

Préparation pour la granulométrie laser

Introduction

1. 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).

2. 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 ?

3. 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

1. 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 droite du labo 1440 !!

a) Matériel

- Tubes à centrifuger 50 ml bouchons bleu (dans caisse grise sous bain-marie labo 1440)
- Bain à ultrasons (rempli d'eau déminéralisée)
- Centrifugeuse
- 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 :

- En fonction de la teneur approximative en carbonate des échantillons, peser :
 - 0.6 g des sol fin argileux
 - 1.0 g de sol limoneux et sableux
- Mettre la quantité de terre fine tamisée à 2mm désirée pour chaque échantillon dans un tube à centrifuger de 50ml (tubes avec bouchons bleu dans la boites grise dans labo 1440)
- Mouiller les échantillons avec 2 ml d'eau déminéralisée.
- Pour l'étape suivante de la procédure, travailler avec des séries de 8 échantillons afin de pouvoir centrifuger et neutraliser les échantillons selon le bon 'timing'.
- Pour la première série de 8 échantillons, ajouter goutte à goutte 10ml de HCl 10%, attention réaction forte si l'échantillon est très carbonaté.
- Fermer les flacons le temps de les secouer énergétiquement puis les rouvrir. (le CO₂ produit par la dissolution de CaCO₃ risque de faire sauter le bouchon si celui-ci reste fermé trop longtemps !)
- Placer les 8 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).

- Une fois les 10 minutes écoulées, sortir de suite les 8 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 de suite pendant 6 minutes à 4'000 RPM (Pour les échantillons qui ne sédimentent pas bien, augmenter le temps de centrifugation jusqu'à 10 voir 15 minutes). Attention à bien équilibrer les flacons en les complétant par exemple à l'eau déminéralisée jusqu'à la marque des 50 ml.
- Ouvrir prudemment les couvercles et jeter dans un grand béccher en plastique le surnageant. 2 possibilités pour faire cela :
 - A. Déverser prudemment le surnageant en faisant attention de ne pas perdre même 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 même 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 !

- 2^{ème} attaque **si nécessaire** : recommencer les phases 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.
 - 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'.
 - Répéter l'opération de rinçage décrite ci-dessous deux à trois fois :
 - i) Vérifier que chacun des 8 tubes est rempli à la même hauteur.
 - ii) Centrifuger les 8 échantillons 6 minutes à 4'000 RPM (voir 10 à 15 minutes pour avoirs un culot qui tiennent mieux)
 - iii) Déverser le surnageant à l'évier soit en déversant celui-ci directement 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 la solution à l'aide d'un papier pH 1-10 pour vérifier que le pH soit >6.
- Une fois la première série de 8 échantillons neutralisée, on peut passer aux 8 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.

2. 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 (dans caisse grise sous bain-marie labo 1440)
- Bain-marie ou 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

- H₂O₂ technique 35%
- H₂O₂ technique 10%
- Eau déminéralisée
- NaOH 0.1N ou NaOH 0.5N
- Éthanol

Élimination de la matière organique :

- En fonction de la taille approximative des grains des échantillons, peser la terre fine tamisée à 2 mm :
 - 0.6 g des sol fin argileux
 - 1.0 g de sol limoneux et sableux
- Mettre la quantité de terre fine tamisée échantillon dans un tube à centrifugé de 50ml (tubes avec bouchons bleu dans la boites grise dans labo 1440)
- Humidifier les échantillons avec 2 ml d'eau déminéralisée.
- Sous la hotte, ajouter 2ml d'eau oxygénée 10% et mélanger en remuant gentiment les tubes sans les fermer.
- L'humidification et la destruction de la matière organique par H₂O₂ libèrent une quantité parfois importante d'acidité. Si l'on veut préserver les minéraux solubles à pH acides (CaCO₃) 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 1-6 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 soit en observant la couleur du surnageant ou 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)

- Couvrir les flacons avec leur bouchon mais ne pas fermer celui-ci hermétiquement.
- Les laisser 12h (une nuit) sous la hotte.
- Le lendemain, mettre les flacons au bain-marie à une température de 50°C afin d'accélérer la réaction ou à 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 !)
- Deux heures après, vérifier l'état de vos échantillons et ajouter 1 ml de H₂O₂ 35% (avec une pipette jetable de 1 ml) si la mousse ne dépasse pas la marque des 30-40 ml. Sinon attendre un peu plus longtemps pour que la réaction diminue et la mousse de même. Après l'adjonction de H₂O₂, secouer, vérifier le pH et remettre les échantillons au chaud.
- Quelques heures après, vérifier l'état de vos échantillons et ajouter environ 2-3 ml de H₂O₂ 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 H₂O₂, 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. Tout est donc OK. S'il n'y a plus de mousse, cela veut dire qu'il n'y a plus assez de H₂O₂, il faut donc en rajouter.

- En général, à l'aide d'une pipette jetable de 10 ml, ajouter 2-4 ml de H₂O₂ 35% le matin et 2-4 ml de H₂O₂ 35% le soir durant une bonne semaine voir deux. Penser à vérifier le pH. Remuer les échantillons à chaque ajout d'eau oxygénée.

!! A force de rajouter du H₂O₂ et de NaOH, le niveau d'eau monte dans le tube, ce qui dilue à chaque fois plus le H₂O₂ rajouté. Si le niveau atteint 30-40 ml, il est préférable de centrifuger les tubes et jeter le surnageant pour ramener le niveau du surnageant à des quantités raisonnables. Pour les échantillons argileux laisser évaporer afin de ne pas perdre les particules fines lors du déversement.

- 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 H₂O₂.
- Il faut maintenant ramener le niveau d'eau dans les tubes à <10 ml. Pour ce faire, on peut laisser évaporer nos échantillons à l'étuve ou les centrifuger et jeter le surnageant.

3. DISPERSION

a. Matériel

- Plateau agitateur

b. Réactifs

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

c. Marche à suivre

La veille de l'analyse au granulomètre :

- Ajouter 1 ml d'une solution d'hexamétaphosphate de Na à 40 g/l (Calgon) à chaque échantillon.

- Fermer les flacons et les mettre sur le plateau agitateur (vitesse env.100/min) pendant une nuit.
- Les échantillons sont prêts à être passés au granulomètre laser.

4. SCHEMA DE L'EXPERIENCE

4.1 Sécurité/Equipment de protection obligatoire

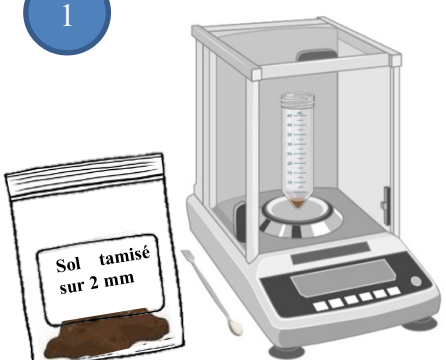


4.2 Décarbonatation

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

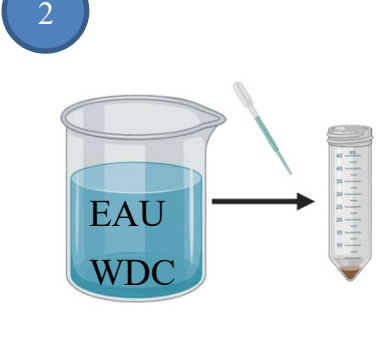
1



Peser :

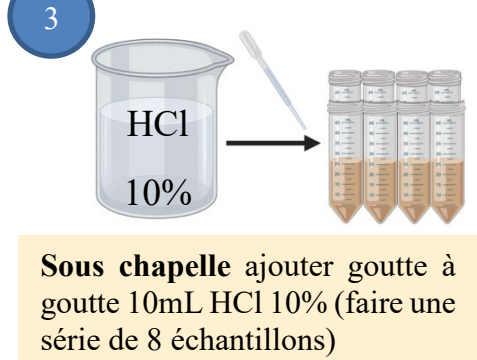
- 0.6 g d'échantillon pour des sols fin argileux
- 1.0 g d'échantillon pour des sols limoneux et sableux

2



Ajouter 2mL d'eau déminéralisée

3



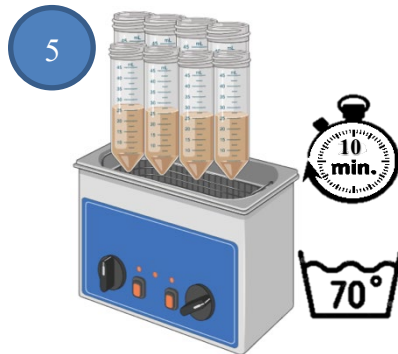
Sous chapelle ajouter goutte à goutte 10mL HCl 10% (faire une série de 8 échantillons)

⚠ réaction violente si l'échantillon est très carbonaté (ne pas le faire mousser jusqu'au débordement).



Fermer les 8 Falcons et agiter vigoureusement ou avec le vortex.

Dégazer en ouvrant le bouchon.

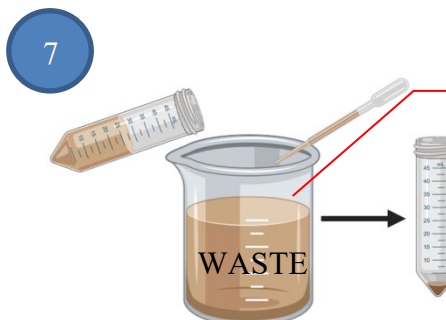


Plonger les Falcons dans le bain à ultrason. Vérifier la réaction après les 10 min. Si ça réagit, prolonger l'attaque de 5 min et revérifier. Fermer les tubes lorsque c'est fini.



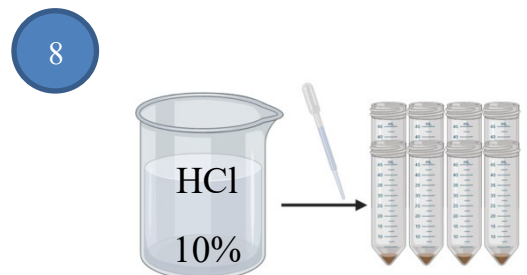
Équilibrer les 8 tubes en complétant à 50mL avec de l'eau déminéralisée.

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



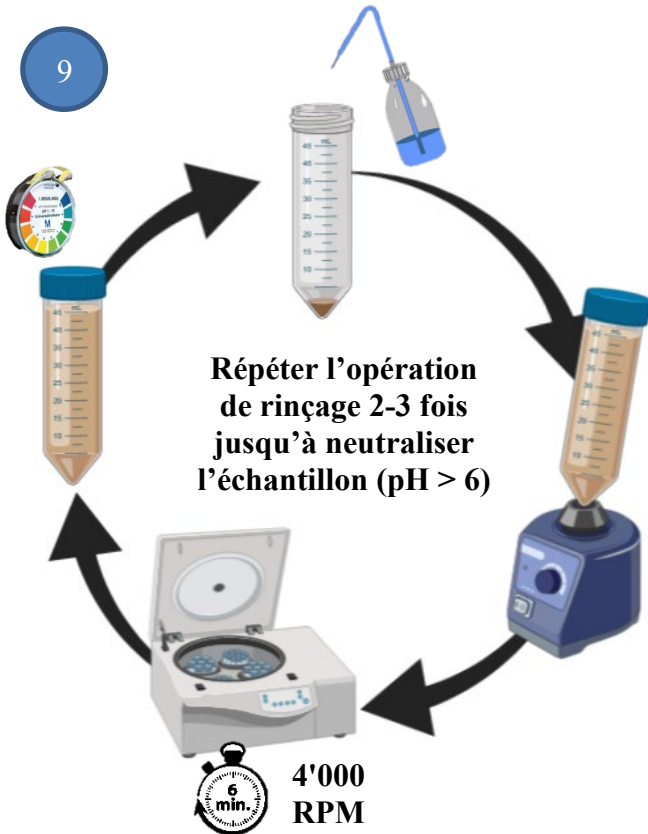
⚠ **Neutraliser**
l'acide contenu dans
le bécher avant de
jeté à l'évier

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



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

Si **réactif** effectuer une **2^{ème} attaque** (étape 2 à 7) sinon passer à l'étape suivante (9)



Opération de rinçage* :

- Remplir le Falcon avec de l'eau déminéralisée jusqu'à la marque de 50mL
- Fermer le tube et disperser le sédiment en agitant vigoureusement ou utiliser le Vortex
- Centrifuger les 8 échantillons (6min ; 4'000 RPM)
- Mesurer le pH du surnageant (papier pH 1-10)
- Déverser ou utiliser une pipette pasteur pour retirer le surnageant
- Remplir le Falcon avec de l'eau déminéralisée jusqu'à la marque de 50mL. Ne pas effectuer cette étape lors du dernier rinçage !

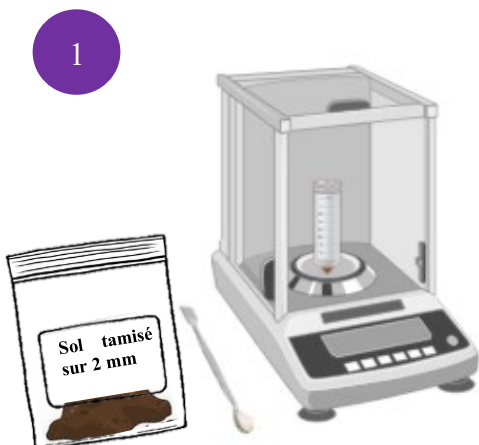
Une fois la première série de 8 échantillons neutralisée, passer aux 8 échantillons suivants.

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

4.3 Destruction de la matière organique

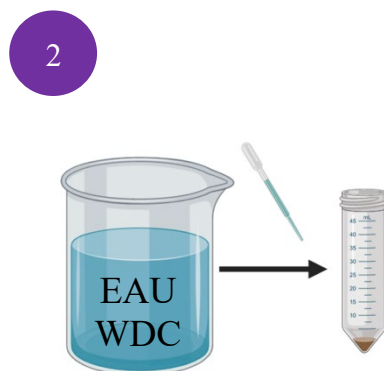
Commencer à l'étape 3 si la décarbonatation a été faite auparavant

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

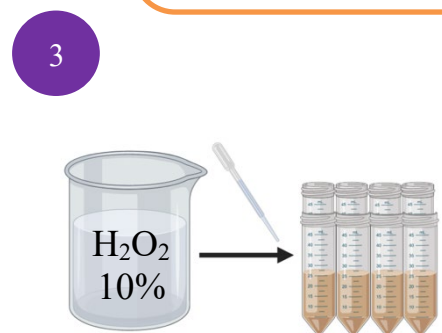


Peser :

- 0.6g d'échantillon pour des sols fin argileux
- 1.0g d'échantillon pour des sols limoneux et sableux



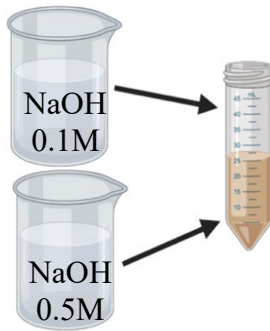
Ajouter 2mL d'eau déminéralisée



Sous chapelle ajouter goutte à goutte 2mL d'eau oxygénée (H₂O₂) 10% et remuer le Falcon gentiment sans le fermer

⚠ réaction violente si l'échantillon est riche en matière organique (ne pas le faire mousser jusqu'au 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 pH1-6).

Durant les premiers jours de l'attaque vérifier que le pH soit toujours neutre.

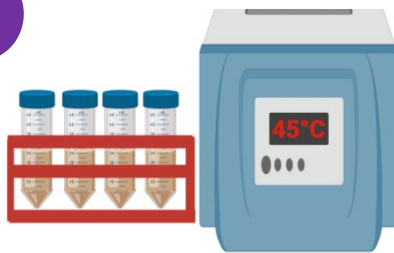
5



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 H₂O₂ 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 remettre à l'étuve)

7



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

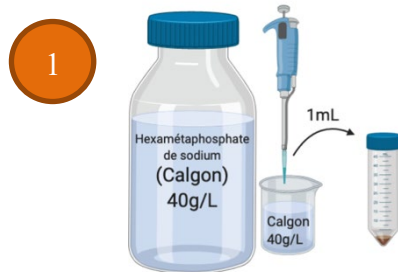
De manière général ajouter* goutte à goutte 2-4mL de H₂O₂ le matin et en fin de journée jusqu'à ce que les échantillons ne moussent plus et qu'il ne subsiste que des bulles provenant du dégazage.

Après chaque l'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, il faut centrifuger les tubes (6min ; 4'000 RPM) et jeter le surnageant avant la prochaine attaque. Pour les échantillons contenant beaucoup d'argile il vaut mieux laisser évaporer à l'étuve pour ne pas les éliminer avec le surnageant.*

4.4 Dispersion

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



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



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

Contacts

Personne en charge des laboratoires de biogéosciences

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!*