

## **Caractérisation des Sols de Périmètres Irrigués de l'Ouest du Niger par Diffraction de Rayons X**

**Ousman Zaki<sup>1,†</sup>, Alassane Abdoulaye<sup>1\*</sup>, Dan Lamso Nomao<sup>2</sup>, Paolo Rumori<sup>3</sup>, Gemma Turnes Palomino<sup>3</sup>, Issaka Amadou<sup>2</sup>**

<sup>1</sup> *Département de Chimie, Faculté des Sciences, Université A. Moumouni de Niamey, B.P. 10662 Niamey Niger*

<sup>2</sup> *Département Sciences du Sol, Faculté d'Agronomie, Université A. Moumouni de Niamey, B.P. 10960 Niamey Niger*

<sup>3</sup> *Chemistry Department, University of the Balearic Islands, Cra. De Valldemossa, km 7,5, 07122 Palma de Mallorca (Espagne)*

(Reçu le 28/03/2007 – Accepté après corrections le 25/11/2008)

### **Summary**

The physico-chemical properties of various samples from flooded perimeters located along the Niger river, in western Niger were determined. The X-rays diffraction, SEM/EDAX and DTA/TGA analysis performed on the argillaceous fractions of the samples revealed that these fractions are mainly constituted of kaolinite. The occurrence of micaceous clays (illite) and smectite is also evidenced. Quartz is essentially the non argillaceous materials.

**Keywords:** Clays, soils, kaolinite, CEC, X-rays

### **Résumé**

Nous avons déterminé les propriétés physicochimiques de différents échantillons de sols de quelques périmètres irrigués situés dans l'ouest du Niger, le long du fleuve Niger. L'analyse de la fraction argileuse des échantillons par la diffraction des rayons X, la MEB/EDAX et l'ATD/ATG révèle qu'elle est formée essentiellement de kaolinite. On note également la présence d'argiles micacées (illites) et de smectite. Comme matériaux non argileux, nous avons identifié essentiellement du quartz.

**Mots clés :** Argiles, sols, kaolinite, CEC, rayons X

---

\* Auteur correspondant : [aabdouy@yahoo.com](mailto:aabdouy@yahoo.com) ; [aabdouy@refer.ne](mailto:aabdouy@refer.ne)

† Ce travail est dédié à la mémoire de notre collègue Ousman Zaki qui préparait une thèse sur ces argiles.

## 1. Introduction

Dans l'objectif d'assurer à la population nigérienne une autosuffisance alimentaire, il a été mis en place un système d'agriculture irriguée, en particulier pour le riz. Cette irrigation est souvent pratiquée le long du fleuve Niger qui traverse le pays sur une longueur de 550 km environ. Toutefois, les rendements sont généralement faibles et l'une des causes est liée au fait que les caractéristiques des sols ne sont pas suffisamment connues. En effet, la nature des argiles de ces sols n'a pas fait l'objet d'études, sauf quelques estimations à partir de la capacité d'échange cationique (CEC) et de rares diffractogrammes de rayons X <sup>[1,2]</sup>.

Il est connu que le complexe argilo-humique joue un rôle essentiel dans l'alimentation des plantes <sup>[3]</sup>. Il régularise la composition de la solution du sol et met en réserve les éléments nutritifs qui, sans lui, seraient perdus par lessivage. L'alimentation de la plante est donc régulée par le complexe argilo-humique dont les propriétés sont appréhendées par la notion de capacité d'échange cationique qui est essentiellement due à la matière organique et à l'argile. Ces minéraux argileux sont importants pour les activités agricoles, en particulier dans les pays tropicaux <sup>[4,5]</sup>.

Il ressort que la connaissance des propriétés structurales et la composition des minéraux argileux sont fondamentalement importantes pour différentes investigations spécifiques <sup>[6]</sup>. C'est l'objectif que nous visons dans ce travail en étudiant des échantillons de sols de périmètres irrigués situés à l'ouest du Niger, le long du fleuve Niger.

Des analyses granulométriques et physico-chimiques ont été réalisées sur le tamisât (2 mm) et la fraction argileuse inférieure à 2  $\mu\text{m}$  a été examinée par la diffraction des rayons X (DRX), la microscopie électronique à balayage MEB/EDAX et

l'analyse thermique différentielle ATD/ATG.

## 2. Matériaux et méthodes

Les échantillons de sols analysés ont été prélevés sur les périmètres irrigués de Toula, Namari-Goungou, Saga et Say à une profondeur de 0-30 cm. Ces sites, tous localisés à l'ouest du pays, sont représentés sur la figure 1 Six (6) échantillons ont été prélevés comme l'indique le Tableau I Les parcelles concernées par le prélèvement n'ont subi aucun traitement. Après séchage à l'air ambiant du laboratoire (35-40°C), les échantillons sont broyés puis tamisés à 2 mm. Le tamisât obtenu est soumis à une série d'analyses physico-chimiques, à savoir la granulométrie, le pH, la capacité d'échange cationique et les bases échangeables.

La fraction argileuse inférieure à 2  $\mu\text{m}$  est extraite suivant le mode opératoire mis au point par M. Robert et D. Tessier <sup>[7]</sup>. Le protocole consiste à prendre l'argile tamisée à 2 mm dans de l'eau distillée. Afin de détruire la matière organique, on ajoute de l'eau oxygénée et on laisse à température ambiante pendant 24 heures avant de porter à chaud (60°C) durant 3 heures. Pour désaturer la solution obtenue, on ajoute une solution de chlorure de sodium 0,1N. La dispersion se fait dans des allonges à sédimentation par agitation par retournement suivie d'une agitation manuelle. A l'issue de la sédimentation, la suspension argileuse est recueillie par siphonage. Elle ne contient que des particules de taille voisine de 2  $\mu\text{m}$ .

La fraction argileuse inférieure à 2  $\mu\text{m}$ , de chaque échantillon, séchée et finement broyée, est soumise à la diffraction des rayons X sur poudre. Le diffractomètre utilisé est de type Siemens D5000, équipé d'une anticathode de cuivre (radiation  $\text{CuK}\alpha$ ,  $\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$ ) fonctionnant sous 40 kV et 30 mA. Le balayage s'effectue entre 2 et 40°, 2 $\theta$  par 0,01° et un temps d'acquisition de 3 secondes par pas.

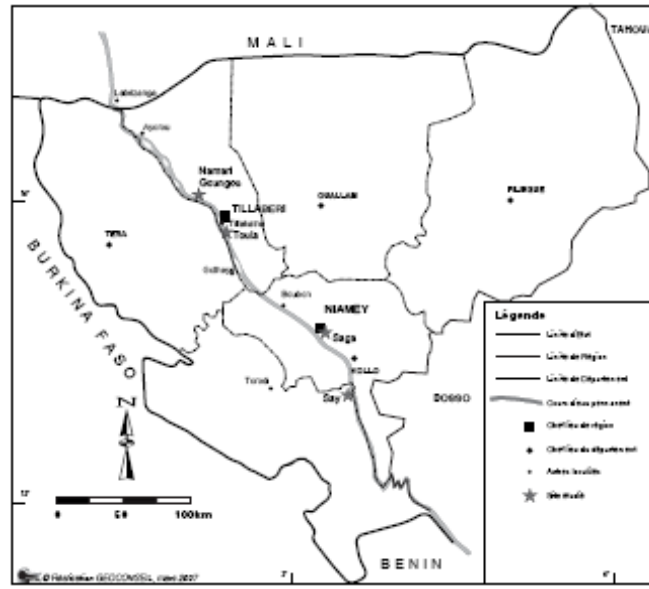


Figure 1 : Localisation des sites étudiés

Tableau I: Nomenclature des échantillons bruts

Périmètre	Nom de l'échantillon
Saga (TM)	OZ1
Saga (TB)	OZ2
Namari Goungou (TB)	OZ3
Toula (TB)	OZ4
Toula (TM)	OZ5
Say (TB)	OZ6

Légende : TM : terrasse moyenne ; TB : terrasse basse

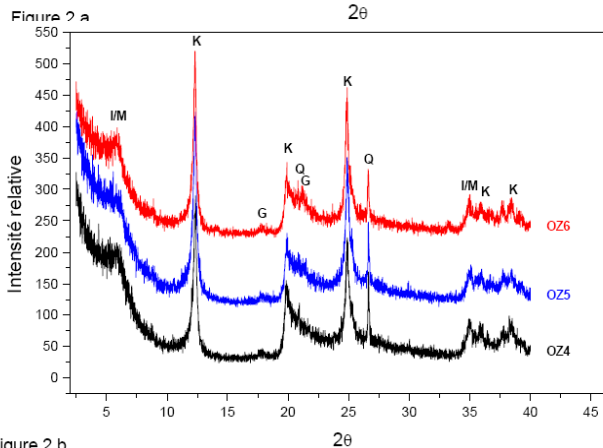
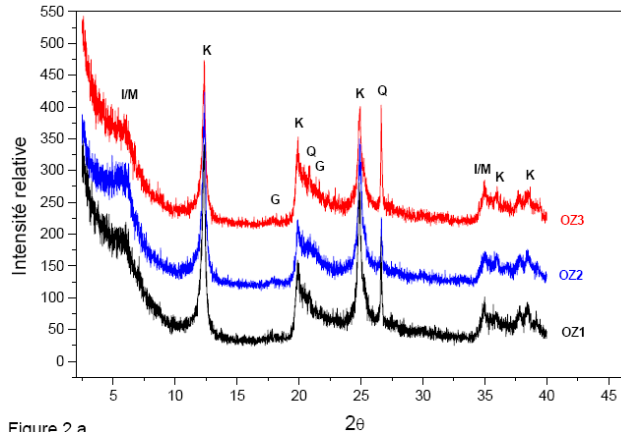


Figure 2.b

Figure 2 (a et b) : Diffractogrammes DRX de la fraction argileuse

Les résultats obtenus par DRX sont complétés par la microscopie électronique à balayage avec un microscope Hitachi S-350, à 20 kV, couplé avec une sonde EDAX pour effectuer une microanalyse (Link ISIS), permettant de lier *in situ* la composition chimique des particules observées. Les mesures d'analyse thermique différentielle ATD/ATG sont effectuées sur la fraction argileuse de chaque échantillon sous flux d'azote, à un gradient de  $10^{\circ}\text{min}^{-1}$ , avec un analyseur thermique SDT-2960 simultaneous DSC-TGA.

### 3. Résultats

#### 3-1. Analyses granulométriques et physico-chimiques

Les résultats des analyses granulométriques sont portés dans le Tableau II On constate que :

Au niveau de Saga, l'échantillon OZ1 présente plus de 80% de sables. C'est un sol de texture sableuse dominée par des sables fins. Ce type de sol est susceptible à la prise en masse et à la déflation éolienne à l'état sec. L'échantillon OZ2 a une texture limono-sableuse. Le pourcentage en argile supérieur à 10% est toutefois important pour la rétention de l'eau.

Le sol de Namari Goungou (OZ3) présente une texture limono-argileuse. C'est une texture équilibrée où les trois fractions granulométriques sont représentées, donc *a priori*, favorable au développement des cultures irriguées.

Au niveau de Toula (OZ4 et OZ5) et de Say (OZ6), les limons et sables fins prédominent. Ce qui confère à ces sols une texture limono-sableuse, les rendant sensibles à la prise en masse (le « *hardsetting* ») et à la battance qui à la longue peuvent entraîner une dégradation irréversible de ces sols.

Le Tableau III rapporte les valeurs obtenues pour le pH-eau, la somme des bases échangeables (S) et la capacité d'échange cationique (CEC ou T).

#### 3-2. Analyse minéralogique

Les figures 2.a et 2.b rapportent des diffractogrammes obtenus sur la fraction argileuse des échantillons. Ces diffractogrammes montrent la présence de kaolinite et de quartz dans tous les échantillons. On note cependant une faible cristallinité de la kaolinite à cause de la non forme des pics.

Les résultats de la microanalyse à la sonde EDAX sont portés dans le Tableau IV qui donne le pourcentage massique en oxydes de la fraction argileuse des différents échantillons. Le silicium et l'aluminium apparaissent comme les constituants majeurs en accord avec les diffractogrammes. Les figures 3.a, 3.b et 3.c donnent, à titre d'exemple, des courbes ATD, ATG et DTG (dérivée de l'ATG) obtenues respectivement sur les échantillons OZ1, OZ3 et OZ6. La forme est typique de celle obtenue sur des minéraux argileux. Des observations en microscopie électronique ont été réalisées sur les fractions argileuses des mêmes échantillons et des images sont représentés sur la figure 4.

### 4. Discussion

La majorité des plantes a un pH préférentiel <sup>[3,8]</sup>. Pour le riz, le pH de sol favorable est compris entre 5 et 8. Les valeurs de pH trouvées pour les différents échantillons de sol sont conformes à cet intervalle comme le montre le Tableau III. Notons aussi que dans le domaine de pH compris entre 6 et 7, la plupart des éléments, en particulier, l'azote N, le phosphore P et le potassium K se trouvent dans des conditions acceptables d'assimilabilité <sup>[3]</sup>. La valeur de pH autour de 6 pour les sols des quatre localités convient donc pour la culture du riz.

Les bases échangeables sont dominées par les cations bivalents ( $\text{Ca}^{2+}$  et  $\text{Mg}^{2+}$ ). La hiérarchisation habituellement admise  $\text{Ca}^{2+} > \text{Mg}^{2+} > \text{K}^{+} > \text{Na}^{+}$  <sup>[9]</sup> n'est pas respectée pour l'ensemble des sols. En effet, la teneur en ions  $\text{Na}^{+}$  est supérieure à celle des ions  $\text{K}^{+}$ . Une telle évolution a été

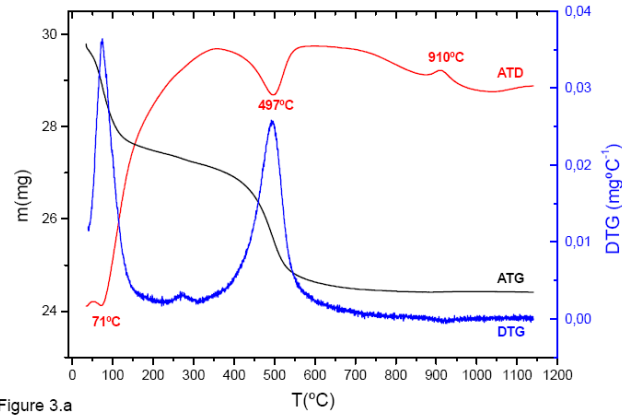


Figure 3.a

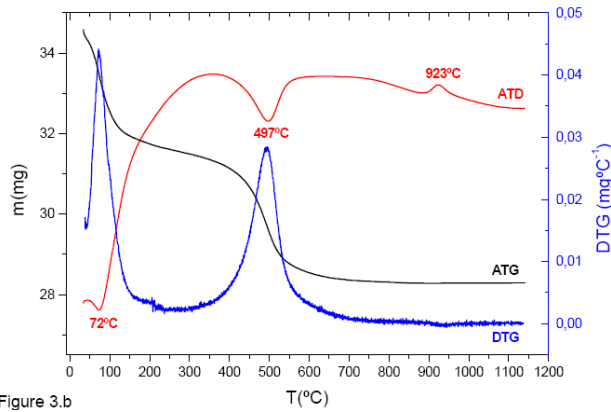


Figure 3.b

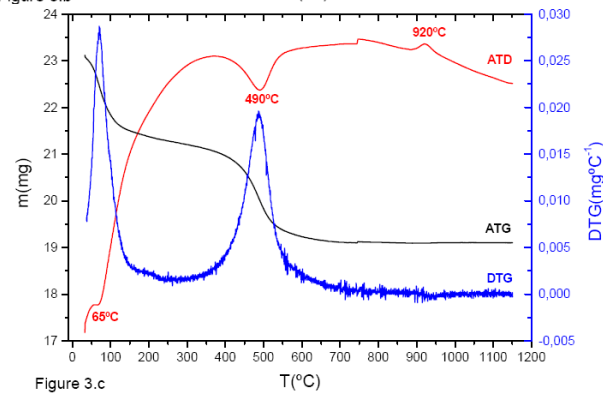


Figure 3.c

**Figure 3. :** Courbes ATD, ATG et DTG de la fraction argileuse de l'échantillon OZ1(a), OZ3(b) et OZ6(c)

**Tableau II :** Analyses granulométriques des tamisats des différents échantillons

Echantillon	Granulométrie (%)					
	A	LF	LG	SF	SM	SG
<b>OZ1</b>	10,51	3,15	4,20	39,41	22,54	20,18
<b>OZ2</b>	11,23	5,10	44,92	33,69	2,78	2,28
<b>OZ3</b>	18,02	3,86	37,32	31,47	2,25	7,08
<b>OZ4</b>	14,21	2,03	44,65	37,04	1,88	0,20
<b>OZ5</b>	7,15	5,36	45,59	39,89	1,12	0,89
<b>OZ6</b>	12,48	11,52	26,87	43,86	2,88	2,40

**Légende :** A=argile ; LF=limon fin ; LG=limon grossier ; SF=sable fin ; SM=sable moyen ; SG=sable grossier.

observée sur le périmètre irrigué de Tillakaina situé dans la même région indiquant un début de salinisation des périmètres [2]. Le taux de sodium est élevé avec pour la plupart des échantillons, un rapport Na/T supérieur à 15%, valeur à partir de laquelle, il y a risque de toxicité pour le riz. C'est le cas particulièrement à Say, où le sodium est bien fixé sur le complexe d'échange.

Pour tous les échantillons, la CEC est moyenne sauf pour le sol de Saga pour lequel, elle est faible. On sait que plus la CEC est élevée, plus le sol peut adsorber et désorber les cations qui sont mis à la disposition des racines. La CEC dépend de la nature des argiles et de leur association avec les composés humiques. On a une très forte saturation du complexe échangeable avec des taux de saturation S/T variant entre 89,5 et 99,4%, ce qui est bien corrélé avec les valeurs de pH des sols.

La fraction argileuse inférieure à 2  $\mu\text{m}$ , extraite sur les mêmes échantillons, a été caractérisée par la diffraction aux rayons X. L'analyse des diffractogrammes a permis l'identification de différentes phases cristallines. On observe sur les diffractogrammes des pics intenses de kaolinite **K**, à 12,31° et 24,94° (2 $\theta$ ). L'intensité des pics peut être liée à l'abondance de ce minéral dans la fraction argileuse. La kaolinite est la phase majoritaire dans tous les échantillons. Cependant, la partie du diffractogramme entre 20 et 24,5° (2 $\theta$ ) présente des raies mal résolues indiquant une faible cristallinité de la kaolinite. Elle est typique des fractions argileuses à faible cristallinité [10-13]. Ce phénomène intervient avec l'augmentation du désordre structural et les défauts d'empilements. Les pics de la kaolinite disparaissent après calcination de l'échantillon à haute température. C'est ce que nous observons, par exemple, sur les échantillons OZ1, OZ3 et OZ6 après traitement à 550°C pendant 1 heure, comme le montre la figure 5. Ce phénomène a été rapporté par d'autres

auteurs [14,15]. En effet, au delà de 540°C, la kaolinite se transforme en métakaolinite.

Du quartz Q est mis en évidence dans tous les échantillons. Il est identifié à partir de ses pics à 20,9 et 26,67 (2 $\theta$ ). Ces pics subsistent après traitement thermique. Le quartz est généralement trouvé en association avec les argiles.

En plus des pics de la kaolinite et du quartz, on observe sur les diffractogrammes d'autres pics de faible intensité. Ce qui met en évidence la présence d'autres phases cristallines dans la fraction argileuse ; elles sont généralement trouvées sous formes d'impuretés associées à la kaolinite. Ainsi, dans le domaine des angles faibles du diffractogramme, on observe un pic large autour de 5-6° (2 $\theta$ ) attribuable à la smectite. Quant au pic de faible intensité à 8,9° (2 $\theta$ ) il correspond aux micas ou argiles micacées (illites). Cette hypothèse est confirmée par un pic plus important à 35,04° (2 $\theta$ ). Par ailleurs, un pic faible à 21,66° (2 $\theta$ ) est dû à la présence de la goethite FeO(OH). Cette phase est parfois à l'état de traces, notamment dans le sol de Namari Goungou (OZ3). Enfin, le pic faible à 25,3° (2 $\theta$ ) indique la présence en teneur moindre de l'anatase TiO<sub>2</sub> dans tous les échantillons. Ce pic est mieux identifié sur les diffractogrammes des échantillons traités à 550°C, après disparition des pics intenses de la kaolinite, comme le montre la figure 5. C'est une phase généralement trouvée en association avec les argiles [11,15-17].

Les résultats de la microanalyse à la sonde EDAX, consignés dans le Tableau IV, sont en accord avec l'identification des phases cristallines par DRX. Les teneurs fortes en SiO<sub>2</sub> et celles relativement faibles en Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> conduisent à des rapports SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> élevés par rapport à la kaolinite standard et justifie la présence du quartz SiO<sub>2</sub>. La valeur de ce rapport, également portée dans le Tableau IV, varie de 1,83 à 2,17.

Le fait marquant est la teneur élevée en fer des échantillons atteignant 9,82% dans l'échantillon de Say (OZ6). Il a été

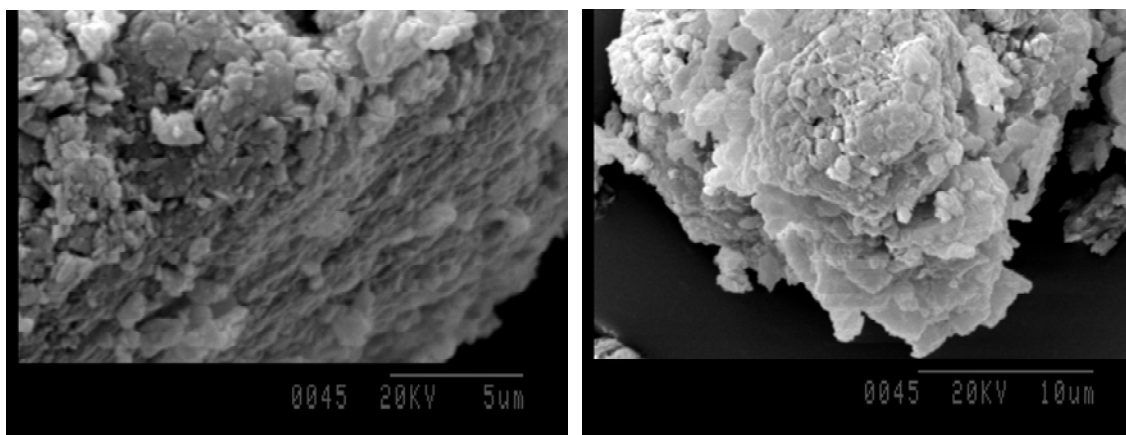


Figure 4 (a et b) : Images MEB de la fraction argileuse de l'échantillon OZ1

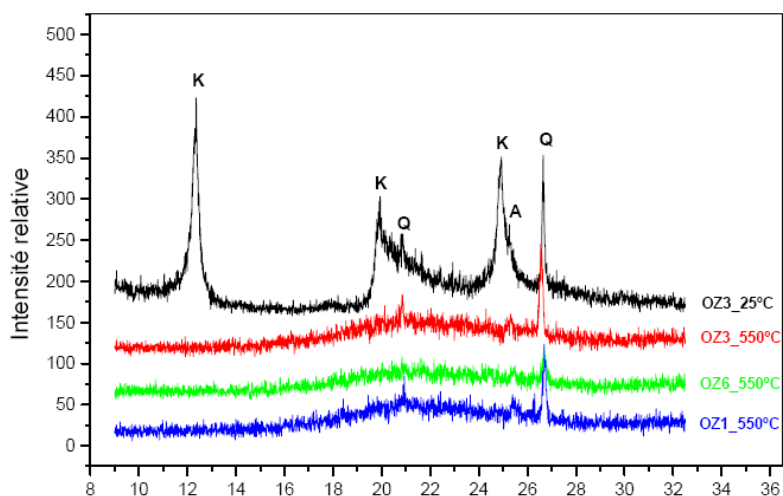


Figure 5 : Diffractogrammes DRX de la fraction argileuse avant et après traitement à 550°C. **K** : kaolinite, **Q** : quartz, **I/M** : illite, **G** : goethite, **A** : Anatase

Tableau III : Analyses chimiques des tamisats des différents échantillons

Echantillon	pH-eau (1/2,5)	Bases échangeables (még/100g)				Somme S (még/100g)	CEC ou T (még/100g)
		Ca <sup>2+</sup>	Mg <sup>2+</sup>	K <sup>+</sup>	Na <sup>+</sup>		
OZ1	6,5	4,10	2,40	0,80	2,28	9,58	10,00
OZ2	6,3	4,20	3,60	0,72	1,34	9,86	10,00
OZ3	6,4	6,00	5,00	0,72	2,28	14,00	15,00
OZ4	6,1	6,60	5,20	0,16	1,53	13,49	15,00
OZ5	6,1	7,10	4,60	0,56	2,65	14,91	15,00
OZ6	6,2	5,60	4,00	0,40	1,53	11,51	12,00

Tableau IV : Résultats de la microanalyse à la sonde EDAX

Echantillon	% massique en oxyde								
	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	K <sub>2</sub> O	TiO <sub>2</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CuO	PF %	SiO <sub>2</sub> /Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	% kaolinite
OZ1	26,18	50,31	1,19	1,57	8,09		12,66	1,92	60,54
OZ2	26,27	50,56	1,18	1,05	8,13		12,79	1,92	60,67
OZ3	26,07	51,75	1,24	1,64	6,59	0,28	12,41	1,99	60,09
OZ4	25,50	53,02	1,27	1,46	5,08	0,21	13,43	2,08	62,72
OZ5	26,22	51,43	0,97	1,58	7,55	0,33	11,88	1,96	57,53
OZ6	26,81	48,99	1,14	1,51	9,82	0,11	12,24	1,83	60,22

rapporté dans plusieurs études que le fer est souvent associé à la kaolinite. En effet, par différentes techniques indépendantes, il a été montré que le fer est présent sous forme de  $Fe^{3+}$  et remplace l'aluminium Al dans les sites octaédriques de la kaolinite [16,17,18,19]. Ceci est en accord avec les rapports  $SiO_2/Al_2O_3$  élevés. La conséquence de cette substitution est une diminution de la cristallinité de la kaolinite contenue dans la fraction argileuse, comme nous l'avons observée sur les diffractogrammes. Une partie du fer est également trouvée sous forme d'oxyde de fer en accord avec le pic de la goethite. Cet oxyde est à l'origine de la forte coloration rouge observé après calcination de l'échantillon.

L'analyse semi quantitative à la sonde EDAX révèle aussi la présence de titane et de potassium en faible teneur. Le titane se trouve sous forme d'anatase, sa teneur varie entre 1,05 et 1,78% alors que le potassium est généralement attribué à la présence de mica, assez fréquente dans les sols kaolinitiques.

La perte au feu des différents échantillons est également portée dans le même tableau. Elle est relativement élevée et proche de la valeur de la kaolinite standard (14%). Les valeurs trouvées sont en accord avec celles publiées et sont attribuées à de fortes teneurs en kaolinite [12,17,20]. Sur les figures 3.a, 3.b et 3.c, on remarque que les courbes ATD et DTG obtenues sur les fractions argileuses des échantillons montre deux pics endothermiques : un pic entre 50 et 160°C attribué à l'élimination de l'eau physisorbée et un 2<sup>ème</sup> pic très intense entre 400 et 600°C correspondant à la déshydroxylation de la kaolinite et de l'illite. Pour les différents échantillons, la température de déshydroxylation se situe autour de 500°C. Elle est en dessous de la valeur de la kaolinite standard ( $\approx 540^\circ C$ ). Melo *et al.* [16] ont montré qu'une faible cristallinité entraîne une diminution de la température de déshydroxylation. En outre, les courbes ATD montrent un pic exothermique entre 850 et 1000°C

correspondant à la réorganisation structurale de la kaolinite. Ce pic apparaît entre 910 et 923°C pour les différents échantillons.

En attribuant la perte de masse entre 400 et 600°C à la kaolinite et sachant que la kaolinite pure a une perte au feu de 14%, on a un moyen d'estimer la teneur en kaolinite dans la fraction argileuse [17,21]. Les résultats obtenus sont portés dans le Tableau IV. La teneur en kaolinite se situe autour de 60%, une valeur généralement trouvée pour les sols tropicaux [16]. La faible teneur en argile de ces sols (Tableau II) associée à l'abondance de la kaolinite dans la fraction argileuse justifie les valeurs des CEC trouvées pour les différents échantillons (Tableau III). En effet, la kaolinite est un minéral à faible CEC (3 à 15 meq/100 g) comparée à l'illite et à la vermiculite dont la CEC atteint 40 et 150 meq/100 g respectivement.

Les figures 4.a et 4.b donnent des images de microscopie MEB de l'échantillon OZ1. On observe bien la disposition en feuillets ; sur la figure 4.b, on peut distinguer la forme classique en accordéon aplati de la kaolinite. Toutefois, le fait que cette forme ne soit pas nettement mise en évidence montre qu'il y a une faible cristallinité des échantillons et cela est révélé par les diffractogrammes de rayons X.

## 5. Conclusion

Par l'utilisation de plusieurs méthodes physicochimiques complémentaires pour la caractérisation des échantillons de sols en terme de composition chimique et de structure cristalline, il ressort que les principaux minéraux mis en évidence dans la fraction argileuse inférieure à 2  $\mu m$  sont la kaolinite et le quartz. Par ailleurs, les paramètres physico-chimiques analysés conviennent dans leur quasi totalité à la culture du riz. Toutefois, la faible valeur de la capacité d'échange cationique (CEC) est attribuée d'une part à la faible proportion d'argile dans les sols et à l'abondance de la kaolinite dans la fraction argileuse d'autre

part. La kaolinite des sols des rizières étudiées a une forte teneur en fer, une faible cristallinité et une température de déshydroxylation relativement basse.

### Remerciements

Les auteurs remercient la Banque Islamique de Développement (BID), le service de coopération au développement et de la solidarité de l'Université des Iles Baléares (UIB) leur appui financier, Dr. Joan Cifre Bauzà et Dr. Ferran Hierro Riu de l'Université des Iles Baléares pour les discussions très fructueuses que nous avons eues.

### Bibliographie

- [1]- Guéro Y., Thèse de spécialisation, Université de Niamey, Université de Tunis (1987) ;
- [2]- Guéro Y., Thèse d'Etat, Université A. Moumouni de Niamey (2000) ;
- [3]- Mathieu C., Piletan F., Analyse chimique des sols, Méthodes Choiesies, Editions Tec&Doc, Paris (2003) ;
- [4]- Lombardi K.C., Guimaraes J.L., Mangrich A.S., Mattoso N., Abbate M., Schreiner W.H, Wypych F., J. Braz. Chem. Soc. (2002) 11, n°2, 270-275;
- [5]- Novotny E.H., Blum W.E.H., Gerzabeck M.H., Mangrich A.S., Geoderma (1999) 92, 87;
- [6]- Caillère S., Hénin S., Minéralogie des argiles, Vol. 1, Editions Masson, Paris (1982) ;
- [7]- Robert M., Tessier D., Annales Agronomiques (1974) 26, n°6, 859 ;
- [8]- Hébert J., Maîtriser l'acidité des sols, les amendements calcaires et magnésiens, MEAC, Agri-Nathan, Paris (1990) ;
- [8]- Ruellan A., Deletang J., phénomènes d'échanges de cations et d'anions dans les sols, ORSTOM Paris (1967) ;
- [9]- Brown A., Brindley G.W., Crystal Structures of Clay Minerals and their X-Ray Identification, in G.W. Brindley & G. Brown editions, Mineralogy society, London (1984) 2<sup>nd</sup> edition p. 305-360;
- [10]- Chipera S.J., Bish D.L., Clays and Clay Miner. (2001) 49, n° 5, 398 ;
- [11]- Traoré K., Thèse de Doctorat, Limoges, France (2003) : [http://www.unilim.fr/theses/2003/sciences/2003limo0004/these\\_front.html](http://www.unilim.fr/theses/2003/sciences/2003limo0004/these_front.html);
- [12]- Frost R.L., Van Der Gaast S.J., Zbik M., Klopogge J.T, Paroz G.N., Appl, Clay Sci. (2002) 20, 177;
- [13]- Moore D.M., Reynolds R.C. Jr, X-Ray Diffraction and the Identification and Analysis of Clay Minerals, 2<sup>nd</sup> edition, Oxford New York, Oxford University Press (1997) p. 233;
- [14]- Flogeac K., Guillon E., Aplincourt M., Marceau E., Stievano L., Beaunier P., Frapart Y.M., Agron. Sustain. Dev. (2005) 25, 345;
- [15]- Melo V.F., Singh B., Schaefer C.E.G.R., Novais R.F., Fontes M.P.F., Soil Sci. Soc. Am. J. (2001) 65, 1324;
- [16]- Souza G.P., Sousa S.J.G., Terrones L.A.H., Holanda J.N.F., Ceramicà (2005) 51, 381 Singh B., Gilkes R.J., J. Soil Science (1992) 43, 645;
- [17]- Hu Y., Liu X., Minerals Eng. (2003) 16, 1279 Gardolinski J.E., Ramos L.P., Souza G.P., Wypych F., J. Colloid and Inter. Sci. (2000) 221, 284;
- [18]- El-Shabiny A.M., Hammad S.M., Ibrahim I.A., Ismael A.K., J. Thermal. Analy. (1996) 46, 143.

