

L'utilisation rationnelle de l'eau oxygénée pour la destruction de matières organiques en granulométrie

par Etienne JUVIGNÉ (1)

Résumé. — *Pour éliminer des matières organiques d'un sédiment en vue d'analyses granulométriques, on utilise l'eau oxygénée (H_2O_2). Une utilisation rationnelle de ce produit est proposée sur base des résultats de quelques expériences. Les conseils pratiques sont rassemblés dans la conclusion.*

Summary. — *To prepare a sediment for granulometric analyses, the organic substances should be eliminated. Hydrogen-peroxide (H_2O_2) might be used for this purpose. The reasonable use of H_2O_2 results from some experiments.*

1. *The optimum concentration is ca. 50 vol. = 14% (fig. 2).*
2. *The elimination of the organic substances is about hundred times faster in boiling H_2O_2 with 50 vol. than at room temperature (fig. 1).*
3. *Maximum 100 ml H_2O_2 with 50 vol. would be used each time. The evaporation lasts ca. 45 minutes, and after this period a higher amount of H_2O_2 is transformed into H_2O and O_2 (fig. 3). For the sample from actual soils, repeat 5 times; for paleosoils, the use of H_2O_2 is not necessary.*
4. *To avoid overfroth the following method is better than a catalytic agent (e.g. ethylalcohol):*
 - *boil the sample in 50 ml water;*
 - *pour slowly 50 ml hot H_2O_2 with high concentration (c.a. 100 vol.);*
 - *keep for evaporation.*

(1) Laboratoire de Géomorphologie et Géologie du Quaternaire, Université de Liège, place du Vingt-Août 7, B-4000 Liège.

Au cours de notre recherche, nous avons eu l'avantage de pouvoir profiter des conseils et critiques de F. Delecourt. Nous lui adressons nos plus vifs remerciements.

I. — INTRODUCTION : LE PROBLÈME

L'analyse granulométrique est une technique sédimentologique largement utilisée par les géographes et plus particulièrement par les géomorphologues. Elle fournit des renseignements sur la mise en place des sédiments et, de ce fait, sur les processus d'évolution du relief.

Si la granulométrie des sables peut être établie très simplement par tamisage, celle des fractions fines est beaucoup plus délicate et nécessite toujours un prétraitement des échantillons, dont toutes les particules doivent absolument être intégralement dissociées.

La présence entre autres de matières organiques dans le sédiment est susceptible d'empêcher une dispersion complète ; c'est pourquoi le prétraitement prévoit notamment leur destruction.

Cette opération est réalisée à l'aide d'eau oxygénée, mais les « recettes » changent avec les chercheurs (annexe 1). Chacun choisit arbitrairement :

- la concentration de l'eau oxygénée ;
- la température de réaction ;
- le volume des doses à répéter.

Tous poursuivent cependant un même objectif :

- 1° détruire la totalité de la matière organique présente dans les complexes organo-minéraux ;
- 2° éviter les projections et débordements de mousse pendant les attaques.

Pour réaliser une décomposition totale, presque tous les chercheurs poursuivent l'attaque jusqu'à cessation de l'effervescence. Toutefois, l'expérience montre que si on ajoute périodiquement de nouvelles doses d'eau oxygénée, l'effervescence est illimitée en raison de la seule dismutation de l'eau oxygénée. L'opérateur doit donc décider arbitrairement de l'arrêt du traitement.

Il n'est pas possible de calculer théoriquement le volume d'eau oxygénée nécessaire pour décomposer une quantité déterminée de matières organiques et ceci pour deux raisons :

- 1° les matières organiques sont de nature très diverses et à des états d'oxydations différents ;
- 2° au cours de l'attaque, une partie de l'oxygène issu de la dismutation de l'eau oxygénée s'évapore sans oxyder les matières organiques. Cette perte d'O₂ varie en fonction de différents facteurs, comme la concentration de l'eau oxygénée, la température, la vitesse d'évaporation, la présence de plus ou moins de matières minérales...

En conséquence, nous avons réalisé une étude expérimentale de la destruction de matières organiques par l'eau oxygénée pour dégager

quelques conseils d'intérêt pratique destinés à améliorer le rendement de l'opération.

Cette recherche a été menée en deux étapes :

- 1° Nous avons recherché dans un échantillon de tourbe les conditions optimales d'utilisation de l'eau oxygénée.
- 2° Nous avons appliqué la recette ainsi établie à 6 échantillons prélevés dans 4 sols limoneux actuels et 2 paléosols.

II. — ANALYSE DE TROIS FACTEURS IMPORTANTS

Par une série d'expériences, nous allons étudier successivement l'influence de la température de réaction, de la concentration et du volume de la dose d'eau oxygénée.

Toutes les expériences, dont les résultats sont rapportés dans ce chapitre, ont été réalisées sur une tourbe hémiste d'âge holocène séchée à 105° et broyée au « Pulvérisette ». Cette tourbe contenait environ 10 % en poids de matières minérales ; cette donnée doit être prise en considération pour lire les graphiques qui suivent.

Nous insistons sur le fait qu'il n'est nullement question d'envisager ici l'analyse granulométrique de la matière minérale contenue dans cette tourbe, mais seulement de mettre au point la meilleure recette possible d'utilisation de l'eau oxygénée.

A. — INFLUENCE DE LA TEMPÉRATURE DE RÉACTION

Expérience 1. — Attaquer 1 gr de tourbe avec 20 cc H₂O₂ 50 V bouillant. — L'ébullition est entretenue jusqu'à évaporation totale. — Sécher une nuit à l'étuve à 105 °C. — Peser le résidu sec.

Expérience 2. — Peser 9 tubes de centrifugeuse. — Ajouter dans chacun un gr de tourbe et 20 cc H₂O₂ 50 V. — Temps de réactions : respectivement 1, 2, 3, 4, 5, 6, 12, 18 et 24 heures. — Chaque temps de réaction écoulé, ajouter H₂O, centrifuger, verser l'eau (répéter 2 fois) pour éliminer les restes d'eau oxygénée de façon à éviter que la réaction se poursuive à chaud lors du séchage. — Séchage à l'étuve une nuit à 105 °C. — Peser.

Les résultats de ces expériences sont notés dans la fig. 1. Nous constatons que l'efficacité de la décomposition est beaucoup plus importante à chaud qu'à froid. En effet, dans un bécher de 5 cm de diamètre, 10 minutes suffisent pour évaporer 20 cc H₂O₂ 50 V à la température d'ébul-

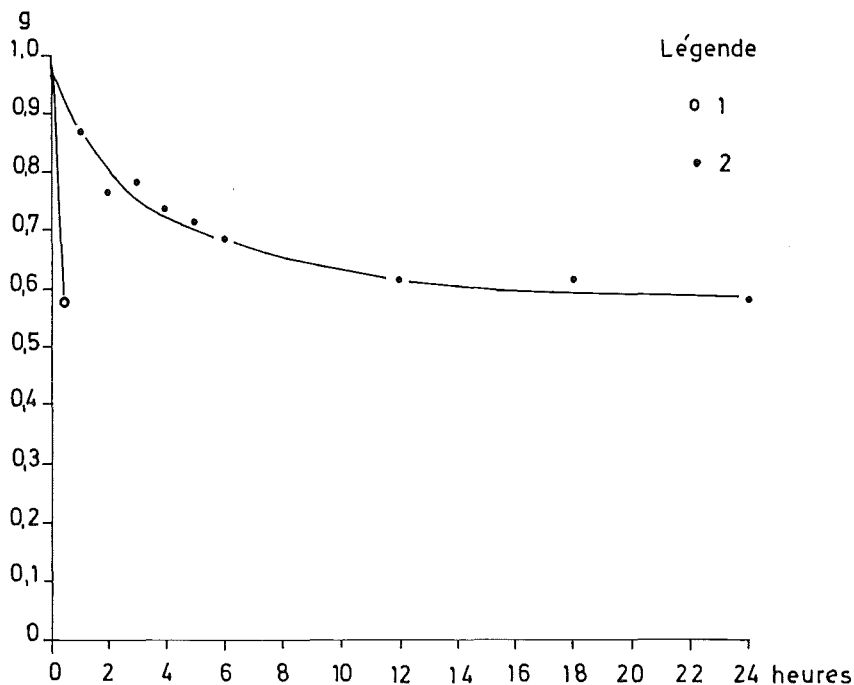


FIG. 1. — Décomposition d'un gramme de tourbe par H_2O_2 50 V.
 Ordonnée : poids secs des résidus organiques. Abscisse : durée de l'attaque.
 1. Résultats de l'expérience n° 1. 2. Résultats de l'expérience n° 2.

lition et décomposer 0,43 gr de tourbe. Pour détruire une telle quantité de tourbe à froid, 24 heures sont nécessaires.

En conséquences, pour des raisons d'efficacité, nous conseillons essentiellement les attaques à la température d'ébullition.

B. — INFLUENCE DE LA CONCENTRATION DE L'EAU OXYGÉNÉE

Expérience 3. — Peser 10 béchers. — Ajouter dans chacun 1 gr de tourbe et 20 cc H_2O_2 dont les concentrations respectives sont 10 V, 20 V, 30 V, 40 V, 50 V, 60 V, 70 V, 80 V, 90 V et 100 V. — Faire bouillir jusqu'à évaporation totale. — Sécher une nuit à l'étuve à 105 °C. — Peser.

Les résultats de l'expérience sont notés dans la fig. 2. Il en ressort que la décomposition de la tourbe augmente en fonction de la concentration de l'eau oxygénée plus rapidement jusqu'à 50 V qu'au-delà. Si l'eau oxygénée la plus concentrée est la plus efficace, elle provoque aussi la

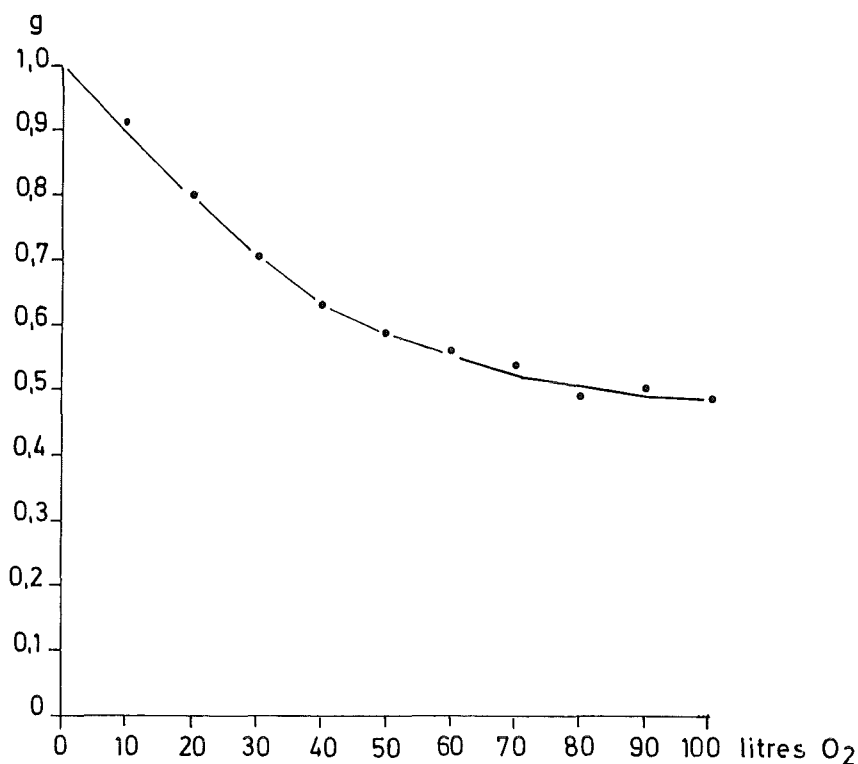


FIG. 2. — Décomposition d'un gramme de tourbe par 20 cc H₂O₂ de concentrations différentes à la température d'ébullition jusqu'à évaporation totale.

Ordonnée : poids secs des résidus organiques. Abscisse : concentration de l'eau oxygénée en litres d'O₂.

plus forte effervescence et augmente les risques de perte de matières par projection et débordement.

Nous considérons comme optimale la concentration de 50 V qui, tout en limitant les risques de perte de sédiment, concilie la recherche de la rapidité avec le souci d'économie de produit.

C. — INFLUENCE DU VOLUME DE LA DOSE D'EAU OXYGÉNÉE

Expérience 4. — Peser 16 béchers. — Ajouter dans chacun 1 gr de tourbe. — Attaque : 1^{er} bécher : ajouter 20 cc H₂O₂ 50 V, faire bouillir jusqu'à évaporation totale ; 2^e bécher : répéter 1 fois l'opération ; 3^e bécher : répéter 2 fois l'opération ; ... 16^e bécher : répéter 15 fois l'opération. — Sécher 1 nuit à l'étuve à 105 °C. — Peser.

Expérience 5. — Peser 16 béchers. — Ajouter dans chacun 1 gr de tourbe. — Attaque : 1^{er} bécher : ajouter 1 × 20 cc H₂O₂ 50 V et faire bouillir jusqu'à évaporation totale ; 2^e bécher : ajouter 1 × 40 cc ... ; 3^e bécher : ajouter 1 × 60 cc ... ; ... 16^e bécher : ajouter 1 × 320 cc. — Faire sécher 1 nuit à l'étuve. — Peser.

Les résultats de ces deux expériences sont notés dans la fig. 3. Dans chaque expérience, la perte de poids est la plus rapide en présence des premiers apports d'eau oxygénée ; ensuite, elle ralentit progressivement.

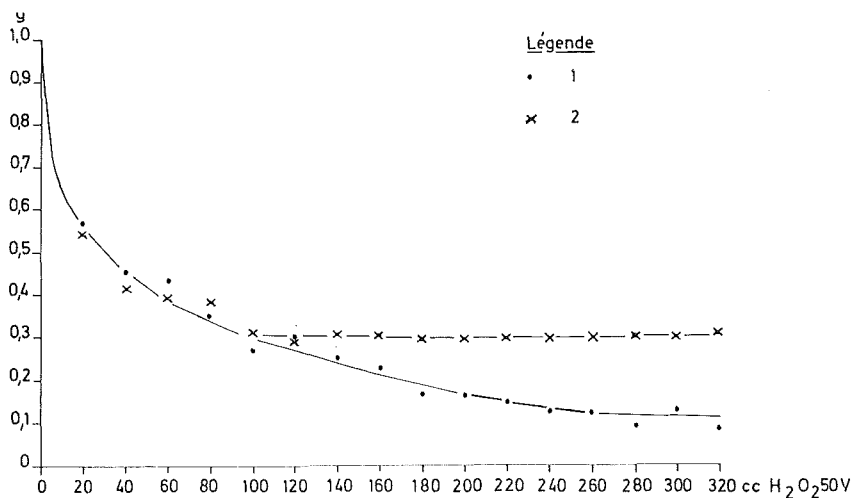


FIG. 3. — Décomposition d'un gramme de tourbe par des quantités variables de H₂O₂ 50 V bouillant jusqu'à évaporation totale.

Ordonnée : poids secs des résidus organiques. Abscisse : quantité de H₂O₂ 50 V.
1. Résultats de l'expérience 4. 2. Résultats de l'expérience 5.

Jusqu'à un volume global d'environ 100 cc, les pertes de poids sont pratiquement identiques, que l'on procède ou non par doses renouvelées d'eau oxygénée.

Au-dessus de 100 cc, les pertes de poids se poursuivent uniquement en cas d'apport nouveau d'eau oxygénée. Par contre, en pratiquant par doses uniques de volume variable, il n'y a plus aucune perte de poids. Cette inefficacité de la partie du volume d'eau oxygénée supérieure à 100 cc s'explique par le fait qu'après environ 45 minutes d'ébullition (temps nécessaire pour évaporer 100 cc) la dismutation est pratiquement complète quel que soit le volume utilisé. Ceci a été vérifié en dosant la concentration de l'eau oxygénée dans les berlines 6 à 16 de l'expérience 5 après 45 minutes d'ébullition.

Ces dosages ont été effectués par volumétrie ([1], p. 398) (2). En conséquence, nous pensons qu'il est inutile d'utiliser des doses d'eau oxygénée supérieures à 100 cc à la température d'ébullition.

Remarque : Les résidus secs attaqués respectivement par 12 à 16 doses de 20 cc H_2O_2 50 V (expérience 4) étaient blancs. Un dosage du carbone (méthode de Walkey-Black) a montré qu'ils ne contenaient plus aucune trace de cet élément. De plus, une analyse microscopique a confirmé la nature minérale du résidu. La tourbe utilisée pour les expériences contient donc environ 10 % en poids de matière minérale (revoir la fig. 3).

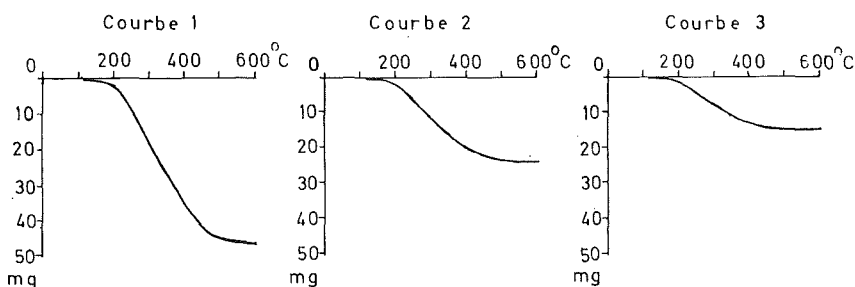


FIG. 4. — Exemple de résultats d'analyses thermiques différentielles. Les courbes rapportent les pertes de poids subies par 250 mg de sédiment au cours de la combustion par l'accroissement progressif de la température du four jusqu'à 550 °C.

Courbe 1 : éch. 130 Ah brut. Courbe 2 : éch. 130 Ah après la 3^e attaque par H_2O_2 50 V bouillant. Courbe 3 : éch. 130 Ah après la 7^e attaque par H_2O_2 50 V bouillant.

D. — CONCLUSION

Il n'est pas possible de dégager de ces résultats une recette universelle qui garantisse la décomposition complète des matières organiques contenues dans un sédiment. En effet, chaque échantillon est un cas particulier par la nature et l'état d'évolution de ses matières organiques.

Il est néanmoins possible de dégager de notre étude un certain nombre de conseils d'intérêt pratique.

1° La concentration de 50 V est la plus rentable, car, tout en limitant considérablement les risques de perte de sédiment, elle concilie bien deux impératifs contradictoires : l'économie d'eau oxygénée et la vitesse de décomposition des matières organiques.

(2) Les chiffres entre crochets renvoient à la bibliographie *in fine*.

- 2° Il est inutile de faire bouillir plus de 100 cc H_2O_2 50 V au cours d'une attaque, car après environ 1 heure d'ébullition l'eau oxygénée est presque totalement dismutée.
- 3° Les attaques à froid entraînent des pertes de temps inutiles. Il y a intérêt à utiliser l'eau oxygénée à la température d'ébullition.

Pour éviter les projections et débordements de mousse, il faut procéder comme suit :

a) verser 50 cc d'eau distillée sur l'échantillon et faire bouillir ; b) verser lentement 50 cc H_2O_2 100 V préchauffés. De cette façon, on évite l'accroissement de la température de réaction qui naît du caractère exothermique de cette dernière.

En pratiquant, comme nous le conseillons, nous n'avons jamais obtenu aucun emballement de la réaction, quelles que soient les quantités de tourbe utilisées.

Remarque : Quelques chercheurs ont préconisé l'usage d'inhibiteur (par ex. l'éthanol) en cas d'emballement de la réaction résultant du versement direct de l'eau oxygénée sur le sédiment (l'ensemble à température ambiante). Ce procédé s'est avéré valable en cas d'effervescence modérée, mais totalement insuffisant en présence de quantités de matières organiques supérieures à 5 gr.

III. — APPLICATION DE LA MÉTHODE À DES ÉCHANTILLONS DE SOL LIMONEUX

A. — CHOIX DES ÉCHANTILLONS

Quatre échantillons ont été prélevés dans des sols actuels ; ils nous ont été aimablement transmis par F. Delecourt.

Ech. C 134 : sol brun acide (cambisol dystrique) à moder, dans une coupe à blanc d'épicéas à Nadrin. Ap : de 5 à 10/20 cm, horizon humifère portant de nombreuses traces de calcination (essartage). Bw : de 20 à 40/47 cm, horizon minéral à structure polyédrique.

Ech. C 130 : sol à pseudogley (gleysol humique) à moder paratourbeux sous pessière à Saint-Hubert. Ah : de 20 à 28/35 cm, horizon humifère à structure massive. Bg : de 40 à 60 cm, horizon minéral à pseudogley.

Cette description nous a été communiquée par F. Delecourt que nous remercions très vivement.

Deux autres échantillons proviennent des paléosols les plus importants de la dernière glaciation :

Ech. 5 : Briqueterie Nelissen à Kesselt ; horizon à langues de Nagelbeek daté d'environ $22\,270 \pm 380$ B.P. [8].

Ech. 6 : Briqueterie Nelissen à Kesselt ; horizon raccordé au sol de Warneton par E. Juvigné [12] mais daté d'environ 30 000 B.P. [8].

B. — TRAITEMENT

— Au départ, dosage des matières organiques de chaque échantillon par analyse thermique différentielle (A.T.D.). La courbe 1 de la fig. 4 est présentée à titre d'exemple ; elle se rapporte à l'échantillon C 130 Ah avant traitement.

— Prise d'essai : 30 gr d'échantillon sec.

— Attaque par 100 cc H_2O_2 50 V bouillant jusqu'à évaporation totale.

— Séchage à l'étuve 105°.

— Broyage.

— Prélèvement de 250 mg pour dosages par A.T.D. des matières organiques.

— Répéter les 4 dernières opérations 3 à 7 fois.

Les courbes 2 et 3 de la fig. 4 sont présentées à titre d'exemple ; elles se rapportent à l'échantillon C 130 Ah après la 3^e et la 7^e attaque par 100 cc H_2O_2 50 V.

C. — RÉSULTATS (fig. 5)

1. — *Echantillons d'horizons supérieurs de sols actuels.* — Les quantités de matières organiques décomposées diminuent progressivement en fonction de la succession des doses d'eau oxygénée. Après la 5^e attaque, on observe pratiquement plus de décomposition, bien qu'il subsiste 30 à 40 % des matières organiques présentes au départ de l'expérience.

2. — *Echantillons de paléosols.* — L'eau oxygénée est pratiquement sans effet sur la décomposition des matières organiques conservées dans chaque paléosol.

IV. — CONCLUSION

Nous suggérons une rationalisation des recettes empiriques utilisées pour décomposer les matières organiques contenues dans les sols en vue de leur analyse granulométrique. Dans le cas des sols actuels, 5 doses

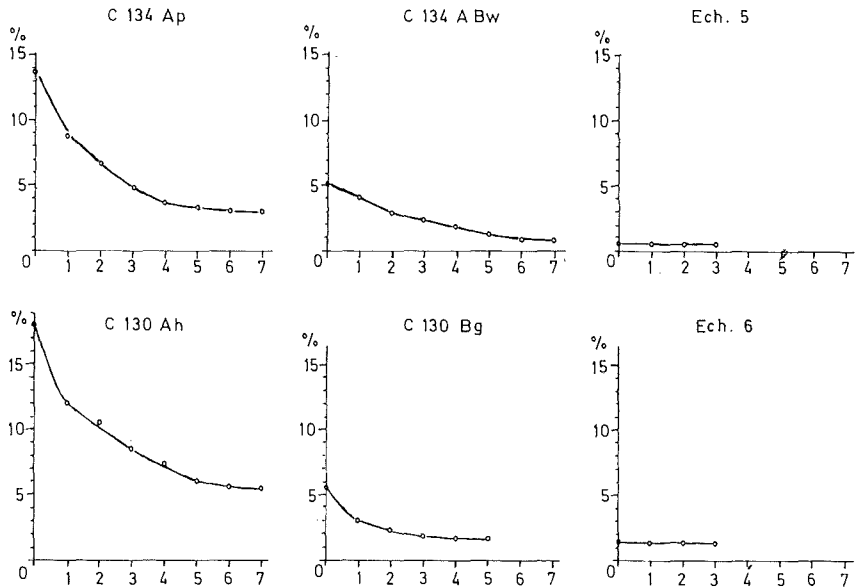


FIG. 5. — Décomposition des matières organiques de sols limoneux par des doses successives de H₂O₂ 50 V bouillant.

Ordonnées : teneur en matières organiques de chaque échantillon établie par A.T.D. avant et après chaque attaque. Abscisses : ordre des attaques avec H₂O₂ 50 V bouillant. Pour les numéros des échantillons voir : III.-A.

successives de 100 cc H₂O₂ 50 V bouillant peuvent suffire pour une prise d'essai habituelle de 30 gr.

Dans le cas de paléosols semblables à ceux étudiés ici, l'attaque à l'eau oxygénée ne paraît pas justifiée.

BIBLIOGRAPHIE

N.B. Dans les références [3], [4], [7], [10], [11], [13] et [16], l'abréviation *WEM* signifie : *West-European Methods for Soil Structure Determination*, edited by The West-European Working Society, State Faculty of Agricultural Sciences, Ghent, Belgium.

- [1] ALEXEEV V. — *Analyse quantitative*. Ed. Mir, Moscou, 1972, 590 p.
- [2] BLANCK J.-P. — *Analyse granulométrique par densimétrie des particules inférieures à 50 microns des sédiments meubles*, dans *Revue de Géomorph. dynam.*, t. XXV, 1976, pp. 93-105.
- [3] CASAGRANDE A. — *Determination of particles size distribution (hydrometer method)*, dans *WEM*, t. IV, 1967, pp. 25-26.
- [4] DE LEENHEER L. — *Determination of particle, size distribution using a hydrometer*, dans *WEM*, t. IV, 1967, pp. 28-34.
- [5] DEMOLON A. — *Dynamique du sol*. Dunod, t. I, 520 p., Paris, 1952.

- [6] DUCHAUFOUR P. — *Pédologie. Applications forestières et agricoles*. Ecole nationale des Eaux et Forêts, Nancy, 310 p., 1956.
- [7] GANDAHL R. — *Particle size distribution of the soil material (hydrometer method)*, dans *WEM*, t. IV, pp. 42-46, 1967.
- [8] HAESAERTS P., JUVIGNÉ E., KUYL O., MÜCHER H. et ROEBROEKS W. — *Compte rendu de l'excursion du 13 juin 1981 en Hesbaye et au Limbourg néerlandais, consacrée à la chronostratigraphie des loess du Pléistocène supérieur*, dans *Ann. Soc. géol. Belg.* t. 104, 1981, pp. 223-240.
- [9] HANOTIAUX G. — *Techniques d'analyses pédologiques*. Lab. de la Science du Sol, Fac. des Sciences agron. de l'Etat, Gembloux, 1975, 105 p.
- [10] HEINONEN R. — *Hydrometer method of mechanical soil analysis*, dans *WEM*, t. IV, 1967, pp. 47-50.
- [11] HOFSTEE J. — *Determination of the sand content by the Atterberg-method and the grain size distribution of the sand by sieving*, dans *WEM*, t. IV, 1967, pp. 12-15.
- [12] JUVIGNÉ E. — *Découverte de minéraux volcaniques à Kesselt (Limbourg)*, dans *Ann. Soc. géol. Belg.*, t. 97, 1974, pp. 287-288.
- [13] KÖHN M. — *Pipette analysis*, dans *WEM*, t. IV, 1967, pp. 51-52.
- [14] PAEPE R. — *Les dépôts quaternaires de la plaine de la Lys*, dans *Bull. Soc. belge Géol.*, t. 73, 1964, pp. 327-365.
- [15] RIVIÈRE A. — *Méthodes granulométriques. Techniques et interprétations*. Masson, 1977, Paris, 170 p.
- [16] ROBINSON X. — *Determination of the percentage of soil particles less than 2 and 16 μ* , dans *WEM*, 1967, pp. 78-80.
- [17] RODRIGO L.A. et COUMES F. — *Manual de sedimentologia. Technicas de Laboratorio*. Universidad Mayor de San Andres, La Paz-Bolivia, 1973, 147 p.

ANNEXE. — Quelques-unes des « recettes » appliquées par différents chercheurs.

A. Demolon, 1952, [5] : répéter des additions de 50 cc H_2O_2 à 6 % ; opération au bain-marie jusqu'à cessation de l'effervescence. — P. Duchaufour, 1956, [6] : répéter des additions de H_2O_2 à 100 V en maintenant la température entre 85° et 90° jusqu'à cessation de l'effervescence. — A. Casagrande, 1967, [3] : 15' dans H_2O_2 bouillante. — L. De Leenheer, 1957, [4] : répéter des additions de 10 ml H_2O_2 à 30 % ; opération sur bain de sable jusqu'à cessation de l'effervescence. — R. Gandahl, 1967, [7] : ajouter H_2O_2 30 % jusqu'à cessation de l'effervescence. — R. Heinonen, 1967, [10] : ajouter H_2O_2 30 % jusqu'à cessation de l'effervescence ; opération sur bain de sable. — M. Kohn, 1967, [13] : immersion dans 100 ml H_2O_2 6 %, 10 % ou 30 % pendant la nuit ; le lendemain évaporation à chaud. — M. Robinson, 1967, [16] : toutes les 2 heures à 4 reprises ajouter 25 ml H_2O_2 concentré et ensuite chauffer en ajoutant H_2O_2 jusqu'à cessation de la réaction. — J. Hofstee, 1967, [11] : immersion dans 50 ml H_2O_2 à 10 % pendant une nuit ; le lendemain évaporation à chaud en ajoutant H_2O_2 à 10 % jusqu'à la fin de l'effervescence. — L.A. Rodrigo et F. Coumes, 1973, [17] : attaque par H_2O_2 à 10 V. — G. Hanotiaux, 1975, [9] : répéter l'addition de 100 ml d' H_2O_2 à 30 V jusqu'à cessation de la formation de mousse. — J.P. Blanck, 1976, [2] : répéter l'addition de 50 cc d' H_2O_2 à 20 V jusqu'à cessation de l'effervescence ; opération à 70 °C. Poursuivre en répétant l'addition de 10 cc d' H_2O_2 à 110 V pendant 2 heures ; terminer par une ébullition pendant 10'. — A. Rivière, 1977, [15] : attaque au bain-marie pendant plusieurs heures dans 500 cc H_2O_2 6 V et neutraliser avec NaOH normal jusqu'à pH 8-8,5 ; répéter l'opération jusqu'à décoloration du sédiment et la fin de dégagement gazeux.

