup> versés.

1 cm<sup>3</sup> de complexon correspond à 2,432 mg

Mg en mg par litre = (y - x) x 24,32

où :

y = nombre de cm<sup>3</sup> de complexon versés pour Ca + Mg

x = nombre de cm<sup>3</sup> de complexon versés pour Ca

Mg est obtenu par différence.

53 - DOSAGE DU NA (par la méthode chimique)

- Prise d'essai 5 cm<sup>3</sup> pour le Na dans erlenmeyer de 300 cc
- Evaporer de façon à réduire les 50 cm<sup>3</sup> à 10 cm<sup>3</sup> environ.
- Retirer la fiole du feu et ajouter de la baryte hydratée.

Si ex. s. 1 g/l : 1 cuillère de baryte

" 2 " : 2 " "

" 5 " : 3 " "

- Faire bouillir quelques instants
- Laisser refroidir 1 heure (ne pas filtrer à chaud).
- Filtrer sur petit filtre pour avoir peu d'eaux de lavage.
- Bien décoller la baryte à l'aide d'un agitateur recourbé et à bout de caoutchouc.
- Laver 5 à 6 fois à l'eau distillée froide.
- Ajouter dans le filtrat recueilli (+ eaux de lavage) quelques gouttes d'NH<sub>4</sub>OH concentrée puis une quantité de carbonate d'ammonium équivalente approximativement à celle de la baryte.
- Agiter. Repos 3 à 4 heures.

- Filtrer sur filtre sans cendre à filtration rapide et laver à l'eau distillée froide 3 à 4 fois.
- Concentrer filtrat + eaux de lavage sur Bunsen, presque à sec, puis évaporer à sec au bain de sable.
- Une fois sec, traiter par 1 cm<sup>3</sup> d'eau régale (2 volumes de HCl pour un volume de NO<sup>3</sup>H) pour décomposer les sels ammoniacaux. Aller à sec au B.S.
- Traiter par 1 cc d'HCl. Evaporer à sec. Puis 2de attaque chlorhydrique.
- Remettre au bain de sable et aller à sec (toutes les vapeurs chlorhydriques et nitriques doivent être éliminées).
- Reprendre le résidu par une quantité d'eau distillée équivalente à la prise d'essai (50 cc mesurés à la pipette) pour dissoudre le résidu.
- Prendre une quantité de ce filtrat (à la pipette) équivalente à cette prise pour le Cl et la mettre dans un erlenmeyer.
- Ajouter quelques gouttes de CrO<sub>4</sub>K<sup>2</sup> et titrer par No<sup>3</sup> Ag N/10.

1 cm<sup>3</sup> de No<sup>3</sup> Ag correspond { 3,54 mg de Cl  
à { 5,85 mg de ClNa  
{ 2,3 mg de Na

Na = x x 2,3

Ramener à 1.000

Cette méthode n'est plus utilisée.

Le dosage du Na se fait au photomètre à flamme.

6 - DEGRE HYDROTOMETRIQUE

Il s'agit de la dureté totale de l'eau qui correspond à la teneur en ions alcalino-terreux.

x = ml de complexon ajoutés pour doser Ca

y = ml de complexon ajoutés pour doser Mg

$$D.H. = 10 (x + y)$$

ou bien

$$D.H. = (Ca + Mg) 4,8$$

Ca et Mg exprimés en milliéquivalents.

7 - CALCULS

Coefficients

	<u>en Mg</u>
Ca	4
Mg	2,432
Na	2,3 (si dosage chimique)
SO <sup>4</sup>	412
Cl	3,55
CO <sup>3</sup>	3

Equilibre anions et cations

Ca (en mg)	:	20	SO <sup>4</sup> (en mg)	:	48
+ Mg "	:	12	+ Cl "	:	35,5
+ Na "	:	23	+ CO <sup>3</sup> "	:	30
Somme = A			Somme = B		

$$A = \frac{\text{Ca (mg/l)}}{20} + \frac{\text{Mg (mg/l)}}{12} + \frac{\text{Na (mg/l)}}{23}$$

$$B = \frac{\text{SO}^4\text{(mg/l)}}{48} + \frac{\text{Cl (mg/l)}}{35,5} + \frac{\text{CO}^3\text{(mg/l)}}{30}$$

$$\frac{A}{A+B} = 0,50 \text{ si } A > B \text{ ou}$$

$$\frac{B}{A+B} = 0,50 \text{ si } B > A$$

pour que l'analyse soit valable ce quotient doit être compris entre 0,50 et 0,52.