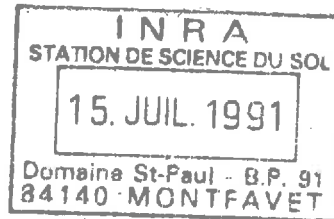


JH - L38
TH - FB12



ETUDE DE L'ACTION DES ULTRASON
SUR LA DISPERSION DES AGREGATS DU SOL

AVANT-PROPOS

Je tiens à remercier :

Monsieur CALVET, professeur à la chaire de Physico-Chimie et de Sciences du Sol de l'INAPG, pour les conseils qu'il m' a donnés tout au long de la réalisation de ce mémoire.

Madame CHABOUIS, assistante à la chaire de Physico-Chimie et Science du Sol de l'INA, pour l'intérêt qu'elle m'a cessé de porter à mon travail malgré sa nouvelle activité.

Je remercie également toutes les personnes du laboratoire de Science du Sol pour leur accueil sympathique et leur amicale collaboration.

SOMMAIRE

AVANT-PROPOS

RESUME

Pages

INTRODUCTION

- 1 -

PREMIERE PARTIE : Etat actuel des connaissances sur la dispersion des sols par les ultrasons

- 3 -

I. Les ultrasons et. leur action sur le milieu de dispersion : l'eau

- 5 -

1. Sources ultrasonores

2. La cavitation - cause de la dispersion des sols

2.1. Description du phénomène

2.2. Facteurs affectant la cavitation

2.2.1 Caractéristiques du milieu

2.2.2 Caractéristiques de l'appareil

3. Modifications physico-chimiques du milieu et de dispersion

- 6 -

3.1. Augmentation de la température

3.2. Dissociation de l'eau

3.2.1. Formation d' H_2O_2

3.2.2. Variations de pH

3.2.3. Variation du potentiel d'oxydo-réduction

3.5. Conclusion

1. La matière organique

- 1.1. Les débris végétaux
- 1.2. Les substances organiques non spécifiquement humiques
- 1.3. La matière organique humifiée
- 1.4. La matière organique globale
- 1.5. Les microorganismes
- 1.6. Conclusion

2. Le squelette minéral

- 16 -

- 2.1. Les argiles
 - 2.1.1. Modifications des surfaces
 - 2.1.2. Altération du réseau cristallin
 - 2.1.3. Autre action
 - 2.1.4. Conclusion
- 2.2. Autres minéraux
- 2.3. Conclusion

3. Les agrégats et les sols

- 21 -

- 3.1. La désagrégation
- 3.2. La dispersion ultrasonique des sols
 - 3.2.1. Facteurs affectant la dispersion
 - 3.2.2. Efficacité des ultrasons sur différents types de sol
 - 3.2.2.1. Sols carbonatés
 - 3.2.2.2. Sols argileux
 - 3.2.2.3. Sols argileux riches en matière organique
 - 3.2.2.4. Sols limono-organiques
 - 3.2.2.5. Sols sableux
 - 3.2.2.6. Sols de texture moyenne

- 3.2.2.7. Sols acides
- 3.2.2.8. Sols riches en hydroxides de Fe et Al
- 3.2.2.9. Androsol

3.2.3. Stabilité de la suspension dispersée

3.2.4. Action des dispersants

3.2.5. Conclusion

4. Conclusion générale sur la dispersion des sols - 28 -

III - Apport de cette technique de dispersion à la connaissance des complexes organo-minéraux - 29 -

- 1. Les complexes dans la fraction < 1 μ
- 2. La matière organique dans les différentes fractions granulométriques
- 3. Conclusion

IV - Conclusion - 31 -

DEUXIEME PARTIE : Application à la dispersion d'un sol limono-argileux - 32 -

I - Matériel et technique - 34 -

- 1. Le sol
- 2. La méthode de dispersion
- 3. Mesure de la dispersion

II - Etude méthodologique - 36 -

- 1. Rapport $\frac{\text{sol}}{\text{eau}}$ et poids d'échantillon variables
- 2. Puissance variable

3. Durée d'irradiation variable
4. Caractérisation des fractions granulométriques : dosage de C et N.

III - Influence des conditions expérimentales sur la dispersion - 37 -

1. Résultats et interprétation

- 1.1. Précision des résultats
- 1.2. Effet de l'humectation du sol et de son agitation dans l'eau
- 1.3. Influence de la masse de sol
- 1.4. Influence du rapport $\frac{\text{sol}}{\text{eau}}$
- 1.5. Influence de la puissance ultrasonique
- 1.6. Influence du temps d'exposition aux ultrasons

2. Conclusion sur la dispersion et stabilité de la suspension

- 54 -

IV - Mode de désagrégation

- 55 -

1. La matière organique dans les différentes fractions granulométriques

- 47 -

- 1.1. Teneur en matière organique
- 1.2. Evolution des teneurs en fonction du temps de sonification
- 1.3. Rapport C/N
- 1.4. Bilan de carbone et d'azote

2. Eléments d'étude du mécanisme de dispersion

- 58 -

3. Informations sur la structure des agrégats

V - Conclusion

- 61 -

BIBLIOGRAPHIE

ANNEXES

RESUME

L'étude de la matière organique dans les différentes fractions granulométriques du sol n'est possible qu'après une dispersion physique du sol : la dispersion ultrasonique, par exemple.

Etudiée d'abord pour la préparation du sol à l'analyse granulométrique puis pour l'analyse de la matière organique humifiée du sol, c'est une méthode de dispersion rapide et efficace pour la plupart des sols.

Cependant pour des conditions agressives de sonification, certaines modifications des minéraux argileux peuvent avoir lieu ainsi que la destruction de microorganismes dont le contenu cellulaire vient s'absorber sur les argiles.

Pour pallier à ces inconvénients (qui sont toutefois peu importants), il est recommandé d'utiliser cette technique avec une puissance ultrasonique faible et pendant un temps court.

En accord avec la bibliographie, une étude méthodologique de la dispersion ultrasonique montre qu'un poids faible, une concentration élevée de la suspension de sol et un temps d'irradiation long favorisent la dispersion.

Cette technique de dispersion du sol permet une étude cinétique de la dispersion qui, complétée par une analyse de la matière organique donne des renseignements intéressants concernant l'agrégation du sol étudié.

INTRODUCTION

Actuellement, la matière organique fait l'objet de nombreuses études, non seulement du point de vue de l'alimentation azotée des plantes, mais aussi du point de vue de la structure du sol et de sa stabilité (Hamblin et Greenland 1977, Guckert, 1973). Ces aspects voient leur importance croître avec les problèmes de tassement du sol, d'érosion, de dégradation de la structure dus au système de culture et à l'utilisation de matériel agricole lourd.

En effet, les substances organiques de différents types entrent dans la composition des agrégats et leur confèrent ainsi une plus ou moins grande résistance face aux agressions du milieu. Ces substances, humifiées, d'origine végétale ou microbienne, s'associent aux particules argileuses pour former des complexes organo-minéraux (Greenland 1971) qui cimentent entre elles les particules du squelette minéral (limons et sables) et les débris végétaux peu ou pas dégradés (Greenland, 1965 ; Russel, 1971 ; Calvet et Chassin, 1973 ; Tisdall et Oades, 1982).

Les complexes organo-minéraux sont principalement localisés dans les microagrégats (Andreux et al 1980 ; Courant, 1981). Leur étude nécessite donc une dispersion du sol à l'aide d'une méthode n'entraînant aucune modification chimique des ciments organiques. Les méthodes physiques de dispersion semblent répondre à cette exigence :

1. Une méthode par agitation rotative du sol dans l'eau, en présence de billes d'agate a été mise au point par Bruckert et al (1978) en vue de l'analyse des complexes organo-minéraux du sol.
2. Les ondes ultrasonores sont utilisées pour une dispersion rapide du sol : elle s'effectue en quelques minutes au lieu de plusieurs heures pour la méthode précédente.

Cette dernière méthode a été longuement étudiée depuis la mise en évidence des propriétés dispersantes des ondes sonores, en 1923, par le biologiste américain Wittles.

Après les premières expérimentations, peu concluantes, une amélioration des générateurs à ultrasons (transmission des ultrasons à la suspension de sol : indirecte par bain d'huile puis directe par sonde) et un contrôle plus rigoureux des paramètres ont permis l'obtention de résultats plus satisfaisants.

Watson, en 1971, a passé en revue les différents travaux concernant l'utilisation des ultrasons sur le sol :

1. Etude des facteurs affectant l'efficacité de la dispersion ultrasonique (Edward et Bremner, 1967 ; Saly, 1967 ; Bonfils et Dupuis, 1969).

2. Effets produits par les ultrasons sur les constituants du sol (Edward et Bremner, 1967 ; Vladimirov, 1968 ; Gâta, 1964 ; Hinds et Lowe, 1980)

3. Applications de cette technique :

- préparation des sols à l'analyse granulométrique (Bourget, 1968 ; Pritchard, 1974)
- étude des microorganismes du sol (Zvyagintsev, 1968)
- extraction et caractérisation des complexes organo-minéraux (Edward et Bremner, 1967 ; Watson et Parsons, 1974 ; Shaymukhametov, 1974)

Etant donné la variété des conditions expérimentales (sol, appareil, conditions de sonification) employées par les chercheurs, les résultats obtenus par chacun d'eux ne sont pas directement applicables à tous les types de sol.

Une étude méthodologique précise est encore actuellement nécessaire pour la dispersion d'un sol donné.

L'étude qui suit, sera basée sur les résultats bibliographiques. Son but est de mettre au point une méthode simple de dispersion progressive d'un sol :

- pour une caractérisation ultérieure de la matière organique des différentes fractions granulométriques isolées,
- et pour l'étude de la fragmentation des agrégats.

PREMIERE PARTIE :

ETAT ACTUEL DES CONNAISSANCES

SUR

LA DISPERSION DES SOLS

PAR

LES ULTRASONS

(Annexe - I -)

I - LES ULTRASONS ET LEUR ACTION SUR LE MILIEU DE DISPERSION : L'EAU

1 - Sources ultrasonores

Les ultrasons sont des ondes de fréquence supérieure à 16 kHz. Ils sont produits par l'intermédiaire de transducteurs magnétostrictifs ou piézoélectriques constitués d'un corps ayant la propriété de se dilater et de se contracter alternativement sous l'action d'un champ magnétique ou d'un courant électrique alternatif. Ces corps transmettent ainsi au milieu environnant des ondes ultrasonores longitudinales (Brown, 1971).

Deux types d'appareil sont utilisés pour la dispersion des sols :

- Type ① : générateur alimentant un ou plusieurs transducteurs localisés dans une cuve remplie d'eau dans laquelle on introduit le récipient contenant l'échantillon à traiter.
- Type ② : générateur transmettant les oscillations magnétiques produites, à la suspension de sol, par l'intermédiaire d'une sonde qui plonge dans cette suspension (Annexe VI)

2 - La cavitation - cause de la dispersion des sols

Les ultrasons sont utilisés pour de nombreuses applications industrielles (nettoyage de pièces métalliques ; induction de réactions chimiques...). Dans tous les cas, y compris la dispersion des sols, l'étude de l'action des ultrasons montre que la cavitation est une condition nécessaire à l'action efficace des ultrasons (Brown, 1971).

2.1. Description du phénomène

La propagation des ondes ultrasonores dans un liquide crée alternativement des zones de compression et de dépression. La pression négative de ces dernières provoque la formation de bulles d'air ou de vapeur de liquide. Durant la phase de compression, les parois en se rétrécissant compriment fortement la vapeur ou les gaz inclus ; la pression pouvant atteindre plusieurs atmosphères. Ce processus entraîne une augmentation sensible de la température du liquide. La somme de ces deux effets : formation puis destruction de ces bulles (ou cavités) est appelée la cavitation.

L'efficacité de la cavitation pour le nettoyage, la dispersion etc... vient essentiellement de cette pression intense produite localement lors de la disparition des cavités. Dans une suspension de sol, celle-ci provoque des chocs violents entre les particules en suspension dans le milieu (Brown, 1971).

2.2. Facteurs affectants la cavitation

2.2.1. Caractéristiques du milieu

Ce phénomène est favorisé par la présence de centres de nucléation :

- bulles de gaz non dissous dans le liquide
- particules solides contenant de l'air : agrégats de sol.

En effet, Saly (1967) a montré que la puissance nécessaire pour obtenir la cavitation dans une suspension de sol est très inférieure à celle qu'il faut fournir dans l'eau pure.

Un dégazage progressif du liquide irradié entraîne une baisse de l'intensité de cavitation à cause de la diminution du nombre de centres de nucléation.

Quand la température du milieu augmente, l'intensité de cavitation augmente atteint un maximum puis décroît. La température pour laquelle on obtient ce maximum varie en fonction du liquide : 50° C pour l'eau. La phase ascendante de l'intensité de cavitation est due à une diminution de la viscosité du liquide qui se traduit par une augmentation du nombre de bulles donc du nombre de chocs et de leur violence (Brown, 1971).

2.2.2. Caractéristiques de l'appareil

Une fréquence élevée des ondes ultrasonores semble entraîner une baisse de l'intensité de cavitation (Brown, 1971). Ceci est confirmé, par Saly (1967) qui obtient une moins ^{bonne} dispersion du sol avec 1Mhz (8W/cm²) qu'avec 20kHz (3,7 W/cm²) malgré une puissance plus élevée (8 au lieu de 3,75 W/cm²).

3 - Modifications physico-chimiques du milieu de dispersion

3.1. Augmentation de la température

La propagation des ultrasons dans une suspension de sol s'accompagne d'un dégagement de chaleur, variable suivant les conditions expérimentales. Pour une puissance élevée (3,75 W/cm²), une faible quantité de sol (10g), la température peut atteindre 100° C en 8 mn (Saly, 1967), alors que pour des conditions plus douces elle n'atteint que 30° C après 15 mn de traitement. (Healy et Claridge, 1974).

Cette chaleur provient de l'échauffement de la sonde, de la compression des gaz dans les cavités, de l'agitation des molécules d'eau, et des nombreux chocs entre les particules en suspension dans le liquide.

Cette augmentation de la température dépend des conditions de sonification mais ausside la suspension de sol :

- chaleur spécifique du liquide
- concentration de la suspension (rapport $\frac{\text{sol}}{\text{liquide}}$)

Ceci a été mis en évidence par Saly (1967) (figure 1)

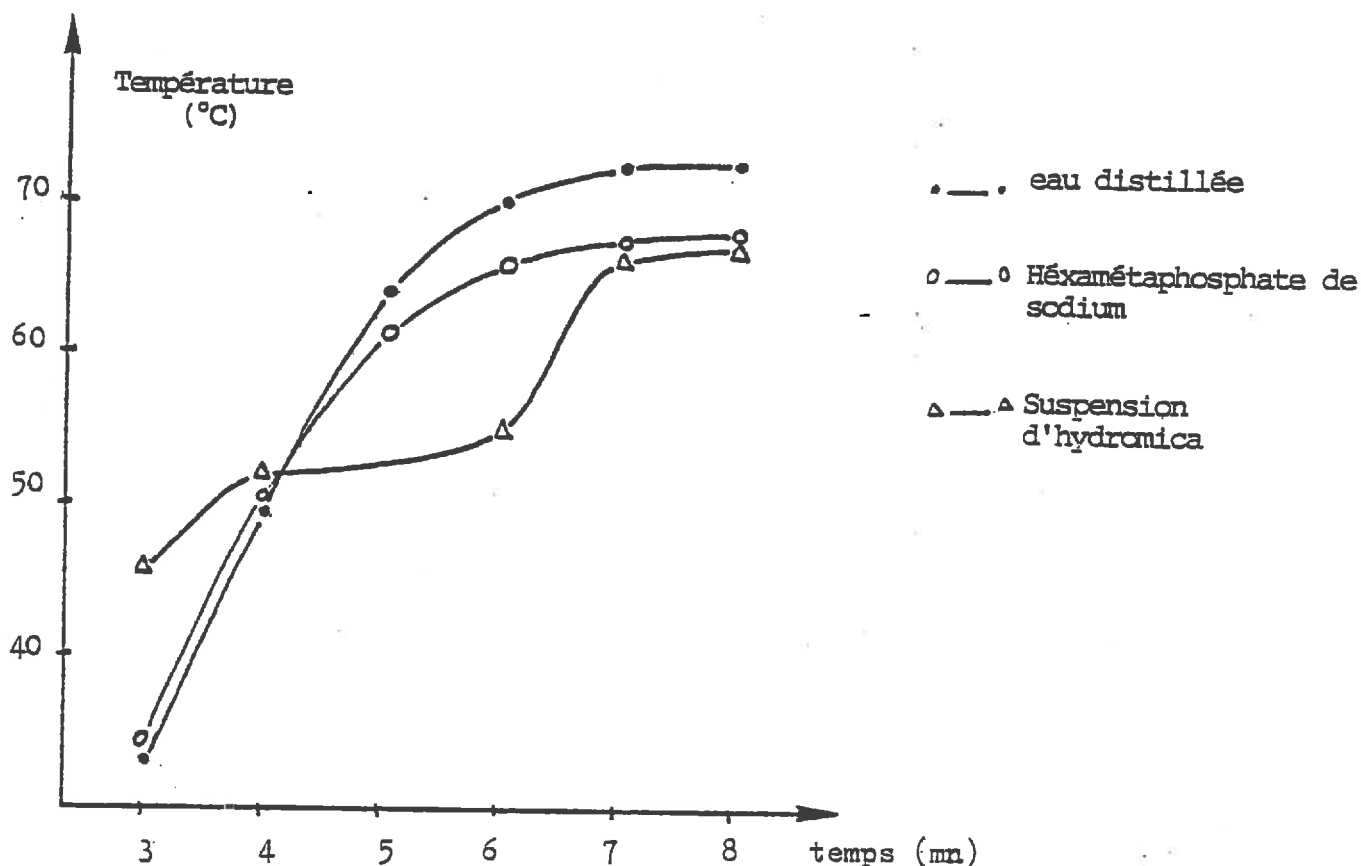


Figure 1 : Accroissement de la température en fonction du temps d'exposition aux ultrasons.

Cet accroissement de la température peut avoir un effet bénéfique sur la dispersion des sols puisque Watson (1917) a obtenu une légère augmentation de la quantité d'argile libérée en passant de 10° C à 60° C. Ceci peut s'expliquer par une intensité de cavitation plus élevée à 60° C (paragraphe 2.2.1.)

Cependant, comparé à l'influence du temps de sonification, cet effet sur la dispersion est négligeable.

Pour limiter les risques de modifications chimiques des constituants du sol et l'évolution des caractéristiques physiques de la sonde,

il est préférable de contrôler la température par l'utilisation d'un réfrigérant et par un refroidissement de la sonde entre chaque traitement.

En effet, l'échauffement de la sonde entraîne non seulement une augmentation de température du milieu mais aussi une baisse de la puissance ultrasonique libérée pouvant gêner la reproductibilité des traitements (Hinds et Lowe, 1980).

3.2. Dissociation de l'eau

Sur les parois des cavités qui se forment lors de la cavitation, existe une différence de potentiel qui produit des décharges électriques pendant la phase de compression (Frenkel, 1940, cité par Vladimirov, 1968 ; Cier et al, 1961). Ces décharges provoquent une dissociation en radicaux OH et H, des molécules d'eau contenues dans ces cavités. A partir de ces radicaux se forment des molécules d' H_2O_2 et H_2 qui, avec H et OH, semblent être à l'origine des réactions d'oxydo-réduction observées par Langley et al (1970) et par Cier et al (1961) sur des acides aminés.

Il faut cependant préciser que l'augmentation de la pression et de la température au niveau des cavités peut aussi intervenir dans la dissociation de l'eau.

Ce phénomène se manifeste donc par une production de H_2O_2 et aussi par une variation de pH et de E (potentiel d'oxydo-réduction).

3.2.1. - Formation d' H_2O_2

La mesure de la quantité d' H_2O_2 produite constitue un moyen d'appréhender l'action des ultrasons sur l'eau. Langley et al (1970), après exposition d'eau distillée aux ultrasons (280-800kHz ; 5-11 W/cm²) ont montré que la production d' H_2O_2 augmente avec la température et qu'elle dépend de l'atmosphère gazeuse :

- elle est faible pour Ar, Ne, N₂ et He :

$$10^{-6} \text{ mole/l/min d}'H_2O_2$$

- elle atteint 10 à 20 . 10⁻⁶ mole/l/min pour O₂

Il semble donc que la production d' H_2O_2 augmente quand le potentiel d'ionisation du gaz est faible puisque pour O₂, il est de 12,5eV et pour He : 24,5 eV.

Les auteurs en concluent que l'ionisation des gaz dans les cavités est à l'origine de la production d' H_2O_2 à partir des radicaux OH et H provenant de l'eau pure.

3.2.2. Variation de pH.

La plupart des chercheurs ont mis en évidence une légère augmentation de pH (de l'ordre de 0,3 unités) pour une très large gamme

de sols et pour des conditions de sonification variables ; (figure 2) ; (tableau 1) ; (Edward et Br. 1967a ; Vladimirov, 1968 ; Hinds et Lowe, 1980)

	Agitation 2 x 30 mn	U.S 60 mn
Kaolinite	4,6	5,3
Biotite	7,3	9,4
Illite	0	0
Sol	x	x + (0 à 0,3)

Tableau 1 :

Variation du pH de différentes suspensions exposées aux ultrasons et agitées dans l'eau

(Edward et Bremner, 1967a)

Conditions de sonification : 20kHz ; 60 W ; $\frac{1}{2,5}$; 10 g ; (2)

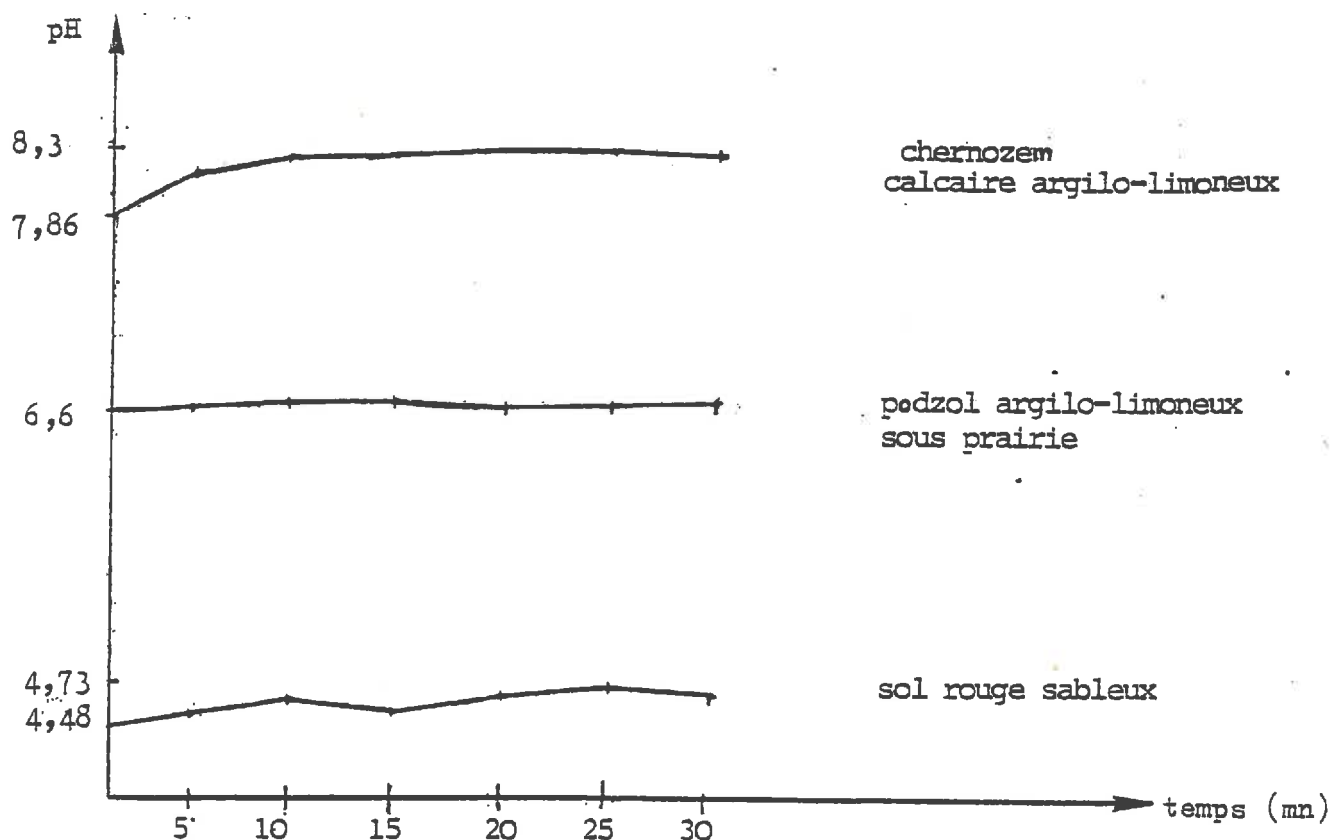


Figure 2 : Variation du pH en fonction du temps de sonification (Vladimirov, 1968).

Vladimirov (1968) explique cette augmentation de pH par la libération d'ions Na^+ et K^+ dans la suspension : environ + 0,1 meq/100 g de sol, par rapport à un témoin non sonifié, pour un podzol argilo-limoneux sous prairie et un chernozem calcaire argilo-limoneux. Ces ions seraient remplacés, sur les sites d'adsorption des argiles, par des H^+ issus de la dissociation de l'eau.

Une augmentation plus importante du pH a été obtenue par Edward et Bremner (1967a) sur une suspension de kaolinite (+0,7) et de biotite (+ 2,1) (tableau 1). L'argile (kaolinite) étant plus exposée aux ultrasons à l'état pure qu'au sein d'un sol, l'adsorption des H^+ est sans doute plus importante.

L'accroissement important du pH (+ 2,1) correspondant à la biotite est probablement le reflet de la subdivision des particules du minéral (taille des limons) et de l'augmentation de la quantité d'ions potassium échangeables en surface et sur les bords des feuillets. Ces ions sont ensuite remplacés par les H^+ de l'eau et en conséquence, le pH augmente.

Des résultats différents ont été obtenus par Saly (1967) puisqu'il conclut à une diminution du pH de 0,2 ou 0,4 unités, qui serait due à la présence d'acide nitrique et d' H_2O_2 dans le milieu (figure 3).

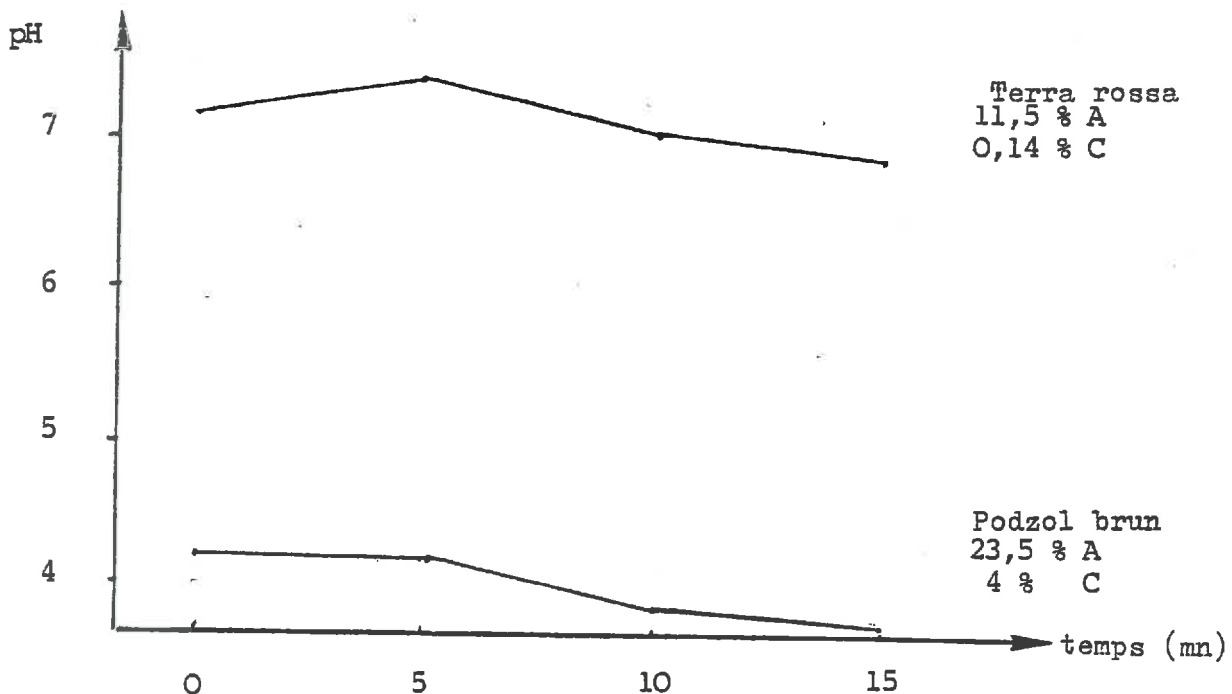


Figure 3 : Variation du pH de deux suspensions de sol en fonction du temps de sonification (Saly, 1967)². Conditions de sonification : 20kHz; 3,75 W/cm² ; $\frac{1}{5}$ à $\frac{1}{10}$; 10-20 g; (1).

3.2.3. Variation de E

D'après Vladimirov (1968), E diminue quand le temps de sonification augmente. Les processus de réduction sont donc activés par l'irradiation ultrasonique. De 0 à 10 mn de traitement, E diminue de 6 à 14mV suivant les sols étudiés. Après 10 mn, E se stabilise : un équilibre est atteint (Tableau 2)

Durée de traitement \ Sols	Témoin	5	10	15	20	25	30
Chernozem argilo-limoneux calcaire	+ 14	± 0	± 0	+ 0,1	+0,2	- 1	± 0
Podzol argilo-limoneux sous prairie	+ 103	+ 100	+ 97	+ 96	+ 99	+ 97	+ 96
Sol sableux rouge	239	233	226	230	225	223	225

Tableau n° 2 : Influence des vibrations sonores sur le potentiel d'oxydo-réduction de trois suspensions de sol (mV) (Vladimirov, 1968).

3.5 Conclusion

Les modifications chimiques de l'eau existent, et sont dues à la cavitation. Cependant, il est difficile d'attribuer la responsabilité de ces transformations:

- dissociation de l'eau
- variation de pH et de E.

soit à la différence de potentiel dans les bulles, soit à la pression intense, soit à la température. Les trois phénomènes agissent sans doute ensemble.

Pour la dispersion par les ultrasons des sols dans l'eau, il apparaît important de savoir s'il faut tenir compte de ces modifications de l'eau et quels sont les risques de transformations des constituants du sol :

- La plupart des chercheurs utilise un système de réfrigération de la suspension afin de travailler à température à peu près constante.

- Edward, Bremner (1967a) et Vladimirov (1968) estiment que l'accroissement du pH est faible et n'en tiennent pas compte.

Il faut préciser que la comparaison des résultats publiés par les différents auteurs (Saly, et Edward, Bremner, Vladimirov, Hinds, Lowe) est rendue difficile par l'absence de renseignements précis sur les conditions expérimentales (Vladimirov) et une grande diversité des valeurs des paramètres : puissance, fréquence, rapport $\frac{\text{sol}}{\text{eau}}$, temps d'exposition.

II - ACTION DES ULTRASONS SUR LES SOLS ET SES COMPOSANTS

Dans le but de comprendre l'action des ultrasons sur le sol, il est nécessaire de considérer d'abord le comportement des différents constituants des agrégats du sol dans un liquide exposé aux ultrasons :

- la matière organique
 - le squelette minéral.
- avant d'aborder l'agrégat lui-même.

1/ La matière organique

La matière organique du sol est constituée de végétaux à différents degrés de dégradation, de substances produites par les microorganismes et des microorganismes eux-mêmes.

1.1. Les débris végétaux

Non ou partiellement humifiés, ils constituent ce qu'on appelle la matière organique libre par opposition aux substances humiques (acides fulviques et humiques, humine) fortement associées à la phase minérale du sol (matière organique liée).

L'irradiation ultrasonique d'une suspension de sol permet la libération des débris végétaux séquestrés dans les agrégats, par la destruction de ces derniers.

Les ultrasons sont en effet utilisés pour l'extraction de la matière organique libre avec un rendement supérieur à celui de la méthode par agitation.

En se basant sur la méthode de séparation densimétrique de la matière organique du sol (Monnier et al, 1962), certains auteurs ont traité aux ultrasons différents sols en suspension dans un liquide de densité voisine de 2 :

- Ford, Greenland et Oades (1969), ont utilisé une solution de bromoforme -

pétrole contenant un tensio-actif qui augmente encore le rendement en fraction légère.

- Dans le but d'une étude ultérieure des complexes organo-minéraux, Watson en 1970 a utilisé du tétrachlorure de carbone : solvant non polaire qui diminue les risques de dissolution de la matière organique (Watson, 1971).

L'observation de cette fraction légère au microscope montre qu'elle contient des résidus de plantes partiellement humifiées et des matériaux inorganiques :

- des traces de minéraux argileux
- et une grande quantité de silice amorphe (attribuée aux phytolithes); auxquels est associée une petite proportion de substances humifiées (Greenland et Ford, 1964).

D'après Courant (1981), Andreux et al (1980) la matière organique libre se localise principalement dans la fraction grossière du sol. Un autre moyen pour la récupérer est donc le tamisage à 50 μ après sonification de la suspension de sol. Les résultats des deux méthodes se sont révélés semblables (Chabouis, 1982). Il faut cependant que le temps d'irradiation soit suffisamment long pour rompre toutes les liaisons entre les sables (> 50 μ) et la matière organique humifiée.

Aucune étude n'a été faite jusqu'à présent pour répondre à la question suivante : Existe-t-il une fragmentation des débris végétaux par les ultrasons ?

Ford, Greenland et Oades (1969) ont montré qu'un broyage fin du sol (à 0,25 mm au lieu de 2mm) entraîne une diminution de la fraction légère séparée. Le broyage provoque donc une fragmentation de la matière organique libre qui peut, alors, s'adsorber sur les constituants minéraux du sol.

On peut donc se demander si les ultrasons ont une action similaire qui entraînerait une surestimation de la quantité de matière organique liée. Les conditions expérimentales ont certainement une grande importance pour ce type d'action.

1.2 Les substances organiques non spécifiquement humiques :

Ce sont les lipides, les glucides, les protides, les tannins, les lignines et leurs dérivés issus de la dégradation des végétaux ou produits par les microorganismes.

Ces substances peuvent être l'objet de réactions chimiques lors de l'exposition d'une suspension de sol aux ultrasons. De telles réactions apparaissent à la suite des transformations du milieu de dispersion qui est, en général, l'eau distillée (paragraphe I-3).

Des réactions d'oxydation ont été mises en évidence par Langley et Al (1970) lors de la sonification d'une solution saturée de tetrochlorure de carbone et de sulfure di-n-butyl pour les conditions suivantes:

- 280 - 800kHz
- 5 à 11 W/cm²

La quantité de produits obtenus varie en fonction de la puissance, de la fréquence, et des gaz dissous dans l'eau (O₂ ou Ar). Elle est de l'ordre de 10⁻⁴ mole/l/min pour HOCl, HCl ; produits à partir de CCl₄.

D'autres chercheurs ont essayé de comprendre les transformations intervenant sur les acides aminés lors de leur sonification:

-Cier et al (1961) ont étudié l'action oxydante des ultrasons (hydroxylation en particulier) sur des acides aminés purs qui conduit à la formation d'autres acides aminés avec des rendements très faibles (conditions : 1MHz, 100 W, 160 mm, température ≤ 40° C).

-William et al (1975) ont proposé des mécanismes de réactions ayant lieu sur des acides aminés lorsqu'ils sont soumis aux ultrasons dans une solution aqueuse (800kHz, 85 W, 6 h, sous atmosphère d'argon). Ils font intervenir des réactions de désamination, décarboxylation, polymérisation produisant de l'ammoniac, des acides organiques ainsi que H₂, CO et CH₄.

Il faut remarquer que ces deux études ont été effectuées sur des acides aminés purs, dans des conditions très agressives (puissance élevée, temps de sonification long) et que les rendements sont faibles.

A ceci s'ajoute la possibilité de dénaturation des protéines (albumine d'oeuf) et de l'ADN rapportée par Watson (1971);

1.3 La matière organique humifiée

Elle comprend les substances organiques extraites du sol par des réactifs alcalins (soude, pyrophosphate de sodium, tétraborate de sodium). Ce sont les acides fulviques et humiques et le résidu non extractible : l'humine.

Ils semblerait d'après Srivastava et Berkowitz (1960) cités par Watson (1971) que les acides humiques soient stables dans un champ ultrasonique même après 3 h de traitement.

Les chaînes aliphatiques périphériques des molécules humiques (Andreux, 1979) seraient susceptibles de subir des modifications chimiques de même ordre que les acides aminés et les protéines mais leur stabilité semble venir de leur liaison avec les autres constituants du sol, en particulier les argiles. En effet, les ultrasons n'agissent pas sur ces liaisons matière organique - matière minérale mais provoquent plutôt la rupture des liaisons entre les différents complexes organominéraux des agrégats (Edward et Bremner, 1967b)

1.4 La matière organique globale

Récemment, Hinds et Lowe (1980) ont montré l'existence d'une dissolution du carbone organique lors de la dispersion ultrasonique (20kHz ; 240 W ; $\frac{1}{5}$; 25g ; 20 mm ; appareil ② de cinq gleys.

La dissolution existe aussi bien pour un sol argileux (51 % A) ou organique (C : 8 %) que pour un sol pauvre en argile (15 %) et en C orga. (0,32%) ; le pH variant de 5,8 à 6,8. Elle peut atteindre 12% du C total du sol.

L'agitation dans l'eau provoque aussi une dissolution mais moindre.

L'emploi d'une solution d'électrolytes lors de la dispersion peut éliminer ce processus (BaCl_2 , CaCl_2) ou le diminuer (NaCl).

Pour ce type de sol, on peut conclure que la quantité de matériel organique dissout peut être importante et qu'il convient d'en tenir compte pour toute analyse ultérieure concernant la matière organique.

1.5 Les microorganismes

L'utilisation des ultrasons pour la dispersion du sol permet la libération d'une quantité de microorganismes plus importante que les méthodes de dispersion sans ultrasons.

Cependant, Stevenson (1958) a mis en évidence la destruction de certains microorganismes après 4mn de traitement ultrasonique (10kHz ; puissance non précisée, $\frac{1}{10}$, 5 g). Zvyagintsev (1963) préconise un traitement de 2 à 3 mn pour des conditions de puissance et de fréquence faibles afin de limiter les risques de rupture des parois cellulaires et l'adsorption du contenu cytoplasmique sur les argiles (McGill et al, 1974).

1.6 Conclusion

Les études concernant l'action des ultrasons sur la matière organique restent incomplètes. Elles montrent cependant que des transformations chimiques des substances composant la matière organique liée existent :

- oxydation, polymérisation des acides aminés
- dégradation des protéines.

Cier et al (1961) précisent que ces réactions sont très peu importantes dans le cas de la sonification des solutions d'acides aminés purs.

Il subsiste le problème de l'évaluation de l'adsorption sur les argiles :

- des contenus cellulaires des microorganismes
- des matières organiques libres finement fragmentées

et de la dissolution non négligeable du carbone organique lors de l'irradiation ultrasonique de différents gleys (Hinds et Lowe, 1980).

2 - Le squelette minéral

Pour Edward et Bremner (1967a), la méthode idéale de dispersion des sols doit séparer complètement les particules sans occasionner d'accroissement ou de diminution de leur taille. Cet idéal est loin d'être atteint avec les méthodes actuelles. Il est donc nécessaire de connaître le comportement des particules et des agrégats du sol soumis à une méthode de dispersion quelle qu'elle soit, afin d'en connaître les limites.

2.1 Les argiles

Watson (1971) a passé en revue les différents travaux existant sur ce sujet : l'action des ultrasons sur les argiles. Trois types de transformations des minéraux argileux ont été mis en évidence :

- modification des surfaces
- altération du réseau cristallin
- fragmentation des particules.

2.1.1. Modifications des surfaces argileuses

Ceci correspond à la libération dans la suspension de cations échangeables (Na^+ et K^+) qui sont remplacés par H^+ à la surface des argiles. (Vladimirov, 1968).

Les quantités d'ions désorbés après la dispersion ultrasonique d'un sol sont faibles et Saly (1967) considère qu'elles sont équivalentes aux quantités d'ions libérés par les méthodes classiques de dispersion (méthodes chimiques).

Hinds et Lowe (1980) confirment l'augmentation de Na^+ (+ 0,04 meq/100g pour l'horizon Bg et 0,08 meq/100g pour ¹⁴A) et de K^+ (+0,06 pour Bg) ainsi que la diminution de Ca^{++} (- 0,04 pour A et - 0,01 pour Bg) (Tableau 3)

	Hz	pH	argile %	C orga %	Dissolution (meq/100g)		
					Na ⁺	K ⁺	Ca ⁺⁺
gley ①	A _h	5,5	28	8	+ 0,01	- 0,004	- 0,01
	B _t	6,3	43	0,65	+ 0,04	+ 0,04	0
gley ②	A _p	5,3	51	3,8	- 0,01	- 0,03	+ 0,11
	B _g	5,8	50	1,32	+ 0,02	+ 0,01	- 0,02
gley ③	A _p	6,1	20	3,4	0,3	+ 0,04	- 0,06
	B _g	6,5	15	0,32	0,1	+ 0,04	- 0,008
Moyenne de 5 gleys	A				0,08	- 0,0005	- 0,04
	B _g				0,04	0,06	- 0,01

Tableau 3 : Effet des vibrations ultrasonores sur la désorption de cations

(valeurs corrigées par les quantités libérées par l'agitation dans l'eau ; meq/100g de sol)
(Hinds et Lowe, 1980)

Conditions de sonification : 20kHz ; 240 W ; $\frac{1}{5}$; 25 g 20 mm d'exposition ; appareil ②

Pour la majorité des sols étudiés, une teneur importante en matière organique (Hz A) est associée à une moindre dissolution de Na⁺ et K⁺. Ceci serait dû à la protection des surfaces argileuses contre l'action des ultrasons, par des revêtements organiques.

Les valeurs négatives du tableau indiquent que les ultrasons provoquent parfois une dissolution de cations inférieure à celle observée lors de l'agitation dans l'eau d'un sol (gley). Hinds et Lowe attribuent ceci à l'apparition de nouveaux sites d'échanges cationiques sur les argiles, à la suite de l'exposition aux ultrasons.

2.1.2 Destruction du réseau cristallin des argiles.

Pour une sonification (1,2MHz, 400 W, 5mm) de suspensions d'argiles pures (0,1 % d'argile), Gâta en 1964 a mis en évidence une altération du réseau cristallin des minéraux argileux : montmorillonite, argile interstratifiée (openillite), kaolinite.

Ce phénomène se manifeste par une augmentation de la capacité d'échange cationique (CEC) la variation de l'intensité des lignes de diffraction des rayons X et par la mobilisation de Mg, SiO₂ et K du

réseau cristallin.

Les argiles saturées en Ca apparaissent plus résistantes que les argiles débasifiées correspondantes et par ordre de résistance décroissante, on trouve :

- la kaolinite
- l'openillite
- la montmorillonite

(Annexe II)

En revanche Saly (1967) montre qu'après 20 mn de sonification (20kHz ; 3,75 W/cm² ; appareil ①) d'une suspension de kaolinite et de mica altéré (hydromica), la distance entre les feuillets des deux argiles reste constante. Leur structure est donc peu ou pas modifiée.

Des résultats différents ont été obtenus après le traitement ultrasonique de différents types de sol (texture variable). Saly (1967) n'observe aucune libération supplémentaire des éléments Ba, Na, Mg, Ca, Al, Si, Mn, Cu, Pb, Fe, K après sonification (20kHz, 3,75 W/cm², 1/10, 10 g, ①) pendant 5 mn, par comparaison à l'agitation dans l'eau pendant 1 h.

De même, Edward et Bremner (1967a) considèrent que la dispersion de différents sols par les ultrasons ne provoque pas de dissolution importante des constituants des sols car la somme des fractions argileuses, limoneuses et sableuses séparées représente plus de 99 % de la masse de l'échantillon traité.

Hinds et Lowe (1980) ont étudié en détail cette altération du réseau cristallin des argiles dans le cas de la sonification de gleys (20kHz, 240W, $\frac{1}{5}$, 25g., 20 mn, ②) (Tableau 4).

La libération de Fe et Al dans le milieu de dispersion reste peu importante : au maximum 0,14 % de l'argile (ou 0,02 % du sol). La quantité de SiO₂ dans l'eau, en revanche n'est pas négligeable : 1,86 % de l'argile (et 0,49 % du sol, au maximum) et elle est attribuée à la destruction du réseau argileux.

L'altération des argiles apparaît moins importante pour les échantillons provenant des horizons plus organiques (A) que pour ceux provenant des horizons B car la matière organique des horizons A protège les argiles de l'action des ultrasons.

Dans une solution d'électrolytes (CaCl₂, NaCl, BaCl₂), cette dissolution disparaît presque totalement pour Fe et Al (diminution de 90 %) et elle se réduit de 60 à 70 % pour SiO₂, suivant la solution utilisée.

	Hz	argile %	C orga %	dissolution (%)		
				Fe	Al	SiO ₂
①	A _h	28	8	0,0019 (0,0068)	0,0021 (0,0075)	0,019 (0,07)
	B _t	43	0,65	0,0430 (0,1)	0,037 (0,085)	0,49 (1,14)
②	A _p	51	3,8	0,0028 (0,0055)	0,0028 (0,0055)	0,036 (0,07)
	B _g	50	1,32	0,0172 (0,034)	0,0170 (0,034)	0,16 (0,33)
③	A _p	20	3,4	0,0166 (0,083)	0,0156 (0,078)	0,17 (0,9)
	B _g	15	0,32	0,021 (0,14)	0,02 (0,13)	0,28 (1,86)
Moyenne de 5 gleys	A			0,005	0,005	0,04
	B			0,03	0,03	0,32

Tableau 4 :

Effet des vibrations ultrasons sur la dissolution de Fe, Al et SiO₂ dans l'eau (valeur corrigée par les quantités libérées par agitation dans l'eau)

- g pour 100 g de sol

(-) g pour 100 g d'argile.

2.1.3 Autre action

Watson (1971) cite la possibilité de fragmentation complète des structures existantes et le regroupement de ces fractions en de nouveaux minéraux (mis en évidence par Kruglitskii et al, 1966).

2.1.4 Conclusion

Les minéraux argileux purs (montmorillonite, kaolinite, openillite) soumis à des vibrations ultrasonores de puissance élevée présentent une altération importante de leur réseau cristallin (Gatã, 1964).

Dans le cas des argiles de gleys étudiés par Hinds et Lowe, l'altération est moindre mais, cependant pas négligeable.
n'est

Pour des conditions expérimentales moins agressives, l'exposition aux ultrasons de différents types de sol ne provoque pas de modification importante des argiles : de leur structure et de leur charge superficielle (Saly, 1967).

2.2. Autres minéraux

L'effet des ultrasons sur la taille des particules primaires du sol est étudié par⁴ comparaison des analyses granulométriques de sols et de minéraux purs, effectuées après dispersion ultrasonique du sol, avec celles obtenues après traitement par H_2O_2 (destruction de la matière organique) et agitation dans l'eau avec un dispersant. Cette dernière méthode est la méthode classique de dispersion ou méthode au peroxyde - dispersant (calgon, hexamétaphosphate de sodium).

En ce qui concerne les minéraux durs (quartz, dolomite, microcline), une exposition aux ultrasons pendant 60 mn est moins agressive qu'une agitation dans l'eau pendant 10 h (Edward et Bremner, 1967a)

L'action des ultrasons est alors réduite à un décapage des grains qui s'accroît quand la durée du traitement augmente (Saly, 1967 ; Shaymukharnetov, 1968 ; Chabouis 1982).

La calcite et la biotite présentent une modification de la taille de leurs particules plus importante après sonification qu'après agitation pendant 10 h ou dispersion au peroxyde - Calgon.

Les ultrasons appliqués à une suspension de calcite provoquent la formation de particules limoneuses alors que la méthode au peroxyde-calgon libère des particules limoneuses et argileuses. Or, la calcite utilisée est constituée de particules de carbonate de calcium pur, de la taille des limons, agrégées entre elles par des liaisons faibles.

Edward et Bremner (1967a) en concluent donc que la dispersion ultrasonique altère moins le carbonate de calcium des sols que le traitement au peroxyde-calgon (Bonfils et Dupuis, 1969).

Sur la biotite, les ultrasons ont une action différente de celle de l'eau oxygénée qui provoque une exfoliation du minéral avec adsorption d'eau et augmentation de la taille des particules (Edward et Bremner, 1967a).

Dans tous les cas précédents, les ultrasons ne provoquent pas la formation de particules argileuses supplémentaire (par rapport à la méthode

Cependant pour certains sols, la fraction fine obtenue après dispersion ultrasonique est plus importante que celle obtenue par H_2O_2 . Ceci peut s'expliquer de trois façons :

- des ciments inorganiques existent dans le sol et ils sont détruits par les ultrasons et pas par H_2O_2 (Ange et al, 1977)
- les ultrasons provoquent la désagrégation de pseudolimons ou pseudosables contenant des ciments organiques non détruits par H_2O_2 (Edward et Bremner, 1967a).
- des particules fines se forment à partir de sables ou de limons par cassure ou usure de ces particules primaires. Kanno et Arimura (1967) cite la fragmentation de particules de verre volcanique et de feldspaths altérés par les ultrasons.

2.3 Conclusion

Comparée à la méthode classique de dispersion chimique (eau oxygénée - dispersant), la dispersion ultrasonique à faible puissance ne provoque pas de modifications importantes des minéraux argileux au sein d'un sol. Ceux-ci sont associés, en particulier, à la matière organique du sol et sont ainsi plus résistants (Edward et Bremner, 1967a)

Cependant lors de la dispersion de gleys par les ultrasons, il apparaît que les risques d'altération des argiles (dissolution de SiO_2) ne sont pas négligeables (Hinds et Lowe, 1980).

Les ultrasons n'ont pas plus d'action sur le carbonate de calcium que les autres méthodes. Ils agissent sur la biotite mais d'une manière différente de l'eau oxygénée. Dans les deux cas, il n'y a pas de formation de particules argileuses pour un temps de sonification inférieur à 60 mn (Edward et Bremner, 1967a)

3 - Les agrégats et les sols

3.1 Mécanisme de désagrégation

La dispersion d'une suspension de sol par des vibrations ultrasonores semble avoir lieu sous l'effet de pression variable provoquant la diffusion du liquide dans les pores des agrégats.

Les vibrations se propagent rapidement dans la suspension, déplacent l'air contenu dans les agrégats et activent le processus de cavitation qui produit des impacts hydrauliques qui bombardent les microagrégats et agissent jusque dans les zones microscopiques.

Le processus de dispersion commence très certainement par la destruction des liaisons fragiles dans les agrégats et la séparation entre les particules sableuses et les microagrégats. Ensuite le processus de dispersion se ralentit. Des microfissures apparaissent dans les microagrégats, l'eau y pénètre et provoque petit à petit la rupture des liaisons fortes et la séparation des particules primaires argileuses. Quand la dispersion est terminée, un traitement plus long ne provoque pas d'effets notables (Saly, 1967 ; Edward et Bremner, 1967b).

Cette théorie conduit à une individualisation totale des particules primaires sans modification de leur taille et de leur structure mais en pratique, en fonction des sols étudiés et des ciments concernés, la dispersion est plus ou moins complète et les transformations des particules plus ou moins importantes.

L'action des ultrasons pour la dispersion des sols peut se réduire à deux effets successifs :

- la séparation entre les agrégats fragiles et les agrégats denses, plus solides du sol
- la séparation entre les parties externes et internes des microagrégats denses (Shaymukhametov, 1968).

3.2 Dispersion ultrasonique de différents sols

3.2.1. Facteurs affectant la dispersion

Tout d'abord, il faut préciser que les deux types de transducteurs ultrasoniques déjà décrits (paragraphe I-1) conduisent à des résultats différents ; les appareils à sonde ② étant nettement plus performants que les appareils à cuve ① (Edward et Bremner, 1967a ; Genrich et Bremner, 1972).

Une augmentation de la puissance ultrasonique, du temps de sonification, et du rapport $\frac{\text{sol}}{\text{eau}}$ entraîne une meilleure dispersion du sol.

En revanche, l'action des ultrasons diminue quand la fréquence et le poids d'échantillon augmentent (Edward et Bremner, 1967 ; Saly, 1967 ; Bonfils et Dupuis, 1969).

3.2.2. Efficacité des ultrasons pour la dispersion de différents types de sol.

L'efficacité de cette méthode est déterminée par la comparaison de ces résultats avec ceux de la méthode au peroxyde-calgon ou ceux de

la dispersion par agitation du sol avec une résine échangeuse d'ions (Edward et Bremner, 1967a)

Lors de la dispersion des sols, les ultrasons provoquent essentiellement la rupture des liaisons entre les agrégats et entre les particules élémentaires. On peut donc s'attendre à ce que l'action des ultrasons soit variable en fonction du type de liaisons rencontré dans le sol donc du type de ciment et de la nature des complexes organo-minéraux qui entrent dans la composition des différents sols étudiés (Annexe III, IV, V)

Remarque : Le pourcentage d'argile obtenu après dispersion des sols sera utilisé dans cette partie comme indicateur de plus ou moins bonne dispersion. Il semble être le seul critère simple permettant d'établir une comparaison entre les résultats publiés par les différents chercheurs et est utilisé par la plupart d'entre eux.

3.2.2.1. Sols carbonatés

Caractères des sols étudiés : pH \approx 8
carbonates : 8 à 33 %
argile : 25 à 60 %

Edward et Bremner (1967a), Genrich et Bremner (1972) obtiennent de bons résultats : meilleure dispersion avec les ultrasons pour les conditions suivantes : 20kHz ; 60 W et 120 W ; 1/2,5 ; 10 g ; 30 et 15 mm ; appareil (2)

De même, pour Bonfils et Dupuis qui ont effectué la dispersion dans une solution ammoniacale.

En revanche, la dispersion apparaît incomplète pour un sol calcaire riche en matière organique (7,7 % de C orga) et en argile (59,7 %) pour les conditions suivantes : 20kHz ; 600 W ; 1/5 ; 50 g ; 5 mm ; appareil (2). (Watson et Parson, 1974) et pour un sol à pH alcalin (8,4) dans des conditions différentes : 20kHz ; 3,75 W/cm² ; appareil (1) (Saly, 1967).

On remarque qu'il est difficile de comparer vraiment tous ces résultats car, à part la fréquence, tous les paramètres changent en même temps et en plus, l'unité de puissance n'est pas constante.

Cet obstacle se rencontrera par la suite pour tous les types de sols.

3.2.2.2. Sols argileux

Caractère : pH : 5,3 à 7,9
argile : 50 à 70 %
C.E.C. : 19 à 50 meq/100g

Une dispersion supérieure à celle de la méthode au peroxyde-calgon a été obtenue par Edward et Bremner (1967a) et Genrich et Bremner (1972). Cependant ils ont noté qu'elle était incomplète puisque pour un temps de sonification plus long, la dispersion s'est poursuivie. Ainsi, à 60 mn de traitement, les résultats se rapprochent de ceux obtenus avec la résine échangeuse d'ions (Edward et Bremner)

En revanche, Healy et Claridge (1974) avec 20kHz, 75 W, I/I0, 25 g, 15 mn ; Bourget (1968) et Hinds et Lowe (1980) avec 20kHz, 240 W, I/5, 25 g, 20 mn ne récupèrent pas autant d'argile à partir de ces sols que par la méthode chimique de dispersion.

La quantité maximum d'argile est obtenue par l'utilisation des ultrasons après la dispersion chimique (Bourget, 1968).

Bonfils et Dupuis (1969) étudient le cas de deux sols argileux (70 et 51 %) riches en kaolinite, acides et calciques. La dispersion ultrasonique en milieu ammoniacal est insuffisante ; (33 kHz, 55 W, I/5, 10 g, 15-20 mn, appareil (1)) ; la dispersion maximale étant obtenue avec l'hexamétaphosphate de sodium.

3.2.2.3 Sols argileux et riches en matière organique

Caractères : pH : 5,5 à 7
argile : 26 à 42,5 %
C orga. : 5,3 à 9,6 %

Ce type de sol présente une bonne dispersion par les ultrasons pour 15 mn et 60 mn de traitement dans les conditions de Genrich et Bremner (1972) et Edward et Bremner (1967a).

Hinds et Lowe (1980), ont obtenu des résultats différents puisque la dispersion ultrasonique de trois gleys, correspondants à ces caractères, est insuffisante par comparaison à la méthode chimique (peroxyde-calgon). Cependant la sonification de ces sols dans une solution d'électrolyte améliore la dispersion.

3.2.2.4 Sols limono-organiques

Caractères : argile : 16 à 44 %
C orga : 6,1 à 12,7 %
C.E.C. : 20 à 47,6 meq/100 g.

Pour 15 mn de traitement (20kHz, 75 W, $\frac{1}{10}$, 25 g) Healy et Claridge ont montré l'inefficacité de la dispersion ultrasonique dans l'eau pour ce type de sol : la quantité d'argile récupérée étant inférieure à celle de la méthode au peroxyde-calgon.

3.2.2.5 Sols sableux

Une bonne dispersion est obtenue dès 30 mn d'exposition aux ultrasons

d'une suspension de ce sol dans l'eau (Edward et Bremner, 1967).

Bonfils et Dupuis (1969) obtiennent une dispersion meilleure en présence d'hexamétaphosphate de Na, (par comparaison à la dispersion avec NH_4OH).

3.2.2.6 Sols de texture moyenne

La dispersion ultrasonique en milieu ammoniacal de ce type de sol apparaît équivalente à la méthode classique de dispersion (Bonfils et Dupuis, 1969) de même que la dispersion par les ultrasons dans l'eau (Edward et Bremner, 1967a).

3.2.2.7 Sols acides

Caractères : pH : 3,6 à 4,9
argile : 7,5 à 47,7 %
C orga : 0,45 à 4 %

Genrich et Bremner (1972) montrent que la dispersion par les ultrasons d'une suspension aqueuse de ces sols est supérieure aux méthodes chimiques. De même pour Saly (1967) qui ajoute que la dispersion ultrasonique en présence d'hexamétaphosphate de Na apparaît plus complète.

3.2.2.8 Sols riches en hydroxydes de Fe et Al

Les vibrations ultrasoniques provoquent une meilleure dispersion du sol que la destruction de la matière organique avec H_2O_2 (20 vol). puis dispersion avec NH_4OH (sol ferrallitique à caractère ar dique étudié par Ange et al, 1977, (avec appareil ② 20 kHz ; 80 W ; I/I0 ; 5 g). La dispersion par les ultrasons dans l'eau n'est cependant pas totale puisque l'utilisation de H_2O_2 à 120 volumes avant la sonification entraîne une dispersion plus complète par fragmentation des pseudosables (particules $> 20\mu$) en limons et argiles.

De même, pour un sol caractérisé par des ciments riches en argiles, hydroxydes de Fe et Al et humus, Saly (1967) obtient une dispersion supérieure à la méthode chimique avec l'hexamétaphosphate de Na (100°C) pour une puissance de $3,75\text{W}/\text{cm}^2$.

3.2.2.9 Andosols

Kanno et Arimura (1967) ont étudié la dispersion ultrasonique d'un andosol caractérisé par sa richesse en allophanes. Ils notent que l'utilisation d'un dispersant acide favorise la dispersion (HCl à pH4) (Kobo et Oba, 1965 ; Bonfils et Dupuis, 1969) alors qu'un milieu basique (NaOH, pH > 11) est plus efficace pour un sol contenant un mélange de kaolin, sesquioxydes cristallisés ou amorphes et d'allophanes.

3.2.3 Stabilité de la suspension dispersée

D'après Saly (1967), l'eau n'est pas un milieu de dispersion satisfaisant car même si la dispersion a lieu, les particules colloïdales flocculent ensuite. Il préconise donc l'emploi d'un dispersant.

Bourget (1968) a mis en évidence l'apparition de cette flocculation pour des suspensions de sols argileux sonifiées pendant plus de 20 mn.

Pour Emerson (1971), la matière organique dans les sols carbonatés augmente la stabilité de la suspension dispersée. Cependant, Genrich et Bremner (1972) ont obtenu une suspension stable pour un sol calcaire pauvre en matière organique (0,14 % de C orga). De plus, la présence de montmorillonite dans un sol organique calcaire semble entraîner une flocculation de la suspension (Watson, 1971).

En ce qui concerne les sols gypseux, Watson (1971) estime qu'ils donnent une suspension sonifiée stable contrairement à Emerson (1971).

D'autre part, Genrich et Bremner (1972) ont observé la stabilité pendant 4 jours de sols très différents (acides, argileux...) et une flocculation partielle après deux jours d'une suspension de sol caractérisé par 33,7 % de CaCO₃, 1,56 % de C orga. et 51 % d'argile.

Edward et Bremner (1967a) estiment que la dispersion ultrasonique entraîne la formation d'une suspension stable mais seuls deux sols neutres ont été testés pendant 9 jours.

La stabilité de la suspension dispersée est donc très variable suivant les types de sols calcaires et argileux étudiés. Les résultats obtenus par différents auteurs apparaissent parfois en contradiction pour des sols semblables (sols gypseux). Une analyse plus fine du comportement de ces sols serait nécessaire pour expliquer ces différences.

3.2.4 Action des dispersants

Les différents dispersants ^{utilisés} (ammoniacal, hexamétaphosphate de Na, calgon, soude...) entraînent une augmentation de la quantité d'argile libérée par la dispersion ultrasonique, en comparaison à la dispersion dans l'eau pure et une stabilisation de la suspension sonifiée.

Ces produits agissent en saturant les colloïdes du sol avec des cations monovalents caractérisés par une couche hydratée épaisse qui diminue les forces d'attraction électrostatiques entre les particules ; (Edward et Bremner, 1967 ; Vladimirov 1968)

Pour Edward et Bremner (1967a), cet effet sur la libération des argiles n'est observé que pour un temps de sonification inférieur au temps nécessaire à la dispersion complète dans l'eau.

3.2.5 Conclusion

L'efficacité des ultrasons pour la dispersion est donc très variable suivant le type de sol étudié. L'explication de ces variations est difficile car, entre les différentes études, plusieurs paramètres changent. Pour cette raison, le paragraphe 3.2.2. se limite à une énumération des résultats obtenus par différents auteurs sur la dispersion de nombreux sols.

Malgré tout, on peut mettre en évidence, à partir de ces résultats, différents moyens utilisés pour améliorer la dispersion ultrasonique des sols :

① Utilisation de conditions de sonification plus agressives :

- augmentation de la puissance
- diminution de la masse de sol
- augmentation de la concentration $\left(\frac{\text{sol}}{\text{eau}}\right)$
- temps d'exposition prolongé
- utilisation d'appareil à sonde ②.

② Utilisation de produits chimiques

- dispersants
- eau oxygénée
- solutions d'électrolytes (NaCl , BaCl_2 , CaCl_2)

Des conditions standards pour la dispersion ultrasonique des sols ne sont donc pas encore déterminées. Pour la grande majorité des sols, on peut cependant se baser sur les résultats obtenus par Edward et Bremner (1967a) et Genrich et Bremner qui ont étudié une très large gamme de sols dans des conditions bien définies.

4 - Conclusion générale sur la dispersion des sols

La dispersion ultrasonique des sols en milieu aqueux ne provoque pas, en général, de modifications importantes de la matière organique et minérale, pour des conditions d'irradiation peu agressives (paragraphe II- 1 et 2-). Elle constitue donc un moyen rapide de dispersion de la plupart des sols.

L'obtention d'une dispersion plus complète nécessite l'utilisation de conditions plus agressives ou d'agents dispersants et déferrifiants, d'eau oxygénée et de solutions d'électrolytes.

Dans ce cas, les risques de modifications des constituants du sol augmentent et l'emploi de produits chimiques peut gêner les analyses ultérieures.

Il faut donc trouver un compromis entre l'intensité de la dispersion (c'est-à-dire la dispersion plus ou moins complète) et les modifications des constituants du sol afin de répondre aux différentes exigences des études permises par cette méthode de dispersion :

- extraction de la matière organique libre (Chabouis 1982)
- préparation du sol pour une analyse granulométrique avec une dispersion complète sans modification de la taille des particules élémentaires. (Bourget, 1968 ; Kobo et Oba, 1965 ; Kanno et Arimura (1967)
- extraction des complexes organo-minéraux et étude de la matière organique humifiée (Watson et Parsons, 1974)
- étude de l'agrégation avec un traitement contrôlé et d'intensité variable (Shaymukhametov, 1968 ; Edward et Bremner, 1967b).

Il subsiste cependant le problème de la destruction des microorganismes du sol et de la matière organique libre qui n'a pas fait l'objet d'étude précise pour des conditions de sonification bien définies.

III - APPORT DE CETTE TECHNIQUE DE DISPERSION A LA CONNAISSANCE DES COMPLEXES ORGANO-MINÉRAUX

1 - Les complexes organo-minéraux dans la fraction argileuse (< 1 μ).

Shaymukhametov (1974) a étudié les caractéristiques de la matière organique de ces complexes en fonction du temps d'exposition aux ultrasons sur un chernozem argileux :

pH	C (%)	N tot (%)	1-0,25 μ	250-50 μ	50-10 μ	10-5 μ	5-1 μ	< 1 μ
6,1	5,0	0,44	0,6 %	1,0 %	24 %	11,6 %	15,3 %	45,7 %

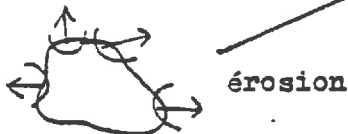
Les microagrégats (< 1 μ) analysés sont constitués de minéraux argileux et de matière organique humifiée et peuvent être divisés en deux fractions :

① Les microagrégats libérés après un temps de traitement court proviennent des agrégats fragiles ou des zones superficielles des agrégats plus solides

- agrégats fragiles



- agrégats plus solides



Microagrégats ①



Ils sont caractérisés par une faible teneur en matière organique.

② Les microagrégats libérés à la fin du traitement aux ultrasons (2 h) occupent alors une position interne dans les agrégats du sol qui ne se désagrègent pas facilement. Ils proviennent donc des zones les plus stables, les plus denses de ces agrégats.

Ils contiennent trois fois plus de C et N que les microagrégats ①.

Une quantité importante de substances humiques dans les microagrégats resserre donc les liens entre les particules minérales.

De plus la matière organique des microagrégats ② est caractérisée par un C/N élevé indiquant la présence de substances très humifiées. Ce caractère très humifié est confirmé par l'étude des spectres infra-rouges des microagrégats ① et ② ($< 1 \mu$). Ils montrent, en effet, que les substances humiques des microagrégats ① sont caractérisées par un grand nombre de chaînes aliphatiques (groupement C-H, O-H et liaisons peptidiques) alors que celles des microagrégats ② présentent un spectre d'absorption typique des matériaux bien humifiés.

La matière organique des microagrégats ② s'est aussi montrée peu hydrolysable.

Elle est donc peu accessible aux microorganismes, par sa position interne dans les agrégats, et difficilement dégradable, minéralisable par sa nature très humifiée.

Cette étude met donc en évidence la présence dans le sol de deux types de matière organique :

- une matière organique "active" facilement minéralisable appartenant aux complexes facilement dispersés ①
- une matière organique "passive", plus stable contenue dans la partie interne des agrégats les plus résistants aux ultrasons (d'après Shaymukhametov, 1974).

2 - La matière organique dans les différentes fractions granulométriques du sol

La dispersion ultrasonique (20kHz, 600 W, $\frac{1}{5}$, 50 g, 5 mn, appareil ②) de différents sols (texture, teneur en matière organique et type de minéraux argileux dominants différents) étudiée par Watson et Parsons (1974) fournit les renseignements suivants :

- les fractions argileuses et limoneuses sont plus riches en matière organique que les fractions sableuses. Et pour la plupart des sols, la fraction limoneuse est plus riche en carbone organique que la fraction argileuse mais moins riche en azote.
- l'hydrolyse acide des fractions limoneuses libère une quantité de composés azotés (ammoniac, acides aminés, glucosamines) légèrement inférieure à celle obtenue à partir des fractions argileuses.

Watson et Parsons en concluent qu'une partie importante de la matière organique du sol appartient à la fraction limoneuse du sol. Les limons (en tant que fraction granulométrique et non particules élémentaires) jouent donc un rôle équivalent à celui des argiles (fraction granulométrique) pour la stabilisation des composés organiques dans le sol.

Grâce à cette technique de dispersion, Healy et Claridge (1974) ont aussi montré que les fractions sableuses et limoneuses contribuent pour une part non négligeable à l'établissement des propriétés chimiques du sol ; la présence d'agrégats non dispersés contenant des argiles n'expliquant pas forcément les propriétés de ces fractions (C.E.C., Mg, C,N,P...).

3 - Conclusion

La dispersion ultrasonique dans l'eau des sols constitue un moyen d'étude des complexes organo-minéraux puisqu'elle permet l'isolement de complexes de stabilité différente grâce à la possibilité de rupture de liaisons plus ou moins fortes.

Elle permet une analyse qualitative et quantitative de la matière organique des microagrégats. Il faut cependant tenir compte de surévaluation possible de la matière organique humifiée (contenu cellulaire des microorganismes et débris végétaux partiellement humifiées finement fragmentés.)

IV - CONCLUSION

L'utilisation des ultrasons pour la dispersion du sol permet de nombreuses applications tant en ce qui concerne l'étude de la matière organique (sa localisation, sa nature, son rôle) qu'en ce qui concerne l'étude des agrégats (leur formation, leur structure).

De plus, le contrôle des différents paramètres expérimentaux devraient permettre d'établir des correspondances entre les actions des ultrasons sur les différents composants du sol et des agrégats et les conditions expérimentales. Ceci correspondrait à la mise au point d'une échelle d'agressivité des conditions de sonification permettant l'identification des phénomènes engendrés par les ultrasons dans la suspension de sol :

- destruction de tel ou tel matériau
- désagrégation
- destruction des microorganismes.

Peu de travaux utilisant cette démarche existent actuellement. On peut cependant citer à nouveau ceux de Edward et Bremner (1967) qui sont les plus complets.

DEUXIEME PARTIE

APPLICATION

A LA

DISPERSION

D'UN SOL LIMONO-ARGILEUX

I - MATERIEL ET TECHNIQUE

1 - Le sol

Toutes les expériences ont été réalisées sur des échantillons de sol limono-argileux prélevés dans l'horizon cultivé (0-30cm) (Grignon : Les divisions).

Caractéristiques analytiques du sol étudié:

Granulométrie (pour 100 g du sol séché à 70° C				Matière organique					
Sables (S) > 50µ	Limons gros- siers (L.G) 20-50µ	Limons fins (L.F.) 2-20µ	argiles (A) < 2µ	C‰	N‰	C/N	Cal- caire	pH	C.E.C
21,5	25,8	23	27,1	14,3	1,57	9,1	11 %	7,9	12

2 - Dispersion

(Annexe VI).

L'appareil utilisé est un désintégrateur de cellules : Branson, modèle B 15, caractérisé par une fréquence de 20kHz et une puissance maximale de 150 W (correspondant à la graduation 10).

Le convertisseur (transducteur) qui transforme l'énergie électrique de haute fréquence en énergie mécanique est constitué d'un corps électrostrictif en zircotitanate de plomb. Il vibre dans une direction verticale et transmet ce mouvement à une microsonde dont l'extrémité, de diamètre 3 mm, est immergée dans la suspension à traiter.

L'utilisation de cette microsonde demande une puissance inférieure ou égale à 90 W (graduation 6).

L'échantillon de sol séché à l'air et tamisé à 2 mm est immergé dans un volume d'eau distillée donné, au moins 12 h avant le traitement ultrasonique. Ceci permet une meilleure reproductibilité et une dispersion plus homogène d'après de nombreux auteurs (Vladimirov, 1968; Watson et Parsons, 1972 ; Genrich et Bremner, 1972).

Le récipient contenant la suspension de sol est un tube à centrifugation en verre, de 550 à 600 ml, ayant un diamètre de 7 cm environ et une base hémisphérique. La forme du récipient utilisé peut modifier la dispersion : d'après Vladimirov (1968) une base hémisphérique permet une dispersion plus homogène.

L'extrémité de la sonde est placée à 5 mm sous la surface de l'eau et au centre du récipient. Cette position de la sonde a été déterminée par l'observation des remous dans la suspension : les remous les plus importants étant recherchés. La sonde est légèrement plus profonde que celle d'Edward et Bremner (3 mm sous la surface de l'eau) de manière à ce qu'elle soit toujours immergée : même avec une puissance élevée.

Watson et Parsons (1974) utilise un agitateur magnétique. Cependant l'observation de la suspension sonifiée montre que tout l'échantillon de sol est agité par la cavitation et qu'une agitation supplémentaire n'est pas nécessaire.

Aucun système de réfrigération de la suspension n'est mis en place pour le contrôle de la température mais on verra que l'augmentation de température est peu importante. (III, 1.6.3.).

Un entretien régulier de la sonde est nécessaire pour une bonne reproductibilité des résultats :

- il faut frotter l'extrémité de la sonde avec du papier de verre afin d'éliminer les crevasses qui apparaissent après quelques heures de fonctionnement,

- et intercaler entre chaque traitement une période de refroidissement de la sonde.

En effet, Hinds et Lowe (1980) ont mis en évidence une perte de rendement énergétique de la sonde à cause de ces crevasses et d'un échauffement important de la sonde si elle est utilisée en continu pendant plusieurs heures.

3 - Mesure de la dispersion

Elle s'effectue par l'analyse granulométrique de la suspension de sol sonifiée. La fraction sableuse est récupérée par tamisage de la suspension à 50 μ puis rinçage avec 400 ml d'eau distillée sur le tamis (Chabouis, 1982). La suspension contenant les fractions < 50 μ est transvasée dans une allonge où le volume est ajusté à 1 l. Les prélèvements d'argile et de limons fins sont effectués avec la pipette Robinson après sédimentation des agrégats et particules du sol suivant le principe de la loi de Stokes. Les fractions sont ensuite séchées à 70° C puis pesées. Les résultats sont exprimés en % de la masse de sol séché à 70° C. La quantité de la fraction 20-50 μ est obtenu par la différence : sol entier - (argile + limon fin + sable).

Ces résultats sont comparés à l'analyse granulométrique effectuée après dispersion du sol par l'hexamétaphosphate de sodium à la suite de la destruction de la matière organique par H_2O_2 . (Méthode de référence notée R).

II - ETUDE METHODOLOGIQUE

1 - Expérience ① : rapport sol/eau et masse d'échantillon variables

L'influence de ces deux paramètres sur la dispersion est étudiée pour une puissance moyenne : 60 W et pour 15 mn de sonification.

Pour chacune des trois masses d'échantillon considérées : 5 g, 12,5 g et 25 g, la concentration de la suspension prend trois valeurs : sol/eau = $\frac{1}{20}$, $\frac{1}{8}$ et $\frac{1}{4}$.

Cependant pour 25 g et $\frac{1}{20}$, tout le sol n'est pas agité. La dispersion de 25 g de sol sera donc étudiée pour les concentrations suivantes $\frac{1}{16}$, $\frac{1}{8}$, $\frac{1}{4}$. Cette particularité ne sera pas précisée à chaque fois et $\frac{1}{20}$ sera employé parfois à la place de $\frac{1}{16}$.

2 - Expérience ② : puissance variable

Une suspension de concentration $\frac{1}{16}$ contenant 25 g de sol est soumise aux ultrasons pendant 15 mn pour les puissances suivantes : 45, 60, 75 et 90 W.

3 - Expérience ③ : durée d'irradiation variable

Une suspension de sol ($\frac{1}{16}$, 25 g) est sonifiée avec une puissance de 45 W pendant 5, 10, 15, 20 et 30 mn. Une analyse granulométrique est effectuée pour chaque temps de traitement.

4 - Caractérisation des fractions granulométriques : dosage de C et N

Dans le cadre de l'expérience ③, les fractions granulométriques isolées à 5 mn et 30 mn de traitement sont caractérisées par leur teneur en carbone organique (Méthode Anne) et en azote (méthode Kjeldahl).

La fraction $> 50 \mu$ est recueillie par tamisage à 50μ (Chabouis, 1982). Les fractions $< 2 \mu$ puis $2-20 \mu$ sont récupérées par siphonnages successifs après 10 à 15 lavages à l'eau distillée (jusqu'à ce que le surnageant soit clair après les temps de sédimentation correspondants à ces deux fractions). Le culot restant constitue la fraction : $20 - 50 \mu$.

La suspension contenant les fraction $< 2 \mu$ est ensuite floculée avec un phosphate de potassium à 10 g/l. Ce produit est préférable au chlorure de calcium car, lors du dosage du carbone par la méthode Anne, le bichromate de potassium peut être réduit par les chlorures et entraîner une surestimation de la quantité de carbone organique (Kononova, 1966).

Ces fractions isolées sont ensuite séchées à 70°C refroidies pendant 1 h dans un dessiccateur puis pesées.

III - INFLUENCE DES CONDITIONS EXPERIMENTALES SUR LA DISPERSION

1 - Résultats et interprétation

Les résultats sont exprimés en pourcentage de la masse du sol séché à 70°C .

Pour chaque expérience, on obtient les quantités des 4 fractions granulométriques suivantes :

- F ($< 2 \mu$) correspondant à la fraction argileuse
- F ($2-20 \mu$), aux limons fins
- F ($20-50 \mu$), aux limons grossiers
- F ($> 50 \mu$), à la fraction sableuse.

Les termes argiles, limons fins, limons grossiers et sables représenteront, par la suite, des agrégats de taille respectivement $< 2 \mu$, $2-20 \mu$, $20 - 50 \mu$ et $> 50 \mu$ et non des particules élémentaires du sol puisque ces fractions pourront être obtenues à partir d'une dispersion incomplète du sol.

1.1 Précision des résultats

Les quantités des fractions granulométriques isolées sont les moyennes de 3 à 4 répétitions.

La majorité des résultats (75 %) ont un coefficient de variation de 4 % et les 25 % restants ont un coefficient de variation de 11 %. Cette variabilité importante du quart des résultats correspond surtout aux pourcentages des fractions grossières ($20-50 \mu$ et $> 50 \mu$) (Annexes VII, VIII, IX, X). Elle est attribuée au tamisage de la suspension de sol à 50μ .

La variabilité observée pour les fractions 20- 50 μ n'est qu'une conséquence de la variabilité introduite par le tamisage des sables, puisque la quantité de limons grossiers est obtenue par différence (I-3-).

1.2 Effet de l'humectation du sol et de son agitation dans l'eau

Avant chaque traitement aux ultrasons, le sol est laissé pendant au moins 12 h dans l'eau. L'humectation du sol provoque déjà une certaine dispersion des agrégats dont l'intensité est donnée par l'analyse granulométrique d'une suspension de sol non sonifiée, après 12 h de repos (Tableau 5).

Cette analyse granulométrique permet de connaître l'état de dispersion initial du sol juste avant le traitement aux ultrasons.

Les valeurs faibles des fractions < 50 μ permettent de dire que l'humectation du sol par l'eau a très peu d'effet sur la dispersion du sol: 5% de F(<50 μ) alors que la méthode référence libère 88,5% de F(< 50 μ).

Fractions	> 50 μ	20 - 50 μ	2 - 20 μ	< 2 μ
Traitements				
après 12 h dans l'eau	95 %	2 %	2,5 %	0,5 %
méthode de référence (R)	21,5 %	25,8 %	23 %	27,1 %

Tableau 5 : Analyse granulométrique de la suspension de sol après 12 h de repos (12,5 g de sol dans 100 ml : rapport 1/8).

Ensuite, pour évaluer l'action supplémentaire des ultrasons par rapport à l'agitation magnétique, l'analyse granulométrique d'une suspension de sol (25 g, 1/8) a été effectuée après 15 mn d'agitation magnétique dans l'eau.

Les résultats obtenus sont comparés à ceux de la dispersion ultrasonique de 25 g de sol (concentration de la suspension : 1/8) pendant 15 mn (Tableau 6).

Fractions Traitements	> 50 μ	20 - 50 μ	2 - 20 μ	< 2 μ
15 mn d'agi- tation magnétique	66,2 %	13,6 %	17,2 %	3 %
15 mn de sonification	24,7 %	24,2 %	28,2 %	22,4 %
R	21,5 %	25,8 %	23 %	27,1 %

Tableau 6 : dispersion par agitation dans l'eau et par sonification (15 mn de traitement, 25 g de sol, sol/eau : 1/8).

On remarque que les ultrasons ont une efficacité nettement supérieure à celle de l'agitation dans l'eau. L'action des ultrasons se traduit par une augmentation de la fraction argileuse de 3 à 22,4 % et une diminution de la fraction sableuse de 66,2 à 24,7 %.

L'agitation provoquée par la cavitation est donc beaucoup plus importante que l'agitation magnétique : les chocs entre les agrégats sont plus violents et plus nombreux.

1.3 Influence de la masse de sol

Pour chacune des trois concentrations suivantes : $\frac{1}{4}$, $\frac{1}{8}$, $\frac{1}{20}$, l'étude de l'influence de la masse du sol sur la dispersion a donné des résultats semblables (figure 4 et 5 et Annexe VII et VII bis).

En effet, quelle que soit la concentration, plus la masse de l'échantillon est petite :

- plus F (> 50 μ) est petit
- plus F (20-50 μ) est grand
- plus F (2 - 20 μ) est petit
- plus F (< 2 μ) est grand

Une faible quantité de sol entraîne donc une meilleure désagrégation des agrégats supérieurs à 50 μ .

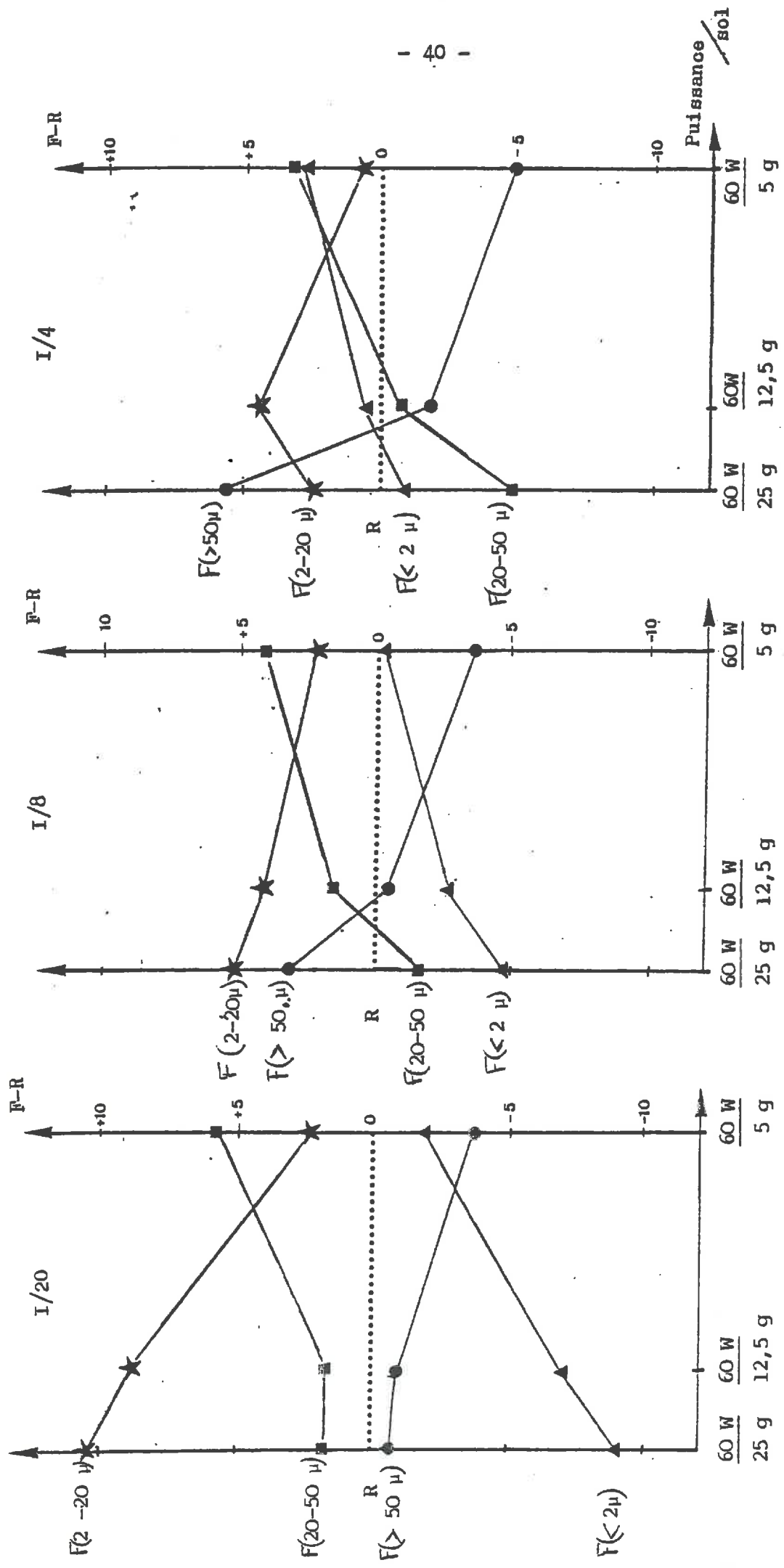
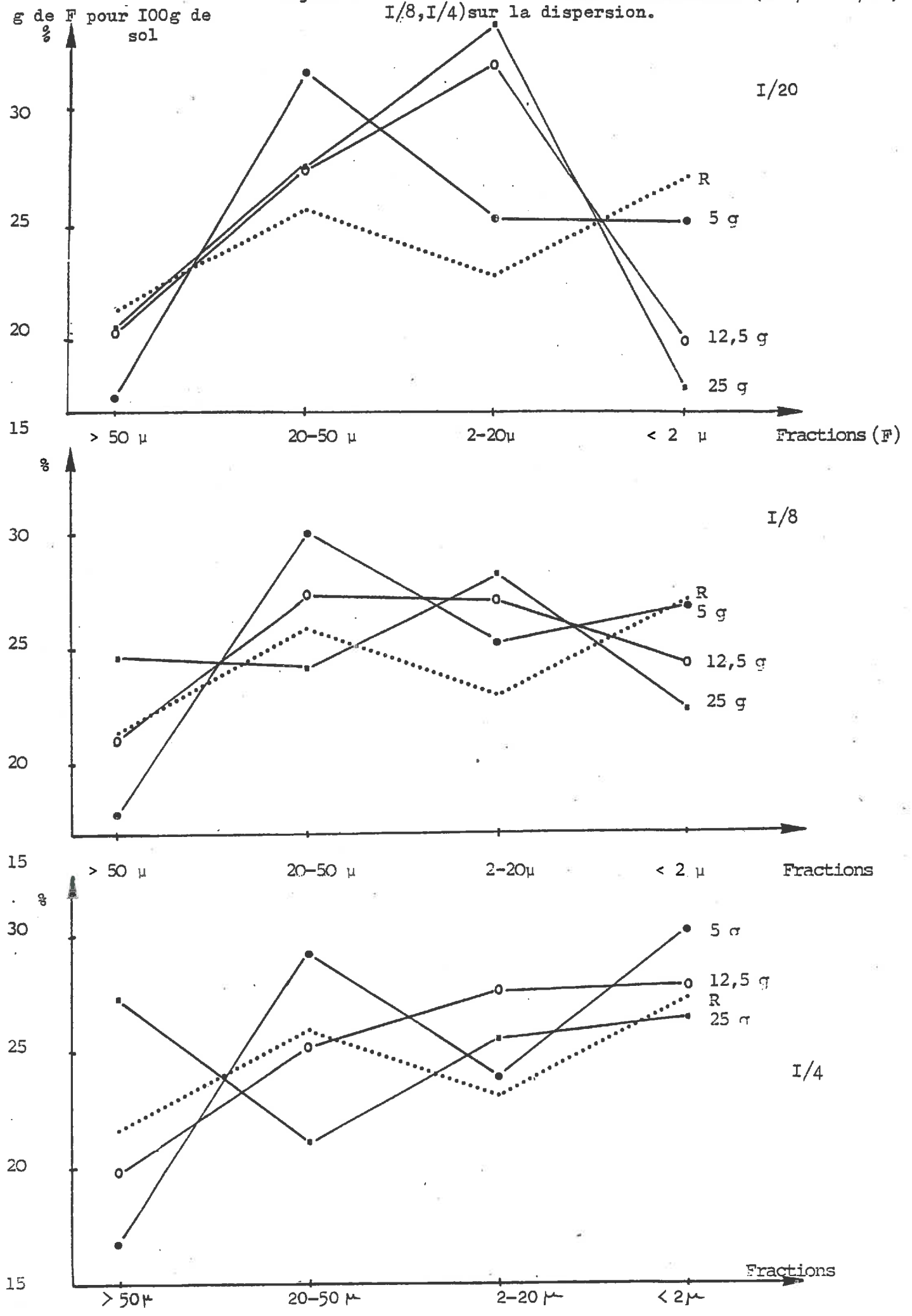


Figure 5 : Evolution de la quantité des fractions granulométriques (valeurs corrigées par R : F - R) fonction de la masse de sol (pour trois concentrations :

$\frac{1}{20}$; $\frac{1}{8}$; $\frac{1}{4}$). F et R sont en g pour 100g de sol.

Figure 4 : Influence de la masse d'échantillon (sol/eau=I/20, I/8, I/4) sur la dispersion.



On peut donc en déduire que plus la masse de sol est petite, plus les conditions de sonification sont agressives.

Ceci est dû au fait que la puissance ultrasonique est constante (60 W) et que pour une faible quantité de sol, la puissance par gramme de sol est importante :

- pour 5 g de sol : 12 W/g
- pour 12,5 g de sol : 4,8 W/g
- pour 25 g de sol : 2,4 W/g

L'intensité de la cavitation par gramme de sol est donc plus élevée pour une petite quantité de sol.

Par comparaison avec le graphe de référence R, obtenu à partir de la dispersion à l'eau oxygénée + hexamétaphosphate de Na, on note que plus la masse de sol est faible, plus l'allure du graphe correspondant (ou profil granulométrique) se rapproche de R et ce, quel que soit le rapport sol/eau considéré.

Une faible masse d'échantillon (5 g) aboutit donc à une dispersion proche de R (obtenue par destruction de la matière organique).

De plus, pour les différentes concentrations de la suspension, l'influence de la masse d'échantillon est plus ou moins accentuée. On observe, en effet, des variations plus nettes de chaque fraction granulométrique pour le rapport sol/eau : 1/20, quand la masse de sol varie.

Le rapport sol/eau joue donc un rôle dans la dispersion du sol par les ultrasons.

1.4 Influence du rapport sol/eau

(figures 6 et 7, Annexes VIII et VIII bis)

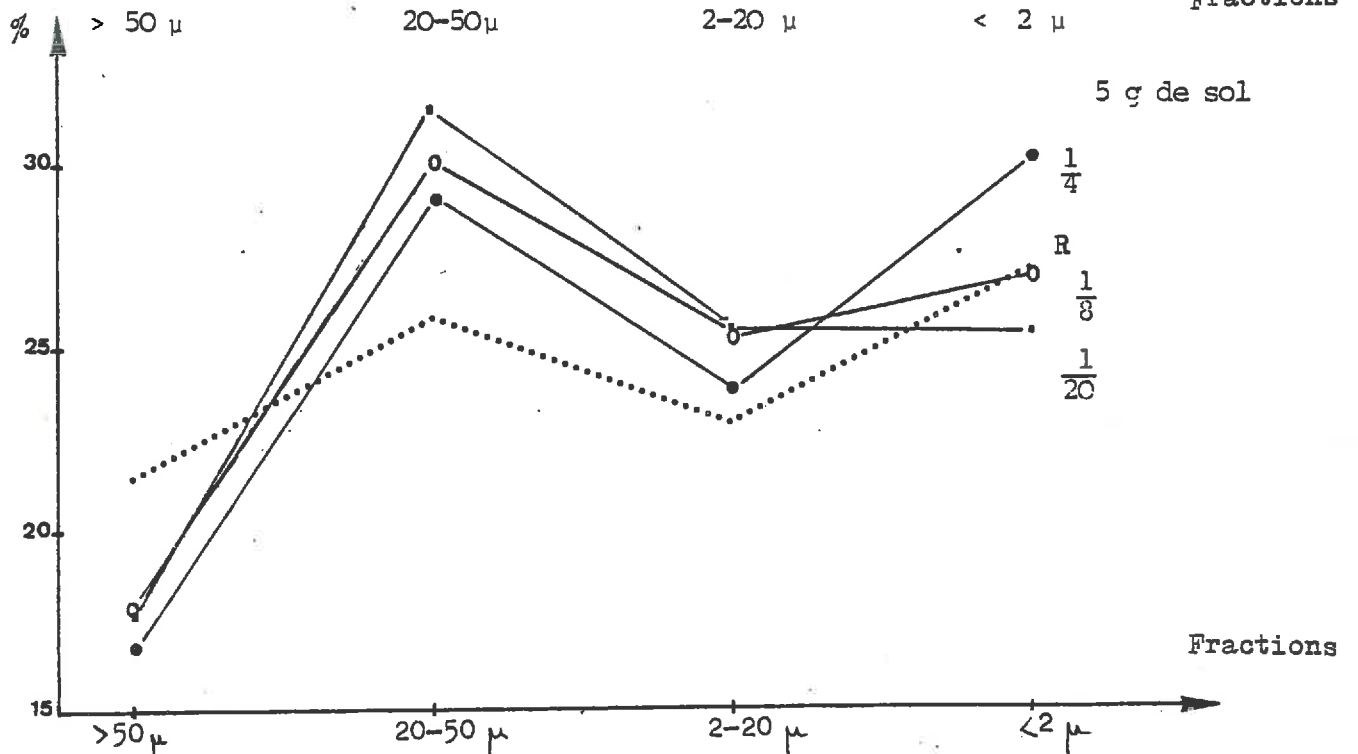
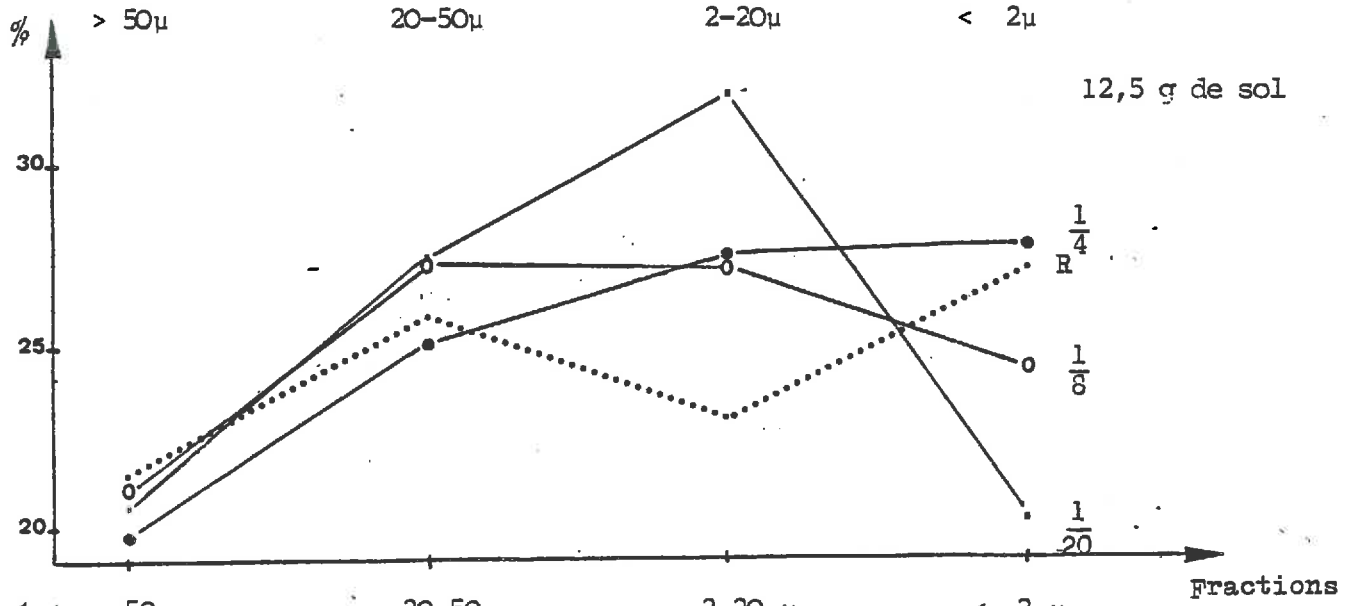
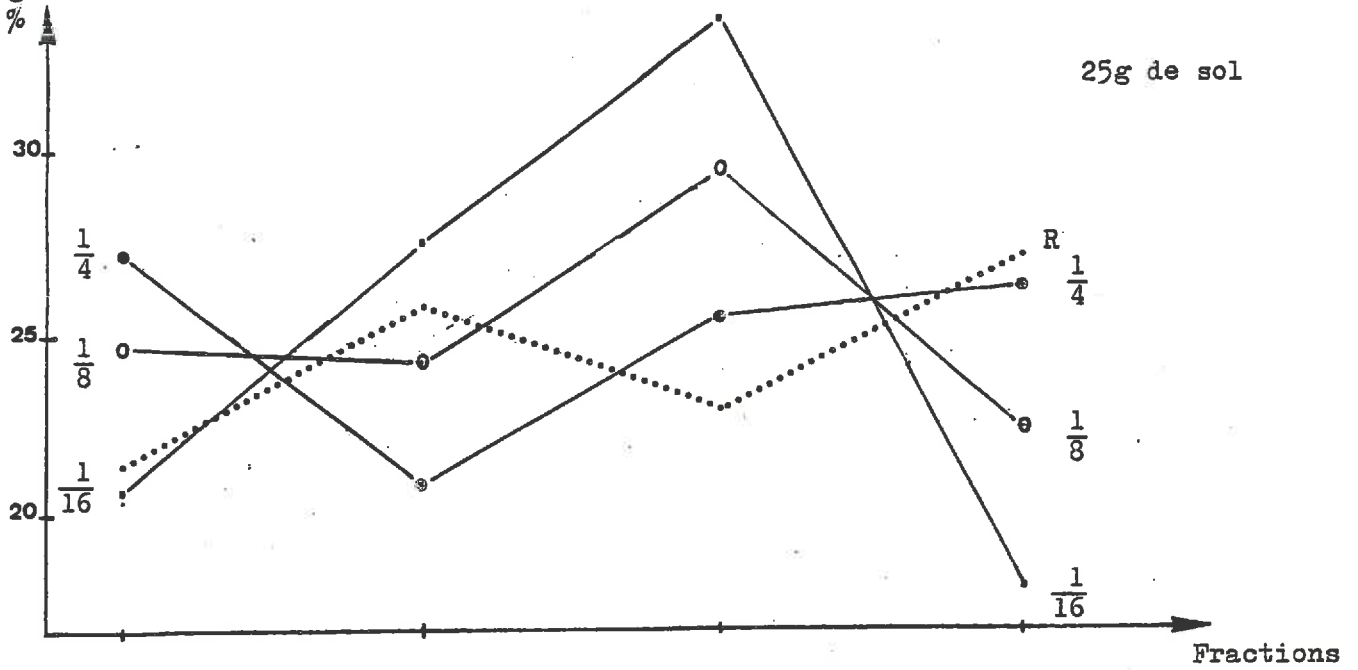
1.4.1. Fonction de la masse de sol considéré

Quelle que soit la masse de sol considérée, une augmentation du rapport sol/eau provoque une augmentation de la fraction argileuse. En revanche, l'évolution de la fraction sableuse en fonction du rapport sol/eau apparaît différente pour 5 g (ou 12,5 g) et 25 g de sol :

- pour 5 g de sol, $F(> 50\mu)$ passe de 17,8 % à 16,7 % quand la concentration augmente de $\frac{1}{20}$ à $\frac{1}{4}$.
- alors que pour 25 g de sol, $F(> 50\mu)$ augmente : 20,8 % à 27,2 %

Figure 6 : Influence du rapport $\frac{\text{sol}}{\text{eau}}$ (masse de sol = 25g; 12,5g; 5g) sur la dispersion.

g de F pour 100g de sol



L'échantillon de 25 g présente donc un comportement différent.

1.4.1.1. Cas des échantillons de 5 g et 12,5 g

Une concentration élevée de la suspension entraîne une libération importante d'argile ($<2\mu$) :

- 30,1 % ($\frac{1}{4}$) pour 5 g, au lieu de 25,3 % ($\frac{1}{20}$)
- 27,7 % ($\frac{1}{4}$) au lieu de 20,2 % ($\frac{1}{20}$) pour 12,5 g

et une diminution de la fraction supérieure à 50μ . L'action des ultrasons est donc plus intense pour une suspension plus concentrée.

En effet, pour une quantité donnée de sol, l'utilisation d'un faible volume d'eau pour la dispersion ultrasonique réduit l'espace disponible pour les déplacements des agrégats. L'agitation est donc plus intense, les chocs sont plus nombreux et plus violents. Les agrégats se déplacent donc dans un volume restreint à proximité de la zone de cavitation intense (proche de l'extrémité de la sonde).

1.4.1.2. Cas de l'échantillon de 25 g

L'augmentation de F ($>50\mu$) quand la concentration augmente semblerait indiquer une baisse de l'action des ultrasons. Or pour les mêmes conditions, la fraction $<2\mu$ augmente, ce qui signifie, en général, que la désagrégation augmente. Il existe donc une contradiction difficilement explicable par un comportement particulier de cet échantillon qui serait dû seulement à son poids élevé (25 g) puisque les autres conditions sont identiques à celles de la dispersion des deux autres échantillons.

Ce phénomène semble plutôt venir du tamisage des sables à 50μ . Le fait de tamiser la suspension de sol en une seule fois et de la rincer avec un volume constant d'eau distillée (quelle que soit la masse de sol utilisée) entraîne, en effet, un colmatage du tamis d'autant plus important que la masse de sol est grande.

Une vérification expérimentale, pour 25 g de sol dans 200 ml d'eau ($1/8$) sonifiés pendant 15 mn, a montré que la récupération des sables par un seul tamisage et un rinçage avec 400 ml d'eau est supérieure à un tamisage fractionné avec plusieurs rinçages : on obtient 1,3 fois plus de sables que par tamisage fractionné.

De plus, la surestimation des sables s'accroît avec la concentration de la suspension :

- pour $\frac{1}{4}$, 27,2 % de F ($>50\mu$)
- pour $\frac{1}{8}$, 24,2 % de F ($>50\mu$).

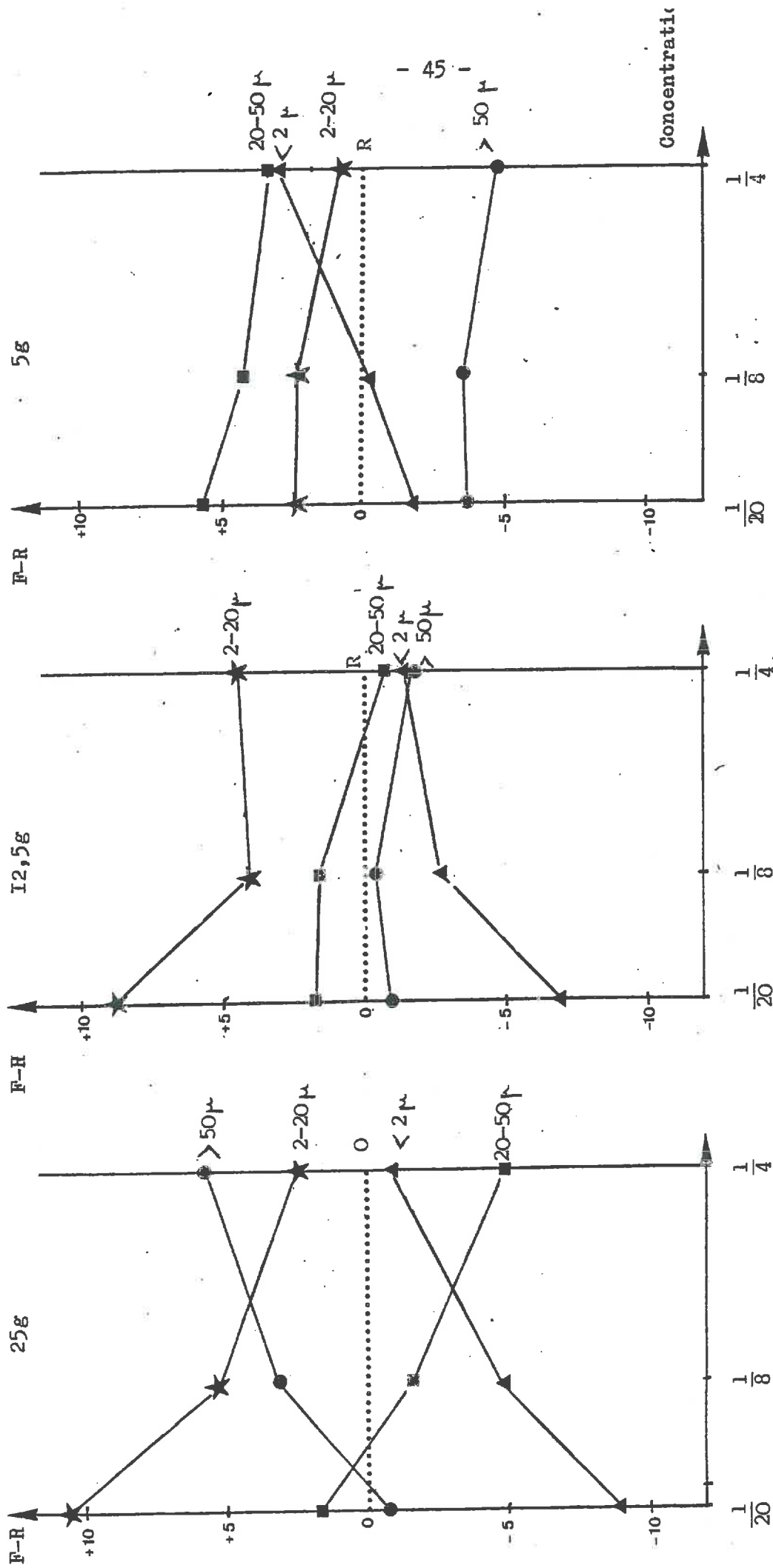


Figure 7 : Evolution des fractions granulométriques (quantités F corrigées par celle de R : F / R) en fonction de la concentration de la suspension (pour trois masses de sol.)

F et R sont en g pour 100g de sol.

Quand la concentration augmente, la désagrégation augmente aussi et le nombre d'éléments sur le tamis s'accroît provoquant un colmatage plus important.

Pour la concentration 1/16, il semble que le colmatage n'a pas eu lieu puisque l'allure du profil se rapproche de celui correspondant à 12,5 % et 1/20.

Pour 12,5 g et 5 g, le colmatage n'existe pas car le nombre d'éléments obtenus après dispersion est plus faible, qu'avec 25 g, pour une même surface de tamis.

1.4.1.3. Conclusion

Quelle que soit la masse de sol, on peut donc dire qu'une concentration élevée de la suspension de sol à sonifier entraîne une action plus importante des ultrasons.

Remarque : En ce qui concerne, les résultats obtenus avec 25 g de sol, on ne considérera maintenant que le profil 1/16 et les F ($2-20\mu$) et F ($< 2\mu$) pour les concentrations 1/8 et 1/4 (en supposant que le colmatage retient surtout les agrégats $20-50\mu$ et peu les agrégats $2-20\mu$ et $< 2\mu$).

Il faut, cependant, noter que l'effet d'une augmentation de la concentration est variable suivant la masse de sol utilisée (figures 6 et 7 et Annexes VIII et VIII bis)

- pour 5 g de sol, les variations des fractions $> 50\mu$, $20-50\mu$ et $2-20\mu$ sont très faibles : légère diminution (-1 ou 2 % du sol) quand sol/eau augmente (1/20 à 1/4) se traduisant par une augmentation de F($< 2\mu$) : 25,3 à 30,1 % (+ 4,8 % du sol).

- pour 12,5 g de sol, on observe aussi, une faible diminution de F ($> 50\mu$) et F($20-50\mu$). La fraction F($2-20\mu$) décroît nettement (31,8 % à 27,5 %) et F($< 2\mu$) subit une augmentation très supérieure à celle observée pour 5 g : 20,2 % à 27,7 % (+ 7,5 % du sol)

- pour 25 g de sol, on ne considère que les F($< 20\mu$), tout en gardant à l'esprit le fait que la méthode de tamisage peut entraîner une sous-estimation de ces fractions (surtout pour F($2-20\mu$) avec 1/4 et 1/8).

Les écarts apparaissent supérieurs à ceux observés pour 12,5 g et à plus forte raison pour 5 g : - 8 % du sol pour F($2-20\mu$) et + 8% pour F($< 2\mu$).

L'effet d'une forte concentration de la suspension de sol se fait donc plus sentir pour une quantité importante du sol à disperser.

1.4.2 Comparaison avec la méthode de référence R

L'allure des profils granulométriques obtenus par dispersion ultrasonique se rapproche de R pour des conditions expérimentales de plus en plus agressives (figure 6) (masse de sol faible et rapport sol/eau élevé).

Pour 5 g de sol, on récupère une fraction sableuse toujours moins importante que R et une fraction argileuse voisine de R ou supérieure. Ceci peut s'expliquer de deux manières :

- les ultrasons sont plus efficaces que la méthode R, la dispersion ultrasonique est plus complète.
- les ultrasons provoquent une fragmentation des particules élémentaires sableuses si l'on considère que la méthode R entraîne une dispersion totale du sol.

Edward et Bremner (1967a) ont montré que l'eau oxygénée ne détruit pas toute la matière organique du sol : certains ciments organiques subsistent et la dispersion n'est pas totale.

De plus, la puissance ultrasonique utilisée est faible (60 W) ; les risques d'altération ou de fragmentation des minéraux de la taille des sables ($>50\mu$) sont donc très limités, même pour le calcaire (Edward et Bremner, 1967a).

Par conséquent, la dispersion ultrasonique est plus complète que la méthode R et est maximum pour 5 g de sol dans 20 ml d'eau distillée ($\frac{1}{4}$).

La sonification de 12,5 g de sol met en évidence un comportement particulier de la fraction 2-20 μ (figure 6) :

- les quantités de F($>50\mu$) et F(20-50 μ) sont proches de R pour la concentration 1/20 alors que F(2-20 μ) est très supérieure à R (+ 9 % du sol) et F($<2\mu$), très inférieure (- 7 % du sol).
- quand on passe de 1/20 à 1/4, les F($>20\mu$) (sables et limons grossiers) restent proches de R alors que la quantité de limons fins diminue (31,8 % à 27,5 %) et que la fraction argileuse augmente (20,2 à 27,7 %).

La fraction 2-20 μ semble donc se disperser pour des conditions de sonification plus agressives que celles qui provoquent une dispersion des agrégats $>50\mu$.

Pour les conditions de dispersion maximum (mais pas forcément totale) : 5 g et 1/4, la fraction 2-20 μ atteint, en effet, la valeur correspondante de R.

Les limons fins (agrégats 2-20 μ) demandent donc plus d'énergie pour se désagréger que les agrégats supérieurs à 50 μ .

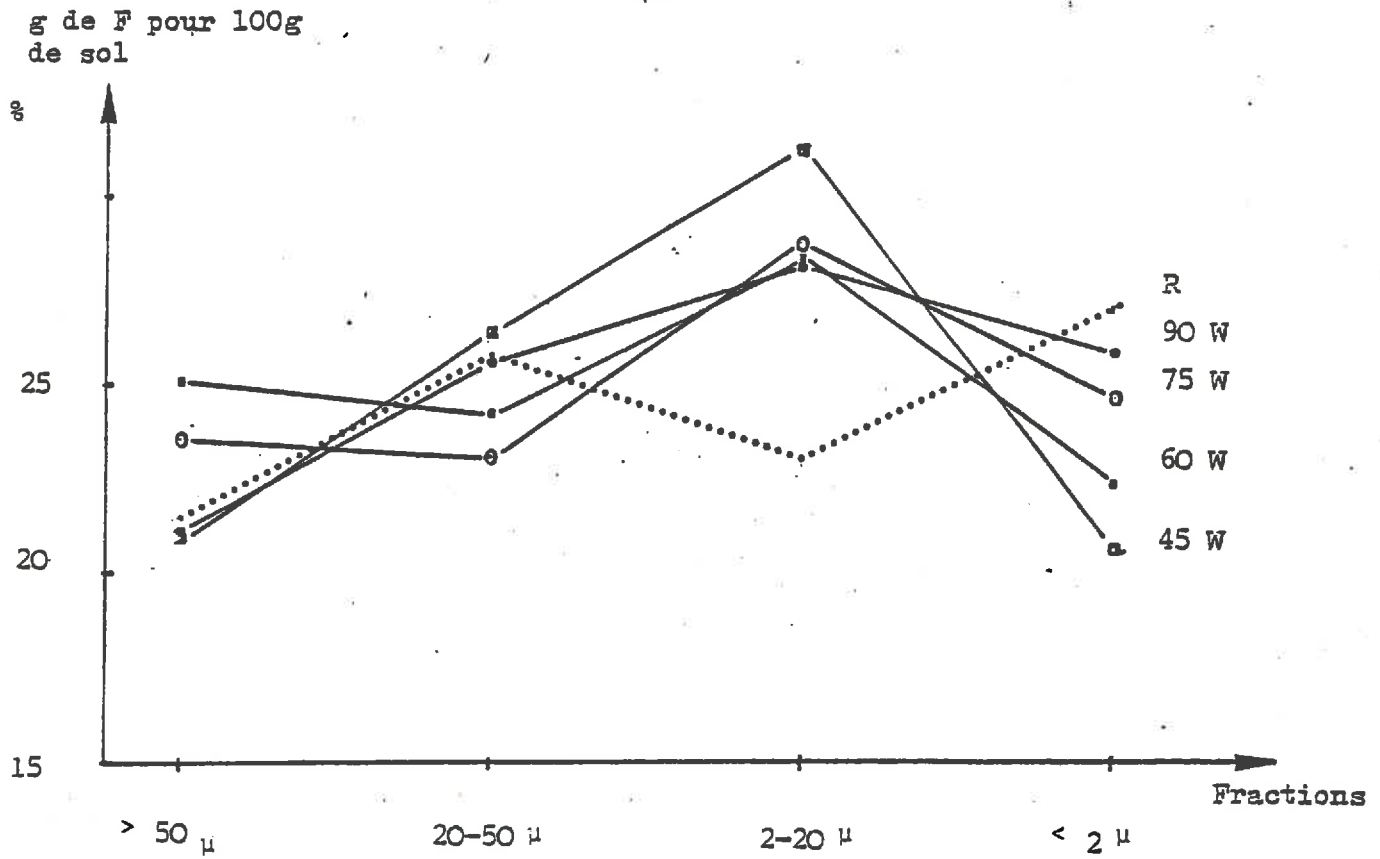


Figure 8 : profils granulométriques du sol pour différentes valeurs de la puissance

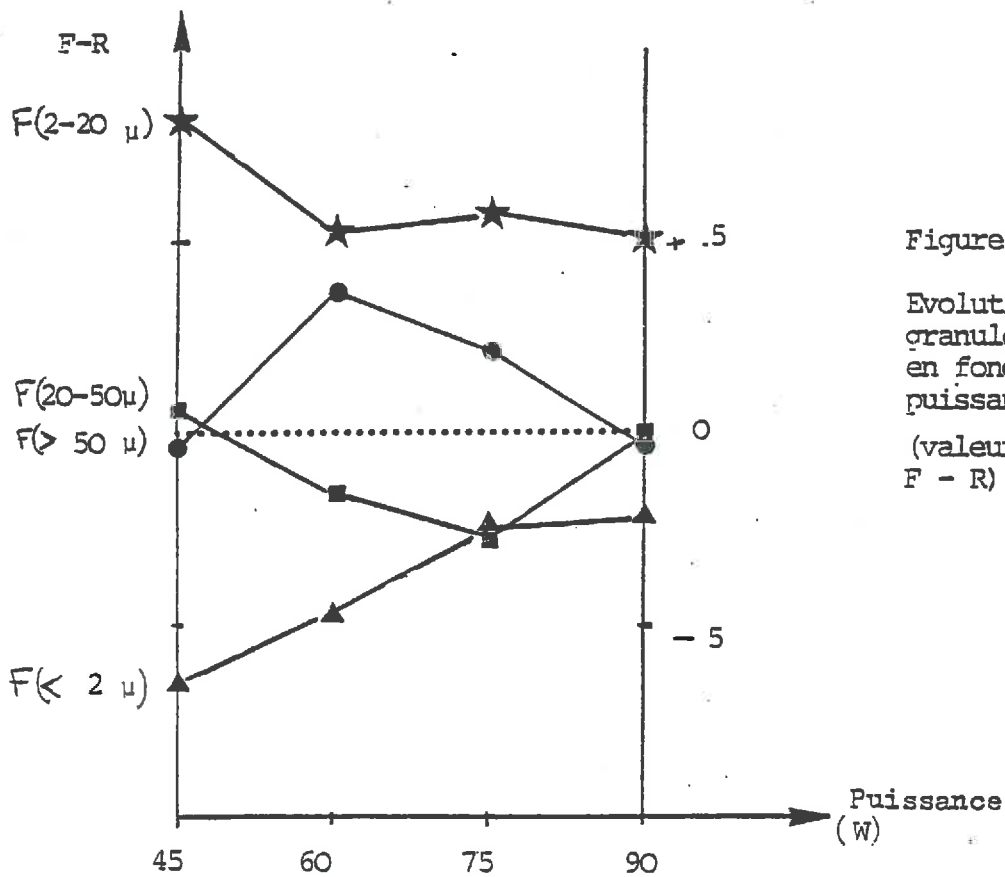


Figure 9 :

Evolution des fractions granulométriques du sol en fonction de la puissance ultrasonique (valeur corrigée par R : F - R)

1.5 Influence de la puissance ultrasonique

Conditions expérimentales 25 g, 1/8, 15 mn de sonification.

Les fractions $F(<2\mu)$ et $F(2-20\mu)$ suivent la même loi que dans les expériences précédentes : quand la puissance augmente la fraction $2-20\mu$ diminue pendant que $F(<2\mu)$ augmente. Les agrégats $2-20\mu$ se désagrègent en libérant des argiles (figures 8 et 9 ; Annexe IX)

Pour une puissance faible (45 W), la quantité de $F[>50\mu]$ est proche de R puis quand la puissance augmente, elle augmente puis diminue ($F(20-50\mu)$ suit l'évolution inverse (figure 9)).

Ce phénomène peut s'expliquer par la surestimation de $F(>50)$ lors du tamisage.

Le colmatage apparaît important pour 60 W et 75 W et nul pour 45 W et 90 W.

Pour 45 W, c'est-à-dire, pour une dispersion faible, le nombre d'éléments sur le tamis est peu important puisque les agrégats sont peu dispersés : le colmatage n'apparaît donc pas.

Pour 90 W, la conclusion est la même mais la dispersion est plus complète : les éléments fins sont plus nombreux et traversent plus facilement le tamis.

Pour les puissances intermédiaires : 60 et 75 W, la dispersion est moyenne : elle n'est pas suffisante pour provoquer la libération d'un grand nombre d'éléments fins ($<2\mu$) mais elle produit cependant, assez d'éléments de 20 à 50 μ et 2 à 20 μ pour provoquer un colmatage.

On ne tiendra donc pas compte des quantités de $F(>50\mu)$ et $F(20 \text{ à } 50\mu)$ obtenues pour 60 et 75 W. Les fractions $2-20\mu$ et $< 2\mu$ apparaissent peu affectées par le colmatage, on considère donc qu'il ne modifie que les quantités de fractions supérieures à 20 μ .

La Figure 8 met en évidence le même comportement particulier de la fraction $2-20\mu$ que dans 1.4.2 : elle diminue quand la puissance augmente (45 à 90 W) alors que les fractions $>20\mu$ restent constantes.

Cette fraction $2-20\mu$, qui nécessite des conditions plus agressives pour se disperser que les agrégats supérieurs à 50 μ , se caractérise par une stabilité, une résistance à l'action des ultrasons supérieure à $F(>50\mu)$.

1.6 Influence du temps d'exposition aux ultrasons (Annexe X)

Conditions expérimentales : 45 W, $\frac{1}{8}$, 25 g.

La figure 10 montre l'existence d'un maximum pour la quantité de

Figure 10 : Pourcentage des différentes fractions granulométriques du sol en fonction du temps de passage aux ultra-sons

Conditions : 25 g de sol dans 200 ml d'eau
puissance 45 W

— $F(> 50 \mu)$

- - - $F(20 \text{ à } 50 \mu)$

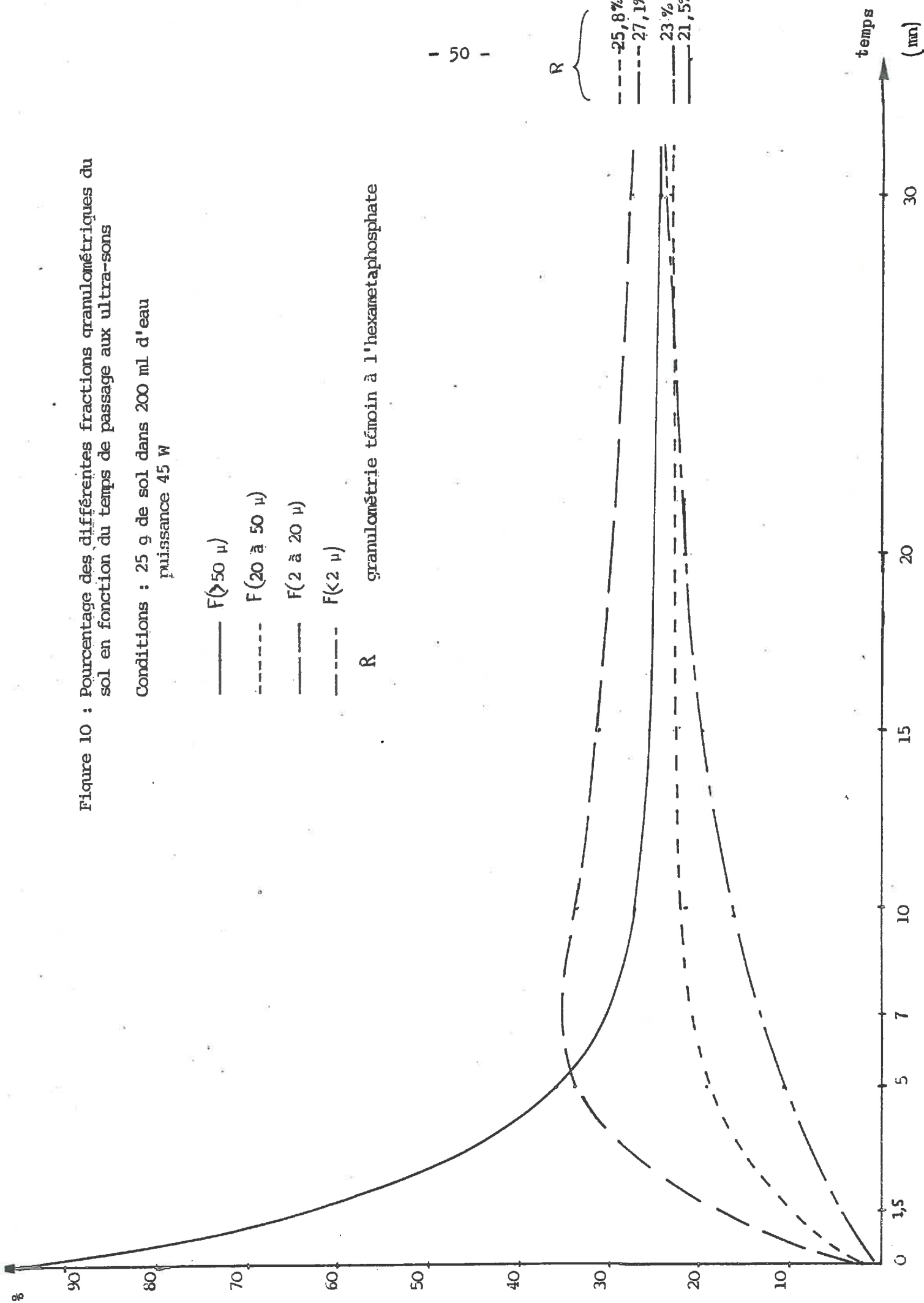
— $F(2 \text{ à } 20 \mu)$

- - - $F(< 2 \mu)$

R granulométrie témoin à l'hexametaphosphate

- 50 -

R {
- - - 25,8%
- - - 27,1%
— 23%
— 21,5%



temps (min)

F(2-20 μ) pour 7 mn de sonification. On va donc étudier ce qui se passe de 0 à 7 mn et après 7 mn de traitement.

1.6.1 De 0 à 7 mn de traitement

L'analyse granulométrique d'une suspension de sol après 12 h de repos montre que les agrégats sont stables dans l'eau : très peu de limons et d'argiles sont libérés. Cette analyse correspond à 0 mn de sonification puisque le sol est dans cet état de dispersion avant toute sonification.

La comparaison des valeurs obtenues après 15mn d'agitation magnétique du sol et des courbes, figure 10, permet d'assimiler l'agitation magnétique (15m) à une sonification de quelques minutes (1,5mn). La dispersion ultrasonique est donc équivalente à une dispersion par agitation très violente.

Un traitement aux ultrasons pendant 5 mn provoque une désagrégation rapide des agrégats supérieurs à 50 μ (pente forte) qui libère des micro-agrégats 2-20 μ , 20-50 μ et $< 2\mu$ avec des vitesses variables : la vitesse d'apparition de F(2-20 μ) vaut presque deux fois celle de F(20-50 μ) et trois fois celle de F($< 2\mu$). (figure 10).

Entre 0 et 7 mn de sonification, les agrégats supérieurs à 50 μ du sol libèrent donc rapidement F(2-20 μ) en grande quantité puis plus lentement F(20-50 μ) et F($< 2\mu$).

1.6.2. Au delà de 7 mn d'exposition aux ultrasons

Après 7 mn de sonification, on observe (figure 10) une décroissance lente des quantités de F($> 50\mu$) et F(2-20 μ) qui se rapprochent de R. En même temps, F(20-50 μ) et F($< 2\mu$) augmentent lentement pour tendre vers R. De 10 à 30 mn, les variations sont les suivantes :

- F($> 50\mu$) passe de 28,3 % à 24,6 % (- 4)
- F(20-50 μ) de 21,7 à 23,4 % (+ 1,7)
- F(2-20 μ) de 33,7 à 27,6 % (-6)
- F($< 2\mu$) de 16,3 à 24,3 % (+ 8)

La dispersion des agrégats $> 50\mu$ se poursuit donc lentement et elle s'accompagne de la dispersion un peu plus rapide des microagrégats 2-20 μ .

L'évolution des fractions granulométriques vers R apparaît donc très lente après 7 mn de sonification. L'obtention d'une dispersion plus complète que R nécessiterait alors un temps de sonification beaucoup plus long. Dans ce cas, les risques d'échauffement de la sonde, de baisse de la puissance libérée par la sonde à la suspension et de modifications chimiques du milieu augmentent.

La durée du traitement pourra au moins être augmentée jusqu'à 60 mn puisque Edward et Bremner (1967) pour des conditions proches de celles de cette étude (60 W, $\frac{1}{25}$, 10 g; sonde de 19 mm de diamètre, béccher de 100 ml) n'ont obtenu aucune modification pour des sols carbonatés voisins de celui étudié ici.

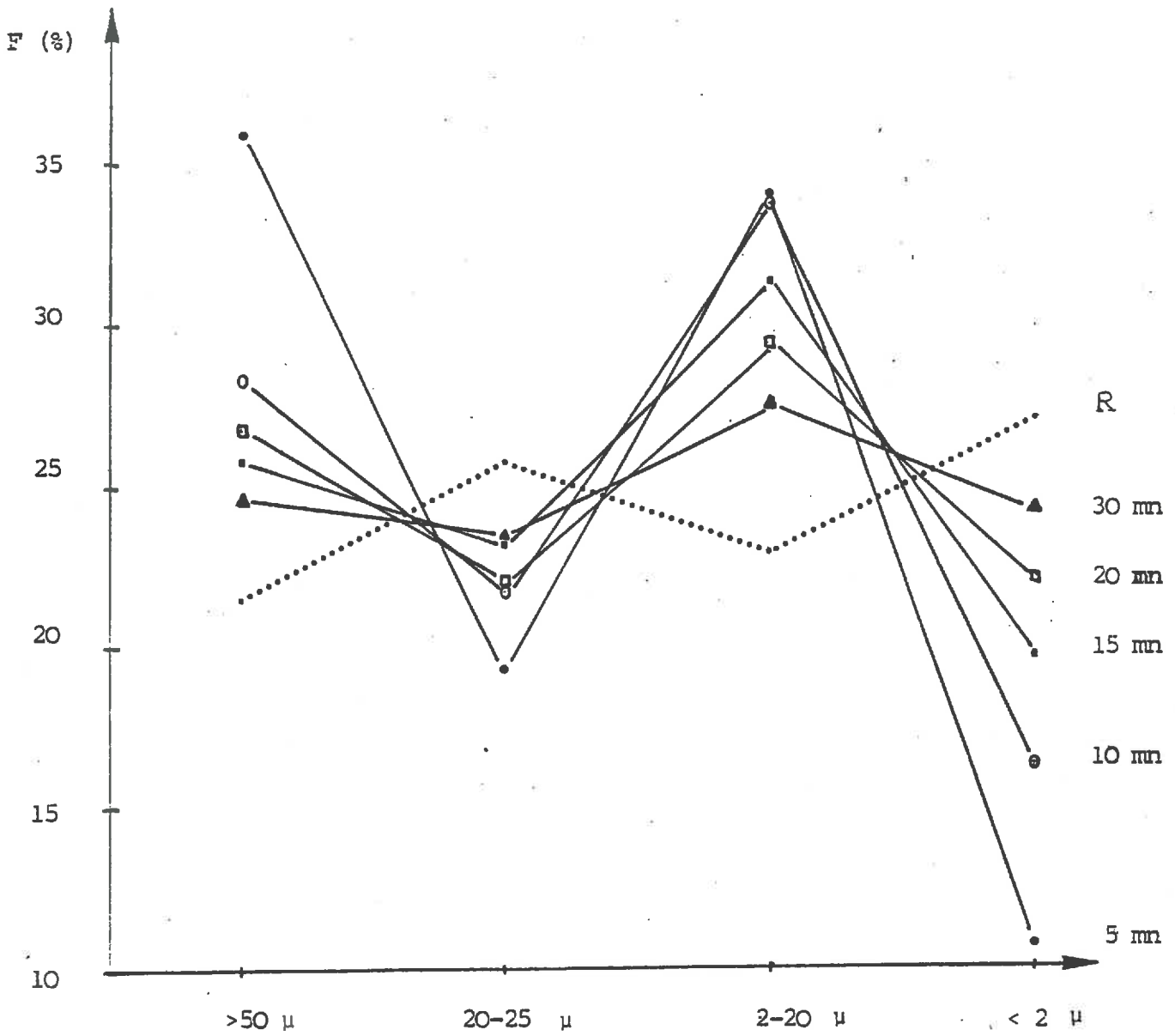


Figure 11 : profils granulométriques du sol en fonction du temps de sonification

1.6.3. Evolution de la température de la suspension

Jusqu'à 20 mn de sonification de la suspension (25 g, 1/8), la température augmente de 4,5°C pour 5 mn de traitement. De 20 à 30 mn, elle n'augmente plus que de 1° C pour 5 mn (figure 12).

L'augmentation de température n'est donc pas très importante et l'utilisation d'un réfrigérant n'est pas nécessaire.

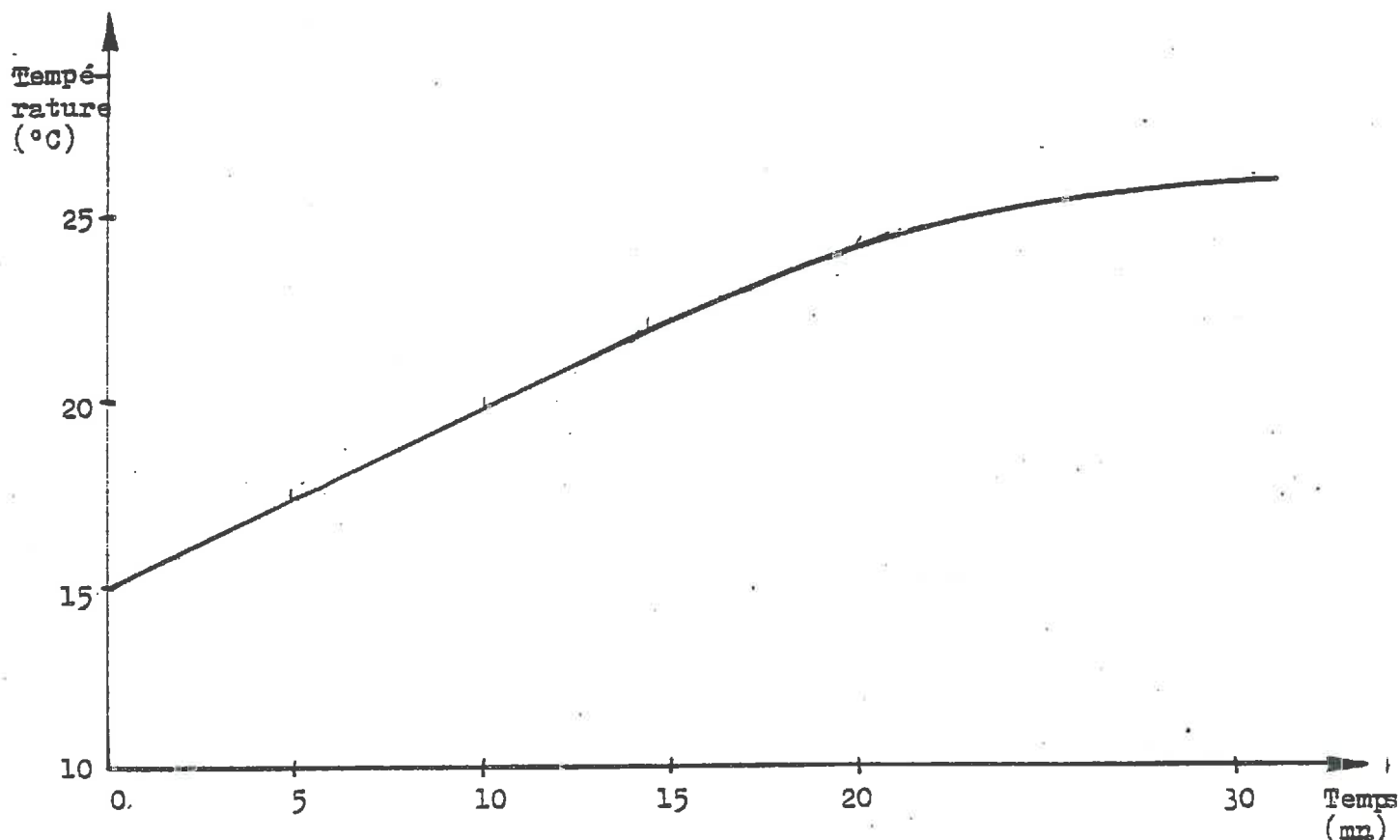


Figure 12 : Augmentation de la température en fonction du temps d'exposition aux ultrasons.

1.6.4. Comparaison avec les expériences précédentes

Une longue sonification entraîne une dispersion plus complète mais toujours inférieure à R car les conditions de sonification sont très peu agressives : 25 g de sol, 1/16, 45 W (figure 11)

Même pour 30 mn de traitement, ces conditions sont moins agressives que 25 g, 1/16 et 60 W pour 15 mn puisque les quantités de F(>50 μ) et F(20-50 μ) sont encore nettement différentes de R (figures 11 et 6).

La figure 11 ne présente pas d'anomalie due au colmatage. S'il existe, celui-ci ne modifie peu la récupération des différentes fractions du sol.

2 - Conclusions sur la dispersion et stabilité de la suspension

La dispersion ultrasonique du sol est meilleure :

- . pour une masse faible de sol : 5 g
- . pour une concentration élevée de la suspension : 1/4
- . pour une puissance élevée : 90 W
- . et quand le temps de sonification est long : 30 mn.

Ces résultats ne font que confirmer ceux de la bibliographie (Bonfils et Dupuis, 1969; Edward et Bremner, 1967a).

Pour des conditions expérimentales suffisamment fortes : 60 W ; 1/4 ; 5 g ; 15 mn, la dispersion ultrasonique peut devenir plus complète que la méthode R. Ceci est en accord avec la théorie d'Edward et Bremner (1967b).

La suspension dispersée apparaît stable juste après le traitement aux ultrasons. Cependant pour les conditions suivantes : 45 W, 1/16, 25 g, 30 mn, la suspension flocule partiellement au bout de deux jours (après 3 ou 4 lavages et siphonages des argiles) alors qu'elle est stable pour 5 mn de sonification dans les mêmes conditions.

Pour 5 mn de sonification, la dispersion n'est pas assez importante pour provoquer la libération de cations bivalents dans le milieu, contrairement à 30 mn de traitement qui provoque une augmentation de la concentration en bivalents entraînant une floculation des argiles.

Le sol étudié peut se classer dans les sols carbonatés pauvre en matière organique de l'annexe III. La floculation de la suspension confirme les résultats d'Emerson (1971) qui montrent qu'une teneur importante en matière organique stabilise une suspension de sol calcaire sonifiée.

IV - MODE DE DESAGREGATION

Pour les trois expériences précédentes permettant d'étudier l'influence de différents paramètres sur la dispersion ultrasonique du sol, on remarque que quand la dispersion augmente, l'allure des profils granulométriques obtenus se rapproche de R (figures 4, 6, 8, 11)

Or le profil R a été obtenu par la destruction de la majeure partie de la matière organique (des ciments organiques). Il représente donc l'état du sol sans les liaisons organiques principales entre les agrégats.

Si les profils obtenus par dispersion ultrasonique du sol se rapprochent de R, alors les ultrasons ont une action similaire à celle de l'eau oxygénée : ils détruisent les liaisons organiques entre les particules du squelette minéral du sol.

Ceci veut dire que dans le sol limono-argileux étudié, les principaux ciments sont de nature organique. Leur caractérisation simple a été effectuée par des dosages de carbone et d'azote (II-4-).

1.- La matière organique dans les différentes fractions granulométriques

1.1 Teneur en matière organique

Quel que soit le temps de sonification considéré, les fractions inférieures à 20μ sont les plus riches en matière organique :

- F($<20\mu$) de 24,2 à 28,5 % de C
- F($>50\mu$) autour de 10% de C
- F(20-50 μ) de 1,1 à 3,5 % de C

(Annexe XI et figure 13).

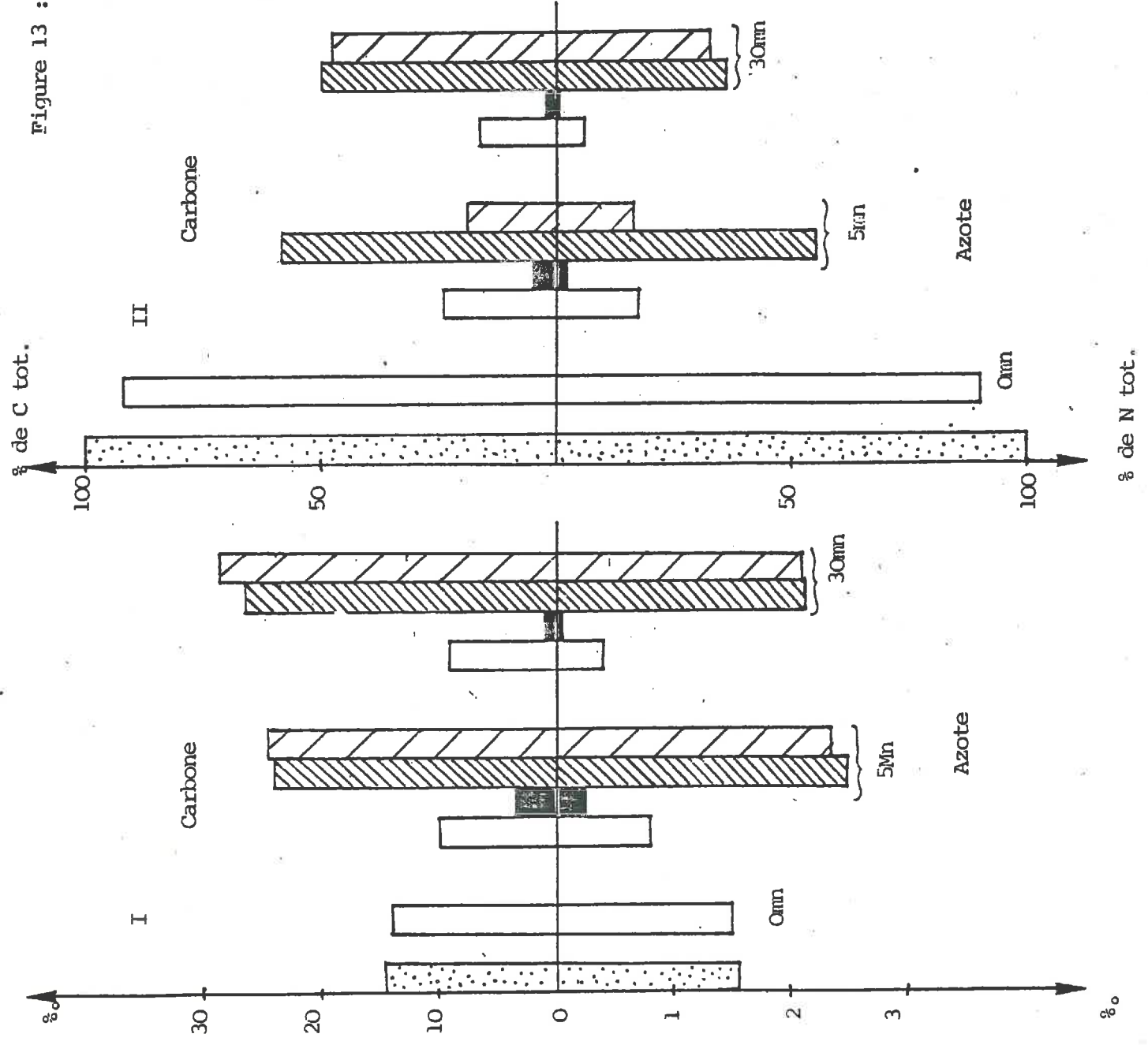
Une observation à la loupe binoculaire de ces fractions F(2-20 μ) et F($<2\mu$) montre la présence d'une grande quantité de microagrégats ocre-jaune quelquefois associés à de fines racines transparentes, et de nombreux grains de quartz, pour F(2-20 μ) seulement.

Cette richesse en matière organique des microragrégats ($<20\mu$) explique leur stabilité plus importante que les agrégats $>50\mu$.

En ce qui concerne les sables, ceux-ci sont toujours plus riches en matière organique que les limons grossiers. Ils contiennent plus de débris végétaux partiellement humifiés. Ceci est en effet confirmé par l'observation de ces fractions à la loupe binoculaire.

Figure 13 : I - teneur en C et azote des fractions pour 5 et 30 mm de dispersion (g de C et N pour 1000g de fraction)

II - Proportion du C et N de chaque fraction par rapport au C total du sol et N total (Bilan de C et N)



1.2 Evolution des teneurs en matières organiques en fonction du temps de traitement (Annexe XI et figure 13-I)

Pour 30 mn de sonification, les fractions $< 20\mu$, sont plus riches en matière organique que les mêmes fractions obtenues après 5 mn de dispersion. De 5 à 30 mn de dispersion :

- F($2-20\mu$) passe de 24,2 % à 26,4 % C
- F($<2\mu$) passe de 24,5 à 28,5 % C

Elles s'enrichissent donc en microagrégats riches en C organique provenant essentiellement de F($20-50\mu$) dont la teneur en C passe de 3,5 à 1,1 %.

La teneur en C organique de F($>50\mu$) diminue 0 à 5 mn de traitement de 3,8 unités de même que la teneur en azote qui diminue de 0,7 unité. Ceci correspond à la phase de désagrégation : les microagrégats libérés sont riches en matière organique humifiée et passent dans les fractions inférieures à 20μ .

Entre 5 et 30 mn de sonification, la teneur en carbone des sables est pratiquement constante (de 10,1 à 9,2 % : perte de 9%) alors que la teneur en azote diminue beaucoup (de 0,8 à 0,4 % : perte de 50 %). Ceci peut être dû à une solubilisation de l'azote organique. Une analyse chimique de la phase liquide de la suspension serait nécessaire pour vérifier cette hypothèse.

1.3 Rapport C/N (Annexe XI, figure 13 III)

Le C/N des fractions F($2-20\mu$) et F($<2\mu$) varie peu avec le temps de dispersion (de 10 à 13). Ce sont donc des fractions homogènes. Les microagrégats libérés au début (5mn) et à la fin de la dispersion (30 mn) sont peu différents en ce qui concerne la matière organique.

En revanche le C/N de F($>50\mu$) et F(20 à 50μ) croit de 10 unités. entre 5 et 30 mn de dispersion.

Au bout de 30 mn de dispersion, la majorité de la matière organique est constituée de débris végétaux (C/N = 22-23) alors que pour 5 mn de traitement, le C/N des fractions $> 20\mu$, voisin de celui du sol (12,4 ; 14,6) indique la présence de matière organique humifiée appartenant à des agrégats pas encore dispersés.

Les fractions ($<20\mu$) fines, caractérisées par un C/N faible, proche de celui du sol entier, sont constituées surtout de matières organiques humifiées liées aux particules minérales du sol (Bruckert, 1979).

1.4 Bilan de C et N (Annexe XII, figure 13 II)

La somme des quantités de C organique contenues dans les différentes fractions donne une valeur supérieure à 100 %. Ceci peut être dû au fait que toute la matière organique du sol entier n'est pas oxydée par le

bichromate de potassium (méthode Anne). Ainsi, lors de la dispersion de ce sol, la matière organique peu accessible devient plus facilement oxydable. Le bilan effectué pour 30 mn (117 %) supérieur à celui de 5 mn (106 %), confirme cette hypothèse : plus la dispersion est complète plus la matière organique est exposée à l'oxydation du bichromate de K^+ .

En ce qui concerne le bilan azoté, celui-ci est d'autant plus négatif que la dispersion est plus grande :

- 90,4 % pour 5 mn de dispersion
- 75 % pour 30 mn de dispersion.

Ceci vient sans doute d'une dissolution des composés azotés dans l'eau.

Malgré cela, la figure 13-II montre que pour 5 mn de dispersion, la majeure partie de la matière organique du sol se trouve dans les limons fins.

Pour 30 mn de sonification, les fractions $F(2-20\mu)$ et $F(<2\mu)$ contiennent presque toute la matière organique du sol ; la $F(<2\mu)$ s'étant enrichi en matière organique par la dispersion des fractions $F(>50\mu)$ $F(20-50\mu)$ et $F(2-20\mu)$.

2 - Eléments d'étude du mécanisme de dispersion.

L'évolution de la proportion du carbone organique des fractions granulométriques par rapport au carbone organique total permet de suivre la destruction des agrégats (figure 13 - II) et confirme les résultats obtenus lors des expériences précédentes :

- Très rapidement, la majeure partie des agrégats supérieurs à 50μ libèrent des microagrégats ($2-20\mu$) riches en matière organique humifiée, et des agrégats $20-50\mu$ en quantité moins importante,
- puis la fraction argileuse augmente grâce aux apports d'éléments fins issus des trois fractions de taille supérieure (figure 10-11)

La dispersion du sol ne provoque donc pas de passage progressif des agrégats d'une fraction granulométrique dans l'autre. La structure des agrégats n'est pas homogène : il existe des liaisons fortes et des liaisons faibles entre les particules du sol.

3 - Informations sur la structure des agrégats

En ce qui concerne la structure des agrégats supérieurs à 50μ du sol limono-argileux étudié, la dispersion ultrasonique du sol a permis l'obtention des renseignements suivants :

- les agrégats $> 50 \mu$ du sol non traités sont stables dans l'eau
- Ils sont constitués de nombreux microagrégats $2-20 \mu$ qui sont liés entre eux et aux particules $20-50 \mu$ par des liaisons organiques facilement rompues par les ultrasons
- La F($20-50 \mu$) est essentiellement constituée de particules élémentaires puisque sa teneur en C organique est très faible (figure 13 - I et II) même pour une dispersion incomplète (5 mn). Ce C organique correspond surtout à de la matière organique libre (figure 13 -III)

Ces particules sont libérées moins vite que les microagrégats $2-20 \mu$. La quantité importante de microagrégats $2-20 \mu$ peut constituer un écran protecteur pour les particules $20-50 \mu$. On peut aussi supposer que celles-ci occupent une position plus interne dans les agrégats que les microagrégats $2-20 \mu$.

Dans les deux cas, les ultrasons doivent rompre les liaisons entre les microagrégats $2-20 \mu$ avant d'atteindre les particules 20 à 50μ et les libérer dans le milieu.

- les microagrégats $2-20 \mu$ commencent à se disperser après leur libération. Ils sont constitués de particules argileuses et de matière organique humifiée. Ces particules argileuses ou microagrégats $< 2 \mu$ sont reliés entre eux par des liaisons relativement fortes.

La résistance des microagrégats $2-20 \mu$ contre l'action des ultrasons vient de leur richesse en matière organique humifiée.

- la quantité de F($> 50 \mu$) diminue rapidement puis plus lentement en passant des conditions les moins agressives (45W, 1/16, 25 g, 5 mn) jusqu'aux plus agressives (60W, 1/4, 5g, 15mn) où elle semble atteindre un palier (16,7%).

Il semble donc qu'elle contient des agrégats en plus des particules élémentaires sableuses. La phase rapide de dispersion correspond à un éclatement des agrégats alors que la phase lente indique un décapage progressif des particules sableuses de la zone la plus interne des agrégats. On suppose donc que lorsqu'on atteint le palier, les particules élémentaires sableuses sont totalement isolées. Il faudrait cependant vérifier l'existence de ce palier en utilisant des conditions plus agressives que : 60W, 1/4, 5 g, 15 mn afin de savoir si une dispersion complète des agrégats a été obtenue ou non. Un autre moyen de vérification serait d'éliminer la matière organique libre et de doser le C organique qui peut encore exister dans F ($> 50 \mu$).

Tous ces renseignements se déduisent des courbes de dispersion du sol en fonction du temps (fig 10) et de l'analyse du carbone et de l'azote des fractions granulométriques obtenues. Dans les conditions utilisées ici pour cette étude cinétique, on n'observe pas la dispersion complète du sol.

Il semble donc intéressant de traiter ainsi différents type de sols et de comparer leur cinétique de dispersion afin de comparer les différents types de désagrégation. Cette comparaison peut donner de nouvelles informations sur l'agrégation et la structure des agrégats.

Pour des conditions de sonification données, on peut donc attribuer un ensemble de courbes cinétiques, montrant l'évolution des différentes fractions granulométriques en fonction du temps de sonification, à chaque type de sol, chaque type d'agrégation.

Les différentes indications contenues dans ce type de courbes sont les suivantes :

- analyse granulométrique
- stabilité à l'eau
- vitesse de désagrégation et de libération des fractions granulométriques
- nature des ciments dans les agrégats et des liaisons entre les agrégats grâce aux analyses de C et N.

V - CONCLUSION

Cette étude a permis de confirmer les résultats de la bibliographie qui montrent que la meilleure dispersion du sol par les ultrasons est obtenue avec une faible quantité de sol et un rapport sol/eau, une puissance et un temps de sonification importants.

Elle a, de plus, fourni des renseignements sur la structure des agrégats du sol. ~~L'étude cinétique de la dispersion du sol.~~ L'étude cinétique de la dispersion du sol, complétée par l'analyse de la matière organique peut être utilisée pour caractériser la structure et la stabilité des agrégats de ce sol.

En effet, l'analyse quantitative (C et N total) de la matière organique dans les différentes fractions granulométriques conduit à une première explication simple de la stabilité particulière des agrégats 2-20 μ : Ces derniers correspondent à des agrégats riches en matière organique caractérisée par un C/N faible.

Une analyse qualitative de la matière organique (extraction alcaline, hydrolyse acide, spectroscopie infra rouge) serait cependant nécessaire pour une meilleure connaissance de l'intensité des liaisons matière organique-constituants minéraux; intensité liée sans doute à la nature de la matière organique mise en jeu dans ces liaisons.

En isolant par les ultrasons, des agrégats de stabilité déterminé, nous pourrions obtenir des fractions de ~~matière organique~~ correspondants à une réalité physico-chimique déterminée.

Nous disposons là d'une méthode simple de comparaison des différents sols entre eux.

BIBLIOGRAPHIE

- Andreux (1979) - Pédologie II - Bonneau et Souchier
- Andreux F. et al (1980) - Sur une méthode de fractionnement physique et chimique des agrégats des sols : origines possibles de la matière organique des fractions obtenues - C.R. Acad. Scie. Paris 291, p. 381-384
- Ange (A), Burdin (S) et Fortier (M) (1977) - Fragmentation d'un sol ferrallitique à caractère andique par les ultrasons et l'eau oxygénée. Agronomie Tropicale XXXII, 4, p. 352-359.
- Bonfils P. et Dupuis M. (1969) - Etude de la dispersion des colloïdes du sol à l'aide de vibrations ultrasoniques - Bull. A.F.E.S. n° 1 p. 13
- Bourget S.J. (1968) - Ultrasonic vibration for particle-size analyses - Conad J. soil. Sci Vol 48 p. 372-373
- Brown B. et Goodman J.E. (1971) - Ultrasons de haute intensité
- Bruckert S. et al 1978 - Fractionnement des agrégats appliqué à l'analyse des complexes organo-minéraux des sols. Note technique CPB n° 22 (Nancy)
- Calvet et Chassin (1973) - Complexes organiques des argiles : mécanismes de formation, méthodes d'étude et applications. Bull. groupe franc-argiles t XXI, p. 87-113.
- Chabouis C. (1982) - Etude de l'évolution des matières organiques supérieures à 50 μ dans différentes situations culturales A.D.E.P.R.I.N.A.
- Cier A. , Nofre C. et Welin L. (1961) - Action des ultrasons sur les acides aminés en solution aqueuse; Bull. Soc. Chim. Biol. 43 n° 11, p. 1229-1236.
- Courant Ph. (1981) - Etude expérimentale de l'évolution de la matière organique dans deux situations culturales - Mémoire de fin d'études. ENSA Rennes.
- Edwards A. et Bremner J.M. (1967)
 - a) dispersion of soil particles by sonic vibration. J of Soil Sci vol 18 n° 1, p. 47-64
 - b) Microagrégates in soils. J. of soil Sci vol 18 n° 1, p. 64 à 73
- Emerson (1971) - Détermination of the content of clay size-particles in soils. J. of soil Sci (22) 50-59.

- Ford G.W., Greenland D.J. and Oades J.M. (1969) - Séparation de la fraction légère des sols par dispersion ultrasonique dans des hydrocarbures halogénés contenant un tensio-actif J. of soil Sci, vol 20 n° 2
- Gatâ Gh. (1964) - L'effet des champs ultrasoniques sur les suspensions de minéraux argileux - Trans VIIIe Cong. Int. Sci Sol, Bucarest, Roumanie Vol. 3 p. 1165-1174
- Genrich D.A. et Bremner J.M. (1972) - A reevaluation of the ultrasonic vibration method of dispersing soils . Soil Sci Soc. Amer. Proc. Vol 36, p. 944-947
 - Effect of probe condition on ultrasonic dispersion of soils probe type ultrasonic vibrators. Soil Sci Soc. of Amer. Proc. 36 n° 6 p. 975-976 .
- Greenland D.J. (1965) - Interactions between clays and organic compounds in soils - Part I : Mechanisms of interaction between clays and defined organic compounds. Soil. Fert. (28) 415-425
- Greenland D.J. and Ford G.W. (1964) - Séparation of partially humified organic materials from soils by ultrasonic dispersion . 8th Congress of Soil Sci, Bucharest, Roumanie, p. 137-148.
- Greenland (1971) - Interactions between humic and fulvic acids and clays. Soil Sci. Vol 111 n° 1, p. 34-41
- Hamblin and Greenland D.J. (1977) - Effect of organic constituents and complexed metal - ions on aggregate stability of some East Anglian Soils - J. of soil Sci vol 38 n° 3, p. 410-417
- Healy W.B. and Claridge C.G.C. (1974) - Chemical properties of soil particle-size fractions separated by ultrasonic dispersion New Zealand J. of Sci. vol 17 n° 4, p. 493-501
- Hinds A.A. and Lowe L.E. (1980)
 - dispersing and dissolution effects during ultrasonic dispersion of gleysolic soils in water and in electrolytes Can J. Soil Sci 60 p. 329-335.
 - The use of an ultrasonic probe in soil dispersion and in the bulk isolation of organo-mineral complexes Can. J. of Soil Sci 60 p. 389-392
- Kanno et Arimura (1967) - Dispersion of humic allophane soils with supersonic vibration soil Sci and Pl.Nuta. vol 13 n° 6, p. 165-170
- Kobo K. et Oba Y. (1965) - Dispersion of clay fraction of volcanic ash soils by sonic treatment. Soil Sci pl. Nuta. vol 11 n° 6, p. 41-42
- Kononova (1966) - Soil organic matter p. 281 Pergamon Press 2è ed.
- Langley A. et al (1970) - Chemistry of ultrasound : I - A reconsideration of first particles and the applications to a dialkyl sulfide J. of the Am. Chem. Soc. 92 n° 21 p. 6112-6117

- Mc Gill W.B., Shields J.A. and Paul E.A. (1975) - Relation between carbon and nitrogen turnover in soil organic fractions of microbial origin - Soil Biol. Biochem. vol 7 p. 57-63
- Monnier et al (1962) - Ann. Agro. 13 (1) p. 55
- North P.F. (1979) - Assessment of the ultrasonic method of determining soil structural stability in relation to soil management properties. J. of Soil Sci 30 p.463-472
- Pritchard D.T. (1974) - A method for soil particle analysis using ultrasonic disaggregation. J. of Soil Sci Vol 25 n° 1 p. 34-40
- Russel (1971) - Soil structure : its maintenance and improvements. J. of Soil Sci 22 (3) 137-151
- Saly R. (1967) - Use of ultrasonic vibration for dispersing soil samples J. Soil Sci vol 11 p. 1547-1559
- Shaymukhametov M. Sh (1968) - Experimental use of ultrasounds to study mechanism of fraction of organic matter in the Soil. Sov. Soil vol 5 p. 346-353
- Stevenson (1958) - The effect of sonic vibration on the bacterial plate count of soil pl. Soil (10) 1-8.
- Tisdall et Oades (1982) - Organic matter and water-stable aggregates in soils. J. of Soil Sci 33, 141-163.
- Vladimirov (1968) - Study of the effects of V.Ve acoustic vibrations on the physico-chemical properties of a soil suspension. Sov. Soil Sci (5) p. 654-659.
- Watson J.R. (1971) - Ultrasonic vibration as a method of soil dispersion. Soils and Fert. Vol 34 p. 127-134.
- Watson J.R. and Parsons J.W. (1974) - Etudes des fractions organo-minérales : I. Isolement par dispersion ultrasonique. II. Extraction et caractérisation des composés organiques azotés. J. of Soil Sci vol25 n° 1.
- ~~William et al (1975)~~
- Zvyagintsev (1968) - Ultrasonic preparation of soils for the courting of microorganisms. Sov. Soil Sci (7-12) 1840-3.

ANNEXE I

Etant donné l'importance des conditions expérimentales sur la valeur des résultats, celles-ci seront précisées aussi souvent qu'il est nécessaire dans le texte afin de toujours mettre en rapport résultats et conditions expérimentales.

Elles seront indiquées dans l'ordre suivant :

(fréquence, kHz ; puissance, W ; rapport sol/eau ; masse de sol, g ; temps de sonification, mn ; type d'appareil).

Remarque : L'unité de puissance varie selon les auteurs: W ou W/cm^2 .
Les W/cm^2 semblent n'être utilisés que par ceux qui emploient des appareils à cuve (type 1). Les cm^2 correspondraient donc à la section de la cuve.

ANNEXE II

Tableau n° 1 : Variation de la capacité d'échange cationique (C.E.C.) des minéraux débasifiés
Mise en évidence de l'effet d'émiettement (meq/100 g de minéral).

Durée US (mm) / Minéral						
	0	4	10	15	30	30
montmorillonite	115,4	116,7	126,6	130,4	138,2	131,1
kaolinite	7,8	8,3	11,2	13,5	17,2	24,8
openillite	67,8	68,3	78,9	88,2	90,4	87,6

Cas de la montmorillonite et de l'openillite :

- de 0,20 mm U.S., il y a une exfoliation des paquets de cristaux et la capacité d'échange augmente
- au-delà de 20 mm, les cristaux se fragmentent et les constituants du réseau : Si, K, Mg sont libérés. La capacité d'échange diminue.

Pour la kaolinite, quand le temps de sonification augmente, la C.E.C. ainsi que la quantité de Si, K, Mg libérée augmente toujours de façon linéaire

Tableau 2 : Quantité de SiO₂ (pour 100 g de minéral), Mg et K libérés (pour 100 g de K et Mg du réseau)

Durée US (mm) / minéral	SiO ₂ %			K %	Mg %
	0	10	30	30	30
kaolinite H	1,8	2	6		
Montmorillonite H	2,2	4,8	16		43
" Ca	2,2	4,5	11		35
Openillite H	1,6	1,7	4,8	50	22
" Ca				37	18

Annexe III : Tableau récapitulatif des sols étudiés et des conditions expérimentales employées, par différents auteurs.

Types de Sols	Sols carbonatés	Sols argileux	Sols riches en argiles et M.O.	Sols riches en limons et M.O.	Sols sableux	Sols de texture moyenne	Sols acides	Sols riches en hydroxide de Fe et Al
Caractéristiques des Sols	pH ≈ 8 CO ₃ : 8-33% A: 23-60% C: 0,14-7,7%	pH: 5,2 à 7,9 CO ₃ CaO à 2,8% A: 4,2 à 7,5% C.E: 19 à 50 meq/100g C: 0,17-6%	pH: 5,5 à 7 CaCO ₃ < 0,5% A: 26 à 42,5% C: 5,5-9%	A: 16-32% C.E: 20-47,6 meq/100g C: 6,6-12,7%	pH: 5,9-6,7 A: 5,6-23,1% C.E: 2,5-5,3 meq/100g C: 0,64-1,74%	pH: 6,1-6,8 A: 16,2-29,8% C.E: 17-34 meq/100g C: 0-3,4%	pH: 3,6-4,9 A: 7,5-43,7% C: 0,45-4%	pH: 4,4-7 A: 11-65% C: 0,3-4%
Edward et Bremner (1967)	20kH ₃ ; 10g 60W; 1/2,5 30mn US; ②	X	X	X	30mn	30mn		
Saly (1967)	20kH ₃ ; 10-20g 3,75W/cm ² ; ① 1/5-1/10; 4mn							
Genrich et Bremner (1972)	20kH ₃ ; 10g 120W; 1/2,5 15mn; ②	X	X	X	X	X	X	X
Watson et Parsons (1974)	20kH ₃ ; 50g 600W; 1/5 5mn ②							
Bonfils et Dupuis (1969)	33kH ₃ ; 10g 55W; 1/5 15-20m; ① eau + NH ₄ OH	X	X	X	X	X		HCl.
Emerson (1971)	20kH ₃ ; 10g 60W; 1/2,5 20mn; ②	X	X	X				
Healy et Claridge (1974)		20kH ₃ ; 25g 75W; 1/10 5-15mn	X	X				
Hinds et Lowe (1980)		20kH ₃ ; 25g 240W; 1/5 20mn ②	X	X				
Vladimir (1968)	18,2kH ₃ (ou) 250W							
Ange et al. (1977)								20kH ₃ ; 5g 20W; 1/10 ②
Kanno et Animura (1967)								10-20kH ₃ ; 5g 100-150W; 1/5 eau + HCl / NH ₄ OH 1 Calgon 10-60mn.
Koba et Oba (1965)								10kH ₃ ; 10 300W; 1/5 20mn; HCl + Calgon
Bourget (1968)		25kH ₃ ; 20g 3,4amp; 1/5 60mn. ①						

Annexe IV : Comparaison de la dispersion ultrasonique et des méthodes chimiques par l'intermédiaire des fractions argileuses.

Types de Sols	Sols carbonatés	Sols argileux	Sols riches en argiles et M.O	Sols riches en limons et M.O	Sols sableux	Sols de texture moyenne	Sols acides	Sols riches en hydroxydes de Fe et Al.
Carac- téristique des sols	pH ≈ 8 CaCO ₃ : 8-33% A: 23-60% C: 0,14-7,7%	pH: 5,2-7,9 CaCO ₃ : 0 à 1% A: 42-75% C-E: 19-50 meq/100g C: 0,7-6%	pH: 5,5-7 CaCO ₃ < 0,5% A: 26-43% C: 5,5-9%	A: 16-32% C-E: 20-43 meq/100g C: 7-13%	pH: 5,9-6,7 A: 6-28% C-E: 2,5-5,3 meq/100g C: 0,6-1,7%	pH: 6,1-6,8 A: 16,2-29,3% C-E: 17-36 meq/100g C: 0-3,4%	pH: 3,6-4,9 A: 7,5-48% C: 0,4-4%	pH: 4,4-7 A: 11-65% C: 0,3-6%
Edward et Bremner (1967)	U.S(eau) > P.C		G _{h2} (C.E=59) U.S(eau) > P.C.		U.S(eau) > P.C	U.S(eau) ≈ P.C.		
Saly (1967)	pH = 8,4 U.S(eau) < Perm. (100°C)						podzol. U.S(eau) > P. (100°C)	U.S(eau) > P. (100°C)
Gonrich et Bremner (1972)	mollisol U.S(eau) > P.P. [F]	mollisol U.S(eau) > P.P. [S]	mollisol U.S(eau) > P.P. [S]	U.S(eau) > P.P. [S]			U.S(eau) > P.P. [S]	
Watson et Parsons (1974)	7,7% C et 59,7% A U.S(eau) < P.C.							
Bonfils et Dupuis (1969)	U.S(H ₂ O+NH ₄ OH) > n	U.S(H ₂ O+NH ₄ OH) < n			U.S(H ₂ O+NH ₄ OH) > n	U.S(H ₂ O+NH ₄ OH) ≈ n		HCl + U.S(H ₂ O+ NH ₄ OH) > n
Emerson (1971)								
Healy et Claridge (1976)		U.S(H ₂ O) < P.C		U.S(H ₂ O) < P.C				
Hinds et Lowe (1980)		gleys U.S(eau) < P.C	gleys. U.S(eau) < P.C			gleys. U.S(eau) < P.C		
Vladimi- rov (1968)								
Ange et Al. (1977)								U.S(eau) > P.A.
Kanno et Arimura (1967)								U.S(HCl ou NaOH) > Agitation (HCl ou NaOH)
Kobo et Oba (1965)								U.S > autres méthodes
Bourget (1968)		U.S(eau) < P.C [F]						

Annexe V : Abréviations des tableaux récapitulatifs n° III et IV

A : pourcentage d'argile

C.E.C : capacité d'échange cationique

C : pourcentage de carbone organique

MO : matière organique

U.S. : ultrasonification

U.S. (NH₄OH) : sonification en milieu ammoniacal

n : dispersion à l'examétaphosphate de sodium et agitation mécanique pendant 2 h

PC : méthode de dispersion : peroxyde-calgon

PP : peroxyde-polyphosphate de sodium

PA : peroxyde-ammoniacal

hexam. (h) : hexamétaphosphate de sodium

F floculation

S Stable : pas de floculation

> : "... libère un pourcentage d'argile supérieur à la méthode de référence..."

< : "pourcentage d'argile inférieur"

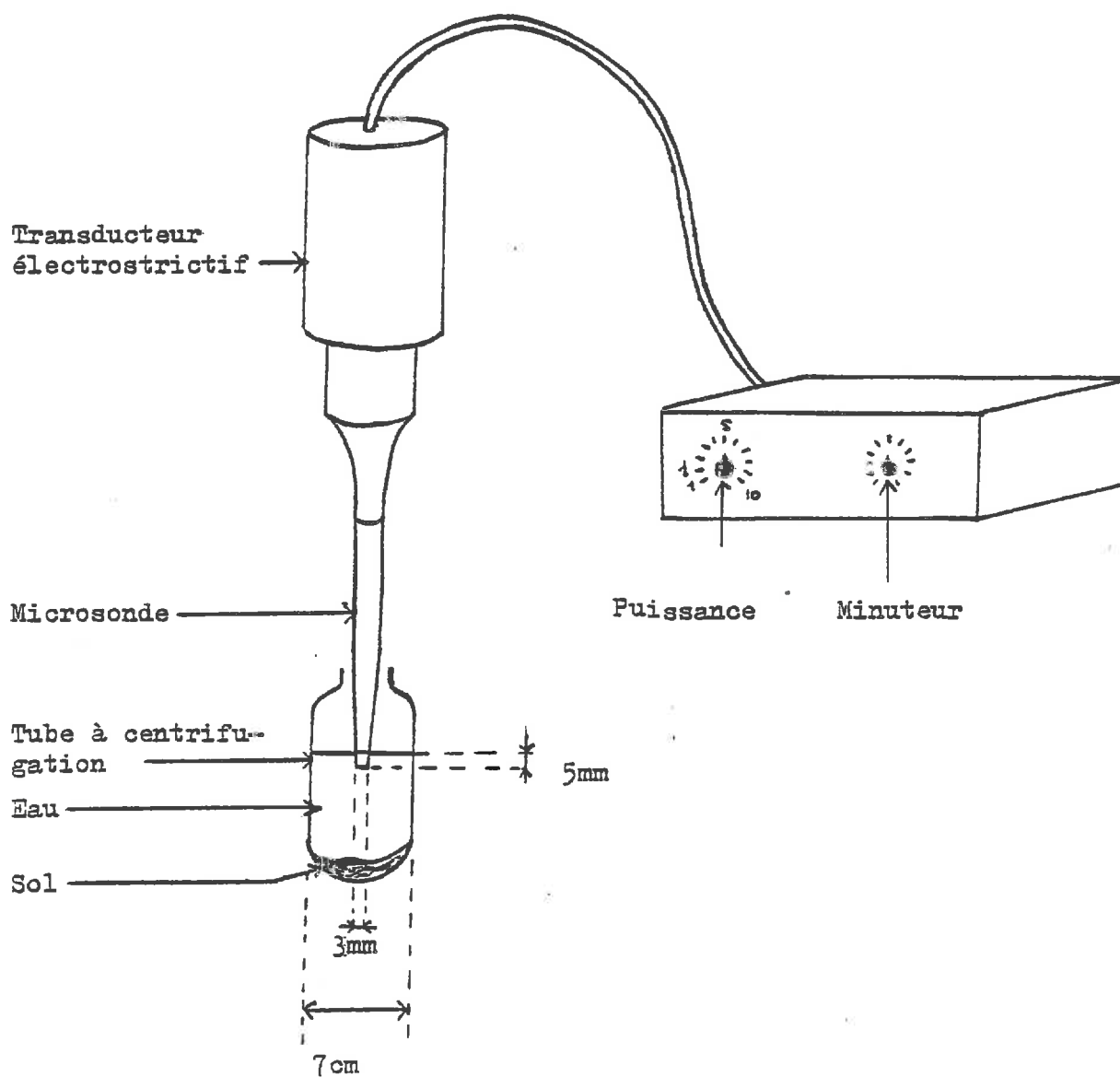
Conditions expérimentales (tableau III)

fréquence (kHz) ; quantité de sol (g) Puissance U.S. (W ou W/cm^2); rapport $\frac{\text{sol}}{\text{eau}}$ durée U.S. (mn) ; type d'appareil milieu de dispersion (eau distillée ou autres)
--



l'auteur correspondant a travaillé sur le type de sol correspondant avec des conditions déjà précisées

Annexe VI : Schéma de fonctionnement



Annexe VII : Variation de l'analyse granulométrique du sol en fonction du poids d'échantillon pour trois rapports $\frac{\text{sol}}{\text{eau}}$ (en g pour 100 g de sol)

Conditions : 20 kHz, 60 W, 15 mm

Rapport $\frac{\text{sol}}{\text{eau}}$: $\frac{1}{4}$

Frac-tions Pds Ech (g)	> 50 μ		20-50 μ		2-20 μ		< 2 μ	
	moyenne	σ	moyenne	σ	moyenne	σ	moyenne	σ
25	27,2	1,1	21	0,8	25,5	0,3	26,3	0,3
12,5	19,8	1,2	25,1	1,5	27,5	0,8	27,7	1,4
5	16,7	0,8	29,1	1,4	23,8	0,7	30,1	1,2
R	21,1	1	25,8	1,2	23	0,4	27,1	1,2

Rapport $\frac{\text{sol}}{\text{eau}}$: $\frac{1}{8}$

Frac-tions pds Ech. (g)	> 50 μ		20-50 μ		2-20 μ		< 2 μ	
	Moyenne	σ	Moyenne	σ	Moyenne	σ	Moyenne	σ
25	24,7	1,7	24,2	0,7	28,2	0,8	22,4	0,2
12,5	21,1	1,9	27,4	1,9	27,1	1,3	24,4	1,5
5	17,9	0,2	30	0,9	25,3	0,7	26,9	0,3
R	21,5	1	25,8	1,2	23	0,4	27,1	1,2

Annexe VII bis

Rapport $\frac{\text{sol}}{\text{eau}}$: $\frac{1}{20}$

Frac- tions pds Ech (g)	> 50 μ		20-50 μ		2-20 μ		< 2 μ	
	moyenne	σ	moyenne	σ	moyenne	σ	moyenne	σ
25	20,8	1,4	27,5	1,6	33,5	0,7	18,2	0,4
12,5	20,6	1,6	27,5	1,4	31,8	0,3	20,2	0,4
5	17,8	0,7	31,5	1,6	25,4	1	25,3	0,5
R	21,5	1	25,8	1,2	23	0,4	27,1	1,2

Annexe VIII : Variation de l'analyse granulométrique du sol en fonction du rapport $\frac{\text{sol}}{\text{eau}}$ et pour trois poids d'échantillon (en g pour 100 g de sol)

Conditions : 20kHz, 60 W , 15 mm

Echantillon 5 g

Frac- tions $\frac{\text{sol}}{\text{eau}}$	> 50 μ		20-50 μ		2-20 μ		< 2 μ	
	moyenne	σ	moyenne	σ	moyenne	σ	moyenne	σ
$\frac{1}{20}$	17,8	0,7	31,5	1,6	25,4	1	25,3	0,5
$\frac{1}{8}$	17,9	0,2	30	0,9	25,3	0,7	26,9	0,3
$\frac{1}{4}$	16,7	0,8	29,1	1,4	23,8	0,7	30,1	1,2
R	21,5	1	25,8	1,2	23	0,4	27,1	1,2

Echantillon : 12,5 g

Frac- tions $\frac{\text{sol}}{\text{eau}}$	> 50 μ		20-50 μ		2-20 μ		< 2 μ	
	moyenne	σ	moyenne	σ	moyenne	σ	moyenne	σ
$\frac{1}{20}$	20,6	1,6	27,5	1,4	31,8	0,3	20,2	0,4
$\frac{1}{8}$	21,1	1,9	27,4	1,9	27,1	1,3	24,4	1,5
$\frac{1}{4}$	19,8	1,2	25,1	1,5	27,5	0,8	27,7	1,2
R	21,5	1	25,8	1,2	23	0,4	27,1	1,2

Annexe VIII bis

Echantillon : 25 g

Fractions sol eau	> 50 μ		20-50 μ		2-20 μ		< 2 μ	
	moyenne	σ	moyenne	σ	moyenne	σ	moyenne	σ
$\frac{1}{16}$	20,8	1,4	27,5	1,6	33,5	0,7	18,2	0,4
$\frac{1}{8}$	24,7	1,7	24,2	0,7	28,2	0,8	22,4	0,2
$\frac{1}{4}$	27,2	1,1	21	0,8	25,5	0,3	26,3	0,3
R	21,5	1	25,8	1,2	23	0,4	27,1	1,2

Annexe IX : Variation des fractions granulométriques du sol en fonction de la puissance ultrasonique appliquée (en g pour 100 g de sol)

Conditions : 20 kHz , 25 g, $\frac{1}{8}$, 15 mn

Fractions (w) puissance	> 50 μ		20-50 μ		2-20 μ		< 2 μ	
	moyenne	σ	moyenne	σ	moyenne	σ	moyenne	σ
45	21,1	0,4	26,4	0,9	31,2	0,5	20,6	0,9
60	25,1	1,7	24,2	0,7	28,2	0,8	22,4	0,2
75	23,6	3	23,1	2	28,7	0,9	24,6	0,1
90	21,2	1,5	25,7	1,5	28,1	1,1	24,9	1
agitation eau 15mn	66,2	4	13,6	3	17,2	0,3	3	0,3
R	21,5	1	25,8	1,2	23	0,4	27,1	1,2

Annexe X : Evolution des fractions granulométriques en fonction du temps de dispersion ultrasonique (en g pour 100 g de sol)

US durée (mn)	> 50 μ		20-50 μ		2-20 μ		< 2 μ	
	moyenne	σ	moyenne	σ	moyenne	σ	moyenne	σ
0	95,0	0,3	2,0	0,5	2,5	0,7	0,5	0,1
5	35,9	3,8	19,3	1,3	34	1,6	10,8	1,1
10	28,3	3,3	21,7	2,4	33,7	1,1	16,3	1,1
15	25,8	3	23,2	1,7	31,2	1,2	19,7	0,8
20	26,8	3	21,7	2,5	29,4	1,1	22,1	0,9
30	24,6	1,2	23,4	0,9	27,6	0,9	24,3	0,6
R	21,5	1	25,8	1,2	23	0,4	27,1	1,2

Conditions de dispersion :

45W , 25g , $\frac{1}{8}$, 20 kHz.

Annexe XI : Teneur en carbone et en azote, et C/N du sol et de ses fractions granulométriques (en g pour 100 d'échantillon)

Carbone

Fracs tions U.S.	Sol entier	> 50 μ	20-50 μ	2-20 μ	< 2 μ
0 mn	14,3	13,9			
5 mn		10,1	3,5	24,2	24,5
30 mn		9,2	1,1	26,4	28,5

Azote

Fracs tions U.S.	Sol entier	> 50 μ	20-50 μ	2-20 μ	< 2 μ
0 mn	1,6	1,5			
5 mn		0,8	0,2	2,5	2,4
30 mn		0,4	0,05	2,1	2,1

C/N

Fracs tions U.S.	Sol entier	> 50 μ	20-50 μ	2-20 μ	< 2 μ
0 mn	9,1	9,3			
5 mn		12,4	14,6	9,7	10,4
30 mn		24,1	22,8	12,5	13,6

Conditions de dispersion :

45W , 25g ; $\frac{1}{8}$; 20kHz

Annexe XII : Répartition du carbone et de l'azote du sol dans les différentes fractions granulométriques (en % du C et N total)

Carbone

Frac- tions U.S.	Sol entier	> 50 μ	20-50 μ	2-20 μ	< 2 μ	
0 mn	100	87,0				
5 mn		25,4	4,7	57,5	18,5	TOTAL 106,1
30 mn		15,8	1,8	51	48,4	117

Azote

Frac- tions U.S.	Sol entier	> 50 μ	20-50 μ	2-20 μ	< 2 μ	
0 mn	100	89				
5 mn		18,2	2,9	53,1	16,2	TOTAL 90,4
30 mn		6,2	0,7	36,2	31,9	75

Conditions de dispersion:
45W , 25g ; $\frac{1}{8}$; 20 kHz