



HAL
open science

Vieillissement des matériaux calcaires destinés à la constitution des filières d'assainissement non collectif

Vivien Dubois

► **To cite this version:**

Vivien Dubois. Vieillissement des matériaux calcaires destinés à la constitution des filières d'assainissement non collectif. irstea. 2018, pp.42. hal-02608435

HAL Id: hal-02608435

<https://hal.inrae.fr/hal-02608435>

Submitted on 16 May 2020

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



RAPPORT D'ETUDE

Vieillissement des matériaux calcaires destinés à la constitution des filières d'assainissement non collectif

Irstea Lyon-Villeurbanne
Vivien Dubois

Juin 2018

REMERCIEMENTS

Cette étude s'est déroulée au sein de l'équipe Epure du centre Irstea Lyon-Villeurbanne. La plupart des analyses réalisées sur les matériaux ont été faites par un technicien de l'équipe, Olivier Garcia, que je remercie pour son active participation à ce projet.

Le suivi analytique a été réalisé en collaboration avec l'équipe du Laboratoire de chimie des Milieux Aquatiques (LAMA). Je remercie particulièrement M. Matthieu Masson, responsable du LAMA, Mme Corinne Brosse-Quilgars, Mme Myriam Arhror et Loïc Richard.

Ce travail a été initié par un stage réalisé par Delphine Tagny, qui a su très rapidement s'approprier ce sujet en réalisant la majorité de la bibliographie, le plan d'expérience des différents échantillons de sables ainsi que les analyses sur les matériaux. Sans elle ce travail n'aurait surement pas débuté. Je la remercie de son implication quotidienne et de son sérieux lors des six mois qu'elle a effectué au sein de notre unité de recherche.

SOMMAIRE

INTRODUCTION.....	4
PARTIE I : ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE	5
I.A. Le choix du sable en ANC.....	5
I.B. Dissolution de la calcite.....	5
I.B.1. Le calcaire, la calcite	6
I.B.2. Influence du pH sur la dissolution de la calcite.....	6
I.B.3. Vitesse globale de réaction.....	6
PARTIE II : ETUDE EXPERIMENTALE	9
II.A. Objectifs	9
II.B. Matériel	9
II.B.1. Sables à disposition et échantillons de sable reconstitué	9
II.B.2. Pilotes expérimentaux	11
II.B.3. Alimentation des pilotes.....	12
II.C. Démarche.....	13
II.C.1. Analyses préliminaires	13
II.C.2. Montage et suivi des pilotes	14
II.C.3. Analyses a posteriori	15
Partie III : RESULTATS ET DISCUSSIONS	15
III.A. Résultats expérimentaux.....	16
III.A.1. Suivi temporel des eaux en sortie des colonnes.....	16
III.A.2. Granulométrie, adsorption en eau et perte de masse	19
III.B. Discussion des résultats	26
CONCLUSION	27
BIBLIOGRAPHIE	29
Annexes.....	30

INTRODUCTION

Depuis longtemps les matériaux sableux sont utilisés pour la réalisation de station de traitement des eaux usées domestiques. On peut estimer que la quantité de granulats (sables et graviers) nécessaire pour réaliser différentes filières d'assainissement en général avoisine les 5 millions de tonnes par an alors que la production nationale de granulats est de l'ordre de 380 millions de tonnes. Cette quantité représente donc un faible pourcentage de la production annuelle (1.3%)¹. L'assainissement non collectif (ANC) désigne les dispositifs de collecte, de traitement et d'élimination des eaux usées domestiques qui ne peuvent être prises en charge par un système d'assainissement public du fait par exemple de l'éloignement des habitations au réseau public de collecte des eaux usées (égouts). Ces dispositifs sont notamment destinés aux maisons individuelles et lotissements privés.

L'étude concerne des filières d'ANC pour la maison individuelle (10 pièces principales maximum). Celles-ci utilisent des filtres constitués de sable alluvionnaire siliceux, dit « roulé lavé ». La ressource en sable alluvionnaire siliceux devenant de plus en plus rare, il est envisagé d'utiliser des sables calcaires d'origine alluvionnaire, le document technique unifié DTU 64.1 « Mise en œuvre des dispositifs d'assainissement autonome » [1] interdisant l'utilisation de sables issus de carrières calcaires (roche primaire). Le calcaire étant une roche friable et sensible au pH, la problématique qui se pose réside dans la tenue du matériau et donc dans ses capacités épuratoires. Les principaux problèmes envisagés sont la dégradation du matériau (dissolution de la calcite) et le colmatage des filtres. C'est dans ce contexte qu'Irstea a commencé une étude en collaboration avec l'Union Nationale des Producteurs de Granulats (UNPG) sur le vieillissement des matériaux calcaires utilisés dans les filières d'ANC et financée par l'Agence de l'eau Rhin-Meuse.

Cette étude synthétise d'une part, une bibliographie sur la dissolution et la précipitation de la calcite, et sur les caractéristiques des eaux usées en sortie de fosses septiques (données pH), et d'autre part, la reconstitution et l'étude des échantillons de sable avec différents taux de calcite afin de déterminer s'il est possible d'utiliser des matériaux calcaires pour la fabrication des filtres des filières d'ANC.

¹ Source Onema

PARTIE I : ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

I.A. Le choix du sable en ANC

L'assainissement non collectif pour la maison individuelle est un domaine du traitement des eaux usées à part entière. Il regroupe plusieurs filières d'assainissement permettant de traiter les eaux usées domestiques qui ne peuvent l'être par le réseau public. L'assainissement de ces eaux se fait toujours en deux étapes : un prétraitement et un traitement. La mise en œuvre des différentes filières d'ANC est règlementée par le DTU 64.1 [1].

Si le sol en place ne peut servir de système épurateur, notamment s'il est trop imperméable ($K < 15$ mm/h) ou trop perméable ($K > 500$ mm/h), on utilise des dispositifs à sol reconstitué composés d'un massif de sable filtrant.

Le choix du sable pour la réalisation des massifs filtrants des systèmes à sol reconstitué est très important. Un compromis entre filtration et infiltration doit être trouvé. Les principaux critères de choix sont la granulométrie, la perméabilité, le taux de particules fines (particules de taille inférieure à 80 μ m) et le taux de calcite.

L'analyse granulométrique d'un sable consiste à faire passer une masse donnée de ce sable au travers de tamis d'ouverture de maille décroissante, puis à peser le contenu de chaque tamis. On calcule alors le pourcentage de passant (en masse) pour chaque tamis, et on trace le pourcentage de passant cumulé en fonction du diamètre de maille des tamis. On obtient ainsi la courbe granulométrique du sable. On peut aussi déterminer trois paramètres importants :

- Le d_{10} : diamètre de maille laissant passer 10% de la masse de sable initiale (mm)
- Le d_{60} : diamètre de maille laissant passer 60% de la masse de sable initiale (mm)
- Le coefficient d'uniformité (CU) :
$$CU = \frac{d_{60}}{d_{10}}$$

Il est recommandé d'utiliser des sables dont le CU est compris entre 3 et 6, et dont le taux de fines n'excède pas 3%. Le DTU 64.1 [1] recommande l'utilisation d'un sable siliceux dont la courbe granulométrique s'inscrit dans un fuseau précis². Néanmoins, aucune mention n'est faite quant à la teneur en calcite des sables siliceux utilisables.

I.B. Dissolution de la calcite

La dissolution de la calcite est une réaction très étudiée, contrairement à sa précipitation. De nombreuses expériences ont été menées afin de connaître son mécanisme et sa cinétique. C'est une réaction hétérogène qui repose sur la diffusion des réactifs à travers une couche limite à la surface du minéral, et sur l'adsorption des réactifs sur la surface du minéral. Cependant, au stade de notre étude, nous avons choisi de ne pas considérer la réaction de surface. De plus, nous nous sommes uniquement concentrés sur l'influence du pH sur la dissolution de la calcite même si d'autres facteurs peuvent la modifier comme la

² Fuseau granulométrique du sable filtrant en annexe 3

température, mais aussi le rapport solide/liquide, la taille du matériau, la composition de l'atmosphère, la composition des eaux usées, etc.

I.B.1. Le calcaire, la calcite

Le calcaire est une roche sédimentaire principalement composée de carbonates de calcium (CaCO_3). On confond la dissolution du calcaire et celle des carbonates de calcium qu'il contient. Ces derniers peuvent cristalliser sous trois formes principales : la calcite (système cristallin rhomboédrique), l'aragonite (système orthorhombique) et la vaterite (système hexagonal). La calcite est le polymorphe le plus stable, donc le plus abondant. C'est également le polymorphe le plus étudié.

I.B.2. Influence du pH sur la dissolution de la calcite

Tous les articles trouvés décrivent des systèmes saturés en eau : un bloc de travertin ou de la roche calcaire broyée mis dans une solution acide. [4], [5], [6], [7]. Le plus souvent, les conditions expérimentales étaient très dures (pH très acides, températures et pressions partielles en CO_2 élevées). Aucun des articles ne décrit des conditions expérimentales semblables aux nôtres, à savoir un système non saturé en eau constitué de sable calcaire au travers duquel percole une solution légèrement acide.

Nous avons tout de même retenu plusieurs informations de tous ces articles :

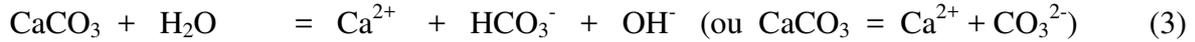
- le principal élément dissous est le calcium.
- la porosité et la perméabilité d'une roche calcaire augmentent avec le temps de contact avec la solution acide.
- l'allure de la courbe $\log R$ en fonction du pH présente trois zones distinctes³ (R est la vitesse de réaction) : une zone de pH acides où $\log R$ décroît linéairement avec le pH, donc la vitesse de réaction décroît linéairement avec l'activité de l'ion H^+ ; une zone autour de la neutralité où $\log R$ est constant ; une zone de pH basiques où $\log R$ chute. Les frontières dépendent de la pression partielle en CO_2 et de l'avancement de la réaction. [4]

Le rapport de master 2 d'Hichame Guellaf [2] indique qu'après infiltration d'une solution d'acide faible (pH = 6,5), un massif de sable calcaire retrouve ses propriétés d'infiltration initiales. Il en a déduit qu'une solution d'acide faible n'attaque le sable calcaire que de manière superficielle et que la modification est réversible. Son système expérimental était constitué d'un massif de sable calcaire traversé par de l'eau en circuit fermé (recirculation). Il ajoutait de temps en temps une solution acide et suivait l'évolution de la perméabilité du massif dans le temps.

I.B.3. Vitesse globale de réaction

Il ressort de la littérature que la dissolution de la calcite se fait selon trois réactions simultanées (Plummer et al., [4]). L'attaque acide se fait soit par l'ion hydronium H^+ , soit par l'acide carbonique (CO_2 aqueux), soit par l'eau, selon les équations suivantes :

³ Cf annexe 4



Plummer et al. [4] ont proposé une expression de la vitesse globale de réaction qui décrit bien leurs observations expérimentales. Elle s'écrit comme la somme des vitesses des trois réactions en sens direct à laquelle on déduit un terme traduisant la réaction inverse de précipitation de la calcite :

$$R = k_1 a_{\text{H}^+} + k_2 a_{\text{H}_2\text{CO}_3} + k_3 a_{\text{H}_2\text{O}} - k_4 a_{\text{Ca}^{2+}} a_{\text{HCO}_3^-}$$

où k_1 , k_2 et k_3 sont des constantes de vitesse du premier ordre dépendant de la température. La constante k_4 dépend à la fois de la température et de la pression partielle en CO_2 . Les a_i représentent les activités des constituants i .

Cette expression est valable pour toute valeur de pH, à température et pression partielle en CO_2 fixées. Cependant, selon le pH et la pression partielle en CO_2 , certains termes sont prédominants sur d'autres. Plummer et al. [4] ont alors élaboré un diagramme (P_{CO_2} , pH) montrant la contribution de chacune des réactions ci-dessus à la dissolution de la calcite (cf ci-dessous la figure 1). Sur ce diagramme figurent :

- trois domaines blancs où la dissolution de la calcite est dictée par une seule des trois réactions précédentes.
- un domaine hachuré où la dissolution de la calcite est due à la contribution significative de plus d'une seule espèce.
- trois frontières (1, 2 et 3) au niveau desquelles la contribution d'une espèce équivaut à la somme des contributions des deux autres.
- une frontière séparant le domaine de prédominance de l'ion H^+ en deux et au niveau de laquelle la contribution de l'ion H^+ est dix fois supérieure à celle de l'eau ou du CO_2 aqueux.

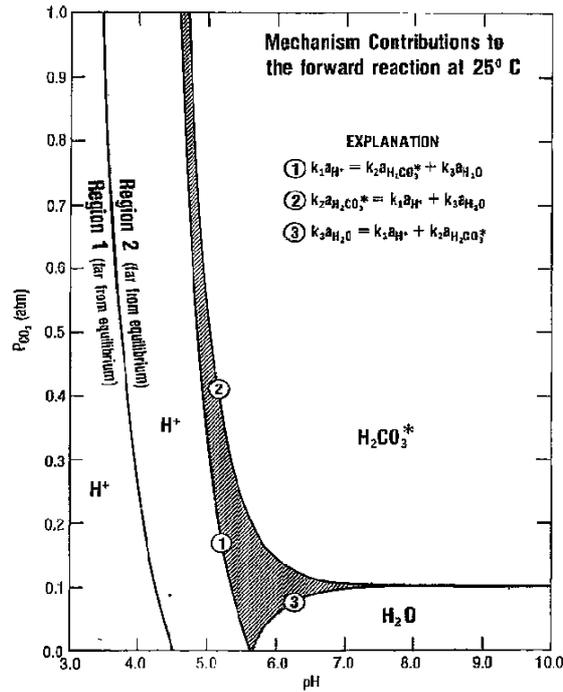


Figure 1 : contribution de l'eau, de H^+ et de H_2CO_3 (aq) à la dissolution de la calcite. (Plummer et al., 1978)

I.C. Caractéristiques des eaux usées en sortie de fosses septiques toutes eaux

N'ayant trouvé aucune donnée sur les eaux en sortie de FSTE dans la littérature française, nous nous sommes basés sur des données américaines. Plusieurs documents cités par le rapport « Septic tank effluent values » [3], dont la norme ANSI/NSF Standard 40 « pour les systèmes de traitement d'eaux usées domestiques », recommandent que le pH des effluents de sortie de fosses septiques soit compris entre 6 et 9. Aussi, les valeurs limites de pH en Floride sont 6 et 8. D'après Stuth 2003, la gamme normale de pH pour les effluents de fosses septiques domestiques est 6,5 – 7,2.

PARTIE II : ETUDE EXPERIMENTALE

Dans ce projet de recherche, il a été choisi pour l'instant de n'étudier que l'aspect chimique de la dissolution de la calcite et d'omettre les facteurs biologiques mis en jeu (acidification bactériologique due à la nitrification par exemple). C'est pourquoi, nous n'avons pas travaillé avec de l'eau usée mais avec de l'eau du robinet.

L'étude expérimentale a pour but d'évaluer l'érosion de divers massifs de sable ayant différents taux de calcite lorsqu'ils sont traversés par de l'eau du robinet légèrement acidifiée. Pour cette étude, nous avons assimilé tous les éléments calcaires à de la calcite, et tous les silicates à de la silice.

II.A. Objectifs

Le filtre à sable du dispositif d'ANC d'une habitation de 5 pièces principales (ou représentant 5 EH) doit avoir une surface minimale de 25 m², à laquelle on ajoute 5 m² par pièce principale supplémentaire. De plus, la référence usuelle en ANC est une habitation représentant 5 EH qui génère chaque jour 500 L d'eaux usées. Le filtre à sable reçoit donc quotidiennement une charge hydraulique de 20 L/j/m² (charge hydraulique = débit / surface).

Une installation classique d'ANC a une durée de vie moyenne de 10 à 15 ans. Etant donné la durée de l'étude, nous souhaitons simuler le comportement d'un filtre à sable vertical drainé et accélérer son vieillissement. Pour cela, nous avons utilisé des pilotes expérimentaux de type colonne et avons choisi d'effectuer un suivi sur deux mois. Autrement dit, nous voulions appliquer en deux mois sur les colonnes la charge hydraulique reçue en 10 ans.

La section des colonnes a une surface de 7,85.10⁻³ m². Pour appliquer sur les colonnes de sable une charge hydraulique de 20 L/j/m², il faut un débit d'alimentation de 0,16 L/j. En 10 ans de fonctionnement, les colonnes recevraient chacune 573 L d'eau. Pour verser ce même volume d'eau mais en seulement deux mois, il faut un débit d'alimentation de 9,56 L/j et donc une charge hydraulique de 1217 L/j/m².

II.B. Matériel

Pour réaliser l'étude expérimentale, nous avons à notre disposition plusieurs sables fournis par l'Union Nationale des Producteurs de Granulats, partenaire d'Irstea, et quatre pilotes de type colonne confectionnés par un technicien de l'équipe Epure.

II.B.1. Sables à disposition et échantillons de sable reconstitué

❖ Sables à disposition :

Nous disposons pour chaque sable d'un minimum de 30kg d'échantillon. Les diverses références sont listées ci-dessous :

- Sable alluvionnaire siliceux (sable filtrant roulé) utilisé comme témoin:

Producteur : DSL DAMAZAN (Lot-et-Garonne)
Classe granulaire : 0/4 mm
Composition : **3% éléments calcaires**
97% éléments siliceux
Taux de friabilité : 25%
Taux de fines : 3%

- Alluvions silico-calcaires de Meuse (roulé) :

Producteur : carrière de Charny-sur-Meuse (Meuse)
Classe granulaire : 0/4 mm
Composition : **95% éléments calcaires**
5% éléments siliceux
Taux de friabilité : 51%
Taux de fines : 1.7%

- Roche massive calcaire des Ardennes (concassé) :

Producteur : carrière de Givet (08600)
Classe granulaire : 0/4 mm
Composition : **100% éléments calcaires**
Taux de friabilité : NR%
Taux de fines : 13%

- Roche massive calcaire de Haute Marne (concassé lavé):

Producteur : carrière de Gudmont (53320)
Classe granulaire : 0/4 mm
Composition : **100% éléments calcaires**
Taux de friabilité : 31%
Taux de fines : 3.3%

- Alluvions silico-calcaires de Moselle (concassé) :

Producteur : carrière Vaglio de Jaumont (57361)
Classe granulaire : 0/6 mm
Composition : **95% éléments calcaires**
5% éléments siliceux
Taux de friabilité : NR
Taux de fines : 19.8% sur tamis 0.08mm

- Alluvions silico-calcaires de Moselle (roulé lavé) :

Producteur : carrière de Yutz (57110)
Classe granulaire : 0/4 mm
Composition : **5% éléments calcaires**
95% éléments siliceux
Taux de friabilité : NR
Taux de fines : 1%

Il est important de préciser que sur tous les sables mis à notre disposition pour cette étude seulement le sable de Damazan, celui de Vaglio et celui de Yutz sont actuellement commercialisés en tant que sables de filtration pour la constitution de filières d'assainissement.

❖ Echantillons de sable reconstitué

Pour reconstituer des sables avec différents taux de calcite, nous avons considéré que la calcite et la silice étaient les seuls constituants des sables à disposition. Ainsi, la masse de calcite dans un mélange de sable est :

$$m_{\text{calcite mélange}} = \%_{\text{calcite mélange}} * m_{\text{mélange}} \tag{1}$$

$$\begin{aligned} &= m_{\text{calcite calcaire}} + m_{\text{calcite siliceux}} \\ &= \%_{\text{calcite calcaire}} * m_{\text{calcaire}} + \%_{\text{calcite siliceux}} * m_{\text{siliceux}} \\ &= \%_{\text{calcite calcaire}} * m_{\text{calcaire}} + \%_{\text{calcite siliceux}} (m_{\text{mélange}} - m_{\text{calcaire}}) \tag{2} \end{aligned}$$

On en déduit la masse de sable calcaire, m_{calcaire} , à prélever pour chaque échantillon.

(1) = (2). D'où :

$$\%_{\text{calcite mélange}} * m_{\text{mélange}} = (\%_{\text{calcite calcaire}} - \%_{\text{calcite siliceux}}) * m_{\text{calcaire}} + \%_{\text{calcite siliceux}} * m_{\text{mélange}}$$

$m_{\text{calcaire}} = \frac{\%_{\text{calcite mélange}} - \%_{\text{calcite siliceux}}}{\%_{\text{calcite calcaire}} - \%_{\text{calcite siliceux}}} * m_{\text{mélange}}$

Et la masse de sable siliceux à prélever : $m_{\text{siliceux}} = m_{\text{mélange}} - m_{\text{calcaire}}$

On a alors préparé 5 kg de chaque mélange afin d'en avoir suffisamment pour remplir les colonnes et faire des analyses préliminaires.

Lors de chaque remplissage de colonnes, nous avons séché l'échantillon de sables à l'étuve (105°C) avant de le passer deux fois dans un diviseur-échantillonneur⁴ afin d'homogénéiser la distribution des grains. Pour préparer chaque mélange, nous avons prélevé les masses nécessaires de chaque sable, fait un premier mélange manuel avant de le passer, deux fois également, dans le diviseur-échantillonneur. Les différents mélanges sont réalisés avec les sables de Damazan et de Charny.

II.B.2. Pilotes expérimentaux

Les pilotes utilisés sont des colonnes en PVC de 10 cm de diamètre et 38 cm de hauteur. Au fond des colonnes, nous avons mis en place une couche drainante composée de gravier (8-30 mm). Nous avons ensuite déposé une géogrille basse qui empêche la migration du sable à l'intérieur de la couche drainante. Nous avons enfin rempli chaque colonne avec 30 cm d'un échantillon de sable préparés comme décrit plus haut, et déposé une géogrille haute qui permet une meilleure répartition de l'eau d'alimentation sur la section de colonne.

⁴ Cf photos en annexe 5



Figure 3 : pilote expérimental

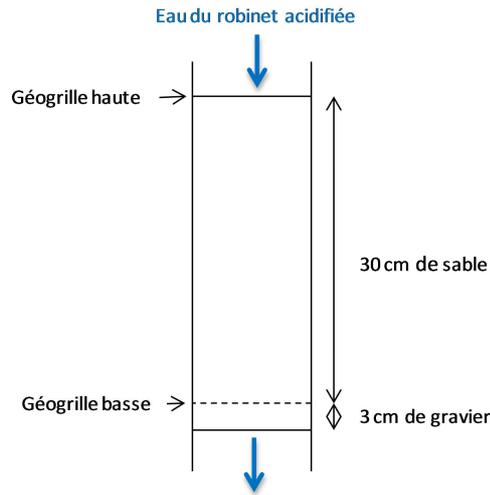


Figure 4 : Schéma du pilote expérimental

Les géogrilles sont des disques en polyéthylène tissé.



Figure 5 : géogrille basse

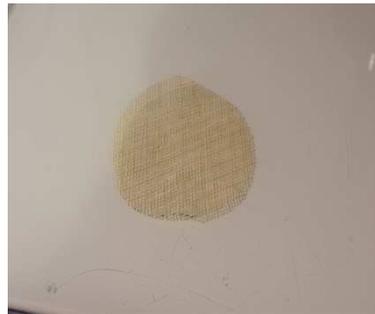


Figure 6 : géogrille haute

Chaque pilote était placé dans un bac récupérateur muni d'un trop-plein permettant de recueillir facilement l'eau en sortie de colonne pour l'analyser.

II.B.3. Alimentation des pilotes

Chaque colonne de sable était alimentée avec de l'eau du robinet dont le pH a été abaissé à 6 à l'aide d'une solution d'acide sulfurique. Cette valeur de pH correspond à la limite inférieure de la gamme de pH des effluents en sortie de fosses septiques (cf I.C.). Ainsi, on s'est placé dans des conditions à la fois réalistes et critiques vis-à-vis de la dissolution de la calcite.

D'après la figure 1, à $\text{pH} = 6$ et $P_{\text{CO}_2} = 10^{-3,5}$ atm (valeur dans l'air), on se trouve dans la zone de prédominance de l'eau. La vitesse de réaction de la dissolution doit alors être proportionnelle à l'activité de l'eau. Or, celle-ci vaut 1 puisque l'eau est solvant, donc la vitesse de réaction doit être constante et égale à k_3 .

Nous disposons d'un réservoir d'eau de 300L que nous remplissons régulièrement afin d'avoir une alimentation continue. Nous avons utilisé une pompe péristaltique permettant d'avoir un débit d'alimentation constant et égal à 9,6 L/j (charge hydraulique : 1222 L/j/m²). Deux mois de manipulation avec ce débit d'alimentation correspondent à un vieillissement de 10,05 ans.

Une installation d'ANC ne fonctionne pas en conditions saturées. En effet, la fosse septique et le filtre à sable ne reçoivent des eaux usées que par intermittence. De même, nos pilotes n'étaient pas saturés en eau. Nous avons cependant opté pour une alimentation en continu car une alimentation par bâchées aurait nécessité des débits trop importants et cela n'aurait pas été réalisable au laboratoire.

II.C. Démarche

Nous souhaitons évaluer la modification de différents massifs de sable suite au passage d'eau du robinet légèrement acidifiée. Pour cela, nous avons suivi l'évolution des eaux en sortie des colonnes (pH, conductivité et concentration des ions Ca²⁺, Mg²⁺, HCO₃⁻ et CO₃²⁻), et comparé la granulométrie et le taux d'absorption d'eau des massifs avant et après expérience.

II.C.1. Analyses préliminaires

Avant de lancer l'expérience, nous avons soumis les sables aux tests suivants : analyse granulométrique et mesure du taux d'absorption d'eau.

❖ Analyse granulométrique

Nous avons effectué un tamisage par voie sèche selon la norme NF P 94-056⁵, et obtenu les courbes granulométriques ci-dessous :

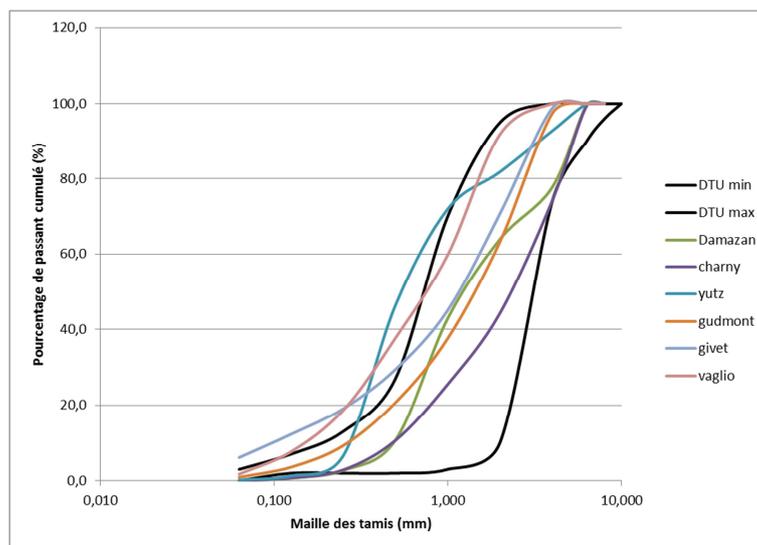


Figure 7 : courbes granulométriques des sables

Les six courbes granulométriques se trouvent dans une grande majorité à l'intérieur du fuseau défini par le DTU 64.1. Toutefois, le sable de Givet est totalement hors fuseau pour la partie

⁵ Extraits de la norme en annexe 4

basse de la courbe (trop de particules fines) et les sables de Yutz et Vaglio sont hors fuseau pour le milieu de la courbe, ce qui est préoccupant pour ces deux références actuellement commercialisées pour la constitution de filières ANC. Un retour terrain sur des installations ayant été réalisées avec ces matériaux serait enrichissant. On note également que tous les coefficients d'uniformité (CU) ne sont pas compris entre 3 et 6, et les taux de fines ne sont pas tous inférieurs à 3% mais certaines références de sables ne sont clairement pas destinées à la réalisation de filières d'assainissement. Le tableau ci-dessous reprend les valeurs mesurées pour chaque échantillon.

Damazan		Charny		Yutz	
d10 :	0,28	d10 :	0,24	d10 :	0,27
d60 :	1,60	d60 :	1,53	d60 :	0,77
CU :	5,68	CU :	6,35	CU :	2,82
Gudmont		Givet		Vaglio	
d10 :	0,27	d10 :	0,10	d10 :	0,15
d60 :	1,87	d60 :	1,58	d60 :	1,01
CU :	7,03	CU :	15,47	CU :	6,62

Tableau 1 : Valeurs de d_{10} , d_{60} et CU des différents échantillons

Plus un sable contient de particules fines, plus son d_{10} diminue et plus sa courbe granulométrique se déplace vers la gauche. On note bien cette tendance générale sur le graphique ci-dessus.

❖ Mesure du taux d'absorption d'eau des sables

Irstea n'ayant pas le matériel nécessaire pour réaliser cette analyse, elle a été réalisée par la société Sigma béton (adhérent UNPG)⁶. Les résultats sont présentés par la suite. Les sables de Yutz et Vaglio n'ont pas subi cette analyse.

II.C.2. Montage et suivi des pilotes

Le suivi des pilotes consistait à analyser régulièrement l'eau en sortie des colonnes. L'eau d'alimentation était également analysée. Les réactions principales qui pouvaient avoir lieu sont la dissolution et la re-précipitation de la calcite contenue dans les sables. Nous avons donc choisi de mesurer le pH, la conductivité, les concentrations en cations Ca^{2+} et Mg^{2+} et en anions HCO_3^- et CO_3^{2-} .

Ci-dessous, le schéma du montage expérimental. Une photo se trouve en annexe 6.

⁶ Protocole expérimental en annexe 5

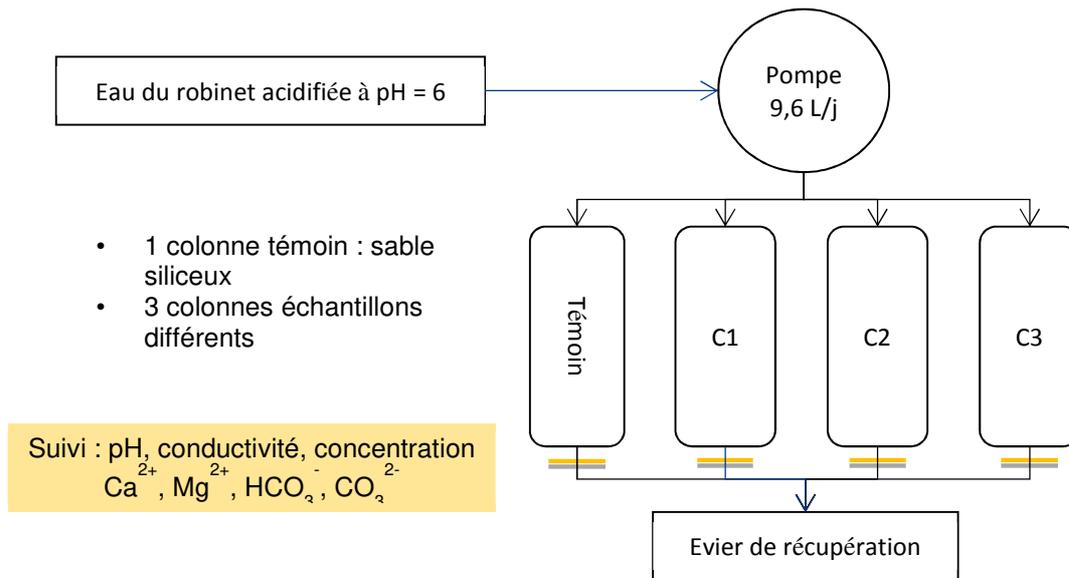


Figure 8 : schéma du montage expérimental

- Ce rapport présente les résultats de 4 expériences qui s'organisent comme suit :
- Damazan (témoin), 10%, 30% et 50% (teneur en calcaire recomposée) : expérience 1
- Damazan, 15%, 20% et 25% (teneur en calcaire recomposée) : expérience 2
- Damazan, Charny, Givet et Gudmont : expérience 3
- Damazan, Yutz et Vaglio : expérience 4

N'ayant que 4 colonnes à notre disposition et réalisant un suivi sur 2 mois à chaque expérience, la mise en œuvre de ces 4 expériences a duré 8 mois.

II.C.3 Analyses a posteriori

Après les deux mois d'expérience, nous avons refait les mêmes tests que lors des analyses préliminaires afin d'évaluer l'évolution des massifs de sable et leur érosion. Nous avons également pesé certaines colonnes dans le but d'évaluer la perte de masse.

Partie III : RESULTATS ET DISCUSSIONS

Nous avons réalisé de nombreux prélèvements ponctuels durant toute la durée de l'expérience pour faire des analyses, en collaboration avec le LAMA, afin de suivre l'évolution des colonnes de sable. Nous avons également tenté d'établir des relations entre les différents paramètres mesurés.

III.A. Résultats expérimentaux

III.A.1. Suivi temporel des eaux en sortie des colonnes

Tous les suivis temporels réalisés ont la même tendance, c'est pour cette raison que nous ne présenterons ici que les résultats de l'expérience 1. La totalité des résultats des autres expériences se trouve en annexe 7.

❖ Suivi du pH

Le pH des eaux en sortie des colonnes est toujours supérieur à celui de l'alimentation. On note un écart de 1,5 à 2 unités de pH. Les eaux de sortie ont des pH très proches. Cependant, on remarque que les eaux en sortie des colonnes témoin et C1 (3% et 10% de calcite) sont généralement plus basiques que celles en sortie des colonnes C2 et C3 (30% et 50% de calcite).

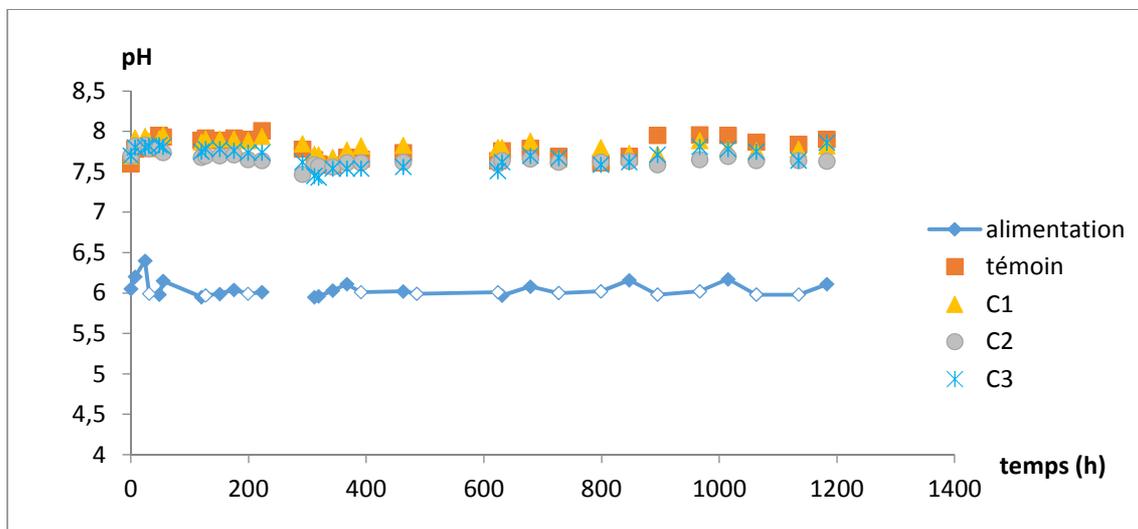


Figure 9 : évolution temporelle du pH des eaux en sortie des colonnes

❖ Suivi de la conductivité

La conductivité des eaux en sortie des colonnes est supérieure à celle de l'alimentation. Ces eaux contiennent plus d'ions que l'alimentation et nous conforte dans l'hypothèse d'une dissolution de la calcite contenue dans les colonnes de sable.

On remarque aussi que plus une colonne est riche en calcite, plus la conductivité de l'eau en sortie est grande.

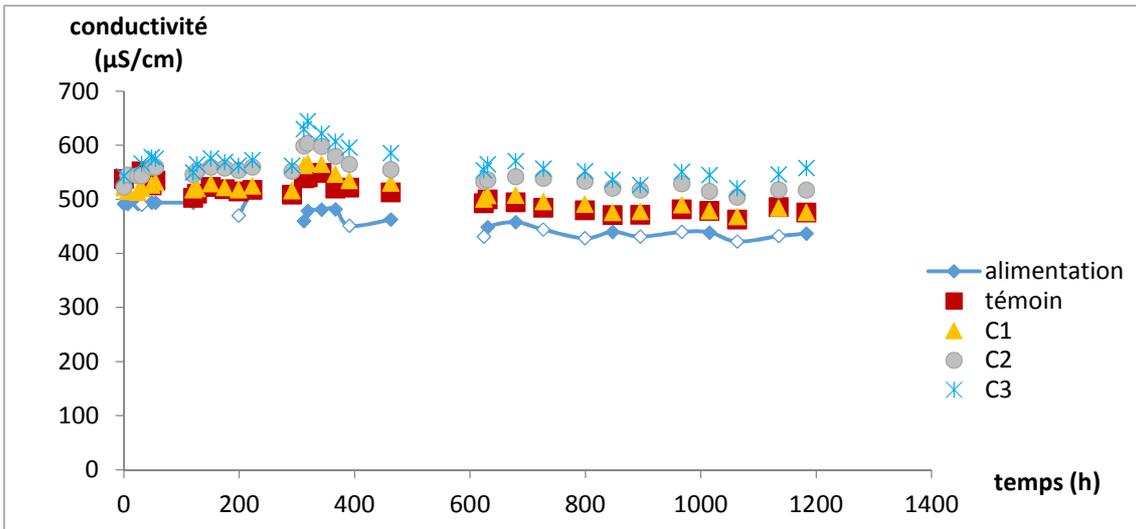


Figure 10 : évolution temporelle de la conductivité des eaux en sortie des colonnes

❖ Suivi des concentrations de HCO_3^- et de Ca^{2+}

Les eaux en sortie des colonnes sont plus riches en ions calcium et hydrogénocarbonates que l'alimentation. Cette observation confirme la dissolution de la calcite à l'intérieur des colonnes. Aussi, plus une colonne est riche en calcite, plus les concentrations de ces deux ions sont importantes en sortie.

L'allure des courbes du suivi temporel des quatre colonnes est semblable à celle de la courbe de l'alimentation.

Contrairement au pH, à la conductivité et la concentration des ions calcium, la concentration des ions HCO_3^- de l'alimentation variait de façon significative.

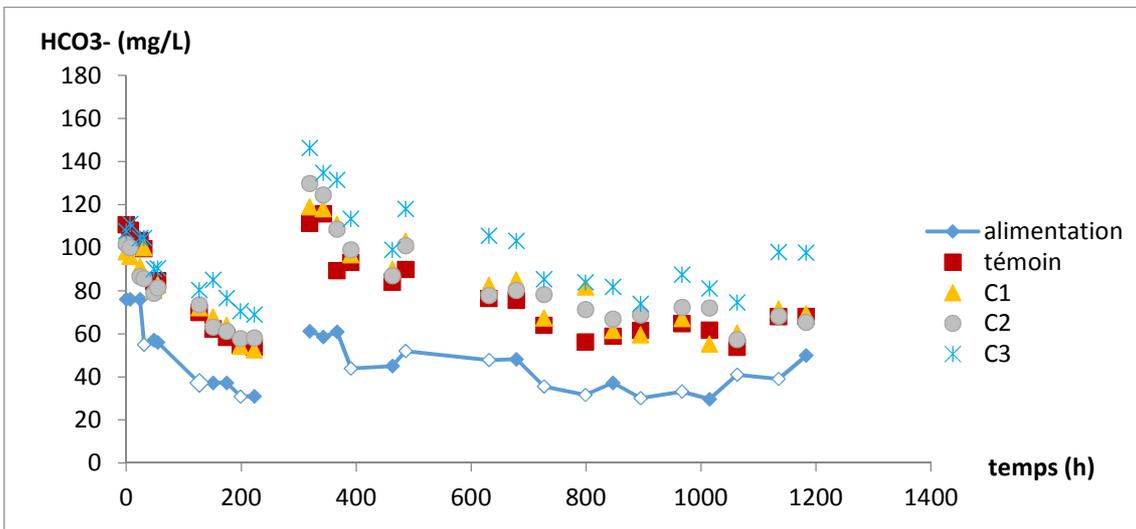


Figure 11 : évolution temporelle de la concentration de HCO_3^- en sortie des colonnes

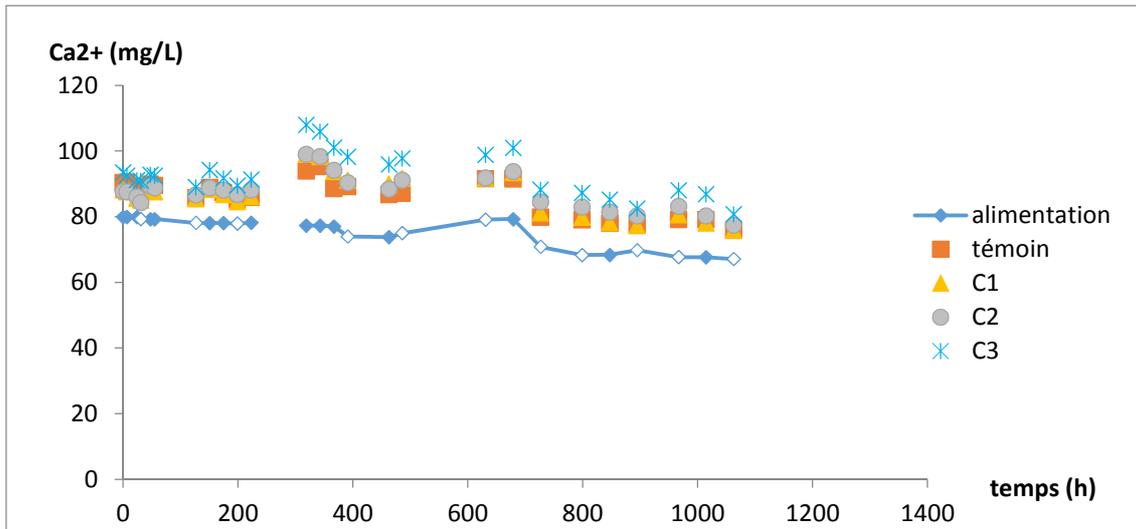


Figure 12 : évolution temporelle de la concentration de Ca^{2+} en sortie des colonnes

Remarques :

- 1- En début de semaine 3, c'est-à-dire autour de 300h, nous avons dû changer tous les tuyaux du dispositif (tuyaux d'alimentation et d'évacuation des trop-pleins). Nous avons aussi nettoyé les bacs récupérateurs, ce qui implique le transvasement des eaux dans d'autres contenants et donc une certaine homogénéisation de ces eaux. Cela pourrait expliquer l'augmentation brutale de la conductivité et des concentrations en Ca^{2+} et HCO_3^- dans cette région. On ne note cependant aucune incidence sur les valeurs de pH.
- 2- Le pH des eaux en sortie des colonnes ne permettait pas l'existence des ions bicarbonates ($\text{pKa HCO}_3^- / \text{CO}_3^{2-} = 10,3$).

❖ Suivi des concentrations de Mg^{2+}

La teneur en ions magnésium de l'alimentation était stable et égale à 6 mg/L jusqu'à la fin de la cinquième semaine de manipulation (727h) où elle a diminué et atteint 5 mg/L. Dans les deux cas, les teneurs en Mg^{2+} des eaux en sortie des colonnes étaient comparables à celle de l'alimentation. On en conclut que les carbonates de magnésium présents dans les sables ne sont pas dissous.

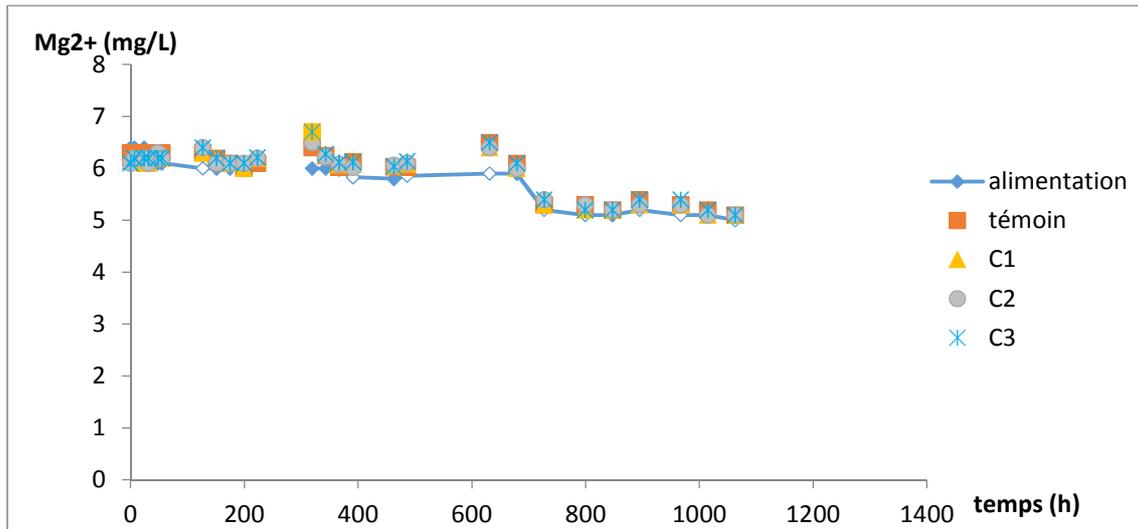


Figure 13 : évolution temporelle de la concentration en Mg^{2+} en sortie de colonnes

III.A.2. Granulométrie, adsorption en eau et perte de masse

Pour l'exploitation des résultats, nous nous sommes basé sur trois mesures : la granulométrie du sable, le coefficient d'absorption en eau et la perte de masse. Ces trois analyses ont été réalisées avant et après expérience pour pouvoir faire un comparatif. Vous trouverez ci-dessous les courbes granulométriques des sables avant et après expérience afin d'établir si la mise en contact d'une eau acide avec un massif de sables contenant différentes proportions de calcaire influence la granulométrie de ce dernier.

L'analyse du coefficient d'absorption en eau peut nous indiquer si le contact avec l'eau à engendrer une érosion des grains susceptible de faire augmenter la porosité du matériau et a fortiori sa capacité à retenir l'eau en son sein.

La perte de masse est indicatrice de l'érosion du massif et nous informe sur la stabilité du matériau soumis à une eau acide. Cette perte de masse est déterminée d'une part par la stoechiométrie de la réaction chimique de dissolution et d'autre part par des pesées avant et après expérience. La perte de masse par pesée n'a pu être réalisée sur les expériences 1 et 2 faute de pesées initiales.

Ces résultats sont présentés par la suite de manière chronologique de l'expérience 1 à 4.

Expérience 1

- Granulométrie

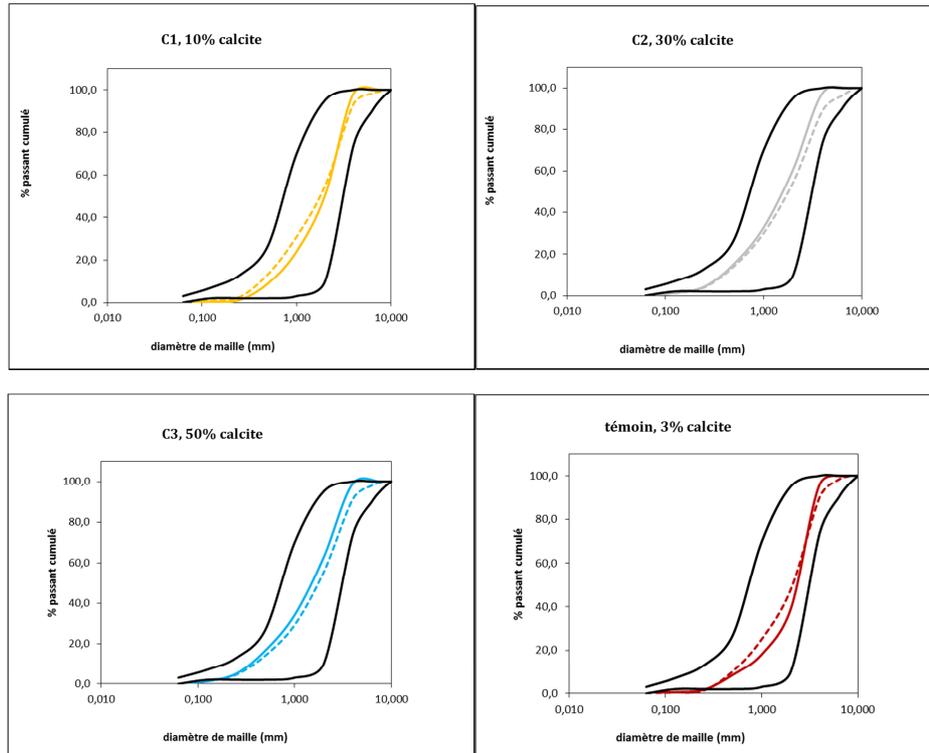


Figure 14 : évolution de la granulométrie des colonnes (exp1)

A l'analyse des courbes granulométriques sur chaque échantillon, nous ne notons aucune différence significative entre avant (courbe pleine) et après (courbe pointillée). Pour les matériaux contenant une grande proportion de calcaire (C2 et C3), les courbes granulométriques ont tendance à se décaler légèrement vers la droite. Cette tendance est inversée pour l'échantillon témoin et C1 où dans le bas de la courbe cette dernière a tendance à se décaler vers la gauche. Notons que la courbe avant expérience du Témoin est différente par rapport à la courbe fournie dans la fiche technique du produit. Ceci résulte sûrement d'une prise d'échantillon non représentative (sable non homogénéisé avec le répartiteur par exemple)

- Coefficient d'absorption en eau

		Témoin		10%		30%		50%	
		Av	Ap	Av	Ap	Av	Ap	Av	Ap
Masse volumique réelle (en Mg/m ³)	prd	2,6	2,6	2,6	2,6	2,5	2,5	2,0	2,5
Coefficient d'absorption d'eau de la fraction 0/4 mm, fines incluses (en %)	Ab	0,5	0,4	0,8	0,6	1,7	1,3	2,6	2,4

Tableau 2 : Valeurs de masse volumique et coefficient d'absorption en eau des différents échantillons

Au même titre qu'avec les courbes granulométriques, l'analyse des coefficients d'absorption en eau ne révèle aucune différence significative entre avant et après l'expérience. La norme analytique précisant les pourcentages d'erreurs liés à la méthode, l'UNPG nous a confirmé qu'il n'y avait pas de différence entre les échantillons avant et après expérience.

- **Perte de masse**

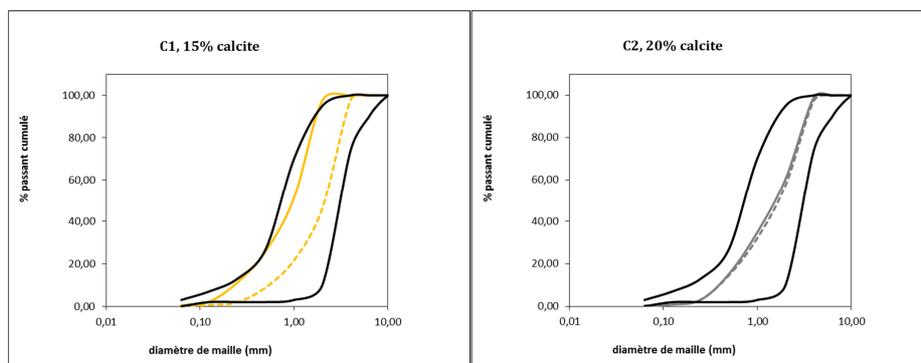
colonne	témoin	C1	C2	C3
masse calcite initiale (kg)	0,126	0,434	1,307	2,129
masse calcite dissoute (g)	4,46	4,9	6,52	7,5
% calcite dissoute	3,54	1,13	0,5	0,35

L'analyse de la perte de masse par dissolution de la calcite confirme les expériences d'avant. La masse perdue est faible en termes de poids. Plus la proportion de calcite est importante dans l'échantillon de base plus cette dernière semble se dissoudre. Toutefois en regard de la teneur initiale la proportion qui s'est dissoute ne dépasse pas 4% de la masse initiale de calcite.

Tous ces résultats ont été analysé à posteriori en comité de pilotage et nous avons préalablement décidé en fonction des résultats de partir sur la détermination d'un seuil de calcite maximum pour les sables constituant des filières d'ANC. C'est pour cette raison que nous avons poursuivi les expérimentations pour cerner la teneur des 20% de calcite.

Expérience 2

- **Granulométrie**



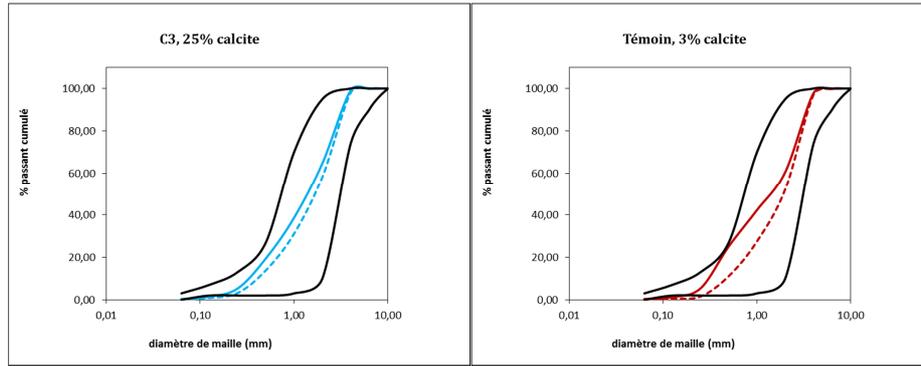


Figure 15 : évolution de la granulométrie des colonnes (exp2)

A l'analyse des courbes granulométriques sur les échantillons C2 et C3, nous ne notons aucune différence significative entre avant (courbe pleine) et après (courbe pointillée). Pour les échantillons C1 et Témoin, la courbe granulométrique après expérience semble se décaler vers la droite significativement.

- Coefficient d'absorption en eau

		Témoin		15%		20%		25%	
		Av	Ap	Av	Ap	Av	Ap	Av	Ap
Masse volumique réelle (en Mg/m ³)	prd	2,6	2,6	2,6	2,6	2,6	2,6	2,6	2,6
Coefficient d'absorption d'eau de la fraction 0/4 mm, fines incluses (en %)	Ab	0,5	0,6	1,1	1,2	1,3	1,5	1,5	1,6

Tableau 4 : Valeurs de masse volumique et coefficient d'absorption en eau des différents échantillons

Au même titre qu'avec les courbes granulométriques, l'analyse des coefficients d'absorption en eau ne révèle aucune différence significative entre avant et après l'expérience. La norme analytique précisant les pourcentages d'erreurs liés à la méthode, l'UNPG nous a confirmé qu'il n'y avait pas de différence entre les échantillons avant et après expérience.

- Perte de masse

colonne	témoin	C1	C2	C3
masse totale initiale (kg)	4,2	4,2	4,2	4,2
masse calcite dissoute (g)	1,67	2,7	3,1	3,09
% masse perdue	0,04	0,06	0,07	0,07

Tableau 5 : perte de masse des différents échantillons

L'analyse de la perte de masse par dissolution de la calcite confirme les expériences d'avant. La masse perdue est faible en termes de poids. Plus la proportion de calcite est importante dans l'échantillon de base plus cette dernière semble se dissoudre. Toutefois en regard de la masse totale initiale, la proportion qui s'est dissoute ne dépasse pas 0.1% de la masse initiale.

Suite au deux premières expériences, il a été décidé en comité de pilotage de mener une troisième expérience avec des sables 100% calcaire et notre Témoin. Il a été identifié sur le bassin de l'agence de l'eau Rhin-Meuse 3 références de sable pouvant répondre à nos critères afin de mener à bien cette troisième expérience.

Expérience 3

- Granulométrie

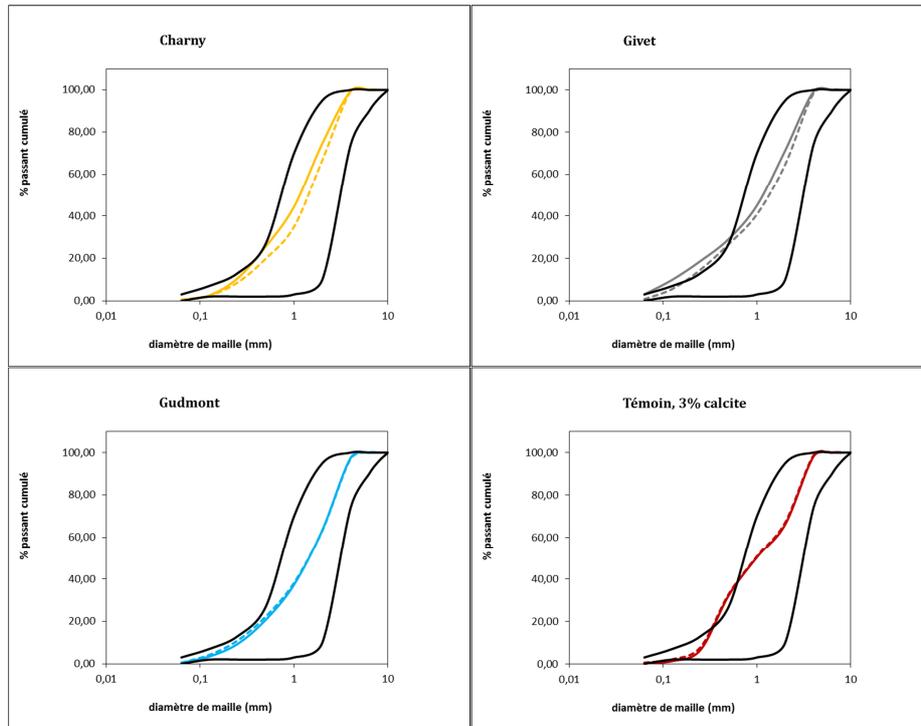


Figure 16 : évolution de la granulométrie des colonnes (exp3)

A l'analyse des courbes granulométriques sur chaque échantillon, nous ne notons aucune différence significative entre avant (courbe pleine) et après (courbe pointillée). Pour Gudmont et notre Témoin les courbes sont mêmes superposées.

- Coefficient d'absorption en eau

		Témoin		gudmont		givet		charny	
		Av	Ap	Av	Ap	Av	Ap	Av	Ap
Masse volumique réelle (en Mg/m^3)	prd	2,6	2,6	2,6	2,6	2,7	2,7	2,5	2,5
Coefficient d'absorption d'eau de la fraction 0/4 mm, fines incluses (en %)	Ab	0,6	0,7	2,2	2,4	1,5	0,9	3,5	3,8

Tableau 6 : Valeurs de masse volumique et coefficient d'absorption en eau des différents échantillons

Au même titre qu'avec les courbes granulométriques, l'analyse des coefficients d'absorption en eau ne révèle aucune différence significative entre avant et après l'expérience. Il est important de noter que les résultats obtenus sur le matériau Givet sont biaisés du fait que nous avons réalisé l'analyse « avant » avec les fines et que celles-ci ont été retirées lors d'un

deuxième remplissage de la colonne suite à un colmatage précoce en lien avec les fines présentes dans ce matériau. Donc l'analyse « après » a eu lieu sans les fines.

- **Perte de masse**

colonne	témoin	Gudmont	Givet	Charny
masse totale initiale (kg)	4,538	3,811	4,548	3,973
masse calcite dissoute (g)	4,77	4,98	4,27	4,48
% masse perdue	0,11	0,13	0,09	0,11

Tableau 7 : perte de masse des différents échantillons

	pds av	pds ap	perte en g	perte en %
Témoin	4538	4517	21	0,46
Gudmont	3811	3790	21	0,55
Givet	4548	4507	41	0,90
Charny	3973	3960	13	0,33

Tableau 8 : perte de masse des différents échantillons

L'analyse de la perte de masse par dissolution de la calcite confirme les expériences d'avant. La masse perdue est faible en termes de poids. Toutefois en regard de la masse totale initiale, la proportion qui s'est dissoute ne dépasse pas 0.1% de la masse initiale.

La mesure par pesées bien que présentant des résultats supérieurs en termes de perte de masse est tout à fait en adéquation avec la stœchiométrie à savoir une perte de masse inférieure à 1% par rapport à la masse totale de chaque colonne. Nous remarquerons juste une proportion perdue au minimum 2 fois supérieure sur le sable de Givet, certainement due à une forte teneur en fines.

Expérience 4

Pour cette quatrième expérience, nous avons mis en place une nouvelle méthode pour extraire le matériau de la colonne afin de pouvoir réaliser des granulométries sur des échantillons stockés à des hauteurs différentes. Cette idée est née du constat que lors des expériences précédentes, la granulométrie était réalisée sur le matériau une fois que la colonne était vide. De ce fait, l'intégralité du sable était re-mélangée lissant donc les effets érosifs lié à l'eau

acide. Le comité de pilotage a donc validé la mise en place d'un piston au sein de la colonne pouvant démouler cette dernière par tranches de 10cm. L'idée principale était de savoir si les particules fines générées par l'eau acide ne se stockaient pas en profondeur au sein de la colonne. Les résultats obtenus sont présentés ci-dessous.

- **Granulométrie**

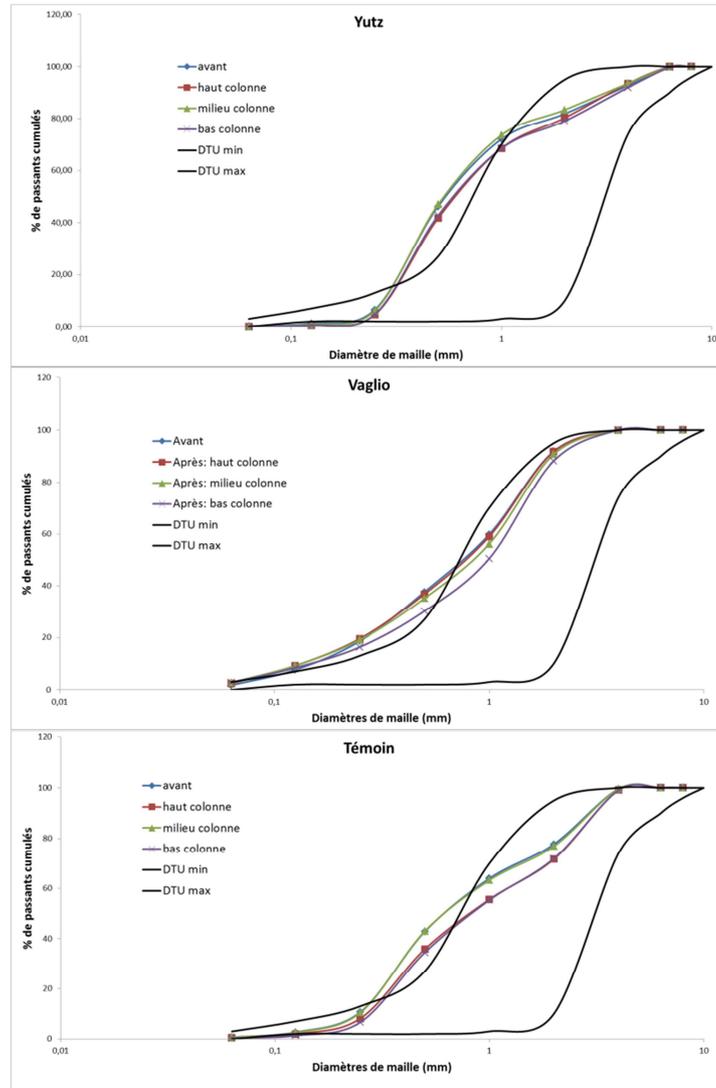


Figure 17 : évolution de la granulométrie des colonnes (exp4)

Malgré la mise en place de cette nouvelle méthodologie de vidange des colonnes, nous constatons qu'il n'y pas de différence significatives entre avant et après l'expérience quelle que soit la hauteur à laquelle la granulométrie est réalisée et quel que soit le matériau analysé.

- **Coefficient d'absorption en eau**

Fort de notre retour sur les expériences précédentes, nous avons jugé inutile de réaliser cette analyse en prestation.

- **Perte de masse**

colonne	témoin	Yutz	Vaglio
masse totale initiale (kg)	4,644	4,196	3,718
masse calcite dissoute (g)	2,26	2,49	5,8
% masse perdue	0,05	0,06	0,16

Tableau 9 : perte de masse des différents échantillons

	pds av	pds ap	perte en g	perte en %
témoin	4644	4548	96	2,07
Yutz	4196	4158	38	0,91
Vaglio	3718	3679	39	1,05

Tableau 10 : perte de masse des différents échantillons

L'analyse de la perte de masse par dissolution de la calcite confirme les expériences d'avant. La masse perdue est faible en termes de poids. Plus la proportion de calcite est importante dans l'échantillon de base plus cette dernière semble se dissoudre. Toutefois en regard de la masse totale initiale, la proportion qui s'est dissoute ne dépasse pas 0.2% de la masse initiale.

La mesure par pesées, bien que présentant des résultats supérieurs en termes de perte de masse, est tout à fait en adéquation avec la stœchiométrie à savoir une perte de masse inférieure à 2% par rapport à la masse totale de chaque colonne.

La perte de masse la plus grande étant sur notre sable Témoin, il y a fort à parier que cette dernière soit liée à la perte d'éléments fins plus qu'à la dissolution de la calcite que le sable contient.

III.B. Discussion des résultats

Les différents suivis de deux mois simulent la charge hydraulique reçue par un filtre sur une période de dix ans environ. Les résultats obtenus durant les 4 expériences que nous avons réalisées montrent que la percolation d'eau du robinet légèrement acidifié (pH 6,5) ne semble pas générer une érosion du massif de sable. La dissolution de la calcite contenue dans les massifs semble être limitée par le simple fait que la mise en contact de l'eau acide avec la calcite tamponne et fait remonter le pH de l'eau à la neutralité et ce dans les premiers

centimètres de la colonne. Les valeurs de pH mesurées en sortie de colonne montrent des valeurs légèrement basiques (7,2 à 8,3) ce qui renforce cette hypothèse.

Les impacts sur la granulométrie sont également minimales car quel que soit le matériau, les courbes avant et après sont pratiquement superposées.

En regardant un peu plus en détail les coefficients d'uniformité (tableau ci-dessous), on constate que les variations avant et après l'expérience sont faibles de l'ordre de 0.1 sur le CU sauf pour les sables de Givet et Vaglio. Pour Givet, la différence est majoritairement due au fait que l'analyse avant a été réalisée avec les fines alors que suite à un colmatage de la colonne, nous avons éliminé les fines sans refaire l'analyse granulométrique. L'analyse post expérience sur Givet n'est donc pas représentative du matériau brut que nous avons reçu.

	Damazan		Charny		Yutz	
	avant	après	avant	après	avant	après
d10	0,28	0,27	0,24	0,28	0,27	0,29
d60	1,6	1,57	1,53	1,78	0,77	0,84
CU	5,68	5,77	6,35	6,28	2,82	2,94
	Gudmont		Givet		Vaglio	
	avant	après	avant	après	avant	après
d10	0,27	0,23	0,1	0,19	0,15	0,13
d60	1,87	1,87	1,58	1,81	1,01	1,11
CU	7,03	8,05	15,47	9,72	6,62	8,28

Tableau 11 : perte de masse des différents échantillons

L'analyse des coefficients d'absorption en eau n'a montré aucune différence significative entre avant et après l'expérience. Les écarts que nous obtenons sont compris dans l'erreur de mesure.

Quant à la perte de masse, les pourcentages perdus en rapport de la masse totale de matériau au sein de la colonne sont inférieurs à 2 % dans la totalité des cas.

CONCLUSION

Cette étude montre que le colmatage des massifs de sable contenant une forte proportion de calcaire n'est pas dû à des phénomènes d'érosion chimique strictement lié au pH des eaux qui y percolent. Toutefois ces résultats ne sont pas représentatifs de la réalité des phénomènes subis par les filtres à sables en ANC. En effet, les phénomènes de colmatage des massifs filtrants peuvent être de trois origines : chimique, physique et biologique. Dans notre étude nous n'avons abordé qu'une des trois origines en travaillant avec de l'eau du robinet. Il faudrait donc pour envisager une mise en œuvre avec ce type de matériaux compléter l'étude en caractérisant le colmatage biologique. D'un point de vue microbiologique, de nombreuses publications montrent que la présence de calcaire entraîne une augmentation de l'activité nitrifiante des bactéries conduisant à l'augmentation de la biomasse et à un colmatage plus rapide [8], [9] et [10] (Koenig & Liu, 2002; Krekeler, Argyilan, Lepp, & Kearns, 2009; Qureshi et al., 2004). Il ne semble donc pas, sans étude approfondie, opportun de mettre en œuvre des matériaux contenant une forte proportion de calcaire.

De plus les matériaux calcaires, bien que présentant des friabilités variables sont loin d'égaliser les matériaux siliceux sur ce paramètre. La friction inter-grain générée lors du transport des matériaux étant inéluctable, il est à l'heure actuelle fortement déconseillé de mettre en place des matériaux susceptibles de générer des fines lors de cette opération de transport. Les fines étant les principales responsables du colmatage physique des massifs de sables.

En perspectives à cette étude, il est impératif de compléter nos travaux de recherche avec un suivi poussé des matériaux calcaires en les alimentant avec de véritables eaux usées domestiques afin de confirmer ou d'infirmer les informations relatées dans la bibliographie internationale. De plus, il faudrait également étudier différents taux de fines afin de savoir si la valeur actuelle de 3% peut être majorée.

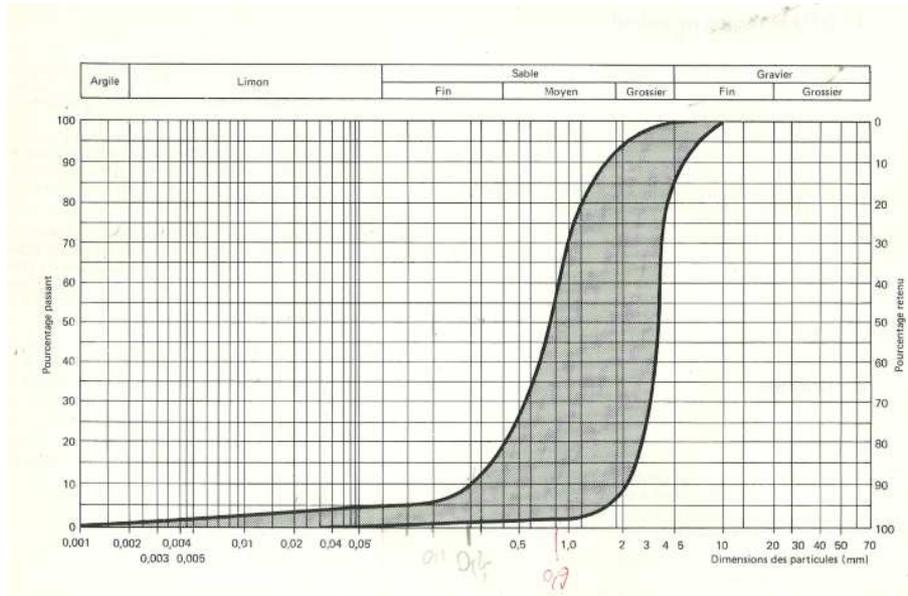
BIBLIOGRAPHIE

- [1] Document technique unifié AFNOR DTU 64.1, décembre 1992.
« Mise en œuvre des dispositifs d'assainissement autonome ».
- [2] Hichame Guellaf, 1999
Rapport de master 2 : « *Les massifs de sable dans les filières "cultures fixées sur supports fins" : caractérisation granulométrique, hydraulique et minéralogique* »
- [3] Washington State Department of Health Rule Development Committee, 2004
Rapport : « Septic tank effluent values »
- [4] L. N. Plummer, T. M. L. Wigley, and D. L. Parkhurst, 1978
« The kinetics of calcite dissolution in CO₂-water systems at 5° to 60°C and 0,0 to 1,0 atm CO₂ ». *American Journal of Science*
- [5] Lei Chou, Robert M. Garrels, and Roland Wollast, 1989
« Comparative study of the kinetics and mechanisms of dissolution of carbonate minerals ». *Chemical Geology*
- [6] Layella Ziyani, Vincent Gaudefroy, Valéry Ferber, Dimitri Deneele, and Ferbat Hammoum, 2014
« Chemical reactivity of mineral aggregates in aqueous solution : relationship with bitumen emulsion breaking ». *Journal of Materials Science*
- [7] Eric Yuji Yasuda, Ronaldo Gonçalves dos Santos, and Osvaldo Vidal Trevisan, 2013
« Kinetics of carbonate dissolution and its effects on the porosity and permeability of consolidated porous media ». *Journal of Petroleum Science and Engineering*
- [8] Koenig, A., & Liu, L. H. (2002). Use of limestone for pH control in autotrophic denitrification: Continuous flow experiments in pilot-scale packed bed reactors. *Journal of Biotechnology*. [https://doi.org/10.1016/S0168-1656\(02\)00183-9](https://doi.org/10.1016/S0168-1656(02)00183-9)
- [9] Krekeler, M. P. S., Argyilan, E. P., Lepp, J., & Kearns, L. E. (2009). Investigation of calcareous beach sands in the Akumal and Tulum areas for use in constructed wetlands, eastern Yucatan peninsula. *Environmental Earth Sciences*. <https://doi.org/10.1007/s12665-009-0039-z>
- [10] Qureshi, S., Richards, B. K., Steenhuis, T. S., McBride, M. B., Baveye, P., & Dousset, S. (2004). Microbial acidification and pH effects on trace element release from sewage sludge. *Environmental Pollution*. <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2004.03.024>

Annexes

Annexe 1 : fuseau granulométrique du sable filtrant.

Source : DTU 64.1, page 36



Annexe 2 : allure de la courbe log R en fonction du pH.

Source: L. N. Plummer, T. M. L. Wigley, and D. L. Parkhurst, 1978. « The kinetics of calcite dissolution in CO₂-water systems at 5° to 60°C and 0,0 to 1,0 atm CO₂ ». *American Journal of Science*

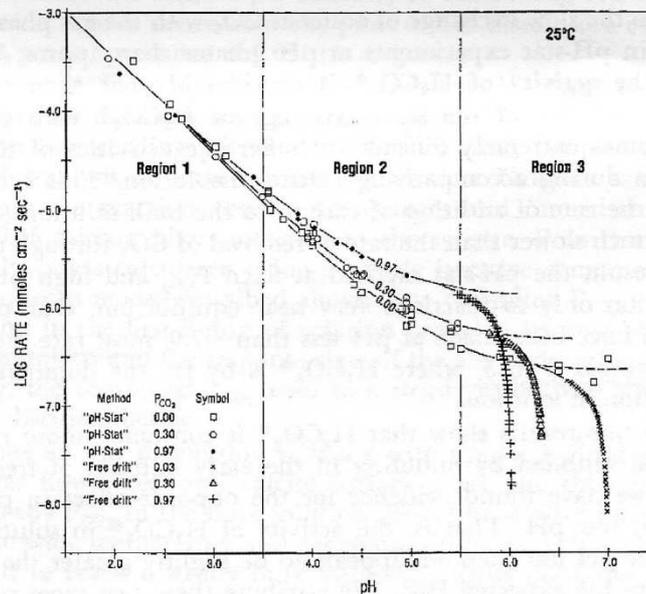


Fig. 1. Log rate of calcite dissolution (mmoles dissolved cm⁻² sec⁻¹) as a function of bulk fluid pH and P_{CO₂} in stirred solutions at 25°C. Results from pH-stat (far from equilibrium) and free drift experiments are given. Boundaries between regions 1, 2, and 3 are shown for dissolution at 1 atm CO₂, but, in general, the boundaries are a function of P_{CO₂} and reaction progress (see text).

Annexe 3 : diviseur-échantillonneur.



Annexe 4 : extraits de la norme NF P 94-056 (mars 1996) : tamisage par voie sèche.

Tamisage par voie sèche selon la norme NF P 94-056 (mars 1996)

Préparation au préalable

Matériel nécessaire

- 21 tamis de différents diamètres de mailles : 12.5 à 0.08 mm
- bac alu adapté aux tamis
- la tamiseuse (vibro-tamis de marque Octagon)
- 1 balance (précision ≥ 0.1 g)
- 1 feuille de papier A3
- 1 coupelle aluminium ou verre
- 1 gros tournevis
- (appareil à ultrasons)
- (diviseur)

Matériau à tamiser

Le matériau doit être :

- propre : sans matière organique par exemple
- sec : passage en étuve à 105°C (non nécessaire pour les matériaux secs, 1 à 2 h pour les matériaux humides) puis au dessiccateur (2 h)

Peser la masse de matériau à tamiser : de 500 à 900 g.

Utilisation de la tamiseuse

Premièrement, placer le bac alu adapté au tamis au fond de la machine.

Superposer un maximum de 7 tamis sur ce bac alu, le maillage le plus gros en haut de la pile (12.5 mm /ex). Verser le matériau, préalablement pesé, en haut de la pile. Appliquer le couvercle et serrer fortement les vis de chaque côté.

Brancher la tamiseuse (bouton ON/OFF à l'arrière de l'appareil). Un programme par défaut permet de réaliser la granulométrie :

- n° de programme (AMP) n°6
- durée ≈ 20 minutes

Lancer le programme (Start).

Pesée de chaque tamis après tamisage

Il a parfois été noté que chaque tamis peut être pesé directement sur la balance. De part la taille de la balance et l'imprécision liée au tamis (nettoyage pas forcément très bien effectué par l'utilisateur précédent, poids du tamis à vide peu précis, évolution du poids du tamis dans le temps par usure, etc.), cette solution semble peu adaptée.

Par expérience, il est plutôt préconisé de vider le contenu de chaque tamis sur la feuille A4 : retourner le tamis puis vider tous les grains de matériau coincés dans les mailles grâce au tournevis (en douceur !). ATTENTION, ne pas utiliser le tournevis pour les tamis les plus fins (n° 14 à 21, soit de 0.63 à 0.08 mm), celui-ci risquerait d'endommager le maillage fin et fragile. Puis vider le contenu de cette feuille dans une coupelle et peser. La coupelle aura au préalable été tarée.

Noter ainsi la masse contenue dans chaque tamis, afin d'évaluer la masse de matériau ayant passé au travers du tamis de diamètre supérieur.

Annexe 5 : protocole expérimental du test d'absorption d'eau des sables

Source : extraits de la norme P 18-555, « Mesures des masses volumiques, coefficients d'absorption et teneur en eau des sables »

7 EXÉCUTION DE L'ESSAI

7.1 Détermination de la masse de l'échantillon à sa teneur en eau en l'état

Peser l'échantillon, soit M sa masse.

7.2 Détermination dans l'air de la masse sèche de l'échantillon

Sécher l'échantillon à l'étuve à $105 \text{ °C} \pm 5 \text{ °C}$ jusqu'à masse constante c'est-à-dire jusqu'à ce que deux pesées successives de l'échantillon, séparées d'une heure, ne diffèrent pas de plus de 0,1 %.

Le laisser refroidir et le peser, soit M_s sa masse.

7.3 Détermination dans l'air de la masse de l'échantillon imbibé

Immerger l'échantillon dans l'eau pendant 24 h à 20 °C à la pression atmosphérique en utilisant le minimum d'eau.

Étaler l'échantillon sur une surface plane non absorbante, ceci permet d'éliminer l'eau excédentaire. Exposer le sable à un flux d'air chaud en le remuant pour assurer un séchage uniforme et en veillant à ne perdre aucun élément du sable.

Continuer l'opération jusqu'à ce que l'échantillon approche de l'état « d'écoulement libre » (grains libres de toute force d'attraction capillaire).

Placer alors une partie de l'échantillon de sable partiellement séché, sans le tasser, dans le moule tenu fermement posé sur une surface lisse non absorbante, la section de grand diamètre en bas. Le remplir jusqu'en haut.

Damer légèrement la surface 25 fois et retirer le moule verticalement.

Si l'humidité de surface demeure, l'échantillon garde la forme du moule.

Continuer alors de sécher la totalité de l'échantillon en le remuant constamment et en faisant des essais à intervalles réguliers, jusqu'à ce que l'échantillon damé s'affaisse au moment du démoulage.

On a alors atteint l'état imbibé surface sèche.

Peser la totalité de l'échantillon, soit M_a sa masse.

7.4 Détermination dans l'eau de la masse de l'échantillon imbibé

Immédiatement après la pesée, introduire la totalité de l'échantillon imbibé dans le pycnomètre ou le flacon, et remplir avec de l'eau à 20 °C jusqu'à environ 90 % de la capacité du flacon.

Remuer et agiter le pycnomètre pour éliminer les bulles d'air.

Compléter la quantité d'eau pour l'amener jusqu'au repère de contenance choisi.

Peser l'ensemble : pycnomètre + échantillon + eau, soit M'_1 cette masse.

Retirer l'échantillon du pycnomètre : rincer le pycnomètre, et le peser rempli d'eau à 20 °C jusqu'au repère de contenance choisi, soit M'_2 cette masse.

La masse dans l'eau de l'échantillon imbibé est :

$$M'_a = M'_1 - M'_2$$

8 EXPRESSION DES RÉSULTATS

8.1 Masse volumique réelle (en t/m³)

$$\rho_r = \frac{M_a}{M_a - M'_a}$$

8.2 Coefficient d'absorption d'eau (en %)

$$A_b = 100 \frac{M_a - M_s}{M_s}$$

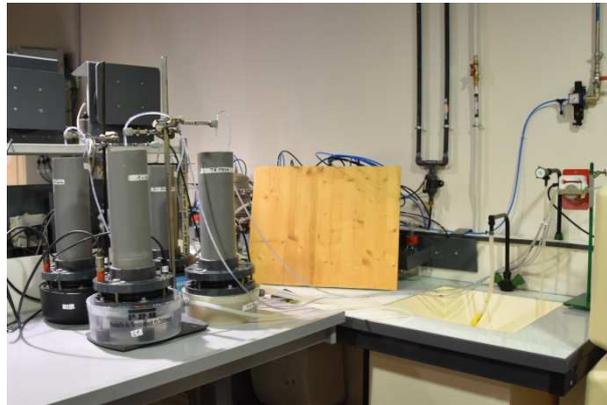
8.3 Masse volumique réelle imbibée (en t/m³)

$$\rho_{ri} = \frac{M_a}{M_a - M'_a}$$

8.4 Teneur en eau (en %)

$$w = 100 \frac{M - M_s}{M_s}$$

Annexe 6 : photo du montage expérimental.



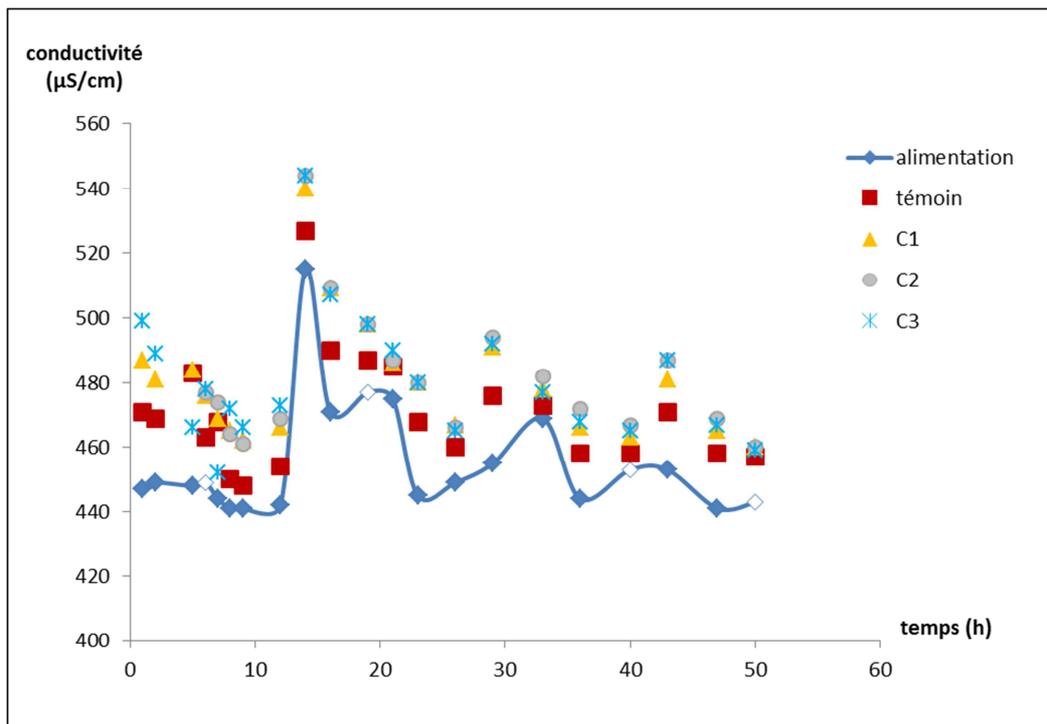
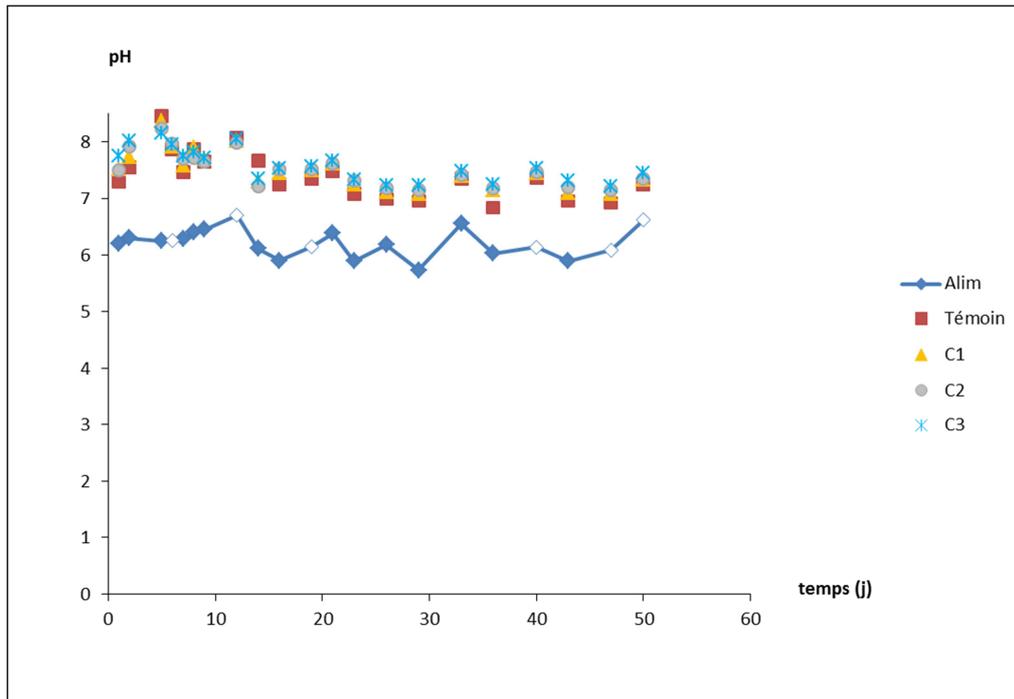
Annexe 7 : suivi temporel de l'expérience 2 (pH, Conductivité et ions hydrogencarbonates et calcium) Avec la légende suivante :

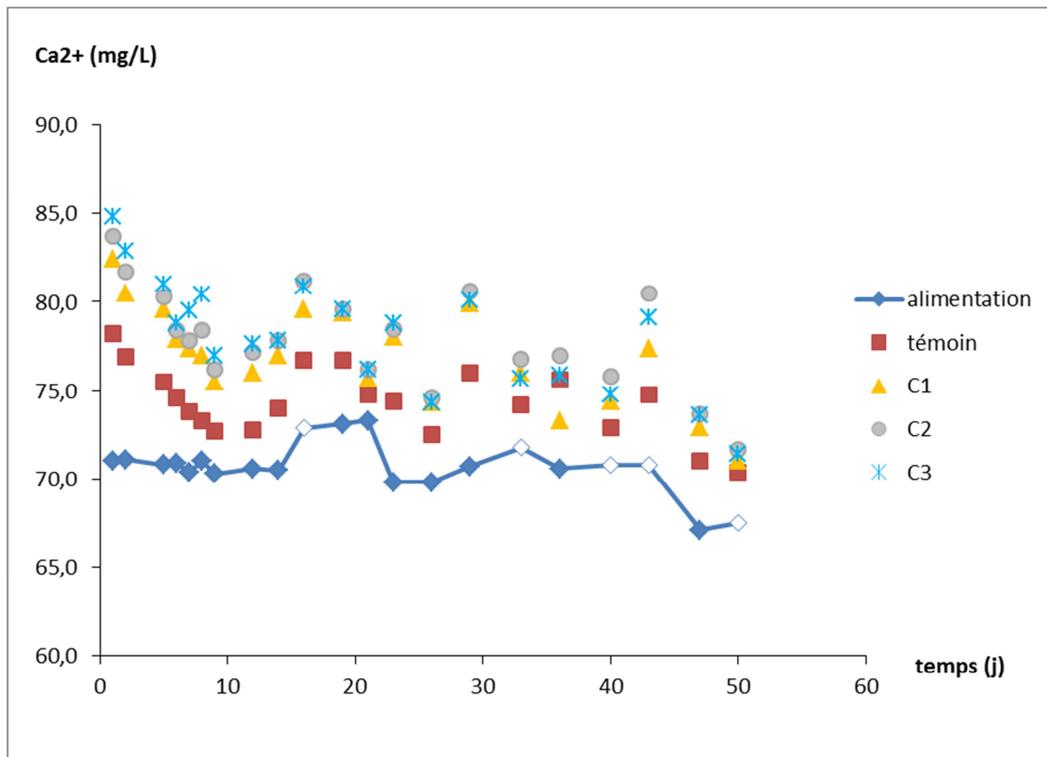
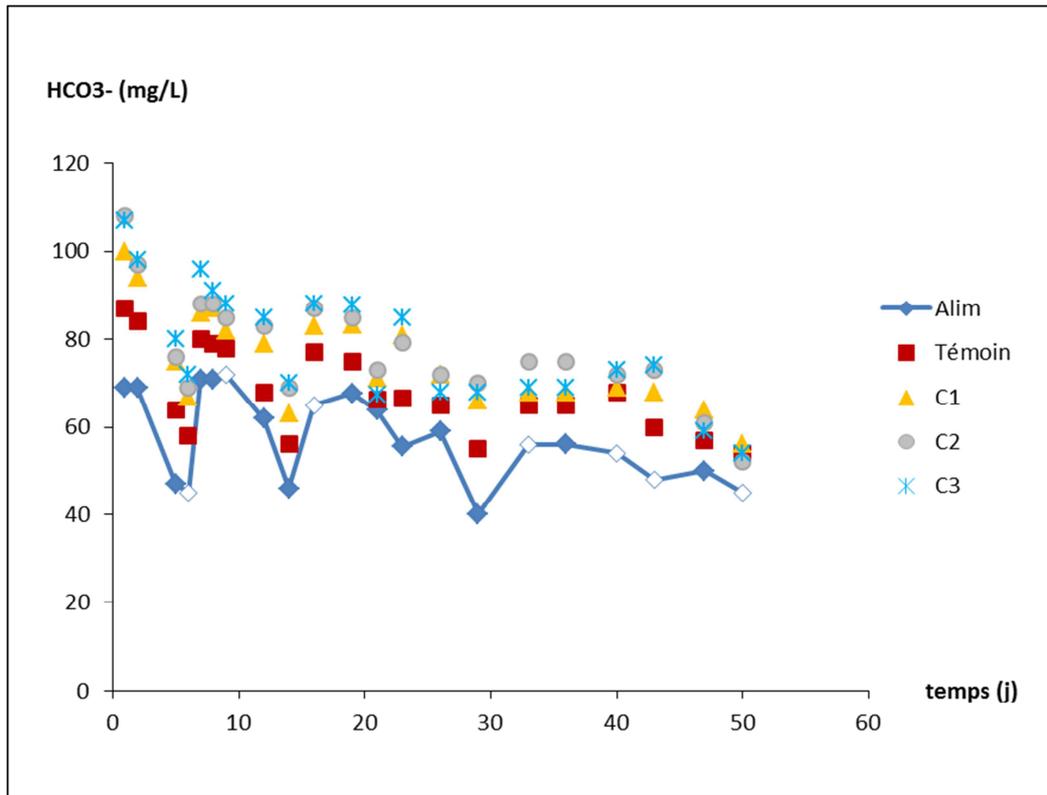
Témoin : Damazan

C1 : 15% de calcaire

C2 : 20% de calcaire

C3 : 25% de calcaire





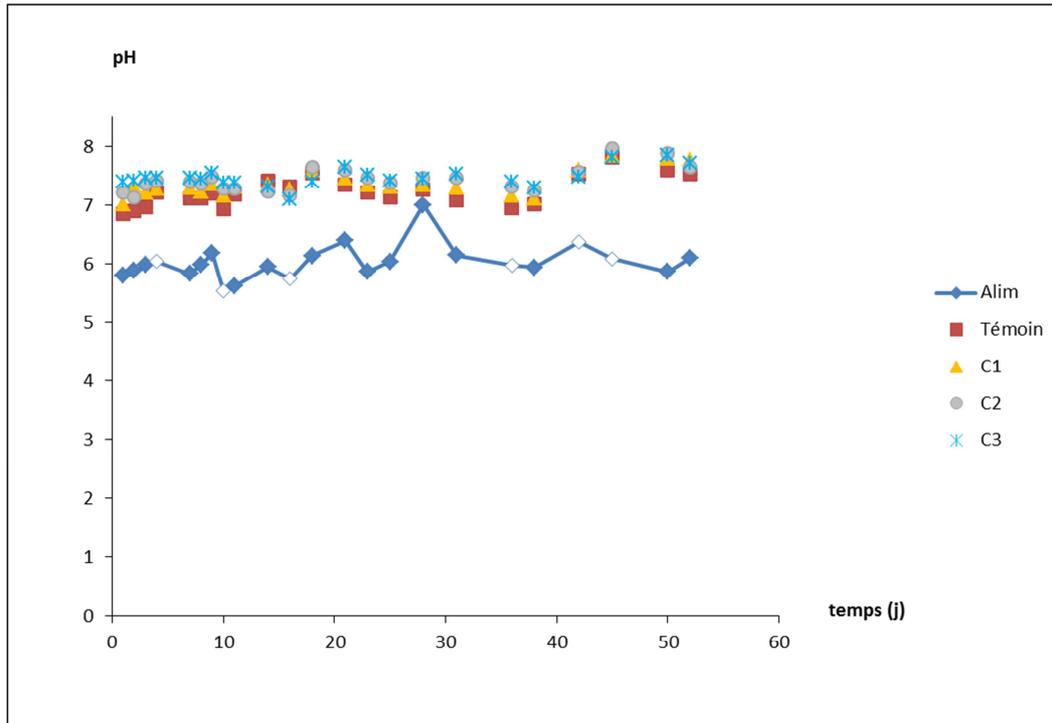
Annexe 8 : suivi temporel de l'expérience 3 (pH, Conductivité et ions hydrogénocarbonates et calcium) avec la légende suivante :

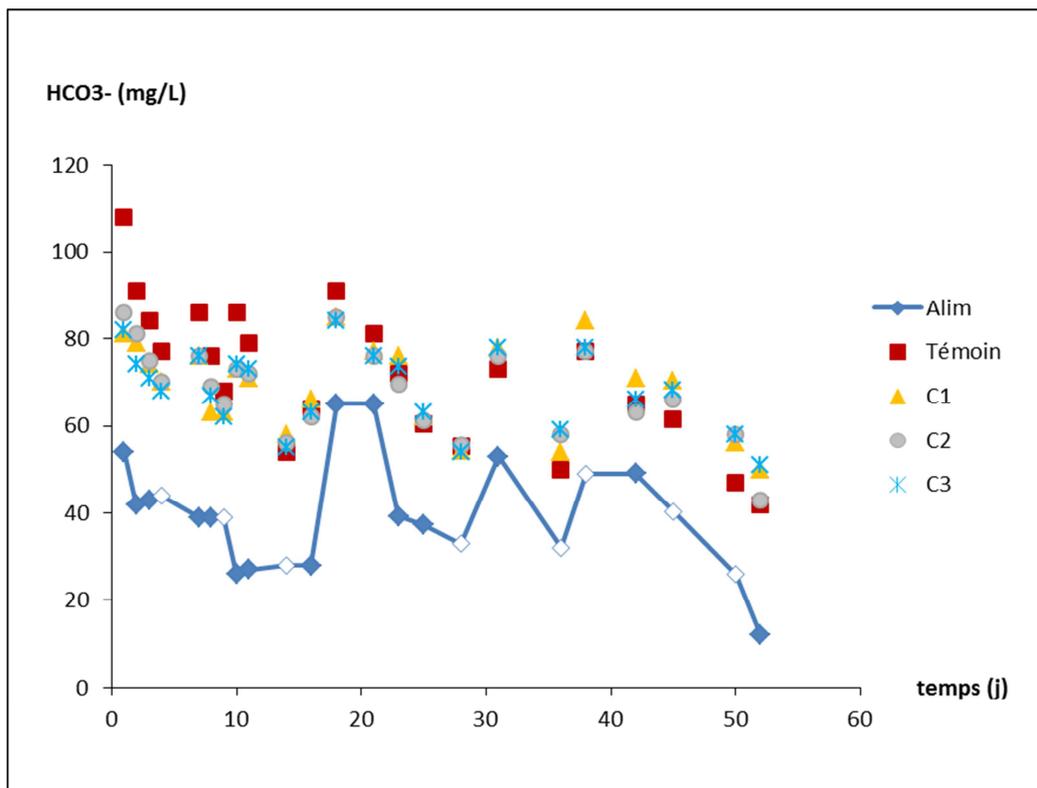
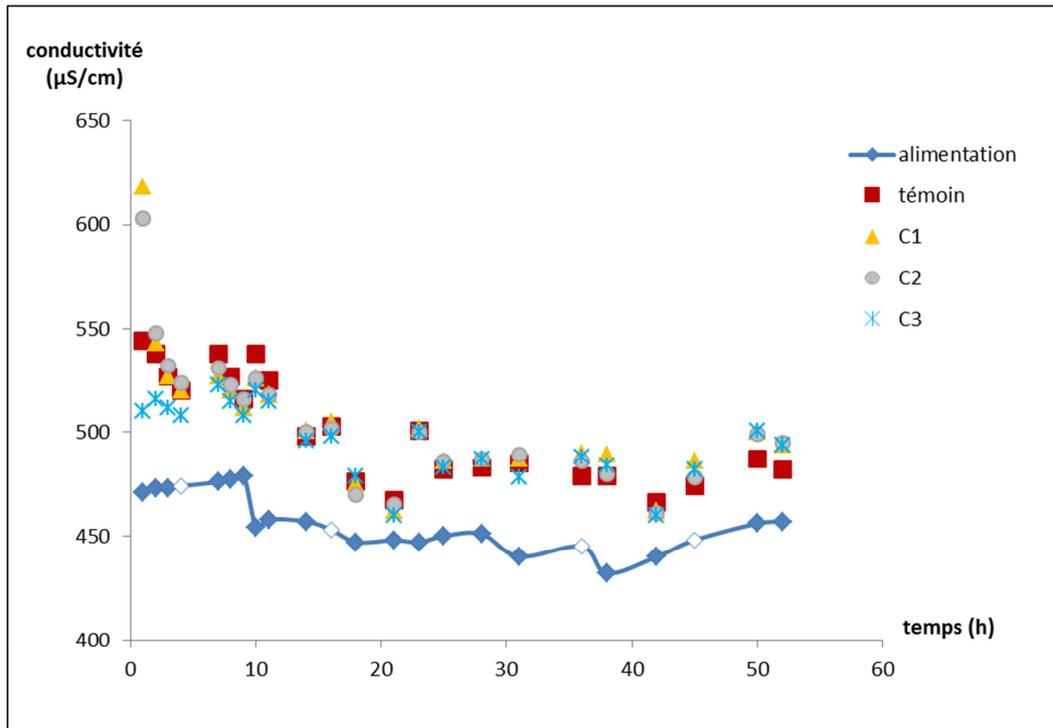
Témoin : Damazan

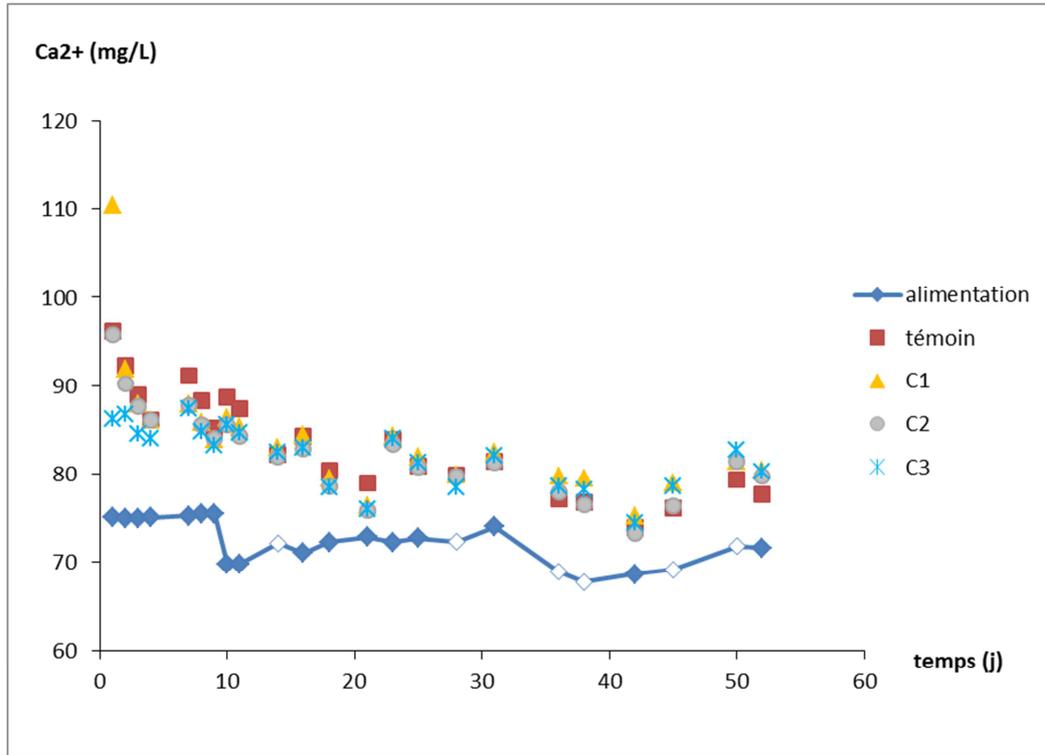
C1 : Gudmont

C2 : Givet

C3 : Charny







Annexe 9 : suivi temporel de l'expérience 3 (pH, Conductivité et ions hydrogénocarbonates et calcium) avec la légende suivante :

Témoin : Damazan

C1 : Yutz

C2 : Vaglio

