

Sur les méthodes de prélèvement et de préparation des échantillons de sol

par

F. DUGAIN

Chimiste pédologue à l'O. R. S. T. O. M.

On a plus souvent tendance à rechercher la précision dans les méthodes analytiques que dans la préparation de ce qu'on doit analyser. Or, les trois phases que comporte l'analyse d'un sol, à savoir :

- le prélèvement sur le terrain,
- la préparation de l'échantillon,
- l'analyse elle-même,

revêtent en fait une importance égale — on pourrait même avancer que les deux premières sont des sources d'erreurs plus importantes parce que non soumises à des règles définies. Il est, d'autre part, impossible de contrôler la qualité d'un échantillonnage, et si celle-ci est défectueuse, on ne pourra guère avoir recours à divers recoupements comme pour les résultats d'analyses eux-mêmes.

Le problème général de l'échantillonnage, quelle que soit l'analyse demandée consiste à obtenir une partie aussi représentative que possible de l'ensemble que l'on veut caractériser. Ce problème est d'autant plus difficile qu'il suffit à l'analyste de 50 à 500 g de substance pour conduire une série de déterminations dont les résultats doivent être en principe identiques à ceux qu'il aurait obtenus en analysant les quelques tonnes ou dizaines de tonnes du lot.

On conçoit la nécessité d'apporter tout le soin possible à l'élaboration de l'échantillon final : s'il ne représente pas fidèlement l'ensemble d'où il est extrait, les méthodes analytiques les plus perfectionnées et les plus précises n'empêcheront pas que le résultat tout en étant parfaitement juste, n'en soit pas moins inutile, voire dangereux.

Or, il est difficile d'imaginer un milieu plus hétérogène que le sol : non seulement, la plupart des éléments semblent disposés en « poches » d'inégales teneurs, mais encore le plus petit échantillon, composé de grains de différentes dimensions et de différente nature, garde toujours un certain caractère hétérogène.

D'autre part, les « masses » à caractériser sont énormes comparées à celles qui doivent les représenter :

Dans le cas le plus favorable, celui d'une parcelle expérimentale de 200 m² où l'on n'étudie que les 20 premiers centimètres de sol, on a cependant à caractériser près de 70 tonnes de terre.

Lorsqu'il s'agit d'une analyse sur plantation de 10 ha, l'échantillon doit représenter 25 000 tonnes de sol. On conçoit que « l'image » puisse être facilement différente de l'objet.

L'étude approfondie et complète de l'échantillonnage du sol n'est pas à notre portée, elle exigerait une trop grande quantité d'analyses, d'ailleurs si l'on en juge d'après la littérature, il n'existe pas à vrai dire de solution idéale au problème. Chacun, suivant le travail à effectuer, la précision recherchée, doit établir quelle serait la technique idéale, puis, en tenant compte des moyens matériels et du temps dont il dispose, adopter une méthode aussi bonne que possible, en cherchant à déterminer l'erreur moyenne inhérente à cette méthode.

Bien qu'il ne soit discuté par personne, le caractère hétérogène du sol est cependant beaucoup plus marqué qu'on ne le pense.

Assez paradoxalement, l'hétérogénéité ne semble pas plus accusée sur de grandes surfaces que sur des petites, bien qu'on ne possède qu'assez peu de données précises au sujet des grandes superficies.

Sur 1 m², par exemple (1), 60 prélè-

vements donnent pour le Potassium les valeurs suivantes :

- Moyenne : 100,
- Maximum : 200,
- Minimum : 43.

Sur une distance de 40 m, les résultats varient de 0,01 à 0,06 (2), soit pratiquement dans les mêmes proportions que précédemment.

Quoi qu'il en soit, on se rend compte facilement que les techniques de prélè-

vement ne peuvent être les mêmes lorsqu'il s'agit pour un pédologue de travailler :

- en station expérimentale,
- sur plantation,
- en prospection générale.

Ayant eu à travailler dans les trois cas, nous étudierons le problème en ce qui concerne les parcelles expérimentales ; pour les deux autres, nous nous contenterons d'exposer la technique adoptée et les résultats qu'elle donne.

Hétérogénéité du sol en parcelles expérimentales

En 1954, G. MONNIER (3) avait constaté que les techniques employées en bananeraie ne donnaient pas entière satisfaction. En mélangeant de diverses façons, des échantillons pris au hasard sur une parcelle, il en concluait que 11 prélèvements donnaient une valeur suffisamment représentative. La méthode, bien que satisfaisante, ne nous a pas semblé absolument rigoureuse. Afin de traiter le problème avec plus de précision, nous avons opéré de la façon suivante :

sur une parcelle de 140 m² (fig. 1) 10 prélèvements ont été effectués et dosés séparément (Carbone, Azote, Matière humique). Les résultats obtenus permettent d'étudier le problème d'assez près.

Carbone organique (fig. 2).

Les 10 résultats donnent une moyenne de 6,47 ‰ et varient de 5,5

à 7,6. Le calcul de l'écart type montre que cette moyenne est en réalité de :

$$6,47 \pm 0,48$$

on ne peut donc pas garantir le premier chiffre décimal et l'erreur est de 7,4 %.

La première question qui se pose est de savoir quelle précision on peut raisonnablement exiger. En effet, l'erreur commise sur le résultat n'est pas entièrement due à l'échantillonnage, elle comprend également l'erreur d'analyse.

Pour évaluer cette dernière, le même dosage répété 10 fois sur le même échantillon (fig. 3) montre que la méthode permet, lorsque le dosage est fait en double, une précision de 1,3 %, ce qui est faible comparé à l'erreur d'échantillonnage.

Si l'on voulait atteindre une précision analogue dans ce domaine, soit 1 %, il faudrait une précision absolue de 0,06 — d'où un nombre de prélèvements (en

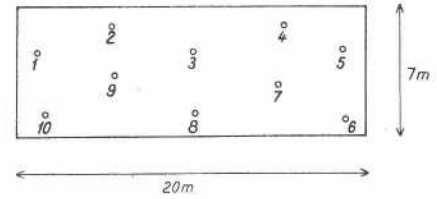


Fig 1 — Répartition des 10 prélèvements sur parcelle expérimentale

admettant que la variance reste constante quelque soit n)

$$n \times \frac{4 \sigma^2}{(2 \sigma m)^2} = 666$$

Note n° 1.

Comme on n'a que 10 résultats (au lieu d'un très grand nombre) l'intervalle de confiance devrait être obtenu en prenant 2,3 σm de part et d'autre de la moyenne (au lieu de 2 σm) ; si bien que la teneur moyenne en C par exemple est 6,47 \pm 0,55, ce qui signifie qu'il y a 95 chances sur 100 pour que la teneur cherchée soit comprise entre 5,92 et 7,02.

Un résultat isolé, si on ne faisait qu'un dosage, pourrait très bien varier de $\bar{x} - 2,3 \sigma$ à $\bar{x} + 2,3 \sigma$ c'est-à-dire de 4,70 à 8,24, sans que l'on puisse pour cela le considérer comme aberrant.

Dans ce cas

$$\sigma = \sqrt{\frac{5,36}{9}} = \sqrt{0,5955} = \pm 0,77$$

$$\sigma m = \frac{\sigma}{\sqrt{n}} = 0,24$$

Pour erreur de 5 %, c'est finalement 30 prélèvements qu'il faudrait.

N°	C ‰		
1	5,6	$\Sigma(x) = 64,7$	$\bar{x} = 6,47 \pm 0,48$
2	6,2		
3	7,3	$\Sigma x^2 = 423,97$	erreur % = 7,4
4	7,5	$\frac{\Sigma(x^2)}{n} = 418,61$	pour 1 %, $2 \sigma m = 0,06$
5	5,5		$n = \frac{4 \sigma^2}{(2 \sigma m)^2} = 666$
6	6,5	$y = 5,36$	pour 5 % $n = 22$
7	6,0	$\sigma^2 = \frac{5,36}{9} = 0,595$	si $n = 20 : 2 \sigma m = 5,2 \%$
8	6,6		
9	5,9	$\sigma m = \frac{\sqrt{0,595}}{\sqrt{10}} = 0,24$	
10	7,6		

FIG. 2. — Analyse de 10 prélèvements sur une parcelle expérimentale de 20 m \times 7 m.

N° dosage	C ‰		
1	2,17	$\Sigma(x) = 21,99$ $\Sigma x^2 = 48,360$ $\frac{\Sigma(x)^2}{n} = 48,356$ $y = 0,004$ $\sigma^2 = \frac{0,004}{9} = 0,0004$ $\sigma m = \frac{\sqrt{0,0004}}{\sqrt{10}} = 0,006$	$\bar{x} = 2,20 \pm 0,01$ les dosages de série étant faits en double, on a : $n = 2$ et $2 \sigma m = 0,03 = 1,3 \%$
2	2,22		
3	2,20		
4	2,18		
5	2,23		
6	2,21		
7	2,21		
8	2,17		
9	2,18		
10	2,22		

FIG. 3. — Évaluation de l'erreur d'analyse dans le dosage du carbone organique.

N° du prélèvement	Azote p. p. m.		
1	435	$\Sigma x^2 = 2\ 005\ 650$ $\sigma^2 = 1\ 830$ $\sigma = 43$ $2 \sigma m = \frac{2 \times 43}{3,2} = 27$	$\bar{x} = 446 \pm 27$ soit 6 ‰ pour une précision de 5 ‰ il faut : $2 \sigma m = 22$ $n = 15$ 20 prélèvements $\rightarrow 4,5 \%$
2	425		
3	500		
4	420		
5	360		
6	440		
7	470		
8	500		
9	430		
10	480		

FIG. 4. — Détermination de l'azote organique sur 10 prélèvements d'une même parcelle (20 m x 7 m).

N° du prélèvement	mat. hum. ‰		
1	0,61	$\Sigma x^2 = 3,7957$ $\sigma^2 = 0,0123$ $\sigma = 0,11$ $2 \sigma m = 0,07$	$\bar{x} = 0,61 \pm 0,07$ soit 10,4 ‰ pour 5 ‰ $n = 40$ 20 prélèvements $\rightarrow 7 \%$
2	0,53		
3	0,82		
4	0,75		
5	0,50		
6	0,64		
7	0,47		
8	0,52		
9	0,63		
10	0,60		

FIG. 5. — Détermination de la matière humique totale sur 10 prélèvements d'une même parcelle (20 m x 7 m).

on voit que l'on se heurte rapidement à une impossibilité matérielle. Il convient d'ailleurs de noter qu'une précision de 1 ‰ serait inutile.

Nous admettons donc que l'erreur peut atteindre 5 ‰, ce qui est suffisant dans les interprétations. On aboutit alors à 22 prélèvements par parcelle.

La même façon d'opérer en ce qui concerne l'azote total nous montre qu'une précision de 5 ‰ exigera 15 prélèvements (fig. 4).

Dans le cas de l'humus (fig. 5) où le dosage est plus complexe parce qu'il nécessite une extraction puis un dosage sur partie aliquote, la méthode analytique assure une précision de 2 ‰ (dosages en double). Dans le cas étudié, l'erreur d'échantillonnage atteint 10 ‰. Sur chaque parcelle, 40 prélèvements seraient nécessaires pour avoir une précision de 5 ‰.

Nous voyons donc que l'hétérogénéité n'est pas la même pour les différents éléments, bien qu'elle soit tout à fait comparable pour le Carbone et l'Azote organique.

Un autre aspect des différences pouvant exister sur de faibles surfaces nous est donné par les figures 6 et 7 en ce qui concerne le Calcium échangeable.

Ces figures nous montrent également que le type de prélèvement dit « ponctuel » qui consiste, pour caractériser une certaine surface, à prendre plusieurs échantillons très voisins, peut se révéler très défectueux.

Précisons, par ailleurs, que la profondeur de prélèvement, surtout sur de faibles épaisseurs, peut intervenir dans l'homogénéité des résultats.

La figure 8 donne une idée des variations possibles suivant la profondeur de prélèvement entre 0 et 20 cm.

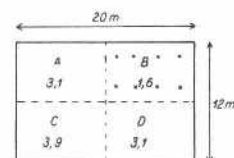


Fig 6- Dosage du calcium échangeable dans une parcelle divisée en 4 sous-parcelles. Chaque échantillon = 8 prélèvements (l'infériorité de B s'est confirmée 3 années de suite)

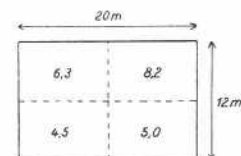


Fig. 7- Le calcium échangeable dans une parcelle ayant reçu un amendement. Dosage des 4 sous-parcelles (8 prélèvements par échantillon)

Profondeur de prélèvement en cm	Carbone organique ‰	Azote total ‰	Matière humique en C ‰
0-2	8,8	0,6	0,8
0-5	7,2	0,5	0,7
0-10	6,5	0,4	0,6
0-20	5,2	0,3	0,5

Fig. 8. — Variation des teneurs en éléments organiques de 0 à 20 cm.

Techniques de prélèvements

1. Sur parcelles expérimentales.

Nous venons de voir que la précision d'un échantillonnage est avant tout fonction du nombre de prélèvements, mais que celui-ci est forcément très limité :

1° par le temps dont on dispose. Ce facteur est loin d'être négligeable. En effet, les essais agronomiques que nous suivons, tant sur bananiers et ananas en Guinée, que sur arachide au Sénégal, ne comprennent pas moins de 540 parcelles au total ;

2° par le volume de terre à manipuler.

— D'une part, l'échantillon final ne doit pas être supérieur à 3 kg. S'il est trop important, son homogénéisation ultérieure sera plus délicate.

— Il est très difficile, de prendre, sur le terrain, un échantillon moyen. La terre, humide, se met en mottes et se mélange très mal. La totalité de l'échantillonnage d'une parcelle doit donc pouvoir être amenée au laboratoire, où elle sera séchée, tamisée, homogénéisée, et répartie en plusieurs petites fractions. Ces opérations sont d'ailleurs très importantes, comme nous le verrons.

De ces considérations, il ressort que la technique d'échantillonnage est soumise à deux conditions essentielles : le prélèvement doit être rapide et de faible poids ; en outre, la quantité prélevée doit autant que possible être toujours la même, et également répartie sur la profondeur étudiée.

Il est naturellement impossible d'o-

pérer autrement qu'avec une sonde ou tarière. La technique du trou, même pour les prélèvements de surface, est à proscrire. En effet, outre qu'elle demande beaucoup trop de temps, elle devient sur des parcelles de petites dimensions l'équivalent d'un labour.

La sonde Helix. — Si elle convient parfaitement à des prélèvements de profondeur, elle est, par contre, trop encombrante pour des prélèvements agronomiques de 0 à 20 cm. L'extraction de la carotte est quelquefois pénible.

La sonde tubulaire. — Convient aux sols légers (fig. 9), mais on a très rapidement des difficultés dès que la terre est un peu argileuse, la carotte se tassant dans le tube et collant aux parois.

Finalement, un instrument très simple, réalisé avec la collaboration du service technique de la Station Centrale I. F. A. C. nous paraît constituer l'instrument idéal pour l'échantillonnage agronomique, notamment en bananeraie (fig. 9).

Il est constitué par un tube métallique dont le diamètre est fixé par le nombre de prélèvements qui doivent composer un échantillon (2 à 3 cm). Ce tube est sectionné dans le sens de la longueur pour ne laisser qu'un demi-cylindre dont les bords sont affûtés. La longueur de ce demi-cylindre est fonction de la profondeur désirée. Le reste du tube est coudé de façon à constituer le manche de l'outil.

Enfoncé dans le sol, en subissant un mouvement de rotation, l'appareil décolle une carotte qui est ensuite très facile à extraire à l'aide d'un simple morceau de bois plat.

Ainsi effectué l'échantillonnage en essais agronomiques ne demande guère plus de 10 à 15 minutes par parcelle pour 20 à 25 prélèvements.

Il faut par ailleurs que le sol soit extrêmement dur et tassé pour qu'il soit impossible d'enfoncer l'instrument.

Dans les sols sableux du Sénégal et de Mauritanie, la sonde tubulaire permettant la fixation du sac est très pratique (fig. 9).

2. En plantations guinéennes.

L'échantillonnage du sol en bananeraie guinéenne s'effectue avec l'outil-

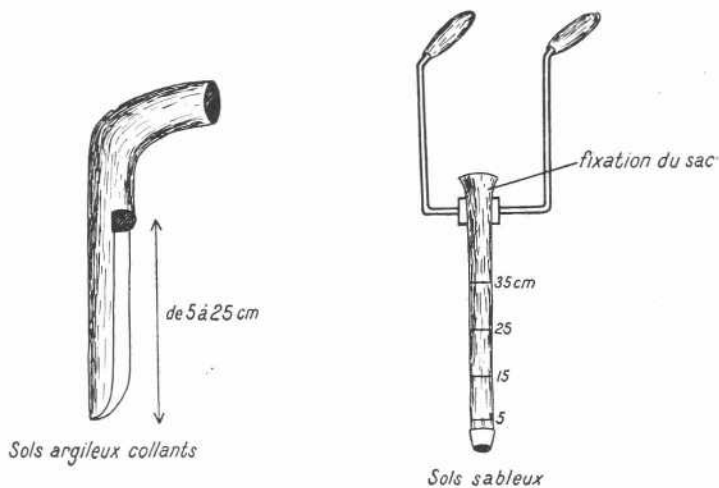


Fig. 9 - Appareillage utilisé pour les prélèvements de sols (échantillonnages agronomiques)

lage qui vient d'être décrit. Il est évident que la densité de carottes préconisée en expérimentation est impossible à réaliser sur une exploitation de 10 à 20 ha.

Les plantations occupant d'ailleurs très souvent des bas-fonds sont constituées par des poches alluvionnaires de qualité extrêmement variable et pratiquement impossibles à caractériser en moyenne, parce que sujettes à de trop grands écarts.

Aussi nous contentons-nous de prélever les carottes dans l'unité de culture appelée « carré ». Le planteur connaissant la valeur de ses carrés, nous analysons le plus souvent ceux qui présentent des caractères extrêmes.

Chaque carré d'une superficie moyenne d'un hectare faisait l'objet d'une quinzaine de prélèvements. Il est difficile de faire l'étude statistique d'un tel échantillonnage, car l'hétérogénéité est encore importante à l'intérieur d'un même carré — et très variable d'une plantation à l'autre. D'autre part, la précision recherchée est bien moindre qu'en essai.

Sur quelques plantations l'échantillonnage d'un carré ayant été fait en double, nous avons constaté des variations moyennes de l'ordre de :

11 % pour le carbone — 12 % pour

l'azote — 9 % pour l'humus — 12 % pour le calcium échangeable — 15 % pour le magnésium. Mais ce ne sont là que des moyennes et il arrive de trouver des écarts de 30 et 40 %, tout au moins pour les bases. En ce qui concerne le potassium échangeable, la teneur peut varier du simple au double. Mais il ne faut pas perdre de vue l'usage que l'on veut faire des résultats : il n'est d'aucune importance, en effet, que la teneur trouvée pour K soit de 0,1 ou de 0,2 m. é. q./100 g — on en conclura toujours qu'elle est faible. Les chiffres trouvés sur deux échantillonnages n'ont jamais modifié l'interprétation.

Quoi qu'il en soit, nous effectuons actuellement grâce à une carottière plus petite environ 25 prélèvements par carré.

3. En prospection.

Lorsqu'un pédologue désire compléter par l'analyse l'étude d'un type de sol défini, sur un profil choisi parce que caractéristique des propriétés de ce sol, il est bien évident que les résultats ne peuvent ni ne veulent avoir des prétentions statistiques.

Les chiffres correspondent alors à la description du profil et ne valent que

pour elle ; et il serait très imprudent de vouloir généraliser sur un nombre trop restreint de coupes de sol. D'autre part, dans ce genre d'études, les variations présentent en fait plus d'intérêt que les moyennes.

S'il s'agit d'une prospection destinée à une éventuelle mise en valeur, on a intérêt à mélanger un certain nombre de prélèvements, même effectués sur des surfaces réduites par rapport à la zone à caractériser (ceci pour un même type de sol bien entendu).

Ainsi en sols subarides, pour une zone de 700 hectares environ : un certain nombre d'échantillons composés chacun d'une dizaine de prélèvements ont donné pour la chaux respectivement :

1,1 — 1,7 — 1,2 — 1,3 m.é.q./100 g

Pour ce même type de sol, à une profondeur identique, nous avons trouvé pour des prélèvements uniques :

0,6 — 0,9 — 1,6 — 3,4 — 0,7 m.é.q./100 g.

On aboutit finalement à des moyennes identiques, mais le mélange de prélèvements permet de réduire le nombre des analyses.

Préparation des échantillons au laboratoire

Lorsque l'échantillon arrive au laboratoire, il est nécessaire avant d'effectuer les analyses de prendre un certain nombre de précautions. Après séchage à l'air et tamisage au tamis 2 mm, la masse de 2 ou 3 kg de terre représente encore une véritable mosaïque. Il est donc nécessaire de bien l'homogénéiser par des mélanges successifs. Dans les conditions de travail en pays tropicaux, on est malheureusement obligé de confier la préparation de la terre à des aides peu qualifiés ; l'idéal serait que les assistants de laboratoire effectuent eux-mêmes les prises homogènes nécessaires à leur dosage. Matériellement la chose est impossible en analyse de grande série.

N°	C ‰		N°	C ‰	
1	1,53	$\sigma = 0,03$ $\sigma m = 0,01$ $\bar{x} = 1,51 \pm 0,02$	1	1,59	$\sigma = 0,05$ $\sigma m = 0,015$ $\bar{x} = 1,49 \pm 0,03$
2	1,51		2	1,53	
3	1,46		3	1,47	
4	1,57		4	1,46	
5	1,51		5	1,49	
6	1,47		6	1,44	
7	1,51		7	1,49	
8	1,52		8	1,57	
9	1,54		9	1,44	
10	1,51		10	1,49	
Fraction 1			Fraction 2		

FIG. 10. — Fractionnement d'un échantillon par passage au diviseur.

D'autre part, comme dans beaucoup de manipulations en série, si les premières sont convenablement effectuées, l'opérateur auquel il est difficile de faire prendre conscience de l'importance de ce travail, a tendance à prendre progressivement moins de précaution, et l'on finit par aboutir à une inefficacité presque totale.

Il nous est apparu que la seule technique valable est celle du diviseur échantillonneur qui permet un travail mécanique et donne des résultats constants.

L'appareil permet la division de l'échantillon primitif (même grossièrement mélangé) en un certain nombre de fractions (multiples de 2) toutes égales en quantité et qualité.

On peut ainsi obtenir rapidement 4 fractions d'environ 50 g dont chacune est destinée à un groupe de déterminations (Granulométrie, Matière orga-

nique, Complexe adsorbant, Divers). Le reste de l'échantillon est mis en réserve.

Un test nous a permis de vérifier l'efficacité de la méthode : une certaine quantité de terre riche en Carbone (3 %) a été mélangée à une quantité comparable de terre pauvre (0,4 %). L'ensemble passé à l'échantillonneur a fourni 8 fractions dont 2, prises au hasard, ont été dosées. Les résultats sont donnés (fig. 10) et montrent que les deux parts sont identiques. On observe cependant à l'intérieur de chacune d'elles des écarts plus importants que ceux représentés (fig. 3). Cela tient sans doute à ce que l'hétérogénéité initiale du présent essai ne se rencontre jamais dans la pratique. Quoi qu'il en soit la précision est encore bonne.

L'échantillonneur est également très efficace lorsqu'il s'agit d'incorporer à une quantité importante de terre une

faible dose de substance afin d'étudier l'évolution de cette dernière.

C'est ainsi que pour suivre la transformation de l'Azote ammoniacal en Azote nitrique (4), il s'agissait d'incorporer 160 g de sulfate d'Ammoniaque à environ 32 kg de terre et d'en faire 32 parts égales en composition. Lorsque l'opération fut effectuée grâce au diviseur, on a dosé l'Azote ammoniacal dans 3 parts prises au hasard. On a trouvé respectivement 115-111-118 mg pour 100 g.

L'usage de cet appareil est donc fortement recommandable, parce que d'un emploi rapide et sûr. D'autre part, le fractionnement de l'échantillon initial en petits échantillons est indispensable. Si on laisse une quantité trop importante de terre dans un seul sac, il se produit une ségrégation qu'il est d'autant plus difficile d'éviter que le sac est plus gros.

CONCLUSION

Cette étude, bien que très sommaire, montre la réalité du problème de l'échantillonnage, principalement lorsque l'on doit étudier de faibles surfaces comme dans les essais agronomiques. Il est difficile de caractériser une parcelle, aussi petites soient ses dimensions, avec un nombre de prélèvements inférieur à 10.

Une technique de prélèvements rapides permet d'accroître le nombre de prises, et par conséquent la précision.

Il arrive cependant que l'échantillonnage ne puisse pas être résolu d'une façon satisfaisante.

C'est le cas des prélèvements en profondeur sur parcelles ou encore celui d'un sol suffisamment dur et compact pour rendre impossible la pénétration d'une sonde quel que soit le modèle (sols à engorgement temporaire de surface par exemple). Il faut se résoudre alors à creuser des trous au pic, méthode prohibitive par le temps qu'elle exige.

Dans tous les cas, il convient de s'assurer de la précision possible afin d'en tenir compte dans les interprétations.

BIBLIOGRAPHIE

- (1) SCHUFFELEN (A. C.), HUDIG (J.), WTEWAAL (B. W. G.). — Landbk. Tijdschrift 56-57 (1944-45), 457-465.
- (2) VAN DER PAAUW, cité par T. J. FERRARI et MFHB VERMEULEN. — « Incidence de l'hétérogénéité des sols sur les résultats de leur analyse ». O.E.C.E. projet n° 156. Paris, déc. 1956.
- (3) Rapport Annuel I. F. A. C. 1954, 7^e partie Pédologie, p. 23.
- (4) F. DUGAIN. — Études sur la nitrification en bananeraies guinéennes. A paraître dans *Fruits*.
- (5) GORSKI (M.). — Le prélèvement d'échantillons pour des recherches pédologiques. VI^e Cong. Inter. de la Science du Sol. Paris, vol. D, p. 45-48, 1956.