

Sols : Reconnaissance et essais

Détermination de la teneur en carbonate**Méthode du calcimètre**

E : Soil : investigation and testing — Determination of the carbonate content — Calcimeter method

D : Boden : Erkundung und Prüfungen — Bestimmung des Carbonatgehaltes — Kalkmesserverfahren

Norme française homologuée

par décision du Directeur Général d'AFNOR le 5 septembre 1996 pour prendre effet le 5 octobre 1996.

Correspondance

À la date de publication du présent document, il n'existe pas de norme ou de projet de norme européenne ou internationale traitant du même sujet.

Analyse

Le présent document traite de la détermination de la teneur en carbonate d'un matériau en vue de son identification géotechnique. Il définit les termes employés et les paramètres mesurés, spécifie les caractéristiques de l'appareillage, fixe le mode opératoire et précise les résultats à présenter.

Descripteurs

Thésaurus International Technique : sol, essai, mesurage, dosage, carbonate, conditions d'essai, classification.

Modifications**Corrections**

Par rapport au 1^{er} tirage, modification d'une formule au paragraphe 6.2 et une erreur rédactionnelle au paragraphe A.1.1.



Membres de la commission de normalisation

Président : M PAREZ

Secrétariat : M BIGOT — LABORATOIRE REGIONAL DES PONTS ET CHAUSSEES DE L'EST PARISIEN — DREIF

M	AMAR	LABORATOIRE CENTRAL DES PONTS ET CHAUSSEES
M	BARNOUD	UNION SYNDICALE GEOTECHNIQUE
M	BLONDEAU	COMITE PROFESSIONNEL DE LA PREVENTION ET DU CONTROLE TECHNIQUE
M	CASSAN	FONDASOL
M	CHAILLOT	SNCF — DIRECTION DE L'EQUIPEMENT
M	DORÉ	MECASOL
MME	FERNANDEZ	AFNOR
M	GONIN	SIMECSOL
M	LEGENDRE	SONDAGE, FORAGE ET FONDATIONS SPECIALES — SYNDICAT NATIONAL DES ENTREPRENEURS
M	MALATERRE	EDF — TEGG — DGG
M	PAREZ	SOL — ESSAIS
M	RINCENT	RINCENT BTP SERVICES
M	ZERHOUNI	SOPENA

A participé en tant qu'expert :

M	TOUZÉ	LABORATOIRE CENTRAL DES PONTS ET CHAUSSEES
---	-------	--

Sommaire

	Page
1	Domaine d'application 4
2	Définition — Notations 4
3	Principe 4
4	Appareillage 4
4.1	Calcimètre 4
4.2	Matériel et produits 5
5	Mode opératoire 6
5.1	Préparation de l'échantillon 6
5.2	Déroulement de l'essai 6
5.3	Mesures 7
6	Expression des résultats 7
6.1	Cas de l'essai sur un échantillon de référence 7
6.2	Cas où la pression atmosphérique et la température de la salle d'essai sont mesurées en même temps que le volume du dégagement gazeux 7
7	Procès-verbal d'essai 8
Annexe A	(normative) Détermination de la teneur en carbonate 9
Annexe B	(informative) Classification des matériaux en fonction du pourcentage massique en carbonate 11

1 Domaine d'application

Le présent document s'applique à la détermination conventionnelle du pourcentage de la fraction carbonatée contenue dans un sol, une roche ou un matériau.

2 Définition — Notations

Pour les besoins du présent document, la définition suivante s'applique :

teneur massique en carbonate d'un matériau : Par convention, la teneur massique en carbonate d'un matériau est le rapport entre la masse de carbonate contenue dans le matériau et la masse de matériau sec.

m est la masse de la prise d'essai, exprimée en grammes.

m_t est la masse de la prise d'essai du carbonate de calcium de référence (témoin), exprimée en grammes.

V_b est le volume du gaz dégagé lors de l'essai sur le matériau, exprimé en centimètres cubes.

V_t est le volume du dioxyde de carbone dégagé par le carbonate de calcium de référence, exprimé en centimètres cubes.

θ_b est la température de la salle d'essai, lors de l'essai sur le matériau, exprimée en degrés Celsius.

θ_t est la température de la salle d'essai, lors de l'essai sur le carbonate de calcium de référence, exprimée en degrés Celsius.

p est la pression atmosphérique, exprimée en kilopascals.

3 Principe

L'essai consiste à déterminer le volume de dioxyde de carbone (CO_2) dégagé sous l'action d'acide chlorhydrique en excès (dans des conditions de température et de pression atmosphérique connues) par un échantillon préparé pour l'essai.

4 Appareillage

4.1 Calcimètre

Le calcimètre se compose d'un bâti ainsi que (voir le schéma de principe figure 1) :

- d'un flacon à réaction ⑤ d'environ 200 cm^3 avec son bouchon monté sur le tube relié au système réfrigérant et un tube à essai ⑥ d'au moins 10 cm^3 (ou éventuellement un flacon à réaction avec une tubulure latérale d'au moins 10 cm^3) ;
- d'un système réfrigérant ⑧ ;
- d'une burette d'au moins 150 cm^3 graduée tous les centimètres cubes au moins ② avec un robinet ③ à son extrémité supérieure ;
- d'un flacon avec ampoule de niveau ① d'au moins 100 cm^3 ;
- d'un tube souple ⑨ reliant la burette ② à l'ampoule de niveau ① ;
- d'un bac d'eau de refroidissement ④ à température ambiante ;
- d'un chronomètre donnant la seconde.

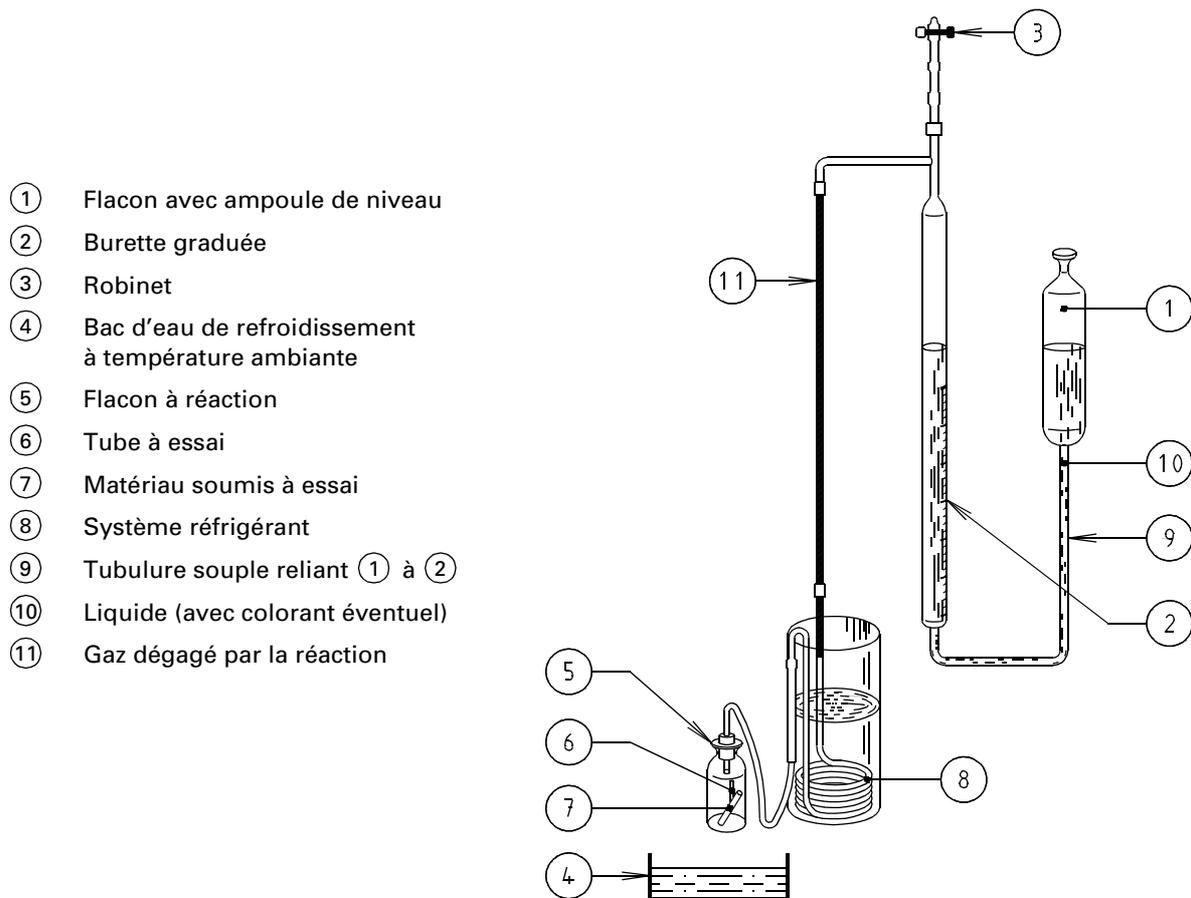


Figure 1 : Schéma d'un calcimètre — Exemple

4.2 Matériel et produits

- un mortier de 15 cm de diamètre environ avec son pilon pour séparer les particules solides ;
- un baromètre (si nécessaire) dont l'incertitude de mesure est de 1/1 000 de la valeur mesurée. La plage d'utilisation est celle qui correspond à la variation de la pression atmosphérique du lieu d'essai ;
- une balance dont les portées minimale et maximale sont compatibles avec les masses à peser et telle que les pesées sont effectuées avec une incertitude de 1/1 000 de la valeur mesurée ;
- un thermomètre avec lequel le mesurage est effectué avec une exactitude de 1 °C. La plage d'utilisation du thermomètre est de 10 °C à 35 °C ;
- un tamis à maille carrée d'ouverture de maille inférieure ou égale à 400 µm ;
- une pipette pour l'acide chlorhydrique ;
- matériel courant de laboratoire ;
- une enceinte thermique ou une étuve de dessiccation à température réglable à 105 °C de classe d'exactitude C, comme défini à l'annexe A de la norme NF X 15-016, pour ce qui concerne la température uniquement ;
- eau distillée ou déminéralisée, à la température du local d'essai ;
- acide chlorhydrique concentré de densité 1,19 (qualité analytique reconnue) ;
- poudre de carbonate de calcium pur pour analyse (si nécessaire).

5 Mode opératoire

L'essai est effectué sur deux prises d'essai.

5.1 Préparation de l'échantillon

Après un séchage préalable, le matériau est broyé dans le mortier afin d'obtenir une poudre passant en totalité à un tamis d'ouverture de maille inférieure ou égale à 400 μm . Le séchage du matériau est poursuivi, à une température de 105 °C, jusqu'à ce que sa masse ne varie pas de plus de 2/1 000 entre deux pesées successives, espacées de 1 h.

Après homogénéisation, prélever deux prises d'essai de masse identique conformes au tableau 1.

En l'absence d'information sur la teneur en carbonate présumée, choisir des prises d'essai d'une masse d'environ 1 g.

Tableau 1 : Masse d'une prise d'essai en fonction de la teneur présumée en carbonate

Teneur en carbonate présumée en pour cent (%)	< 4	4 à 9	10 à 19	20 à 39	40 à 79	≥ 80
Masse de la prise d'essai de matériau sec en grammes (g)	10	5	2,5	1	0,5	0,25

5.2 Déroulement de l'essai

- Introduire la prise d'essai, une fois pesée (de masse m) dans le flacon ⑤ propre et sec.
- Mettre en place un système réfrigérant ⑧.
- Remplir le flacon ① et la burette ② d'eau distillée ou déminéralisée.

Faire coïncider le niveau bas du flacon ① avec le zéro en partie haute de la burette ②.

- Introduire environ 10 cm³ d'acide chlorhydrique concentré dans un tube à essai ⑥ placé dans le flacon ⑤ (ou, selon le matériel utilisé, dans la tubulure latérale du flacon ⑨ au moyen d'une pipette à bout recourbé).
- Ouvrir le robinet ③. Obturer le flacon à réaction ⑤ au moyen de son bouchon. La tubulure qui traverse ce dernier est reliée par ⑪ à la partie supérieure de la burette ②.
- Régler le niveau du flacon ① sur le zéro de la burette ②.
- Fermer le robinet ③. Mettre en contact l'acide chlorhydrique contenu dans le réservoir du flacon ⑤ ou dans le tube d'essai avec le matériau. Au fur et à mesure que le dégagement gazeux exerce une pression sur l'eau de la burette ②, faire coïncider, en déplaçant le flacon ①, le niveau dans le flacon ① et la burette ②. Agiter le flacon ⑤ jusqu'à ce que le niveau d'eau ne varie plus. Attendre 5 min environ et placer le flacon ⑤ dans le bac d'eau de refroidissement ④ à la température ambiante.

Après équilibre de la température (environ 5 min) amener les niveaux dans ① et ② dans le même plan horizontal et lire le volume V_b correspondant sur la burette ②. Noter la température θ_b de la salle d'essai et, le cas échéant, la pression atmosphérique.

- S'assurer que le gaz recueilli dans la burette ne contient pas d'hydrogène sulfuré (H_2S) à l'odeur très caractéristique. Ce serait un indice que la prise d'essai contenait des sulfures. Si cela était le cas, il faudrait refaire un essai en ajoutant à l'acide chlorhydrique quelques centimètres cubes d'acétate de calcium à 5 % afin de neutraliser les dégagements gazeux parasites qui s'ajoutaient à ceux du dioxyde de carbone.
- Un dégagement gazeux ininterrompu et lent peut être dû au fait que le matériau est constitué de carbonate double de calcium et de magnésium $\text{Mg Ca}(\text{CO}_3)_2$ (dolomite). Dans ce cas, l'essai doit être poursuivi pendant au moins 15 min.
- Renouveler l'essai sur la deuxième prise d'essai.

5.3 Mesures

Simultanément à la lecture du volume de gaz dégagé :

- noter la température de la salle d'essai ;
- relever la pression atmosphérique.

Dans le cas où l'on veut s'affranchir de la mesure de la pression atmosphérique, le processus d'essai décrit au paragraphe 5.2 est appliqué à un échantillon de référence de carbonate de calcium pur. Pour cela :

- prélever, après passage à l'étuve, une masse m_t de 0,25 g de carbonate de calcium pur pour analyse ;
- procéder comme au paragraphe 5.2 ;
- lire sur la burette ②, le volume V_t de gaz qui s'est dégagé ;
- noter la température θ_t de la salle d'essai.

6 Expression des résultats

6.1 Cas de l'essai sur un échantillon de référence

La teneur en carbonate sur une prise d'essai de matériau de masse m est, lorsque la pression atmosphérique entre l'essai sur ce matériau et l'essai sur l'échantillon de référence de masse m_t n'a pas varié :

$$\text{teneur en carbonate} : \frac{m_t}{m} \cdot \frac{V_b}{V_t} \cdot \frac{(\theta_t + 273)}{(\theta_b + 273)}$$

6.2 Cas où la pression atmosphérique et la température de la salle d'essai sont mesurées en même temps que le volume du dégagement gazeux

La teneur en carbonate est calculée à partir de (voir annexe A) :

$$\text{teneur en carbonate} : \frac{1,2 \cdot 10^{-2} V_b \cdot p}{m \cdot (\theta_b + 273)}$$

$$\text{soit, en teneur en carbonate} : \frac{120 \cdot V_b \cdot p}{m \cdot (\theta_b + 273)} \text{ en pour cent}$$

avec :

- p en kilopascals ;
- m en grammes ;
- θ_b en degrés Celsius ;
- V_b en centimètres cubes.

La teneur en carbonate est la moyenne arithmétique, arrondie au pour cent, des valeurs obtenues sur deux prises d'essai.

7 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit contenir les informations minimales suivantes :

- a) la référence au présent document, NF P 94-048 ;
- b) le nom de l'organisme qui a réalisé l'essai ;
- c) la référence de l'échantillon (provenance, sondage, profondeur,...) ;
- d) le numéro de dossier ;
- e) la date de l'essai ;
- f) la teneur en carbonate contenu dans le matériau ;
- g) les observations liées à la réalisation des mesures (présence de sulfures, de dolomite,...) ainsi que les incidents et détails opératoires non prévus dans le présent document et susceptibles d'avoir une influence sur les résultats.

Annexe A

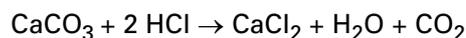
(normative)

Détermination de la teneur en carbonate

A.1 Calcul de la masse de CO₂ dégagé

A.1.1 Échantillon de référence de CaCO₃ pur

La masse de CaCO₃ m_t contenue dans une prise d'essai est 100/44 fois la masse de dioxyde de carbone m_c recueillie lors de la réaction chimique suivante :



La masse m_c en grammes du volume V_t en centimètres cubes de dioxyde de carbone recueilli lors de la réaction est, dans les conditions de température θ_t (en °C) et de pression p (en kPa) :

$$m_c = \frac{273 V_t}{\theta_t + 273} \times \frac{p}{p_o} \times \frac{44}{22,4 \cdot 10^3} = \frac{44}{100} \cdot m_t$$

p_o est la pression de référence correspondant à 760 mm de mercure, soit 101,4 kPa ;

$$\text{soit } m_t = \frac{1,2 \cdot 10^{-2}}{(\theta_t + 273)} p \cdot V_t$$

A.1.2 Prise d'essai

La masse du volume V_b de CO₂ recueilli est :

$$m_b = V_b \times \frac{273}{(\theta_b + 273)} \times \frac{p}{p_o} \times \frac{44}{22,4 \cdot 10^3} \text{ exprimé en grammes}$$

A.2 Teneur en carbonate

La teneur en carbonate du matériau est :

$$\frac{m_t}{m} \cdot \frac{V_b}{V_t} \cdot \frac{(\theta_t + 273)}{(\theta_b + 273)}$$

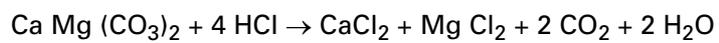
ou

$$\frac{m_t}{m} \cdot \frac{V_b}{V_t} \cdot \frac{(\theta_t + 273)}{(\theta_b + 273)} \times 100 \text{ en pourcent}$$

dans l'hypothèse où les essais ont été faits à la même pression atmosphérique.

A.3 Cas des dolomites

La dolomite est un carbonate double de calcium et de magnésium $\text{Ca Mg} (\text{CO}_3)_2$ qui en présence d'acide chlorhydrique donne un dégagement de CO_2 suivant la réaction :



La dolomite est attaquée plus difficilement à froid que la calcite.

Annexe B

(informative)

**Classification des matériaux
en fonction du pourcentage massique en carbonate****Tableau B.1 : Classification des matériaux
en fonction du pourcentage massique en carbonate**

Teneur en carbonate (%)	Classification	Exemple
< 10	non calcaire	argile, sable siliceux...
10 à 29	peu calcaire	marne
30 à 69	moyennement calcaire	marne...
70 à 89	fortement calcaire	calcaire marneux...
≥ 90	calcaire	calcaire