

ANNEXE 1

PALYNOLOGIE DE DEPOTS ORGANIQUES A PORT-RACINE ET AUX ILETS (Côte nord du Cotentin, Manche)

Martine CLET*

Plusieurs coupes ont été prélevées à Port-Racine et aux Ilets, mais il y a beaucoup d'échantillons stériles.

PORT-RACINE (Fig. 135)

LITHOLOGIE.

Depuis la base de la falaise, jusqu'au premier niveau de head, on observe les grandes unités suivantes :

- Le platier fossile
- Une plage ancienne à galets (d'au moins 80cm d'épaisseur) surmontée parfois d'un lit sableux.
- Une couche limono-argileuse noire, grise ou brune, d'épaisseur variable (de 5 à 120cm), avec localement une lentille tourbeuse.
- Le head fin lité.

1) Coupe de 1985 - Secteur principal S1.

55 prélèvements ont été faits, sur environ 110cm. Un seul échantillon a fourni un spectre pollinique. Cet échantillon est situé à 4cm sous le sommet de la plage ancienne. Il a été prélevé dans la matrice de la plage. C'est un niveau à charbons de bois et industrie.

Le spectre pollinique est très pauvre en taxons d'arbres et d'herbacées et la concentration en nombre de grains par gramme de sédiment est très faible. Le pin est l'espèce dominante. La végétation locale est représentée par les cypéracées et les graminées que l'on trouve habituellement sur les hauts de plage ou de cordons, dans un milieu humide avec peut-être une circulation d'eau mais sans eau stagnante, mare ou autre.

2) Coupe de Saint-Germain-des-Vaux - prélèvements de 1981.

16 prélèvements ont été faits dans un limon noir organique de 80cm d'épaisseur. Un seul échantillon situé à 10cm de la base de ce limon a fourni un spectre.

Ce spectre est semblable au précédent. La végétation est aussi pauvre. Le pin est encore l'espèce dominante. Le milieu de sédimentation est humide mais non aquatique.

* Centre de Géomorphologie du C.N.R.S., rue des Tilleuls, F-14000 Caen.

3) Coupe du Secteur 1 - prélèvements de 1984 -

10 échantillons prélevés. Un seul n'est pas stérile. Il est situé à 10cm sous le sommet du limon noir organique.

Le spectre pollinique s'enrichit de quelques taxons par rapport aux spectres précédents. Les spores de fougères dépassent les 30%. Le pin est toujours l'espèce dominante.

4) Coupe du Secteur 6 - prélèvements de 1984 -

8 échantillons ont été prélevés. Les 4 échantillons du sommet prélevés dans la couche sableuse et dans le head sont stériles.

Les quatre spectres de la base présentent une évolution de la végétation à cet endroit. La diversité taxonomique et la concentration sont plus élevées que dans les coupes précédentes. Dans la couche tourbeuse de la base, les proportions de spores de sphaignes sont très élevées. Ce niveau est le seul qui se soit déposé en milieu sous-aquatique : c'est une tourbe sensu-stricto. Au-dessus, dans le limon organique gris, les spectres présentent une végétation de lande à fougères. Le milieu de sédimentation est terrigène, peu humide avec peut-être quelques flaques d'eau permanentes dispersées, attestées par encore quelques sphaignes.

PALEOENVIRONNEMENTS ET TENDANCE CLIMATIQUE.

Bien que ces coupes soient dispersées et relativement stériles on peut en tirer quelques points importants.

Lithologie et milieu de dépôt.

Sur une plage ancienne se développe une couche de limon plus ou moins organique de couleur noire, brune ou grise, d'épaisseur variable (50 à 120cm environ). Ce limon devient plus sableux au sommet et est surmonté par un head. Parfois une lentille de tourbe à sphaignes est présente. Ce limon n'est en aucun cas assimilable à une gyttja qui est par définition une accumulation d'humus sous-aquatique lacustre.

Paléoenvironnements

Dans ces différentes coupes, le limon à niveau organique est déjà bien individualisé, "à l'oeil nu" par sa couleur et par sa granulométrie. De plus une corrélation étroite peut être faite entre les différents spectres polliniques dans lesquels l'environnement végétal est comparable. Il s'agit à coup sûr du même niveau. La diversité taxonomique est très pauvre, en rapport avec la végétation actuelle d'un haut de plage, au pied d'une falaise. Cependant, lors du dépôt, l'influence marine est totalement nulle. Le milieu est parfois humide (présence de cypéracées) mais n'est jamais aquatique excepté dans la lentille tourbeuse locale. Après un faible développement de cypéracées, une lande recouverte de fougères s'installe.

Cette lande sera ultérieurement recouverte par les premières coulées de solifluxion. Tous les taxons de plantes herbacées sont entièrement locaux et correspondent à la végétation en place. Les grains de pollen d'arbres ont été transportés et proviennent (sauf pour les pollens de pins qui peuvent être transportés sur de longues distances) vraisemblablement de la végétation régionale.

L'environnement était très certainement découvert et les arbres relativement peu nombreux. La forêt était présente et es arbres mésophiles très rares.

Le climat était déjà froid et aucune tendance positive ou négative ne s'amorce. Il y a continuité dans l'évolution des paléoenvironnements végétaux.

Chronologie.

Le dépôt des limons organiques de Port-Racine semble être postérieur au dépôt organique des Ilets, puisqu'à Port-Racine l'environnement est déjà froid. Toutefois la présence de pollens d'*Abies* semble indiquer que cet arbre qui était présent à la fin de l'Interglaciaire, était encore bien représenté durant cette phase froide alors qu'il disparaît ultérieurement. D'autre part, il n'y a pas de hiatus ni d'évolution remarquable dans l'observation du secteur considéré. Un âge correspondant à la phase isotopique 5d peut être envisagé.

LES ILETS (Fig. 132)

LITHOLOGIE.

Depuis la base jusqu'au sommet on observe les grandes unités suivantes :

- Le platier fossile.
- Une plage ancienne à galets sur environ 80cm d'épaisseur.
- Un niveau organique noir de 40cm environ d'épaisseur.
- Un niveau sableux arkosique avec de nombreux graviers. A la base de ce niveau présence de lits fins limoneux de 1 à 2cm d'épaisseur, bordés à la base par un liséré de fer. Ce niveau arénitique a une épaisseur d'environ 320cm.
- Un head jaune à matrice sablo-limoneuse avec une concentration de gros cailloux moins importante (épaisseur d'environ 200cm).
- Un loess jaune d'environ 30cm avec quelques cailloux et graviers.
- Un sol podzolique "récent" avec à la base une croûte ferrugineuse.

1) Coupe 1 (1981)

17 échantillons prélevés dans le niveau organique ont seuls fourni des spectres polliniques (cf. description et interprétation dans CLET, 1988, p.155).

2) Coupe 2 (1982)

Sur 15 échantillons prélevés sur la totalité de la coupe, 5 ont fourni suffisamment de pollens. Les deux premiers à la base, prélevés dans le niveau organique sont entièrement comparables à ceux de la coupe 1.

Les sables arkosiques sont totalement stériles. (Attention dans le diagramme publié dans CLET 1988, il y a une erreur dans le dessin du log strati. Le premier des trois échantillons supérieurs est au sommet de la première couche de head et non au sommet des sables, le deuxième au sommet du head plus fin et le troisième dans le niveau de loess).

ECOLOGIE DES SOLS ORGANIQUES DE SAINT-GERMAIN DES VAUX/PORT-RACINE.

B. VAN VLIET-LANOE*

Position géomorphologique et microstratigraphie.

a) Le site d'habitat principal (Secteur 1).

- milieu filtrant (plage), adossée à la falaise, pénétré par un ranker contemporain de l'occupation humaine puis illuvié ; l'occupation principale est située plus haut dans un matériel limoneux humifère remaniant 2 à 5% de sable marin et très bioturbé. Son faciès est très voisin quoique mieux drainé que le gley de la coupe du secteur 2

- défini comme le stratotype de la séquence courte de la Hague par JP Lautridou (1984) - La couleur du limon n'est pas noire.

b) Secteur 6

- latéralement, à une trentaine de mètres à l'est du Secteur 1, au moins à une vingtaine de mètres de la paléofalaise : stratigraphie atypique, entièrement déferriée (gley), correspondant à une sédimentation de fond de vallon, de type combe à neige (exposition Est).

c) Secteur 2 : stratotype de Port-Racine

- à au moins quarante mètres de la paléofalaise (60 m. Si l'on se réfère à la carte morphologique publiée en 1973 sur la base de la photointerprétation effectuée par J. Pellerin) ; coupe à peu près orthogonale à la paléofalaise.
Stratigraphie de la base (campagne de fouilles 1984) :

- plage sableuse surmontée par :

1° un niveau arénacé déferrié (hydromorphie) remaniant un peu de limon mais surtout du sable marin, caractérisé par un gel-dégel profond (>50 cm) ;

2° Ce niveau est illuvié par une argile fin ferrifère puis enfoui sous un colluvion limoneux identique au sédiment limoneux du Secteur 1 ; la partie supérieure est humifère et déferriée (gley), soulignée par un horizon placique (liseré ferrique) et ne présente pas de bioturbations.

La séquence est donc : plage (ranker) - head - illuviation - limon colluvié - horizon humifère - gleyification - heads arénacés loin de la falaise - head limoneux près de la falaise, avec paléosols. La couche limoneuse grise est mince et véhiculée par ruissellement. Les premières formations de pente s.s. de la coupe du secteur 2 sont arénacées, ceci suppose que sur la paléofalaise les limons anciens étaient peu abondants. Par contre, les altérites (pédogénèse tempérée sous ranker sur granite (comme dans le Léon et dans la Baie d'Audierne) sont abondantes et forment la matrice des premiers dépôts à une certaine distance de la falaise.

* Directeur de recherche Centre de Géomorphologie du CNRS.

Hydromorphie : caténa bien visible. Les coupes du cordon à blocs (secteur 13, 14 et 15) ne présentent pas d'hydromorphie sauf après la mise en place du limon arénacé (podzol hydromorphe). Le secteur 1 est un peu moins bien drainé (effet de la source), le Secteur 6 est très hydromorphe. La coupe du secteur 2 présente une phase drainée : illuviation ferrifère séparant deux épisodes hydromorphes. Qu'il s'agisse ou non d'une gyttja, il n'y a pas évidence d'eau libre, mais d'un milieu engorgé une bonne partie de l'année, reposant sur un matériel oxydé (horizon placique, illuviation ferrifère antérieur) ; engorgement superficiel (gley nival). La plage et le head sont quant à eux, déferriés dans la masse, ce qui suppose une nappe bloquée, riche en éléments organiques complexant le fer (débris tourbeux obturant le cordon à deux endroits : secteurs 16 et 4 ; résultent vraisemblablement d'un blocage en arrière de cordon). Un sol tourbeux ou une mare peuvent être perchés grâce à une obturation organique sur un substrat filtrant (cf. tourbières irlandaises).

Si l'horizon humifère du Secteur 2 correspond à une gyttja, il devrait contenir des spicules d'éponges, des diatomées. Aux llets ces éléments ont été partiellement dissouts par l'importante acidité du milieu, ce qui peut s'appliquer aussi à Port-Racine. Il n'y a donc pas de preuve formelle de gyttja. Il peut s'agir également d'un humus tourbeux sous pinède maintenant une hydromorphie superficielle, comme cela s'observe dans la taïga scandinave (côte ouest), ce qui correspondrait assez bien à l'abondance de charbons de conifères et à l'accumulation de neige (cf. M. ALLARD) et au caractère minimal des bioturbations.

D'autre part, dans un tel milieu pour obtenir une illuviation d'argiles fines, il est nécessaire de resaturer en bases le milieu aluminisé, ce qui implique - l'apport d'un matériel plus frais (dépôt de pente ou dépôt éolien) et - l'existence de condition drainantes. Ces conditions sont incompatibles avec les observations effectuées sur le terrain : gleyifications de la plage et de l'horizon susjacent (perché) au niveau humifère. Il existe donc bien, entre ces deux phases d'hydromorphie, une période non engorgée coterminée de l'apport de versant associé à un gel saisonnier. Ces observations vont à l'encontre du raisonnement développé par M. Clet. Cette illuviation est présente dans la plupart des coupes du site (Secteurs 4, 16, 1, 3 ...).

L'apport de l'écologie et de la palynologie.

Au secteur 9, la "tourbe" prélevée par D. Cliquet est un mélange de limons colluviaux, de débris végétaux humifiés (type anmor) et de cendres blanches décarbonatées par l'écoulement permanent acide de l'eau. Celles-ci semblent provenir de vidange(s) de foyer(s). Il n'est pas impossible qu'une fraction des limons soit en fait des phytolithes déshydratés par le feu. Un charbon d'os y est en outre inclus. La resaturation en bases par les cendres favorise la croissance des mousses et non celle des sphaignes, celles-ci sont probablement venues après acidification. Ce phénomène est relativement rapide dans ce type de milieu (facteur combe à neige en hiver). De plus, les sphaignes et les mousses peuvent croître en coussins en étant simplement alimentées par le suintement permanent existant encore à l'heure actuelle.

La présence de grains de sables marins soufflés n'implique pas nécessairement une influence marine sur la végétation, seulement une certaine proximité du littoral. Les massifs dunaires tels ceux des Mielles à Biville, sur la côte Ouest du Cotentin, montent à plus de 80 m. sur le versant. Dans une séquence de sédimentation d'émersion, on passera facilement d'un gley à une tourbe. S'il se produit des apports sédimentaires ultérieurs, on retrouvera enfouie la microtopographie de la tourbière, avec buttes et bourrelets. A Port-Racine, il existe apparemment une phase d'érosion. Ceci signifie que la tourbe a été drainée, et partiellement minéralisée pour être érodable (ce qui est conforme avec son aspect anmor). Aux Secteurs 16 et 4, la matière organique de la plage est préservée en lames, elle n'a pas été minéralisée ... et elle n'est pas pyritisée comme les dépôts organiques littoraux (cf. base d'Ecalgrain).

Dans des milieux tempérés acides, à suintement ou nappe, actuels, les fougères n'occupent pas la zone saturée mais la zone d'ascension capillaire immédiatement voisine ou les fissures entre les roches suintantes (observations effectuées sur l'île de Lundy, en Cornouailles et dans l'Exmoor, à 400 m. d'altitude). La zone saturée est occupée par les joncs et les cypéracées (milieu hydromorphe : flore de Bonnier). Ces espèces sont communes dans la végétation d'arrière de cordon (cf. Anse Saint-Martin, Vauville); Il ne s'agit pas d'espèces croissant sur le cordon ! En milieu assez hydromorphe frais (cf. Hautes Vosges), le rhizome riche en tanin est préservé; Il n'en existe pas de trace dans le limon gris. Les fougères ont plus rares en milieu drainé, exceptés les versants sous le vent ou l'action du feu. Par contre, en milieu boréal à subarctique, les fougères sont impérativement liées aux sites humides avec accumulation de neige (>50 m) (forêt claire, cuvettes). Elles peuvent aussi apparaître très localement dans des milieux entièrement déneigés en hiver (côte nord-ouest de la Norvège et Laponie).

Le limon gris comporte de nombreux fragments de conifères (cf. Analyse anthracologique de S. Thiébaut). Ces derniers observés en lames minces apparaissent, de grande taille et souvent fragiles de par leur morphologie. Il ne sont que très peu remaniés. L'effet du feu a pour effet de favoriser le semi de pin (Van Vliet-Lanoë, 1988) et, dans une lande acidophile, de favoriser le développement de la fougère "grand aigle" (très "pollinisatrice" par rapport aux autres espèces) au détriment des ajoncs et des éricacées. La fréquence très élevée des charbons, dans le gley nival, indépendamment des foyers, corrobore cette hypothèse. De surcroît les pollens de feuillus sont peu résistants (expérience B. Bastin) et la pédofaune des rankers et autres humus bruts acides (collembolles et acariens) raffolent des pollens. Il nous paraît donc difficile d'attribuer les spectres (à faible concentration pollinique) présentés par M. Clet, à un milieu froid plus qu'à un milieu boréal, voire à un milieu tempéré un peu plus chaud que l'actuel (si l'on en juge par la végétation existant sur les Iles Scilly). Les fougères sont très rares en milieu froid océanique à continental (TMA <2°), même s'il en subsiste jusqu'au Spitzberg. Elles n'existent pas dans les steppes froides. En outre, les levés de végétation que nous avons effectué dans bon nombre de milieux froids actuels, montrent que même dans des conditions très froides, la végétation arborée (palynologiquement), tout comme les fougères, se développe dans les positions abritées du vent, en raison de l'accumulation de la neige.

Il semble donc se dessiner deux ensembles distincts :

a) la "tourbe", à Port-Racine et aux Ilets, plus pauvre en fougères, avec quelques feuillus et *Abies* : milieu tempéré frais de lande.

b) le limon gris ou le podzol hydromorphe à fougères et charbons de conifères, qui contient encore de l' *Abies*. Il semblerait donc, contrairement aux dires de M. Clet, que le climat ne serait pas si froid. La limite actuelle d'*Abies* est à peu près Paris ... (flore Bonnier, Les arbres Coll Bordas). Les éricacées, l'*épicéa* et le genévrier sont curieusement absents, alors que très abondants en milieux boréal et subarctique littoraux granitiques (cf Mandal, sud de la Norvège et pointe de Hovs Hallar, sud-ouest de la Suède). Le genévrier se rencontre aussi en milieu boréal continental. Dans certains secteurs, le genévrier (*var. communis*) rampant occupe la place d' *Ulex*, de la lande maritime armoricaine.

Au cours de l'Holocène, les tourbes se développent en période d'acidification et de recul de la végétation arborée, au profit de la lande (Birks, 1986), par diminution de l'évapotranspiration. Les feux de forêt favorisent également ce processus (Lowe, communication personnelle, 1989). Ce n'est donc pas un critère climatique mais édaphique qui est à l'origine du phénomène.

En milieu littoral, un abaissement modeste de la température moyenne annuelle engendre une régression de la limite septentrionale des arbres, en milieu exposé, tel en Ecosse, où le pin et la fougère sont communs, en milieu littoral abrité (Les arbres, Coll. Bordas). Nous avons qualifié ce milieu de boréal (Van Vliet-Lanoë, 1986 et thèse), ce qui n'est pas en opposition avec les résultats palynologiques de M. Clet. n milieu boréal, n'est pas un milieu suffisamment froid pour permettre une solifluxion abondante. La vigueur de la végétation limite l'ampleur du phénomène, sauf en cas d'incendie. Ce n'est que postérieurement au gley ou à la podzolisation que la profondeur de gel atteint le mètre (stade 5b). Les coupes du Léon sont très explicites à ce sujet. Le litage n'apparaît qu'en 5b (Brouennou), ce qui semble cohérent avec les observations effectuées à Ecalgrain N. II. Les seuls critères de refroidissement valables enregistrés à la base de Port-Racine sont à notre sens : la plage à blocs (éléments confirmés par les spécialistes actuels du glacial : J. Dionne et M. Allard) ainsi que les traces de ségrégation de glace dans le mince head sous le limon gris. Il faut noter qu'il existe actuellement des plages à dynamique glacielle épisodique jusqu'à la latitude de Trondheim, en relation avec une végétation de forêt mixte associée à la fougère grand aigle et au cornouiller herbacé (bouleau, noisetier, merisier, charme, saule, sorbier, aulne, frêne, érable, pin et épicéa à partir de 200 m.).

L'observation de milieux actifs est très instructive. Elle permet de se rendre compte des paramètres écologiques susceptibles d'interférer avec la pédogénèse et dont le spectre palynologique n'est que le pâle reflet.

L'observation de la colonisation végétale sur un cordon de plage en voie d'émersion comme dans les Lofoten ou au sud de la Suède donne d'excellentes indications, à la fois sur la succession d'occupation du sol en milieu boréal et en milieu subarctique, et sur l'habitabilité du milieu pour les hommes préhistoriques. La richesse de ces milieux de contact - mer, terre, vallée, plateau) et la marqueterie de micro-environnements qui les caractérisent à petite distance (de l'ordre du km) en font des sites de choix pour une exploitation optimale par ces populations.

Enfin, il convient de considérer les résultats de l'analyse palynologique avec prudence, en raison du faible nombre de grains de pollens comptés. Rien ne nous renseigne sur une éventuelle conservation différentielle des différents taxons. L'interprétation des données palynologiques, doit tenir compte de la pédogénèse, qui est une résultante de l'interaction locale du climat et de la végétation, contrairement aux retombées polliniques.

ANNEXE 2

PROTOCOLE D'ANALYSES CHIMIQUES

METHODE D'EVALUATION DE LA CAPACITE D'ECHANGE A L'ACETATE D'AMMONIUM (pH 7).

Les bases échangeables sont déterminées à partir d'un broyat de 200 μ . Lors de l'extraction, l'exédent est lavé à l'alcool éthylique, l'ammonium est déplacé par du chlorure de potassium (KCl) afin de doser la capacité d'échange totale.

Les bases échangeables sont déterminées par spectrophotométrie d'absorption atomique, et l'ammonium par colorimétrie, à flux continu (technicon) pour définir la capacité d'échange.

Les analyses ont révélé une surcharge en calcium, le milieu a été réalcalinisé par les loess et/ou les foyers.

Nous ne pouvons donc tenir compte que de la capacité d'échange mais il y a impossibilité de déterminer le taux de saturation.

Dans le cas du gisement de Port-Racine, le pH apparaît représentatif du milieu ambiant et non des sols d'occupation (Ranker). Les sols à forte teneur organique s'avèrent saturés.

DOSAGE DE LA SILICE (SiO_2)

L'échantillon (0,5 g) est traité par gravimétrie par mesure de l'insoluble chlorhydrique.

Il s'agit d'une fusion alcaline à 800° destinée à transformer les silicates en silicates alcalins.

Cette fusion alcaline reprise par acide chlorhydrique permet d'insolubiliser la silice.

Les grains sont agglomérés par ébullition puis filtrés, séchés et enfin pesés (en g %).

L'extraction comporté aussi la silice minérale, notamment de la roche mère, qui peut être importante selon le milieu .

EVALUATION DE L'HUMIDITE (H_2O^-) ET DE LA PERTE AU FEU (H_2O^+)

Il s'agit encore d'une méthode gravimétrique. L'échantillon (3 g) est porté durant une minute à 100° puis refroidi en dessiccateur avant pesage. La différence de poids : perte de départ = perte de l'humidité (eau de rétention) - poids de l'échantillon "sec".

La perte au feu est évaluée en portant l'échantillon "sec" à 1000° pendant 4 heures en four.

Après refroidissement en dessiccateur, l'échantillon est pesé. La perte au feu exprime le dosage de l'eau de constitution - ainsi que les éléments qui brûlent à 1000° (carbonate de calcium, carbone, azote ...) - celle-ci équivaut à la différence de poids entre l'échantillon après chauffage et l'échantillon "sec" (sans humidité).

DOSAGE DU CALCIUM, DU MAGNESIUM, DU SODIUM, DU POTASSIUM, DU MANGANESE, DU FER, DE L'ALUMINIUM ET DU TITANE

Un troisième échantillon est utilisé pour faire une perle par fusion à 1000° dans du tétraborate de lithium jusqu'à vitrification; après dissolution dans de l'eau avec 1% d'acide chlorhydrique (HCl) à chaud.

Les dosages s'effectuent par absorption atomique pour le calcium (Ca), le magnésium (Mg), le sodium (Na), le potassium (K) et le manganèse (Mn) - le est insignifiant -. Le fer (Fe), l'aluminium (Al) et le titane (Ti) sont dosés par colorimétrie (au technicon) - le est fonction des éléments dosés.

DOSAGE DU PHOSPHORE (P2 O5)

Après extraction à l'acide chlorhydrique pur (HCl) à chaud, l'échantillon est porté à ébullition sur bain de sable pendant 5 heures.

Après lavage avec HCl dilué (1%) chaud, puis H2O chaude, traiter par 2ml de H2O2, sous verre de montre à ébullition (3/4 d'heure). Jauger à 500ml.

Le dosage s'effectue à l'autoanalyseur.

DOSAGE DU CARBONE (C)

La méthode utilisée est celle proposée par Anne. L'échantillon initial de 10 g de terre bien homogénéisée est écrasé au mortier et passé intégralement au tamis de 0,2mm.

Sur le tamisat, peser à 0,5g de terre dans les matras.

Une fois placés en ligne, on verse 10cm³ d'un mélange sulfochromique. Le dosage s'effectue ensuite par autoanalyseur.

Cette méthode est d'une précision tout à fait relative. De surcroit, le broyage s'effectue sans élimination des petits charbons de bois susceptibles de se trouver dans le sédiment de l'échantillon traité .

DOSAGE DE L'AZOTE

Le dosage de l'azote total dans les sols par la méthode de Kjeldahl est pratiqué depuis très longtemps. Cette méthode d'extraction donne satisfaction; les résultats, sans être d'une très grande précision, sont suffisamment reproductibles pour convenir à l'analyse des sols.

Le sol est attaqué à l'ébullition par l'acide sulfurique concentré en présence d'un catalyseur; la totalité de l'azote organique est transformée en sulfate d'ammoniaque. C'est l'ion ammonium qui est ensuite dosé, la petite quantité d'ion nitrique existant dans le milieu n'apportant pas d'erreur appréciable dans le dosage.

DOSAGE DU FER LIBRE (Méthode DEB modifiée)

Attaque

- Peser 1 g de sol, placé dans un erlenmeyer.
- Ajouter 50 ml de tartrate de Na à 0,2 N (46 g par litre).
- Agiter. Ajouter 2 g d'hydrosulfite de Na.
- Placer au bain de sable, ou bain-marie, à 40°. Agiter 1/2 heure par intermittence. Centrifuger, laver par ClH N/20 à 40° (30 ml environ); centrifuger.
- Transvaser ballon de 100 ml. Ajuster à 100.
- Centrifuger environ 20 ml et prélever à la pipette une partie aliquote, par exemple 10 ml = 0,1 g de sol.

Colorimétrie ferrique

- Détruire la matière organique au bain de sable, par mélange sulfo-nitrique.
- Dans ce but ajouter d'abord 1 ml de SO₄ H₂ pur aux 10 ml d'extrait placés dans une capsule sur le bain de sable.
- Laisser évaporer partiellement, puis ajouter goutte à goutte environ 1/2 ml de NO₃ H pur.
- Laisser évaporer ensuite les deux tiers, jusqu'à ce que le précipité de soufre formé se rassemble au fond de la capsule.
- Centrifuger le tout, décanter dans un ballon de 100, laver le précipité et centrifuger à nouveau.
- Amener à 100, prélever une partie aliquote, par exemple 10 ml (= 0,01 g de sol).
- Mettre dans un ballon jaugé de 50 + 2 ml d'eau régale à 50%.
- Amener à 50.
- Verser dans un petit bécher et ajouter 10 ml de sulfocyanure d'Am. à 10%, = 2 gouttes H₂ O₂.
- Colorimétrer après 1/2 heure d'attente, par comparaison avec une ou plusieurs liqueurs étalons.

Préparation des liqueurs étalons

- Peser 100 mg de fer métal très pur.
- Attaquer par ClH pur, avec un peu d'eau chaude.
- Diluer dans 1 litre d'eau distillée.
- Prendre 5, 10, 20, 30 ml. Amener à 100.
- Prendre 10 ml correspondant à 0,05, 0,1, 0,2, 0,3 mg de fer métal.
- Mettre dans un ballon de 50. Ajouter 2 ml d'eau régale à 50% + 1 goutte SO₄ H₂. Compléter à 50.
- Ajouter 10 ml de sulfocyanure d'Am. à 10%.

DOSAGE DE L'ALUMINIUM ECHANGEABLE (Colorimétrie)

Extraction sur 20 g de sol, soit par agitation mécanique pendant une heure en présence de 150 ml ClK N, soit par percolation, avec la même solution, par la même méthode que pour le dosage de S. Prélever 50 ml (ou 100 ml), précipiter le fer en ajoutant rapidement et à chaud 5 ml de NaOH 5 N dans 50 ml de solution.

- Amener à 100, filtrer, prélever une fraction aliquote.
- Amener à pH 3 à 4 par adjonction d'acide acétique et d'HCl.
- Amener à 100 ou 200 suivant richesse en Al (solution A).

Colorimétrie

- Dans des fioles de 50 ml mettre : 10 ml d'une solution tampon à pH 4,2 (acide acétique et soude); 20 ml d'eau distillée environ; 10 ml de la solution d'aluminon, agiter; 1 fraction aliquote de la solution A; Amener à 50 ml, agiter.
- Colorimétrer après 25 minutes à 520 m μ , en utilisant des témoins préparés dans les mêmes conditions, à 35, 20, 10, 5, 0 d'aluminium.

Réactifs

- Solution tampon pH 4,2 : 60 ml d'acide acétique, dilués à 900 ml, avec eau distillée; 100 ml NaOH 10%; finalement, ajuster à pH 4,2.
- Aluminon : dissoudre 0,2 g d'aluminon dans 100 ml de solution tampon et compléter à 500 ml avec eau distillée.
- Solution standard d'aluminium : dissoudre 500 mg d'aluminium par 15 ml ClH 6 N, amener à 1 litre; prendre 10 ml de cette solution et l'amener à 1 litre, ce qui donne une solution contenant 5 d'aluminium par ml.