

01. SOLS ET MATERIAUX DE REMBLAI

- 01.01 ANALYSE GRANULOMETRIQUE DES SOLS: METHODE PAR TAMISAGE ET METHODE AREOMETRIQUE.**
- 01.03 LIMITES DE LIQUIDITE ET DE PLASTICITE DES SOLS.**
- ~~**01.07 LE PH DES TERRES POUR GAZONNEMENTS ET PLANTATIONS.**~~
- 01.08 DETERMINATION DE LA MASSE VOLUMIQUE RELATIVE (25°C/25°C) DES SOLS.**
- 01.10 TENEUR CONVENTIONNELLE EN MATIERES ORGANIQUES DES GRANULATS ET SOLS; METHODE A L'EAU OXYGENEE (version 04/2013)**
- 01.11 DELITEMENT DES SOLS, SABLES, MATIERES D'AGREGATION, GRAVILLONS ET GRAVES.**
- 01.12 GONFLEMENT DES SOLS, SABLES, MATIERES D'AGREGATION, GRAVILLONS ET GRAVES.**
- 01.13 TENEUR EN "CHAUX LIBRE" DES SOLS, SABLES, GRAVILLONS ET GRAVES PAR LA METHODE DES R.X..**
- 01.14 TENEUR EN "CHAUX LIBRE" DES SOLS, SABLES, GRAVILLONS ET GRAVES PAR METHODE CHIMIQUE.**
- 01.15 TENEUR CONVENTIONNELLE EN CARBONATE PAR PERTE AU FEU DES SOLS, SABLES ET PIERRES.**
- ~~**01.16 TENEUR EN AZOTE TOTAL DES TERRES POUR GAZONNEMENTS ET PLANTATIONS (METHODE KJELDAHL).**~~
- ~~**01.17 TENEUR EN CARBONE ORGANIQUE DES TERRES POUR GAZONNEMENTS ET PLANTATIONS.**~~
- 01.18 TAUX DE CENDRES (EN PRESENCE DE PYRITE) (TENEUR EN PYRITE)**
- 01.19 VITESSE SISMIQUE DANS LES SOLS COMPACTS**
- ~~**01.20 TENEUR EN EAU**~~
- 01.22 ARGILE: MASSE VOLUMIQUE SECHE ET COMPACTEE**
- 01.23 ARGILE: ANGLE DE FROTTEMENT INTERNE**

01.01 ANALYSE GRANULOMETRIQUE DES SOLS: METHODE PAR TAMISAGE ET METHODE AEROMETRIQUE

Référence de base: Mode Opérateur "Analyse granulométrique par sédimentation",
C.R.R. Bruxelles - CR 6/76

ASTM D422: "Standard Method for particle - size analysis of soils", BS 1377: "Methods of tests for soils for civil engineering purposes".

1. BUT DE L'ESSAI

Connaître une des caractéristiques permettant d'identifier un sol.

2. PRINCIPE DE LA METHODE

La fraction granulométrique supérieure à 0,063 mm est déterminée par tamisage à sec, tandis que la fraction inférieure à 0,063 mm est déterminée par sédimentation continue (méthode aréométrique).

Pour le chapitre C.2.3. (Terres pour gazonnements et plantations), la fraction granulométrique retenue est 0,050 mm.

3. APPAREILLAGE ET RÉACTIFS

- Etuve réglée à $(110 \pm 5)^\circ\text{C}$.
- Balances permettant de peser:
 - 100 g à 0,01 g près;
 - 1 kg à 0,1 g près;
 - 10 kg à 1 g près;
 - 50 kg à 10 g près.
- Appareils et récipient pour le fractionnement (méthode des quarts) et la dispersion des échantillons conformes à la norme ASTM D422.
- Agitateur manuel (fig. 01.01).
- Aréomètre type 151 H conforme à la norme ASTM E100: "Standard specifications for ASTM. Hydrometers".
- Série d'au moins quatre éprouvettes de sédimentation (hauteur ± 45 cm, diamètre intérieur $\pm 6,3$ cm; avec trait de repère à 1000 ml).
- Thermomètre de 10 à 40°C , gradué en $0,1^\circ\text{C}$.
- Bain thermostatique dont la température est réglée à $(25 \pm 0,5)^\circ\text{C}$.
- Béchers de 250 ml et baguettes de verre.
- Série de tamis conformes à la norme NBN EN 933-2 "Essais pour déterminer les caractéristiques géométriques des granulats - Partie 2: Détermination de la granularité - Tamis de contrôle, dimensions nominales des ouvertures", à ouverture de maille de 80,0 - 40,0 - 20,0 - 10,0 - 5,0 - 2,5 - 2,00 - 1,00 - 0,500 - 0,250 - 0,125 - 0,063 mm avec fond et couvercle; les tamis sont choisis en fonction du matériau à analyser.
- Chronomètre précis à la seconde.
- Solution de défloculant récemment préparée (1 mois maximum):
dissoudre 40 g d'hexamétaphosphate de sodium (p.a) dans un litre d'eau distillée ou déminéralisée; amener le pH entre 8 et 9 par addition de carbonate de sodium (p.a.).

4. MODE OPÉRATOIRE

4.1. Préparation des échantillons d'analyse.

4.1.1. Sols ne contenant pas de grains supérieurs à 2 mm.

L'échantillon global est traité (séchage à une température inférieure à 40°C ou humidification) de manière à pouvoir être désagrégé au moyen d'un pilon à bout caoutchouté puis réduit, par la méthode des quarts ou passages aux fusils, pour obtenir finalement un échantillon d'analyse:

- d'environ 120 g dans le cas des sols sableux et
- d'environ 70 g dans le cas des sols limoneux ou argileux
- qui est pesé à 0,01 g (masse M_1).

De l'échantillon réduit, on prélève un échantillon auxiliaire de masse M_A , pesé à 0,01 g près. Il est séché à l'étuve à $(110 \pm 5)^\circ\text{C}$ jusqu'à masse constante à 0,01 g près (M'_A).

4.1.2. Sols contenant des grains supérieurs à 2 mm.

L'échantillon global est traité (séchage à une température inférieure à 40°C ou humidification) de manière à pouvoir être désagrégé au moyen d'un pilon à bout caoutchouté ou d'un rouleau métallique sur une feuille de caoutchouc puis réduit, par la méthode des quarts, pour obtenir un échantillon dont la masse minimale est conforme au tableau ci-dessous:

Dimension maximale des grains	Masse minimale de l'échantillon réduit		
	2 mm	10 mm	20 mm
Fraction à analyser			
≤ 2 mm	120 g (sable) 70 g (argile, limon)		
> 2 mm		500 g	5 kg

L'échantillon réduit est alors versé dans un récipient et recouvert d'eau distillée ou déminéralisée jusqu'à ce que les agglomérats formés lors du séchage soient devenus friables, puis on tamise sous eau sur le tamis à ouverture de maille de 2 mm.

Le refus de ce tamisage est séché à l'étuve à $(110 \pm 5)^\circ\text{C}$ jusqu'à masse constante à 0,1 % près (masse M).

Les eaux de lavage provenant du tamisage humide et contenant la fraction passant au tamis à ouverture de maille de 2 mm sont évaporées au bain-marie, puis le résidu ainsi formé est séché à l'air à une température inférieure à 40°C jusqu'à ce qu'il puisse être désagrégé au pilon à bout caoutchouté. On le pèse ensuite à 0,1 % près de sa masse (M_1).

De ce passant de masse M_1 , on prélève un échantillon d'analyse de (80 à 100) g (sols sableux) ou de (40 à 60) g (sols limoneux ou argileux), le solde constituant un échantillon auxiliaire pesé à 0,01 g près (masse M_A) est alors séché à l'étuve à $(110 \pm 5)^\circ\text{C}$ jusqu'à masse constante à 0,01 g près (masse M'_A).

4.2. Réalisation des essais.

4.2.1. Tamisage des grains supérieurs à 2 mm.

Celui-ci est réalisé conformément à la méthode décrite dans la norme NBN EN 933-1 "Essais pour déterminer les propriétés géométriques des granulats: partie 1: détermination de la granularité: analyse granulométrique par tamisage"

Le refus de masse sèche M obtenu du tamisage humide sur le tamis à ouverture de maille de 2 mm (§ 4.1.2.) est directement tamisé sur les tamis prescrits au § 3, placés par ordre décroissant d'ouverture de maille de 80 à 2 mm.

L'usage d'un secoueur mécanique peut faciliter l'opération, mais, il faut obligatoirement terminer le tamisage à la main, pour chaque tamis.

On pèse cumulativement, à 0,01 % près de la masse M, les refus sur les tamis successifs, soient R_1, R_2, \dots, R_7 , les masses cumulées sur les différents tamis.

Le passant au tamis à ouverture de maille de 2 mm doit être inférieur à 1 % de la masse M. Si cette condition n'est pas remplie, l'essai doit être recommencé.

4.2.2. Mise en suspension de l'échantillon soumis à la sédimentation.

Dans certains cas, un prétraitement est nécessaire (réaction chimique).

Ce fait doit être mentionné dans le rapport d'essais.

L'échantillon destiné à l'analyse granulométrique de la fraction inférieure à 2 mm, obtenu selon les § 4.1.1. ou 4.1.2. est versé dans un bécher de 250 ml, recouvert par 125 ml de la solution de défloculant puis mélangé avec une baguette de verre et laissé au repos pendant au moins 16 heures.

Après ce temps, il est transvasé quantitativement dans le récipient de dispersion prévu par la norme ASTM D422. Cet échantillon est porté à la moitié du volume dudit récipient avec de l'eau distillée ou déminéralisée puis agité pendant une minute.

Lorsque l'agitation est terminée, la mise en suspension est transférée quantitativement dans l'éprouvette de mesure et le niveau du liquide est porté au trait de 1000 ml avec de l'eau distillée ou déminéralisée.

L'éprouvette est alors bouchée, retournée 60 fois sens dessus-dessous et placée dans le bain thermostatique.

Dès que la mousse formée à la surface du liquide a disparu, on introduit l'agitateur manuel dans l'éprouvette et on agite vigoureusement la suspension par une quinzaine de mouvements rapides et verticaux de l'agitateur.

4.2.3. Mesures à l'aréomètre.

Dès que l'agitateur manuel est retiré de la suspension après la dernière agitation, on démarre le chronomètre et on immerge doucement l'aréomètre dans l'éprouvette de mesure.

(Remarque: Au moins 12 heures avant la première mesure, on introduit l'aréomètre dans une seconde éprouvette, dite éprouvette d'attente, placée dans le bain thermostatique et contenant 125 ml de solution de défloculant et 875 ml d'eau distillée ou déminéralisée).

On effectue les lectures de masse volumique relative à 0,001 près (L) après 30 secondes, 1 minute et 2 minutes, puis on replace l'aréomètre dans l'éprouvette d'attente et on fait une lecture (L') avec la même précision que précédemment.

On fait de nouvelles lectures (L) après 5, 15, 30 minutes, 1 heure, 4 heures et 24 heures de sédimentation, l'aréomètre étant dans l'éprouvette d'attente après chaque lecture.

4.2.4. Tamisage des grains supérieurs à 0,063 mm.

Après la dernière mesure à l'aréomètre, le contenu de l'éprouvette de sédimentation est versé sur un tamis à ouverture de maille de 0,063 mm et lavé à l'eau pour éliminer les particules inférieures à cette dimension.

Le refus est séché à l'étuve à $(110 \pm 5)^\circ\text{C}$ jusqu'à masse constante à 0,01 g près, puis tamisé sur les tamis prescrits au § 3, placés par ordre décroissant d'ouverture de maille de (1,00 à 0,063) mm de la même manière que décrite au § 4.2.1.

On pèse cumulativement à 0,01 g près les refus sur les tamis successifs: soient r_1, r_2, \dots, r_5 les masses cumulées sur les différents tamis.

5. CALCULS

5.1. Coefficients de correction à introduire dans le calcul de l'analyse granulométrique.

Les coefficients de correction nécessaires sont calculés de la façon suivante :

$$A = \frac{100}{M + \frac{M_1 \cdot M'_A}{M_A}}$$

$$B = A \cdot \frac{M_1}{M_1 - M_A}$$

où:

M = masse sèche du refus au tamis à ouverture de maille de 2 mm selon le § 4.1.2. (g);
 M_1 = masse "humide" de l'ensemble des grains inférieurs à 2 mm déterminée selon les § 4.1.1. ou 4.1.2. (g);

M_A = masse de l'échantillon auxiliaire avant le séchage à $(110 \pm 5)^\circ\text{C}$ décrit aux § 4.1.1. ou 4.1.2. (g);

M'_A = masse de l'échantillon auxiliaire après le séchage à $(110 \pm 5)^\circ\text{C}$ décrit aux § 4.1.1. ou 4.1.2. (g).

$$C = 1000 \cdot B \frac{\gamma_k}{\gamma_k - 1}$$

où:

γ_k est la masse volumique, exprimée en g/cm^3 , des grains de sol.

5.2. Calcul des résultats de l'analyse granulométrique.

5.2.1. Les pourcentages de refus cumulés sur les tamis à ouverture de maille supérieure à 2 mm

(X_1 à X_7) se calculent avec une décimale par la formule:

$$X_i = A.R_i (\%)$$

où:

i = le numéro d'ordre du tamis ayant servi à exécuter l'essai, sa valeur allant de 1 à 7;
 R_i = les refus cumulés sur les différents tamis (R_1, R_2, \dots, R_7) selon § 4.2.1. (g).

Ils s'expriment à l'unité de pour cent la plus proche.

5.2.2. Les pourcentages de refus cumulés sur les tamis à ouverture de maille inférieure à 2 mm. (x_1 à x_5) se calculent avec une décimale, par la formule:

$$x_i = X_7 + B.r_i (\%)$$

où:

i = le numéro d'ordre du tamis ayant servi à exécuter l'essai, sa valeur allant de 1 à 5;
 X_7 = le pourcentage de refus cumulé sur le tamis à ouverture de maille de 2 mm (%);
 r_i = les refus cumulés sur les différents tamis (r_1, r_2, \dots, r_5) selon le § 4.2.4. (g).

Ils s'expriment à l'unité de pour cent la plus proche.

5.2.3. En ce qui concerne l'analyse par sédimentation de la fraction granulométrique inférieure à 0,063 mm on calcule d'abord les diamètres des grains ayant terminé leur sédimentation aux différents temps t indiqués au § 4.2.3. ci-dessus, selon la formule:

$$D = K \cdot \sqrt{\frac{h}{t}}$$

où:

D = le diamètre équivalent des grains, en millimètres, calculé au 0,0001 près et arrondi au 0,001 le plus proche pour $D > 0,010$ mm, et calculé au 0,00001 près et arrondi au 0,0001 le plus proche pour $D < 0,010$ mm;
 K = fonction de la température de l'eau du bain thermostatique et de la masse volumique (γ_k des grains du sol - tableau : 01.01/2);
 h = le niveau, sous la surface libre de la suspension du centre de poussée de l'aréomètre (tableau: 01.01/3) (cm);
 t = le temps écoulé depuis la mise en suspension des grains de sol, exprimé en minutes.

Les pourcentages de grains de diamètre D (mm) sont alors calculés, avec une décimale par la formule:

$$P_{(D)} = C. (L - L') (\%)$$

où :

L = la lecture, au temps t, de l'aréomètre dans la suspension de sol à examiner;
L' = la lecture, au temps correspondant, de l'aréomètre dans la solution contenue dans l'éprouvette d'attente.

Ils s'expriment à l'unité de pour cent la plus proche.

6. ÉTABLISSEMENT DE LA COURBE GRANULOMÉTRIQUE

On réalise un essai dont le résultat est présenté sous la forme d'une courbe granulométrique.

Sur demande expresse, trois essais peuvent être effectués en vue d'un contrôle du matériau. Dans ce cas les résultats sont présentés sous forme de trois courbes granulométriques.

Les résultats sont considérés comme concordants si, en aucun point, les ordonnées (pourcentages de passants ou de refus) des deux courbes les plus éloignées l'une de l'autre ne diffèrent de plus de 5 % (absolu).

Si les résultats ne sont pas concordants, il y a lieu de recommencer les essais.

7. INTERPRÉTATION DES RÉSULTATS

On détermine graphiquement les fractions définies au cahier des charges.

AGITATEUR MANUEL

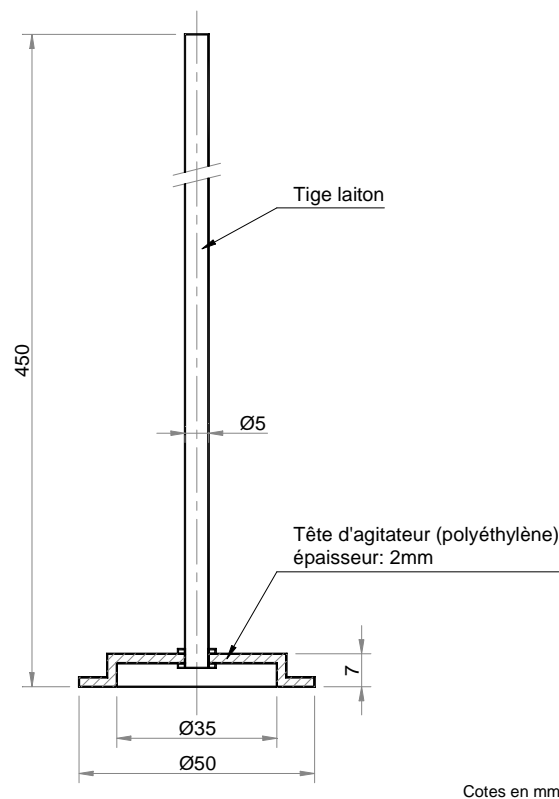


Fig. 01.01/1

TABLEAU : 01.01/2

VALEURS DE LA FONCTION "K"

Temp. °C	Masse volumique des grains (γ_k en g/cm ³ , déterminé suivant CME 01.08)								
	2,45	2,50	2,55	2.60	2.65	2.70	2.75	2.80	2.85
16	0,01530	0,01505	0,01481	0,01457	0,01435	0,01414	0,01394	0,01374	0,01356
17	0,01511	0,01486	0,01462	0,01439	0,01417	0,01396	0,01376	0,01356	0,01338
18	0,01492	0,01467	0,01443	0,01421	0,01399	0,01378	0,01359	0,01339	0,01321
19	0,01474	0,01449	0,01425	0,01403	0,01382	0,01361	0,01342	0,01323	0,01305
20	0,01456	0,01431	0,01408	0,01386	0,01365	0,01344	0,01325	0,01307	0,01289
21	0,01438	0,01414	0,01391	0,01369	0,01348	0,01328	0,01309	0,01291	0,01273
22	0,01421	0,01397	0,01374	0,01353	0,01332	0,01312	0,01294	0,01276	0,01258
23	0,01404	0,01381	0,01358	0,01337	0,01317	0,01297	0,01279	0,01261	0,01243
24	0,01388	0,01365	0,01342	0,01321	0,01301	0,01282	0,01264	0,01246	0,01229
25	0,01372	0,01349	0,01327	0,01306	0,01286	0,01267	0,01249	0,01232	0,01215
26	0,01357	0,01334	0,01312	0,01291	0,01272	0,01253	0,01235	0,01218	0,01201
27	0,01342	0,01319	0,01297	0,01277	0,01258	0,01239	0,01221	0,01204	0,01188
28	0,01327	0,01304	0,01283	0,01264	0,01244	0,01225	0,01208	0,01191	0,01175
29	0,01312	0,01290	0,01269	0,01249	0,01230	0,01212	0,01195	0,01178	0,01162
30	0,01298	0,01276	0,01256	0,01236	0,01217	0,01199	0,01182	0,01165	0,01149

TABLEAU 01.01/3

HAUTEUR DE SEDIMENTATION h EN FONCTION
DES LECTURES L DE L'AREOMETRE

Lecture à l'aréomètre "L"	Hauteur "h" (cm)	
	Pour les mesures après 30 s, 1 min. et 2 min.	Pour les mesures ultérieures, à partir de celle à 5 min.
1,000	17,5	16,3
1,001	17,2	16,0
1,002	17,0	15,8
1,003	16,7	15,5
1,004	16,4	15,2
1,005	16,2	15,0
1,006	15,9	14,7
1,007	15,6	14,4
1,008	15,4	14,2
1,009	15,1	13,9
1,010	14,9	13,7
1,011	14,6	13,4
1,012	14,3	13,1
1,013	14,1	12,9
1,014	13,8	12,6
1,015	13,5	12,3
1,016	13,3	12,1
1017	13,0	11,8
1,018	12,7	11,5
1,019	12,5	11,3
1,020	12,2	11,0
1,021	11,9	10,7
1,022	11,7	10,5
1,023	11,4	10,2
1,024	11,2	10,0
1,025	10,9	9,7
1,026	10,6	9,4
1,027	10,4	9,2
1,028	10,1	8,9
1,029	9,8	8,6
1,030	9,6	8,4
1,031	9,3	8,1
1,032	9,0	7,8
1,033	8,8	7,6
1,034	8,5	7,3
1,035	8,2	7,0
1,036	8,0	6,8
1,037	7,7	6,5
1,038	7,4	6,2

01.03 LIMITES DE LIQUIDITE ET DE PLASTICITE DES SOLS

Référence de base: BS 1377: "Methods of test for soils for civil engineering purposes"

1. BUT DE L'ESSAI

Caractériser la plasticité des sols en déterminant leurs limites de consistance (liquidité et plasticité) d'après les méthodes conventionnelles dues à Atterberg.

2. PRINCIPE DE LA MÉTHODE

On détermine, selon les méthodes conventionnelles dues à Atterberg, deux caractéristiques de la fraction appelée "mortier" (< 0,400 mm) des sols; à savoir:

- la limite de liquidité: teneur en eau à partir de laquelle le "mortier" se comporte comme un liquide;
- la limite de plasticité: teneur en eau à partir de laquelle le "mortier" se comporte comme un matériau plastique.

3. APPAREILLAGE ET PRODUITS

- Appareil de Casagrande pour la détermination de la limite de liquidité selon BS 1377, comprenant:
 - un support en bakélite ou en toute autre matière de même dureté. C'est ce support qui reçoit les chocs de la coupelle;
 - un arbre à came muni d'une manivelle;
 - une coupelle en laiton en forme de calotte sphérique munie d'un ergot qui vient s'articuler sur une tige métallique qui constitue l'axe de rotation de la coupelle. La coupelle est amovible;
 - une coupelle spéciale pour matériaux sableux, de forme identique à la coupelle normale, mais dont la surface intérieure est rendue rugueuse (rugosité de l'ordre du 1/2 mm);
 - un dispositif permettant de faire varier la hauteur de chute de la coupelle, constitué essentiellement par une plaque coulissante qui entraîne dans ses déplacements l'axe de rotation de la coupelle et qui peut être bloquée par deux écrous dans une position quelconque;
 - outil à rainurer et jauge d'épaisseur (pour réglage de la hauteur de chute de la coupelle) selon BS 1377.
- Un calibre pour la détermination du diamètre des cylindres de "mortier".
- Tamis d'ouverture de mailles 0,400 mm.
- Plaque de verre dépoli d'au moins 30 x 30 cm.
- Balance permettant de peser 200 g à 0,01 g près.
- Etuve réglée à (110 ± 5)°C.
- Pèse-filtre.
- Mortier et pilon recouvert de caoutchouc.
- Spatule.
- Eau distillée ou déminéralisée.

4. MODE OPÉRATOIRE

4.1. Préparation de l'échantillon.

Un échantillon d'environ 115 g de particules plus petites que 0,400 mm est séché à l'air à une température n'excédant pas 40°C jusqu'à ce que les agglomérats formés par le séchage puissent être désagrégés dans un mortier à l'aide d'un pilon recouvert de caoutchouc.

Si l'échantillon contient des particules plus grosses que 0,400 mm, il est tamisé à sec sur un tamis d'ouverture de mailles 0,400 mm. Le refus de ce tamisage est à nouveau soumis à désagrégation dans le mortier à l'aide du pilon recouvert de caoutchouc. Le produit de cette opération est à nouveau tamisé à sec sur le même tamis d'ouverture de mailles de 0,400 mm. L'échantillon désagrégé (s'il ne contient pas de particules de plus de 0,400 mm) ou les passants obtenus au cours des deux tamisages, soigneusement mélangés, constituent le mortier. Ce mortier est humidifié jusqu'à une teneur en eau proche de la limite de liquidité présumée en y incorporant par malaxage à la spatule de petites quantités successives d'eau déminéralisée ou distillée; il est conservé à humidité constante pendant le temps nécessaire à son mûrissement.

4.2. Détermination de la limite de liquidité.

Avant toute autre manipulation, on s'assure du réglage correct de la hauteur de chute de la coupelle de l'appareil de Casagrande (10 à 10,25) mm. Une quantité d'environ 100 g de pâte mûrie est malaxée soigneusement à la spatule sur une plaque de verre.

Toujours à l'aide de la spatule, on répartit une certaine quantité (environ 70 g) de pâte dans la coupelle de l'appareil de Casagrande de façon à former un gâteau à peu près symétrique par rapport au plan de symétrie de la coupelle.

Pour les argiles, limons et sables argileux, on utilise la coupelle normale.

Pour les sols très sableux qui ont tendance à glisser sur les coupelles normales, on utilise la coupelle rugueuse spéciale, après tentative à la coupelle normale.

L'épaisseur maximale du gâteau ainsi formé est d'environ 1 cm. On veille à étaler la pâte de telle manière qu'aucune bulle d'air n'y reste occluse. A l'aide de la partie biseautée de l'outil à rainurer, tenu perpendiculairement à la surface de la coupelle, on partage la pâte en deux moitiés. A l'aide de la manivelle, on imprime alors à la coupelle une série de chocs à la cadence régulière de 2 par seconde. On note le nombre de chocs N nécessaires pour que les lèvres de la rainure se rejoignent, à la base de la coupelle, sur une longueur d'au moins 1 cm appréciée à vue. A l'aide d'une petite spatule, on prélève perpendiculairement à la rainure une petite prise de la pâte dans la zone où les deux lèvres se sont rejointes. Cette prise est placée dans un pèse-filtre dont la tare M_0 est déterminée à 0,01 g près; celui-ci est pesé avec son contenu à 0,01 g près (masse M_1). Le pèse-filtre contenant la prise est placé ouvert dans une étuve à $(110 \pm 5)^\circ\text{C}$. On sèche jusqu'à masse constante: soit M_2 la masse (à 0,01 g près) du pèse-filtre fermé avec son contenu sec. On nettoie la coupelle et on prépare un deuxième gâteau de pâte, un peu plus humide, en mélangeant intimement la pâte ayant déjà servi, un peu de pâte prélevée dans le récipient, et une petite quantité d'eau.

Ce nouveau gâteau est placé dans la coupelle rincée à l'eau et essuyée au chiffon et on recommence l'essai. Ces opérations sont recommencées jusqu'à ce que l'on ait réalisé suffisamment d'essais dans lesquels la rainure s'est fermée sur 1 cm de long après des nombres de chocs compris entre 15 et 35, avec au moins deux essais où cette fermeture est apparue entre 15 et 25 chocs et 2 autres entre 25 et 35 chocs.

4.3. Détermination de la limite de plasticité.

Un échantillon d'environ 15 g de mortier est prélevé soit de la pâte après mûrissement, soit à un stade quelconque d'humidification du sol au cours de la détermination de la limite de liquidité. L'état de consistance de ce mortier doit être tel qu'il puisse facilement être roulé en boule et qu'il n'adhère pas trop aux doigts lorsqu'on l'écrase.

Avec la moitié de ce prélèvement, on forme une boulette que l'on roule à la main sur une plaque de verre dépoli de façon à former un cylindre de plus en plus mince.

Si le cylindre se brise lorsque son diamètre dépasse encore 3 mm, le prélèvement est trop sec, et l'essai est à recommencer sur un prélèvement plus humide.

Si au contraire, le diamètre peut être réduit à 3 mm sans qu'il y ait rupture, le prélèvement est trop humide. On le roule alors de nouveau en boulette, qu'on pétrit entre les doigts pour l'assécher et on recommence à le rouler en cylindre.

La limite de plasticité est atteinte lorsqu'au cours des manipulations décrites ci-dessus, le cylindre de mortier se brise lorsque son diamètre atteint $(3 \pm 0,5)$ mm.

Pour évaluer correctement ce diamètre, il est utile de se servir d'un calibre.

N.B. : La saucisse ainsi réalisée ne peut pas être creuse et doit avoir une longueur équivalente à la largeur de la paume de la main de l'opérateur.

Dès qu'un cylindre se brisant à un diamètre de $(3 \pm 0,5)$ mm est obtenu, on le place dans un pèse-filtre qu'on referme (tare M_5 à 0,01 g près), on pèse le pèse-filtre, avec son contenu (M_3 à 0,01 g près), on sèche à l'étuve à $(110 \pm 5)^\circ\text{C}$ jusqu'à masse constante M_4 (0,01 g près).

On recommence, à titre de contrôle, les opérations décrites ci-dessus sur la moitié inutilisée du prélèvement de mortier.

5. CALCULS

5.1. Limite de liquidité.

On calcule la teneur en eau w rapportée à la masse de sol sec de chaque prélèvement par la formule :

$$w = \frac{M_1 - M_2}{M_2 - M_0} \cdot 100 (\%)$$

Les valeurs de w ainsi obtenues sont exprimées à la première décimale. On porte sur un canevas semi-logarithmique les points représentatifs de chaque échantillon: le nombre de chocs (N) est porté en abscisse sur l'échelle logarithmique, et la teneur en eau correspondante en ordonnée sur l'échelle linéaire, avec au moins 1 cm par pour cent d'eau.

On trace une droite passant au plus près des points ainsi obtenus. La différence entre les ordonnées de chacun des points expérimentaux et cette droite doit être inférieure à 0,2 %. La limite de liquidité W_L est donnée par l'intersection de cette droite avec la verticale dont l'abscisse correspond à 25 chocs.

La valeur de la limite de liquidité est arrondie à la première décimale.

5.2. Limite de plasticité.

Les teneurs en eau w rapportées à la masse de sol sec des deux cylindres de $(3 \pm 0,5)$ mm sont calculées par la formule:

$$w = \frac{M_3 - M_4}{M_4 - M_5} \cdot 100 (\%)$$

Les valeurs de w ainsi obtenues sont exprimées à la première décimale. Leur moyenne, qui est la limite de plasticité W_p , est exprimée également à la première décimale.

6. INDICE DE PLASTICITÉ

L'indice de plasticité I_p est la différence entre la limite de liquidité W_L et la limite de plasticité W_p :

$$I_p = W_L - W_p$$

01.08 DETERMINATION DE LA MASSE VOLUMIQUE RELATIVE (25°C/25°C) ET DE LA MASSE ABSOLUE DES SOLS

Référence de base: BS 1377: "Methods of test for soil for civil engineering purposes", BS 812-2: "Testing of aggregates. Methods for determination of density".

1. DÉFINITION

La masse volumique relative (T_1 °C / T_2 °C) est le rapport de la masse d'un volume donné d'une substance à la température T_1 à la masse d'un volume égal d'eau pure à la température T_2 .

Dans le cas considéré ici, $T_1 = T_2 = 25^\circ\text{C}$.

D_{\max} : la dimension correspondant au tamis le plus petit de la série pour lequel on obtient 100 % de passant.

2. PRINCIPE DE LA MÉTHODE

Les masses de volumes égaux de l'échantillon et d'eau sont comparées au moyen de pycnomètres remplis placés dans un bain thermostatique jusqu'à ce que soit atteint l'équilibre de température d'essai.

3. APPAREILLAGE ET PRODUITS

- Balance assurant le dix-millième de la masse à déterminer.
- Bain thermostatique réglé à $(25 + 0,1)^\circ\text{C}$ d'une capacité suffisante pour pouvoir contenir plusieurs pycnomètres.
- Pycnomètre en verre dont la capacité doit être telle que le volume du matériau qu'on y place soit compris entre 1/3 et 2/3 du volume apparent total du pycnomètre:

- Pycnomètre pour $D_{\max} \leq 2$ mm:

Des pycnomètres de 50 ou 100 ml sont requis. Le col rodé est suffisamment large pour permettre l'introduction de l'échantillon. Le bouchon, rodé également, porte une tubulure dont le diamètre est un capillaire $(0,8 \pm 0,1)$ mm de diamètre).

- Pycnomètre pour $D_{\max} > 2$ mm:

Des pycnomètres de 0,5 l à 3 l sont requis en fonction de la dimension des granulats. Le col rodé est suffisamment large pour permettre l'introduction des plus gros éléments de

l'échantillon. Le bouchon, rodé également, porte une tubulure dont le diamètre ne dépasse pas 7 mm, avec trait de jauge.

Le profil intérieur de la paroi du pycnomètre et son bouchon doivent être tels qu'ils ne s'opposent pas à la remontée des bulles d'air.

- Bouchon en caoutchouc pouvant s'adapter sur le pycnomètre et muni de deux tubulures avec robinets à 2 voies reliées:
 - au flacon contenant le liquide de mesure;
 - à une pompe à vide pouvant réduire la pression à $(10 \pm 1,5)$ kPa à 20° C;
- Dessiccateur à vide (un diamètre de (200 à 250) mm peut convenir);
- Etuve réglée à (110 ± 5) °C;
- Liquide de mesure: liquide mouillant tel que toluène, kérosène (voir note 1);
- Eau distillée ou déminéralisée;
- Pissette.

Note 1: de l'eau fraîchement distillée et désaérée peut convenir comme liquide de mesure. Avec certains sols, sables ou pierres, entre autres ceux qui contiennent des sels solubles (sables marin p.ex.), l'eau ne convient pas comme liquide de mesure. C'est la raison pour laquelle on recommande un solvant organique comme liquide de mesure.

4. MODE OPÉRATOIRE

4.1 Echantillonnage.

4.1.1 Echantillonnage global (NBN EN 933-1) – échantillon réduit (NBN EN 933-2)

Pour les sols limoneux, argileux ou sableux, la masse de l'échantillon séché constituant l'échantillon réduit pour les essais ne peut être inférieure à 200 g.

4.1.2 Prise d'essai

a) Matériau avec $D_{\max} > 2$ mm

Si l'échantillon est constitué d'un matériau se présentant sous forme de calibre défini, la masse de ce dernier est fonction de la dimension nominale maximale D du calibre et de l'étalement de celui-ci. Pour un étalement caractérisé par $D/d \leq 4$ la prise d'essai est constituée par une masse minimum conforme au tableau ci-après:

D (mm)	Masse minimale de la prise d'essai (g)
$D \leq 7$	800
$7 < D \leq 20$	1200
$20 < D \leq 40$	1600
$D > 40$	2500

Si le matériau est constitué d'un matériau calibré ou non dont l'étalement est $D/d \leq 4$ (sols graveleux p. ex.), la masse minimum de la prise d'essai est la même que celle définie au tableau ci-dessus.

b) Matériau avec $D_{\max} \leq 2$ mm

Si l'échantillon est constitué d'éléments fins (sols limoneux, argileux, sableux), la prise d'essai prélevée dans l'échantillon réduit est d'environ 50 g ou 100 g en fonction du pycnomètre utilisé (50 ml ou 100 ml).

Remarque:

La prise d'essai constitue la masse pour une détermination de la masse volumique relative; comme pour chaque échantillon, il est requis de faire 3 déterminations, il y a lieu de considérer 3 prises d'essai à partir de l'échantillon réduit.

4.2 Etalonnage du pycnomètre.

a) Matériau avec $D_{\max} > 2 \text{ mm}$

Peser le pycnomètre propre et sec, muni de son bouchon (masse A).

On adapte alors le bouchon à deux tubulures et on applique le vide ($10 \pm 1,5$) kPa dans le pycnomètre. Ensuite, on introduit l'eau goutte à goutte (1 goutte/s) pendant que le vide est maintenu, jusqu'à ce que le pycnomètre soit rempli environ aux 9/10 de son volume.

On n'y tolère aucune présence de bulle d'air. Placer le pycnomètre muni de son bouchon dans le bain thermostatique à $(25 \pm 0,1)^\circ\text{C}$ durant 2 heures. Remplir jusqu'au trait de jauge au moyen d'eau à $(25 \pm 0,1)^\circ\text{C}$, retirer le pycnomètre du bain, l'essuyer et le peser (masse E).

b) Matériau avec $D_{\max} \leq 2 \text{ mm}$

Peser le pycnomètre propre et sec, muni de son bouchon (masse A).

On introduit l'eau au moyen d'une pissette, en évitant d'introduire de l'air dans le pycnomètre et ce jusqu'à mi-hauteur du col de celui-ci.

On place le pycnomètre dans le dessiccateur à vide et on applique un vide de $(10 \pm 1,5)$ kPa pendant 15 minutes.

On place le bouchon (de l'eau doit s'échapper par le capillaire) et on place ensuite le pycnomètre dans le bain thermostatique à $(25 \pm 0,1)^\circ\text{C}$ durant 2 heures.

Retirer le pycnomètre, l'essuyer et le peser (masse E).

4.3 Détermination de la masse volumique relative du liquide de mesure.

Déterminer la masse du pycnomètre rempli de liquide de mesure de la façon décrite sous 4.2 (masse S) et effectuer le calcul suivant l'expression reprise ci-après au 5.1.

4.4 Détermination de la masse volumique relative de l'échantillon.

a) Matériau avec $D_{\max} > 2 \text{ mm}$

La prise d'essai, préalablement séchée à l'étuve réglée à $(110 \pm 5)^\circ\text{C}$, jusqu'à masse constante, est refroidie au dessiccateur sous vide, puis transférée dans le pycnomètre taré (masse A). L'ensemble pycnomètre-échantillon est ensuite pesé (masse B).

On adapte alors le bouchon à deux tubulures et on applique le vide ($10 \pm 1,5$) kPa pendant une demi-heure dans le pycnomètre. Passé ce délai, on introduit goutte à goutte (1 goutte/seconde) le liquide de mesure pendant que le vide est maintenu, jusqu'à ce que le pycnomètre soit rempli environ aux 9/10 de son volume.

On place le pycnomètre dans le bain thermostatique à $(25 \pm 0,1)^\circ\text{C}$, puis, après deux heures de séjour, on ajoute du liquide de mesure, porté à $(25 \pm 0,1)^\circ\text{C}$, jusqu'au repère.

On retire le pycnomètre du bain, on l'essuie et on le pèse (masse C).

Remarque:

Dans ce mode opératoire, toutes les masses seront déterminées au dix-millième près.

b) Matériau avec $D_{\max} \leq 2 \text{ mm}$

La prise d'essai, préalablement séchée à l'étuve réglée à $(110 \pm 5)^\circ\text{C}$, jusqu'à masse constante est refroidie au dessiccateur sous vide, puis transférée dans le pycnomètre (masse A). L'ensemble pycnomètre-échantillon est ensuite pesé (masse B).

On introduit le liquide de mesure au moyen d'une pissette de manière à couvrir l'échantillon. On place le pycnomètre dans le dessiccateur sous vide dans lequel on applique un vide de $(10 \pm 1,5) \text{ kPa}$ pendant au moins $\frac{1}{2}$ heure. Passé ce délai, on introduit du liquide de mesure jusqu'à mi-col du pycnomètre au moyen d'une pissette en évitant toute introduction d'air.

On place le bouchon du pycnomètre délicatement (du liquide de mesure doit sortir par le tube capillaire) et on place le pycnomètre dans le bain thermostatique à $(25 \pm 0,1)^\circ\text{C}$ pendant deux heures. Passé ce délai, on retire le pycnomètre du bain, on l'essuie et on le pèse (masse C).

5. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS

5.1 Masse volumique relative du liquide de mesure.

$$\delta_s = \frac{S - A}{E - A}$$

où:

A = la masse du pycnomètre vide avec bouchon (g);

E = la masse du pycnomètre rempli d'eau (g);

S = la masse du pycnomètre contenant du liquide de mesure (g);

δ_s = la masse volumique relative du liquide de mesure calculée au 0,0001 près.

La masse volumique relative du liquide de mesure est la moyenne de trois déterminations dont les résultats ne peuvent différer entre eux de plus de 0,01. Dans le cas contraire, on procède à trois nouvelles déterminations.

La moyenne des résultats est arrondie au 0,001 près.

5.2. Masse volumique relative de l'échantillon.

$$\delta_p = \frac{B - A}{(E - A) - \frac{(C - B)}{\delta_s}}$$

où:

B = la masse du pycnomètre contenant l'échantillon (g);

C = la masse du pycnomètre contenant l'échantillon et le liquide de mesure (g);

A, E et S ont les mêmes significations qu'au § 5.1. ci-avant;

δ_s = la masse volumique relative moyenne du liquide de mesure déterminée selon le § 5.1. ci-avant;

δ_p = la masse volumique relative du matériau, calculée au 0,0001 près.

La masse volumique relative du matériau est la moyenne arrondie au 0,001 près, de trois déterminations qui ne peuvent différer entre elles de plus de 0,02.

Dans le cas contraire, on réalise trois nouvelles déterminations.

Les valeurs individuelles et la moyenne sont données au rapport. On mentionnera également la nature du liquide de mesure utilisé.

5.3 Masse volumique absolue du matériau.

$$\gamma_p = \delta_p \times \gamma_{eau}$$

où:

γ_p = la masse volumique absolue du matériau (g/cm³);

δ_p = la masse volumique relative moyenne du matériau déterminée selon le § 5.2. ci-avant;

γ_{eau} = la masse volumique de l'eau (g/cm³). A 25° C, sa valeur est de 0,997044 g/cm³.

La masse volumique absolue du matériau est exprimée en g/cm³ à 0,001 g/cm³ près.

01.10 TENEUR CONVENTIONNELLE EN MATIERES ORGANIQUES DES GRANULATS ET SOLS; METHODE A L'EAU OXYGENEE (version 04/2013)

Références de base:

- NBN EN 932-1: Essais pour déterminer les propriétés générales des granulats – Partie 1 : Méthodes d'échantillonnage
- NBN EN 932-2: Essais pour déterminer les propriétés générales des granulats – Partie 2 : Méthodes de réduction des échantillons de laboratoire
- NBN EN 932-5: Essais pour déterminer les propriétés générales des granulats – Partie 5 : Equipements communs et étalonnage
- NBN EN 933-2: Essais pour déterminer les propriétés géométriques des granulats – Partie 2 : Détermination de la distribution granulométrique des particules. Tamis de contrôle, dimensions nominales et ouvertures
- NBN EN 1997-2: Eurocode 7 – Calcul géotechnique – Partie 2 : Reconnaissance des terrains et essais

1. BUT DE L'ESSAI

Quantification de la teneur en matières organiques d'un granulats ou d'un sol.

2. TERMES ET DEFINITIONS

2.1 Echantillon de laboratoire

Echantillon destiné aux essais en laboratoire

2.2 Sous-échantillon

Echantillon obtenu par réduction d'un échantillon de laboratoire

2.3 Prise d'essai

Echantillon utilisé dans sa totalité pour un seul essai.

2.4 Masse constante

Masse obtenue après séchage, à l'issue de pesées successives séparées d'au moins 1 h d'intervalle, lorsque la dernière pesée ne diffère pas de plus de 0.1 % de la précédente.

Note: Souvent la masse constante peut être atteinte après séchage de la prise d'essai dans une étuve réglée à $(110 \pm 5)^\circ\text{C}$ pendant une période déterminée à l'avance. Les laboratoires d'essais peuvent déterminer le temps nécessaire pour atteindre la masse constante suivant le type et la taille de l'échantillon et en fonction de la capacité de séchage de l'étuve utilisée.

3. PRINCIPE DE LA METHODE

Oxydation à froid et en phase liquide des matières organiques présentes dans le matériau testé. Détermination de la teneur en matières organiques par perte de masse.

Note: Pour les granulats, l'oxydation est limitée de façon conventionnelle. Pour les sols, l'oxydation est totale.

4. REACTIFS

4.1 Solution de peroxyde d'hydrogène, constituée par 1/5 en volume d'une solution à 30 % en masse d'eau oxygénée et par 4/5 en volume d'eau déminéralisée .

4.2 Eau déminéralisée

5. APPAREILLAGE

- Tout appareillage, sauf indication contraire, doit être conforme aux exigences générales de l'EN 932-5.
- Etuve ventilée, capable de maintenir la température à $(40 \pm 5)^\circ\text{C}$ et à $(110 \pm 5)^\circ\text{C}$.
- Balance, permettant de peser à 0,01 g près.
- Tamis de 4 mm d'ouverture, conforme à l'ISO 3310-2.
- Bain thermostatique (eau ou sable) à $(100 \pm 5)^\circ\text{C}$.
- Dessiccateur.
- Concasseur (broyeur) de laboratoire

6. ECHANTILLONNAGE

Prélever un échantillon de laboratoire conformément à l'EN 932-1 pour les granulats et à l'EN 1997-2 pour les sols (classes de qualité 1 à 4), d'une masse minimale définie au tableau 1, fonction de la classe granulaire D (mm).

Classe granulaire D (maximale) (mm)	Masse minimale de l'échantillon de laboratoire (g)	
	Granulats	Sols
$32 < D \leq 63$	2500	5000
$16 < D \leq 32$	1600	2500
$8 < D \leq 16$	1200	1500
$4 < D \leq 8$	800	500
$D \leq 4$	400	100

Tableau 1

7. PREPARATION DE LA PRISE D'ESSAI

Cas des granulats

- Sécher l'échantillon de laboratoire en étuve à $(40 \pm 5)^\circ\text{C}$ jusqu'à masse constante.
- Tamiser l'échantillon sur un tamis de 4 mm et garder la fraction passant à travers ce tamis.
- Réduire à moins de 4 mm par concassage la fraction retenue sur le tamis de 4 mm et l'ajouter au passant.
- Réduire l'échantillon de laboratoire conformément à l'EN 932-2 jusqu'à une masse minimale de 400 g.
- Sécher la prise d'essai en étuve à $(40 \pm 5)^\circ\text{C}$ jusqu'à masse constante.
- Conserver la prise d'essai dans un dessiccateur.

Cas des sols

- Tamiser l'échantillon sous eau sur un tamis de 4 mm.
- Sécher séparément le passant et le refus à 4 mm en étuve à $(40 \pm 5)^\circ\text{C}$ jusqu'à masse constante.
- Prélever 100 g du passant à 4 mm par quartage, conformément à l'EN 932-2.
- Sécher la prise d'essai en étuve à $(40 \pm 5)^\circ\text{C}$ jusqu'à masse constante.
- Conserver la prise d'essai dans un dessiccateur.

Note: Pour des cas spécifiques, d'autres fractions granulaires peuvent être spécifiées.

8. MODE OPERATOIRE

- Peser la prise d'essai. Noter la masse M_1 à 0,1 g près.
- Placer l'échantillon sur le bain thermostatique à $(100 \pm 5)^\circ\text{C}$.

Cas des granulats

- Ajouter 300 ml de la solution de peroxyde d'hydrogène.
- Laisser réagir pendant 2 h en remuant régulièrement.
- Ajouter 100 ml de la solution de peroxyde d'hydrogène.
- Laisser réagir pendant 1 h en remuant régulièrement.
- Ajouter 100 ml supplémentaires de la solution de peroxyde d'hydrogène.
- Laisser réagir pendant 1 h en remuant régulièrement.
- Sécher en étuve à $(110 \pm 5)^\circ\text{C}$ jusqu'à masse constante.
- Refroidir en dessiccateur jusqu'à température ambiante.
- Peser à nouveau. Noter la masse M_2 à 0.1 g près.

Cas des sols

- Ajouter 100 ml de la solution de peroxyde d'hydrogène.
- Laisser réagir pendant 1 h en remuant régulièrement.
- Ajouter éventuellement de l'eau déminéralisée pour éviter tout débordement.
- Répéter les trois opérations précédentes jusqu'à ce que la réaction soit achevée, c-à-d jusqu'à ce qu'il n'y ait plus de dégagement perceptible de dioxyde de carbone.
- Evaporer en étuve à $(110 \pm 5)^\circ\text{C}$ jusqu'à masse constante.
- Refroidir en dessiccateur jusqu'à température ambiante.
- Peser à nouveau. Noter la masse M_2 à 0.1 g près.

9. CALCUL ET EXPRESSION DES RESULTATS

Calculer la teneur conventionnelle en matières organiques, exprimée en % de la masse sèche de la prise d'essai, conformément à l'équation suivante:

$$\frac{M_1 - M_2}{M_2} \times 100$$

où:

- M_1 est la masse initiale de la prise d'essai (g);
- M_2 est la masse finale de la prise d'essais (g).

Arrondir la valeur à 0,1% près.

10. RAPPORT D'ESSAI

Les informations suivantes doivent être consignées dans le rapport d'essai:

- a) Référence à la présente norme;
- b) Identification du laboratoire;
- c) Identification, nature et classe granulaire de l'échantillon;
- d) Date de réception de l'échantillon;
- e) Date de l'essai;
- f) Masse de l'échantillon de laboratoire;
- g) Masse de la prise d'essai M_1 ;
- h) Le cas échéant, pour les sols, fraction particulière testée;
- i) Teneur conventionnelle en matières organiques

BIBLIOGRAPHIE

- NBN 589-207 §3, 1969, Essais des sables de construction – Teneur en matières organiques – Procédé de laboratoire à l'eau oxygénée
- CME 01.10, 2004, Teneur conventionnelle en matières organiques des gravillons, graves, sables, sols; méthode à l'eau oxygénée sur matériau non broyé
- NBN EN 1744-1 § 15.1, 1998, Essais pour déterminer les propriétés chimiques des granulats – Partie 1: Analyse chimique - Détermination de la teneur en matière humique
- NBN EN 1744-1 § 15.1, 2009, Essais pour déterminer les propriétés chimiques des granulats – Partie 1: Analyse chimique - Détermination de la teneur potentielle en matières humiques
- NBN EN 1997-2, 2007, Eurocode 7 – Calcul géotechnique – Partie 2: Reconnaissance des terrains et des sols

01.11 DELITEMENT DES SOLS, SABLES, MATIERES D'AGREGATION, GRAVILLONS ET GRAVES

Référence de base: -1) Méthode de mesure C.R.R. M.F. 67/93: "Mode opératoire pour l'évaluation de la stabilité dimensionnelle des scories LD et de matériaux similaires -2) Essai de délitement"

1. BUT DE L'ESSAI

Evaluer la stabilité des matériaux artificiels et des matériaux de recyclage.

2. PRINCIPE DE LA METHODE

On mesure le morcellement du matériau après une immersion de 14 jours dans l'eau à 50° C.

3. APPAREILLAGE

- un jeu de tamis à ouverture de mailles de 2 - 4 - 5 - 7,1 - 10 - 14 - 20 - 25 - 31,5 - 40 - 50 - 56 - 63 mm;
- balance de capacité suffisante permettant de peser au 1/10 de sa capacité;
- étuve réglable à $(110 \pm 5)^\circ\text{C}$;
- étuve réglable à $(52,5 \pm 2,5)^\circ\text{C}$ ou bain thermostatisé réglable à $(52,5 \pm 2,5)^\circ\text{C}$;
- conteneurs d'une capacité de (2 à 10) litres pouvant être fermés hermétiquement;
- récipient de protection éventuellement;
- eau distillée ou déminéralisée.

4. MODE OPERATOIRE

4.1 Nombre d'essais.

Le nombre d'essais constituant la détermination est fixé à trois.

4.2 Echantillonnage.

L'échantillonnage est effectué conformément à la norme NBN EN 932-1 et NBN EN 932-2 de manière à obtenir finalement 3 échantillons réduits de calibre 2/D de granulats secs de masse déterminée (voir tableau 01.11/1).

TABLEAU 01.11/1

Calibre nominal d'essai	Masse d'essai de l'échantillon réduit (3 x)
$d > 2$ et $D \leq 10$	3500 g
$10 < D \leq 25$	7000 g
$25 < D \leq 40$	15000 g
$D > 40$	25000 g

4.3 Préparation de l'échantillon d'analyse.

L'essai est réalisé sur la fraction supérieure à 25 mm.

Sur demande expresse l'essai peut être effectué suivant les tamis de coupure et de mesure repris aux tableaux 01.11/2 et 3.

Les tamisages sont réalisés conformément aux principes énoncés dans la norme NBN EN 932-1.

Pour chacun de ces 3 échantillons, on procède à un lavage à l'eau suivi d'un tamisage sur le tamis dont l'ouverture de mailles est reprise au tableau 01.11/2.

TABLEAU 01.11/2

Calibre nominal d/D	Tamis de coupure (mm)	Tamis de protection (mm)
2/D	2	4
4/D	4	7,1
7/D	7,1	10
10/D	10	14
14/D	14	20
20/D	20	25
25/D	25	31,5
31,5/D	31,5	25
d/D	D	environ 1,4.d

Le passant à l'ouverture de mailles d est éliminé tandis que le refus est séché à $(110 \pm 5)^\circ\text{C}$ à masse constante, puis de nouveau tamisé à sec sur le même tamis que précédemment. Dans ce cas, le tamis de coupure est surmonté d'un tamis de protection dont le rôle est d'éviter la surcharge du tamis de coupure.

Les refus des 2 tamis sont alors rassemblés. L'échantillon ainsi préparé est pesé à 0,1 g près et sa masse (M_1) constitue une prise d'essai de 3,5 à 25 kg suivant le calibre D.

4.4 Mode opératoire.

Chaque prise d'essai est introduite dans un conteneur de capacité appropriée. On ajoute alors de l'eau distillée ou déminéralisée de manière à ce que son niveau soit de 1 cm environ au-dessus de celui de l'échantillon, puis on place les conteneurs dans le récipient de protection à l'intérieur de l'étuve à $(52,5 \pm 2,5)^\circ\text{C}$, ou dans un bain thermostaté à $(52,5 \pm 2,5)^\circ\text{C}$. On ferme hermétiquement les conteneurs pour éviter l'évaporation de l'eau et on les laisse séjourner 14 jours. Passé ce délai, on procède à un nouveau tamisage en utilisant, selon le calibre nominal de départ, le tamis de mesure repris au tableau 01.11/3.

Le passant est éliminé tandis que le refus est séché à $(110 \pm 5)^\circ\text{C}$ jusqu'à masse constante, puis de nouveau tamisé à sec sur le même tamis que précédemment. Le tamis de mesure étant surmonté d'un tamis de protection dont le rôle est d'éviter la surcharge du tamis de mesure. Les refus des deux tamis sont rassemblés et pesés à 0,1 g près (masse M_2).

TABLEAU 01.11/3

Calibre nominal d/D	Tamis de mesure (mm)	Tamis de protection (mm)
2/D	2	4
4/D	4	7,1
7/D	5	7,1
10/D	7,1	10
14/D	10	14
20/D	14	20
25/D	20	25
31,5/D	25	31,5
d/D	0,7.d (le plus proche)	D

5 CALCULS

Le délitement, exprimé en pourcent avec deux décimales est obtenu par la formule:

$$\frac{M_1 - M_2}{M_1} \cdot 100$$

Le résultat est la moyenne de 3 essais exprimé avec une décimale.

6 EXPRESSION DU RÉSULTAT

Le rapport d'essai mentionne tous les résultats (individuels et moyenne) ainsi que les ouvertures des mailles des tamis de coupure et de mesure.

01.12 GONFLEMENT DES SOLS, SABLES, MATIERES D'AGREGATION, GRAVILLONS ET GRAVES

SOMMAIRE

01.12.A - CAS DES SCORIES D'ACIERIES.

PARTIE 1: GRANULATS POUR COUCHES DE FONDATIONS NON LIEES;

PARTIE 2: GRANULATS POUR MELANGES BITUMINEUX;

01.12.B - CAS DES AUTRES MATERIAUX ARTIFICIELS.

01.12.A MODE OPERATOIRE POUR DETERMINATION DE L'AUGMENTATION DE VOLUME DE SCORIES D'ACIERIES UTILISEES COMME GRANULATS.

PARTIE 1 : GRANULATS POUR COUCHES DE FONDATIONS NON LIEES

références de base:

- circulaire AWA/178 – 95/150 – annexe 5 - addendum 1;
- Technische Lieferbedingungen und Richtlinien für die Güteüberwachung von Stahlwerksschlacken im Strassenbau – TL – SWS, Ausgabe 1992. – Ministerialblatt für das Land Nordrhein-Westfalen, No 66, 19 octobre 1992, RdErl. d. Ministerium für Städtenwicklung und Verkehr v. 26.8.1992 – III B 6 – 30-05/199.
- NBN EN 1744-1: Essais pour déterminer les propriétés chimiques des granulats. Partie 1, analyse chimique

1. BUT DE L'ESSAI

Cette méthode d'essai est destinée à mesurer la susceptibilité à la désintégration et au gonflement de scories concassées d'aciéries résultant surtout de l'hydratation tardive de chaux surcuite (chaux libre) et dans certains cas, de l'oxyde de magnésium libre.

Cet essai est réalisé sur la fraction inférieure à 25 mm.

Note: Les scories de fours électriques, plus communément appelées scories E.A.F., font partie, au même titre que les laitiers de hauts fourneaux ou les scories de convertisseurs L.D., de la gamme des co-produits générés par la sidérurgie lors de la fabrication de l'acier. Elles proviennent de la gangue lors de la fusion des ferrailles prétraitées et dans certains cas de fonte, dans le four électrique à arc.

Lorsque la teneur en MgO total, mesuré suivant la norme NBN EN 196-2 est supérieure à 5 %, la durée des essais de gonflement est portée à 7 jours.

2. PRINCIPE DE LA METHODE

Un échantillon compacté de scories, composé à partir de fractions granulométriques définies, est soumis à un courant de vapeur à 100° C, dans un bain de vapeur à pression atmosphérique. De cette manière, l'humidité nécessaire pour favoriser les réactions d'hydratation est fournie en continu à l'échantillon. Tout changement de volume suite à ces réactions peut être lu sur le cadran d'un comparateur installé au centre de la face supérieure de l'échantillon. Le résultat donné est l'augmentation de volume, calculée en % par rapport au volume original de l'échantillon compacté de scories.

3. APPAREILLAGE ET MOYENS NECESSAIRES

3.1. Unité d'étuvage avec cylindre d'essai muni d'un comparateur à cadran couvrant un domaine de mesure (10 mm) avec une précision de 0,01 mm ou système équivalent.

L'équipement d'étuvage comporte deux chambres dans lesquelles de l'eau est portée à ébullition, en cours d'essai, par des éléments chauffants. La puissance maximale de

chauffe des éléments est de 2 kW. Au-dessus de la chambre de chauffe se place l'échantillon de scories compacté, dans un cylindre muni d'un fond percé de trous de \varnothing 3 mm (cylindre de 210 mm de diamètre et de 100 mm de hauteur). La vapeur s'élevant lors du chauffage peut ainsi se propager régulièrement au travers de l'échantillon. Pour éviter une condensation à la paroi interne du cylindre par perte de chaleur, le cylindre est chauffé à $(120 \pm 5)^\circ\text{C}$ à l'aide d'un manteau chauffant circulaire adapté sur la paroi extérieure (puissance de 250 W). L'appareil est muni d'un dispositif permettant une remise à niveau automatique. L'appareil est représenté schématiquement aux figures 01.12A/1 et 2 qui contiennent des détails complémentaires de construction.

Le cylindre est équipé d'un couvercle constitué par une plaque métallique percée de trous de \varnothing 3 mm, rendue rigide au moyen d'un croisillon de lestage comportant un réceptacle central pour le pied du comparateur.

3.2. Masse de lestage d'un diamètre extérieur inférieur à 210 mm (par exemple 180 mm), muni d'une cavité centrale (diamètre de 10 mm) permettant le positionnement de la tige du comparateur d'une masse telle que l'ensemble "poids de lestage + grille équipée du croisillon de lestage" pèse $6,00 \pm 0,02$ kg.

3.3. Tamis avec ouvertures de mailles de 0,5 mm, 2,0 mm et tamis avec ouvertures carrées de 5,6 mm, 8,0 mm, 11,2 mm, 16,0 mm et 22,4 mm.

3.4. Perles (billes) de verre de 5 mm de diamètre.

3.5. Papier filtre de 240 mm de diamètre.

3.6. Table vibrante à fréquence d'environ 50 Hz et avec une amplitude de 3 mm.

3.7. Tige de sondage graduée en mm, avec une échelle totale de 200 mm.

3.8. Etuve travaillant jusqu'au moins 120°C .

3.9. Balance de 10 kg avec précision de 0,2 g.

3.10. Eau distillée.

3.11. Acide chlorhydrique dilué.

3.12. Huile de silicone.

4. ECHANTILLONNAGE

L'échantillon est prélevé conformément aux modes opératoires prescrits dans la norme NBN EN 932-1.

5. PRÉPARATION ET COMPACTAGE DES ÉCHANTILLONS D'ANALYSE

L'échantillon prélevé est séché immédiatement au laboratoire à $(110 \pm 5)^\circ\text{C}$ jusqu'à masse constante.

Il est fait usage d'échantillons d'analyse 0/22 mm de mélanges minéraux secs de scories, combinés suivant la parabole de Fuller. Les proportions en masse des différentes fractions granulométriques sont données au tableau 1.

Fraction granulométrique	% en masse
0/0,5	15
0,5/2	15
2/5,6	19
5,6/8	10
8/11,2	11
11,2/16	15
16/22,4	15
TOTAL 0/22	100

Tableau 1: Proportions en masse des différentes fractions granulométriques

Les différentes fractions sont préparées par tamisage à partir de l'échantillon séché.

Dans le cas où l'échantillon à tester est d'un calibre d/D avec $d \geq 0$ mm, la préparation de fractions inférieures à 2 mm en quantité suffisante peut ne pas être obtenue; dans ce cas, il est convenu d'ajuster à 30 % (sur base volumique) la teneur en granulats inférieurs à 2 mm de chaque prélèvement particulier en lui incorporant du sable silicieux naturel sec de granulométrie 0/0,5. Comme indiqué plus loin, on cherche à obtenir un échantillon présentant, après compactage, un pourcentage de vide de 20 à 30 % en volume. Pour les calculs, il est tenu compte des masses volumiques moyennes des matériaux, à savoir $2,65 \text{ g/cm}^3$ pour le sable et $3,5 \text{ g/cm}^3$ pour les scories, sauf si les valeurs réelles sont connues au 1: Proportions en masse des différentes fractions granulométriques.

Les différentes fractions sont préparées par tamisage à partir de l'échantillon séché.

Dans le cas où l'échantillon à tester est d'un calibre d/D avec $d \geq 0$ mm, la préparation de fractions inférieures à 2 mm en quantité suffisante peut ne pas être obtenue; dans ce cas, il est convenu d'ajuster à 30 % (sur base volumique) la teneur en granulats inférieurs à 2 mm de chaque prélèvement particulier en lui incorporant du sable silicieux naturel sec de granulométrie 0/0,5. Comme indiqué plus loin, on cherche à obtenir un échantillon présentant, après compactage, un pourcentage de vide de 20 à 30 % en volume. Pour les calculs, il est tenu compte des masses volumiques moyennes des matériaux, à savoir $2,65 \text{ g/cm}^3$ pour le sable et $3,5 \text{ g/cm}^3$ pour les scories, sauf si les valeurs réelles sont connues.

La quantité de sable nécessaire pour chaque échantillon particulier se calcule comme exposé ci-après, en tenant compte de la quantité de granulats < 2 mm disponible par prélèvement (M_c). M_c est la masse totale des fractions 0/0,5 et 0,5/2 obtenues lors du tamisage divisée par le nombre d'échantillons nécessaires, y compris celui pour la détermination de la masse volumique absolue.

- Masse d'un échantillon: 4500 g (100 % scories).
- Masse totale nécessaire de granulats < 2 mm selon le tableau 1 (= 30 % de 4500 g): 1350 g
- Masse disponible de granulats < 2 mm: M_c
- Masse de sable naturel à ajouter (M_s): $M_s = ((1350 - M_c) \cdot 2,65) / 3,5$ (g)
- Masse de l'échantillon avec sable: $M_{cs} = 3150 + M_c + M_s$

La réduction de l'échantillon est exécutée conformément aux modes opératoires prescrits dans la norme NBN EN 932-2.

L'expansion est déterminée sur au moins deux échantillons prélevés séparément. Chaque échantillon est recombéné séparément conformément à la distribution granulométrique mentionnée ci-dessus. La quantité de matériau requise pour chaque prélèvement particulier est de 4,5 kg (100 % scories ou de M_c (scories + sable)). En complément, un échantillon identique est constitué pour déterminer la masse volumique absolue (CME 01.08).

Couvrir la base perforée du cylindre d'essai par un papier filtre rond (mat) et à l'aide d'une pelle de laboratoire, transférer l'échantillon préparé dans le cylindre (voir 3.1.) La quantité de sable nécessaire pour chaque échantillon particulier se calcule comme exposé ci-après, en tenant compte de la quantité de granulats < 2 mm disponible par prélèvement (M_c). M_c est la masse totale des fractions 0/0,5 et 0,5/2 obtenues lors du tamisage divisée par le nombre d'échantillons nécessaires, y compris celui pour la détermination de la masse volumique absolue.

- Masse d'un échantillon: 4500 g (100 % scories).
- Masse totale nécessaire de granulats < 2 mm selon le tableau 1 (= 30 % de 4500 g): 1350 g
- Masse disponible de granulats < 2 mm: M_c
- Masse de sable naturel à ajouter (M_s): $M_s = ((1350 - M_c) \cdot 2,65) / 3,5$ (g)
- Masse de l'échantillon avec sable: $M_{cs} = 3150 + M_c + M_s$

La réduction de l'échantillon est exécutée conformément aux modes opératoires prescrits dans la norme NBN EN 932-2.

L'expansion est déterminée sur au moins deux échantillons prélevés séparément. Chaque échantillon est recombéné séparément conformément à la distribution granulométrique mentionnée ci-dessus. La quantité de matériau requise pour chaque prélèvement particulier est de 4,5 kg (100 % scories ou de M_c (scories + sable)). En complément, un échantillon identique est constitué pour déterminer la masse volumique absolue (CME 01.08).

Couvrir la base perforée du cylindre d'essai par un papier filtre rond (mat) et à l'aide d'une pelle de laboratoire, transférer l'échantillon préparé dans le cylindre (voir 3.1.) illustré à la figure 01.12A/1. Compacter ensuite dynamiquement l'échantillon sec sur la table vibrante (voir 3.6.) pendant 6 min à une fréquence de 50 Hz (amplitude 3 mm) et sous une charge statique de 0,035 kPa (produite par exemple par une pression d'huile).

Sous ces conditions d'essai, il subsiste dans le mélange un volume de vides de 20 à 30 % en volume, proche des conditions de la pratique.

Après compactage, déterminer le volume V_s de l'échantillon de scories qui est la différence entre le volume V_c du cylindre et le volume V_a de l'air entre la surface de l'échantillon de scories et le bord supérieur du cylindre. V_c et V_a sont calculés d'après les mesures effectuées au moyen de la tige de sondage (voir 3.7.); on calcule la moyenne des lectures effectuées en cinq points de mesure, l'un au centre et les quatre autres à (50-55) mm du bord sur deux diamètres se croisant à angle droit. Couvrir enfin la surface du mélange de scories à l'aide d'un filtre rond (mat) et ensuite avec une couche de perles de verre (voir 3.4.).

La masse totale de la couche de billes est de 1,5 kg. Les billes de verre sont distribuées régulièrement à l'intérieur du cylindre d'essai de manière à constituer une surface plane. Afin de réduire le frottement entre chaque bille de verre, les lubrifier avant l'essai au moyen d'huile de silicone; pour une masse de 1,5 kg de billes, 1,5 g d'huile de silicone suffit.

Il faut renouveler la lubrification des billes de verre après chaque essai à la vapeur. Etant donné que de la chaux se dépose sur les billes de verre en cours d'essai, il est en outre nécessaire d'éliminer cette chaux, au minimum après quatre essais à la vapeur, à l'aide d'acide chlorhydrique dilué.

6. MODE OPÉRATOIRE DE L'ESSAI À LA VAPEUR

Lorsque la prise d'essai de scories a été recouverte de la couche de billes de verre, fixer le cylindre d'essai au générateur de vapeur et ajuster le manteau chauffant à la paroi externe du cylindre d'essai. Déposer alors la plaque perforée équipée du croisillon et la masse de lestage (voir 3.2.) sur la couche de billes. Fixer le comparateur, qui enregistre la levée de la surface de l'échantillon, à un statif rigide sur le générateur de vapeur. Après avoir enclenché le manteau chauffant et le générateur de vapeur, l'échantillon de scories se réchauffe, ce qui entraîne une expansion thermique. Afin de ne pas tenir compte des déformations dues à cette expansion thermique, ne mettre le comparateur à zéro qu'au moment où la vapeur commence à se dégager.

La durée totale de l'essai à la vapeur est de 24 h¹. A la fin de cette période, le soulèvement de la surface de l'échantillon d'essai est lu et calculé en % en volume par rapport au volume original (voir § 7).

La capacité du réservoir à eau du générateur de vapeur est d'une dimension permettant d'effectuer un essai à la vapeur pendant une période de 24 h.

Dans de nombreux cas, il est utile d'enregistrer la progression de l'augmentation de volume en fonction du temps. Comme c'est au début de l'essai à la vapeur que le gonflement se produit de la manière la plus marquée, il est recommandé d'effectuer les lectures à des intervalles de 15 min. Après 4 heures, l'intervalle peut être étendu à 60 min². Si l'augmentation de volume est suivie en fonction du temps, une interprétation détaillée des résultats d'essai est possible sur base des diagrammes enregistrés (cadence de gonflement en début d'essai, approche asymptotique d'une valeur limite en fin d'essai).

7. CALCULS

Le volume V_s de l'échantillon de scories est calculé avant l'étuvage à partir de l'équation suivante:

$$V_s = V_c - V_a$$

V_s est le volume de la prise d'essai de scories après compactage dans le cylindre d'essai, en centimètres cubes;

V_c est le volume du cylindre, en centimètres cubes;

V_a est le volume d'air entre la surface de l'échantillon de scories et le bord supérieur du cylindre, en centimètres cubes.

V_c et V_a sont calculés à partir de mesures de hauteur à la sonde et du diamètre (21 cm) du cylindre.

¹ La durée totale de l'essai à la vapeur est toutefois de 7 jours pour les scories de fours électriques dont la teneur en MgO total est supérieure à 5 %.

² Pour les scories E.A.F. dont la teneur en MgO total est > à 5 %, il est recommandé d'effectuer les lectures à des intervalles de 30 min. Après 8 heures, l'intervalle peut être étendu à 120 min. Après 48 heures, on procède à 2 lectures par jour.

Après compactage, la masse volumique apparente et le pourcentage de vides du mélange compacté sont déterminés comme suit:

$$\rho_M = \frac{W}{V_S}$$

$$V_M = \left(1 - \frac{\rho_M}{\rho}\right) \cdot 100$$

où:

ρ_M est la masse volumique apparente du mélange compacté, en grammes par centimètre cube;

W est la masse du mélange compacté, en grammes;

V_M est le pourcentage de vide du mélange compacté, en volume %;

ρ est la masse volumique absolue du mélange 0/22, en g/cm³ (CME 01.08).

Après l'essai, calculer l'expansion en volume (%) d'après la déformation de l'échantillon lue au comparateur et le diamètre interne (21 cm) du cylindre d'essai, au moyen de l'équation suivante :

$$V = \frac{\pi \times h \times d^2}{4 \times V_S} \cdot 100$$

où:

V est l'expansion (en % en volume)

h est la déformation de l'échantillon après essai à la vapeur, en centimètres;

d est le diamètre intérieur (21 cm) du cylindre d'essai.

Lorsqu'un ajustement au moyen de sable a été nécessaire il faut rapporter l'expansion à la fraction volumique de scories réellement testée.

8. EXPRESSION DES RÉSULTATS

La moyenne arithmétique de l'expansion en volume, de deux prises d'essai est arrondie à 0,1 % près.

9. RAPPORT D'ESSAI

Le rapport d'essai doit contenir:

- le nom du producteur de la scorie;
- la durée du vieillissement;
- le calibre nominal du matériau fourni;
- l'ajout éventuel de sable pour la constitution des mélanges 0/22 testés: la masse Ms est mentionnée;
- la masse volumique absolue du mélange 0/22;
- la masse volumique apparente du mélange 0/22 compacté;
- le pourcentage de vide;
- l'expansion volumique après 24 h, arrondie à 0,1 %, avec l'enregistrement graphique s'il a été relevé (l'expansion volumique après 7 jours, lorsque la teneur en MgO est > à 5 %).

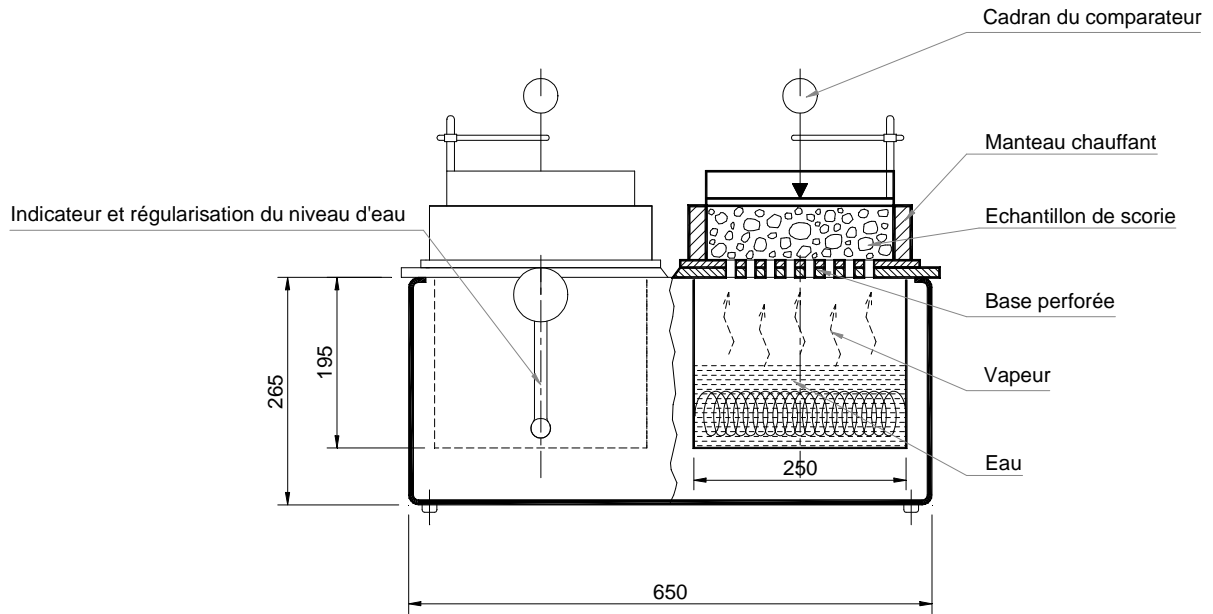


Fig. 01.12/A1

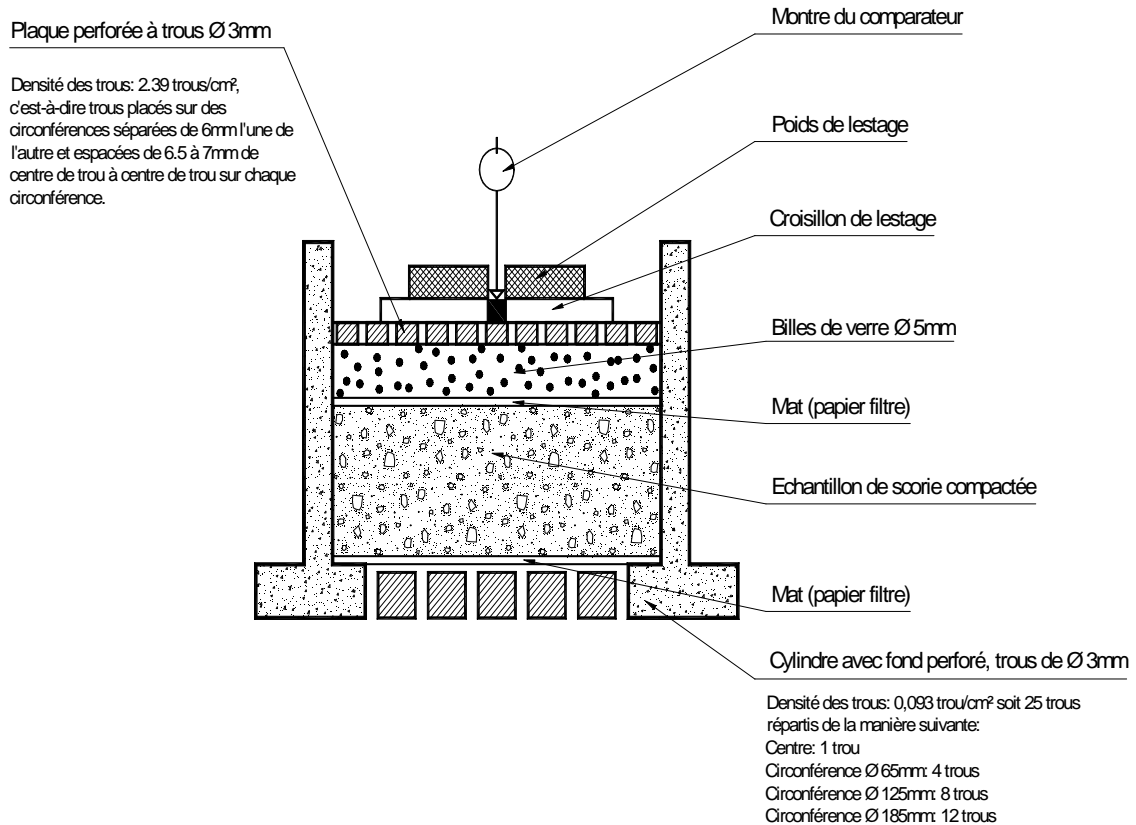


Fig. 01.12/A2

PARTIE 2 : GRANULATS POUR MELANGE BITUMINEUX

(Références de base :

- Circulaire AWA/178-95/150 – Annexe 5,
- Technische Lieferbedingungen und Richtlinien für die Güteüberwachung von Stahlwerksschlacken im Strassenbau – TL – SWS – StB, Ausgabe 1992. – Ministerialblatt für das Land Nordrhein-Westfalen, No 66, 19 octobre 1992, RdErl.d. Ministeriums für Stadtentwicklung und Verkehr v. 26.08.1992 – III B 6 – 30-05/199).

1. BUT DE L'ESSAI

Cet essai sert à estimer la stabilité volumique de scories d'aciérie utilisées pour la confection de revêtements bitumineux. La susceptibilité à former des gonflements locaux par la réaction de la chaux libre ou de la magnésie libre avec l'humidité est estimée au moyen d'une mesure directe et continue de la dilatation volumique.

Cette méthode est applicable pour un mélange dont la partie minérale (filler exclu) est constituée de scories.

2. PRINCIPE DE LA MÉTHODE

Les éprouvettes type MARSHALL, fabriquées suivant le CME 54.16, d'une composition définie sont saturées d'eau sous vide et ensuite placées et maintenues à 40°C dans une cellule d'essai dans des conditions telles que l'humidité nécessaire à une réaction soit continuellement disponible. L'éprouvette est enrobée d'un mélange de vaseline et de paraffine. Cette éprouvette est surmontée d'un dispositif de mesure de variation de volume utilisant une colonne graduée contenant de l'eau distillée comme liquide de mesure.

Toute variation de volume de la scorie générée par la réaction de la chaux libre est transmise au liquide de mesure et peut être lue directement en cm³ sur la colonne graduée. Le résultat de l'essai est la variation de volume exprimée en % volumique par rapport au volume initial de l'éprouvette MARSHALL.

3. APPAREILLAGE ET MATIÈRES UTILISÉES

3.1. Cellule d'essai cylindrique en laiton munie d'une plaque de fond perforée, d'un couvercle pouvant être vissé et d'une colonne en verre graduée en ml montée de manière étanche (fig. 01.12A partie 2/1, qui comporte des informations techniques complémentaires).

3.2. Bain d'eau dont le fond est équipé d'une grille-support. Une régulation permet de maintenir les cellules d'essais à une température de (40 ± 1)°C (profondeur minimum du bain d'eau: 16 cm).

3.3. Soucoupe à fond plat d'un diamètre utile d'au moins 15 cm et d'une profondeur de 3 cm.

3.4. Papier-filtre de Ø 10 cm.

3.5. Mélange de 80 % de vaseline à point de fusion de 25°C et de 20 % de paraffine (en masse).

3.6. Bitume 70-100 (B80).

3.7. Filler calcaire.

3.8. Eau distillée.

3.9. Produit d'étanchéité résistant à l'eau à 40° C (par exemple, colle au silicone, pour aquarium).

3.10. Huile à haute viscosité.

4. CONFECTION DES ÉPROUVETTES

Des éprouvettes «Marshall» sont confectionnées conformément aux prescriptions du CME 54.16 en respectant la composition suivante :

• liant bitumineux: bitume 70-100 (B80)	13,0 % -v
• partie minérale: mélange de scories et de filler calcaire	81,5 % -v
• pourcentage de vide dans l'éprouvette (par calcul) :	5,5 % -v

total:	100,0 % -v

En fonction de la granularité des mélanges prévus sur chantier, la partie minérale est composée comme indiqué au tableau 01.12/1:

FRACTION GRANULOMETRIQUE	MELANGE 0 / 11,2	MELANGE 0 / 22
Filler calcaire	5	6
Scorie - 0,063 - 0,25	12	12
Scorie - 0,25 - 1,00	15	15
Scorie - 1,00 - 2,00	8	9
Scorie - 2,00 - 5,6	20	17
Scorie - 5,6 - 8,0	15	9
Scorie - 8,0 - 11,2	25	9
Scorie- 11,2 - 16,0	/	11
Scorie - 16 - 22	/	12
TOTAL (%)	100	100

Tableau 01.12/1 : Composition de la partie minérale (% en masse)

Le pourcentage de liant bitumineux exprimé en masse se calcule en tenant compte, d'une part, de la masse volumique et du volume de liant de l'éprouvette et, d'autre part, de la masse volumique et du pourcentage de vide fictif de la partie minérale de l'éprouvette obtenus par l'équation suivante :

$$B = \frac{100 \cdot B_V \cdot \rho_B}{\rho_{R,M}(100 - H_{M,bit}) + B_V \cdot \rho_B} \quad (\% \text{ en masse}) \quad (1)$$

où:

B = teneur en liant en % en masse;

B_V = teneur en liant en % volumique;

ρ_B = masse volumique du liant en g/cm³;

ρ_{R,M} = masse volumique apparente de la partie minérale;

H_{M, bit} = pourcentage de vide fictif de la partie minérale dans l'éprouvette.

Pour le calcul de la teneur en bitume selon l'équation (1), les valeurs suivantes peuvent être utilisées:

$B_V = 13,0$ % en volume;
 $\rho_B = 1,025$ g/cm³;
 $H_{M, bit} = 18,5$ % en volume.

De cette manière, l'équation (1) se simplifie en:

$$B = \frac{16,3}{\rho_{R,M} + 0,163} (\% \text{ en masse})$$

En appliquant un compactage conforme aux prescriptions et en utilisant un mélange hydrocarboné respectant la composition donnée ci-dessus, on obtient des éprouvettes Marshall comportant un pourcentage de vides de (5 à 6) %.

Le gonflement volumique doit être déterminé sur au moins 2 éprouvettes de chacun des deux mélanges comportant les pourcentages de liant suivant:

- a) Essai avec la teneur en liant calculée selon la méthode indiquée ci-dessus.
- b) Essai avec une teneur en liant calculée selon la méthode indiquée ci-dessus, et réduite de 0,5 % en masse de liant. Cet essai supplémentaire est demandé afin de pouvoir estimer l'influence sur le gonflement d'une erreur au niveau du dosage du liant.

5. MODE OPÉRATOIRE

Les éprouvettes Marshall sont tout d'abord saturées d'eau sous vide. Ceci permet de déterminer:

ρ_A masse volumique apparente;
 W_V absorption d'eau.

Ensuite, les éprouvettes sont positionnées dans le dispositif d'essai (fig. 01.12A partie 2/2) en utilisant une pince de laboratoire adéquate. La base des éprouvettes repose sur le fond perforé du dispositif d'essai sur lequel on a d'abord déposé un papier filtre. Ce dispositif est ensuite placé dans une soucoupe à fond plat, elle-même remplie d'eau de manière à ce que le fond perforé et le papier filtre soient tout juste recouverts par l'eau.

Il y a lieu de vérifier que d'éventuels rebords provenant de la confection des éprouvettes Marshall soient enlevés (grattés au couteau ou à la lime) et que l'éprouvette présente deux faces parfaitement planes et parallèles.

L'échantillon bien centré est ensuite enrobé d'un mélange vaseline-paraffine liquéfié par chauffage à $(60 \pm 2)^\circ\text{C}$. Le niveau de recouvrement de l'éprouvette par cette paraffine est de (15 à 20) mm.

Après refroidissement et maintien de (10 à 30) minutes à température ambiante, le dispositif d'essai est rempli d'eau distillée désaérée jusqu'au niveau de la partie supérieure du filet de vissage du couvercle en laiton; celui-ci est ensuite vissé de manière étanche. Ensuite, toutes les bulles d'air sont évacuées, au moyen de la vanne de désaération du dispositif d'essai, de la cloche en verre et du tube gradué placés en même temps que le couvercle (fig. 01.12 partie 2/2).

Le dispositif d'essai préparé ainsi est placé avec la soucoupe sur une grille dans un bain d'eau régulé à $(40 \pm 1)^\circ\text{C}$ en maintenant continuellement la soucoupe jusqu'au positionnement sur la grille et puis la soucoupe d'essai est retirée de manière à ce que le

fond perforé du dispositif d'essai soit en permanence immergé dans sa totalité (il faut éviter l'entrée d'air dans le fond perforé). La hauteur du niveau d'eau du bac de maintien à 40 °C doit être ajustée de manière à atteindre le bas de l'échelle de mesure située sur le tube gradué. Ce niveau doit être maintenu durant toute la durée de l'essai (éventuellement par une régulation de niveau d'eau).

Le niveau d'eau dans le tube de mesure est tout d'abord réglé approximativement à environ 2 ml au-dessus du niveau de référence. Ensuite, après 2 heures de stabilisation en température à 40 °C, le zéro est réglé correctement au moyen de la vanne. Pour éviter l'évaporation de l'eau dans le tube de mesure, le ménisque est recouvert d'un mince film d'huile à haute viscosité.

La hauteur du niveau d'eau dans le tube de mesure est lue à heure fixe après 1, 3, 7, 14 et 28 jours, et arrondie à 0,1 ml.

6. EXPRESSION DES RÉSULTATS

Le gonflement de l'éprouvette est mesuré par l'intermédiaire de la variation du niveau d'eau dans le tube. La mesure exprimée en ml est l'expression chiffrée de ce gonflement V en cm^3 , il est exprimé en %, ramené au volume de départ de l'échantillon.

Le résultat de l'essai est la moyenne arithmétique du gonflement des 2 éprouvettes après 28 jours à 40 °C, arrondie au 0,1 % en volume.

Afin de pouvoir éventuellement extrapoler le comportement de l'éprouvette sur une durée supérieure, il est utile d'enregistrer les mesures et de les porter en diagramme.

7. RAPPORT D'ESSAI

Le rapport d'essai doit comporter :

- des données relatives au prélèvement, l'origine et la nature de la scorie d'aciérie contrôlée;
- la teneur en chaux libre de la scorie (% en masse);
- la durée du vieillissement;
- le calibre du mélange (0/11, 2 ou 0/22);
- l'absorption d'eau W_V des éprouvettes en % volumique;
- la masse volumique apparente (ρ_A);
- le pourcentage de vides H_{bit} des éprouvettes en % volumique;
- la durée de l'essai;
- le gonflement (valeurs individuelles des éprouvettes et moyenne arithmétique sur l'échantillon) en % volumique, avec éventuellement une représentation graphique des résultats.

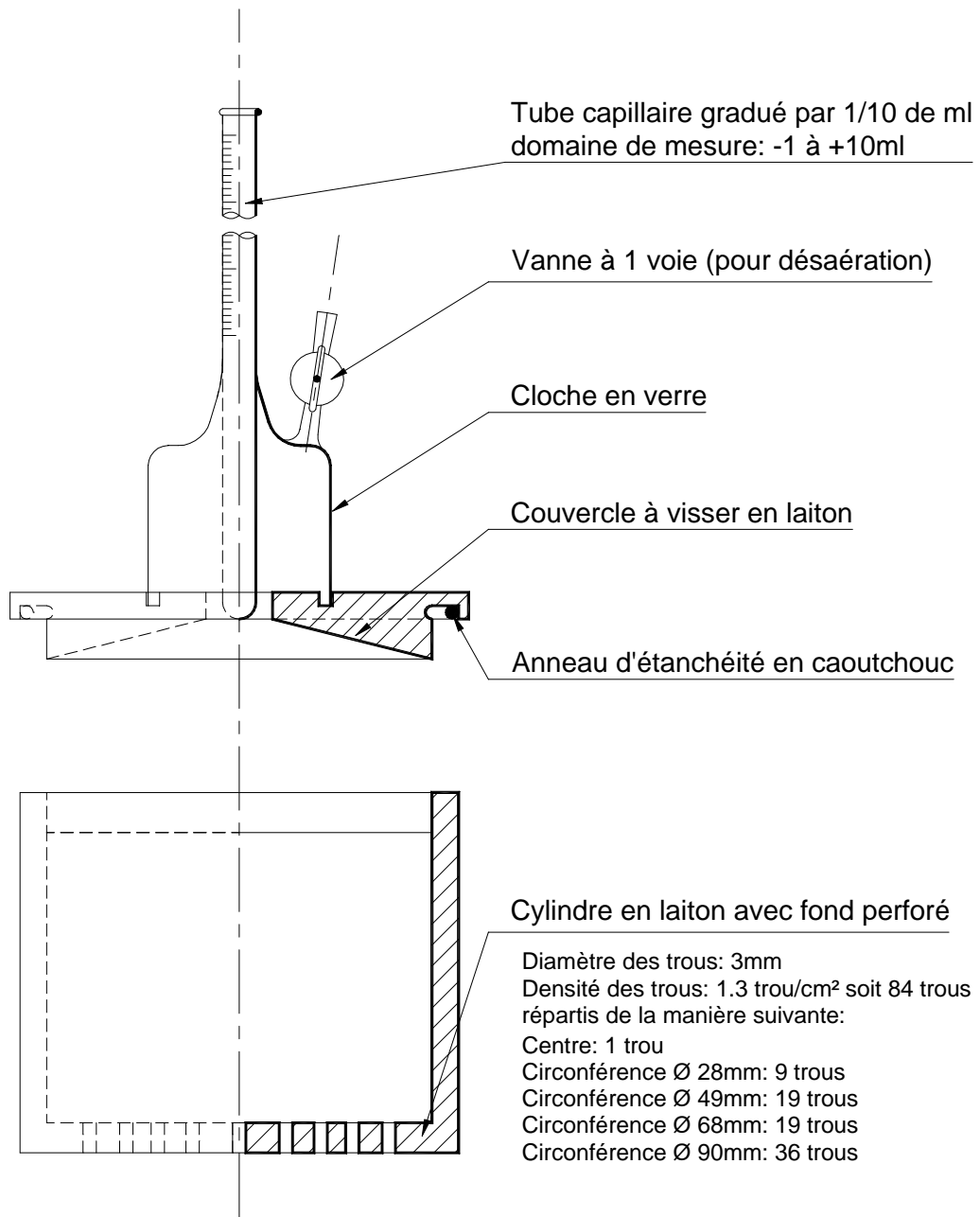


FIG. 01.12A - PARTIE 2/1 - DISPOSITIF DE GONFLEMENT SUR EPROUVETTES MARSHALL

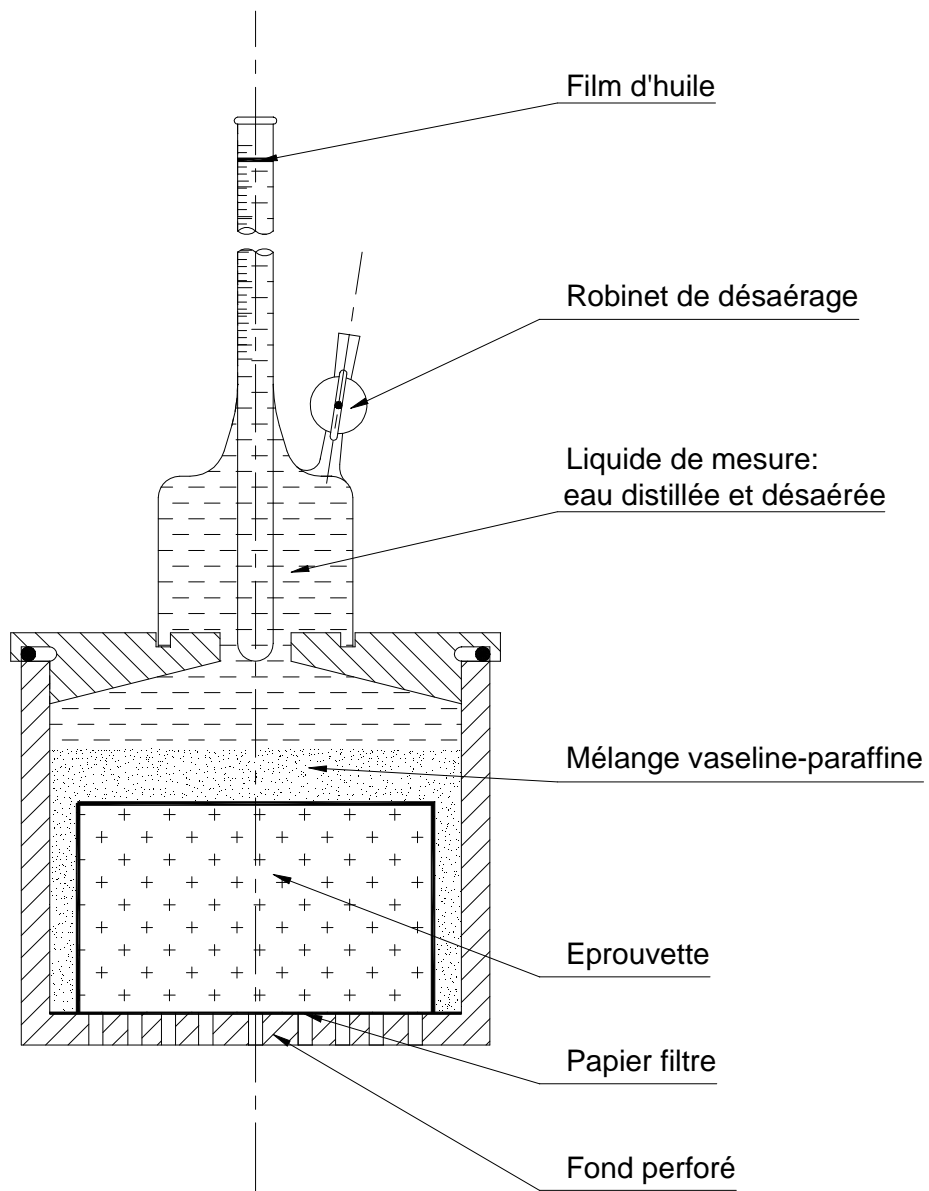


FIG 01.12A- PARTIE 2/2 SCHEMA DU DISPOSITIF AVEC EPROUVETTE "MARSHALL" PLACEE A L' INTERIEUR

01.12.B. ESSAI DE GONFLEMENT POUR LES AUTRES MATERIAUX ARTIFICIELS.

Référence de base: Méthode de mesure C.R.R. M.F. 67/93 : "Mode opératoire pour l'évaluation de la stabilité dimensionnelle des scories LD et de matériaux similaires: -1) Essai de gonflement accéléré"

1. BUT DE L'ESSAI

Evaluer le potentiel de gonflement des matériaux artificiels et de réemplois autres que les scories LD et EAF.

2. PRINCIPE DE LA MÉTHODE

On mesure la dilatation linéaire, en fonction du temps et sous immersion dans l'eau, à une température de $(50 \pm 1)^\circ\text{C}$ d'une éprouvette cylindrique réalisée à partir de l'échantillon de matériaux à examiner. Si nécessaire, la teneur de la fraction inférieure à 2 mm est ajustée au moyen de sable siliceux naturel.

3. APPAREILLAGE ET PRODUITS

- Tamis à ouverture de mailles de (2 à 25) mm;
- Malaxeur pour matériaux de capacité au moins 10 kg;
- Gaine en plastique rigide (fig. 01.12B/1) fabriquée à partir d'un tuyau PVC à usage sanitaire :
 - diamètre extérieur: (100 - 101) mm;
 - hauteur $(120 \pm 0,2)$ mm;
 - épaisseur de la paroi: $(1,9 \pm 0,2)$ mm
- Disque de fond en plastique rigide de $(95 \pm 0,5)$ mm de diamètre et 10 mm d'épaisseur avec une petite rainure latérale pour faciliter son extraction;
- Moule Proctor Standard :
 - diamètre intérieur: 101,6 mm
 - hauteur: 117 mm
- Dame de compactage Proctor Standard :
 - diamètre: 50,5 mm
 - masse: 2,5 kg
 - hauteur de chute: 305 mm;
- Lame rigide à bord tranchant pour l'arasage;
- Petite dame d'un diamètre de (45 ± 5) mm (on peut par exemple utiliser un cylindre métallique de ce diamètre et d'une hauteur d'environ 100 mm);

Note: Les moules PROCTOR modifiés peuvent également convenir; dans ce cas, il faut adapter les dimensions des gaines et disques en plastique rigide et la dame de compactage.

- Enceinte cylindrique en plexiglas fermée par un couvercle permettant le passage de la tige d'un comparateur et le remplissage de ce réservoir selon le schéma de montage présenté à la fig. 01.12 B/1. Toute autre enceinte qui permet de reproduire assez fidèlement cette disposition peut convenir (par exemple bécot sans bec verseur). Les trois conditions suivantes sont cependant à respecter: un fond plan, un espace réduit entre l'éprouvette et la paroi de l'enceinte (1,5 cm maximum) et une assez bonne étanchéité au niveau du couvercle ;

Note: L'enceinte cylindrique en plexiglas n'est pas nécessaire si l'on plonge les éprouvettes directement dans un bain thermostaté (sans agitation).

- Disque en plastique rigide de (105 ± 1) mm de diamètre et 10 mm d'épaisseur (plaque de support); disque en plexiglas de (105 ± 1) mm de diamètre et d'environ 5 mm d'épaisseur (plaque de niveau);
- Comparateur avec précision de lecture au 0,01 mm;
- Dispositif de fixation du comparateur;
- Balance de 10 kg de capacité, sensibilité 0,1 g;
- Balance de 2 kg de capacité, sensibilité 0,01 g;
- Etuves réglables à $(110 \pm 5)^\circ\text{C}$ et à $(50 \pm 1)^\circ\text{C}$ ou/et bain thermostatisé réglable à $(50 \pm 1)^\circ\text{C}$;
- Eau distillée ou déminéralisée;
- Sable silicieux naturel sec de granularité 0/0,5 mm et de masse volumique d'environ $2,65 \text{ g/cm}^3$ (ou valeur déterminée).

4. MODE OPÉRATOIRE

4.1. Nombre d'essais.

Le nombre d'essais est fixé à deux.

4.2. Préparation de l'échantillon.

1. L'échantillon de matériaux à analyser est pesé (masse P_1) puis tamisé sur le tamis à ouverture de maille de 25 mm. Le passant est ensuite homogénéisé. la quantité recueillie constitue l'échantillon d'essai et elle ne peut pas être inférieure à 8 kg. Le refus éventuel est pesé (masse P_2). Dans le cas où il dépasse 10 %, sa stabilité volumique est jugée au moyen de l'essai de délitement décrit au CME 01.11
2. On en prélève ensuite environ 2000 g, pesés exactement à 0,1 g près (masse P_3), sur laquelle on détermine:

a) la teneur en eau par séchage à $(110 \pm 5)^\circ\text{C}$ jusqu'à masse constante (masse P_4) à 0,1 g près:

$$W_o (\%) = \left(\frac{P_3 - P_4}{P_4} \right) \cdot 100$$

b) la fraction inférieure à 2 mm par tamisage de l'échantillon séché (masse P_5 à 0,1 g près).

La teneur de la fraction inférieure à 2 mm, T_s est calculée par la formule:

$$T_s (\%) = \frac{P_5}{P_4} \cdot 100$$

Si la teneur T_s obtenue est supérieure ou égale à 25 % et que W_o est supérieur à 4 %, on peut poursuivre les opérations de confection des éprouvettes en utilisant le solde de l'échantillon d'essai.

Si la teneur en eau W_o est inférieure à 4 %, il faut l'amener à (5 ± 1) % par adjonction d'eau (cas n° 1, voir § suivant).

Dans le cas où T_s est inférieur à 25 % (cas n° 2, voir § suivant), il faut ajuster à 30 % (sur base volumique) la teneur de la fraction inférieure à 2 mm de l'échantillon d'essai en lui incorporant du sable naturel sec de composition granulométrique 0/0,5 (T_c %) et en tenant compte des masses volumiques mesurées des matériaux, à savoir ρ_s (g/cm^3) pour le sable et ρ_m (g/cm^3) pour les matériaux soumis à l'essai.

La teneur en masse du sable à ajouter est:

$$T_c = \frac{(30 - T_s) \rho_s}{\rho_m}$$

4.3. Préparation du mélange à compacter.

Lorsque T_s est $\geq 25 \%$ et $W_o > 4 \%$, on peut passer directement à la confection des éprouvettes.

Sinon:

Cas n° 1 ($W_o < 4 \%$)

On prélève au gramme près une masse de $5000 \cdot (1 + W_o/100)$ g de l'échantillon d'essai que l'on introduit dans le malaxeur et on lui incorpore $(250 - (W_o \cdot 50))$ g d'eau distillée ou déminéralisée. On mélange et on poursuit les opérations de confection des éprouvettes à partir de ce mélange.

Cas n°2 ($T_s < 25\%$)

On prélève au gramme près une masse de 5.000 g de l'échantillon d'essai. La quantité de sable sec à ajouter est calculée, en gramme, comme suit :

$$P_s (g) = \frac{T_c \cdot 5000}{70 \cdot (1 + W_o / 100)}^3$$

La quantité d'eau à incorporer éventuellement est déduite de la formule:

$$P_e (g) = 0,05 \cdot P_s + \left(\frac{5250}{(1 + W_o / 100)} - 5000 \right)^4$$

Le second terme (obtenu après simplification) représente la quantité d'eau qu'il faut ajouter à la prise de 5000 g de matériaux humide pour l'amener à $W = 5 \%$

Le mélange ainsi constitué est homogénéisé au malaxeur. On poursuit les opérations de confection des éprouvettes à partir de ce mélange.

4.4. Compactage Proctor Standard.

On effectue alors les pesées suivantes, à 0,1 g près:

- Le moule vide, contenant la gaine rigide en plastique (masse M_1)
- Le moule vide, contenant la gaine rigide en plastique ainsi que le disque de fond en plastique (masse M_2).

Le compactage se fait en 3 couches successives d'environ 3,5 cm d'épaisseur (correspondant chacune à environ 600 g de mélange), compactées chacune à raison de 25 coups de dame.

Les coups de dame doivent être bien répartis sur toute la surface de la couche de façon à obtenir un compactage aussi uniforme que possible.

³ Le chiffre 70 représente le pourcentage volumique final de la fraction "pierres" dans le mélange à réaliser. Cette fraction est constituée entièrement par les éléments supérieurs à 2 mm de l'échantillon d'essai.

⁴ $0,05 \cdot P_s$ est la quantité d'eau nécessaire pour amener le sable sec à $W = 5 \%$.

Le compactage est réalisé de manière à laisser un espace vide d'environ 1 cm dans le haut de la gaine en plastique.

On pèse le moule contenant le matériau compacté (masse M_3) à 0,1 g près.

Pour terminer la confection de l'éprouvette, on procède au remplissage successif des deux vides laissés aux extrémités de l'éprouvette avec du sable naturel contenant (8 à 9) % d'eau.

L'extrémité supérieur du moule est remplie de sable que l'on compacte légèrement avec la petite dame et que l'on arase ensuite avec la lame à bord tranchant.

On pèse l'ensemble (masse M_4) à 0,1 g près.

Puis on recommence l'opération à la base de l'éprouvette après avoir retourné la gaine dans le moule et retiré le disque de fond en plastique.

Après cette dernière opération, on pèse l'ensemble (moule + gaine + éprouvette + sable sans le disque de fond en plastique) (masse M_5) à 0,1 g près.

La seconde éprouvette est alors confectionnée de la même manière et, sur le solde du mélange (masse M_6), pesé à 0,01 g près, on détermine la teneur en eau par séchage à $(110 \pm 5)^\circ\text{C}$ jusqu'à masse constante (masse M_7):

$$W_m (\%) = \frac{M_6 - M_7}{M_7} \cdot 100$$

Les conditions choisies pour la préparation et le compactage du mélange conduisent à des éprouvettes dont la porosité se situe en général entre (25 et 30) %. Lorsque le matériau est plus fin (0/10 par exemple) avec une teneur en eau plus élevée (plus de 6 % par exemple), cette porosité peut atteindre une valeur de plus de 35 %.

4.5. Réalisation de l'essai.

L'éprouvette dans sa gaine est retirée du moule et placée verticalement sur sa plaque support dans le réservoir, sa face supérieure correspondant à la face supérieure du compactage.

On place alors la plaque de niveau qui repose à la fois sur le sable et sur le bord de la gaine, puis le couvercle et le comparateur selon le schéma de montage de la figure 01.12B/1.

On laisse reposer l'ensemble, à la température ambiante du laboratoire, pendant minimum 24 heures et maximum 72 heures. Le réservoir est progressivement rempli d'eau distillée ou déminéralisée jusqu'à un centimètre environ de la surface supérieure de l'éprouvette puis transféré dans une enceinte à température contrôlée de $(50 \pm 1)^\circ\text{C}$ (ou dans un bain thermostaté).

Après une période d'environ 2 heures dans l'enceinte à 50°C , on procède à la première lecture du comparateur pour déterminer le point zéro (L_0). A partir de ce moment et à la même heure, on procède à la lecture du comparateur (L_t) une fois par journée de travail pendant une période de 28 jours calendrier.

La hauteur de l'éprouvette étant d'environ 100 mm, le pourcentage de dilatation linéaire est assimilé à la différence entre les lectures du comparateur ($\Delta h = L_t - L_0$), exprimées en millimètres avec deux décimales.

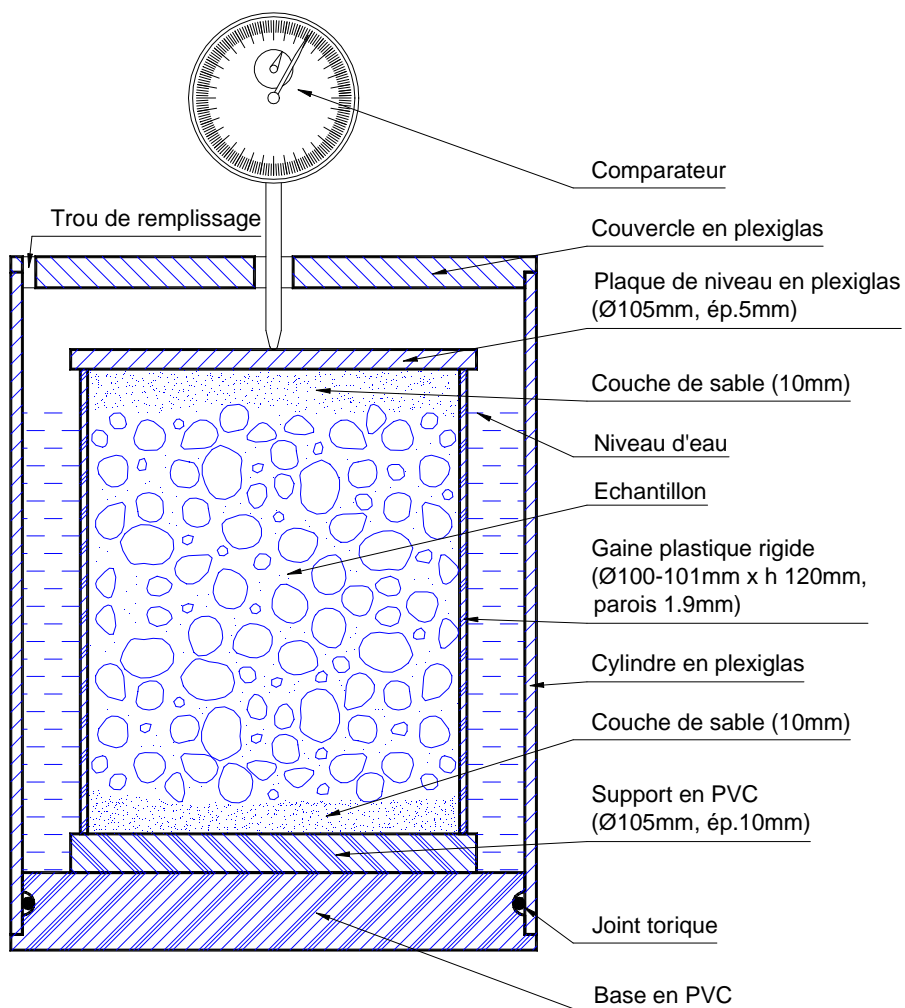
5. EXPRESSION DU RÉSULTAT

Le résultat final est la moyenne des deux pourcentages de dilatation linéaire, exprimée en pour cent avec une décimale. Les valeurs obtenues sont ensuite transposées graphiquement, en portant le temps en abscisse et la dilatation linéaire en ordonnée.

6. RAPPORT D'ESSAIS

Le rapport d'essais mentionne tous les résultats (individuels et moyenne) ainsi que les graphiques correspondants.

Fig. 01.12B/1 : EXEMPLE DE CELLULE DE GONFLEMENT



01.13 TENEUR EN «CHAUX LIBRE» DES SOLS, SABLES GRAVILLONS ET GRAVES PAR LA METHODE DES RAYONS X - EN REVISION

Référence de base: circulaire AWA/178-95/150 - "Utilisation de matériaux de réemploi dans les travaux routiers" - Annexe 4 - "Dosage de la chaux libre dans la scorie LD par la diffraction des rayons X".

1. BUT DE L'ESSAI

Evaluer la teneur en "chaux libre" dans les sols, pierres, sables et matières d'agrégation.

2. PRINCIPE DE LA METHODE

La teneur en chaux libre est déterminée par diffraction des rayons X. L'intensité de lumière diffractée par l'échantillon à analyser (selon un angle θ caractéristique de la chaux libre) est comparée avec l'intensité diffractée de matériaux identiques de référence dont la teneur en CaO est connue.

L'angle de diffraction est déterminé par la loi de Bragg,

$$n \lambda = 2d \sin \theta$$

avec

n = nombre entier

λ = longueur d'onde du rayonnement X incident.

θ = angle de diffraction du rayonnement X par le composé cristallin analysé de distance réticulaire d ;

θ et d se rapportent au composant CaO libre.

La concentration en chaux libre est obtenue par comparaison avec une courbe d'étalonnage obtenue en mesurant l'intensité diffractée par des échantillons de référence.

3. APPAREILLAGE ET PRODUITS

- appareil de diffraction des rayons X;
- broyeur et pulvérisette;
- tamis de 0,250 mm;
- une presse de capacité d'au moins 400 kN;
- dimension de la pastille (30 ± 3) mm de diamètre;
- acide borique technique.

4. MODE OPÉRATOIRE

4.1 Etalonnage de l'appareil de diffraction des rayons X pour le dosage de la CaO libre.

La diffraction des rayons X est une méthode physique d'analyse. Son étalonnage pour un composant cristallin donné de la matière qui lui est soumise doit se référer à des échantillons dont la teneur en ce composant cristallin est connue. Ces échantillons-étalons permettent de définir la relation univoque reliant l'intensité du rayonnement diffracté à la teneur du composant.

Dans le cas de la scorie et de sa chaux libre, ces échantillons-étalons doivent être, d'une part, de structure cristalline équivalente à celle de la matière à caractériser (voir remarque ci-dessous) et, d'autre part, analysés par une méthode chimique de référence (voir méthode 01.14)

En plus de l'établissement d'une courbe d'étalonnage, il est recommandé de calibrer l'équipement RX à partir de 2 échantillons de référence encadrant la fourchette de teneur prévisible. Ce calibrage doit être effectué avant toute série de mesures et, en cas de contrôles fréquents, une fois par jour.

REMARQUE: L'équivalence de matrice cristalline exigée ci-dessus entre les étalons et la matière à analyser implique un chemin thermophysique analogue depuis l'état liquide du convertisseur jusqu'à l'état solide au laboratoire d'analyse. C'est en soi un critère de traçabilité qui s'inscrit dans l'assurance-qualité de la gestion du produit.

4.2 Mode opératoire.

4.2.1 Echantillonnage

L'échantillon est réduit en respectant les prescriptions suivantes:

4.2.1.1 Granulats de calibre supérieur à 2 mm (pierres)

Le matériau se présentant sous forme d'un calibre défini, la masse de l'échantillon est fonction de la dimension nominale maximale D du calibre et de l'étalement de celui-ci:

D (mm)	Masse minimale d'échantillon (g)
$D \leq 7$	800
$7 < D \leq 20$	1200
$20 < D \leq 40$	1600
$D > 40$	2500

4.2.1.2 Granulats de calibre inférieur à 2 mm (sables)

L'échantillon est réalisé en respectant les prescriptions de la norme NBN EN 932-1 et -2. L'échantillon réduit utilisé pour l'essai doit avoir au minimum une masse de 400 g.

4.2.1.3 Sols

Si le sol contient à la fois des grains plus gros et plus petits que 2 mm, l'échantillon à prélever contiendra à la fois au moins 100 g de grains plus petits que 2 mm et une quantité de grains plus gros que 2 mm supérieur ou égale à celle renseignée au tableau ci-après:

Dimension maximale des grains D (mm)	Masse minimale d'échantillon (g)
$D \leq 2$	100
$2 < D \leq 7$	500
$7 < D \leq 20$	1000
$20 < D \leq 40$	1500
$D > 40$	2500

4.2.2 Préparation des échantillons d'analyse

4.2.2.1 Granulats de calibre supérieur à 2 mm

L'échantillon (§ 4.2.1.1), préalablement séché, est broyé jusqu'à ce qu'il passe entièrement au tamis à ouverture de maille de 2 mm et est ensuite traité comme indiqué en 4.2.2.2.

4.2.2.2 Granulats de calibre inférieur à 2 mm

L'échantillon (§ 4.2.1.2) ou éventuellement la fraction passant au tamis à ouverture de maille de 2 mm obtenue par broyage du granulats de calibre nominal supérieur à 2 mm (§ 4.2.2.1), est divisé par la méthode des quarts de façon à constituer un échantillon réduit d'environ 50 g.

4.2.2.3 Sols

Si l'échantillon, conforme aux prescriptions du § 4.2.1.3, contient des grains plus gros et plus petits que 2 mm, il faut procéder à un tamisage humide sur un tamis à ouverture de maille de 2 mm pour séparer ces deux fractions qui sont recueillies quantitativement et séchées à l'étude à $(110 \pm 5)^\circ\text{C}$ jusqu'à masse constante à 0,1 g près. Le refus ($> 2\text{mm}$) est broyé mécaniquement jusqu'à ce qu'il passe entièrement au tamis 2 mm. De ce refus broyé et du passant, on prélève deux échantillons individuels réduits de 50 g environ. Ces échantillons réduits sont alors broyés séparément au mortier de porcelaine ou d'agate jusqu'à ce qu'ils passent entièrement au tamis de 0,250 mm.

On procède à l'analyse sur l'échantillon réduit de chacune des deux fractions granulométriques.

4.2.3 Réalisation de l'essai

- Broyer 50 g d'un échantillon représentatif du matériau à analyser jusqu'à la finesse de 0,250 mm (tout l'échantillon passe au tamis de 0,250 mm);
- Pastiller la poudre sous une pression de 400kN, éventuellement sur acide borique technique; préparer 2 pastilles;
- Soumettre chaque pastille à la mesure de diffraction des rayons X de la raie CaO libre 44,04; les conditions de mesure sont:
 - tube RX avec anticathode Co, tension 45 kV et courant 30 mA;
 - intégration pendant 200 s sur la raie CaO $\theta = 44^\circ,04^\circ$;
 - intégration pendant 20 s sur le fond $43,2^\circ - 46,13^\circ$.

NB: Le tube au Co permet d'éviter la fluorescence X du fer qui perturberait la mesure à effectuer.

5. Expression du résultat

Le calcul des intensités nettes est effectué au moyen du logiciel de l'équipement RX, l'intensité CaO libre de la scorie sous analyse est la moyenne des intensités nettes des 2 pastilles qui la représentent.

Ce mode opératoire implique que l'appareil de mesure de diffraction des rayons X ait été étalonné au moyen d'échantillons-étalons (voir § 4.1).

REMARQUE : Certains appareils sont équipés en option d'un système permettant la rotation de l'échantillon analysé. Dans le cas contraire, on multipliera les mesures tout en déplaçant l'échantillon. Le résultat final est la moyenne des différentes mesures.

01.14 TENEUR EN "CHAUX LIBRE" DES SOLS, SABLES GRAVILLONS ET GRAVES PAR METHODE CHIMIQUE - EN REVISION

Références de base:

- circulaire AWA/178-95/150 - "Utilisation de matériaux de réemploi dans les travaux routiers" - Annexe 4 - "Dosage de la chaux libre dans la scorie LD par la diffraction des rayons X".
- F.M.E. n° 04.07 – "Détermination de la teneur en chaux libre dans les scories d'aciérie – Méthode volumétrique".

METHODE A L'ETHYLENE GLYCOL (§ 2)

METHODE VOLUMETRIQUE (§ 3)

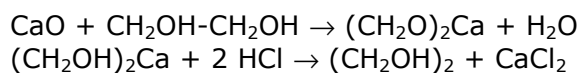
1. BUT DE L'ESSAI

Apprécier la réactivité d'un matériau en déterminant sa teneur en "chaux libre". Les deux méthodes mesurent la somme de la chaux libre, la chaux hydratée et autres composés.

2. MÉTHODE À L'ÉTHYLÈNE GLYCOL

2.1 Principe de la méthode.

On transforme la chaux libre par l'éthylène glycol en glycolate de chaux que l'on titre avec une solution d'HCl 0,1 N en présence de phénolphthaléine-naphtolphthaléine comme indicateur.



2.2 Appareillage et réactifs.

- une étuve réglée à $(110 \pm 5)^\circ\text{C}$;
- balance analytique pesant au 0,0001 g près;
- bécher de 600 ml;
- 1 burette graduée;
- système complet de filtration sous vide, récipient sous vide de 500 ml;
- pâte en papier de cellulose;
- un broyeur mécanique et un mortier de porcelaine ou d'agate;
- tamis à ouverture de mailles de 0,250 mm;
- éthylène-glycol (d: 1,109) p.a;
- éthanol absolu pur p.a. anhydre;
- acide chlorhydrique 0,1 N;
- indicateur: solution contenant le mélange de 0,1 g de phénophtaléine dans 10 ml d'éthylène-glycol et 0,15 g de naphtolphthaléine dans 100 ml d'éthylène-glycol;

2.3 Mode opératoire.

2.3.1 Echantillonnage

L'échantillon est réduit en respectant les prescriptions suivantes:

2.3.1.1 Granulats de calibre supérieur à 2 mm (pierres)

Le matériau se présentant sous forme d'un calibre défini, la masse de l'échantillon est fonction de la dimension nominale maximale D du calibre et de l'étalement de celui-ci:

D (mm)	Masse minimale d'échantillon (g)
$D \leq 7$	800
$7 < D \leq 20$	1200
$20 < D \leq 40$	1600
$D > 40$	2500

2.3.1.2 Granulats de calibre inférieur à 2 mm (sables)

L'échantillon est réalisé en respectant les prescriptions de la norme NBN EN 932-1 et -2. L'échantillon réduit utilisé pour l'essai doit avoir au minimum une masse de 400 g.

2.3.1.3 Sols

Si le sol contient à la fois des grains plus gros et plus petits que 2 mm, l'échantillon global à prélever contient à la fois au moins 100 g de grains plus petits que 2 mm et une quantité de grains plus gros que 2 mm supérieure ou égale à celle renseignée au tableau ci-après:

Dimension maximale des grains D (mm)	Masse minimale de l'échantillon (g)
$D \leq 2$	100
$2 < D \leq 7$	500
$7 < D \leq 20$	1000
$20 < D \leq 40$	1500
$D > 40$	2500

2.4 Préparation des échantillons d'analyse.

2.4.1 Granulats de calibre supérieur à 2 mm

L'échantillon (§ 2.3.1.1) ou éventuellement la fraction passant au tamis à ouverture de maille de 2 mm obtenue par broyage du granulat de calibre nominal supérieur à 2 mm (§ 2.3.1.2), est divisé par la méthode des quarts de façon à constituer un échantillon réduit d'environ 50 g.

Cet échantillon réduit est alors broyé manuellement ou mécaniquement jusqu'à ce qu'il passe entièrement au tamis de 0,250 mm. Après homogénéisation, le porter à l'étuve à $(110 \pm 5)^\circ\text{C}$ pendant deux heures, puis le refroidir et le conserver au dessiccateur.

2.4.2 Sols

Si l'échantillon, conforme aux prescriptions du § 2.3.1.3, contient des grains plus gros et plus petits que 2 mm, il faut procéder à un tamisage humide sur un tamis à ouverture de maille de 2 mm pour séparer ces deux fractions qui sont recueillies quantitativement et séchées à l'étuve à $(110 \pm 5)^\circ\text{C}$ jusqu'à masse constante à 0,1 g près. Le refus (> 2 mm) est broyé mécaniquement jusqu'à ce qu'il passe entièrement au tamis 2,000 mm. De ce refus broyé et du passant, on prélève deux échantillons individuels réduits de 50 g environ. Ces échantillons réduits sont alors broyés séparément au mortier de porcelaine ou d'agate jusqu'à ce qu'ils passent entièrement au tamis de 0,250 mm.

On procède à l'analyse sur l'échantillon réduit de chacune des deux fractions granulométriques.

2.5. Réalisation de l'essai.

- de l'échantillon réduit sec, on prélève une partie aliquote de 0,5 g;
- introduire 0,5 g d'échantillon séché à $(110 \pm 5)^\circ\text{C}$ dans un erlenmeyer de 100 ml et, à l'aide d'un récipient sec, ajouter 50 ml d'éthylène-glycol;
- boucher le récipient avec un bouchon en caoutchouc;
- placer durant 30 minutes au bain-marie à 70°C et agiter fréquemment;
- filtrer la solution très rapidement sous vide sur un tampon de pâte à papier pour analyse exempt d'eau;
- rincer à 3 reprises l'erlenmeyer avec chaque fois 10 ml d'éthanol absolu pour analyse exempt d'eau;
- verser (8 à 10) gouttes d'indicateur dans le filtrat et titrer à l'aide de la solution d'acide chlorhydrique 0,1 N;
- la coloration de l'indicateur vire du bleu au jaune.

2.6 Calculs.

La teneur en chaux libre exprimée en % de la masse du matériau sec, est obtenue par la formule suivante :

$$\text{CaO \%} = \frac{N \times T_{\text{CaO}} \times 100}{P}$$

où:

N: le nombre de ml de solution d'acide chlorhydrique utilisés;

T_{CaO} : en g, la masse en CaO équivalent à 1 ml de solution (dans ce cas $T = 0,002804$);

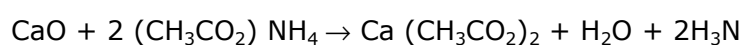
P: en g, la masse de la prise d'essai.

3. MÉTHODE VOLUMÉTRIQUE (MÉLANGE À CHAUD DE GLYCÉRINE ET D'ALCOOL)

3.1 Principe de la méthode.

Dissoudre la chaux libre dans un mélange chaud de glycérine et d'alcool. Titrer au moyen d'une solution alcoolique d'acétate d'ammonium.

Réaction de base:



3.2 Appareillage et produits.

- appareillage complet de titration;
- four à moufle permettant d'atteindre 1100° C;
- creuset en platine;
- minuterie;
- balance assurant le 1/10.000 de la masse pesée;
- éprouvettes de 10 et 100 ml, graduées en ml;
- erlenmeyers de 200 ml;
- réfrigérant à reflux;
- plaque électrique chauffante;
- agitateur magnétique;
- glycérine distillée à 30° Bé, de masse volumique relative 1,26;
- éthanol absolu;
- phénolphtaléine: solution à % dans l'éthanol absolu;
- soude caustique en pastille (p.a.) : solution à % dans l'éthanol absolu;
- acétate d'ammonium en cristaux (p.a.);
- oxalate de calcium ou carbonate de calcium (p.a.);
- nitrate de strontium anhydre.

Remarque: Tous les réactifs doivent être rigoureusement exempts d'eau.

3.3 Mode opératoire.

3.3.1 Préparation des solutions

Solution glycérine-éthanol:

Mélanger un volume de glycérine à deux volumes d'éthanol absolu. Ajouter 2 ml de la solution de phénolphtaléine. Il est indispensable que cette solution soit neutre, à l'indicateur. Si elle est incolore, ajouter une solution alcoolique diluée de soude caustique jusqu'à apparition de la teinte rose; puis faire disparaître celle-ci par une goutte d'une solution alcoolique d'acétate d'ammonium. Si la teinte est rose, la faire disparaître en ajoutant juste ce qu'il faut d'acétate.

Solution d'acétate d'ammonium:

Dissoudre 16 g d'acétate d'ammonium cristallisé dans un litre d'éthanol absolu. Titrer cette solution au moyen d'oxyde de calcium pur. Ce dernier doit être préparé juste avant son emploi en calcinant de l'oxalate ou du carbonate de calcium dans un creuset en platine à une température de (900 à 1000)°C, jusqu'à masse constante.

Etalonnage: introduire 0,100 g de CaO dans un erlenmeyer de 200 ml contenant 60 ml de la solution glycérine-éthanol neutralisée. Ajouter 2 g de nitrate de strontium anhydre. Adapter dans le col du flacon un réfrigérant à reflux. Porter à ébullition et maintenir celle-ci pendant 5 minutes.

Enlever le réfrigérant et titrer immédiatement la solution encore presque bouillante à l'aide de la solution d'acétate d'ammonium. La température de la solution peut être maintenue en utilisant une plaque électrique chauffante, la titration étant effectuée sous agitation magnétique.

Remettre le réfrigérant et porter à nouveau à ébullition durant 5 minutes. Répéter le titrage à des intervalles de 5 minutes. L'opération est terminée quand aucune coloration n'apparaît plus pendant une ébullition continue d'une heure. Calculer le titre en CaO de la solution, en g par ml.

3.3.2 Echantillonnage (voir § 2.3.1)

3.3.3 Réalisation de l'essai

Introduire 1 g de matière finement broyée (< 0,063 mm) dans un erlenmeyer de 200 ml. Ajouter 2 g de nitrate de strontium et 60 ml de la solution glycérine-éthanol. Mélanger et appliquer le réfrigérant.

Porter à ébullition et maintenir celle-ci pendant 5 minutes. Au moyen de la solution d'acétate d'ammonium, titrer à des intervalles de 5 minutes; l'opération est terminée si, au bout de 5 minutes d'ébullition continue, aucune coloration n'apparaît. Il est toutefois à conseiller de continuer l'ébullition encore pendant 5 minutes pour bien se rendre compte si le point final est atteint.

S'il y a doute sur le point final exact, ajouter 1 goutte d'indicateur au liquide en repos et observer le point où l'indicateur prend contact avec la solution. Si aucune coloration ne se produit, on est arrivé au point final.

Noter le nombre de ml de solution d'acétate d'ammonium débités.

3.4 Calculs.

La teneur en "chaux libre" est exprimée en pour cent, avec une décimale, suivant la formule:

$$CaO \% = \frac{N \cdot T_{CaO} \cdot 100}{P}$$

dans laquelle:

N: représente le nombre de ml de solution d'acétate d'ammonium utilisés;

T_{CaO}: représente en gramme la masse en CaO équivalant à 1 ml de cette solution;

P: représente en gramme la masse de la prise d'essai.

3.5 Expression du résultat.

Le résultat est la moyenne arithmétique exprimée en % avec une décimale de deux essais concordants.

Deux essais sont dits concordants, si l'écart entre les 2 résultats est inférieur à 5 % de la valeur moyenne.

Le rapport doit mentionner le résultat des deux essais ainsi que leur moyenne.

01.15 TENEUR CONVENTIONNELLE EN CARBONATE PAR PERTE AU FEU DES SOLS - EN REVISION

Référence de base: CCT 108/67 I.1.15

1. BUT DE L'ESSAI

L'essai consiste à déterminer la perte de masse d'un échantillon de sol, de sable, de matériaux pierreux soumis à une température de $(1050 \pm 25)^\circ\text{C}$ et d'en déterminer la teneur conventionnelle en carbonate de calcium.

2. PRINCIPE DE LA MÉTHODE

Le matériau est soumis à une perte au feu. Les carbonates se décomposent et le dioxyde de carbone dégagé constitue la perte de masse après calcination. Au moyen des masses moléculaires, on détermine la teneur conventionnelle en carbonate de calcium du matériau.

3. APPAREILLAGE

- un four à moufle permettant de régler la température à $(1050 \pm 25)^\circ\text{C}$;
- un dessiccateur pourvu d'une matière déshydratante;
- une étuve permettant régler la température à $(110 \pm 5)^\circ\text{C}$;
- une balance analytique permettant de peser 200 g avec une précision de 0,0001 g;
- un creuset ou une nacelle non altérable à la température d'essai;
- un concasseur, un broyeur ou un mortier et pilon;
- un jeu de tamis d'ouverture de mailles de 0,063 mm, 0,125 mm, 2 mm, 4 mm, 7,1 mm, 14 mm, 20 mm, 31,5 mm, 40 mm.

4. MODE OPÉRATOIRE

4.1 Echantillonnage.

L'échantillon est réduit en respectant les prescriptions suivantes:

Type	Dimension maximale des grains D (mm)	Masse minimale de l'échantillon (g)
sol	$D \leq 2$	200
	$2 < D \leq 7$	600
	$7 < D \leq 20$	1200
	$20 < D \leq 40$	2500
	$D > 40$	5000
sable	$D \leq 2$	400
	$2 < D \leq 7$	800
pierres	$D \leq 7$	800
	$7 < D \leq 20$	1200
	$20 < D \leq 40$	2500
	$D > 40$	5000

4.2. Préparation de l'échantillon d'analyse.

4.2.1 Préparation de l'échantillon

4.2.1.1 Matériau dont le D_{\max} est inférieur à 2 mm (sol fin, sable fin et moyen)

L'échantillon est séché puis divisé par la méthode des quarts de façon à avoir un échantillon réduit à environ 50 g.

Cet échantillon réduit est alors broyé manuellement ou mécaniquement jusqu'à ce qu'il passe entièrement au tamis de 0,125 mm.

Après homogénéisation, porter l'échantillon à l'étuve à $(110 \pm 5)^\circ\text{C}$ jusqu'à masse constante puis le refroidir et le conserver au dessiccateur.

4.2.1.2 Matériau dont le D_{\max} est supérieur à 2 mm

Si l'échantillon contient des grains plus gros et plus petits que 2 mm, il faut procéder au tamisage humide sur le tamis d'ouverture de maille de 2 mm pour séparer ces deux fractions qui sont recueillies quantitativement et séchées à l'étuve à $(110 \pm 5)^\circ\text{C}$ jusqu'à masse constante à 0,1 g près.

a) Sur la fraction inférieure à 2 mm

On procède comme décrit au point 4.2.1.1 et on obtient un échantillon réduit représentatif de la fraction inférieure à 2 mm.

b) Sur la fraction supérieure à 2 mm

On examine si les granulats sont ou non de même nature.

Si les granulats sont de même nature, l'échantillon est broyé de façon à passer entièrement au travers du tamis à ouverture de maille de 2 mm et est ensuite traité comme décrit au point 4.2.1.1.

Si les granulats sont de natures différentes, on procède à un tamisage à sec de cette fraction d'échantillon et on recueille quantitativement chaque sous-fraction 2/4, 4/7, 7/14, 14/20, 20/40 et supérieure à 40. Chacune de ces sous-fractions est considérée comme un échantillon à analyser. Chaque sous-fraction est ensuite traitée comme décrit au point 4.2.1.1.

4.2.2 Prise d'essai

La prise d'essai est constituée d'une masse de matière sèche de $(7,5 \pm 2,5)$ g prélevée dans l'échantillon réduit.

4.3 Réalisation de l'essai.

Le creuset est soumis à la température de $(1050 \pm 25)^\circ\text{C}$ et refroidi en assurant la constance de la masse au 1/10000 près.

La prise d'essai placée dans un creuset ou une nacelle tarée après passage à la température de l'essai, est pesée au 0,0001 près au moyen de la balance analytique.

Le creuset ou la nacelle et son contenu sont placés dans un four à moufle porté à la température de $(1050 \pm 25)^\circ\text{C}$ pour calcination pendant 1h30 au moins.

Laisser refroidir dans le dessiccateur et ensuite peser rapidement pour éviter l'hydratation de la chaux vive. On réalise une seconde chauffe de ½ heure et on effectue une seconde pesée après refroidissement dans le dessiccateur.

La différence entre les deux pesées ne peut affecter la 3ème décimale. La perte par calcination représente l'anhydride carbonique.

5. CALCUL

La teneur conventionnelle en carbonate de calcium, exprimée en pourcentage en masse de la prise d'analyse, est donnée par l'expression suivante:

$$X = \frac{Z_1(P_1 - P_2)}{Z_2 P_1} 100 \text{ (\%)}$$

où:

Z_1 est la masse moléculaire du CaCO_3 (100,1);

Z_2 est la masse moléculaire du CO_2 (44);

P_1 est la masse de la prise d'essai avant calcination;

P_2 est la masse de la prise d'essai après calcination;

X est la teneur conventionnelle en carbonate de calcium.

6. EXPRESSION DES RÉSULTATS

Le résultat final est la moyenne de 2 résultats dont l'écart individuel à la moyenne ne peut dépasser 0,5 %. Dans le cas contraire, il y a lieu de recommencer les essais. Les valeurs individuelles et la moyenne sont renseignées au rapport d'essai.

01.18 TAUX DE CENDRES (EN PRESENCE DE PYRITE) (TENEUR EN PYRITE) - NOUVEAU

1. PRINCIPE DE LA METHODE

La teneur en pyrite (FeS_2) est obtenue à partir de la détermination des sulphures solubles dans l'acides (normes NBN EN 1744-1)

01.19 VITESSE SISMIQUE DANS LES SOLS COMPACTS - NOUVEAU

01.22 ARGILE: MASSE VOLUMIQUE SECHE ET COMPACTEE - NOUVEAU

01.23 ARGILE: ANGLE DE FROTTEMENT INTERNE - NOUVEAU