

Détermination de la granulométrie de la terre fine

Version 3.1 (2020)

Code	KOF		Secteurs d'utilisation possibles
Secteur d'utilisation	Conseil de fumure	Grandes cultures et herbage	x
		Légumes (en pleine terre et sous serre)	x
		Viticulture, Arboriculture, Culture de baies, Plantes aromatiques et médicinales	x
	Caractérisation du site		x
	Appréciation des polluants		
	Engrais de recyclage	Compost	
		Digestat solide	
		Digestat liquide	
		Boue d'épuration	
	Engrais de ferme	Fumier	
		Lisier	
Engrais minéraux			
Charbon végétal			
Recherche			
Bases légales / Mise en application de prescriptions légales	Mesure de paramètres du sol pour le conseil de fumure selon le principe de la fertilisation des cultures agricoles en Suisse (PRIF).		
Critères de reconnaissance pour les laboratoires	Les limites de l'essai interlaboratoire PEP (WEPAL) doivent être respectées. Une liste des laboratoires conseillés pour les analyses de sol pour le conseil de fumure est publiée annuellement sur les sites internet d'Agroscope et de l'OFAG.		
Méthodes correspondantes	Prélèvement de l'échantillon	AF-PN	
	Préparation de l'échantillon	AF-PA	
	extraction	-	
	mesure	KOF	

Domaine de concentration / de mesure	
Résultat	Argile: en pour-cent de teneurs pondérales, par rapport à la terre fine; une décimale Silt: en pour-cent de teneurs pondérales, par rapport à la terre fine; une décimale Sable: en pour-cent de teneurs pondérales, par rapport à la terre fine; une décimale
Méthodes équivalentes	Méthode de convention qui se base sur la définition suisse de la grandeur des particules argile grandeur particule 2 µm silt grandeur particule 2 – 50 µm sable grandeur particule > 50 µm Le calcul sur toute la terre fine, humus inclus, n'est pas utilisé au niveau international. On se réfère normalement sur la partie minérale de la terre fine (voir méthode KOM).
Sécurité / environnement	Pas de précautions spéciales



Détermination de la granulométrie de la terre fine

1. Principe

Les fractions pondérales de la terre fine constituées d'argile et de silt sont déterminées selon un principe de sédimentation. La fraction pondérale de sable est calculée soit par différence à 100 %, soit par séparation sur une batterie de tamis.

Après destruction de l'humus et ajout d'un agent dispersant, on laisse la suspension sédimenter. A une profondeur p et après un temps t , la suspension ne contient plus que des particules minérales dont le diamètre apparent est inférieur à une certaine valeur. Une aliquote est alors prélevée, et la masse de solides qu'elle contient est déterminée.

Les résultats sont exprimés par rapport à la terre fine (somme des fractions argile, silt, sable et humus = 100 %).

2. Exécution

Appareils et ustensiles

- (A) Balance de précision (0.001 g)
- (B) Cylindre de sédimentation avec marque à 500 ml
- (C) Etuve de séchage 105 °C
- (D) Dispositif de chauffage (evtl. programmable)
- (E) Colonnes réfrigérantes rodées
- (F) Bain thermostatisé 25 °C
- (G) Bandelettes de papier-indicateur pH ou pH-mètre
- (H) Chronomètre
- (I) Pipette jaugée 25 ml, qui remplit les conditions mentionnées sous (J)
- (J) Pipetboy. Le pipetboy est réglé de manière que pendant 11 s exactement 25 ml de solution sont aspirés avec la pipette (I). La sous-pression à la fin du pipetage ne doit pas dépasser 70 mbar.
- (K) Capsules tarées
- (L) Dessiccateur
- (M) Tamis de mailles 0.05 mm
- (N) Divers récipients, ballons et cylindres gradués
- (O) Diverses pipettes
- (P) Filtres plissés (Munktell 132 , diam.=32 cm ou filtres équivalents)

Réactifs

- (1) Eau déminéralisée (H_2O , conductibilité $<5 \mu S/cm$)
- (2) Eau oxygénée (H_2O , 30 %, à conserver au frais et à l'abri de la lumière)
- (3) Solution d'hydroxyde de sodium (NaOH, $M=40.0 \text{ g/mol}$:
Dissoudre 100 g de NaOH dans 100 ml d'eau déminéralisée (1)
- (4) Solution d'acide chlorhydrique 3M (HCl, 37 %, $M=36.46 \text{ g/mol}$) :
Verser avec précaution 1 part de HCl dans 3 part d'eau (1) dans un jaugé de 100 ml (N)
- (5) Solution d'agent dispersant (Hexamétaphosphate de sodium 10%, $(NaPO_3)_6$):
Dissoudre lentement 100 g de $(NaPO_3)_6$ dans environ 500 ml H_2O (1), agiter à l'aide d'un bâtonnet magnétique. Ajouter 25 ml de NaOH (3), puis de l'eau, et mettre au trait dans un jaugé (N) de 1000 ml. Filtrer la solution dans un filtre plissé (P).

Mode opératoire

- Peser (A) 10.0 g de terre fine dans le cylindre (B), ajouter 150 ml d'eau (1) et 40 ml d'eau oxygénée (2). Laisser reposer pour une durée minimale de 12 heures en agitant quelquefois le cylindre. Si on observe une forte formation de mousse, on gicle avec un peu d'eau déminéralisée (1). Ajouter en fin env. 150 ml d'eau (1).

Remarques:

-La prise de terre à analyser doit être représentative. Il convient donc de bien brasser l'échantillon (par exemple avec un système mécanique), et de veiller à ne pas sélectionner certaines tailles de particules lors du prélèvement de la prise.

-Si l'on craint que l'échantillon de terre à analyser contienne encore trop d'eau (certaines terres argileuses, pourtant séchées à l'air, contiennent parfois plus de 10 % d'eau), il est conseillé de déterminer exactement sa teneur en eau par chauffage (C) d'une prise aliquote distincte à 105 °C (cf méthode de référence TS). Les calculs de teneurs seront corrigés pour tenir compte de la masse réelle de solide analysée.

- Le cylindre contenant la suspension de terre est ensuite branché à une colonne réfrigérante (E) et placé sur le dispositif de chauffage (D). Mettre en marche le chauffage et laisser bouillir pour une durée minimale de 1 heure. Si une forte formation de mousse est observée, on gicle la mousse avec un peu d'eau déminéralisée (1) à l'aide d'une pissette
Avec les sols riche en humus (plus de 10 % humus), l'oxydation du carbone organique n'est pas terminée après 1 heure de réaction. Un nouvel ajout d'eau oxygénée (2) suivi d'une période de chauffage de 1 heure sous reflux est nécessaire. Cas échéant l'ajout sera renouvelé jusqu'à l'oxydation complète du carbone organique.

Remarque sur la procédure:

Les durées de réaction sont à choisir de manière à permettre un déroulement optimisé des opérations dans le laboratoire (p. ex. phase de réaction à température ambiante ou phase de chauffage programmé durant la nuit).

- Pendant que la suspension est encore chaud (au moins 35 °C), ajouter 20 ml d'agent dispersant (5), bien agiter. S'assurer qu'aucune particule de terre n'adhère à la paroi de verre. Rincer le cylindre et ajouter de l'eau déminéralisée (1) jusqu'à une hauteur correspondant à environ 475 ml. Placer le cylindre dans un bain thermostaté à 25 °C (F) et laisser équilibrer durant quelques heures.

Remarque:

Les opérations effectuées en totalité dans un cylindre de verre rodé (B) peuvent aussi être exécutées dans un ballon (p. ex. récipient de verre pour la destruction de l'humus), puis dans un cylindre (de verre ou de plastique pour la phase de sédimentation).

- Vérifier le pH de la suspension (G). Le pH acceptable se situe entre 8.5 et 10.5. Corriger si nécessaire soigneusement avec HCl (4). Mettre ensuite le cylindre au trait de 500ml avec de l'eau déminéralisée (1).

- Détermination de la fraction "argile + silt":
Agiter énergiquement le cylindre contenant la suspension (air comprimé ou manuel) pendant 30 secondes. Le dépôt doit être mis complètement en suspension. Attendre quelques secondes, puis enclencher le chronomètre (H). Environ 10 secondes avant le temps de sédimentation prescrit, introduire délicatement la pipette (I) jusqu'à la profondeur choisie (cf. tableau 1). Au temps fixé, enclencher le dispositif préleveur (J) de sorte que la pipette se remplisse en 11 secondes exactement. Relever la pipette et déverser son contenu (25 ml) dans une capsule préalablement tarée (K). Mettre à sécher à l'étuve 105 °C (C). Après refroidissement au dessiccateur (L), le contenu de la capsule est pesé (A). Cette masse représente le poids de la fraction "argile + silt + résidu sec de l'agent dispersant".

Remarques :

-Pour éviter des projections de suspension dans l'étuve on peut, dans une opération préalable, évaporer l'eau des capsules sur un bain de sable (90-100 °C), puis les transférer dans l'étuve.

- La profondeur de prélèvement, la hauteur du cylindre de sédimentation et la durée de la sédimentation sont à déterminer de sorte que la pointe de la pipette soit située à plus de 10 cm du fond du cylindre, à une distance supérieure à 20 % de la hauteur totale de la suspension respectivement.
- Dans cette étape, il est particulièrement important de respecter rigoureusement le temps de sédimentation et la profondeur de prélèvement prescrits.

- Détermination de la fraction "argile" :
La procédure est analogue à celle de la détermination de la fraction "argile+silt". Seuls le temps et la profondeur sont adaptés (cf. tableau 1). Le contenu de la capsule représente le poids de la fraction "argile + résidu sec de l'agent dispersant".

fraction:	argile + silt			argile				
	profondeur:	10 cm	15 cm	20 cm	5 cm	10 cm	15 cm	20 cm
temps	0:00:40	0:00:59	0:01:19	3:26:17	6:52:34	10:18:51	13:45:08	

- Lorsque les déterminations se font en série, l'agitation puis le prélèvement sont à effectuer dans chaque cylindre avec un décalage constant (par ex. 60 secondes).
- Pour chaque nouvelle préparation de solution dispersante (5), on calcule le résidu sec, qui sera déduit des poids bruts des fractions précédemment récoltées. Pipeter 20 ml de solution dispersante (5) dans un cylindre jaugé de 500 ml, mettre au trait avec H₂O (1), bien brasser. Pipeter 5 fois une aliquote de cette solution (p. ex 25 ml) et transférer dans 5 capsules tarées (K). Mettre à sécher sur bain de sable, puis à l'étuve à 105 °C (C). Après refroidissement au dessiccateur (L), peser (A) les capsules et déterminer le résidu sec. Vérifier l'homogénéité des répétitions.

Remarque: Pour éviter des projections de suspension dans l'étuve on peut, dans une opération préalable, évaporer l'eau des capsules sur un bain de sable (90-100 °C), puis les transférer dans l'étuve.

3. Calcul

RS_{AUD} = Résidu sec argile + silt + résidu sec de l'agent dispersant dans l'aliquote prélevée [g]

RS_{AD} = Résidu sec argile + résidu sec de l'agent dispersant dans l'aliquote prélevée [g]

RS_D = Résidu sec de l'agent dispersant dans l'aliquote de solution dispersante [g]

VC = Volume de la suspension à analyser [cm³]

VP = Volume de l'aliquote prélevée [cm³]

PT = Poids de la prise de terre fine [g]

m.o. = Teneur de la terre fine en humus (cf. méthode Corg) [%]

A_f = Teneur en argile de la terre fine totale [%]

U_f = Teneur en silt de la terre fine totale [%]

S_f = Teneur en sable de la terre fine totale [%]

Calcul de la composition granulométrique (A_f, U_f et S_f) de la terre fine

Formule:

Exemple: 10.0 g poids de la prise (PT), 3.5 % humus (m.o.), 500 cm³ volume de la suspension (VC) et 25 cm³ volume de l'aliquote

$$\text{Teneur en argile (\%)} : A_f = \frac{(RS_{AD} - RS_D) \times \left(\frac{VC}{VP}\right) \times 100}{PT}$$

$$A_f = \frac{(RS_{AD} - RS_D) \times \left(\frac{500}{25}\right) \times 100}{10.0}$$

$$\text{Teneur en silt (\%)} : \quad U_f = \frac{(\text{RSAUD} - \text{RSAD}) \times \left(\frac{\text{VC}}{\text{VP}}\right) \times 100}{\text{PT}} \quad U_f = \frac{(\text{RSAUD} - \text{RSAD}) \times \left(\frac{500}{25}\right) \times 100}{10.0}$$

$$\text{Teneur en sable (\%)} : \quad S_f = 100 - \text{m.o.} - A_f - U_f \quad S_f = 100 - 3.5 - A_f - U_f$$

4. Résultats

Argile: en pour-cent de teneurs pondérales, par rapport à la terre fine; une décimale.

Silt: en pour-cent de teneurs pondérales, par rapport à la terre fine; une décimale.

Sable: en pour-cent de teneurs pondérales, par rapport à la terre fine; une décimale.

Remarques:

-La décimale ne sert qu'à éviter des erreurs d'arrondissement. Dans la pratique elle n'est d'aucune utilité. Par contre, la décimale de la valeur d'humus est importante.

-La représentation graphique de la composition granulométrique selon la terre fine n'est possible que sur un triangle rectangle (indiquant les seuls axes Af et Uf).

-A partir des écarts-type calculés de résultats du laboratoire de 0.8% pour l'argile et 1.0% pour le silt (voir la validation) on obtient un intervalle de confiance de $\pm 1.8\%$ pour l'argile respectivement de 2.2% pour le silt. Une dispersion plus grande est attendue en faisant des comparaisons inter-laboratoires.

5. Remarques

- Formule de Stokes pour le calcul de la vitesse de sédimentation.

$$V = \frac{2(D_1 - D_2) \cdot g \cdot r^2}{9 \eta}$$

V = Vitesse de sédimentation (cm/s)

D₁ = Densité réelle des particules solides. Par ex. Quartz = 2,65 g/cm³

D₂ = Densité du liquide. Par ex. Eau = 1,00 g/cm³

g = Accélération terrestre, 981 cm/s²

η = Viscosité du liquide. Par ex. Eau à 25 °C = 0,008904 Poise

r = Rayon des particules (cm)

Les fractions Argile et Silt sont déterminées par sédimentation. La fraction Sable se calcule en routine par différence. Elle peut aussi être déterminée par tamisage. En modifiant les durées de sédimentation (silt) et en s'aidant d'une batterie de tamis (sable), on peut encore déterminer des sous-fractions: la Société Suisse de Pédologie recommande les limites de classes suivantes (Bull. SSP N° 3, 1979, p 89-90) :

Sous-fractions	Limites (µm)
Silt fin	2-20
Silt grossier	20-50
Sable fin	50-200
Sable fin poudreux	50-100
Sable fin grossier	100-200
Sable moyen	200-500
Sable grossier	500-2000

Remarques sur le traitement des terres à caractéristiques particulières.

La richesse de certains sols en calcaire, en sels ou en gypse peut fausser le résultat de l'analyse granulométrique de routine : la teneur en argile n'est alors plus en relation avec la capacité d'échange de cations et débouche sur des

facteurs de correction erronés dans le calcul des doses d'engrais P et K. Dans ces cas précis seulement, nous recommandons les modifications de procédure suivantes, en analogie avec la méthode ISO:

- Terres contenant du calcaire (CaCO_3) : le calcaire présent dans ces terres se répartit dans toutes les fractions granulométriques. Pour déterminer la granulométrie de la partie non-calcaire de la terre, procéder comme suit :
 - a) Verser par incrément de l'acide chlorhydrique (4) sur la terre jusqu'à ce qu'aucune effervescence ne soit plus visible.
 - b) Ajouter de l'eau déminéralisée (1) et laisser sédimenter.
 - c) Décantier avec soin la solution surnageante.Les étapes b) et c) sont à répéter jusqu'à absence de réaction acide.
- Terres riches en sels: une teneur élevée en sels (conductivité $> 300 \mu\text{S/cm}$) fausse les paramètres de sédimentation. Avant d'ajouter l'agent dispersant (3), il est conseillé d'éliminer les sels par ajouts répétés d'eau déminéralisée suivis de prudentes décantations du liquide surnageant.
- Terres contenant du gypse (CaSO_4) : Il est plus difficile d'extraire le gypse des sols. On y parvient néanmoins en combinant les ajouts d'eau et décantations successives avec un traitement intensif par agitation mécanique.

6. Validation

La validation repose sur des travaux de Peter Weisskopf (Wk 1998/9) et Hans Stünzi (HSt 2007).

(6a) Incertitude de la mesure

La détermination de l'argile et de silt repose sur une différence de pesée de quelques milligrammes, tandis que les capsules pèsent entre 30 et 40 grammes. Une déviation de 1 mg lors de la pesée a pour conséquence une variation absolue de 0.2% de la fraction argile ou silt.

Une déviation standard moyenne de 1.9 mg (30 déterminations, chacune quintuple ou sextuple) a été calculé pour la valeur TSD (résidu sec de l'agent dispersant). Les variations dues au séchage de la matière et de la verrerie ainsi que celles dues aux transports du et vers le four et dessiccateur sont incluses dans cette déviation standard.

On attend une déviation standard plutôt supérieure pour les valeurs de TSTUD et TSTD, comme le degré de séchage et le comportement hygroscopique de la matière de pesage doivent être inclus dans le résultat.

En tenant compte de ces facteurs, un écart type de 2.8 resp. 3.4 mg est calculé pour l'argile et le silt (en considérant 2 resp. 3 résultats de pesage), ce qui correspond à 0.5% pour l'argile et 0.7% pour le silt.

(6b) Reproductibilité

La déviation standard moyenne de 15 à 18 reprises de 10 échantillons est de 0.8% ($\pm 0.3\%$) pour l'argile et de 1.0% ($\pm 0.3\%$) pour le silt (Wk 1998).

L'incertitude de la pesée (6a) est responsable pour plus de la moitié de la déviation standard et représente donc un part non négligeable dans l'incertitude de la mesure.

(6c) Robustesse

Les influences de déviations systématiques de la méthode sur les résultats sont donnés dans le tableau suivant :

	Déviations		
	Argile % (abs.)	Silt % Abs.)	
Déviations „permises“ selon la méthode de référence			
Silt d'une profondeur de 15 cm / 59 s comparé à une profondeur de 10 cm / 40 s		0.6 ± 0.9	Wk 1999
Mélange avec moins d'air		nettement plus bas, variable	sth 2007
Mélange intensif plus long que 30 s		Pas d'influence	sth 2007
Comparaison pH 8.5 avec 10.5	0.4 ± 0.6	0.7 ± 1.5	sth 2007
Déviations nettes de la méthode de référence			
20°C au lieu de 25°C	0.0 ± 0.9	0.5 ± 0.6	Wk 1998
30°C au lieu de 25°C	0.6 ± 0.5	-1.5 ± 0.4 *	Wk 1998
Pipette de 20 ml avec prélèvement latéral	-0.5 ± 0.6	1.2 ± 1.1 *	Wk 1998
Pipette de prélèvement de 25 ml avec résistance négligeable au lieu d'une dépression de 40 mbar	pas d'influence	pas d'influence	sth 2007
Durée d'attente 10% trop longue pour les deux pipetages	-0.1 ± 0.8	-0.3 ± 1.0	Wk 1998
Durée d'attente 10% trop courte pour les deux pipetages.	-0.1 ± 0.5	0.8 ± 0.8	Wk 1998
Les deux pipetages 1 cm pas assez bas	-0.1 ± 0.5	-1.5 ± 1.1 *	Wk 1998
Les deux pipetages 1 cm trop bas	1.1 ± 0.3 *	-0.1 ± 1.0	Wk 1998
Variations extrêmes			
Les deux pipetages 5 cm trop bas	1.5 ± 0.7 *	2.2 ± 1.4 *	Wk 1998
Les deux pipetages 10 cm trop bas	2.8 ± 1.4 *	3.8 ± 2.9 *	Wk 1998
Pipetage argile & silt 30% trop tôt		1.9 ± 0.9 *	Wk 1999
Pipetage argile & silt en 7 s au lieu de 11 s		1.6 ± 0.7 *	Wk 1999

*: influence nette

Wk 1998: 10 échantillons analysés 3 fois

WK 1999: 15 échantillons analysés 1-2 fois

sth 2007: 9 échantillons analysés 1-2 fois

Résultats supplémentaires concernant la robustesse

- Les mêmes résultats ont été obtenus en utilisant une solution âgée de 3 mois de hexamétaphosphate de sodium. Dans cette solution 3% avaient été hydrolysés en orthophosphate.
- Des résultats très semblables ont été obtenus en utilisant „polyphosphate de sodium (NaPO₃)_n [n=ca.25]“ de Merck ou „hexametaphosphate de sodium (NaPO₃)₁₂₋₁₃·Na₂O“ de Fluka
- Toute réduction de l'intensité de mélange mène à des fractions inférieures de silt. La dimension de cette diminution est du au hasard et peut être très importante. Une fois que l'intensité du mélange est suffisante, on n'obtient pas des résultats de silt plus élevés en mélangeant d'avantage.
- Influence de l'échantillon: Les effets relativement petits des variations mentionnées dans le tableau représentent des valeurs moyennes. Hors ces variations ne sont pas seulement dues au hasard, des fois les déviations de la valeur moyenne peuvent être reproduites pour un même échantillon. Par exemple, pour certains échantillons, où l'argile a été prélevé 5 cm trop bas, l'erreur était petite, tandis que pour d'autres échantillons, l'erreur était considérable.

(6d) Justesse

Nous ne connaissons aucune méthode pour contrôler la justesse de la granulométrie. Des matériaux de référence n'existent pas. Car le programme internationale d'essai inter-laboratoire ISE définit pour le silt une limite supérieure de 63 µm et non de 50 µm comme couramment utilisé en Suisse, la justesse ne peut pas être contrôlée dans un essai indépendant.

Une indication que le résultat soit correcte est le fait que des analyses avec des pesées plus élevées donnent le même résultat.

7. Bibliographie

Bodenkundliche Gesellschaft der Schweiz, BGS-Bulletin Nr. 3, 1979, S. 86-87

8. Histoire

Version	Type du changement	nouveau	avant
Version 1 (1995)	établissement de la méthode		
Version 1.1 (1996)			
Version 1.2 (1998)	Changement code de la méthode	KOF	KO
Version 2.0 (2000)	Révision méthode	Précision des appareils utilisés et du processus de travail, donné des résultats	
Version 3.0 (2008)	Révision méthode	validation	
Version 3.1 (2020)	éditorial	Publication électronique avec nouveau layout	

Impressum

Éditeur	Agroscope Reckenholzstrasse 191 8046 Zürich www.agroscope.ch/referenzmethoden
Renseignements	Diane Bürge
Copyright	© Agroscope 2020
