

Répartition du fer dans un sol artificiel

(Etude à la microsonde électronique)

C. JEANSON

Muséum National d'Historie Naturelle, Laboratoire d'Ecologie, Brunoy, France

Le sol artificiel réalisé est un modèle d'un sol agricole d'une région tempérée où est enfouie une récolte de paille.

A l'origine, le but poursuivi est de mettre en évidence le rôle de la faune, considérée comme un facteur de pédogénèse, par une méthode de pédozoologie expérimentale [8, 9], issue de la pédologie expérimentale de Bétrémieux et Henin [2].

A la suite de l'examen microscopique en lames minces, des matériaux du sol artificiel, en fin d'élevage [11], il est apparu possible d'atteindre un second objectif: l'étude micromorphologique de dépôts formés en quelques mois autour de galeries de Lombricides [12, 13]. Dans le cas le plus complexe le dépôt est formé d'auréoles concentriques d'oxydes de fer, de matières humiques, d'argile, de calcite.

Grâce à la microsonde électronique (microprobe analyser) de Castaing [5, 6] un troisième objectif est possible: l'étude des relations entre le fer, la matière organique et l'argile à l'échelle du micron. Les premiers résultats de cette tentative vont être exposés ici; des images montreront le mode d'association de ces matériaux et des analyses ponctuelles, la répartition du fer.

MÉTHODE

1. PRÉPARATION DU SOL ARTIFICIEL

a) Dispositif

Des tubes de verre de 30 cm de hauteur et de 10 cm de diamètre (fig. 1) sont sciés en deux longitudinalement pour faciliter le démoulage.

Les deux moitiés sont rassemblées par deux colliers de serrage et l'étanchéité est assurée par du mastic. La base du tube est fermée par un nylon à bluter maintenant la terre et baigne dans 3 cm d'eau. L'ouverture supérieure est obturée par une éponge de caoutchouc humidifiée et un verre de montre.

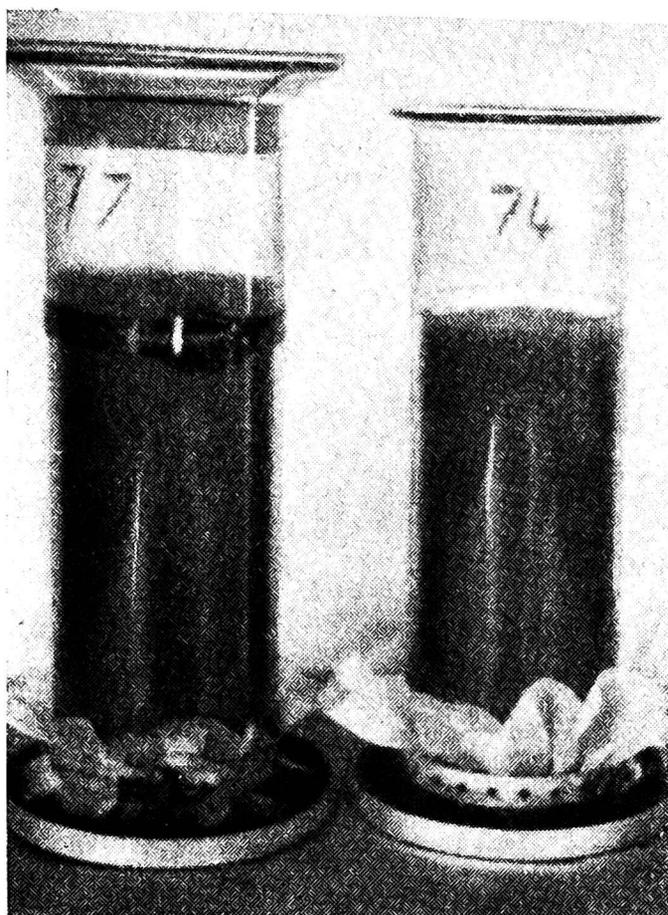


Fig. 1. Dispositif expérimental (hauteur des tubes 30 cm).

b) Matériaux

Le matériau de base est un limon argileux, horizon profond d'un sol de type A C, formé sur une mollasse stampienne dans le sud-ouest de la France.

L'analyse granulométrique du prélèvement est donnée au tableau 1, l'analyse chimique au tableau 2.

La terre est tamisée à 2 mm. Dans la moitié supérieure du tube elle est mélangée à 5% de paille de blé, calibrée de 0,2 à 0,5 mm, et à 7 pour 1000 d'azote sous forme de sulfate d'ammonium pour favoriser l'humification de la paille. Ce pourcentage de paille, supérieur à celui qui correspond à l'enfouissement d'une récolte dans le sol agricole (1 à 1,5 pour 1000), est choisi pour tenter d'intensifier certains phénomènes pédologiques.

c) Conditions de milieu

Le contrôle du milieu s'étend à la fois aux facteurs abiotiques et biotiques et au facteur temps.

Facteur pédologique. La densité des colonnes de limon argileux est constante (1,15), homogène sur toute leur hauteur et voisine de celle du sol (souvent de 1,3). Elle est obtenue par un remplissage par petites pelletées, en imprimant au tube un mouvement de rotation à chacune d'elles.

Facteurs climatiques. Ils sont également constants. Les essais sont effectués dans une pièce obscure à 20° (+0,5°). L'éclairement est limité à 15 minutes par jour au moment des observations.

L'humidification est assurée par un plan d'eau de 3 cm, maintenu constant à la base des colonnes dans des plateaux émaillés alimentés par un réservoir. L'humidité est en moyenne de 21%, avec un maximum de 25% à la base et un minimum de 15% au sommet des colonnes de terre.

Facteur zoologique. Deux *Lumbricus terrestris*, espèce de grande taille fréquente dans les sols cultivés entre la surface et 2 m, sont introduits dans les colonnes de terre.

Tableau 1. Analyse granulométrique du niveau 40-60 cm. Les Varennes^a
(pour 100 de terre fine sèche)

Argile	<0,002 mm	33,8
Limon fin	(0,02-0,002 mm)	19,1
Limon grossier	(0,05-0,02 mm)	23,6
Sable fin	(0,2-0,05 mm)	13,7
Sable grossier	(2-0,2 mm)	7,2

^a 20 km à l'Est de Toulouse.

Tableau 2. Analyse chimique du niveau 40-60 cm. Les Varennes
(pour 1000 de terre fine sèche)

Azote	0,39
Carbone	3,7
P ₂ O ₅ assimilable	0,20 (extraction citrique)
Bases échangeables	
K ₂ O	0,12
CaO	4,22
MgO	0,96
Capacité d'échange	19,8 milliéquivalents pour 100
pH	7,4

Facteur microbiologique. Il n'est pas contrôlé. La nature et l'importance des populations microbiennes, en effet, ne sont pas précisées dans cette étude.

Facteur temps. La durée de l'expérience a été de 4 mois 1/2.

2. PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONS

a) Séchage

Les lombricides sont extraits de la terre par le courant électrique (110 V, 1/2 A) [10, 12] pour éviter que, dans des mesures non relatées ici, s'introduise une erreur majeure dans l'évolution de la matière organique.

En fin d'expérience les colonnes de terre sont séchées à l'étuve à 75° pendant 3 jours; ce séchage les transforme en monolithes très durs qui se démoulent très facilement à l'ouverture des tubes. Ils restent néanmoins friables et nécessite une consolidation.

b) *Plastification — Lames minces*

Les monolithes sont plastifiés par l'injection sous vide d'un mélange de vestopal H, de monostyrène, de cobalt octoate et de cyclohexanon peroxyde, selon la technique de Jongerius et Heintzberger [14]. Ils sont ensuite sciés sous pulvérisation d'huile et débités en petits parallélépipèdes orientés de 45 mm × 30 mm × X. Ces deux dimensions imposées par les dimensions du porte objet de la microsonde seront celles des lames.

Le polissage se fait à la poudre diamant ($\phi = 3\mu$) en suspension dans de l'huile aux silicones, il est particulièrement soigné car de sa qualité dépendra la précision des mesures.

Les lames minces sont montées sans couvre objet. Elles ont 30 à 40 μ d'épaisseur et sont collées au "lakeside" sur verre dépoli. Le stratyl et l'araldite conviennent également pour le collage.

3. EXAMEN À LA MICROSONDE ÉLECTRONIQUE DE CASTAING

Les premiers essais datent de 1964. Des lames de grandes dimensions (15 cm × 8 cm × 20 μ) de fabrication classique [14] avaient été fragmentées et découvertes [12].

La colle (vestopal H + cobalt octoate + cyclohexanon peroxyde) gênait le bombardement électronique et produisait un bruit de fond important. Elle cédait ensuite rapidement ce qui provoquait l'éclatement de la préparation.

Le montage utilisé actuellement, lakeside ou stratyl sur verre dépoli, résiste très bien au bombardement électronique même prolongé. Toutefois, il subsiste une certaine fragilité due, sans doute, à la plastification par le vestopal. Des traces du faisceau électronique s'inscrivent ainsi progressivement sur les zones étudiées. A la fin d'un balayage, elles arrivent à en masquer les contours (fig. 2), en particulier au niveau des matériaux tendres comme les fragments de paille et les plages argileuses. Les minéraux par contre restent très visibles.

a) *La métallisation*

La lame mince est métallisée superficiellement par une fine pellicule (100 à 250 Å) de nickel obtenue par volatilisation sous vide. Selon la nature des éléments étudiés d'autres métaux peuvent être utilisés: l'aluminium, le cuivre, l'or.

Les minéraux étant mauvais conducteurs, cette métallisation assure leur conductibilité. Elle évite ainsi la déviation de la trajectoire du fais-

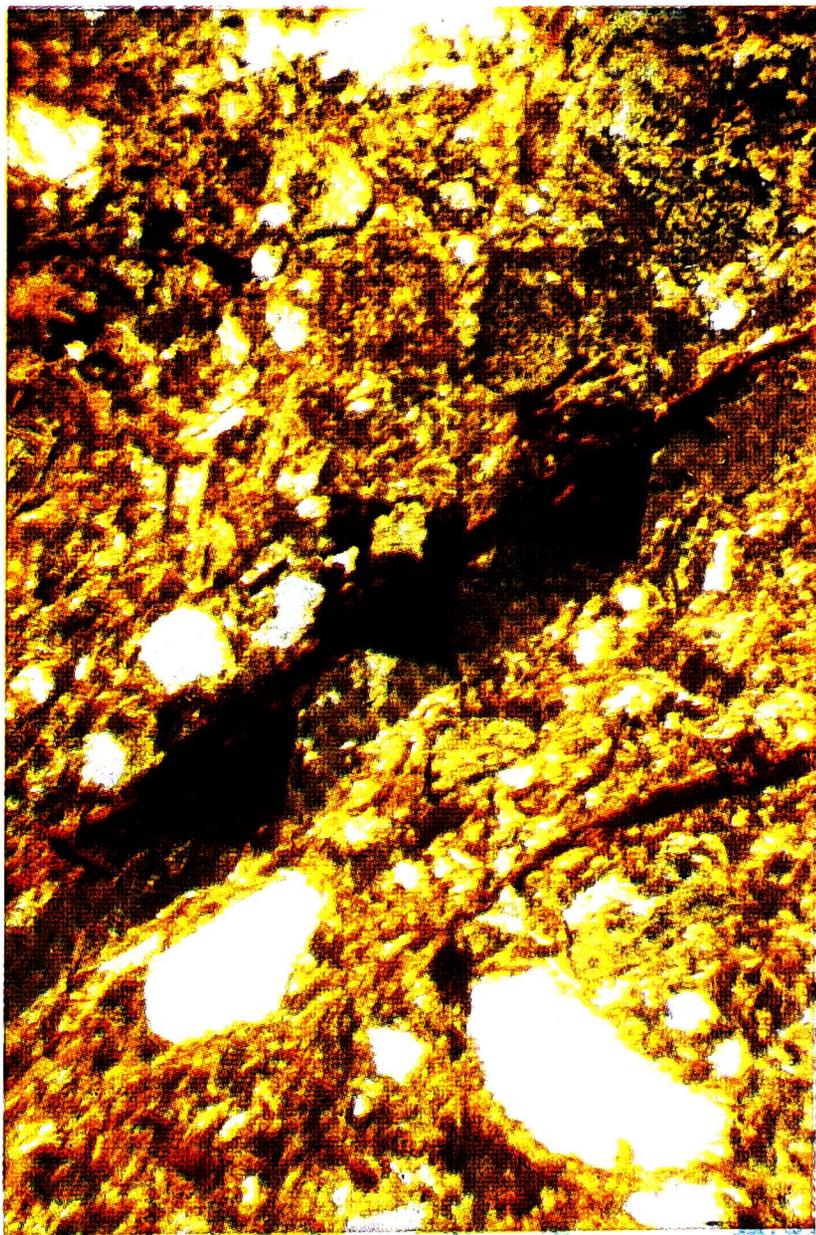


Fig. 2. Lame mince dans un limon argileux (lumière naturelle). Trois traces de balayage électronique ($100\ \mu$ de côté) sur un fragment de paille fortement humifié.

ceau d'électrons, qui pourrait se produire sous l'effet électrostatique d'une charge de la zone examinée, et le déplacement du point d'impact.

b) Appareil M S/46

Le principe de la méthode de microanalyse par sonde électronique est une application de la spectrographie d'émission [5]: il repose sur la mesure des intensités de rayonnements caractéristiques émis par un échantillon soumis au bombardement d'un faisceau concentré d'électrons.

La microsonde utilisée, de type MS/46 réalisé par C.A.M.E.C.A.¹ comprend:

— un microscope optique qui permet de localiser avec précision le point d'analyse et de l'observer pendant les mesures.

— un poste d'émission du faisceau électronique. Les électrons obtenus par chauffage d'un filament de tungstène sous vide, accélérés sous haute tension, sont canalisés par deux lentilles électromagnétiques. Par excitation directe le volume bombardé émet des radiations dont la fréquence est reliée au nombre atomique de l'élément chimique qu'il contient (Loi de Moseley).

— quatre spectromètres à rayons X permettent de caractériser la nature des radiations émises par tout élément de numéro atomique supérieur à II (Sodium à Uranium). L'intensité du rayonnement est mesurée par des compteurs proportionnels de type Geiger-Müller.

RESULTATS

La répartition électronique du fer est observée sur des globules ferriques, des plages argileuses, des fragments de paille humifiée.

1. GLOBULES FERRIQUES

a) Examen microscopique

Les globules ferriques sont présents dans le limon argileux, matériau de base du sol artificiel réalisé. Ils existent dans toute les fractions granulométriques de 2 mm à 0,02 mm et sont particulièrement abondants entre 2 mm et 1 mm. Ils n'ont pu être isolés quantitativement pour chaque fraction, par suite de l'insuffisance de différence de leur propriété magnétique à l'électro-aimant, avec celle des autres matériaux.

A la loupe binoculaire les globules ferriques paraissent de couleur noire à gris foncé. Leur forme est le plus souvent arrondie; quelques uns sont cependant irréguliers et anguleux. Ils ont un aspect, soit fortement scoriacés avec des inclusions de quartz surtout dans les sables grossiers,

¹ Compagnie d'Applications Mécanique à l'Electronique au Cinéma et à l'Atomistique.

soit finement scoriacés sans inclusion. Ces derniers s'écrasent à la pince plus facilement que les premiers.

Au microscope polarisant, les lames minces montrent que les globules ferriques ont la même nature minéralogique que leur gangue. Les grains de quartz sont soudés entre eux par des composés ferrugineux particulièrement concentrés au niveau de ces accidents pédologiques. L'analyse aux rayons X montre d'ailleurs que ces globules sont formés surtout d'hématite.

Leur assemblage interne est de deux types. Les uns ont un assemblage indifférencié sans orientation du plasme, ni distribution caractéristique des constituants et des vides. Ils correspondent aux "nodules" de Brewer [4]. Brun clair, de forme arrondie ou irrégulière, leur individualisation est variable et leur contour est soit net, soit diffus.

D'autres globules moins fréquents ont un assemblage concentrique. Les constituants sont disposés en zones sensiblement parallèles, sortes de feuillets imbriqués les uns dans les autres. Ces "concrétions" [4] sont fortement brunes, toujours de forme arrondie, avec une individualisation très marquée par un contour très net.

b) Examen à la microsonde

Analyse qualitative. L'image électronique (fig. 3) est obtenue par balayage automatique et amplification des électrons rétrodiffusés. Elle montre le relief d'une partie seulement d'une concrétion ainsi que le nombre atomique moyen. La répartition des éléments (en noir) est très hétérogène avec des amas globuleux allongés et alignés séparés par des parties très claires.

L'image X (fig. 4) correspondant à cette image électronique met en évidence la répartition du fer sur une sorte de carte semi-quantitative. Elle est obtenue par déplacement électro-mécanique de l'échantillon exploré ligne par ligne par le faisceau électronique incident. L'hétérogénéité est ici moins prononcée et mis à part deux corpuscules arrondis très blancs donc très riches en fer, la répartition du fer ne présente pas de forme particulière.

Analyse quantitative. Les dosages ponctuels ($1 \mu^3$) faits sur cette zone de 100μ de côté, s'étalent entre 0% pour les taches noires et 1,2 à 34,8% pour les corpuscules très blancs avec une moyenne de 5,96%. A titre indicatif, les dix mesures effectuées sont les suivantes: 1,23 — 1,55 — 2,43 — 2,46 — 2,71 — 2,96 — 3,00 — 3,14 — 5,42 — 34,8%.

La précision relative des mesures varie, de 5% dans les meilleures conditions et pour les fortes teneurs, à 30% dans les plus mauvaises et pour les faibles teneurs.



Fig. 3. Image électronique d'une concrétion ferrugineuse (100 μ de côté).



Fig. 4. Image x de la répartition du fer dans une concrétion ferrugineuse (100 μ de côté, même zone que fig. 3).

2. PLAGES ARGILEUSES

La fraction argileuse $<$ à 2 μ est formée surtout de montmorillonite avec un peu de kaolinite, d'illite et de quartz.

a) Examen microscopique

Un plasma réticulé enveloppe les grains du squelette formé surtout

de quartz réparti d'une manière homogène. Dans certaines zones sont concentrés des matériaux fortement orientés et nettement délimités.

b) Examen à la microsonde

La figure 5 montre une image X de la répartition du fer sur $(100 \mu)^2$. Malgré la densité plus forte dans le 1/3 supérieur, les corpuscules de fer sont ici répartis d'une manière beaucoup plus homogène que dans les concrétions.

Il aurait été intéressant de faire perpendiculairement à l'orientation de cette plage une traversée à la microsonde électronique comme l'a fait, entre autres, Lovering² sur un "ferri-argilan". Toutes les teneurs en fer obtenues sur une ligne sont ainsi enregistrées graphiquement. Une panne technique ne nous a pas permis de faire une telle traversée.

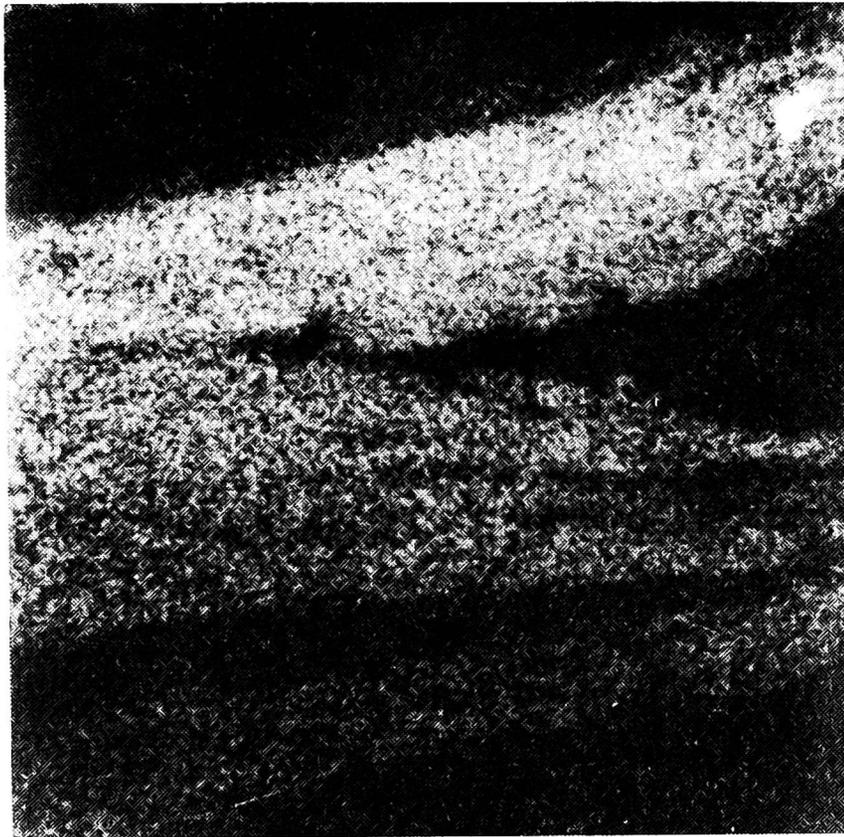


Fig. 5. Image x de la répartition du fer dans une plage ferro-argileuse (100μ de côté).

3. FRAGMENTS DE PAILLE

a) Examen microscopique

Le stade de décomposition des fragments de paille introduite est très variable. Généralement les plus petits (0,2 mm) sont plus humifiés que les grands (0,5 mm). Les parois de leurs cellules végétales ne sont plus identifiables; seule la silhouette du fragment est encore reconnaissable matérialisée par une masse allongée d'une substance brun foncé. Ceci correspond aux "résidus végétaux fortement humifiés" de la classification proposée par Babel [1].

² Cité par Brewer [4] p. 386.

Les grandes particules de paille entrent dans la catégorie des "résidus végétaux faiblement humifiés". Les parois cellulaires sont identifiables et colorées par un matériel brun à brun rouge.

b) *Examen à la microsonde*

La figure 6 est une image X de la répartition du fer sur un fragment de paille fortement humifié. Ce fragment est visible en entier à la figure 2 et la zone étudiée (100μ)² correspond à la trace centrale du balayage électronique. La densité des amas de fer est très forte sur l'emplacement même du fragment de paille.

La figure 7 est une image X de la répartition du fer sur une partie d'un fragment de paille de grande taille. Moins humifié que le précédent, il apparaît en noir, très faiblement parsemé de petits corpuscules de fer. Les amas importants s'accumulent de part et d'autres de la paille.

4. INTERPRÉTATION

L'interprétation de la répartition du fer est délicate, tant pour les concrétions que pour les plages ferro-argileuses et les fragments de paille.

Les concrétions ferrugineuses sont soumises à de nouvelles conditions physico-chimiques, différentes de celles de leur milieu d'origine. Ceci est dû surtout à la fermentation du mélange paille+azote sous l'action des microorganismes. Il est alors possible que les concrétions et surtout les nodules les plus fragiles, c'est à dire ceux dont les contours diffus et mal individualisés, laissent leur fer se solubiliser. Le fer passe ainsi de l'état ferrique à l'état ferreux et migre dans les colonnes de terre; il est ensuite susceptible, au contact d'une zone aérée, de précipiter et de reprendre son état ferrique [3]. C'est ce qui paraît se produire au voisinage des fragments de paille. En effet, ils sont très souvent associés à un pore ayant un volume trois à quatre fois supérieur car lors du mélange le contact, entre la paille et les agrégats, se fait imparfaitement.

Ceci pourrait être une hypothèse de la formation des amas de fer situés de part et d'autre du fragment de paille peu humifié (fig. 7).

Pour le cas des amas de fer très denses à l'emplacement de la paille (fig. 6), l'interprétation peut faire appel aux mêmes phénomènes de solubilisation et de migration. Mais, la localisation du dépôt proprement dit est difficile à préciser. Est-il mêlé à la matière brun foncé provenant de la décomposition de la paille? A-t-il remplacé progressivement le contenu cellulaire au fure et à mesure où il s'humifiait? Autant de questions qui ne peuvent, avec les clichés dont nous disposons, recevoir de réponses satisfaisantes. Il serait nécessaire de reprendre des essais analogues en échelonnant dans le temps les prélèvements étudiés à la microsonde pour essayer de saisir les diverses phases de cette microglyification.

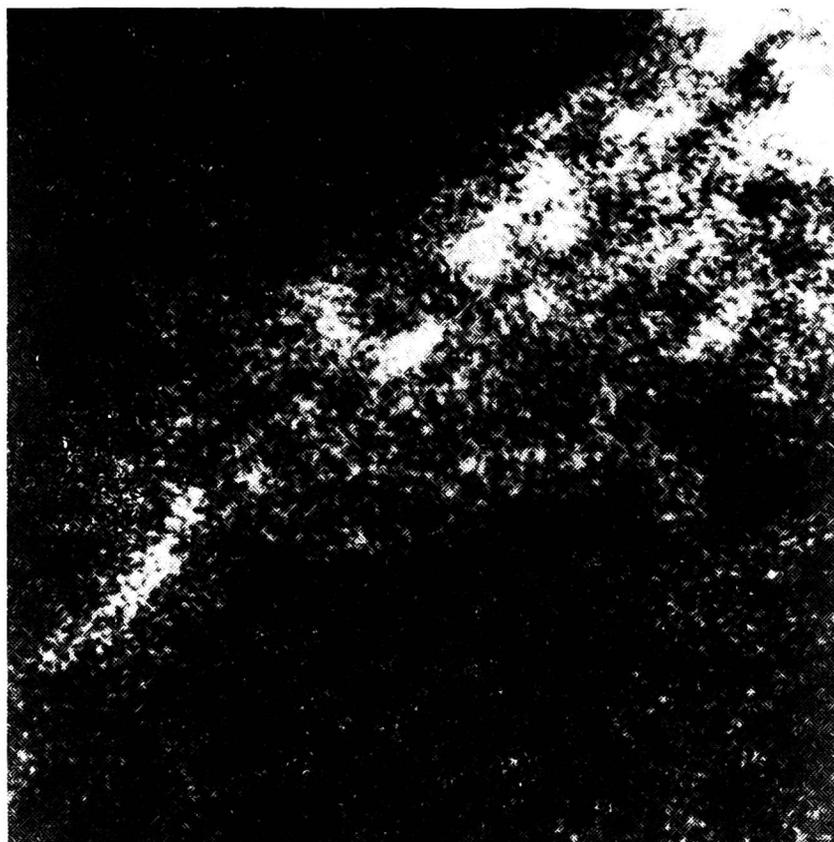


Fig. 6. Image x de la répartition du fer dans un fragment de paille fortement humifié (100 μ de côté).

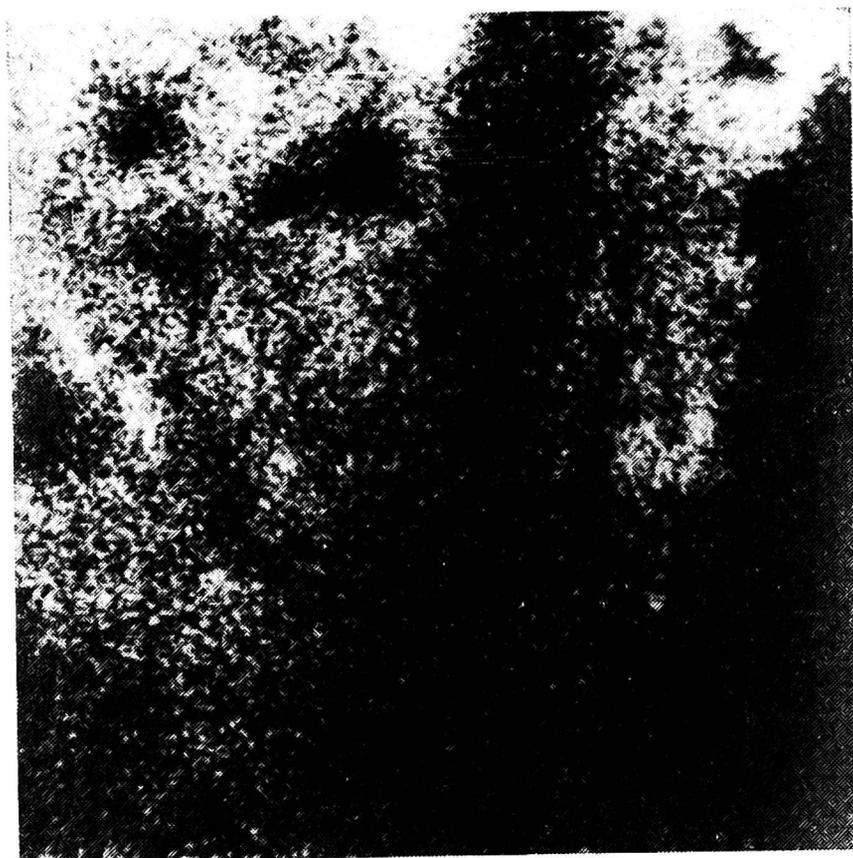


Fig. 7. Image x de la répartition du fer dans un fragment de paille faiblement humifié (100 μ de côté). La bande noire correspond à la paille.

Dans les plages ferro-argileuses, il n'est pas possible, d'après ces images de localiser la position des petits corpuscules de fer par rapport aux particules argileuses. L'examen de la fraction argileuse seule, à de plus forts grossissements, pourrait peut-être permettre de préciser cette question. Greenland *et al.* [7] ont mis ainsi en évidence, l'existence de

revêtements de corpuscules d'oxydes de fer (50 à 100 Å) en bordure des feuillets d'une kaolinite.

CONCLUSION

Les quelques clichés et mesures présentés dans cette note sont une première tentative d'utilisation de la microsonde électronique de Castaing pour l'étude de la répartition du fer sur des lames minces de sol. D'autres observations sont en cours, actuellement restreintes par les limites de la microsonde elle-même. Mais, les perspectives de l'amélioration des performances de la microsonde laisse prévoir, pour un avenir très proche, qu'il lui sera possible de détecter le carbone. Elle deviendra, alors, un outil très précieux et auxiliaire indispensable pour approfondir toute étude micromorphologique.

Remerciements. Au Bureau de Recherches Géologiques et Minières de Paris et plus particulièrement à Messieurs Rémond et Girot et à leur collaborateur technique pour les mesures, et les clichés faits à la microsonde électronique.

A Mademoiselle Causse du C.N.R.S. et à Messieurs Marty et Tessier du C.N.R.A. pour les autres analyses.

RESUMÉ

Des mesures et des clichés obtenus à la microsonde électronique de Castaing mettent en évidence la répartition du fer dans des concrétions ferrugineuses, des plages ferro-argileuses et des fragments de paille humifiée d'un limon argileux soumis à des conditions de milieu contrôlées.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

1. Babel U., 1965. La classification des résidus végétaux dans des préparations d'humus examinées au microscope. *Ztsch. für Pflanzenernähr.* 109, 1, 17-26.
2. Bétrémieux R., Henin S., 1948. Essais de Pédologie expérimentale. *C.R. Ac. Sc.* 227, 1393-1395.
3. Bétrémieux R., 1951. Etude expérimentale de l'évolution du fer et du manganèse dans les sols. Thèse. *Ann. Agr.* 3, 193-295.
4. Brewer R., 1964. Fabric and mineral analysis of soils. J. Wiley, Sydney. 470 pp.
5. Castaing R., 1951. Application des sondes électroniques à une méthode d'analyse ponctuelle chimique et cristallographique. Thèse. Publication O.N.E.R.A. 55.
6. Castaing R., Deschamps P., Philibert I., 1966. Optique des rayons X et microanalyse. 708 pp. Hermann Paris.
7. Greenland D. J., Oades J. M., Sherwin T. W., 1968. Electron-microscope observations of iron oxides in red soils. *J. of Soil Sci. (Oxford)*, 19, 1, 123-126.
8. Jeanson C., 1961. Sur une méthode d'étude du comportement de la faune du sol et de sa contribution à la pédogénèse. *C. R. Ac. Sc.* 253, 2571-2573.

9. Jeanson C., 1963. Perspective de la Pédozoologie expérimentale. Proceeding of the XVI International Congress of Zoology. Washington D. C. 2, 311.
10. Jeanson C., 1963. Extracteur de vers de terre par le courant électrique. Brevet d'invention du 12.10.64, n° 1378869, 5 pp. Notice C.N.R.S. de la 60^{ème} exposition de Physique 1964.
11. Jeanson C., 1964. Micromorphologie et Pédozoologie expérimentale: étude sur lames minces de grandes dimensions de la structure créée par des Lombricides. In Soil Micromorphology. Jongerius A., Elsevier, Amsterdam, 47-55.
12. Jeanson C., 1966. Essai de Pédozoologie expérimentale: morphologie d'un sol artificiel structuré par les Lombricides. Thèse. Mémoires du Muséum national d'histoire naturelle, A, XLVI, 3, 211-357, 48 tab., 61 fig., 31 phot., Paris 1968.
13. Jeanson C., 1967. Migrations chimiques dans un sol artificiel: étude micromorphologique. Geoderma I, 325-345; Elsevier, Amsterdam.
14. Jongerius A., Heintzberger G., 1963. The preparation of mammoth-sized thin sections. Soil survey papers. (P. B.), 1, 37 pp.

Distribution of iron in an artificial soil

(A study with the microprobe analyser)

Summary

The presence of iron oxides at preferential levels is an important pedogenetic index in certain soils. The nature and localization of iron in the soil profile indicate the phenomena that have contributed to its formation, namely: organic matter, and its decomposition, aeration, water regime and physico-chemical conditions. The aim of this study is to show the qualitative and quantitative distribution of iron in non-disturbed sample derived from an artificial soil, model of a soil *in situ*.

The experiment was conducted in a controlled environment. The model is made in the laboratory by packing into columns the soil taken from the B horizon of a silty soil containing iron concretions. The top half of the columns are humidified by capillarity and each receives 2 *Lumbicus terrestris* for a period of 6 months at 20°C. According to the procedure of experimental pedology, these artificial models are thus subjected to the following controlled factors: climate, nature of materials and animals, time.

After the earthworms have been removed, the soil columns are consolidated by polyester resin impregnation to facilitate the preparation of thin sections. The micromorphological study of these sections under polarizing microscope enables localization of structures resulting from biological activities associated with the iron deposits.

When the thin sections have been fixed and metallized, the iron deposits in the walls of the tunnels made by the earthworms and along the soil fissures are examined with microprobe analyser and compared with the iron concretions.

The iron oxides are concentrated in three places: in clusters on fragments of straw, in concentric circles (1-2 mm) around tunnels and fissures, where they are often associated with humified organic matter.

Electronic and X-rays pictures of the iron accumulation zones are made. Measures of test areas (1 square micron) within these zones show a very heterogeneous distribution of iron varying by a factor from 1 to 35. The iron content falls to 0 in regions rich in humified organic matter.

The relationships between the morphology of deposits, their iron content, their association with the humified organic matter and the structure of the medium are shown.