

# Granulométrie : distribution de la taille des particules

## Introduction

### Principe de la Granulométrie Laser

Il existe plusieurs méthodes pour mesurer la répartition de la taille des particules minérales dans un échantillon. Pour la granulométrie par diffraction, l'échantillon, en suspension dans une solution, passe au travers d'un rayon laser. Le rayon est diffracté en fonction du nombre et de la taille des particules qui le traversent. Après le passage à travers l'échantillon, l'angle et l'intensité de la diffraction du laser sont mesurés par une série de détecteurs. A partir de ces données, le programme calcule la taille des particules et exprime le pourcentage volumique relatif pour chaque classe granulométrique définie (Pansu et Gautheyrou, 2003).

### Comparaison des méthodes

La comparaison des résultats provenant des diverses méthodes est en général assez surprenante et il arrive que ces résultats diffèrent complètement. Premièrement, dans la méthode par tamisage / pipetage, les résultats sont calculés d'après le poids respectif des fractions, alors que dans la méthode par diffraction laser, le calcul est réalisé d'après le volume des particules analysées. Deuxièmement, la forme des grains joue un rôle. On imagine facilement qu'une particule allongée puisse passer à travers les mailles d'un tamis correspondant à son plus petit diamètre. Dans ce cas, elle sera considérée comme « plus petite » qu'elle ne l'est. Inversement, le programme du granulomètre laser calcule la taille des particules en admettant qu'elles sont toutes sphériques et il extrapole le volume de ces sphères d'après les plus grands diamètres mesurés. Cette fois, une même particule allongée apparaîtra comme « plus grande » que ce qu'elle est. Mais au final, qu'est-ce que la taille d'une particule ? Quelle dimension prendre en compte et comment la mesurer ?

### Intérêt de la granulométrie minérale

La distribution granulométrique est une des caractéristiques de la fraction minérale des sols ou des sédiments. L'étude des différentes courbes obtenues peut se révéler un précieux indice pour comprendre la répartition des formations superficielles dans le paysage. En domaine carbonaté par exemple, le résidu d'altération des roches et marnes (après décarbonatation) peut servir de « signature » du matériel géologique en place. En comparant ce signal à celui des sols sus-jacents, il est possible de déterminer s'il y a eu d'autres dépôts par-dessus la roche (on parle alors de discontinuité lithologique et la roche est le matériel substrat), ou si le sol s'est développé à partir de l'altération du matériel géologique sous-jacent (qui est, dans ce cas, le matériel parental).

N.B. Nous vous encourageons à lire la référence suivante : Gee, G. W. & Bauder J. W. (1986) Particle-size analysis. In Klute, A. (Ed.) Methods of Soils Analysis, Part. 1. Soil Science Society of America Book Series 5, Madison, Wisconsin, USA. *PDF disponible sur demande !*

## Méthode

Afin de procéder aux analyses minéralogiques par diffraction laser, les échantillons doivent suivre trois traitements successifs dans le but de libérer et dissocier les particules minérales :

1. Décarbonatation
2. Destruction de la matière organique
3. Dispersion

## Décarbonatation

La décarbonatation **n'est en général pas nécessaire**. Si toutefois elle s'avère vraiment nécessaire pour l'étude, elle doit être réalisée avant la destruction de la matière organique.

*!! La décarbonatation se fait sous la chapelle du labo 1440 !!*

### a) Matériel

- Tubes à centrifuger 50 ml bouchons bleu
- Bain à ultrasons à 70°C (rempli d'eau déminéralisée)
- Centrifugeuse
- Étuve 45°C
- Pipette jetable de 10 ml
- Pipette 10 ml et embouts de pipettes de 10 ml

### b) Réactifs

- HCl technique 10%
- Eau déminéralisée

### c) Élimination des carbonates :

1. En fonction de la teneur approximative en carbonate des échantillons, peser :
  - 0.6 g de sol fin argileux
  - 1.0 g de sol limoneux
  - 1.2-1.5g de sol sableux
2. Mettre la quantité de terre fine tamisée à 2mm désirée pour chaque échantillon dans un tube à centrifuger de 50ml.
3. Mouiller les échantillons avec 2 ml d'eau déminéralisée.
4. Travailler avec des séries de 12 échantillons lors des étapes suivantes afin de pouvoir centrifuger et neutraliser les échantillons selon le bon 'timing'.
5. Placer vos 12 premiers échantillons sous chapelle et ajouter goutte à goutte 10ml de HCl 10%. Attention : réaction forte si l'échantillon est très carbonaté.
6. Fermer les flacons le temps de les secouer énergétiquement puis les rouvrir. (Le CO<sub>2</sub> produit par la dissolution de CaCO<sub>3</sub> risque de faire sauter le bouchon si celui-ci reste fermé trop longtemps !)
7. Placer les 12 échantillons dans le bain à ultrasons sans couvercle, préalablement chauffé à 70°C, enclencher la minuterie pour 10 minutes d'ultrason (vérifier que les flacons soient bien dans l'eau).

8. Une fois les 10 minutes écoulées, sortir de suite les 12 échantillons du bain à ultrasons et vérifier l'état de la réaction :
  - Si la réaction est encore vive, prolonger l'attaque 5 minutes de plus et revérifier.
  - Si la réaction est stoppée (ce qui est généralement le cas), fermer les bouchons et les centrifuger pendant 6 minutes à 4'000 RPM. (Pour les échantillons qui ne sédimentent pas bien, augmenter le temps de centrifugation jusqu'à 10 voire 15 minutes). Attention à bien équilibrer les flacons en les complétant à l'eau déminéralisée jusqu'à la marque des 50 ml.
9. Sous chapelle ouvrir prudemment les couvercles et jeter le surnageant dans un grand bécher en plastique. Deux possibilités :
  - A. Déverser prudemment le surnageant en faisant attention de ne pas perdre la plus infime des fractions de l'échantillon.
  - B. A l'aide d'une pipette jetable de 10 ml, pomper le surnageant prudemment en évitant de récupérer la plus infime des fractions de l'échantillon

N.B. Il se peut que des petites particules flottent dans le surnageant. Il s'agit en général de matière organique (racines, feuilles, bois, etc.). C'est une bonne chose si ces particules sont jetées en même temps que le surnageant.

*Attention : Les résidus d'acides récoltés doivent être neutralisés avant d'être jeté à l'évier !*

10. Effectuer une deuxième attaque **si nécessaire** : recommencer les étapes (§3-§9) décrites ci-dessus. Pour tester s'il y a encore des carbonates, on peut mettre quelques gouttes d'HCl 10% sur le culot de sédiment. Si une réaction a lieu, alors une deuxième attaque doit être effectuée.
11. Tout de suite après avoir déversé le surnageant, remplir le tube à centrifugé avec de l'eau déminéralisée jusqu'à la marque des 50 ml, fermer le tube et disperser le sédiment en agitant énergiquement ou en utilisant le 'Vortex'.
12. Répéter l'opération de rinçage décrite ci-dessous **deux à trois fois** :
  - i) Vérifier que chacun des 12 tubes est rempli à la même hauteur.
  - ii) Centrifuger les 12 échantillons 6 minutes à 4'000 RPM (voir 10 à 15 minutes pour avoirs un culot qui tienne mieux)
  - iii) Enlever le surnageant soit en versant celui-ci directement dans le bécher en plastique ou en le pipétant à l'aide d'une pipette jetable de 10 ml.
  - iv) Remplir le tube avec l'eau déminéralisée jusqu'à la marque des 50 ml. Ne pas effectuer cette étape lors du dernier rinçage !

En général, 3 rinçages suffisent à laver le HCl et neutraliser l'échantillon. On peut vérifier le pH de l'échantillon à l'aide du papier pH 1-10 pour vérifier que le pH soit >6.

Une fois la première série de 12 échantillons neutralisée, on peut passer aux 12 échantillons suivants. L'important est de limiter le plus possible le temps de réaction des échantillons avec HCl 10 % à 10 minutes pour éviter la transformation des argiles aux pH bas.

## Destruction de la matière organique

*!! La destruction de la MO se fait sous la chapelle gauche du labo 1440 !!*

### a) Matériel

- Tubes à centrifuger 50 ml bouchons bleu
- Étuve réglée à 45 °C
- Papier pH
- Pipette jetable de 1 ml et de 10 ml
- Pipette de 10 ml et embouts de pipettes de 10 ml

### b) Réactifs

- H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> technique 35%
- H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> technique 10%
- Eau déminéralisée
- NaOH 0.1N ou NaOH 0.5N
- Éthanol

### a) Élimination de la matière organique :

1. En fonction de la taille approximative des grains des échantillons, peser la terre fine tamisée à 2 mm :
  - 0.6 g de sol fin argileux
  - 1.0 g de sol limoneux
  - 1.2-1.5g de sol sableux
2. Mettre la quantité de terre fine tamisée échantillon dans un tube à centrifugé de 50ml.
3. Humidifier les échantillons avec 2 ml d'eau déminéralisée.
4. **Sous la chapelle**, ajouter 2ml d'eau oxygénée 10% et mélanger en remuant gentiment les tubes sans les fermer.
5. L'humidification et la destruction de la matière organique par H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> libèrent une quantité parfois importante d'acidité. Si l'on veut préserver les minéraux solubles à pH acides (CaCO<sub>3</sub>) et éviter la dégradation des argiles, il faut tamponner la solution à des pH neutre (entre 6.5 et 7.5). Pour ce faire :
  - i) Utiliser les papiers pH 1-10 et pH 5.5-9.0 pour vérifier le pH plus précisément.
  - ii) Ajouter à l'aide d'une pipette jetable du NaOH 0.1 M (ou NaOH 0.5 M si nécessaire) goutte à goutte. Vérifier alors à l'aide d'un petit bout de papier pH tenu à l'aide d'une pincette en plastique que le pH est effectivement aux alentours de pH 7. Jeter les morceaux de papier pH dans la 'poubelle de hotte' prévue à cet effet.
  - iii) Durant les premiers jours de l'attaque, vérifier que le pH soit toujours neutre à l'aide de papier pH. Il arrive que passablement d'acidité soit libérée durant les premiers jours ; après le pH reste généralement plus stable.

*!! Attention à la formation de mousse (réaction de la matière organique) !! Au besoin, ajouter un jet d'éthanol. (Si l'éthanol coule le long des flacons, vérifier la notation du nom des échantillons)*

6. Couvrir les flacons avec leur bouchon mais ne pas fermer celui-ci hermétiquement.
7. Les laisser 12h (une nuit) sous la hotte.
8. Le lendemain, mettre les flacons au bain-marie à une température de 50°C afin d'accélérer la réaction ou dans l'étuve réglée à 45°C (utiliser pour ce faire l'étuve jaune à gauche des hottes dans le labo 1440. NE PAS MODIFIER LE REGLAGE DE LA TEMPERATURE !)
9. Deux heures après, vérifier l'état de vos échantillons : si la mousse ne dépasse pas la marque des 30-40 ml ajouter 1 ml de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 35% (avec une pipette jetable de 1 ml). Sinon, attendre un peu plus longtemps pour que la réaction diminue, de même que la mousse. Après l'adjonction de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, secouer, vérifier le pH et remettre les échantillons au chaud.
10. Quelques heures après, vérifier l'état de vos échantillons et ajouter environ 2-3 ml de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 35% (avec une pipette jetable de 10 ml) si la mousse ne dépasse pas la marque des 30-40 ml. Si vos échantillons moussent fort, attendre un peu plus. Après l'adjonction de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, secouer, vérifier le pH et remettre les échantillons au chaud.

*!! Tant qu'il y a formation de mousse il y a destruction de matière organique. S'il n'y a plus de mousse, cela veut dire qu'il n'y a plus assez de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, il faut donc en rajouter.*

11. En général, à l'aide d'une pipette jetable de 10 ml, ajouter 2-4 ml de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 35% le matin et 2-4 ml de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 35% le soir durant une bonne semaine voire deux. Penser à vérifier le pH. Remuer les échantillons à chaque ajout d'eau oxygénée.

*!! A force de rajouter du H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> et du NaOH, le niveau de solution monte dans le tube, ce qui dilue à chaque fois plus le H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> rajouté. Si le niveau atteint 30-40 ml, il faut laisser évaporer à l'étuve (45°C) les échantillons pour les ramener à des quantités raisonnables avant le prochain ajout.*

Au bout d'une semaine voir deux au maximum, la réaction est stoppée. Il n'y a plus formation de mousse mais seulement de bulles qui proviennent du dégazage de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>.

12. Ramener le niveau dans les tubes <10 ml en laissant évaporer les échantillons à l'étuve (45°C). Il est nécessaire de réduire le volume d'échantillon afin de pouvoir le transférer dans les tubes d'analyse du granulomètre.

### 3. DISPERSION

#### *a. Matériel*

- Plateau agitateur

#### *b. Réactifs*

- Hexamétaphosphate de sodium à 40g/l (Calgon)

#### *c. Marche à suivre*

La **veille de l'analyse** de granulométrie :

1. Ajouter 1 ml d'une solution d'hexamétaphosphate de Na à 40 g/l (Calgon) à chaque échantillon.
2. Fermer les flacons et les mettre sur le plateau agitateur (vitesse env.100/min) pendant une nuit.
3. Les échantillons sont prêts à être passés au granulomètre laser.

## Contacts

Laetitia Monbaron : [laetitia.monbaron@unil.ch](mailto:laetitia.monbaron@unil.ch)

Micaela Faria : [micaela.faria@unil.ch](mailto:micaela.faria@unil.ch)

## Références

Pansu, M. et Gautheyrou, J. (2003). *L'analyse du sol : minéralogique, organique et minéral*. Springer-Verlag France, p.993.

Gee, G. W. & Bauder J. W. (1986) Particle-size analysis. In Klute, A. (Ed.) *Methods of Soils Analysis, Part. 1*. Soil Science Society of America Book Series 5, Madison, Wisconsin, USA. *PDF disponible sur demande!*

## SCHEMA DE L'EXPERIENCE

### Sécurité/Equipment de protection obligatoire



### Décarbonatation

La décarbonatation n'est en général pas nécessaire. Toutefois, si elle s'avère nécessaire elle doit être réalisée avant la destruction de la matière organique.

*La décarbonatation se fait sous la chapelle du labo de 1440*

1		<p>Peser :</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- 0.6g pour des sols fins argileux</li> <li>- 1.0g pour des sols limoneux</li> <li>- 1.2 – 1.5g pour les sols sableux</li> </ul>
2		<p>Ajouter 2mL d'eau déminéralisée</p>
3		<p><b>Sous chapelle</b> : ajouter goutte à goutte 10mL HCl 10% (travailler avec des séries de 12 échantillons)</p> <p>⚠ réaction violente si l'échantillon est très carbonaté (ne pas le faire mousser jusqu'à débordement).</p>
4		<p>Fermer les 12 tubes et agiter vigoureusement ou avec le vortex.</p> <p>Dégazer en ouvrant le bouchon.</p>
5		<p>Couvrir les Falcons avec leur bouchon mais ne pas fermer hermétiquement.</p> <p>Les laisser 12h (une nuit) sous la hotte.</p>

6

4'000  
RPM

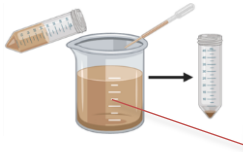


Équilibrer les 12 tubes en complétant à 50mL avec de l'eau déminéralisée.

Centrifuger 6 min à 4000 RPM.

Augmenter le temps à 10-15 min pour les échantillons qui ne sédimentent pas bien.

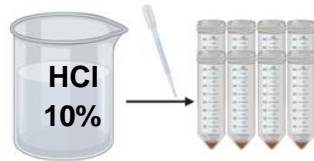
7



⚠ Neutraliser  
l'acide contenu  
dans le bécher  
avant de jeté à  
l'évier

Déverser ou utiliser une pipette pasteur pour retirer le surnageant dans un bécher (ne perdre aucune fraction de l'échantillon).

8



Tester s'il y a encore des carbonates : ajouter 2-3 gouttes d'HCl 10% sur le culot de sédiment.

S'il y a **réaction** : effectuer une **2<sup>ème</sup> attaque** (étape 2 à 7) sinon passer à l'étape suivante (9).

9



Opération de rinçage :

1. Remplir le tube avec de l'eau déminéralisée jusqu'à la marque de 50mL
2. Fermer le tube et disperser le sédiment en agitant vigoureusement ou utiliser le Vortex
3. Centrifuger les 12 échantillons (6min ; 4'000 RPM)
4. Mesurer le pH du surnageant (papier pH 1-10)
5. Verser ou utiliser une pipette pasteur pour retirer le surnageant

**Répéter l'opération de rinçage 2-3 fois jusqu'à neutraliser l'échantillon (pH > 6).**

Ne pas ajouter d'eau après le dernier rinçage.

Une fois la première série de 12 échantillons neutralisée, passer aux 12 échantillons suivants.

L'important est de limiter le temps de réaction des échantillons avec HCl 10% à 10 minutes pour éviter la transformation des argiles.

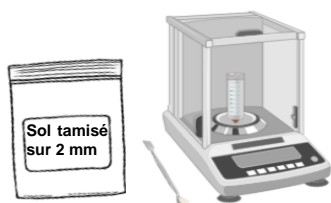


## Destruction de la matière organique

Commencer à l'étape 2 si la décarbonatation a été faite auparavant

*La destruction de la MO se fait sous la chapelle du labo de 1440*

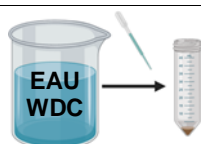
1



Peser :

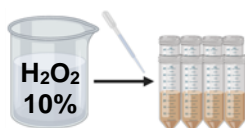
- 0.6g pour des sols fins argileux
- 1.0g pour des sols limoneux
- 1.2 – 1.5g pour les sols sableux

2



Ajouter 2mL d'eau déminéralisée

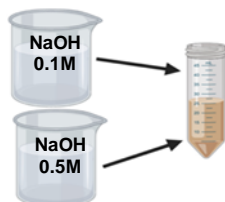
3



**Sous chapelle** : ajouter goutte à goutte 2mL d'eau oxygénée ( $H_2O_2$ ) 10% et mélanger en remuant doucement les tubes sans les fermer.

⚠ réaction violente si l'échantillon est riche en matière organique (ne pas le faire mousser jusqu'à débordement).

4



La destruction de la MO génère de l'acide et provoque la dégradation des argiles.

Tamponner l'échantillon à un **pH** entre **6.5** et **7.5** en ajoutant goutte à goutte du NaOH 0.1M (ou NaOH 0.5M)  
Vérifier le pH à l'aide du papier pH (pH 1-10 et pH 5.5-9).

5



Couvrir les Falcons avec leur bouchon mais ne pas fermer hermétiquement.

Les laisser 12h (une nuit) sous la hotte.

6



Le lendemain, placer les échantillons dans l'étuve à 45°C afin d'accélérer la réaction.

Attendre 2h puis vérifier la réactivité des échantillons :

Si la mousse ne dépasse pas la graduation des 30-40mL ajouter goutte à goutte 1mL de  $H_2O_2$  35%, agiter, vérifier le pH et remettre à l'étuve.

*Si la veille les échantillons ont fortement moussés, conserver les pendant 2h sous la chapelle avant de les remettre à l'étuve.*

Sinon attendre que la réaction et la mousse diminuent (laisser dans l'étuve).

7



**Tant que l'échantillon mousse, il y a de la matière organique.**

De manière général ajouter\* goutte à goutte 2-4mL de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 35% le matin et en fin de journée jusqu'à ce que les échantillons ne moussent plus (~ 1 - 2 semaines) et qu'il ne subsiste que des bulles provenant du dégazage.

Après chaque ajout : agiter l'échantillon et vérifier le pH (ajuster le pH avec NaOH 0.1M si nécessaire).

*\*Si le niveau de liquide atteint 30-40 ml, laisser évaporer l'échantillon à l'étuve (45°C) avant la prochaine attaque.*

8



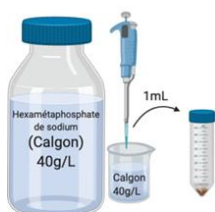
Une fois la réaction finie, ramener le volume d'échantillon à <10 ml en laissant évaporer vos échantillons à l'étuve à 45°C.

S'il y a trop de volume vous ne pourrez pas transférer la totalité de l'échantillon dans le tube d'analyse du granulomètre.

## Dispersion

Effectuer la dispersion **un jour avant** la date d'analyse sur l'instrument

1



Ajouter 1mL de la solution d'hexaméthaphosphate de Na (Calgon) 40g/L à chaque échantillon.

2



Fermer les Falcons et les mettre sur le plateau agitateur (vitesse env. 100/min) pendant une nuit.