

UNIVERSITE KASDI MERBAH - OUARGLA
Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie
Département des Sciences Agronomiques



Mémoire

MASTER ACADEMIQUE

Domaine : Sciences de la Nature et de la Vie
Filière : Sciences agronomiques
Spécialité : **Protect. de la ressource Sol Eaux Environnement**

Présenté par : Melle BEN SEDDIK Nesrine

Melle MAHBOUB Salima

Thème

Synthèse bibliographique sur les méthodes de dosage du gypse dans les sols

Soutenu publiquement

Le : 00/09/2020

Devant le Jury :

Melle OMEIRI	Nawel	M.C.A.	Présidente	UKM Ouargla
M. HAMDI AISSA	Baelhadj	Pr.	Encadreur	UKM Ouargla
Mme YOUCEF	Fouzia	M.C.B.	Co-Encadreur	UKM Ouargla
M. KHEMGANI	Med Abdelmalek	M.C.B.	Examineur	UKM Ouargla

Année Universitaire :2019 / 2020



Remerciements



Nous remercions Dieu tout puissant de nous avoir donné le privilège et la chance d'étudier et nous avoir donné la volonté, la patience et le courage pour terminer ce travail.

*Nos vifs et sincères remerciements s'adressent tout particulièrement à notre **Université Kasdi Merbah Ouargla**, qui nous a procurée une bonne formation.*

*Nous présentons nos sincères remerciements avec nos profonds respects à notre encadreur Pr. **HAMDI - AISSA Baelhadj** pour nous avoir proposée ce sujet, d'avoir offrir l'opportunité de réaliser ce travail et de bien vouloir accepter de le diriger avec beaucoup de compréhension.*

*Nous remercions aussi notre Co - encadreur Mme. **Youcef Fouzia**. pour sa présence et sa disponibilité permanente, pour ses conseils et son soutien ainsi que sa gentillesse de nous avoir encadré et suivi notre travail de près avec sa rigueur scientifique, ayant permis la réalisation sans difficulté du présent travail.*

*Nous remercions les membres du jury d'avoir accepté de lire et d'évaluer ce mémoire. Nos Plus vifs remerciements vont à Melle **Omeiri Nawel** pour avoir accepté de présider ce Jury. Nous remercions également Mr. **Khemgani Mohamed Abdelmalk**, pour avoir accepté de faire partie de notre jury et d'examiner notre travail.*

Nous remercions les responsables et l'ensemble du personnel du laboratoire de pédologie, département des sciences agronomiques et le laboratoire de Biogéochimie des milieux désertiques.

*Nous remercions les Doctorants: Mme **Helimi Samia** et Melle **Baza Insaf** et Mlle **Boukerker Fatima** pour leurs aide, leurs orientations, et leurs conseils.*

Et Enfin nous remercions aussi toutes les personnes qui nous ont apportées leur Soutien et qui ont contribuées de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

BENSEDDIK et MAHBOUB

Dédicaces

Je remercie tout d'abord le bon dieu tout puissant qui m'a donné la force et le courage pour terminer ce travail.

Je dédie ce travail

A mon cher père: Abd Elrezzake

A ma mère: Laïla

A mes très chères frères : Karim, Marouane, Zine Eddine et Khelile

Je n'oublie pas ma binôme Salima et mes amies : Hanane, Hassina, Sara, Zaineb, Yasmine, Selma

A toute la famille Benseddik et Slimani



BENSEDDIK Nesrine

Dédicaces

*A l'aide de dieu tout puissant, qui m'a tracé le chemin de ma vie,
J'ai pu réaliser ce travail que je dédie :*

*A la lumière de mes yeux, l'ombre de mes pas et le bonheur de ma
vie ma mère "NEDJMI Dalila" qui m'a apporté son appui durant
toutes mes années d'étude, pour son sacrifice et soutien qui m'ont
donné confiance, courage et sécurité.*

*A mon cher père "MAHBOUB Messaoud" qui m'a appris le sens de
la persévérance tout au long de mes études, pour son sacrifice ses
conseils et ses encouragements.*

A mes très chères sœurs et mon très cher frère. Et toutes mes nièces

A toute ma famille MAHBOUB et NEDJMI,

*A tous mes Amis : Thouiaba; Djamila; Souhila; Amel; Hanane;
Selma; Mounira; Ikram; Nourddine.*

*A ma collègue « Nesrine» qui a partagée avec moi les moments
difficiles de ce travail.*

A tous ceux que j'aime

*A toute la promotion de Protection de la ressource sol, eau et
environnement: 2019/2020.*

*A toute personne ayant contribué de près ou de loin à la Réalisation
de ce travail*



MAHBOUB Salima

Liste des abréviations

AD: Le poids sec à l'air

AH: La forme de sulfate de calcium en gypse anhydrite (CaSO_4)

ATD: Analyse thermique différentielle

CE: La conductivité électrique

CEa: la conductivité électrique d'extrait de saturation

CEb: La conductivité électrique de solution claire séparez.

CEC: La capacité d'échange cationique

CEt: Conductivité électrique à un autre moment température.

DE: Dilution extrait

DH: La forme de sulfate de calcium en gypse déshydraté ($\text{CaSO}_4, 2\text{H}_2\text{O}$)

EC_{25°}: Conductivité électrique à 25 °C

ETDA: La méthode de titrage

F.A.O: Food and Agriculture Organization

IC: Chromatographie ionique

IR: Infra rouge

LOD: Limites de détection

OD: Poids sec au four

pH: potentiel Hydrogène

PW: Le pourcentage d'eau sur la base de séchage à l'air sol

SE: Extrait de saturation

SH: La forme de sulfate de calcium en gypse semi-hydraté ($\text{CaSO}_4- 0,5\text{H}_2\text{O}$)

Wc: Teneur en eau cristalline dans le gypse.

Liste des tableaux

Tableau 1 : Principales caractéristiques des morphologies des cristaux de gypse retrouvées dans les sols	7
Tableau 2: les sols gypseux dans la classification C.P.C.S (1967)	10

Table de matière

Introduction générale.....	9
-----------------------------------	----------

Premier chapitre: Généralités sur les sols gypseux

Introduction.....	5
I-1-Définition et dénomination des sols gypseux	5
I-1-1- Gypse	5
I-1-2- Sols gypseux	6
I-2- Origine du gypse dans sol.....	6
I-3- Morphologie cristalline du gypse	6
I-4- Caractéristiques des sols gypseux.....	7
I-4-1-Propriétés physiques	7
I-4-1-1-Texture	7
I-4-1-2-Structure.....	8
I-4-1-3-Porosité	8
I-4-2-Propriétés chimiques.....	8
I-4-2-1-Conductivité électrique	8
I-4-2-2-pH.....	9
I-4-2-3-Capacité d'échange cationique	9
I-5- Classification de sols gypseux	9
I-5-1-Classification Française	9
I-5-2- Classification Américaine :.....	10
I-5-3- Classification FAO:	10
Conclusion	11

Deuxième chapitre: Les différentes méthodes de dosage du gypse dans les sols

Introduction	13
II-1- Méthodes de dosage du gypse	13

II-1-1 Méthodes d'analyses chimiques	13
II-1-2 Méthode de détermination du gypse par l'analyse thermogravimétrique	22
II-1-3 Méthode de détermination du gypse par diffractométrie	26
Conclusion.....	26
Troisième chapitre: Comparaison entre quelques méthodes de dosage du gypse	
Introduction	28
III-1 Comparaison entre quelques méthodes de dosage du gypse	28
III-1-1 Comparaison entre méthode chimique, méthode thermique et méthode par conductivité électrique de dosage du gypse.....	29
III-1-1-1 Comparaison.....	29
III-1-2 Comparaison entre trois méthodes chimiques, thermiques et infrarouges de dosage du gypse	30
III-1-2-1 Comparaison.....	31
III-1-3 Comparaison entre troisméthodes chimiques électroconductométrique de dosage du gypse	32
III-1-3-1 Comparaison.....	32
III-1-4 Comparaison entre deux méthodes chimique et thermique	32
III-1-4-1 Comparaison.....	33
III-1-5 Comparaison entre deux méthodes conventionnelles thermiques et méthode thermique alternative de dosage du gypse	34
III-1-5-1 Le principe scientifique de la méthode alternative:	34
III-1-5-2 Comparison	34
Conclusion.....	36
Conclusion générale	39
Références bibliographiques	42
Annexes	42

INTRODUCTION

GÉNÉRALE

Introduction générale

Dans les zones arides et semi-arides, les sols peuvent être profonds ou peu profonds, sableux ou argileux et varier en acidité et en fertilité. La productivité dépend de la capacité de rétention d'eau des sols qui tend à augmenter avec la profondeur et le contenu organique. La capacité de rétention d'eau des sols sableux est inférieure à celles des sols argileux (**Gratzfeld, 2004**).

Ces sols, d'une manière générale posent d'énormes problèmes de mise en valeur. Ils présentent souvent des croûtes calcaires ou gypseuses et sont la plupart du temps salés et sujets à l'érosion et à une salinisation secondaire (**Aubert, 1960**).

Selon **Rober (1996)** les sols du Sahara Algérien sont essentiellement des sols minéraux dans le sens où, en dehors des oasis, la fraction organique y est très faible voire nulle. Sur les topographies élevées, les sols sont rocaillieux ou sableux (Hamadas, regs, ergs). Dans les dépressions, la texture peut être fine, mais les sols sont salés (Sebkha et Chotts). Ce sont caractérisés par un lessivage significatif des nutriments et une érosion intensive des minéraux.

Les sols gypseux (au sens large) sont largement répandus et apparaissent typiques dans des régions arides et semi- arides, Ils sont répandus dans les régions à régime hydrique xeric, ustic et aridic (**Khademi et Mermut, 2003**).

L'origine du gypse en quantité importante dans le sol est en relation avec la présence des roches sédimentaires gypseuses, la topographie et l'aridité du milieu (**Bellanca et Neri, 1993**).

La superficie des sols gypseux en Algérie est de 7966,3 Km² et d'un pourcentage de 3,3% de la surface totale de pays, et 12,2% de la superficie totale des sols gypseux du monde (**F.A.O, 1990**).

Globalement, la présence des sols gypseux en Algérie est signalée dans les régions suivantes : Oran, Mostaganem, Saida, Tiaret, Ksar-Echellala, Djelfa, Msila, les Bordures des chotts et des Zahrez, Boussaâda, Hodna, Mechria, El-Bayad, Khenchela, Batna, Adrar, Ouargla, Ain sefra, Laghouat, Biskra, El-Oued et Touggourt (**Ouamer, 2008**).

Les sols gypseux se localisent en régions arides et sahariennes où les précipitations annuelles ne dépassent pas 150 mm/an. Ils sont souvent rencontrés en zones steppiques

autour des sebkhas et dans les oasis au Sahara, surtout au Nord (Oasis de Ziban, Oued-Souf, Oued-Righ). Dans ces régions les bassins sulfatés sont très fréquents, mais la genèse des sols gypseux est essentiellement due à l'activité des nappes et de l'intensité de l'évapotranspiration (**Halitim et Robert, 1987**).

Les sols de la vallée d'oued Righ contiennent des fortes proportions de gypse, La raison principale de cette accumulation dans les sols est due à la précipitation du gypse provenant des sels contenus dans la nappe aquifère et dans les eaux de ruissellements (**Helimi et al., 2018**).

Dans la région de Ouargla, les sols gypseux se trouvent dans la partie Est (aux bords des chotts et des sebkhas) et sud (plateau) de la cuvette de Ouargla. Ils s'étendent sur une superficie d'environ 4578 ha, ce qui représente 19 % de la superficie de la cuvette (**Hamdi-Aissa et Girard, 2000**).

La présence de gypse dans le sol, même en petites quantités, est pertinente du point de vue génétique, taxonomique et points de vue appliqués. De plus, ces sols ayant du gypse comme composant principal, déterminer la teneur en gypse dans les sols est essentiel pour comprendre leur comportement; cependant, les méthodes de détermination actuelles sont en comburants ou imprécis (**Lebron et al., 2009**).

Il existe un certain nombre de méthodes dans la littérature pour quantifier la teneur en gypse des sols. Ces méthodes peuvent être classées en trois groupes: méthodes chimiques humides, méthodes thermo-gravimétriques et techniques aux rayons X (**Farag, 1999**).

Les méthodes chimiques humides sont laborieuses et sujettes à des erreurs dues à l'échange de cations et à l'occlusion des sels dissous dans les précipitations (**Skarie et al., 1987; Artieda et al., 2006**). Les méthodes d'acétone, de différence de calcium et de magnésium et de sulfate extrait dilué ne sont pas suffisamment précises. La méthode à l'acétone pourrait être considérée comme la plus fiable mais très longue (**Elprince et Turjoman, 1983**). Une technique de diffraction des rayons X pour la détermination du gypse (**Weindorf et al., 2014**) présente des problèmes d'orientation préférée du gypse et des répliques nécessaires pour le comptage (**Khan et Webster, 1968**).

Les méthodes basées sur la perte d'eau cristalline du gypse, ne reposent pas sur les déterminations de SO_4 et estiment ainsi la teneur en gypse sans interférence par d'autres minéraux sulfatés contenus dans l'échantillon de sol. Les méthodes thermogravimétriques

du gypse reposent sur la mesure de la teneur en eau cristalline du gypse (**Hesse 1974 ; Vieillefon, 1979 ; Omran, 2016**).

La méthode la plus utilisée en Algérie pour déterminer la quantité de gypse dans le sol est la méthode chimique, et précisément la méthode la plus utilisée en particulier dans les régions arides est la méthode de COUTINET (1965), dont le principe est basé sur le dosage des ions SO_4^{2-} libérés après une attaque aux carbonates d'ammonium et précipités avec le chlorure de baryum. Une autre méthode est rarement adoptée, telle que la méthode de Richards (1954) dans le travail de **Hiouani (2016)**.

L'objectif de ce travail était fixé au début pour comparer essentiellement entre deux méthodes de dosage du gypse en l'occurrence: la méthode thermo-gravimétrique et la méthode chimique au chlorure de Baryum sur un lot de **80** échantillons des sols gypseux prélevés de deux régions de Ouargla et de l'Oued Righ et faire une corrélation des résultats obtenus. Cependant et suite à la pandémie de la Covid-19, nous étions obligés de se limiter à une synthèse des différentes méthodes de dosage du gypse et essayer à la fin de faire une comparaison de quelques méthodes pour en tirer des recommandations concernant leur faisabilité du point de vue pratique et économique surtout dans les régions arides.

Ce mémoire s'articule en trois chapitres

- Le 1er chapitre : Généralités sur les sols gypseux.
- Le 2^{ème} chapitre : Les différentes méthodes d'analyse du gypse dans les sols.
- Le 3^{ème} chapitre: Comparaison entre quelques méthodes de dosage du gypse et enfin la conclusion générale.

PREMIER CHAPITRE :
GÉNÉRALITÉS SUR LES
SOLS GYPSEUX

Chapitre I : Généralités sur les sols gypseux

Introduction

Les gypsisols sont des sols avec une accumulation secondaire importante de gypse ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$). Il est répandu dans les régions arides et semi-arides.

Le gypse ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) se trouve sur une large gamme de températures, mais la plupart des sols gypsiques se trouvent dans les régions xériques, ustiques, et les régimes d'humidité des sols arides (FAO, 1990). C'est le minéral sulfate le plus commun dans les sols. Le gypse a plusieurs effets indésirables en raison de sa solubilité. Une concentration de 10% de gypse interfère significativement avec le caractère du sol des caractéristiques telles que la structure, la consistance et la capacité de rétention d'eau, alors que les sols avec plus de 25% de gypse ne fournissent un bon milieu pour la croissance des plantes. En tant que calcium à base minérale, le gypse inhibe l'absorption du zinc, du magnésium, fer, cuivre et phosphore dans les plantes, entraînant carences en nutriments. La capacité d'échange cationique est réduite, et donc le niveau de fertilité est abaissé (Omran, 2016).

Une mesure précise du gypse dans le sol est très importante car il affecte de nombreuses propriétés du sol, qui à leur tour influencer la gestion, la classification et l'adéquation des sols. Par conséquent, il est nécessaire de quantifier avec précision les quantités de gypse dans les sols.

I-1-Définition et dénomination des sols gypseux

I-1-1-Gypse

Le mot gypse est dérivé du mot latin « gypsum » et du mot grec « gypsos » le gypse est du sulfate de calcium aqueux, qui appartient à la classe chimique des sulfates, de la sous-classe des hydrates sans anions étrangers (Barriand et al., 1978) et la famille de l'évaporation (Yuzer, 1982; Auvray, 2003). Le gypse est généralement appelé « pierre de gypse », et sa formule chimique est $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (Quelet, 1964; Marnezy, 2004).

Le gypse constitue la forme de sulfate de calcium la plus répandue dans les sols se trouve dans trois hydrates différents: dihydrate (DH: $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), semi-hydraté (SH: $\text{CaSO}_4 \cdot 0,5\text{H}_2\text{O}$) et anhydrite (AH: CaSO_4) (Omran, 2016).

La solubilité du gypse dans l'eau pure varie selon la température. Elle est maximale entre 35° C et 40° C en restant environ 2.1g/l (Pouget, 1968).

I-1-2-Sols gypseux

Le sol gypseux contient plus de 2% de gypse (**Van Alphen et Rios Romero, 1971**). Alors que la classification FAO (1998) nomme gypsisols les sols à teneur supérieure à 5% de gypse (**Razi, 2006**). Selon **Pouget (1968)** et **Halitim (1988)** les sols gypseux contiennent des teneurs en gypse très élevée (60 à 90 %).

I-2- Origine du gypse dans sol

Les origines et les processus de l'accumulation du gypse dans les sols ont fait l'objet de nombreux travaux (**Pouget, 1968 ; Dekkiche, 1974 ; Watson, 1980 ; Halitim, 1988**).

L'origine des ions sulfatés dans la solution du sol est due à la présence des minéraux riches en soufre tels que la pyrite dans le matériau parental, par altération et oxydation du minéral, le soufre se transforme en acide sulfurique qui en résulte réagit dans les sols calcaires CaCO_3 pour former le gypse (**FAO, 1990**).

Selon **Halitim (1985)**, avec l'apparition d'un processus d'évaporation supérieur à la précipitation, il en résulte une accumulation de gypse et de sels solubles. Il en ressort que la formation et la distribution géographiques des accumulations gypseuses pédogénétiques sont le résultat d'une combinaison de plusieurs facteurs tels que la topographie, la nature du matériau parental, l'âge, l'histoire climatique et les conditions géomorphiques (**Watson, 1988 ; Eswaran et Gong, 1991 ; Cook et al., 1993 ; Ellorza et Santollala, 1998 ; Toomamina et al., 2001**). En conditions d'aridité extrême du Sahara, les eaux sont insuffisantes pour véhiculer les ions nécessaires aux grandes accumulations de gypse et de sels solubles, à l'exception des vallées, comme celles de l'oued Righ et aussi le Souf (**Razi, 2006**).

I-3- Morphologie cristalline du gypse

La morphologie cristalline du gypse est très variable et a été décrite en utilisant divers termes. Les descriptions sont basées sur des observations à différentes échelles, utilisant différentes techniques, et ils impliquent en partie l'interprétation de formes 3D basée sur la croix 2D sections. Les formes courantes du gypse dans les sols et les sédiments des régions arides et semi-arides sont prismatiques, tabulaires, hémi pyramidales, lenticulaires et aciculaires. Un résumé de leurs caractéristiques sont données dans le **tableau 1**. D'autres formes ont également été signalées, telles que prismatique pseudo-hexagonale, (**Jafarzadeh**

et **Burnham, 1992**). L'aspect pseudo-hexagonal des cristaux de gypse non prismatiques en croix les sections parallèles au plan d'aplatissement sont communément mentionnés dans les termes descriptifs qui sont utilisés (**Poch et al., 2018**).

Tableau 1 : Principales caractéristiques des morphologies des cristaux de gypse retrouvées dans les sols

	Formes cristallines	Morphologie la plus courante en coupe	Sélection d'autres noms
Prismatique	Moins bien développé et souvent aplati parallèlement	Latte, parallélogramme	Tabulaire, pseudo-hexagonal, en forme de latte
Tabulaire	très réduit ou absent	Pastille avec petit prisme, visages, pseudo-hexagonaux	Prismatique / hémipyramidale tabulaire pseudo rhomboédrique, prismatique pinacoïde, hexagonale tabulaire et pseudo hexagonal
Hémi-Bipyramidale	allongé parallèle à l'intersection entre visages	Losange, parallélogramme	–
Remplacement des faces de cristal incurvé lenticulaire visages; aplati parallèlement à un plan entre		Lenticulaire	Discoïde ; broche- en forme
Aciculaire	Similaire à prismatique, allongé parallèle à l'objectif	Aciculaire	–

Source: **Mees (1999)** in **Poch et al. (2018)**.

I-4- Caractéristiques des sols gypseux

Les propriétés et les caractéristiques des sols gypseux dépendent largement de la teneur en gypse du sol (chimique) et de l'emplacement du placage de gypse dans le profil (physiques)

I-4-1-Propriétés physiques

I-4-1-1-Texture

La texture des sols gypseux, dépend largement de la nature du matériau parental dans lequel le sol s'est développé (**Van Alpen et Rios Romero, 1971**). Cependant, elle est

fortement influencée par la présence des teneurs élevées des cristaux de gypse (**Hiouani, 2007; Madani, 2008; Rahmouni, 2010**).

La distribution du gypse dans les différentes fractions texturales dépend de la teneur totale en gypse. Le gypse se trouve dans toute les fractions, mais il est surtout lié au sable grossier et à la fraction de sable fin suivie par le limon (**FAO, 1990**).

Selon **Djili (2000)**, l'augmentation des taux d'argile est accompagnée d'une diminution des taux de gypse, mais le gypse peut se rencontrer en Algérie dans les sols argileux (marnes, alluvion ; des chotts et sebkha) qu'au sein des sols sableux des régions arides.

I-4-1-2-Structure

L'absence de forces attractives et cohérentes se traduit par de faibles accumulations dans la plupart des sols gypseux et donc une structure défavorable (**F.A.O, 1990 ; Mashali, 1995**). Selon **Pouget (1995)**, il la présente comme une structure relativement friable à une structure très massive, parfois indurée avec des cristaux plus ou moins visibles, et parfois présentant une sur structure lamellaire grossière.

Cette spécificité structurale assez complexe est due au phénomène d'éclatement résultant d'une action mécanique. Une action favorisée par le processus d'accumulation du gypse (**Halitim et al., 1983; Bini et Ristori, 1987; Abdesselam, 1999**).

I-4-1-3-Porosité

L'augmentation de l'accumulation du gypse dans le sol influence l'espace poral par le remplacement des larges pores, par des pores d'entassement dont le diamètre équivalent maximum est de 20 μm . Ceci est dû au colmatage par les cristaux lorsque le gypse est présent sous forme poudreuse, la porosité est élevée, alors que les croûtes gypseuses sont dures et présentent une faible porosité (**Poch, 1996**).

I-4-2-Propriétés chimiques

I-4-2-1-Conductivité électrique

La conductivité électrique est faible dans les sols bien drainés (faible salinité), varie de 1,3 à 4 mmhos / cm à l'horizon de surface et augmente jusqu'à une profondeur de plus de 8 mmhos / cm

La conductivité électrique est par contre élevée dans les sols peu profonds avec en dessous un horizon gypsique imperméable, elle peut atteindre plus de 12 mmhos/ cm (Madani, 2008).

I-4-2-2-pH

Selon Jafarzadeh et Burnham (1992), c'est un paramètre qui dépend largement du taux des autres sels présents dans le système et ne présente aucun effet sur la formation « in situ » du gypse.

Les gypsisols riches en sable grossier ont des valeurs faibles avec un pH de 7,6 à 7,8 et les sols affectés par les sels avec une CE de 16 à 18 dS/m ont des valeurs élevées de pH (8,3- 8,6) (Florea et Al joumaa, 1998).

D'après Djili (2000), tous les sols gypseux du Nord de l'Algérie, qu'elle que soit leur teneur en gypse, ont des pH supérieurs à 7. Les sols gypseux présentent un pH modérément à légèrement alcalin (7,4 – 9,4).

I-4-2-3-Capacité d'échange cationique

Selon Van al phen et Rios remero (1971), la CEC est inversement proportionnelle au contenu de gypse.

Elle dépend de la présence de la matière organique, de la texture du sol, alors que la plupart des sols gypseux sont pauvres en matière organique, et les teneurs en argile ne dépassent pas les 20% (FAO, 1990).

Il existe une corrélation négative entre la CEC et la teneur en gypse selon l'équation de régression suivante : (Djili, 2000)

$$\text{CEC meq / 100g} = 16,46 - 2,16 \text{ gypse avec } R^2 = 0,708$$

Selon FAO (1990), les valeurs du ciment dans les sols de gypse varient entre 7 et 4 grammes g / 100 g de sol.

I-5- Classification de sols gypseux

D'après (Hiouani, 2007; Madani, 2008; Rahmouni,2010).

I-5-1-Classification Française

Selon la classification française, les sols gypseux sont classés comme suit :

Tableau 2: les sols gypseux dans la classification C.P.C.S (1967)

Classes	Sous –Classes	Groupes	Sous –groupes
<i>Sols calcimagnésiques</i>	Sols à accumulation Gypseux	Sol gypseux Rendziniformes	Modal
		Des sols bruns gypseux	A encroûtement gypseux
<i>Sols isohumiques</i>	Sol isohomique a pédoclimat frais	Des Sierozems.	Encroûté (à croûte gypseuse).
<i>Hydromorphes</i>	Minéraux ou peu Humifères	des sols hydromorphes à redistribution du calcaire ou du gypse.	A encroûtement A nodules gypseux

I-5-2- Classification Américaine :

Soil taxonomy (S.S.S. 2003) : Pour identifier, les sols gypseux, la soil taxonomy exige la présence de l'un des horizons diagnostiques suivants :

La présence d'un horizon gypsique ou pétrogypsique à moins de 100 cm de la surface et ne possède pas d'horizon pétrocalcique placée au dessus de ces horizons.

Les gypsids comportent 04 grands groupes qui sont :

- Pétrogypsids.
- Natrigypsids.
- Argigypsids.
- Calcigypsids.

I-5-3- Classification FAO:

La légende révisée de la carte des sols du monde (F.A.O, 1988) à introduit, deux groupes majeurs :

-Les calcisols et les gypsisols: Les gypsisols, se distinguent par la présence d'un horizon gypsicou-pétrogypsic, les unités des sols gypseux sont comme suite :

- Pétricgypsisols.
- Calcicgypsisols.
- Luvicgypsisols.
- Haplicgypsisols.

Conclusion

Le gypse est un composant majeur des sols dans de nombreux sols arides et régions semi-arides du monde. On a estimé que plus de 100 millions d'hectares de sols du monde sont classés comme Gypsisols ou sols contenant > 5% de gypse (**FAO, 1990**).

Le gypse est un matériau imprévisible principalement en raison de ses caractéristiques de transformation de phase (gypse - bassanite - anhydrite) sous certaines températures de l'eau (**Jha et Sivapullaiah, 2017**).

La présence du gypse détermine de nombreux caractères spécifiques sur le plan de la couleur, la structure, la texture, la consistance...etc. En plus, les propriétés physico-chimiques induites par le gypse sont très particulières et ont une influence non négligeable sur les résultats des analyses que l'on applique aux sols gypseux. Ceci induit de nombreux obstacles rencontrés durant les analyses de ce type de sol (**Rahmouni, 2010**).

Le gypse du sol se présente sous diverses formes sur le terrain, selon le mode de formation (**Reda, 1995**); petits et grands cristaux, veines, poudre molle ou taches, patches, ségrégations ou en forme de fil et couche de gypse. Une mesure précise du gypse dans le sol est très importante car il affecte de nombreuses propriétés du sol, qui à leur tour influencer la gestion, la classification et l'adéquation des sols. Par conséquent, il est nécessaire de quantifier avec précision les quantités de gypse dans les sols (**Omran, 2016**).

DEUXIÈME CHAPITRE :
LES DIFFÉRENTES
MÉTHODES DE DOSAGE
DU GYPSE DANS LES
SOLS

Chapitre II : les différentes méthodes de dosage du gypse dans les sols

Introduction

Diverses méthodes analytiques chimiques ont été appliquées au dosage du gypse dans les échantillons de sols. Elles font appel au dosage des ions SO_4 , libérés en solution par dissolution dans l'eau ou attaque au carbonate d'ammonium ou de sodium, soit par précipitation du sulfate de baryum, soit par séparation par l'acétone et mesure de la conductivité de l'extrait (**Bower et al., 1948 ; Hesse, 1974**).

Leur principal défaut est de doser exclusivement le sulfate de calcium, sans renseigner sur son état d'hydratation. Une méthode chimique cinétique permettant de séparer des fractions plus ou moins aisément solubles, pouvant correspondre à la séparation des semi-hydrates du gypse, en raison de leur solubilité plus grande, a été proposée par **Susini (1973)** in **Vieillefon (1978 ; 1979)**.

Mais, hormis la diffractométrie aux rayons X, qui peut être utilisée dans un but qualitatif (**Friedel, 1978**), c'est aux phénomènes de déshydratation-réhydratation des diverses formes du sulfate de calcium qu'il a été le plus souvent fait appel pour leur dosage quantitatif dans un mélange. Divers procédés mettent en œuvre d'une part le séchage en étuve ventilée à 40-50°C puis au four à 400°, d'autre part la réhydratation à l'air ou à l'eau, complétés par le dosage chimique, pour aboutir à la détermination des teneurs respectives en dihydrate, semi-hydrate, anhydrites réversible et irréversible et plâtre surcuit (**Piece, 1952 ; ASTM, 1954**) in **Vieillefon (1978 ; 1979)**.

II-1- Méthodes de dosage du gypse

Le gypse possède plusieurs caractéristiques physico-chimique, c'est pourquoi il existe plusieurs méthodes pour son dosage dans les sols on citera les principales de celle-ci :

II-1-1Méthodes d'analyses chimiques

L'application des méthodes chimiques pour la détermination des teneurs en gypse est une approche largement répandue. La dissolution du gypse dans l'eau est à la base de plusieurs méthodes de détermination de la teneur en gypse dans le sol. Lorsque tout le gypse de l'échantillon a été dissous, il est possible d'analyser la teneur en SO_4^{2-} ou en Ca^{2+} pour calculer la quantité originale de gypse dans l'échantillon. La présence d'autres sources

de SO_4^{2-} ou Ca^{2+} et la perte de calcium par adsorption sur le complexe d'échange peut interférer sur les résultats.

Selon **Loveday et Mcintre (1974)**, aucune des méthodes existantes ne peut être considérée comme fournissant une détermination précise du gypse, à cause de l'incertitude liée à la contribution de Ca^{2+} et SO_4^{2-} provenant de sources autres que le gypse. Certains auteurs proposent une élimination sélective des sulfates solubles non gypsiques par l'éthanol avant la dissolution du gypse, et l'expression «contenu équivalent en gypse » a été proposé en conséquence (**Porta et al., 1986**) pour exprimer la teneur en gypse lorsqu'elle est calculée à partir de la teneur totale en sulfate, en une expression similaire à l'équivalent en CaCO_3 (**Porta, 1996, 1998**).

II-1-1-1 Méthode de Bower et Huss., 1948

Méthode dans laquelle le gypse est déterminé par conductimètre après sa séparation des autres sels dans un extrait sol-eau. La séparation du gypse est basée sur sa faible solubilité dans une solution aqueuse d'acétone (**Bower et Huss., 1948**).

II-1-1-1-1 Méthode

a)- Appareil

1. Un pont de Wheatstone pour mesurer l'alternance de la résistance et une cellule de conductivité qui donne la lecture de la conductivité directement en millimhos par centimètre. Ces ponts sont également équipés d'un cadran de compensation de température de sorte qu'aucune correction supplémentaire de la température n'est requise.
2. Une centrifugeuse et des tubes à centrifuger conique d'une capacité de 50 ml.

b)- Réactif : Acétone (intervalle d'ébullition 55,5 à 57,5 ° C).

c)- Procédure

Peser 10 à 20 mg de sol séché à l'air (Le sol ne doit pas être séché en étuve. Chauffé à 105 °C, le $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ sera convertit en $\text{CaSO}_4 \cdot 0,5\text{H}_2\text{O}$. Ce dernier hydrate a une haute solubilité dans l'eau pour une durée indéterminée suivant sa solution) qui a été passé à travers un tamis à 2 mm et le mettre dans une bouteille de 8 onces (240 ml) et ajouter un volume mesuré d'eau distillée suffisante pour dissoudre le gypse présent.

Bouchez la bouteille et secouez à la main six fois à 15 minutes d'intervalle, ou agiter pendant 30 minutes dans un agitateur mécanique. Filtrer l'extrait à travers du papier de porosité moyenne. Transférer 20 ml-. Aliquote de l'extrait filtré contenant 0,1 à 0,6 m.e. de

CaSO₄ dans un tube conique à centrifuger de 50 ml de capacité Ajoutez 20 ml d'acétone et mélanger le contenu du tube. Laisser reposer jusqu'à ce que le précipité floccule. Cela nécessite généralement 5 à 10 minutes. Centrifuger à une force d'environ 1000 fois la gravité pendant 3 minutes, décanter le liquide surnageant, inverser le tube et égoutter sur du papier filtre pendant 5 minutes. Dispersez le précipité et rincez la paroi du tube avec un jet de 10 ml de l'acétone soufflé d'une pipette. Centrifuger à nouveau à une force d'environ 1 000 fois la gravité pendant 3 minutes, décanter le liquide surnageant, retourner le tube et égoutter sur du papier filtre pendant 5 minutes. Ajoutez exactement 40 ml d'eau distillée dans le tube, le bouchon et agitez jusqu'à ce que le précipité soit complètement dissous.

Mesurer la conductivité électrique de la solution au moyen d'une cellule de conductivité et d'un pont de Wheatstone. Corriger la lecture de conductivité à 25 °C, en utilisant un facteur de correction de 2 % par degré C. Déterminer la concentration de CaSO₄ dans la solution en se référant à un graphique montrant la relation entre la concentration et la conductivité électrique de CaSO₄solutions (**Annexe N°01**).

d)- Calculs

m.e. de CaSO₄, en aliquote = (m.e./litre de CaSO₄, d'après la lecture de conductivité) X (ml. d'eau utilisée pour dissoudre le précipité)] / 1000.

m.e. de CaSO₄ / 100 gm. de sol = (100 x m.e. de CaSO₄, en aliquote) / (rapport sol / eau X (ml. d'extrait sol-eau utilisé)).

II-1-1-2 Méthode de Richards., 1954

II-1-1-2-1 Par augmentation du calcium soluble plus teneur en magnésium après dilution

a)- Procédure

Déterminer le pourcentage de saturation et obtenir un extrait de saturation du sol.

Préparez un autre extrait aqueux du sol, en utilisant une teneur en humidité suffisante pour dissoudre le gypse présent. Déterminez les concentrations de calcium et de magnésium des deux extraits (**Richards, 1954**).

b)- Calculs

Ca + Mg soluble au pourcentage de saturation en meq. /100 mg. = (Ca + Mg conc. d'extrait de saturation en meq. /l.) X (pourcentages de saturation) / 1, 000.

Ca + Mg soluble au pourcentage élevé d'humidité dans meq. / 100 mg. = (Ca + Mg conc d'extrait dilué dans meq. / l.) X (pourcentages d'humidité) / 1, 000.

Gypse en meq./100 mg. de sol = (Ca + Mg soluble au pourcentage d'humidité élevé en meq./100 mg) - (Ca + Mg soluble au pourcentage de saturation en meq. / 100 mg).

II-1-1-2-2 Exigence relative au gypse

a)- Réactif

A. Solution de gypse approximativement saturée de concentration connue en calcium. Placez environ 5 g. de $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ et 1 litre d'eau dans un ballon avec bouchon, et agiter à la main plusieurs fois pendant une période de 1 h, ou pendant 10 min. dans un agitateur mécanique. Filtrer et déterminer la concentration en calcium d'une aliquote de 5 ml de la solution. La concentration en calcium doit être d'au moins 28 meq/l.

b)- Procédure

Pesez 5 g m. de sol séché à l'air dans une bouteille de 120 ml .Ajoutez 100 ml de réactif A au moyen d'une pipette.

Boucher le flacon et agiter à la main plusieurs fois pendant une période de 30 min. ou pendant 5 min. dans un agitateur mécanique. Filtrer une partie de la suspension et déterminer la concentration en calcium plus magnésium d'un volume approprié de filtrat clair (Richards, 1954).

c)- Calculs

Gypse meq./100 g = (Ca cont. De la solution de gypse ajoutée en méq. /1.)X2.

II-1-1-3 Méthode de Coutinet, 1965

- ✓ Le dosage se fait sur la terre passée au tamis 100 mm.
- ✓ Peser 5 g dans un erlenmeyer de 300 ml.
- ✓ Ajouter 100 ml d'une solution de carbonate d'ammonium à 5 % et chauffer quinze minutes à ébullition.
- ✓ Filtrer. Laver le filtre à l'eau bouillante. Acidifier le filtrat par l'acide chlorhydrique et, à ébullition, précipiter par une solution bouillante de chlorure de baryum à 10%.
Laisser reposer.
- ✓ Filtrer sur filtre à bandes bleues, laver à l'eau bouillante jusqu'à élimination des ions Cl, sécher et calciner à 900°C,
- ✓ Soit p le poids en milligrammes de SO_4Ba . La teneur en %o de gypse est calculée :
 $= p \times 0,1476$.

Cette méthode est applicable à toutes les teneurs en gypse.

II-1-1-4 Méthode de Lagerwerff et al., 1965

Deux méthodes (I et II) sont utilisées pour la détection et la détermination du gypse, dans les sols

II-1-1-4-1 Préparatoire aux méthodes I et II: Passer un sol sec à l'air à travers un tamis à trous ronds de 0,5 mm. Préparez une pâte saturée d'eau en quantité suffisante pour donner au moins 15 ml d'extrait de saturation (SE). Enregistrez l'eau ajoutée en millilitres et calculer le pourcentage d'eau sur la base de séchage à l'air sol, en supposant que 1 ml = 1 g. Appelez cela «PW_{SE}».

II-1-1-4-2 Méthode I

a)- Appareil – Un a-c pont Wheatstone et une capacité de 2 ml⁻¹ ensemble de cellules de conductivité électrique ; une centrifugeuse équipée de tubes conique de 15 ml; un agitateur alternatif.

b)- Réactif - sulfate de calcium dihydraté, CaSO₄·2H₂O, analytique qualité, sous forme de poudre.

c)- Procédure

Détection: mesurez la conductivité électrique du SE. Appelez-le CE_a. Ajouter un excès de gypse à une portion du SE et équilibrer en secouant pendant 5 min. Par des moyens conventionnels, séparez certaine solution claire et déterminer à nouveau la conductivité électrique. Appelez-le CE_b. Si CE_b - CE_a > 2,2 mmho cm⁻¹ (25°C), aucun gypse n'est présent dans le sol. Pour 0 < CE_b - CE_a < 2,2 mmho cm⁻¹ (25°C), le gypse est présent, et le SE contient tout, sans atteindre le point de saturation. Les critères ci-dessus sont approximatifs. Si CE_b = CE_a, le SE est saturé de gypse.

Dans ce cas, il est probable que le sol contient une quantité importante de gypse.

Détermination— Dans le cas 0 < CE_b - CE_a < 2,2 mmho cm⁻¹ (25C), c'est-à-dire que le SE est insaturé de gypse, calculer CE_a - (CE_b - 2.2), c'est-à-dire la CE due uniquement au gypse dans le SE.

La teneur en gypse en meq / 100 g de sol séché à l'air est obtenu en multipliant cette concentration par PW_{SE} X 10⁻³. Dans le cas CE_b = CE_a, ajoutez suffisamment d'eau à un poids connu de sol sec à l'air pour dissoudre tout le gypse natif avec mais peu d'eau dans excès. Agiter vigoureusement (220 cycles / min pendant 1 heure).

Afin de déterminer la quantité d'eau requise, préparer un système sol-eau et appliquer le test de détection pour vérifier si tout le gypse s'est dissous.

Le teneur approximative en gypse ainsi déterminée au départ termine une estimation de la dilution requise pour obtenir un extrait cela ne devrait pas être inférieur à environ 80% saturé de gypse (**Lagerwerff et al., 1965**).

Préparez un tel système sol-eau. Désigner l'humidité en pourcentage sur sol sec à l'air, PWDE, et l'extrait "dilution extrait "(DE). Désigner par CEC la conductivité électrique des le DE qui est insaturé de gypse, et par EC_d celui du DE saturé de gypse ajouté.

$$C = CE \left(6.81 + \frac{4.15(EC)^{1/2}}{10.084(EC)^{1/2}} \right) \quad (1)$$

Où C est la concentration de gypse en meq / litre et EC est en mmho cm⁻¹. Afin de convertir les mesures à un autre moment température, t (°C), à des valeurs à 25 °C, un coefficient de température de 2% est proposé (3), de sorte que:

$$CE_{25^\circ} = CE_t / (1 + 0,02 (t - 25))$$

II-1-1-4-3 Méthode II

a)- Appareil -Un pont Wheatstone et une centrifugeuse, comme spécifié pour la méthode I.

b)- Réactifs - Solution A: 80% en volume d'acétone (réactif grade), 20% en volume d'acide acétique glacial et 0,05 N avec par rapport au Ca(NO₃)₂ .4H₂O.

Solution B: 80% en volume d'acétone, 20% en volume d'eau désionisée.

Réactifs pour déterminer l'extraction du Ca par la méthode de titrage EDTA; Eriochrome Black T (F241) Indicateur.

c)- Procédure

Détection— Mélangez un volume d'extrait de saturation et 2 volumes de solution B. L'apparition de turbidité ou d'un précipité au repos debout pendant 5 min indique la présence de gypse.

Détermination - Déterminer la concentration de calcium dans le SE par des moyens conventionnels .Pour le sulfate dans SE et DE, pipeter 5,0 ml de chacun des extraits dans une centrifugeuse séparée de 15 ml tubes.

Ajouter environ 10 ml de solution A en superposant soigneusement l'extrait. Boucher le tube avec un capuchon en nalgène, cap et agiter à la main. Laisser reposer pendant au moins 5 minutes et assez longtemps pour que le précipité soit bien floclulé.

Retirez le capuchon complètement, permettant à toute solution adhérente de s'écouler dans le tube.

Centrifuger pendant 5 min à 3000-4000 g (bout du tube). Décantier, inverser le tube sur papier filtre pour égoutter pendant 5 min. Ajouter 10 ml de solution B, replacer le capuchon et agiter jusqu'à ce que le précipité soit bien dispersé.

Retirer le bouchon, centrifuger, décantier et égoutter comme précédemment.

Ajouter une quantité d'eau suffisante pour dissoudre tout le précipité.

Transfer la solution quantitativement dans un bécher et titrer pour Ca avec EDTA, en utilisant l'Eriochrome Black T comme indicateur.

Calculer la concentration de SO_4 dans l'extrait de sol sur la base du Ca trouvé dans le précipité. Alternativement, laissez le précipité sécher soit une nuit à température ambiante, soit pendant 1 heure à environ 110°C .

Dissolvez-le dans un volume d'eau mesuré. Secouant dans un agitateur alternatif pendant 1 heure est généralement nécessaire, car la dissolution du précipité séché est lent, contrairement à la poudre de gypse de qualité de réactif (**Lagerwerff et al., 1965**).

II-1-1-5 Méthode de Loveday, 1974

Principe

La méthode repose sur la détermination séparative du Ca^{2+} et du SO_4^{2-} dans un extrait saturé, et le SO_4^{2-} dans un extrait dilué.

Elle se base sur une solution saturée avec le gypse à la conductivité électrique autour de 2.3 ds/m à 25°C , ainsi qu'une concentration de 30- 32 meq/l du Ca^{2+} et du SO_4^{2-} respectivement (correspondant à une solution de 2.61 g/l pour le gypse) (**Hiouani, 2007**).

II-1-1-6 Méthode de Dick et Tabatabai, 1979

Les sols utilisés ont été traversés un tamis à mailles de 2 mm.

Les sulfates dans chaque sol ont été extraits avec des réactifs précis. Les extraits ont été obtenus en secouant pendant 1 heure 10 g de sol (<2 mm) avec 50 ml d'extrait dans un bouchon de 125 ml⁻ (4 oz⁻) bouteille carrée, et filtrer la suspension résultante. Les extraits de sol ainsi obtenus ont été analysés pour SO_4^{2-} par une chromatographie ionique IC. Pour comparer les résultats obtenus par la méthode IC, les extraits de sol ont également été analysés le SO_4^{2-} par la méthode au bleu de méthylène (**Johnson et Nishita, 1952**).

Le IC utilisé était un instrument Dionex modèle 10. L'instrument Dionex Model 10 est essentiellement un chromatographe en phase liquide sous pression composé d'un séparateur ou colonne tical (3 par 250 mm) emballée avec Dionex de faible capacité résine

agglomérée anionique, colonne de suppression (6 par 250 mm) emballée avec Dionex high-résine échangeuse de cations, éluant et colonne suppresseur réservoirs de réactif régénérant ($1N H_2SO_4$), (Dick et Tabatabai, 1979).

II-1-1-7 Méthode de Frankel et al., 1986

Amber lite IR-120 cation fort et Amber lite IR-400 anion fort des résines d'échange ont été utilisées sous les formes Na^+ et Cl^- , respectivement.

Le rapport optimal résine-échantillon et la période d'équilibrage ont été déterminés en ajoutant différentes quantités de gypse à une quantité donnée de mélange résines. Le temps nécessaire pour atteindre l'équilibre et la quantité de gypse dissous ont été déterminés par l'augmentation de la conductivité électrique et ont été trouvés à 2 jours si la résine a été placée dans les tubes de dialyse et moins d'un jour si aucun tube de dialyse n'a été utilisé (Bower et al., 1952).

L'utilisation de tubes de dialyse était limitée à ces cas où la CEC devait être déterminé après l'enlèvement et la quantification du gypse.

Quantification des quantités et élimination du gypse du sol les échantillons ont été obtenus en pesant un gramme de matériau du sol, tamisé passer un tamis de $250 \mu m$, dans des tubes à centrifuger en plastique aux quels les Na^+ et Cl^- des résines ont été ajoutées. De l'eau distillée a été ajoutée pour apporter le volume total d'eau dans le système à 30 cc. Parallèlement, un échantillon de sol sans résines a été préparé.

Les tubes ont été agités pendant 2 jours sur un agitateur alternatif, centrifugée à 5000 rpm et équilibrée dans un bain à température à $25 \pm 0,5 \text{ }^\circ C$ avant que la (CE_{25}) ne soit déterminée. Les concentrations de sodium, $Ca + Mg$, SO_4 et Cl ont également été déterminées dans le surnageant par Bower et al. (1952).

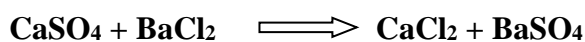
II-1-1-8 Méthode de A.S.T.M, 1988

II-1-1-8-1 Mode d'opération

1-à 1 g de sol sec et aéré a été prélevé et 5 ml d'acide chlorhydrique à une concentration de 20% ont été ajoutés.

2-Le mélange a été bouilli pendant plusieurs minutes, puis filtré.

3-Ajouter 10 ml de la solution ajoutée ($BaCl_2 \cdot 2H_2O$) proche de l'ébullition à une concentration de 10% sous forme de gouttelettes par pipette goutte à goutte jusqu'à formation d'un précipité blanc sous forme de $BaSO_4$ selon l'équation suivante



4-La solution a été bouillie pendant (10-15) minutes, et le mélange a été digéré pendant 03 heures à 80 °C

5-La solution a été laissée pendant (16-24) heures

6-Puis filtrer la solution et laver le sédiment avec de l'eau chaude plusieurs fois pour se débarrasser de l'excès de chlorure de baryum, la détection peut être connue des chlorures lors de l'ajout de gouttes de (AgNO₃) à l'eau filtrée du papier filtre, car il s'agit d'une suspension blanche, le lavage se poursuit donc et vice versa.

7-Le papier a été pesé alors qu'il était vide, et du gypse y a été déposé, puis il a été séché et pesé à nouveau, donc la différence entre les deux poids est la quantité de gypse déposée sur le papier (AL-Obaidi, 2013).

Les calcule :

$$= \frac{BaSO_4(g) \text{ du poids des sédiments } X \quad 100 \times 0,343}{\text{Poids de l'échantillon sec dans le sol (g)}} SO_3\%$$

$$\begin{array}{r} \text{SO}_3 \text{ SO}_4 \\ \hline \text{80} \quad \text{96} \\ \text{Y} \quad \text{X} \\ \hline \text{SO}_4 \text{ CaSO}_4 \text{ 2H}_2\text{O} \\ \hline \text{96} \quad \text{172} \\ \text{X} \quad \text{Z} \end{array}$$

Donc:

Z= Le pourcentage de CaSO₄ 2H₂O

X = Le pourcentage de SO₄

Y= Le pourcentage de SO₃

II-1-1-9 Méthode de Berigari et Al- Any., 1994

Les échantillons sont été séchés à l'air, broyés et passés à travers un tamis de 2 mm. Échantillons de sol de 2,0 g en triple dans 50 ml de polycarbonate les tubes à essai ont été lavés une fois avec des portions de 25 ml de 50% l'éthanol pour éliminer les sulfates solubles tout en l'essentiel la solubilité de gypse.

La solution en vrac a été centrifugée et les sédiment sa été mis en suspension dans 25 ml de 0,50 M de la solution de Na₂CO₃ par une bonification de 30-s pour perturber la formation de CaCO₃ stable (s)enduit sur gypse, améliorant ainsi sa conversion stœchiométrique au Na₂SO₄ soluble dans l'eau.

La solution surnageant était centrifugée à 1000 X g et 25°C, puis filtré quantitativement par Whatman 42 papiers filtrent. Cette procédure d'extraction a été répétée jusqu'à ce qu'un

test négatif pour le sulfate avec des cristaux de $BaCl_2$ ait été obtenu (**Greenberg et al., 1985**).

II-1-1-10 Méthode de Porta, 1996, 1998

- ✓ Mettre un gramme (01) de sol séché à l'air dans un flacon avec 500 cm³ d'eau distillée.
- ✓ Agiter pendant 20 mn.
- ✓ Filtrer l'extrait.
- ✓ Précipitation du gypse par addition de l'acétone.
- ✓ Dissoudre le précipité dans l'eau distillée.
- ✓ Mesure de conductivité électrique (CE) et détermination de la teneur en gypse la lecture de la CE sur un graph correspondance standard (**OUAMER, 2008**).

II-1-2 Méthode de détermination du gypse par l'analyse thermogravimétrique

L'analyse thermo-gravimétrique est des méthodes semi-quantitatives, basée sur la perte de poids d'un échantillon de sol, présentant de fortes teneurs en gypse.

La perte de poids est due à la déshydratation du minéral, sous forme d'une totale conversion du gypse en anhydrite (**Porta, 1996,1998**).

II-1-2-1 Méthode de Kovalenko T.A., 1972

Détermination du gypse par extraction à l'eau bouillante (**FAO, 1990**).

- ✓ 0,2-0,5 g de sol séché à l'air finement broyé est placé dans de l'eau bouillie dans un rapport de 1: 1000
- ✓ le mélange est légèrement chauffé à 40 °C et laissé au repos (mélangé périodiquement) pendant 10 à 12 heures
- ✓ puis le mélange est chauffé à 80 °C, et le calcium est déterminé par titrimétrie
- ✓ la teneur en gypse est ensuite calculée.

II-1-2-2 Méthode de Nelson et al., 1978

Transférer environ 8 g de terre <2 mm séchée à l'air dans un taré (poids 1) cuvette d'humidité du sol en aluminium (diamètre, 60 mm; profondeur, 15 mm) et peser (poids 2) à 0,001 g près.

Répétez cette procédure avec environ 4 g de gypse de qualité réactif ou des cristaux de gypse de sol purs <2 mm.

Ajouter environ 10 g (1 cuillère à soupe) de gel de silice sec indiquant le grade dans une boîte d'échantillons en étain de 89 ml (3 oz) (diamètre 54 mm; 35 mm).

Placez un cercle de tissu de quincaillerie de 3 mm (8 mailles) sur le dessus de la boîte et transférez-le dans un bocal Masson à large ouverture.

Placez le plat en aluminium contenant le sol sur une boîte de gel de silice. Placez une feuille de plastique sur le pot et serrez le couvercle.

Sécher le sol sur du gel de silice pendant 48 heures ou plus. Pesez immédiatement le conteneur avec la terre (poids 3). Séchez ensuite le sol dans un four à 105 °C Pendant 24 heures.

Si aucun four n'est disponible, sécher le sol pendant 15 min soit sous une lampe infrarouge de 250 watts à 10 cm du sol soit sur la surface chauffante d'un élément à gaz ou électrique à 135 °C. le récipient avec le sol dans le pot, placez la matière plastique sur le dessus, serrez le couvercle et refroidissez le sol à température ambiante.

Pesez le récipient avec la terre (poids 4). Il n'est pas nécessaire de refroidir l'échantillon de sol après chauffage à 105 °C, si l'échantillon est pesé immédiatement après sa sortie du four (Nelson et al., 1978).

Calculez le poids sec à l'air (AD) au poids sec au four (OD) ratio et rapportez-le à la troisième place à droite de la virgule en utilisant Eq. 1.

$$\frac{\text{Poids sec à l'air. (AD)}}{\text{Poids sec au four. (OD)}} \text{ ratiom} = \frac{(\text{poids 2} - \text{poids 1})}{(\text{poids 4} - \text{poids 1})} \quad (1)$$

Calculé des grammes d'eau cristalline de gypse pour 1 gramme de gypse séché gel de silice et rapportez-le à la quatrième place à droite de la décimale en utilisant Eq. 2.

$$W_c = \text{Teneur en eau cristalline dans le gypse, g / g} = \frac{(\text{poids 3} - \text{poids 4})}{\text{poids 3} - \text{poids 1}} \quad (2)$$

Calculez le pourcentage de gypse par la méthode de perte d'eau cristalline et rapportez-le sur une base de poids séché au four au dixième de pour cent en utilisant Eq. 3.

Gypse%, par le cristal méthode de perte d'eau sur un poids sec au four.

$$\text{Base} = \frac{(\text{poids 3} - \text{poids 4}) (100)}{\text{poids 4} - \text{poids 1} (W_c)} \quad (3)$$

Calculez le pourcentage estimé de gypse par le SO₄ standard méthode et le rapporter sur la base du poids sec du sol au four au dixième de pour cent en utilisant Eq. 4.

De gypse estimé%, par la méthode standard SO₄ (Fig. 1) sur un poids sec à l'étuve.

$$\text{Base} = \frac{(\text{poids 3} - \text{poids 4}) (96,1)}{\text{poids 4} - \text{poids 1}} (Wc) - (0,19) \quad (4)$$

Calculer le pourcentage estimé de gypse par le SO₄ standard méthode et le rapporter sur un sol séché au four plus de l'eau cristalline de gypse base de poids au nombre entier le plus proche en utilisant Eq. 5. Si la teneur en gypse du sol est de 1 à 4%, indiquer la teneur comme <4%.

% de gypse estimé par la méthode standard SO₄ sur un sol séché au four+ cristal de gypse-

$$\text{eau. Base} = \frac{(\text{De gypse estimé \% à partir de l'équation 4})}{1 + (\text{gypse\% de l'équation.3}) (Wc / 100)} \quad (5)$$

II-1-2-3 Méthode de Vieillefon., 1979

II-2-2-3-1 Méthodologie

L'étude de la cinétique de la déshydratation des échantillons gypseux a été réalisée à l'aide d'une étuve ventilée équipée d'une balance permettant de peser périodiquement l'échantillon sans le sortir de l'étuve appareil (BRABANDER); les essais ont été faits à des températures variées :

- à 105°C, pour étudier l'effet de la procédure classique,
- à 40°C, pour contrôler l'absence d'effet sur le gypse,
- enfin à des températures intermédiaires (50, 60, 70, 80)°C pour déterminer le seuil critique par **Vieillefon (1979)**.

On a procédé ensuite à l'analyse par A.T.D. des échantillons ayant subi des dessiccations de durée variée à ces différentes températures.

La succession des opérations est la suivante (à partir d'un poids de sol P₀, séché à l'air ou tel quel) :

- (1) séchage en étuve ventilée à 60°C pendant 24 heures (P₁)
 = si l'on observe une perte de poids, elle correspond à l'humidité de l'échantillon, soit à l'eau mécaniquement liée (cas a), et on a $\theta\% = \frac{P_0 - P_1}{P_1} \times 100$
 = si, au contraire, on observe une augmentation, elle correspond à une absorption d'eau par de l'anhydrite soluble, et dans ce cas il n'y a pas d'humidité (cas b).

Dans le cas b, la détermination de l'anhydrite soluble se fait par exposition de l'échantillon en chambre humide pendant 6 heures, puis séchage à 60°C pendant 24 heures en étuve ventilée (P₂).

- (2) L'anhydrite soluble est entièrement transformée en semi-hydrate, mais le

semi-hydrate initial n'est pas affecté ; on a alors : $A \% = \frac{P_2 - P_0}{P_0} \times \frac{136}{9} \times 100$

(3) après détermination, suivant le cas, de l'humidité ou l'anhydrite soluble, on

humecte l'échantillon à l'eau distillée, on équilibre 1 heure en chambre humide et l'on sèche à 60°C pendant 24 heures (P₃); l'augmentation de poids éventuelle est proportionnelle à la teneur en semi-hydrate transformé en gypse, et correspondant à la somme : (Vieillefon, 1979).

Semi-hydrate initial + anhydrite soluble transformée par l'opération précédente; on obtient :

$$\text{cas a} \quad H\% = \frac{P_3 - P_1}{P_1} \times \frac{145}{27} \times 100$$

$$\text{cas b} \quad H\% = \left(\frac{P_3 - P_1}{P_1} \times \frac{145}{27} \right) - \left(A\% \times \frac{145}{136} \right)$$

(4) par séchage à 105°C pendant 3 heures, le gypse correspondant à la somme :

gypse initial + semihydrate et anhydrite soluble transformés en gypse par l'opération précédente, est déshydraté et partiellement transformé en anhydrite qui, exposée 6 heures en chambre humide puis séchée 24 heures à 60°C, se réhydrate au stade semi-hydrate (P₄) ; on a alors :

$$\text{cas a} \quad G\% = \frac{P_4 - P_1}{P_1} \times \frac{145}{27} \times 100$$

$$\text{cas b} \quad G\% = \left(\frac{P_4 - P_0}{P_0} \times \frac{136}{27} \times H\% - A\% \right) \times \frac{172}{136}$$

(5) on effectue ensuite le dosage chimique de SO₄Ca total. Si la teneur en sulfate de calcium (anhydre) est supérieure à :

$$\text{cas a:} \quad H\% \frac{136}{145} + G\% \frac{136}{172}$$

$$\text{cas b:} \quad H\% \frac{136}{145} + G\% \frac{136}{172} + A\%$$

II-1-2-4 Méthode de Artieda et al., 2006

- 10 à 20 g de sol séchée à l'air libre (<2mm) sont déposés dans une boîte pété et pesé à 0.001g près.
- La boîte est transférée dans une étuve à 70C° jusqu'à l'obtention d'un poids constant, par la suite on la met dans une étuve à 90C° jusqu'à l'obtention d'un poids constant
- Le poids constants à 70C° sera obtenu après 03 jours .Ce temps dépend du volume de l'étuve et du nombre d'échantillons à 90 C° le temps est de 48h.
- Le pourcentage de gypse dans l'échantillon a été calculé par l'expression suivante: (Artieda et al., 2006).

$$\text{Gypse \%} = \left(\frac{\text{ps}-\text{pf}}{\text{ps}-\text{pt}} \right) 100 \left(\frac{100}{14.95} \right) = \left(\frac{\text{ps}-\text{pf}}{\text{ps}-\text{pt}} \right) 669$$

ps = poids de l'échantillon séché à 70°C plus du boîte de pété

pf = poids de l'échantillon séché à 90°C plus boîte de pété.

pt = poids de la boîte pété.

est le facteur de récupération du gypse entre 70 et 90°C.

II-1-3 Méthode de détermination du gypse par diffractométrie

L'identification du gypse par la technique de diffractométrie aux rayons x, peut être utilisée pour l'identification qualitative (**Khan et Webster, 1968**), et la méthode de **Friedel (1978)** pour l'estimation semi quantitative.

II-1-3-1 Méthode de Khan et Webster., 1968

Elle se fait grâce aux rayons x avec la présence du chlorure de potassium (KCl 02%) comme référence.

Tous les travaux ont été réalisés avec un compteur Norelco Geiger, spectromètre de diffraction des rayons X, dans lequel un rayonnement de cuivre a été utilisé, un filtre en nickel et une vitesse de balayage de 1° changeur en 2θ par 2 minutes.

Le tube a été réglé à 35 kV et 15 mA. Un facteur d'échelle de 8 et du temps constant de 4 a été utilisé sur l'enregistreur.

Du chlorure de potassium (2 % p / p) a été ajouté à chaque échantillon en tant que la norme. Les pics de diffraction les plus intenses du gypse et du chlorure de potassium étaient à 2θ valeurs d'environ 11,70° et 28.41° (**Khan et Webster., 1968**).

II-1-3-2 Méthode de Friedel, 1978

Elle se fait grâce aux rayons x avec la présence des références, qui peuvent être préparés par un échantillon issu de la déshydratation du gypse original en ajoutant des quantités connues de ce minéral. Il est possible de comparer les échantillons par rapport aux références (**Hiouani, 2007**).

Conclusion

Les régions arides sont connues pour contenir des sols gypseux dans des proportions et des propriétés différentes, ce qui le rend influencé par diverses analyses de sol. Il y avait de nombreuses méthodes d'analyser le taux de gypse dans le sol selon ses différents

principes et dans différents usages et développements, y compris chimiques, thermogravimétrique et par diffractométrie.

Les méthodes les plus importantes pour déterminer les teneurs en gypse dans le sol ont été expliquées dans ce chapitre, mais il existe d'autres méthodes qui n'ont pas été mentionnées car elles dépendent du même principe que les méthodes mentionnées précédemment, y compris la méthode Porta et al (1986) ; la méthode de Lebronet al (2009) ; la méthode Weindorf et al (2013) et la méthode de Sayegh et al (1978)...

Toutes ces méthodes ont leurs limites et leurs avantages, mais la plupart sont associées à de grandes erreurs. **Porta (1998) et Al-Awajy et al. (1994)** ont critiqué toutes ces méthodes et ont recommandé qu'aucune d'entre elles ne soit la meilleure. Ainsi, les méthodes traditionnelles de détermination du gypse tel que la méthode de Nelson et al, 1978; méthode de Coutinet, 1965 et méthode de Lagerwerff et al., 1965 sont longues et exigeantes en main-d'œuvre (**Omran, 2016**).

Une méthode fiable et respectueuse de l'environnement est nécessaire pour détecter et analyser rapidement le gypse du sol et développer des méthodes plus rapides et plus rentables pour quantifier le gypse dans le sol avec une précision fiable.

Pour cela, il faut identifier une méthode plus rapide, simple et précise qui remplace les anciennes techniques d'estimation du gypse du sol et convient aux sols contenant un faible pourcentage de gypse atteignant moins de 5%.

LE TROISIÈME
CHAPITRE:
COMPARAISON ENTRE
QUELQUES MÉTHODES
DE DOSAGE DU GYPSE
DANS LE SOL

Chapitre III: Comparaison entre quelques méthodes de dosage du gypse

Introduction

F.A.O. (1990), mentionne qu'au niveau des régions arides et semis arides, le gypse se comporte comme un constituant semi-soluble dans le sol et sa présence au-delà d'un certain seuil, affecte la croissance des plantes et leurs productivités (**Haddad, 2011**).

Les propriétés physico-chimiques induites par le gypse sont donc très particulières et ont une influence non négligeable sur les résultats des analyses que l'on applique aux sols gypseux, et dont la difficulté est bien connue (**Vieillfon, 1979**).

Des méthodes simples et fiables de détermination du gypse dans les sols sont nécessaires pour jeter les bases de la recherche écologique et physiologique sur les plantes gypsophiles (**Palacio et al., 2014; Escudero et al., 2015**), les microbes (**Dong et al., 2007**) et dans d'autres disciplines où le gypse joue un rôle clé dans le comportement du sol [par exemple, pour l'irrigation (**Moret-Fernández et Herrero, 2015; Herrero, 2017**), ou le génie civil (**Jha et Sivapullaiah, 2017**) (**Herrero et al., 2018**).

Une méthode fiable et écologique est nécessaire pour détecter et analyser rapidement le gypse du sol. Une demande croissante pour le développement de méthodes plus rapides et plus rentables pour quantifier le gypse dans le sol avec une précision fiable, nous amène à une question de recherche: pouvons-nous développer une méthode plus rapide et plus simple? (**Omran, 2016**).

III-1 Comparaison entre quelques méthodes de dosage du gypse

L'estimation du gypse dans le sol se fait par plusieurs méthodes classiques conventionnelles (thermiques et chimiques), et des méthodes thermiques d'estimation du gypse dans le sol sont la méthode Nelson et al (1987) et la méthode Artieda et al (2006).

Quant aux méthodes chimiques, elles dépendent soit de la mesure de la conductivité électrique après dépôt du gypse avec de l'acétone puis de la dissolution du gypse déposé avec de l'eau distillée (**Sayegh et al., 1978; F.A.O, 1990**). Ou cela dépend de la détermination du calcium et du sulfate dans l'extrait de pâte saturée et l'extrait de sol par la méthode de titrage Dermach et al., (1982) et Lagerwerff et al., (1965) (**Al-Abid, 2011**).

Les méthodes conventionnelles les plus importants adoptés pour quantifier le gypse dans le sol sont détaillés dans la chapitre II (les différentes méthodes d'analyse du gypse dans le sol).

Le but de ce chapitre, est de comparer entre quelques méthodes de dosage du gypse et d'essayer de recommander une méthode simple, peu coûteuse, précise et sans danger pour l'environnement.

III-1-1 Comparaison entre méthode chimique, méthode thermique et méthode par conductivité électrique de dosage du gypse

Trois méthodes de dosage couramment utilisées ont été choisies en fonction des composants chimiques du gypse ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$).

- La première méthode (Lagerwerff et al., 1965) impliquait l'utilisation de la méthode de correction et de chélation du calcium;
- La deuxième méthode (ASTM, 1988) est basée sur la précipitation de sulfates sous forme de sulfate de baryum (BaSO_4) (Al-Obaidi, 2013).
- La troisième méthode (Artieda et al., 2006) basé sur la méthode perte d'eau cristalline à partir d'une solution aqueuse au sulfate de calcium (gypse).

III-1-1-1 Comparaison

Le but de cette comparaison était d'évaluer trois méthodes différentes d'estimation du gypse ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$).

La méthode ASTM donnait la valeur la plus élevée avec le faible taux de gypse (5%) qui était de 4,69%, tandis que les autres méthodes Artieda et Lagerwerff, donnaient respectivement 4,66% et 4,47% (Al-Obaidi, 2013).

Selon Al-Obaidi (2013)

Les résultats ont montré que:

- La méthode de Lagerwerff a donné un résultat supérieur à celui d'Artieda et les méthodes ASTM pour le niveau 10%.
- La méthode de Lagerwerff a donné un pourcentage de gypse qui était de 9,52% tandis que les méthodes Artieda et ASTM ont donné respectivement 9,47% et 9,14%.
- La méthode Artieda est meilleure que les méthodes Lagerwerff et ASTM pour estimer le gypse à des niveaux moyens et élevés de proportions de gypse dans les sols (15%, 25%, 50% et 70%), car ils ont donné les pourcentages de 14,60%, 24,62%, 49,41% et 69,24%, respectivement.
 - Alors que la méthode de Lagerwerff a donné les valeurs suivantes 14,41%, 24,38%, 48,96% et 68,71%,

- La méthode ASTM a donné les valeurs 14,01%, 24,27%, 48,806% et 68,58% respectivement avec les mêmes niveaux; 15%, 25%, 50% et 70%.

De ce qui précède, nous concluons que la méthode ASTM est la meilleure pour les niveaux de gypse à de faibles niveaux (moins de 5%), tandis que la méthode de Lagerwerff est la meilleure pour les niveaux entre (5% _10%), et la méthode Artieda est la meilleure pour estimer le gypse à des niveaux moyens et élevés (15% _70%). de gypse en raison de l'augmentation de la teneur en eau cristalline en augmentant la teneur en gypse, ce qui augmente la précision de la méthode ci-dessus (**Al-Obaidi, 2013**).

III-1-2 Comparaison entre trois méthodes chimiques, thermiques et infrarouges de dosage du gypse

L'une des méthodes standard actuellement utilisées pour les sols est la procédure au sulfate de baryum (**USSL., 1954**). Sulfate non gypsifère. Cette méthode est probablement la plus fiable mais il y a une autre méthode, basée sur la teneur en eau cristalline du gypse (20,91%), C'est la méthode de déshydratation au four-gel de silice (**Nelson et al., 1978**).

Elprince et al. (1982) ont introduit une méthode infrarouge (IR) pour étudier la cinétique de la réaction de déshydratation lors du chauffage d'un sol par rayonnement IR électriquement reproductible.

Le but de cette étude est de développer et d'évaluer la méthode IR et de comparer les résultats obtenus avec elle et avec la méthode standard au sulfate de baryum. Ceci est fait en déterminant les reproductibilités et les précisions des deux méthodes (**Elpirence et al., 1983**).

➤ **Méthode USSL., 1954**

La méthode se base sur la différence entre les teneurs en calcium et magnésium dans l'extrait aqueux dilué (**TIR, 2007**). Dans cette méthode, l'échantillon de sol est extrait avec suffisamment d'eau pour dissoudre tout le gypse (Sayegh et al., 1978). Ensuite, le sulfate est dosé par gravimétrie par précipitation sous forme de sulfate de baryum (**Elpirence et al., 1983**).

➤ **Méthode infrarouge (IR)**

Pour étudier la cinétique de la réaction de déshydratation lors du chauffage d'un sol par rayonnement IR électriquement reproductible. Le taux de perte de poids en fonction du temps donne en moins de 30 min une courbe de déshydratation constituée de deux pics. Le premier

pic est dû à l'humidité du sol et le second à l'eau cristalline du gypse. Le produit de la déshydratation est mieux considéré comme un anhydrite soluble ($\text{CaSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$) plutôt qu'un hémihydrate ($\text{CaSO}_4 \cdot 1/2 \text{H}_2\text{O}$) ou un anhydrite insoluble (CaSO_4) (**Elpirence et al., 1983**).

III-1-2-1 Comparaison

Selon, **Fripiat et al. (1960)** La méthode au sulfate de baryum sous-estime la teneur en gypse par rapport à la méthode IR.

Ceci est également vrai lorsque la première méthode est comparée à la méthode au gel de silice au four (Nelson et al., 1978). Deux explications peuvent être données à cette observation:

- 1-Le gypse peut ne pas être complètement extrait par la méthode au sulfate de baryum.
- 2-Une déshydratation incomplète et une déshydroxylation en réseau des minéraux du sol amènent la méthode IR à surestimer la teneur en gypse.

Selon **Fripiat et al. (1960)**, les molécules d'eau restent jusqu'à un stade final de déshydratation des minéraux argileux en expansion, même après l'effondrement de l'espace inter couche, et la déshydroxylation du réseau commence avant la déshydratation.

Barshad (1965) a indiqué que la déshydroxylation commence à environ 150 à 350 °C et s'achève à 1000 °C, (**Elpirence et al., 1983**).

La méthode USSL., 1954 est probablement la plus fiable mais elle est très longue (**Elpirence et al., 1983**).

La méthode IR semble offrir un moyen rapide de déterminer la teneur en gypse des échantillons de sol (**Elpirence et al., 1983**).

Notre conclusion est qu'une déshydratation incomplète et une déshydroxylation du réseau peuvent se produire, mais avec un taux et une ampleur qui ne causent pas d'interférence significative dans la détermination de la teneur en gypse du sol par la méthode IR.

Selon **Elprince et al. (1982)** la méthode infrarouge n'a pas surestimé la teneur en gypse et près de 100% de récupérations ont été obtenues à partir de mélanges synthétiques. Ainsi, nous concluons que le gypse n'est pas complètement extrait des échantillons de sol en utilisant la méthode au sulfate de baryum.

Par conséquent, la précision des méthodes infrarouge et au sulfate de baryum peut être comparée. Cependant, la méthode infrarouge a une meilleure reproductibilité ($a = 0,48$) que la méthode au sulfate de baryum ($a = 0,61$). Les déterminations utilisant la méthode infrarouge sont plus rapides que celles utilisant la méthode au sulfate de baryum

III-1-3 Comparaison entre trois méthodes chimiques électroconductométrique de dosage du gypse

- **Méthode Richards L.A., 1954**
- **Méthode Lagerwerff et al., 1965**
- **Méthode de Bower et Huss., 1948**

Ces méthodes ont été expliquées précédemment (Chapitre II).

III-1-3-1 Comparaison

La quantité de gypse dissous peut être déterminée par une méthode de conductance rapide (**Bower et Huss, 1948; Richards, 1954**) dans laquelle proviennent les ions sulfate.

Le sulfate de calcium dissous dans l'extrait de sol de l'eau est précipité avec le calcium du chlorure de calcium dans l'acétone. Le précipité est re-dissous dans l'eau, lorsque le précipité est complètement dissous, la conductivité électrique est mesurée.

Une corrélation existe entre le CaSO_4 et la conductivité électrique. Pour une solution aqueuse saturée de gypse pur à 25 °C, la conductivité électrique est de 2,2 Mmhos / cm, ce qui équivaut à 30,5 méq / l de concentration CaSO_4 (**Tableau I de l'annexe N° 01**)

En présence de Ca^{2+} ou SO_4^{2-} provenant de sources autres que le gypse, la solubilité du gypse est moins commune-ionique.

Alors qu'en présence d'autres ions, la solubilité est plus importante (effet des sels) (**Lagerwerff et al., 1965**).

Ces auteurs ont modifié la méthode de (Bower et Huss, 1948) pour éviter une erreur d'échange en déterminant le gypse sur la base du sulfate associé au calcium; cela minimise les erreurs dues à l'acétone et aux ions occlus.

Dans les sols affectés par le sel, les sels peuvent interférer avec l'électroconductivité. (**Abrisqueta et al., 1962; Schleiff, 1979**).

III-1-4 Comparaison entre deux méthodes chimique et thermique

- **Méthode Coutinet, 1965**

La méthode de COUTINET (1965) qui consiste à mesurer le taux de gypse suite à sa décomposition avec du carbonate d'ammonium (ou de sodium) dosé à 5%. L'ion sulfate est

libéré et précipite avec du chlorure de baryum dosé à 20% à chaud. La mesure gravimétrique de l'ion sulfate donne la teneur en gypse (Aoun, 1995) in (Boumaraf, 2015).

➤ **Méthode de Vieillefon., 1979**

La méthode de dosage du gypse par perte de poids semble donc particulièrement facile à mettre en œuvre, ne nécessitant que des pesées de précision moyenne, une balance donnant le centigramme étant largement suffisante ,par ailleurs ,la possibilité de réaliser de grandes séries permet de doubler ,voire de tripler les déterminations sur un même échantillon pour une meilleure précision (Vieillefon, 1979).

III-1-4-1 Comparaison

Les résultats de l'analyse chimique sont le plus souvent inférieurs à ceux que donne le calcul à des pertes de poids, du fait que l'analyse chimique a été faite sur des échantillons simplement séchés à l'air.

-Le séchage à 105 °C, éliminer une partie de l'eau de constitution des particules gypseuses, conduira lui aussi à une sous-estimation, à la fois dans les fractions fines et dans les fractions grossières.

- Causes d'erreur pourraient être estimée connaissant la teneur en gypse (Vieillefon, 1979).

- La méthode **Coutinet, 1965** est applicable à toutes les teneurs en gypse (Tir, 2007). Mais, le principal défaut est de doser exclusivement le sulfate de calcium, sans renseigner sur son état d'hydratation

- On pourrait être tenté d'attribuer cette différence à la présence de sulfate de calcium anhydre, soit à de l'anhydrite naturelle (Vieillefon, 1979).

Selon (Al-Obaidi, 2013) Les méthodes quantitatives traditionnelles (Coutinet, 1965) pour estimer le gypse dans le sol n'extraient pas la quantité totale de gypse car c'est le gypse semi-filant qui est séparé et calibré car il est plus soluble que le gypse et donc les méthodes chimiques traditionnelles utilisées pour estimer le gypse dans le sol ne donnent pas des résultats précis.

III-1-5 Comparaison entre deux méthodes conventionnelles thermiques et méthode thermique alternative de dosage du gypse

III-1-5-1 Le principe scientifique de la méthode alternative:

La méthode alternative est basée sur l'élimination de l'eau hygroscopique de l'échantillon de sol par chauffage à une température de 105°C pendant deux heures, puis l'élimination de l'eau de cristallisation du gypse par chauffage à une température de 200 °C pendant deux heures, et la différence représente la quantité totale d'eau de cristallisation perdue du gypse, et afin de convertir la quantité d'eau de cristallisation pour le gypse en un pourcentage Le gypse est multiplié par le facteur constant 3.778 qui représente le rapport pondéral du sulfate de calcium à l'eau de cristallisation 2H₂O (AL-Abid, 2011).

a)- Méthode :

1g de terre sèche est prélevé en aérobie et placé dans une louche en porcelaine de poids connu (précision 0,001g), puis placé dans une étuve de séchage équipée d'une ouverture de ventilation à une température de 105 ° C pendant deux heures puis pesé après l'avoir mis dans le séchoir jusqu'à ce qu'il atteigne la température ambiante.

La poche est renvoyée au four et séchée à 200 C° pendant deux heures, puis la poche est pesée avec précision après l'avoir placée dans le séchoir jusqu'à ce qu'elle prenne la température ambiante, puis le pourcentage (%) de gypse dans le sol est calculé à partir de l'équation suivante:(AL-Abid, 2011).

$$\text{Gypse (\%)} = \frac{A-B}{P} \times 100 \times 3.778$$

A: Peser l'échantillon de sol avec le couvercle après chauffage à 105 ° C (g).

B: Peser l'échantillon de sol avec le couvercle après chauffage à 200 ° C (g).

P : Le poids de l'échantillon de sol complètement sec (g).

100: facteur de conversion en pourcentage.

3.778: facteur fixe, résultant du rapport pondéral du sulfate de calcium.

III-1-5-2 Comparaison

AL-Abid (2011), a fait de nombreuses estimations pour étudier l'exactitude du principe scientifique de la méthode alternative afin de l'adopter, puis a suivi celle pour étudier l'exactitude de la méthode en préparant des échantillons standards (référence) qui incluent différentes proportions de gypse, puis la proportion de gypse dans ces échantillons a été estimée par la méthode alternative et par les méthodes traditionnelles. L'étendue de la méthode

alternative (limites de détection minimale et supérieure) a été étudiée dans des échantillons de gypse pur et de mélanges contenant différentes proportions de gypse, et les interactions affectant la précision de la méthode alternative ont également été étudiées. Le gypse et sa teneur ont été estimés par une méthode alternative et les méthodes traditionnelles approuvées (Nelson et al., 1978 ; Artieda et al., 2006) pour estimer le gypse dans le sol.

➤ **Méthode Nelson et al., 1978**

Selon (F.A.O, 1990), le gypse se transforme en anhydrite avec la chaleur et commence par une perte d'eau à une température de 40 °C. Il atteint le stade de gypse semi aqueux à une température de 70-90 °C et au-dessus de 100 °C.

Le gypse contient encore environ 0,01 mole d'eau par mole de gypse, Cela confirme que la méthode thermique de Nelson n'est pas suffisamment précise pour estimer le gypse dans le sol, car le chauffage à 105 °C pendant 72 heures avec la méthode thermique n'a éliminé que 84,83% de l'eau de cristallisation totale du gypse.

De plus, continuer à chauffer à 105 °C jusqu'à la stabilisation du poids (pendant une période de 90 heures) a conduit à éliminer 88,93% de l'eau de cristallisation totale du gypse lors de l'analyse d'échantillons de sols avec du gypse, la méthode standard pour obtenir des échantillons séchés au four pour des analyses supplémentaires n'est pas pratique (Porta, 1997).

Ainsi que, Cette méthode est simple, mais elle est encore très lente, surtout pour une seule détermination (Elpirence et al., 1983).

➤ **Méthode Artieda et al (2006).**

Artieda et al (2006) estime que les méthodes thermiques d'estimation du gypse dans le sol sont meilleures que les méthodes chimiques, car ce sont des méthodes faciles et précises, car elles ne dépendent pas de l'estimation des sulfates ou du calcium dans le sol, ce qui conduit à leur absence d'interférence, et elles ne nécessitent pas d'équipement coûteux ou compliqué, en plus ces méthodes sont considérée comme méthodes sans danger pour l'environnement, d'autant plus qu'il existe un grand intérêt pour les produits chimiques nocifs pour la santé humaine et son environnement, et qu'il est également urgent d'adopter le concept d'alternatives aux produits chimiques dangereux (AL-Abid, 2011).

➤ **Méthode alternative**

Par méthode de chauffage alternative, qui dépend d'un chauffage à 105 °C pour éliminer l'eau hygroscopique, puis d'un chauffage à 200 °C pour éliminer l'eau de cristallisation du gypse.

En fait, les résultats ont montré que la supériorité de la méthode suggérée par rapport aux méthodes traditionnelles utilisées est due à sa précision, en outre, elle est facile, efficace et sûre pour l'environnement. Cependant, la valeur évaluée de la teneur en gypse par la méthode suggérée était fortement corrélée avec les échantillons standards ($R = 1$). La méthode alternative mesure 99,68% de la teneur en gypse dans les échantillons standard, De plus, le taux d'erreur dans la méthode alternative ne dépassait pas 0,3%. Tandis que les méthodes de chauffage de Nelson et les méthodes de conductivité électrique n'évaluent que 84,83% et 88,77% respectivement (**AL-Abid, 2011**).

Conclusion

En conclusions de ce chapitre, les méthodes conventionnelles de détermination du gypse sont longues et coûteuses et intègrent parfois l'utilisation de produits chimiques nocifs pour l'environnement. Il existe de nombreuses méthodes proposées pour la détermination du gypse et chacune a été rapportée avec ses propres limites, Ces méthodes semblent présenter de nombreuses limites, qui peuvent être attribuées au degré de précision et à la teneur du traitement (**Omran, 2016**).

-Le dosage de gypse est effectué d'après la méthode de Richard (1954) ; par l'utilisation de l'acétone, La récupération de la teneur en gypse en utilisant des méthodes à l'acétone avec une quantité connue de gypse pur ajouté au sol montre que l'acétone est sous-estimée. Cela pourrait être attribué à une extraction incomplète du gypse dans la méthode à l'acétone, puis à plus de temps et au degré de précision.

- Cependant, la méthode au gel de silice (Nelson et al., 1978) donne des valeurs sur estimant la teneur en gypse.

- La méthode infrarouge (IR) semble fournir une méthode rapide pour déterminer la teneur en gypse dans les échantillons de sol, Mais des appareils rares, sophistiqués et coûteux sont utilisés (**Elpirence et al., 1983**).

La méthode COUTINET, 1965 est applicable à toutes les teneurs en gypse, mais elle est totalement imprécise en raison du potentiel d'interférence du sel dans la proportion de gypse et est également nocive (**Tir, 2007**).

-Le gypse n'est pas complètement extrait des échantillons de sol en utilisant la méthode au sulfate de baryum.

La méthode de dosage du gypse par perte de poids semble donc particulièrement facile à mettre en œuvre (**Vieillefon, 1979**).

-La méthode de Nelson est simple mais c'est encore très lent surtout pour une seule détermination (**Elpirence et al., 1983**).

-Et par méthode de chauffage alternative, les résultats ont montré que la supériorité de la méthode suggérée par rapport aux méthodes traditionnelles utilisées est due à sa précision, en outre, elle est facile, efficace et sûre pour l'environnement (**AL-Abid, 2011**).

-La méthode thermique alternative convient à tous les types de sols, en particulier dans les sols calcaires, gypse et salins, tandis que la méthode, Coutinet (1965) est applicable à toutes les teneurs en gypse (**Tir, 2007**).

A la fin on peut conclure que, les méthodes thermiques d'estimation du gypse dans le sol sont meilleures que les méthodes chimiques, car ce sont des méthodes faciles et précises, d'autant plus qu'il existe un grand intérêt pour les produits chimiques nocifs pour la santé humaine et son environnement, et qu'il est également urgent d'adopter le concept d'alternatives aux produits chimiques dangereux (**AL-Abid, 2011**).

CONCLUSION GÉNÉRALE

Conclusion générale

L'objectif de notre travail, était une synthèse bibliographique des différentes méthodes de dosage du gypse et essayer à la fin de faire une comparaison de quelques méthodes pour en tirer des recommandations concernant leur faisabilité du point de vue pratique et économique surtout dans les régions arides.

La présence de gypse dans le sol affecte la plupart de ses propriétés, causant de graves problèmes physiques, chimiques et de fertilité.

Par conséquent, il existe de nombreuses méthodes différentes pour déterminer la teneur en gypse dans le sol, la plupart d'entre elles ont été signalées et les plus importantes d'entre elles ont chacune leurs propres limites.

Les méthodes traditionnelles de dosage du gypse sont longues et coûteuses, et impliquent parfois l'utilisation de produits chimiques nocifs pour l'environnement.

Les résultats de la comparaison entre certaines de ces méthodes, nous ont permis de conclure que:

- Concernant la détermination de la teneur en gypse à l'aide de méthodes à l'acétone, il semble que lors du couplage de l'acétone avec du gypse, la quantité du gypse est diminuée. Cela peut être attribué à l'extraction incomplète du gypse par la méthode de l'acétone, puis à plus de temps et de degré de précision;

- Les déterminations utilisant la méthode infrarouge sont plus rapides que celles utilisant la méthode au sulfate de baryum, mais nécessitent un équipement plus précis;

- Les méthodes chimiques pour déterminer le pourcentage de gypse dans le sol ne sont pas suffisamment précises, car des sels ou d'autres minéraux peuvent être déposés avec le gypse, ou les matériaux utilisés dans l'analyse peuvent être déposés, car ils sont nocifs et dangereux pour l'environnement;

- Quant aux méthodes thermiques traditionnelles qui dépendent du séchage et de la perte d'eau, comme méthodes Artieda et al. (2006) et Nelson et al. (1978), elles sont plus précises et simples que les méthodes chimiques, mais elles ne peuvent pas perdre complètement la cristallisation de l'eau à une température inférieure ou égale à 105°C;

- La méthode au gel de silice (Nelson et al, 1978) donne une surestimation de la teneur en gypse, qui peut être attribuée à une déshydratation partielle et une déshydratation des minéraux argileux conduisant à une surestimation de la teneur en gypse.

De là, nous concluons que ces méthodes ont de nombreuses limites, qui peuvent être attribuées au degré de précision, à la lenteur du traitement et aux dommages environnementaux et sanitaires.

- Et la méthode thermique alternative qui dépend d'un séchage à 200 °C pendant une période de 2 heures est capable d'éliminer complètement l'eau de cristallisation et elle est plus simple et plus précise que toutes les méthodes où le taux d'erreur ne dépasse pas 0,3% et convient à tous les types de sol, en particulier dans les sols de calcaire, de gypse et de solution saline.

Par conséquent, il est recommandé de suivre les méthodes thermiques les plus précises, simples et sûres au lieu de méthodes chimiques nocives et imprécises.

RÉFÉRENCES

BIBLIOGRAPHIQUES

Références bibliographiques

1. **A.S.T.M., 1954.** Standard Methods of Testing Gypsum and Gypsum Products. C – pp : 26 - 54 : 291-296.
2. **A.S.T.M., Standards., 1988.** Cement; Lime; Gypsum, Annual Book,
3. **ABDESSELAM S., 1999.** Contribution à l'étude des sols gypseux au Nord-Est du Sahara Algérien: Caractérisation et Genèse. Cas des oasis de Tolga (Région des Zibans).Thèse Mag., I.N.A., El-Harrach, 147p.
4. **ABRISQUETA, C., ARTÉS , F.,ROMERO ,M., 1962.**Estudiocriticodelmétodo de Bower y Huss para la determinacion deleyeso en los sueloscalizos de Murcia .An. Edaf.yAgribiol .,CSIC, Madrid, XXI,7_12,1962,pp.531-539.
5. **AL-ABID. A. CH., 2011.** The study of Gypsum Determination in the soil by Alternative Heating Method. pp: 89-96.
6. **AL-AWAJY MH, HEAKEL MS, REDA M, MODAIHSH AS, CHOUDHARY MI., 1994.** Reliability of gypsum determination in soils by three existing simple methods. Arab Gulf J Sci Res 12(2): 273–284
7. **AL-OBAIDI B. SH., 2013.** Evaluation of different methods for gypsum determination in artificial soil, univ. Trikit. col. Agr. pp: 368-373
8. **ARTIEDA O, HERRERO J, DROHAN PJ., 2006.** Refinement of the differential water loss method for gypsum determination in soils. Soil Sci Soc Am J 70:1932–1935.
9. **AUBERT G., 1960 :** les sols de la zone aride, étude de leur formation, de leurs Caractères, de leur conservation. Actes coll. Unesco de Paris sur les problèmes de la zone aride, pp : 127- 150.
10. **AUVRAY C., 2003.** Vieillissement et comportement rhéologique du gypse. Thèse de doctorat de l'I.N.P.L., Spécialité : Génie civil – Hydrosystèmes Géotechnique, 279 p.
11. **BARRIAND P. CESBRON F, GEFFROY J., 1978.** Les minéraux, leurs gisements, leurs associations. Editions du B.R.G.H., 298 p.
12. **BELLANCA A, NERI., 1993.** Dissolution and precipitation of gypsum andcarbonate minerales in soils on evaporite deposits, central Sicily: isotope geochemistry and microfabric analysis, Geoderma. 59 .1/ 4, pp: 263-277.

13. **BERIGARI MS , AL-ANY FMS., 1994** . Gypsum determination in soils by conversion to water-soluble sodium sulphate. *Soil. Sci. Am. J.* 58, pp 1624 – 1627.
14. **BINI C., RISTORI G.G., 1987**. Microstructure of soils developed on Gypsic-clay rocks in Northern Apennines (Italy). *Micomorphologie des sols :SoilMicromorphology*, pp: 481- 485.
15. **BOUMARF. B., 2015**. Caractéristique et fonctionnement des sols dans la vallée d'Oued Righ, sahara nord oriental, algerie , thèse doctorat en spécialité pédologie, universite de reims champagne-ardenne, 27 p.
16. **BOWER C.A., HUSS R.B., 1948**. Rapid conductometric method for estimating gypsum in soil. *Soil Sci.*66, pp: 199-209
17. **BOWER, C.A., REITEMEIER, R.F., FIREMAN, M., 1952**. Exchangeable cation analysis of saline and alkaline soils. *SoilSci.*, 73: 251-261.
18. **C.P.C.S., 1967**. Classification française des sols. Commission de Pédologie et de Cartographie des sols INRA., Paris. 79p.
19. **COOKE R.U., WARREN A., GOUDI S.A., 1993**. Desert geomorphology. U.C.L. press. London. 526 p.book.
20. **COUTINET S., 1965**. Méthode d'analyse utilisable pour les soles sales, calcaires et gypseaux. *Agron tropicale* 12, pp:1242.1253.
21. **DEKKICHE B., 1974**. Contribution à l'étude des sols du Hodna et corrélation géochimique des eaux de nappe. Thèse Univ. Gant. Belgique, 210 p.
22. **DICK W.A., TABATABAI M.A., 1979** Ion chromatographic determination of sulfate and nitrate in soils. *SilSci.Soc.Am.J.*, 43, 900 p.
23. **DJILI K., 2000**. Contribution à la connaissance des sols du Nord d'Algérie. Création d'une banque de données informatisées et utilisation d'un système d'information géographique pour la spatialisation et la valorisation des données pédologiques. Thèse d'état en sciences agronomiques. INA, El- Harrach, 227p.
24. **DONG H., RECH J.A., JIANG H., SUN H., BUCK B.J., 2007**.Endolithic cyanobacteria in soil gypsum: Occurrences in Atacama (Chile), Mojave (United States), and Al-Jafr Basin (Jordan) Deserts. *J. Geophys. Res.* 112: G02030. doi: 10.1029/2006JG000385.
25. **ELLORZA M.G., SANTOLLALA F.G., 1998** .Geomorphology of the tertiary gypsum formation in the Ebro depression (Spain). *Géoderma*, N° 87. pp: 1-29.
26. **ELPRINCE AM, AL-SHAMMARY MA, MAGBOUL AM., 1982**. Kinetics of thermal dehydration of gypsiferous soils. *Soil. Sci. Soc. Am. J.* 46:530–535

27. **ELPRINCE AM, TURJOMAN AM., 1983.** Infrared dehydration method for determining gypsum content of soils. *Soil Sci Soc Am J* 47:1089–1091
28. **ESCUDERO, A., S. PALACIO, F.T. MAESTRE., A. LUZURIAGA., 2015.** Plant life on gypsum: A review of its multiple facets. *Biol. Rev. Camb. Philos. Soc.* 90: pp: 1–18. doi:10.1111/brv.12092.
29. **ESWAREN H, GONG Z.T., 1991.** Properties, genesis, classification and distribution of soils with gypsum. In Nettleton, w.d. et al., 1991. Properties, characteristics and genesis of carbonate gypsum and silica. Accumulation in soils. SSSA spec. Pub. N° 26. Mandison. pp: 89-119.
30. **F.A.O., 1988.** Soil map of the world. Revised legend, by FAO–UNESCO–ISRIC. World Soil Resources Raport N° 60. Rome.
31. **FAO, 1988.** La qualité de l'eau en agriculture. Bulletin d'irrigation et de drainage, 29 Revel, 181 p.
32. **FAO, 1990.** Management of gypsiferous soils. Soils bulletin n° 62. Food and Agriculture Organization of the United Nations, Rome 81p.
33. **FARAG FM., 1999.** Thermal transformation of gypsum and its determination in soils. *J Agric Sci Mansoura Univ* 24(9): 5201–5215
34. **FLOREA N., AL-JOUMAA Kh., 1998 .**Genesis and classification of gypsiferous soils of the middle Euphrates Floodplain, Syria. *Geoderma* 87: pp: 67-85.
35. **FRENKEL H., GERSTL Z., RENGER VAN DE VEEN J., 1986.** Determination of gypsum and cation exchange capacity in arid soils by resin method. *Geoderma*, 39, pp: 67-77.
36. **FRIEDEL B., 1978.** Zur Bestimmung von Gips in Boden. *Z. Pflanzenernaehr. Rodenk.*, pp: 141 : 231-239.
37. **GRATZFELD J., 2004.** Industries extractives dans les zones arides et semi-arides ,Planification et gestion de l'environnement, Collection Gestion des écosystèmes N° 1, Union mondiale pour la nature, (UICN : gland, suisse et Cambridge, Royaume- uni),12 p.
38. **GREENBERG, A.E., TRUSSELL, RR., CLESCERI, L.S, 1985.** Standard methods for the examination of water and wastewater. 16thed. Am. Public Health Assoc, Washington, DC.
39. **HADDAD. A., 2011.** Contribution à l'étude de la répartition spatiale de la végétation spontanée de la région de Biskra, Mémoire de Magister en Sciences Agronomique: 20 p

40. **HALITIM A., 1985** : Contribution à l'étude des sols des zones arides (Hautes plaines steppiques de l'Algérie). Morphologie, distribution et rôle des sels dans la genèse et le comportement des sols. Thèse doctorat. univ Renne, 384 p.
41. **HALITIM A., 1988**. Les sols des régions arides d'Algérie. Ed. O.P.U. Alger, pp: 361-385.
42. **HALITIM A., ROBERT M., BERRIER J., 1983**. Etude expérimentale de l'interaction de la calcite et du gypse avec la montmorillonite.
43. **HAMDI-AÏSSA B. et GIRARD M.C., 2000**. Utilisation de la télédétection en régions sahariennes, pour l'analyse et l'extrapolation spatiale des pédopaysages. *Sécheresse*, 3, pp : 179-188.
44. **HELIMI S; HAMDI-AISSA B ; BOUHNİK A ; et MOSTFAOUI T., 2018**. Les accumulations gypseuses dans les sols du Sahara septentrional Algérien : cas de la région d'Oued Righ, Article de journées d'étude des sols Rouen-Normandie, 2 p
45. **HERRERO J., ARTIEDA O. and WEINDORF D.C., 2018**. The determination of gypsum in soils. *Soil Sci. Soc. Am. J.* 82:293–294
46. **HESSE (P.R.), 1974**. The Euphrates pilot irrigation project. Methods of soil analysis. FAO Raqqa.
47. **HIOUANI F., 2007**. Influence De La Teneur En Gypse Et De La Taille De Ses Grains Sur La Capacité De Retention En Eau Sur Les Sols De La Zone De AinBenoui –Biskra, Mémoire de Magister en sciences agronomiques, Univ Batna, pp: 3-33.
48. **HIOUANI F., 2016**. Etude expérimentale de l'influence du gypse sur la dynamique de l'azote des amendements organiques (fiente de volaille, fumier ovine) et cinétique d'absorption par une graminée fourragère ray grass d'Italie. Thèse de doctorat en sciences agronomiques, Université Mohamed Kider Biskra, 45 p.
49. **JAFARZADEH A.A., BURNHAM C.P., 1992**. Gypsum crystals in soils. *J. Soils. Sci.*, 43, pp:409-420. Jauzein A., 1974. Les données sur le système $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ et leurs implications géologiques. *Revue Géogr. Phys. Géol. Dyn.* 2 série. VolXVI (2), pp: 151- 159.
50. **JHA, A.K., SIVAPULLAIAH, P.V., 2017**. Unpredictable behaviour of gypseous/gypsiferous soil: An overview. *Ind. Geotech. J.* 47: pp: 503–520. doi:10.1007/s40098-017-0239-5.
51. **JOHNSON, C. M., NISHITA, 1952**. Micro estimation of sulfur in plant materials, soils, and irrigation waters. *Anal. Chem.* 24:736-742.

52. **KHADEMI H., MERMUT A.R., 2003.** Micromorphology and classification of arids and associated gypsiferous arid sols from central Iran. www.elsevier.com/locate/catena . pp: 1-14.
53. **KHAN SU., WEBSTER GR., 1968.** Determination of gypsum in solonetzic soils by an x- ray technique. *Analyst* 93, pp 400- 402. Filtext via cross ref.
54. **KOVALENKO T.A., 1972.** Determination of gypsum in soils. *Soviet Soil Science* 3: 373-376. book
55. **LAGERWERFF J.V., AKIN G.W., MOSES S.W., 1965** Detection and determination of gypsum in soils. *Soil.Sci.Soc.Am.Proc.*, pp: 553-540.
56. **LEBRON I, HERRERO J, ROBINSON DA., 2009.** Determination of gypsum content in dryland soils exploiting the gypsum-bassanite phase change. *Soil Sci Soc Am J* 73:403–411
57. **LOVEDAY, J., MCINTRE, S., 1974.** Methods for analysis of irrigated soils, II: particle size analysis. Commonwealth bureau of soils technical communication N°54.
58. **MADANI DJ., 2008.** Relation entre le couvert végétal et les conditions édaphiques en zone à déficit hydrique, thèse Magister en spécialité de protection de l'environnement, univ Batna, pp: 21-31.
59. **MAHBADI NY, GIVI J., 2008.** Comparaison of different methods of gypsum determination in selected soils from Isfhan.J
60. **MARNEZY A., 2004.** Les roches blanches : gypse et anhydre en Haute-Maurienne. Université de liège, Fiche environnement- commission formation éducation du C.I.S., 7 p.
61. **MASHALI A., 1995.** Soil management practices for Gypsiferous soils. Land and Water development Division. Workshop on Management of Gypsiferous – Damascus, Syria, pp: 1-21.
62. **MEES, F., 1999.** Distribution patterns of gypsum and kalistrontite in a dry lake basin of the southwestern Kalahari (Omongwa pan, Namibia). *Earth Surface Processes and Landforms* 24, 731-744.
63. **MORET-FERNÁNDEZ, D., HERRERO. J., 2015.** Effect of gypsum content on soil water retention. *J. Hydrol.* 528:122–126. doi:10.1016/j. jhydrol.2015.06.030
64. **NELSON R.E, KLAMETH L.C., NETTLETON W.D., 1978.** Determinating soil gypsum content and expressing properties of gypsiferous soils. *SoilSci.Soc.Am.J.*, 42, pp: 659-661.

- 65. OMRAN S., 2016.** A simple model for rapid gypsum determination in arid soils. Article Soil and Water Department, Faculty of Agriculture, Suez Canal University, Ismailia 41522, Egypt , pp: 02 -11.
- 66. OUAMER A.K., 2008.** Contribution à l'étude des sols gypseux d'Algérie : Valorisation d'une banque de données et détermination des profils de références. Mém.Ing., El-Harrach, pp : 14-93.
- 67. PALACIO, S., M. AITKENHEAD, A. ESCUDERO, G. MONTSERRAT-MARTÍ, M. MAESTRO, A.H.J. ROBERTSON., 2014.**Gypsophile chemistry unveiled: Fourier Transform Infrared (FTIR) Spectroscopy provides new insight into plant adaptations to gypsum soils. PLoS One 9:e107285. doi:10.1371/journal.pone.0107285. pflanzenernahrung und Bodenkunde 141, pp: 231- 239.
- 68. PIECE G., 1952.** Méthode de dosage des principaux constituants des plâtres de construction – Schweizer Archiv. pp : 62-64.
- 69. POCH R. M., 1996.** Proceedings of the International symposium on soils with gypsum. Ed. Univ.Lleida, Catalonia, Spain, 97p.
- 70. POCH. R M, ARTIEDA. O, LEBEDEVA. M., 2018.**Interpretation of Micromorphological Features of Soils and Regoliths. <https://doi.org/10.1016/B978-0-444-63522-8.00010-3>, pp: 260-261
- 71. PORTA J., 1998.** Methodologies for analysis and characterization of gypsum in soils : A review. Geoderma 87 : pp : 31-46.
- 72. PORTA J., LOPEZ., ACEVEDO M., RODRIGUEZ R., 1986.**Técnicas y experimentos en Edafología Vol. I : Col. Legi. Official E.A.C. Ediciones, Barcelona, 281p.
- 73. POUGET M., 1968.** Contribution a l'étude des croûtes et encroûtements gypseux de nappe dans le sud-tunisien", Cahiers ORSTOM série pédologie 6: pp : 309-365.
- 74. POUGET M., 1995.** Les Gypsosols. Ed. I.N.R.A.,Référentiel pédologique français, 6^{ème} version, 332p.
- 75. QUELET R., 1964.** Précis de chimie.Tome II. Chimie Minérale.Ed. Presses Universitaires de Paris., 253p.
- 76. RAHMOUNI. A., 2010.** Morphologie et propriétés des gypsisols références du Hodna, thèse magister E.N.S.A AL-Harrache, pp: 4-38.
- 77. RAZI S., 2006.** Etude expérimentale de l'influence du gypse sur la dynamique du phosphore dans le sol et sa cinétique d'absorption par le ray-grass.Mém. Mag, Univ Batna, 194 p.

- 78. REDA M., 1995.** Sinkholes formation in some gypsic soils of Egypt. J AgricSci Mansoura Univ 20(2):915–922.
- 79. RICHARDS L.A., 1954.** Diagnosis and improvement of saline and alkali soils. U.S. Department of agriculture Handbook 60, pp : 102-107
- 80. ROBERT M., 1987 :** Interaction du gypse avec les autres constituants du sol, analyse microscopique de sols gypseux en zone aride. (Algérie) et études expérimentations. In Fedoroff et al (Ed): soil micromorphology. Afes, pp: 179 – 186.
- 81. ROBERT M., 1996.** Le sol : interface dans l'environnement, ressource pour le développement. Dunod Masson, Paris. 240 p.
- 82. SAYEGH, A. H., N. A. KHAN, P. KHAN, J. RTAN., 1978.** Factors effecting gypsum and cation exchange capacity determination in gypsiferous soil. In: FAO, 1990., ed., Management of gypsiferous soils. Soil resources, Management and conservation service. Food and Agriculture organization of the United Nations, Rome: 70 -77.
- 83. SCHLEIFF, U., 1979.** Determination of gypsum by measurement of electrical conductivity in water extracts of soils in Saudi Arabia. Mitteilgn. Dtsch. Bodenkundl. Gesellsch. pp : 29, 993–1000.
- 84. SKARIE RL, ARNDT JL, RICHARDSON JL., 1987.** Sulfate and gypsum determination in saline soils. SoilSci Soc Am J 51:901–905
- 85. Soil Survey Staff (S.S.S) ., 2003 .** Key to soil Taxonomy . Ninth edition. United States department of agriculture. NRCS, 332 p.
- 86. SUSINI J., 1973.** Recueil des méthodes d'analyses utilisées au laboratoire de la D.E.M.R.H., Alger, *multigr.*
Tech. Com. no. 54 of the Commonwealth Bureau of Soils, pp. 135–137.
- 87. TIR CH., 2007.** Genèse des sols à accumulation gypso-calcaire et saline dans la région de Ain Beni Noui-Biskra approche minéralogique et morphologique; Mémoire de Mag. INA (El Harrach). (annexe).
- 88. TOOMAMINA N., JALALIAN A., EGHBAL M.K., 2001.** Genesis of gypsum enriched soils in North West Isfahan. Iran. Géoderma, 99, 3. pp: 199-224.
- 89. USSL., 1954.** Diagnostic and improvement of saline and alkaline soils. USDA, Handbook n°60 , 160 p

90. **VANA ALPHEN J.G., RIOS ROMERO F., 1971.** Gypsiferrous soils. Notes on their characteristics and management. Bulletin 12. International institute for land reclamation and improvement, Wageningen. The netherlands , 44 p .
91. **VIEILLEFON J., 1978.** Etude de l'application des phénomènes de déshydratation et de réhydratation du sulfate de calcium à l'estimation des teneurs en eau et en gypse des sols gypseux. ES 146 - DRES - Tunis.
92. **VIEILLEFON J., 1979.** Contribution à l'amélioration de l'étude des sols gypseux. Cahiers ORSTOM, Série pédologie, 17, pp : 195-223.
93. **WATSON A., 1980.** Vegetation polygon in the central Namib desrt. Madougaserie, 11-12.
94. **WATSON A., 1988.** Desert gypsum crusts as paler environmental indicators: A micropetrographic study of crusts from southern Tunisia and the Central Namib desert, Journal of arid environnements, pp: 19-42.
95. **WEINDORF DC, BAKR N, ZHU Y., 2014.** Advances in portable X-ray fluorescence (PXRF) for environmental, pedological, and agronomic applications. AdvAgron 128:1–45.
96. **WEINDORF, D.C., J. HERRERO, C. CASTAÑEDA, N. BAKR, S. SWANHART., 2013.** Direct soil gypsum quantification via portable x-ray fluorescence spectrometry. Soil Sci. Soc. Am. J. 77:2071–2077.
97. **YUZER E., 1982.** Propriétés géotechniques des évaporites et formations évaporitiques de Turquie. Bull. Ass. Int. Géol. Eng., n°25, pp: 107-110.

ANNEXES

Annexe 01 : Méthode de Bower et Huss, 1954.

Tableau I : La relation entre la concentration et la conductivité électrique de CaSO_4 solutions.

Concentration CaSO_4 (méq ./l.)	Conductivité électrique à 25 °C. <i>Mmhos / cm.</i>
1	0,121
2	266
5	500
10	900
20	1.584
30.5	2.205

Annexe 2: Prélèvement des échantillons des sols gypseux de la région de Ouargla et de Oued Righ



Photo 1: les échantillon des sols gypseux de Ouargla et de Oued Righ

Annexe 2: Les photos de dosage de gypse dans le laboratoire de KasdiMerbeh Ouargla (ITAS).



Photo2:Séchage des échantillons
À l'air libre



Photo3: tamisage (tamis 100 μm)



**Photo 4: Les produits chimiques
BaCl₂, HCl, carbonate d'ammonium**



Photo 5: Les échantillons séchés à l'étuve

Résumé

Synthèse bibliographique sur les méthodes de dosage du gypse dans les sols

Dans cette étude on s'est intéressée aux différentes méthodes de dosage du gypse et à une comparaison de quelques méthodes pour en tirer des recommandations concernant leur faisabilité du point de vue pratique et économique surtout dans les régions arides. L'étude a également inclus les propriétés physiques et chimiques des sols gypseux et leur classification.

En outre, une explication d'un groupe de différentes méthodes utilisées pour le dosage de la teneur en gypse dans le sol a été abordée, y compris les méthodes thermiques et chimiques.

En comparant certaines des méthodes étudiées, il a été constaté que l'utilisation de méthodes thermiques alternatives est meilleure que les méthodes chimiques telles que la méthode COUTINET (1965) qui est utilisée dans la plupart des zones arides.

Mots clés: Sols gypseux; Gypse; Méthodes d'analyse du gypse; Méthodes chimiques; Méthodes thermiques

Abstract

Bibliographical synthesis on the methods of determination of gypsum in the soils

In this study we were interested in the different methods of dosage of gypsum in the soil and in a comparison of some methods to draw recommendations concerning their feasibility from a practical and economic point of view especially in arid regions.

The study also included the physical and chemical properties of gypsum soils and their classification.

In addition, an explanation of a group of different methods used for the determination of gypsum content in soil was discussed, including thermal and chemical methods.

By comparing some of the methods studied, it was found that the use of alternative thermal methods is better than chemical methods such as the COUTINET (1965) method which is used in most arid areas.

Keywords: Gypsum soils; Gypsum; Methods of analysis of gypsum; Chemical methods; Thermal methods

ملخص

تجميع ببليوغرافي لطرق تحديد الجبس في التربة

اهتمنا في هذه الدراسة بمختلف طرق تحليل الجبس في التربة ومقارنة بعض الطرق لاستخلاص توصيات بشأن جدواها من الناحية العملية والاقتصادية خاصة في المناطق الجافة.

كما تضمنت الدراسة الخصائص الفيزيائية والكيميائية للتربة الجبسية وتصنيفها. بالإضافة إلى شرح لمجموعة من الطرق المختلفة المستخدمة لتحديد محتوى الجبس في التربة، بما في ذلك الطرق الحرارية والكيميائية.

بمقارنة بعض الطرق التي تمت دراستها، تبين أن استخدام الطرق الحرارية البديلة أفضل من الطرق الكيميائية مثل طريقة COUTINET (1965) المستخدمة في معظم المناطق الجافة.

الكلمات المفتاحية: تربة جبسية؛ الجبس، طرق تحليل الجبس، الطرق الكيميائية، الطرق الحرارية