

Sols : Reconnaissance et essais

Mesure de la capacité d'adsorption de bleu de méthylène d'un sol ou d'un matériau rocheux

Détermination de la valeur de bleu de méthylène d'un sol
ou d'un matériau rocheux par l'essai à la tache

E : Soils : Investigation and testing — Measuring of the methylene blue adsorption capacity of a rocky soil — Determination of the methylene blue of a soil by means of the stain test

D : Baugrund : Erkundung und Prüfungen — Messung der Methylenblauadsorptionsfähigkeit eines felsigen Bodens — Bestimmung des Methylenblauwerts eines Bodens durch Fleckprüfung

Norme française homologuée

par décision du Directeur Général de l'AFNOR le 5 septembre 1998 pour prendre effet le 5 octobre 1998.

Remplace la norme homologuée NF P 94-068, de novembre 1993.

Correspondance

À la date de publication du présent document, il existe des travaux européens traitant du même sujet.

Analyse

Le présent document définit le principe et le domaine d'application de l'essai au bleu de méthylène «à la tache».

Descripteurs

Thésaurus International Technique : sol, identification, matériau, roche, détermination, tache, bleu de méthylène, préparation, adsorption.

Modifications

Par rapport au document remplacé, le présent document apporte des améliorations de rédaction, et des précisions et modifications sur le principe de l'essai, l'appareillage et le matériel d'essai, la préparation de l'échantillon, le mode opératoire de l'essai et le mode de préparation de la solution de bleu de méthylène (annexe A).

Corrections



BNSR CTT

Secrétariat : M JOUBERT — BNSR

A participé en tant qu'expert :

M FEVRE LABORATOIRE REGIONAL DES PONTS
ET CHAUSSEES DE ROUEN

Sommaire

	Page
1	Domaine d'application 4
2	Références normatives 4
3	Définitions et symboles 4
4	Principe de l'essai 5
5	Appareillage et matériel d'essai 5
5.1	Appareillage spécifique 5
5.2	Appareillage courant 5
5.3	Produits 5
6	Préparation de l'échantillon 6
6.1	Si le $D_{\max}$ du matériau est supérieur à 50 mm 6
6.2	Si le $D_{\max}$ du matériau est compris entre 5 mm et 50 mm 6
6.3	Si le $D_{\max}$ du matériau est inférieur ou égal à 5 mm 6
7	Mode opératoire 6
8	Calculs et expression des résultats 7
9	Rapport d'essai 7
Annexe A	(normative) Mode de préparation de la solution de bleu de méthylène à 10 g/l 8

1 Domaine d'application

Le présent document a pour objet de préciser la méthode de détermination de la valeur de bleu de méthylène d'un sol ou d'un matériau rocheux au moyen de l'essai au bleu de méthylène «à la tache».

La valeur de bleu de méthylène d'un sol (VBS) mesure la capacité d'adsorption d'un sol ou d'un matériau rocheux. Elle constitue un des paramètres d'identification de la classification des sols décrite dans la norme NF P 11-300.

2 Références normatives

Ce document comporte par référence datée ou non datée des dispositions d'autres publications. Ces références normatives sont citées aux endroits appropriés dans le texte et les publications sont énumérées ci-après. Pour les références datées, les amendements ou révisions ultérieurs de l'une quelconque de ces publications ne s'appliquent à ce document que s'ils y ont été incorporés par amendement ou révision. Pour les références non datées, la dernière édition de la publication à laquelle il est fait référence s'applique.

NF P 11-300	Exécution des terrassements — Classification des matériaux utilisables dans la construction des remblais et des couches de forme d'infrastructures routières.
NF P 11-301	Exécution des terrassements — Terminologie.
NF P 94-049-1	Sols : Reconnaissance et essais — Détermination de la teneur en eau pondérale des matériaux — Partie 1 : Méthode de la dessiccation au four à micro-ondes.
NF P 94-049-2	Sols : Reconnaissance et essais — Détermination de la teneur en eau pondérale des matériaux — Partie 2 : Méthode à la plaque chauffante ou aux panneaux rayonnants.
NF P 94-050	Sols : Reconnaissance et essais — Détermination de la teneur en eau pondérale des matériaux — Méthode par étuvage.
NF P 94-056	Sols : Reconnaissance et essais — Analyse granulométrique — Méthode par tamisage à sec après lavage.

3 Définitions et symboles

Pour les besoins du présent document, les définitions suivantes s'appliquent :

VBS	est la valeur de bleu de méthylène d'un sol. Elle s'exprime en grammes de bleu pour 100 g de la fraction 0/50 mm du sol étudié.
$D_{\max}$	est la dimension maximale des plus gros éléments contenus dans le sol (voir NF P 11-301).
m_{h1}	est la masse humide de l'échantillon constituant la première prise d'essai (exprimée en grammes).
m_{h2}	est la masse humide de l'échantillon prévu pour être séché, constituant la deuxième prise d'essai (exprimée en grammes).
m_{h3}	est la masse humide de l'échantillon constituant la troisième prise d'essai (exprimée en grammes).
m_{s2}	est la masse de l'échantillon après séchage, correspondant à la deuxième prise d'essai (exprimée en grammes).
B	est la masse de bleu introduite dans la solution (solution à 10 g/l).
V	est le volume de la solution de bleu utilisée (exprimé en centimètres cubes).
C	est la proportion de la fraction 0/5 mm dans la fraction 0/50 mm du matériau sec.
w	est la teneur en eau, exprimée en valeur décimale.

4 Principe de l'essai

L'essai consiste à mesurer par dosage la quantité de bleu de méthylène pouvant être adsorbée par le matériau mis en suspension dans l'eau. Cette quantité est rapportée par proportionnalité directe à la fraction 0/50 mm du sol. La valeur de bleu du sol est directement liée à la surface spécifique des particules constituant le sol ou le matériau rocheux.

Le dosage s'effectue en ajoutant successivement différentes quantités de bleu de méthylène et en contrôlant l'adsorption après chaque ajout. Pour ce faire, on prélève une goutte de la suspension que l'on dépose sur un papier filtre (voir article 7), ce qui provoque la création d'une tache.

L'adsorption maximale est atteinte lorsqu'une auréole bleu clair persistante apparaît à la périphérie de la tache.

5 Appareillage et matériel d'essai

5.1 Appareillage spécifique

L'appareillage spécifique comporte :

- un dispositif de dosage permettant d'injecter par pas de 10 cm^3 , 5 cm^3 et 2 cm^3 des volumes de solution de bleu et de connaître la quantité totale injectée à $\pm 1\text{ cm}^3$;
- un agitateur mécanique à ailettes ayant une vitesse de rotation couvrant au moins la plage de 400 tr/min à 700 tr/min. Le diamètre des ailettes est compris entre 70 mm et 80 mm. La forme et les dimensions des ailettes doivent permettre une mise en mouvement de la totalité des particules du sol ;
- un récipient cylindrique (en verre, plastique, métal inoxydable) d'une capacité minimale de $3\,000\text{ cm}^3$ et de diamètre intérieur $(155 \pm 10)\text{ mm}$;
- une baguette de verre de $(8 \pm 1)\text{ mm}$ de diamètre ;
- des tamis de maille $80\text{ }\mu\text{m}$, 5 mm et 50 mm ;
- du papier filtre blanc de masse surfacique $(95 \pm 5)\text{ g/m}^2$, d'épaisseur $(0,2 \pm 0,02)\text{ mm}$, de vitesse de filtration $(75 \pm 10)\text{ s}$ pour 100 ml (selon la méthode ASTM) et de diamètre de rétention $(8 \pm 5)\text{ }\mu\text{m}$.

5.2 Appareillage courant

L'appareillage courant comporte :

- balances dont les portées sont compatibles avec les masses à peser et permettent de faire les pesées avec une incertitude relative de 0,2 % de la valeur mesurée ;
- thermomètre gradué en degrés (de $0\text{ }^{\circ}\text{C}$ à $100\text{ }^{\circ}\text{C}$) ;
- chronomètre ou équivalent indiquant la seconde ;
- enceinte thermique réglable à $90\text{ }^{\circ}\text{C}$;
- appareil de séchage permettant de déterminer la teneur en eau des sols selon une méthode normalisée ;
- sacs ou récipients hermétiques permettant de conserver la teneur en eau des échantillons.

5.3 Produits

Les produits à utiliser sont les suivants :

- solution de bleu de méthylène à $(10 \pm 0,1)\text{ g/l}$ fabriquée depuis moins de un mois et conservée dans un flacon bouché à l'abri de la lumière (le mode de préparation est décrit en annexe A du présent document) ;
- eau déminéralisée ou distillée.

6 Préparation de l'échantillon

6.1 Si le $D_{\max}$ du matériau est supérieur à 50 mm

Prélever 10 kg de sa fraction 0/50 mm, puis procéder comme indiqué en 6.2.

6.2 Si le $D_{\max}$ du matériau est compris entre 5 mm et 50 mm

Prélever une masse, m , du matériau humide telle que $m > 200 D_{\max}$ (m en grammes, $D_{\max}$ en millimètres).

Séparer par tamisage et si nécessaire par lavage la fraction 0/5 mm contenue dans cet échantillon.

Déterminer la proportion pondérale C de la fraction 0/5 mm (sèche) contenue dans le matériau (ou dans sa fraction 0/50 mm lorsque $D_{\max} > 50$ mm).

Puis procéder comme indiqué en 6.3.

6.3 Si le $D_{\max}$ du matériau est inférieur ou égal à 5 mm

Prélever une masse, m , du matériau humide telle que $m > 200 D_{\max}$ (m en grammes, $D_{\max}$ en millimètres).

Quarter et homogénéiser la fraction 0/5 mm de manière à préparer trois prises d'essai de masses sensiblement égales et de l'ordre de :

- a) 30 g à 60 g dans le cas des sols très argileux à argileux ;
- b) > 60 g dans le cas des sols moyennement à peu argileux.

La première prise d'essai de masse m_{h1} est introduite dans le récipient de 3 000 cm³, mise en suspension dans (500 ± 10) cm³ d'eau déminéralisée et dispersée à l'aide de l'agitateur à ailettes (vitesse (700 ± 100) tr/min et positionné à 5 mm environ du fond du récipient), au minimum durant 5 min et dans tous les cas jusqu'à disparition visuelle de tout agglomérat de particules de sol dans la suspension ou de toute accumulation sur les bords du récipient.

La deuxième prise d'essai de masse m_{h2} , volontairement réduite par rapport aux spécifications des normes de teneur en eau, est utilisée pour déterminer la teneur en eau de chacune des prises d'essai.

La troisième prise d'essai de masse m_{h3} est conservée dans l'éventualité où l'essai doit être renouvelé (voir article 7).

7 Mode opératoire

La prise d'essai étant mise en suspension comme décrit précédemment, procéder au dosage de bleu de méthylène comme indiqué ci-après.

Pendant toute la durée du dosage, l'agitation permanente (vitesse 400 tr/min ± 100 tr/min) doit être telle que toutes les particules de sol en suspension soient mises en mouvement.

À l'aide du dispositif de dosage, introduire dans la suspension 5 cm³ à 10 cm³ de solution de bleu selon l'argilosité estimée du matériau (10 cm³ pour les matériaux les plus argileux) ; au bout de 1 min ± 10 s, procéder à l'essai de la tache sur papier filtre de la manière suivante :

- poser le papier filtre sur un support adapté non absorbant ;
- prélever à l'aide de la baguette de verre une goutte de suspension et la déposer sur le papier filtre. La tache ainsi formée se compose d'un dépôt central de matériau coloré bleu sombre entouré d'une zone humide incolore ;
- la goutte prélevée doit former un dépôt central compris entre 8 mm et 12 mm de diamètre.

Procéder à des injections successives par pas de 5 cm³ à 10 cm³ (selon l'argilosité du matériau) de solution de bleu jusqu'à ce qu'apparaisse une auréole périphérique bleu clair, de largeur millimétrique, dans la zone humide de la tache. L'essai est dit alors positif. À partir de ce moment, laisser se poursuivre l'adsorption du bleu dans la solution et effectuer des taches, de minute en minute, sans ajout de solution.

Si l'essai redevient négatif à la cinquième tache ou avant, procéder à de nouvelles injections de bleu avec des pas de 2 cm³ à 5 cm³, selon l'argilosité du matériau, en lieu et place des pas de 5 cm³ à 10 cm³ introduits précédemment. En effet, il est nécessaire de réduire les quantités injectées, car à ce stade de l'essai la suspension est en voie de saturation.

Chaque addition est suivie des taches effectuées de minute en minute. Ces opérations sont renouvelées jusqu'à ce que l'essai reste positif pour cinq taches consécutives. Le dosage est alors terminé et l'on détermine le volume total (V) de la solution de bleu qui a été nécessaire pour atteindre l'adsorption totale.

Dans tous les cas, le volume V doit être supérieur à 10 cm³. Si le volume V est inférieur à 10 cm³, l'essai doit être recommencé avec une prise d'essai de masse supérieure.

Le récipient et les accessoires en contact avec la suspension de sol et de bleu sont lavés et abondamment rincés à l'eau claire.

Si en vidant le récipient sur le tamis de 80 µm, on observe des agglomérats de particules non colorés on recommencera l'essai avec la troisième prise d'essai en augmentant la durée de mise en suspension du sol ou en adoptant toute disposition permettant de minimiser la formation de ces agglomérats (exemple : séchage à 50 °C maximum, émiettement manuel, puis imbibition de durée suffisante pour favoriser le délitage des éléments argileux).

8 Calculs et expression des résultats

Les calculs à exécuter sont :

— teneur en eau de l'échantillon soumis à l'essai (0/5 mm) ;

$$w = \frac{m_{h2} - m_{s2}}{m_{s2}}$$

— masse sèche de la prise d'essai ;

$$m_0 = \frac{m_{h1}}{1 + w}$$

— masse de bleu introduite (solution à 10 g/l) ;

$$B = V \times 0,01$$

Pour les matériaux dont le $D_{\max}$ est inférieur à 5 mm, l'expression du résultat est :

$$VBS = \frac{B}{m_0} \times 100$$

VBS est exprimée en grammes de bleu pour 100 g de matériau sec.

Pour les matériaux dont le $D_{\max}$ est supérieur à 5 mm, l'expression du résultat est :

$$VBS = \frac{B}{m_0} \times C \times 100$$

VBS est exprimée en grammes de bleu pour 100 g de matériau sec.

C étant la proportion de la fraction 0/5 mm dans la fraction 0/50 mm du matériau sec.

9 Rapport d'essai

Le rapport d'essai comporte les informations minimales suivantes :

- une référence au présent document ;
- la provenance de l'échantillon (site, sondage, profondeur, etc.) ;
- la date et le mode de prélèvement ;
- le nom de la firme ;
- la date de l'essai ;
- la proportion de la fraction 0/5 mm dans la fraction 0/50 mm du matériau sec ;
- la valeur de bleu du sol.

Annexe A

(normative)

Mode de préparation de la solution de bleu de méthylène à 10 g/l

Utiliser de l'eau déminéralisée ou distillée.

Utiliser du bleu de méthylène, de qualité pharmaceutique référence CODEX, degré de pureté $\geq 98,5$ %, présenté sous forme de poudre et conditionné en flacon.

Déterminer la teneur en eau w de la poudre de bleu de méthylène contenue dans le flacon, comme suit :

- peser environ 5 g de poudre de bleu de méthylène à 0,01 g près et noter sa masse (m_h) ;
- sécher ¹⁾ cette poudre à (90 ± 5) °C pendant au minimum 2 h ; cette masse sera la masse sèche (m_g) ;
- calculer et noter la teneur en eau w à la troisième décimale près à partir de l'équation suivante :

$$w = \frac{m_h - m_g}{m_g} ;$$

- ne pas réutiliser la poudre ayant servi à la détermination de la teneur en eau.

La teneur en eau doit être déterminée pour la préparation de chaque nouveau bain de solution.

Choisir un récipient de forme évitant toute perte de solution par projection lors de l'agitation.

- verser 500 g à 700 g d'eau déminéralisée ou distillée dans le récipient. Si on utilise de l'eau chaude la température ne doit pas excéder 50 °C ;
- prendre une masse de poudre de bleu de méthylène de $(10 (1 + w) \pm 0,01)$ g (équivalent à 10 g de poudre sèche) ;
- agiter le contenu du récipient en ajoutant lentement la poudre de bleu de méthylène dans l'eau ;
- vérifier la complète dissolution de la poudre ; si elle n'est pas atteinte poursuivre l'agitation ;
- compléter la masse de la solution avec de l'eau déminéralisée ou distillée jusqu'à une masse totale de solution de $(1\,000 \pm 5)$ g puis agiter la solution pendant au moins 5 min. Dans le cas où on utilise une fiole jaugée de 1 l, compléter avec de l'eau déminéralisée ou distillée jusqu'au trait repère en s'assurant que la température de la solution soit proche de (20 ± 1) °C ;
- conserver la solution ainsi préparée dans une bouteille de conservation fermée (en verre teinté de préférence) et placée à l'abri de la lumière.

Les indications suivantes doivent figurer sur la bouteille de conservation :

- a) nature du contenu : solution de bleu de méthylène à 10 g/l ;
- b) date de préparation : ;
- c) date limite d'utilisation : ;

La solution de bleu de méthylène ne doit pas être utilisée plus de un mois après sa préparation.

1) À des températures supérieures à 100 °C, la structure chimique du bleu méthylène peut être modifiée.