

TRAITEMENT DESTRUCTIF DU SEDIMENT (*carbonates, matières organiques, silice biogène*) AVANT MICRO-GRANULOMETRIE LASER

MATERIEL

1. Verrerie :
Creuset de porcelaine 40 ml, tube Falcon® de 50 ml, lame de verre, bâton de verre, pissette de 100 ml. (foies jaugées pour élaborer les différentes solutions chimiques)
2. Appareil :
Balance de laboratoire, centrifugeuse, bain-marie, vortex, microscope, étuve, agitateur magnétique.
3. Eau déminéralisée : **H₂O_d**
4. Produits chimiques :
 - acide chlorhydrique 37% [\[7647-01-0\]](#) : **HCl_A** solution à 4%, **HCl_B** solution à 20%
 - peroxyde d'hydrogène 35% p/p (133vol.) [\[7722-84-1\]](#) : **H₂O₂** utilisée à 35% p/p (si la réaction est trop violente, il peut être dilué)
 - carbonate de sodium [\[497-19-8\]](#) : **Na₂CO₃** solution 2M
 - hydroxyde de sodium [\[1310-73-2\]](#) : **NaOH** solution 1M
 - hexametaphosphate de sodium (calgon) [\[6891-31-1\]](#) : **calgon** solution à 1g/L
 - * { éthanol [\[64-17-5\]](#) : il est employé lorsque les réactions de décarbonatation ou de destruction de la matière organique s'emballent (par ajout d'une pression de pissette d'alcool, la réaction sera stoppée ou régulée)

PRECAUTION : toutes les attaques doivent être réalisées sous sorbonne avec les protections de sécurité (blouse, lunettes et gants). Lors des lavages, dans les différentes attaques, le surnageant est jeté dans des poubelles spécifiques.

METHODE

1. Préparation de l'échantillon
 - laisser l'échantillon à l'étuve (40°C maximum) pendant +/- 24h, afin qu'il soit bien sec
 - peser entre 1 à 2 g de sédiment (noter précisément le poids, celui-ci peut être ajusté selon la nature des sédiments). Le résidu issu des différentes attaques doit être en quantité suffisante pour pouvoir réaliser la mesure au micro-granulomètre à diffraction laser (40 mg pour un sédiment fin, 150 mg pour un sédiment grossier)
2. Décarbonatation
 - le sédiment est placé dans un creuset de porcelaine, le recouvrir d'**HCl_A** (*) effervescence dégagement de CO₂
 - agiter à l'aide du bâton de verre, attendre environ un quart d'heure que la réaction se poursuive
 - ajouter une pression de pissette (1 à 2 ml) d'**HCl_A**, agiter, attendre, recommencer cette opération jusqu'à absence de dégagement gazeux
 - pour vérifier que la réaction soit totale, ajouter une pression de pissette (1 à 2 ml) d' **HCl_B**
 - lorsque la réaction est totale, transvaser dans un tube Falcon®, compléter à 50 ml avec **H₂O_d** agiter le tube et remettre le sédiment en suspension, à l'aide du vortex, afin de le laver
 - centrifuger 7 min à 3000 tours/min

- enlever le surnageant et remettre en suspension dans **H₂Od**, centrifuger (faire 2 à 3 lavages)
- sécher à l'étuve (40°C environ) et peser *cela donnera une indication du % de carbonate dans l'échantillon*

3. Destruction de la matière organique

- l'attaque se fera directement dans le tube (tube ouvert, dégagement gazeux)
- attention, la réaction peut être violente, il est préférable d'ajouter quelques gouttes d' **H₂O₂** à l'aide d'une pissette afin de voir l'intensité de la réaction et aviser à ce moment (*)
- ajouter 20 ml d' **H₂O₂**, agiter doucement, le sédiment est remis en suspension
- le tube est placé au bain-marie à 65°C pendant 6h, agiter le tube de temps en temps pour remettre le sédiment en suspension, ajouter un peu d' **H₂O₂** à l'aide d'une pissette (1 à 2 ml)
- au bout des 6h de bain marie, sortir les tubes, remettre le sédiment en suspension et ajouter un peu de d' **H₂O₂**. Laisser la réaction se poursuivre et se terminer à température ambiante. Agiter de temps en temps et ajouter d' **H₂O₂** si besoin *attention cette réaction peut être très longue (plusieurs jours)*
- lorsque la réaction est totale (plus de dégagement gazeux), compléter à 50 ml avec **H₂Od**, agiter et remettre le sédiment en suspension, à l'aide du vortex, afin de le laver
- centrifuger 7 min à 3000 tours/min
- enlever le surnageant et remettre en suspension dans **H₂Od**, centrifuger (faire 4 à 5 lavages)
- sécher à l'étuve (40°C environ) et peser *cela donnera une indication du % de matière organique dans l'échantillon*

4. Destruction de la silice biogène, 2 possibilités

A. le sédiment ne contient pas beaucoup de silice

- l'attaque se fera dans le tube fermé avec du carbonate de sodium
- ajouter 40 ml de **Na₂CO₃** (2M), agiter et placer le tube au bain-marie à 90°C pendant 6h en agitant régulièrement (toutes les 2h)
- au bout des 6h, compléter à 50 ml avec **H₂Od**, agiter et remettre le sédiment en suspension, à l'aide du vortex, afin de le laver
- centrifuger 7 min à 3000 tours/min
- **enlever le surnageant et remettre en suspension dans **H₂Od**, centrifuger (faire 5 à 6 lavages) *attention formation de beaucoup de sel, rincer abondamment*
- réaliser un frottis et observer au microscope (x500) l'absence de diatomée
 - a. s'il n'y a plus de diatomée, sécher à l'étuve (40°C environ) et peser *cela donnera une indication du % de silice biogénique dans l'échantillon*
 - b. s'il reste des diatomées, rajouter **Na₂CO₃** (2M), agiter et placer le tube au bain marie à 90°C pendant 2h en agitant régulièrement, au bout des 2h ajuster à 50 ml avec **H₂Od**, agiter et remettre le sédiment en suspension, à l'aide du vortex, afin de le laver, centrifuger 7 min à 3000 tours/min, ** réaliser un frottis et observer au microscope (x500), sécher à l'étuve

B. le sédiment contient beaucoup de silice

- l'attaque se fera dans le tube fermé avec de la soude 1M (il est possible d'utiliser de la soude +/- concentrée, faire un essai auparavant)
- ajouter 20 ml de **NaOH** (1M), agiter et placer le tube au bain-marie à 70°C pendant 8h en agitant régulièrement (toutes les 2h)
- remettre un peu de soude si besoin et remettre au bain-marie à 70°C pendant 8h (cette opération peut être renouvelée)
- lorsque la réaction est totale, ajuster à 50ml avec **H₂Od** agiter et remettre le sédiment en suspension, à l'aide du vortex, afin de le laver
- centrifuger 7 min à 3000 tours
- enlever le surnageant et remettre en suspension dans **H₂Od**, centrifuger (faire 5 à 6 lavages)
- réaliser un frottis et observer au microscope (x500) l'absence de diatomée
- sécher à l'étuve (40°C environ) et peser *cela donnera une indication du % de silice biogénique dans l'échantillon*

(40°C environ) et peser, *cela donnera une indication du % de silice biogène dans l'échantillon*

5. Il est possible que le sédiment soit aggloméré, afin de dissocier les particules ajouter 1ml de **calgon** (solution à 1g/L). Agiter et laisser agir (1 à 24h selon la nature du sédiment, il doit être dissocié).
6. Le sédiment est prêt à être mesuré au micro-granulomètre à diffraction laser.
MALVERN : MASTERSIZER hydro2000G avec échantillonneur automatique (gamme 0,020 à 2000µm) .
Mesures faites selon la théorie de Mie avec les approximations de Fraunhofer, les résultats sont donnés en %.

Références bibliographiques :

Aufrère L. (1937). Introduction à l'Étude industrielle de la Silice en archéologie primitive, bulletin de la Société préhistorique de France, tome 34, n°3, 160-168

Borisovna Albot O. (2016). Pleistocene cyclostratigraphy on the continental rise and abyssal plain of the western Ross Sea, Antarctica, Master thesis Victoria University of, New Zealand

Lewis W.D., McConchie D. (1994). Analytical Sedimentology, Springer-Science + Business Media, B.V.(ed) 197,chapter 5, 61-84

Dron R. (1998). Mécanisme de la réaction alcali-silice, Bulletin des laboratoires des Ponts et Chaussées, 214, 61-68

Francus P., von Suchodoletz H., Dietze M.,V.Donner R., Bouchard F., Roy A.J., Fagot M., Verschuren D., Kröpelin S. (2013). Varved sediments of Lake Yoa (Ounianga Kebir, Chad) reveal progressive drying of the Sahara during the last 6100 years. Sedimentology Volume 60, 911-934

Passchier S. (2011). Linkages between East Antarctic Ice Sheet extent and Southern Ocean temperatures based on a Pliocene high-resolution record of ice-rafted debris off Prydz Bay, East Antarctica, Paleoceanography, vol. 26, PA4204