

# ANNEXES

## LISTE DES ANNEXES

---

Annexe 1. Qualité de l'eau de gâchage .....	316
Annexe 2. Compositions chimiques de liants hydrauliques .....	317
Annexe 3. Compositions chimiques de sols .....	318
Annexe 4. Plan expérimental détaillé.....	320
Annexe 5. Sélection préparatoire des sols à étudier .....	324
Annexe 6. Préparation des sols.....	325
Annexe 7. Descriptif des analyses géotechniques pour une classification du sol selon le GTR 1992	328
Annexe 8. Caractéristiques des produits de traitement.....	333
Annexe 9. Aptitude à la réutilisation d'un limon en assise de chaussée selon le GTS 2007.....	339
Annexe 10. Principes des analyses physico-chimiques et microstructurales .....	346
Annexe 11. Protocoles d'extractions chimiques.....	354
Annexe 12. Validation des méthodes de minéralisation.....	361
Annexe 13. Sélection de la méthode de minéralisation.....	365
Annexe 14. Validation de l'analyse par chromatographie ionique .....	366
Annexe 15. Analyse statistique : principe d'une régression PLS .....	368
Annexe 16. Exemple de calcul de dopage des sols .....	374
Annexe 17. Données de la BDAT [INRA, 2011].....	375
Annexe 18. Vérification de l'homogénéité des prélèvements au regard des concentrations élémentaires pseudo-totales.....	376
Annexe 19. Données de la base de données INDIQUASOL/RMQS [INRA, 2011].....	378
Annexe 20. Vérification de l'homogénéité des prélèvements au regard des concentrations élémentaires et anioniques de la fraction soluble à l'eau .....	379
Annexe 21. Taux d'ajustement des modèles statistiques .....	380

## ANNEXE 1. QUALITE DE L'EAU DE GACHAGE

*Qualité de l'eau pour le traitement des sols (NF P98-100) : équivalence avec l'eau potable*

[Arrêté du 11 janvier 2007 relatif aux limites et références de qualité des eaux brutes et des eaux destinées à la consommation humaine mentionnées aux articles R. 1321-2, R. 1321-3, R. 1321-7 et R. 1321-38 du code de la santé publique]

Paramètres	Limites (L) et références (R) de qualité des eaux destinées à la consommation humaine							Mesures sur l'eau de gâchage	
	Limites et références de qualité des eaux destinées à la consommation humaine, à l'exclusion des eaux conditionnées	Limites de qualité des eaux brutes de toute origine utilisées pour la production d'eau destinée à la consommation humaine, à l'exclusion des eaux de source conditionnées	Limites de qualité des eaux douces superficielles utilisées pour la production d'eau destinée à la consommation humaine, à l'exclusion des eaux de source conditionnées				10 mesures		
			Groupe A1 : eaux soumises à un traitement physique simple et à une désinfection ;		Groupe A2 : traitement normal physique, chimique et à une désinfection ;			Groupe A3 : traitement physique et chimique poussé, à des opérations d'affinage et de désinfection.	
			Valeur guide (G) ; Valeur limite impérative (I)						
			A1 / G	A1 / I	A2 / G	A2 / I	A3 / G	A3 / I	
pH	(R) 6,5-9,0	NP	6,5-8,5	NP	5,5-9	NP	5,5-9	NP	ND
Nitrates (mg.L <sup>-1</sup> )	(L) 50	(L) 5-100	25	50	NP	50	NP	50	37,1 ± 1,8
Phosphore (mg.L <sup>-1</sup> )	NP	NP	(P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> ) 0,4	NP	(P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> ) 0,7	NP	(P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> ) 0,7	NP	(PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup> ) < LD
Chlorures (mg.L <sup>-1</sup> )	(R) 250	(L) 200	200	NP	200	NP	200	NP	56,4 ± 1,5
Sulfates (mg.L <sup>-1</sup> )	(R) 250	(L) 250	150	250	150	250	150	250	37,1 ± 1,3
Cd (µg.L <sup>-1</sup> )	(L) 5	5	1	5	1	5	1	5	0,001
Cr (µg.L <sup>-1</sup> )	(L) 50	50	NP	50	NP	50	NP	50	<LD
Cu (mg.L <sup>-1</sup> )	(R) 1,0 ; (L) 2,0	NP	0,02	0,05	0,05	NP	1	NP	0,033
Hg (µg.L <sup>-1</sup> )	(L) 1	1	0,5	1	0,5	1	0,5	1	ND
Ni (µg.L <sup>-1</sup> )	(L) 20	NP	NP	NP	NP	NP	NP	NP	0,010
Pb (µg.L <sup>-1</sup> )	(L) 10	50	NP	10	NP	50	NP	50	<LD
Zn (mg.L <sup>-1</sup> )	NP	5	0,5	3	1	5	1	5	0,117

NP : non précisé ; ND : non déterminé

LD : limite de détection (cf. Annexe 10)

## ANNEXE 2. COMPOSITIONS CHIMIQUES DE LIANTS HYDRAULIQUES

*Composition en oxydes de liants hydrauliques : synthèse bibliographique  
sur les études de traitement de sol*

[TENEURS EXPRIMEES EN %]

(NF EN 197-1 ; NF P15-108 ; NF P98-101)

Référence	Matériau	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	SO <sub>3</sub>	Cl
Gervais 1999	<b>Ligex 2R</b>	30,4	8,4	1,6	46,5	0,1	-	-
Malviya et Chaudhary 2006	<b>CEMI</b>	-	-	-	-	-	2,6	-
Le Runigo 2008	<b>Chaux</b>	-	-	-	90,4	-	-	-
Zhu et Liu 2008	<b>Ciment</b>	22,1	5,4	3,3	65,7	-	0,5	
Lin et al. 2009	<b>CEMI</b>	21,6	6,5	3,2	63,7	-	2,2	-
Lin et al. 2009	<b>Ecociment A</b>	21,2	7,1	3,5	64,8	0,5	1,9	-
Lin et al. 2009	<b>Ecociment B</b>	23,1	6,4	3,7	63,1	0,7	1,9	-
Lin et al. 2009	<b>Ecociment C</b>	22,5	8,3	4,6	61,2	0,8	2,0	-
Larsson et al. 2009	<b>Ciment</b>	19,9	3,6	2,6	61,4	-	3,3	-
Larsson et al. 2009	<b>Chaux</b>	1,4	0,6	0,3	93,0	-	<0,1	-
Qiao et al. 2010	<b>CEMI</b>	19,6	7,3	3,3	63,1	-	2,1	-
Le Borgne 2010	<b>Chaux</b>	-	-	-	90,9	-	-	-
Le Borgne 2010	<b>CEMI</b>	20,2	4,8	2,8	64,3	0,2	3,0	0,02
Maubec 2010	<b>Chaux</b>	-	-	-	94,0	-	0,2	-
Saussaye 2012	<b>Chaux</b>	0,5	0,1	0,1	93,0	0,2	0,3	-
Saussaye 2012	<b>CEMII/B 32,5 R</b>	17,9	4,3	3,1	59,6	0,3	2,5	0,02
Saussaye 2012	<b>ROLAC 645 LH</b>	-	-	-	-	-	<3,0	-
- : non précisé								

### ANNEXE 3. COMPOSITIONS CHIMIQUES DE SOLS

#### Composition de sols : synthèse bibliographique sur les éléments majeurs

[TENEURS EXPRIMEES EN %]

Référence	Matériau	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	SO <sub>3</sub>
Reid et Brookes 1999	<b>Limon</b>	-	2,11	2,74	3,39	-	-
Baize 2000	<b>(Sols français)</b>	-	-	0,05-19,16	-	-	-
Cabane 2004	<b>Schiste de la Roche-sur-Yon</b>	-	-	-	-	-	0,03
Cabane 2004	<b>Limon de Metz</b>	-	-	-	-	-	0,04
Cabane 2004	<b>Limon de Metz</b>	-	-	-	-	-	0,07
Cabane 2004	<b>Schiste d'Angers</b>	-	-	-	-	-	0,07
Cabane 2004	<b>Limon de Meaux</b>	-	-	-	-	-	0,08
Cabane 2004	<b>Gneiss de Tulle</b>	-	-	-	-	-	0,12
Cabane 2004	<b>Limon de Metz</b>	-	-	-	-	-	0,12
Cabane 2004	<b>Limon de Metz</b>	-	-	-	-	-	0,30
Cabane 2004	<b>Argiles bariolées</b>	-	-	-	-	-	0,70
Cabane 2004	<b>Marnes pyriteuses</b>	-	-	-	-	-	1,2
Cabane 2004	<b>Marnes noires</b>	-	-	-	-	-	4,2
Baraud et Leleyter 2006	<b>Sol 1</b>	Si : 0,01	Al : 4,86	Fe : 2,55	Ca : 0,1	P : 0,07	-
Baraud et Leleyter 2006	<b>Sol 2</b>	Si : 0,01	Al : 3,52	Fe : 2,05	Ca : 0,07	P : <0,01	-
Baraud et Leleyter 2006	<b>Sol 3</b>	Si : 0,01	Al : 2,94	Fe : 6,09	Ca : 12	P : 0,19	-
Zhu et Liu 2008	<b>Limon</b>	74,64	10,20	6,53	0,63	0,08	0,03
Le Runigo 2008	<b>Limon de Jossigny</b>	76,20	9,90	4,10	0,71	0,12	-
Xing et al. 2009	<b>Sol riche en sels</b>	42	-	-	Ca : 0,003	-	-
Xing et al. 2009	<b>Sol de Shanghai</b>	-	-	-	Ca : 0,003	-	-
Le Borgne 2010	<b>Limon du Val d'Europe</b>	79,58	0,63	0,24	0,03	0,03	0,01
Saussaye 2012	<b>Limon de Loucelles</b>	Si : 0,22	Al : 1,69	Fe : 2,00	Ca : 1,99	-	S : 0,01
Saussaye 2012	<b>Limon de Sées</b>	Si : 0,25	Al : 1,14	Fe : 2,23	Ca : 22,16	-	S : 0,03
Saussaye 2012	<b>Limon de Démouville</b>	Si : 0,13	Al : 1,01	Fe : 1,37	Ca : 6,56	-	S : 0,01
- : non précisé							

*Composition de sols : synthèse bibliographique sur les éléments traces*

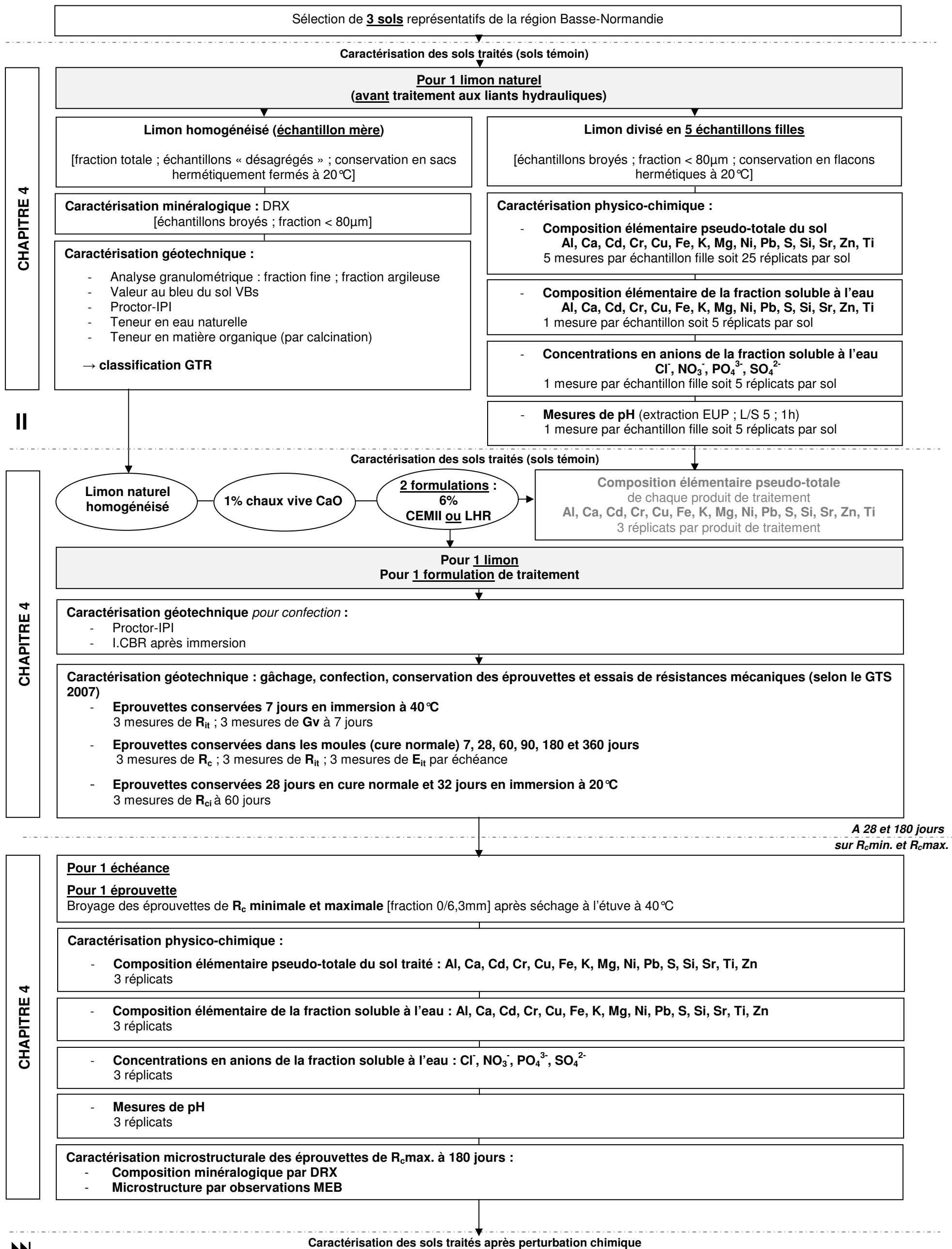
[TENEURS EXPRIMEES EN mg.kg<sup>-1</sup>]

Référence	Matériau	Cd	Cr	Cu	Ni	Pb	Zn
Valentin-Rouy et Houet dans Perrono 1999	<b>Sols limono-argilo-sableux à argilo-limono-sableux (mg.kg<sup>-1</sup>)</b>	0,28	30	21	34	19	62
Reid et Brookes 1999	<b>Limon</b>	2,5	61	102	60	95	185
Baize 2000	<b>(Sols français ordinaires)</b>	0,05-0,45	10-90	2-20	2-60	9-50	10-100
	<b>(Anomalies naturelles modérées)</b>	0,70-2	90-150	20-62	60-130	60-90	100-250
	<b>(Fortes anomalies naturelles)</b>	2-16	150-3180	65-102	130-2076	100-3000	250-3800
Baraud et Leleyter 2006	<b>Sol 1</b>	2	36	32	14	41	96
Baraud et Leleyter 2006	<b>Sol 2</b>	1	37	12	17	16	49
Baraud et Leleyter 2006	<b>Sol 3</b>	5	131	24	24	58	117
Saussaye 2012	<b>Limon de Loucelles</b>	2,21	32	11	25	16	76
Saussaye 2012	<b>Limon de Sées</b>	2,08	31	9	24	35	82
Saussaye 2012	<b>Limon de Démouville</b>	0,44	19	8	13	6	55
- : non précisé							

*Composition de sols : synthèse bibliographique sur les concentrations anioniques*

[TENEURS EXPRIMEES EN mg.kg<sup>-1</sup>]

Référence	Matériau	Cl <sup>-</sup>	NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup>	SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>
Reid et Brookes 1999	<b>Limon</b>	3700	509	-	18000
Guichard 2006	<b>Sol de Louche</b>	-	9-100	6-11	-
Guichard 2006	<b>Limon AdP</b>	-	<10	37	-
Xing et al. 2009	<b>Sol riche en sels</b>	7244	-	-	485
Xing et al. 2009	<b>Sol de Shanghai</b>	2127	-	-	79
Le Borgne 2009	<i>Concentration d'étude</i>	60 1200	156 1560	283 850	710 7100
Saussaye 2012	<b>Limon de Loucelles</b>	92	56	<LD	98
Saussaye 2012	<b>Limon de Sées</b>	144	60	<LD	137
Saussaye 2012	<b>Limon de Démouville</b>	45	36	<LD	61
- : non précisé					



Perturbation isolée

Limons naturels homogénéisés

Addition de 4 éléments perturbateurs, un à un, en solution :  
 - NaCl  
 - CaSO<sub>4</sub>.2H<sub>2</sub>O  
 - NH<sub>4</sub>NO<sub>3</sub>  
 - KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>

Aptitude au traitement : détermination d'un seuil de perturbation

5 concentrations d'études : 1, 3, 5, 7 et 10 g.kg<sup>-1</sup> de sol sec

7 jours de stabilisation

1% chaux vive CaO — 2 formulations :  
 6%  
 CEMII ou LHR

CHAPITRE 5

Pour 1 limon  
 Pour 1 anion  
 Pour 1 concentration  
 Pour 1 formulation de traitement

Caractérisation géotechnique :  
 - Echantillons conservés 7 jours en immersion à 40°C  
 3 mesures de R<sub>it</sub> ; 3 mesures de Gv à 7 jours

Suivi des performances mécaniques à long terme : influence des conditions de cure

2 concentrations d'études : 1 et 10 g.kg<sup>-1</sup> de sol sec

7 jours de stabilisation

1% chaux vive CaO — 2 formulations :  
 6%  
 CEMII ou LHR

CHAPITRE 5

Pour 1 limon  
 Pour 1 anion  
 Pour 1 concentration  
 Pour 1 formulation de traitement

Caractérisation géotechnique :  
 - Echantillons conservés dans les moules (cure normale) 28, 90 et 180 jours  
 3 mesures de R<sub>c</sub> ; 3 mesures de R<sub>it</sub> ; 3 mesures de E<sub>it</sub> par échéance

A 180 jours, sur R<sub>c</sub> max.

CHAPITRE 5

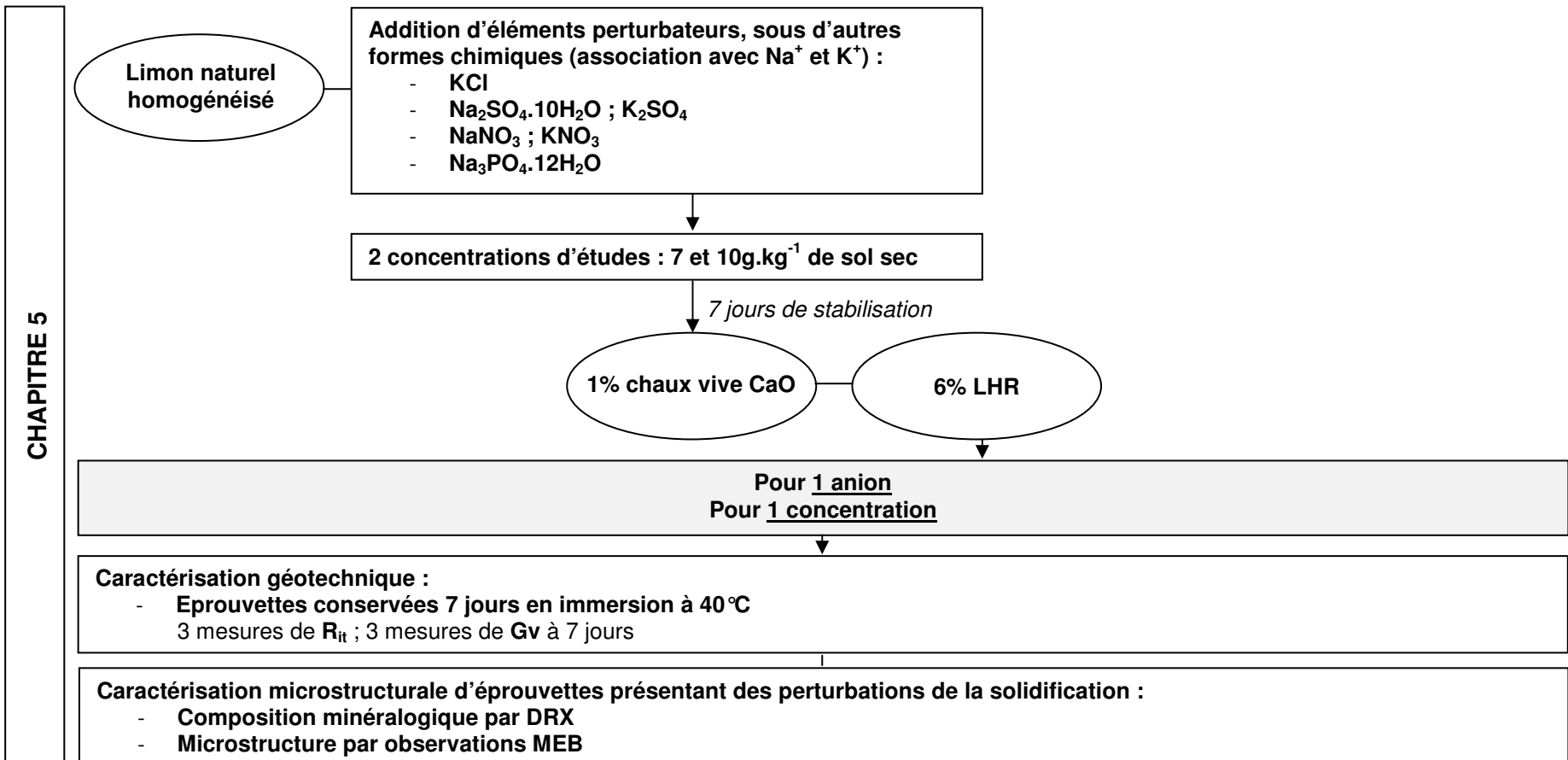
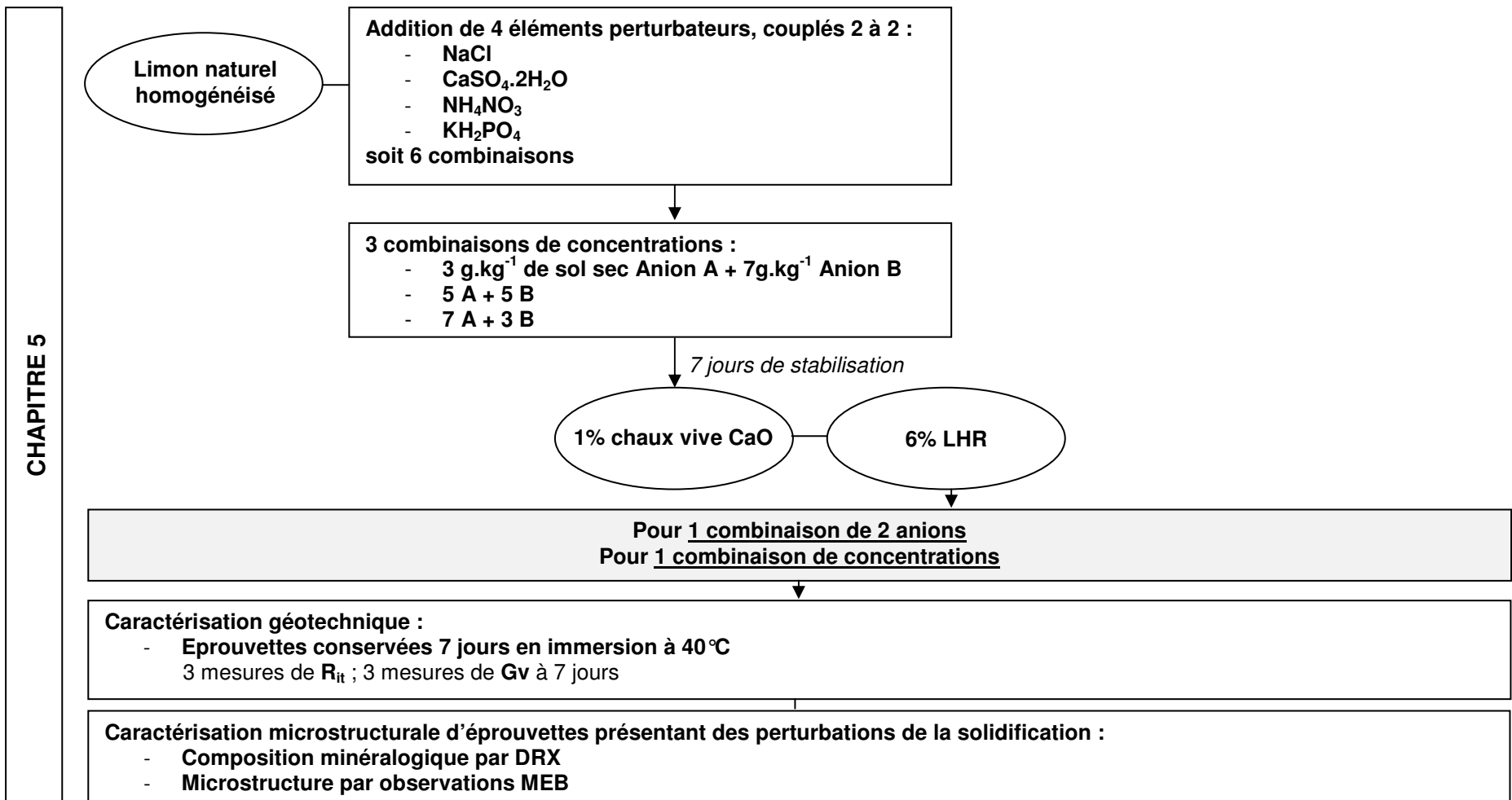
Caractérisation physico-chimique :  
 - Composition élémentaire de la fraction soluble à l'eau : Al, Ca, Cd, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Ni, Pb, S, Si, Sr, Ti, Zn  
 3 réplicats  
 - Concentrations en anions potentiellement perturbateurs de la fraction soluble à l'eau : Cl<sup>-</sup>, NO<sub>3</sub><sup>-</sup>, PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>, SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>  
 3 réplicats

- Mesures de pH  
 3 réplicats

Caractérisation microstructurale d'échantillons présentant des perturbations de la solidification :  
 - Composition minéralogique par DRX  
 - Microstructure par observations MEB

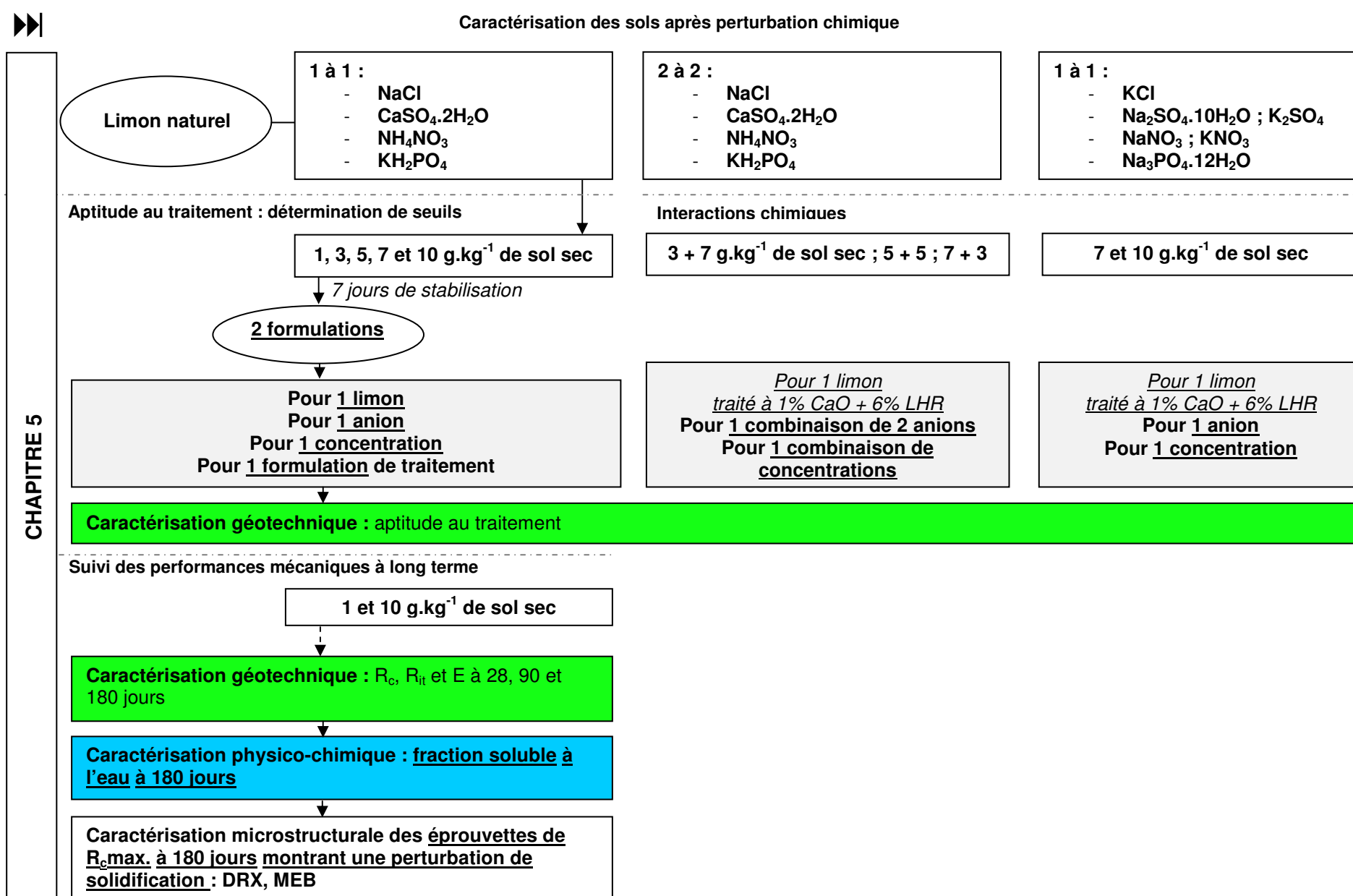
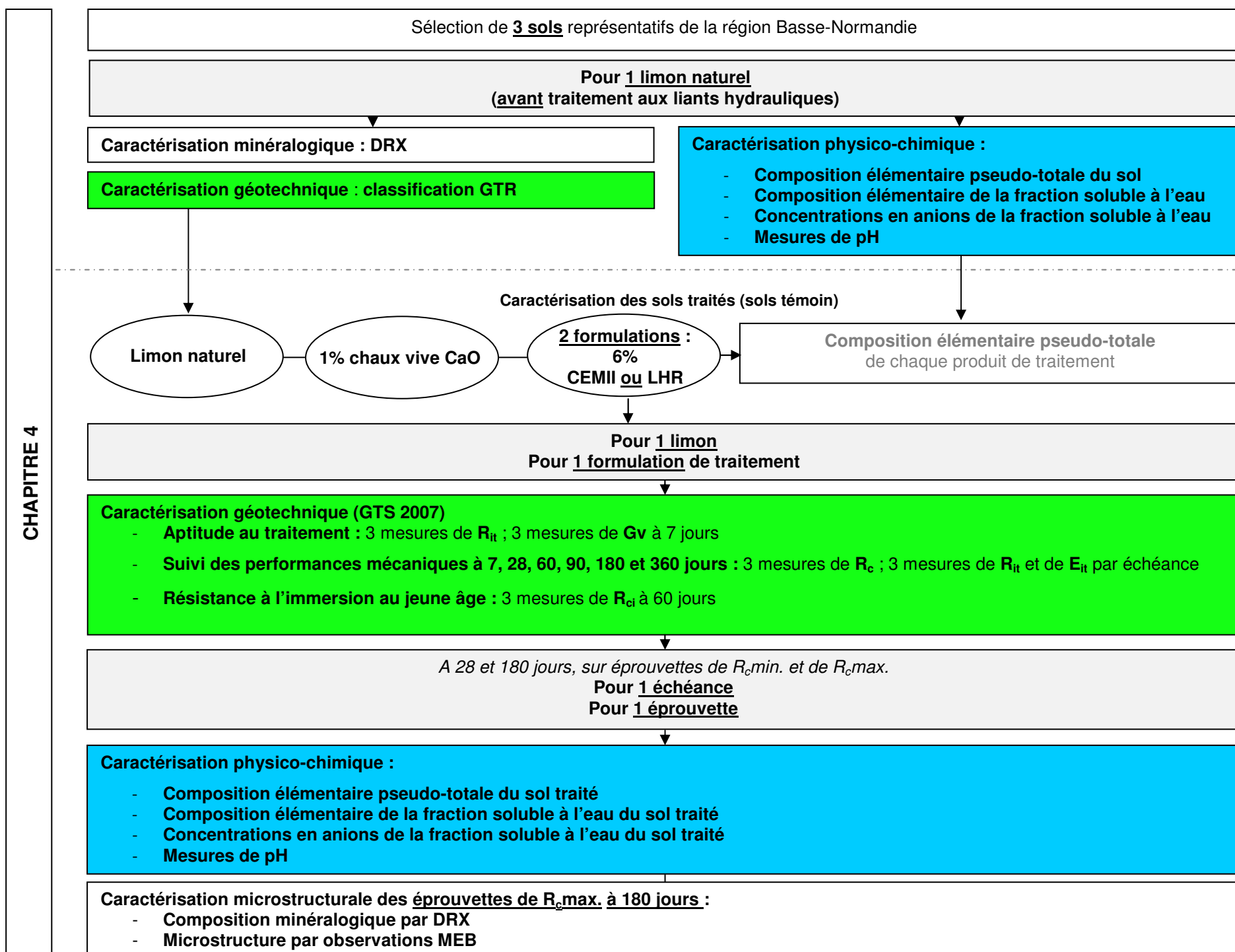
Interactions chimiques

Application à 1 limon pour un traitement 1% CaO + 6% LHR





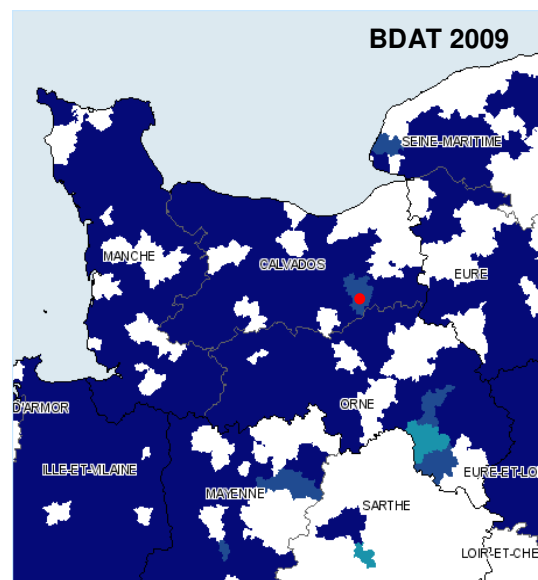
PLAN EXPERIMENTAL SIMPLIFIE



**ANNEXE 5. SELECTION PREPARATOIRE DES SOLS A ETUDIER  
SUR LA REGION BASSE-NORMANDIE**

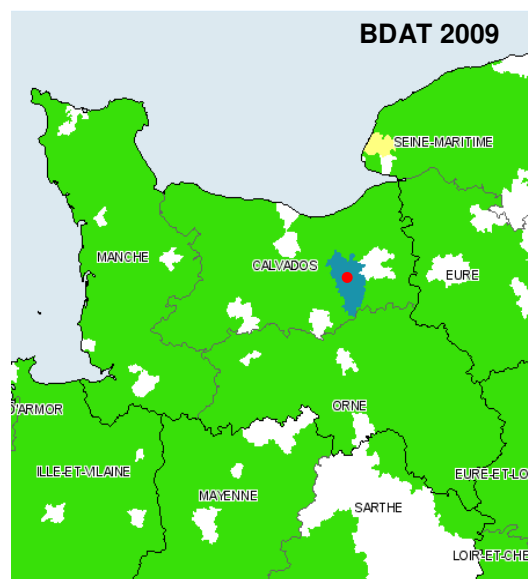
**Définitions :**  
Limon fin → fraction 2-20µm  
Limon grossier → fraction 20-50µm

**Carte 1. Médianes des teneurs en limon total (fin + grossier) de l'horizon de surface – 2000-2004**



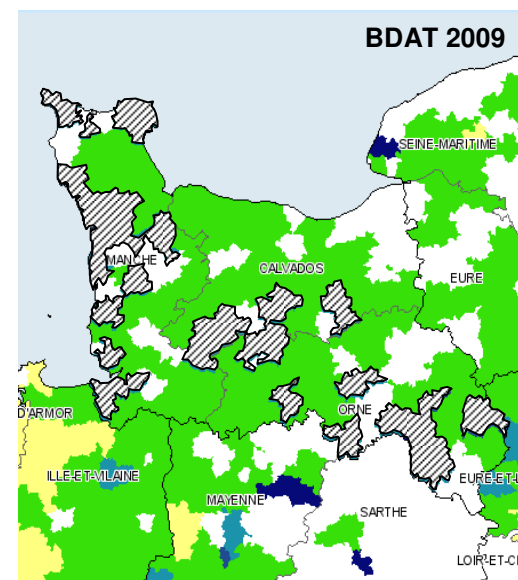
► Majorité à 450-1000g.kg<sup>-1</sup> (majorité à l'échelle nationale : 34%)  
► Exception à 350-450g.kg<sup>-1</sup>

**Carte 2. Médianes des teneurs en argiles de l'horizon de surface – 2000-2004**



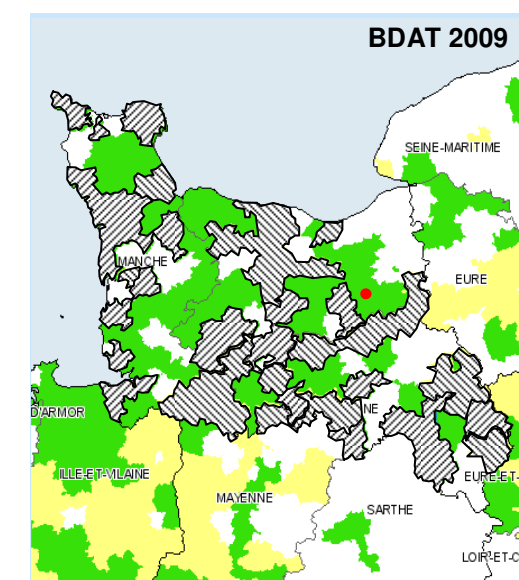
► 86,8% à 100-250g.kg<sup>-1</sup> (majorité à l'échelle nationale : 59,9%)  
► Exception à 250-350g.kg<sup>-1</sup>

**Carte 3. Médianes des teneurs en sable total (fin + grossier) de l'horizon de surface – 2000-2004**



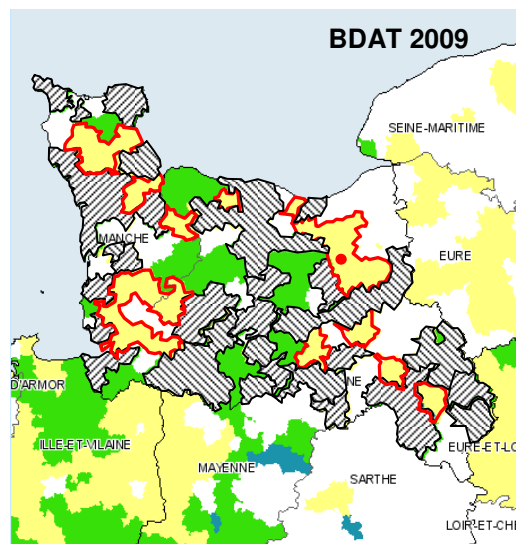
**Les limons fins et grossiers sont des variables d'étude.**  
les quantités de sable doivent être fixes : **100 à 250g.kg<sup>-1</sup> de sable** (majorité des sols de la région : 48,5%).

**Carte 4. Médianes des teneurs en sable fin de l'horizon de surface 2000-2004**



**100 à 250g.kg<sup>-1</sup> de sable fin**

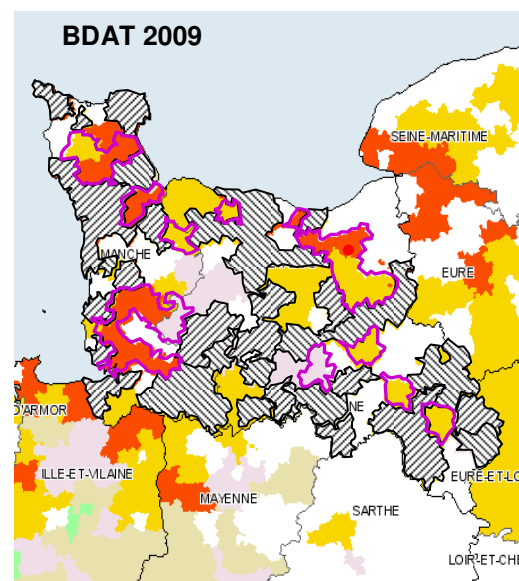
**Carte 5. Médianes des teneurs en sable grossier de l'horizon de surface 2000-2004**



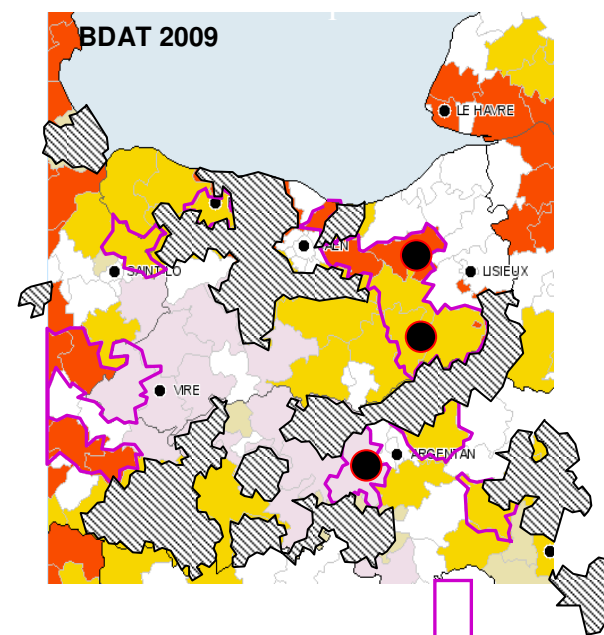
Zones de prélèvement possibles répondant au critère sable grossier = 0-100g.kg<sup>-1</sup>

**... et 0 à 100g.kg<sup>-1</sup> de sable grossier**

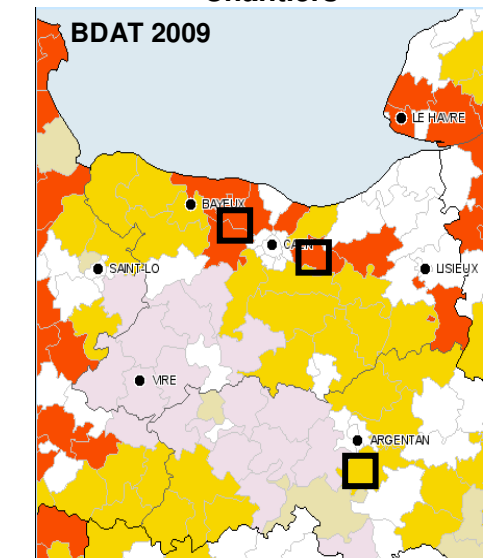
**Carte 6. Médianes du rapport limon fin sur limon grossier de l'horizon de surface 2000-2004**



**Carte 7. Localisation des sites de prélèvement**



**Carte 8. Localisation de sites de prélèvement / Chantiers**



**RECAPITULATIF DES LIMONS SELECTIONNES**

Argile (g.kg <sup>-1</sup> )	Granulométrie						
	Limon fin	Limon grossier	Limon total (g.kg <sup>-1</sup> )	Rapport LF/LG	Sable fin	Sable grossier	Sable total
350-450	100-250	250-350	350-450	0,5-0,75	100-250	0-100	150-250
250-350	100-250	350-450	450-1000	0-0,5	100-250	0-100	150-250
250-350	250-350	250-350	450-1000	0,75-1	100-250	0-100	150-250

## ANNEXE 6. PREPARATION DES SOLS

---

**Echantillons mères** : 3 limons de la région Basse-Normandie

- Limon de Loucelles (LL)
- Limon de Sées (LS)
- Limon de Démouville (LD)

A leur arrivée au laboratoire, cinq sacs de 25 à 30kg de limon sont mis de côté pour la caractérisation GTR. Le reste du limon est séché à 40°C en étuve ou à 20°C à l'air libre.

---

**Remarque.** LS a fait l'objet de deux prélèvements, espacé d'un an. En raison de ce délai, il n'a pas été possible de procéder à une homogénéisation de l'échantillon global, comme pour les deux autres limons. La caractérisation géotechnique et physico-chimique du limon de Sées naturel a été réalisée sur les deux prélèvements mais les calculs présentés dans le mémoire ont été établis à partir du premier prélèvement.

---

### CARACTERISATION GEOTECHNIQUE DES SOLS

#### Préparation de la fraction 0/20mm du sol

*La fraction 0/20mm correspond à la fraction testée lors de l'essai Proctor normal : c'est la fraction la plus grossière que nécessite la caractérisation des sols naturels.*

- ✓ Tri manuel : retrait des éléments les plus grossiers
- ✓ Homogénéisation du sol (150kg par sol en moyenne)
- ✓ Regroupement en 5 échantillons fille par sol
- ✓ Séchage en étuve à 40°C ou à l'air libre en chambre de conservation à 20°C
- ✓ Concassage/broyage manuel du matériau sec
- ✓ Tamisage à 20mm par voie sèche
- ✓ Conservation en sacs hermétiquement fermés à une température de 20±2°C et HR 50%

La détermination de la valeur au bleu du sol s'effectue sur 30 à 60g de la fraction 0/5mm du sol. Cet échantillon est rapidement obtenu par un tamisage à 5mm par voie sèche.

#### Préparation de la fraction 0/80µm du sol

*La fraction 0/80µm correspond à la fraction fine d'un matériau. C'est sur cette fraction que sont effectuées la sédimentométrie et l'ensemble des analyses physico-chimiques des sols naturels.*

- ✓ A partir de la fraction 0/Dmax, tamisage à 80µm par voie humide

- ✓ Séchage en étuve à 40°C
- ✓ Concassage/broyage manuel du matériau sec au mortier et au pilon (porcelaine)
- ✓ Conservation en flacons stériles à une température de 20±2°C et HR 50%

#### CARACTERISATION GEOTECHNIQUE DES SOLS TRAITES

##### Préparation de la fraction 0/6,3mm du sol

*La fraction 0/6,3mm correspond à la fraction nécessaire pour la confection d'éprouvettes de sol traité sur lesquelles sont effectués les essais de gonflement et de résistances mécaniques.*

- ✓ Reprise de la fraction 0/20mm par tamisage à 6,3mm par voie sèche
- ✓ Concassage/broyage manuel du refus
- ✓ Tamisage à 6,3mm
- ✓ Concassage/broyage mécanique du refus au malaxeur désagrégateur
- ✓ Tamisage à 6,3mm
- ✓ Conservation en sacs hermétiquement fermés à une température de 20±2°C et HR 50%

##### *Répartition granulométriques des 3 limons naturels étudiés*

Fraction granulométriques	LL	LS	LD
Passant à 20mm (%)	92	70	100
Passant à 6,3mm (%)	90	68	100
Passant à 80µm (%)	77	34	86

**Remarque.** La représentativité de la caractérisation ne se pose pas pour LL et LD, la fraction 0/20 étant supérieure à 90% de la fraction 0/Dmax et la fraction 0/80µm restant supérieure à 75%. Si elle est plus discutable pour LS, le respect des mêmes conditions d'étude permet d'assurer la comparaison de résultats.

*Matériel utilisé pour de la préparation des sols*

Matériel / Machine	Marque / Fournisseur	Caractéristiques / Conditions d'utilisation
Etuve 40 °C	Memmert	240 L ; convection naturelle
Etuve 40 °C	Provitech	1007L ; ventilation forcée
Tamis à maille carrée	Controlab	-
Malaxeur désagrégateur	Sols Mesures	11L 3 couteaux
Balance 40kg	Ohaus	Capacité 40kg±2g
Balance 4kg	Ohaus	Capacité 4kg ±0,01g jusqu'à 1kg ±0,1g au-delà
Balance 400g	Precisa	Capacité 400g ±0,0001g jusqu'à 100g ±0,001g au-delà

## ANNEXE 7. DESCRIPTIF DES ANALYSES GEOTECHNIQUES POUR UNE CLASSIFICATION DU SOL SELON LE GTR 1992

---

**Note.** Cette annexe est destinée à des non géotechniciens pour un éclairage ou une clarification sur le déroulement et la signification des essais de caractérisation géotechnique.

---

### Première phase de classification : détermination d'une classe selon la nature du sol

#### Analyse granulométrique par voie humide (XP P94-041) : $D_{max}$ , D, passant à 80 $\mu$ m

La composition granulométrique influence de façon primordiale les comportements physique et mécanique du sol et toutes les propriétés liées à la teneur en eau et aux fluctuations de celle-ci (compacité, plasticité, portance, capacité de rétention, perméabilité, capillarité...).

La détermination de la granulométrie suivant les spécifications de la norme XP P94-041 apporte par exemple des informations sur la proportion de la fraction fine, inférieure à 80 $\mu$ m. Cette fraction peut ensuite être reprise lors d'un essai de sédimentométrie (NF P94-057) pour définir la quantité d'argiles (fraction inférieure à 2 $\mu$ m).

#### Activité argileuse par la valeur au bleu du sol VBs (NF P94-068) : influence de la fraction argileuse et sensibilité à l'eau

Le principe de l'essai, décrit par la norme NF P94-068, repose sur la capacité particulière qu'a la molécule de bleu d'être adsorbée à la surface des particules, celle-ci pouvant varier de 0,3m<sup>2</sup>.g<sup>-1</sup> pour des fines inertes à plus de 400m<sup>2</sup>.g<sup>-1</sup> pour la montmorillonite. La surface spécifique des argiles étant prépondérante par rapport à celle d'autres fines, il y a une corrélation directe entre la quantité de bleu adsorbée par les particules d'un sol et son activité argileuse. L'activité argileuse permet en outre d'évaluer le risque de retrait/gonflement des argiles en fonction des variations hydriques du milieu.

et/ou

#### Argilosité par l'indice de plasticité IP (NF P94-051) : influence de la fraction argileuse et sensibilité à l'eau

L'indice de plasticité IP, défini par la norme NF P94-051, se calcule à partir des limites d'Atterberg sur la fraction 0/400 $\mu$ m d'un sol. Ce sont des teneurs en eau pondérale (exprimées en %) correspondant à des transitions particulières de la consistance du sol :

- la teneur en eau pour laquelle s'effectue le passage de l'état solide à l'état plastique est appelée limite de plasticité  $w_p$  ;
- la teneur en eau pour laquelle s'effectue le passage de l'état plastique à l'état liquide est appelée limite de liquidité  $w_L$ .

L'indice de plasticité IP se calcule en faisant la différence entre  $w_L$  et  $w_p$ .

**Remarque.** De ces deux essais permettant de caractériser l'activité argileuse des sols, seule la valeur au bleu a été réalisée. En effet les VBs mesurées pour les trois sols étant faibles (de l'ordre de  $1,0g \cdot 100g^{-1}$  de sol sec), elles s'avèrent suffisantes pour la classification GTR.

La classification établie à partir de ces différents paramètres (classes A, B, C, D, R, F) est résumée dans le tableau synoptique suivant.

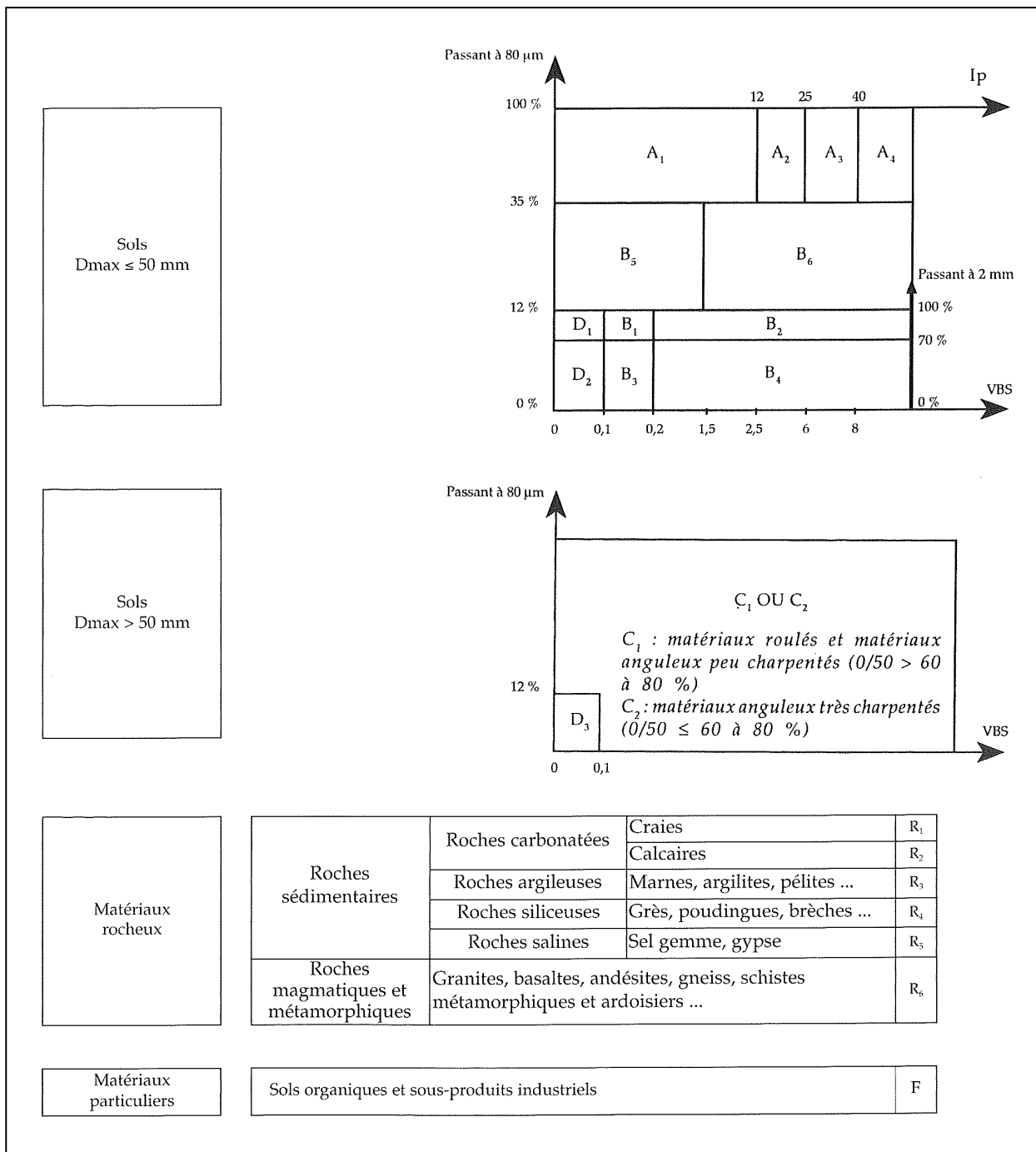


Tableau synoptique de la classification des matériaux selon leur nature (NF P 11-300) [GTR, LCPC-SETRA, 1992]



## Deuxième phase de classification : détermination d'une sous-classe par reconnaissance d'un état hydrique

### Caractéristiques de compactage par l'essai Proctor normal ou modifié (NF P94-093 ; NF EN 13286-2) : optimum Proctor ( $w_{OP}$ ; $\rho_{dOP}$ )

L'essai Proctor permet de déterminer la masse volumique sèche apparente maximale  $\rho_{dOPN}$  obtenu pour une teneur en eau spécifique et optimale  $w_{OPN}$ .

La masse volumique sèche apparente finale d'un sol dépend de la nature de celui-ci, de la teneur en eau et de l'énergie de compactage. Le compactage permet de resserrer la texture du sol, de réduire ses déformations, d'améliorer sa portance et sa résistance.

Pour une couche d'assise, la teneur en eau optimale et la masse volumique sèche maximale de sols de classe A<sub>1</sub>, A<sub>2</sub> ou B graveleux, sont déterminées par l'essai Proctor normal (NF P94-093 ; NF EN 13286-2).

A partir de plusieurs mesures de masse volumique sèche apparente, effectuées sur des sols présentant différentes teneurs en eau, la courbe  $\rho_d = f(w)$  est tracée. Elle présente un maximum, l'optimum Proctor normal, qui correspond à la teneur et à la masse volumique sèche optimales notées ( $w_{OPN}$  ;  $\rho_{dOPN}$ ) :

- $\rho_{dOP}$  arrondie au 0,01Mg.m<sup>-3</sup> le plus proche ;
- $w_{OP}$  arrondie au 0,1% le plus proche si  $< 10\%$  ; au 1% le plus proche si  $\geq 10\%$  ;
- pour un sol limoneux conventionnel  $w_{OPN} \approx 20\%$  et  $\rho_{dOPN} \approx 1,60-1,80\text{Mg.m}^{-3}$ .

### Portance du sol par l'essai de poinçonnement (NF P94-078 ; NF EN 13286-47) : indice portant immédiat IPI

En géotechnique routière, les sols sont traités à la chaux et/ou aux liants hydrauliques pour augmenter leurs performances mécaniques. L'action des traitements n'étant pas instantanée, il est nécessaire de s'assurer que, immédiatement après compactage, le sol présente une portance améliorée et suffisante pour permettre la circulation des engins de chantier. Cette propriété est évaluée à l'aide de l'indice Portant Immédiat (IPI), à la teneur en eau naturelle  $w_{nat}$  avant traitement et à la teneur en eau optimale  $w_{OPN}$  après traitement.

L'IPI d'un sol compacté est déterminé par un essai de poinçonnement avec un piston de 19,3cm<sup>2</sup> de section, enfoncé à une vitesse constante de 1,27mm.min<sup>-1</sup>, conformément aux normes NF P94-078 et NF EN 13286-47. A partir de la valeur obtenue, l'indice est défini par comparaison avec la valeur mesurée sur un matériau type. Par convention l'IPI est la plus grande des deux valeurs suivantes (exprimée sans unité) :

- $100 \times \text{Effort de pénétration à } 2,5\text{mm d'enfoncement (kN)} / 13,35$  ;
- $100 \times \text{Effort de pénétration à } 5\text{mm d'enfoncement (kN)} / 20$ .

L'essai de poinçonnement est effectué immédiatement après l'essai Proctor (courbe IPI =  $f(w)$ ) :



- indices exprimés au 0,5% le plus proche entre 0 et 9 ;
- au 1% le plus proche entre 10 et 29 ;
- au 1,5% pour des valeurs supérieures ou égales à 29).

Il est aussi possible de mesurer l'indice CBR (I.CBR), qui repose sur le même principe, l'échantillon de sol ayant été conservé en immersion pendant 4 jours à 20°C avec des charges supplémentaires.

#### **Teneurs en eau $w$ (NF P94-050)**

L'ensemble des teneurs en eau sont déterminées après un passage à l'étuve à 40°C (NF P94-050). Cette température est suffisante pour éliminer les formes libres de l'eau et suffisamment basse pour ne pas provoquer de perte significative de matière organique (M.O.) et/ou de sels par volatilisation [Pansu et Gautheyrou 2003].

### Matériel utilisé pour la caractérisation GTR

Matériel / Machine	Marque / Fournisseur	Caractéristiques / Conditions d'utilisation
<b>Paramètres de nature</b>		
<b>Analyse granulométrique</b>		
Tamiseuse par voie humide	Controlab	Régalage en amplitude et en durée de vibration
Tamis à maille carrée	Controlab	-
Agitateur mécanique	IGM	10000tr.min <sup>-1</sup>
Hexamétaphosphate de sodium pour solution à 5%	Carlo Erba	Poudre
Eau déminéralisée	Mieuxa	Bidon de 5L
Eprouvettes 2L	-	Diamètre 85mm
Densimètre (sédimentométrie)	-	Mesure de 0,995 à 1,050 ±0,0005
Thermomètre à sonde	Hanna	-
<b>Activité argileuse</b>		
Appareillage de valeur au bleu	Controlab	Agitateur à pale hélicoïdale de 8cm de diamètre ; vitesse de rotation réglable à 400 et 700tr.min <sup>-1</sup>
Filtre	Controlab	90mm
Bleu de méthylène pour solution à 10g.L <sup>-1</sup>	VWR	Poudre
<b>Paramètres d'état</b>		
<b>Paramètres de compactage</b>		
Compacteur Proctor	Controlab	Réglage de l'énergie de compactage : masse de la dame 2,5kg ; diamètre de la dame 50mm ; hauteur de chute 305mm Programme AFNOR/CBR : 56 coups par couche
Moule CBR (IPI)	IGM	Moule fendu à embase pleine : Hauteur 119mm ; diamètre 151mm ; épaisseur de paroi 9mm ; épaisseur de l'embase 14mm Disque d'espacement : épaisseur 36mm
Moule CBR (I.CBR)	Controlab	Moule plein à embase perforée (sur 1% de la surface) Hauteur 152 mm ; diamètre 152mm Disque d'espacement : épaisseur 25mm Disques de surcharge annulaire et semi-annulaire : épaisseur 25mm ; masse 2,27kg Mesure du gonflement vertical en I.CBR par comparateur au 1/100 <sup>e</sup> de mm
<b>Portance</b>		
Presse CBR (IPI/I.CBR)	Controlab	Vitesse de déplacement du plateau 1,27mm.min <sup>-1</sup> Diamètre du piston 50mm Anneau dynamométrique de capacité 50kN de raideur k 23,25kN.mm <sup>-1</sup> Mesure de déplacement par comparateur au 1/100 <sup>e</sup> de mm

FICHES TECHNIQUES PRODUITS

CHAUX VIVE PROVIACAL® DS - LHOIST



## Proviacal® DS, valorisation des excédents d'excavation

Version : 01  
Date : 01 Janvier 2005

<b>Granulométrie</b>	
Passant à 2 mm	100 %
Densité apparente de l'ordre de 1	
<b>Chimie</b>	
Teneur en (CaO+MgO) total	≥ 80 %
Teneur en MgO	< 5 %
Teneur en CO <sub>2</sub>	< 7 %
Teneur en SO <sub>3</sub>	< 2 %
<b>Réactivité à l'eau</b>	
La température d'un mélange de 150 g de Proviacal® DS avec 600 g d'eau à 20°C doit atteindre 60°C en moins de 25 minutes.	

### Description

Proviacal® DS est un réactif pulvérulent élaboré pour le traitement in-situ ou en centrale de matériaux excédentaires issus d'excavations ou de carrières – scalpage ou découverte - en vue de leur réutilisation dans la construction d'ouvrage ou comme granulats. Proviacal® DS contribue ainsi à l'optimisation de la ressource granulaire.

### Caractéristiques physiques et chimiques

Déterminées en conformité avec les modes opératoires de la norme NF EN 459-2, les caractéristiques physiques et chimiques de Proviacal® DS sont conformes à celles de la classe CL80 Q définie dans la norme NF EN 459-1. Proviacal® DS possède une granulométrie et une fluidité adaptées aux conditions de manutention des installations de recyclage. Proviacal® DS contient essentiellement de l'oxyde de calcium réactif.

### Conditionnement

Proviacal® DS est livré en vrac pulvérulent.

### Données de sécurité

Fiche de données de sécurité disponible sur demande.

### Qualité

Proviacal® DS est fabriqué dans des usines bénéficiant des certification et marquage CE (norme NF EN 459 « Chaux de construction »). Toutefois, s'agissant de produits naturel, de légères variations des caractéristiques physico chimiques peuvent être enregistrées sans incidence notable sur la qualité du produit.

### Principaux domaines d'application

Proviacal® DS s'utilise pour la valorisation de co-produits de carrières, de déblais de tranchée, de fouilles de bâtiment de marinage de tunnels. Proviacal® DS améliore les performances mécaniques de ces co-produits pour une réutilisation en remblais, et par augmentation du dosage, les performances mécaniques pour un réemploi en PST et arases. Le pré-traitement avec Proviacal® DS peut être complété par un traitement aux liants hydrauliques pour des applications en couche de forme et assises de chaussées à faible trafic.

Les matériaux obtenus après traitement avec Proviacal® DS sont identifiés, caractérisés et classés suivant le GTR. Leur mise en œuvre doit se faire conformément aux recommandations du Guide Technique de Réalisation des remblais et couches de formes et du Guide Assises de Chaussées en Sol Traité.

### Mise en œuvre

La mise en œuvre de Proviacal® DS peut s'effectuer par épandage et malaxage comme pour le traitement des sols à la chaux et/ou aux liants hydrauliques ou au moyen d'installations fixes ou semi-mobiles conçues à cet effet. Un agent anti-mottant peut être ajouté à Proviacal® DS pour améliorer la fluidité.



Proviacal® DS contribue à optimiser l'exploitation des gisements de granulats et à valoriser les matériaux d'excavation.



**Chaux & Dolomie Françaises**



BP 215 NEAU  
F 53602 ÉVRON Cédex  
Téléphone: +33 (0)2 43 98 23 78 - Télécopie: +33 (0)2 43 98 29 29

**Rapport d'analyse**
**Version 1 N° 105100001310**
*Usine:* NEAU

*Type de produit:* CHAUX VIVE

*Produit:* Calciq 0/2

*Dates:* Fabrication: 19/04/2011 Entrée au laboratoire: 09/05/2011 15:41:12 Décision: 18/05/2011

Chimie		
Analyse	Code	Valeur
Oxyde de Calcium	CaO	= 93,0 %
Oxyde de Magnesium	MgO	= 1,1 %
Oxyde de Fer	Fe2O3	= 0,102 %
Oxyde d'Aluminium	Al2O3	= 0,129 %
Dioxyde de Silicium	SiO2	= 0,49 %
Oxyde de Potassium	K2O	= 0,0096 %
Oxyde de Manganèse	Mn3O4	= 0,0135 %
Trioxyde de Soufre	SO3	= 0,3046 %
Pentoxyde de Phosphore	P2O5	= 0,2108 %
Perte au feu	PAF	= 4,88 %
Dioxyde de Carbone	CO2	= 3,8 %
Soufre Total	S	= 0,122 %
Eau Total	H2O	= 1,08 %
Manganèse	Mn	= 0,0097 %
Phosphore	P	= 0,0920 %
Chaux libre	CaOL	= 87,9 %
Carbonate de Calcium	CaCO3	= 8,6 %
Hydroxyde de Calcium	CaOH2	= 4,4 %
Sulfate de Calcium	CaSO4	= 0,52 %
CaO + MgO specif. CE	CaOMgOCE	= 94,10 %

 Siège Social : 15, rue Henri Dagallier - 38030 GRENOBLE Cedex 2 - Tél. +33 (0)4 76 33 58 00 - Fax +33 (0)4 76 33 58 33  
 S.A.S. au capital de 82 873 819 € - 378 522 858 RCS Grenoble - TVA FR 62 378 522 858 - Code NAF 6430Z

Edition du 18/05/2011

P. ARNAUD



# CIMENT CEMII/B 32,5R – CALCIA



**Ciments Calcia**  
Italcementi Group

Direction Industrielle  
et Technique  
Les Technodes  
B.P. 01  
76931 Guerville cedex

Direction Commerciale  
Assistance  
et Prescription Clients  
Tél. : 01 34 77 76 81  
Fax : 01 30 98 73 50

Version du : 28/01/2008

N° certificat CE : 0333-CPD-1606

Fiche produit de

**Ranville**  
**CEM II/B-M (S-LI) 32,5 R CE CP1 NF**

## Caractéristiques physiques et mécaniques

Compression en M Pa				Retrait en µm/m à 28j	eau pâte pure en %	Début de prise en mn	Chaleur en J/g à 41h	Surface Blaine en cm²/g	Masse Volumique en g/cm³	Stabilité en mm	Mariabilité sur mortier CEN en s
1j	2j	7j	28j								
nd	20.0	34.2	46.2	500	26.2	205	246	4000	3.03	1.0	nd

Composition élémentaire (%)		Constituants (%)		Caractéristiques des constituants			
Perte au feu	9.08	<b>Principaux</b>		<b>Nature</b>	<b>Caractéristiques</b>		
SiO2	17.88	Clinker (K) Ranville	45.0	Clinker (K) Ranville	CaO/SiO2	K1	K
Al2O3	4.34	Clinker (K1) Outao	25.0		MgO (%)	1.48	1.31
Fe2O3	3.06	Laitier (S)	10.0	Clinker (K1) Outao	Al2O3 (%)	4.33	4.95
TiO2	0.26	Cendres (V)			Insoluble (%)	nd	nd
MnO	0.09	Calcaire (L)	18.0	Laitier (S)	C3S (%)	77.8	68.6
CaO	59.64	Fumées de silice (D)			C2S (%)	2.2	8.5
MgO	1.89	<b>Secondaires</b>		Calcaire (L)	C3A (%)	5.1	6.1
SO8	2.51	Calcaire (L)			C4A F (%)	11.4	12.7
K2O	0.68	Fines de cuisson (F)	2.0	Cendres (V)	Laitier vitreux (%)		97.00
Na2O	0.08	Total	100.0		{ CA O+MgO }/Si O2		1.38
P2O5	0.35	<b>Sulfate de calcium</b>		{ CA O+MgO+Si O2 (%)		86.69	
S-	0.11	Gypse	3.1	Calcaire (L)	PF (%)		
Cl-	0.02	Anhydrite			CaO réactive (%)		
Insoluble CEN	0.61	<b>Additifs</b>		SiO2 réactive (%)			
Na2O éq. actif	0.44	Agent de mouture Cibex FS903 (AXM)	0.032	Fumées de silice (D)	CaCO3 (%)		94.10
Colorimétrie (L)	63.42	Agent réducteur Sulfate de fer	0.15		Adsorption bleu méthylène (g/100g)		0.33
				TOC (%)		0.05	
				SiO2 amorphe (%)			
				PF (%)			
				Aire massique BET (m²/kg)			

Mouture	
Broyeur(s)	3

Stockage	
Silo(s)	cf plan de silotage

Points de vente	Vrac	Sac
Usine de Ranville	Oui	Oui

Valeurs moyennes année 2007 données à titre indicatif.



Site web :  
Rue des Technodes  
76931 Guerville  
Tél : 01 34 77 76 00  
Fax : 01 30 98 73 50

SAS au capital de 500 000 000 €  
Siren : 624 600 666 RCS Guerville

# ROLAC® 645

## Liant hydraulique polyvalent

### DÉFINITION

Le ROLAC® 645 de l'usine du Havre Saint-Vigor est un liant hydraulique routier polyvalent pouvant être utilisé en traitement en place ou en centrale sur un grand nombre de matériaux.

### COMPOSITION

Constituant		Proportion	Tolérance
Laîtier	S	65%	±1,0%
Clinker Portland	K	35%	±1,0%

### CARACTÉRISTIQUES SPÉCIFIQUES

90,3 < 3%

R<sub>c</sub> à 56 jours sur mortier normalisé ≥ 50 MPa (NF EN 196-1)

SSB > 4000 cm<sup>2</sup>/g

Masse volumique : 2,9 g/cm<sup>3</sup>

Densité apparente : 1 g/cm<sup>3</sup>



### PRINCIPAUX DOMAINES D'UTILISATIONS

- Traitement des sols pour la création de couches de forme de chaussées, de pistes, de plates-formes industrielles, d'aires de stockage ou de parkings, de routes forestières ou d'exploitations agricoles,...
- Traitement des gravés (calcaires, siliceux, silico-calcaires,...) et des sables utilisés pour la confection des assises de chaussées routières, autoroutières et aéroportuaires.
- Retraitement en place des chaussées anciennes (routes nationales et départementales, voiries communales, chemins forestiers,...).

### DOSAGES D'USAGES

Les dosages à respecter varient en fonction du type d'application, de la nature et de la qualité des matériaux à traiter.

Traitement de sols : Remblais ..... dosage 3 à 6%

Couches de forme ..... dosage 4 à 7%

Assise de chaussées ..... dosage 6 à 8%

Traitement de gravés 0/20 : ..... dosage 3 à 6%

Traitement de sables : ..... dosage 4 à 7%

### LIEUX DE PRODUCTION ET DE STOCKAGE

Usine du Havre Saint-Vigor (76)

Dépôt de Corneilles en Paris (95)

Produit disponible en vrac

### CONSEILS DE MISE EN ŒUVRE

- Ne pas utiliser pour la fabrication d'ouvrages en béton armé.
- La mise en œuvre doit se faire par une température supérieure à 5°C (prendre également en compte la température du sol).
- Appliquer une couche de cure sur le matériau traité pour le protéger de la dessiccation.

### PERFORMANCES D'USAGES\*

Sols	W%	Etat	Vbs	Densité	Dosage	Rc/ Rci	Rc (MPa)	Rt/module (MPa)	Classe
Limon brun A1	19,1%	h	1,09	1,768	6%		1,01 à 10j	0,20/1824 à 90j 98,5% γOPN	Zone 4
Grave 0/20 semi-concassé silico calcaire	6%			2,2	3,5%			1,16/19805 à 60j à γOPM	Grave G4 à 360j (estimation par coefficient)
Limon A2	18%	h	3,32	1,7	1,5%CaO + 5%	0,78	2,5 à 7j 4,6 à 60j	0,27,6400 à 90j 92% à γOPN	Zone 5

\*Ces valeurs sont données à titre indicatif et sont à confirmer par des essais préliminaires

### RÉFÉRENCES CHANTIERS

Chantier	Dépt.	Entreprise	Désignation
Déviaton de MONTVILLIERS	76	VALERIAN	Limon traité en place
Déviaton de LUZARCHES	95	GTM	Limon traité en place
Autoroute A28 ROUEN ALENÇON	27	GIE Constructeurs A28 (BOUYGUES)	Limon traité en place et en centrale
Plate forme sur le port du HAVRE	76	TINEL	Sablon traité en centrale
Déviaton de MOREE	41	SERTP (GUINTOU)	Limon traité en place

LA FARGE CEMENTS  
DRV Vallée de Seine  
Tél. 01 47 18 36 36  
Fax 01 46 81 25 83  
fabrice.agnesina@lafarge.com

LA FARGE CEMENTS  
DRV Sud-Est  
Tél. 04 42 94 21 00  
Fax 04 42 94 21 12  
gerard.benvenuto@lafarge.com

LA FARGE CEMENTS  
DRV Sud-Ouest  
Tél. 05 62 11 53 33  
Fax 05 61 41 14 81  
philippe.lasseur@lafarge.com

LA FARGE CEMENTS  
DRV Ouest  
Tél. 02 51 80 40 70  
Fax 02 51 80 40 79  
jean-christophe.redon@lafarge.com

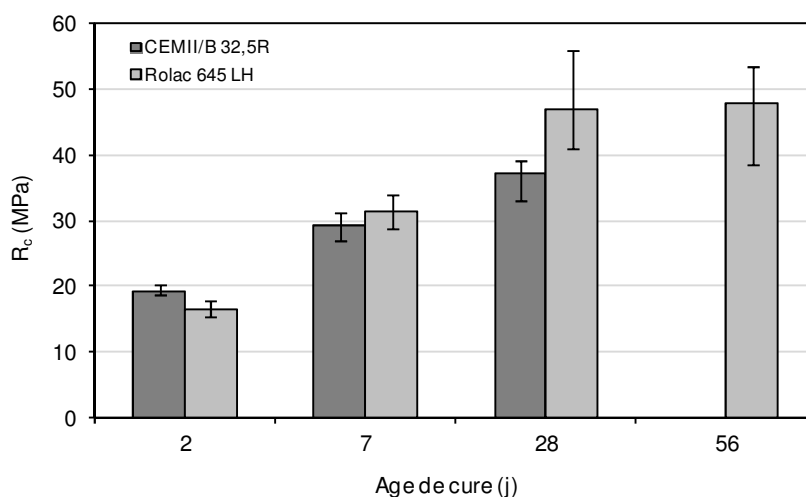


*Analyse des compositions élémentaires pseudo-totales des produits de traitement*

	Chaux vive Proviacal ®		Ciment CEMII/B 32,5R Calcia Usine de Ranville				Liant hydraulique routier ROLAC 645 Lafarge Usine Le Havre St-Vigor	
	FTP Composition en oxydes (%)	Résultats expérimentaux Composition élémentaire (%)	FTP Composition en oxydes (%)	Résultats expérimentaux Composition élémentaire (%)	FTP Composition en oxydes (%)	Résultats expérimentaux Composition élémentaire (%)	Résultats expérimentaux Composition élémentaire (%)	
SiO <sub>2</sub>	0,49	Si 0,10	17,88	Si 0,07	0,07	Si 0,08		
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,13	Al 1,86	4,34	Al 3,74	3,74	Al 0,06		
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,10	Fe 1,65	3,06	Fe 0,42	0,42	Fe 0,04		
TiO <sub>2</sub>	NP	Ti 0,09	0,26	Ti 0,13	0,13	Ti 0,001		
MnO	0,01	Mn 0,02	0,09	Mn 0,09	0,09	Mn 0,01		
CaO	93,00	Ca 28,67	59,64	Ca 21,51	21,51	Ca 29,77		
MgO	1,1	Mg 0,51	1,89	Mg 1,97	1,97	Mg 0,27		
SO <sub>3</sub>	0,30	- -	2,51	- -	- -	- -		
K <sub>2</sub> O	0,01	K 1,08	0,68	K 0,67	0,67	K 0,03		
Na <sub>2</sub> O	NP	Na NM	0,08	Na NM	NM	Na NM		
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,21	- -	0,35	- -	- -	- -		
S	0,12	S 0,90	NP	S 1,05	1,05	S 0,04		
P	0,09	P NM	NP	P NM	NM	P NM		

NP : non précisé  
NM : non mesuré

*Evolution des résistances à la compression simple du CEMII/B 32,5 R et du ROLAC 645 LH au cours du temps (mesure sur mortier normalisé NF EN 196-1) : détermination de la classe vraie*



*Matériel utilisé pour la caractérisation des produits de traitement*

Matériel / Machine	Marque / Fournisseur	Caractéristiques / Conditions d'utilisation
Caractérisation des produits de traitement		
Réactivité de la chaux		
Appareillage de réactivité de la chaux	Controlab	Vase Dewar 1L Agitateur à pale hélicoïdale ; vitesse de rotation réglable à 300tr.min <sup>-1</sup> Thermomètre 0-100 °C
Caractérisation mécanique		
Malaxeur à mortier	Controlab	Cuve 5L Vitesse réglable à 140 et 285tr.min <sup>-1</sup> (mouvement solaire)
Sable normalisé pour mortier normalisé	Société Nouvelle du Littoral	Granulométrie constante certifiée
Moules 4x4x16 métalliques	Controlab	Cloison s amovibles ; moule démontable
Table à chocs	Controlab	Vitesse de 1 choc.min <sup>-1</sup>
Portique de compression	Controlab	Pilotage manuel en vitesse d'application de la force (en kN.s <sup>-1</sup> ) Enregistrement de la force maximale
Bâti de flexion et de compression	Controlab	Bâti de flexion 3 points : distance entre les appuis 10cm Bâti de compression : deux plateaux carré de 4cm de côté
Caractérisation physico-chimique		
Acide nitrique HNO <sub>3</sub> concentré	VWR Prolabo (AnalaR Normapur)	68% ; d 1,41
Acide chlorhydrique HCl concentré	VWR Prolabo (Technical)	35% ; d 1,16
Dispositif de minéralisation acide	Berghof DAP-60K	Bombes téflon 60mLM Manège PP pour 10 bombes Disques de rupture en aluminium
Four de minéralisation à micro-ondes	Berghof speedwave MWS-2	Puissance 1000W Réglable pour 3 paliers en température, en durée et en puissance (programme P0)
Eau ultra pure	Maxima USF Elga	Résistivité 15,5MΩ.cm à 20 °C (conductivité de 0,047μS.cm <sup>-1</sup> ) pH 6,6-7,6
Seringues	Norm-ject (Fisher Scientific)	PP ; 30mL
Filtres seringues 0,45μm	(Fisher scientific)	PTFE
Tubes ICP	Sterilin	PP ; 15mL
ICP-AES	Varian Vista MPX	Logiciel Varian



## ANNEXE 9. APTITUDE A LA REUTILISATION D'UN LIMON EN ASSISE DE CHAUSSEE SELON LE GTS 2007

**Note.** Cette annexe est destinée à des non géotechniciens, non spécialistes des études de terrassements routiers en laboratoire, afin de se familiariser avec le déroulement des essais de caractérisation géotechnique des sols traités.

### Caractéristiques de compactage (essai Proctor normal) (NF EN 13286-2 ; NF P94-093) : cf. Annexe 7

La confection des éprouvettes pour les essais de résistances mécaniques à la compression simple et à la traction indirecte en fonction de la classe GTR du sol répond à certaines exigences de dimensions (élancement qui correspond au rapport diamètre/hauteur) et de compactage.

A l'optimum Proctor normal (OPN), une masse volumique sèche de 96% de  $\rho_{dOPN}$  en traction indirecte correspond aux exigences de compactage de fond de couche, tandis qu'une masse volumique de 98,5% de  $\rho_{dOPN}$  en compression simple correspond aux exigences de compactage de surface.

*Modalités de confection d'éprouvettes en fonction du sol et du type d'essai - couches d'épaisseur > 30cm ou couche unique forme-fondation [GTS, LCPC-SETRA, 2007]*

Type de sol	Type d'essai	Elancement	Masses volumiques sèches d'étude ( $\rho_{de}$ ) et teneurs en eau d'étude ( $w_e$ )	Mode de compactage
<b>A<sub>1</sub> et A<sub>2</sub></b>	Résistance en compression simple	2	$\rho_{de} = 98,5\%$ de l'OPN $w_e = OPN$	statique double effet
	Résistance en traction indirecte et module	1	$\rho_{de} = 96\%$ de l'OPN $w_e = OPN$	
<b>B sableux</b>	Résistance en compression simple	2	$\rho_{de} = 97\%$ de l'OPM $w_e = OPM$	statique double effet ou vibrocompression
	Résistance en traction indirecte et module	1	$\rho_{de} = 95\%$ de l'OPM $w_e = OPM$	
	Résistance en traction directe et module	2		vibro compression
<b>B graveleux</b>	Résistance en compression simple	2	$\rho_{de} = 98,5\%$ de l'OPN $w_e = OPN$	statique double effet ou vibrocompression
	Résistance en traction indirecte et module	1	$\rho_{de} = 96\%$ de l'OPN $w_e = OPN$	
	Résistance en traction directe et module	2		
<b>B graveleux (peu argileux)</b>	Résistance en compression simple	2	$\rho_{de} = 97\%$ de l'OPM $w_e = OPM$	statique double effet ou vibrocompression
	Résistance en traction indirecte et module	1	$\rho_{de} = 95\%$ de l'OPM $w_e = OPM$	
	Résistance en traction directe et module	2		

**Portance du sol : Indice Portant Immédiat et indice CBR (compactabilité et traficabilité : caractérisation de l'aptitude à être porté à une densité élevée et mesure de la déformation au jeune âge) (NF EN 13286-47) : cf. Annexe 7**

Le tableau ci-dessous indique l'IPI minimum que le sol traité doit atteindre pour envisager une valorisation en assise de chaussée en fonction de sa classe GTR.

*Valeurs minimales de l'indice de portance immédiate sur chantier pour les matériaux traités*  
[GTS, LCPC-SETRA, 2007]

Type de sol	IPI minimum
A <sub>1</sub> et A <sub>2</sub>	20
B sableux	30
B graveleux	50

**Aptitude au traitement du matériau traité (NF P94-100 ; NF EN 13286-42 ; NF EN 13286-49)**

L'essai permet de définir l'aptitude d'un sol à une formulation de traitement donnée dans un délai court (7 jours) : les conditions de conservation (immersion à 40°C) conduisent rapidement à une insensibilité à l'eau des sols traités résultant de la floculation des argiles et de la prise du ciment. L'essai d'aptitude au traitement permet alors de vérifier si des agents chimiques, organiques ou minéraux, peuvent nuire à la solidification. Cependant, ces conditions de cure sont extrêmes en comparaison de ce que peut subir le matériau dans l'environnement.

▪ **Détermination du gonflement volumique G<sub>v</sub>**

Le volume initial V<sub>i</sub> des éprouvettes cylindriques de diamètre Ø 5cm et de hauteur h 5cm (5x5) est calculé immédiatement après leur confection, à partir de leurs dimensions déterminées au pied à coulisses.

V<sub>i</sub> s'exprime :

$$V_i = h_m \pi \varnothing_m^2 / 4 \quad (1)$$

avec h<sub>m</sub> en mm, la moyenne de deux mesures de hauteur espacées de 90

Ø<sub>m</sub> en mm, la moyenne de trois mesures de diamètre, en haut, au milieu et en bas de l'éprouvette

Les éprouvettes sont ensuite recouvertes de bandelettes perméables et immergées.

Après 4h dans un environnement à une HR ≥ 90% et à θ 20±2°C et 7 jours d'immersion totale dans l'eau à 40°C, les éprouvettes sont sorties du bain thermostatique, les bandelettes sont retirées et le volume final V<sub>f</sub> des échantillons est déterminé par pesée hydrostatique.

Après avoir épongé leurs surfaces, elles sont pesées à l'air : masse M<sub>a</sub> en g.

Elles sont immergées et pesées dans l'eau : masse M<sub>w</sub> en g.

Soit ρ<sub>w</sub> la masse volumique de l'eau (ρ<sub>w</sub> = 1g.cm<sup>-3</sup>).

Alors :

$$V_f = (M_a - M_w) / \rho_w \quad (2)$$

Finalement le calcul du gonflement volumique est le suivant :

$$Gv(\%) = (V_f - V_i) / V_i \quad (3)$$

▪ **Détermination des résistances à la traction indirecte  $R_{it}$**

Le principe de l'essai consiste à effectuer une traction indirecte en appliquant une charge linéaire sur 2 génératrices diamétralement opposées d'une éprouvette cylindrique 5x5.

L'essai est réalisé sous une presse IGM équipée d'un capteur de force de 50kN avec une vitesse d'application des forces de 0,04kN.s<sup>-1</sup>.

La résistance est déterminée à partir de la force appliquée par la presse au moment de la rupture de l'échantillon ( $F_r$  en N) en utilisant la formule suivante :

$$R_{it} = 2 F_r / \pi h \varnothing \quad (4)$$

avec  $R_{it}$  en MPa, exprimée à  $\pm 0,01$ MPa, la résistance à la traction indirecte de l'éprouvette de mélange traité aux liants hydrauliques

$F_r$  en N, l'effort maximal supporté par l'éprouvette

$h$  en mm, la longueur de l'éprouvette

$\varnothing$  en mm, le diamètre de l'éprouvette

La résistance à la traction correspond à 80% de la résistance à la traction indirecte :

$$R_t = 0,8 R_{it} \quad (5)$$

Les critères d'aptitude au traitement d'un sol sont récapitulés dans le tableau suivant. Un sol est déclaré apte au traitement dès lors que son gonflement volumique  $Gv$  est inférieur à 5% et que sa résistance à la traction indirecte est supérieure à 0,2MPa.

*Critères pour l'interprétation de l'aptitude au traitement*

Aptitude au traitement	Gonflement volumique $Gv$ (%) (NF EN 13286-49)	$R_{it}$ (MPa) à 7j conservé à 40°C en immersion (NF EN 13286-42)
<b>Adapté</b>	$Gv < 5$	et $R_{it} > 0,2$
<b>Douteux</b>	$5 \leq Gv \leq 10$	ou $0,1 \leq R_{it} \leq 0,2$
<b>Inadapté</b>	$Gv > 10$	ou $R_{it} < 0,1$

### Suivi des performances mécaniques

Les essais de résistance à la compression simple et à la traction indirecte avec mesure du module d'élasticité permettent un suivi de la solidification dans des conditions de cure plus proches de la réalité que lors de l'essai d'aptitude au traitement (conservation en moule hermétique, à  $20 \pm 2^\circ\text{C}$ ).

#### ▪ Résistances en compression simple (NF EN 13286-41)

L'essai consiste à solliciter une éprouvette cylindrique de diamètre  $\varnothing$  5cm et de hauteur h 10cm (5x10) entre deux plateaux perpendiculairement à son axe principal, sur une presse IGM 50kN pilotée par ordinateur, avec une vitesse d'application de la force constante de  $0,1\text{kN}\cdot\text{s}^{-1}$ .

La contrainte à la rupture est alors :

$$R_c = 4 F_r / \pi \varnothing^2 = F_r / A \quad (6)$$

avec  $R_c$  en MPa, exprimée à 0,1MPa si  $\leq 5\text{MPa}$  ; à 0,5MPa si  $> 5\text{MPa}$ , la résistance à la compression de l'éprouvette de mélange traité aux liants hydrauliques

$F_r$  en N, l'effort maximal supporté par l'éprouvette

$A$  en  $\text{mm}^2$ , la surface de section transversale de l'éprouvette

#### ▪ Résistances et du module d'élasticité en traction indirecte (NF EN 13286-42 ; NF EN 13286-43)

Le déroulement de l'essai s'effectue de la même manière que pour les éprouvettes soumises au test d'aptitude à ceci près que les éprouvettes 5x5 sont équipées d'un extensomètre 4 capteurs  $1 \pm 0,0001\text{mm}$  permettant de déterminer des déformations diamétrales au cours de l'essai.

$\Delta\varnothing_0$  est l'allongement du diamètre perpendiculaire au plan de rupture de l'éprouvette.

$\Delta\varnothing_{60}$  est la variation d'un second diamètre, orienté de  $60^\circ$  par rapport à la perpendiculaire du plan de rupture.

Le module de déformation  $E_{it}$  est estimé à 30% de la contrainte maximale, c'est-à-dire lorsque la charge appliquée  $F = 0,3 F_r$  à partir des variations de diamètres  $\Delta\varnothing_0$  et  $\Delta\varnothing_{60}$ .

Le module de Poisson  $\nu$  est déterminé à partir de :

$$\nu = (1 + 0,40\Xi) / (1,73 - 1,07\Xi) \quad (7)$$

Le module d'élasticité  $E_{it}$  est calculé ainsi :

$$E_{it} = (0,273 + \nu + 0,726\nu^2) \times 0,3F_r / (h \times \Delta\varnothing_0) \quad (8)$$

avec  $\nu$ , le coefficient de Poisson

$\Xi$ , le rapport  $\Delta\varnothing_{60} / \Delta\varnothing_0$

$E_{it}$  en MPa, exprimé avec 3 chiffres significatifs, le module d'élasticité en traction indirecte

$F_r$  en N, la force maximale supportée

$h$  en mm, la hauteur de l'éprouvette

$\Delta\varnothing_0$  en mm, la variation de longueur du diamètre horizontal AB lorsque  $F = 0,3F_r$

$\Delta\varnothing_{60}$  en mm, la variation de longueur du diamètre CD incliné à  $60^\circ$  lorsque  $F = 0,3F_r$

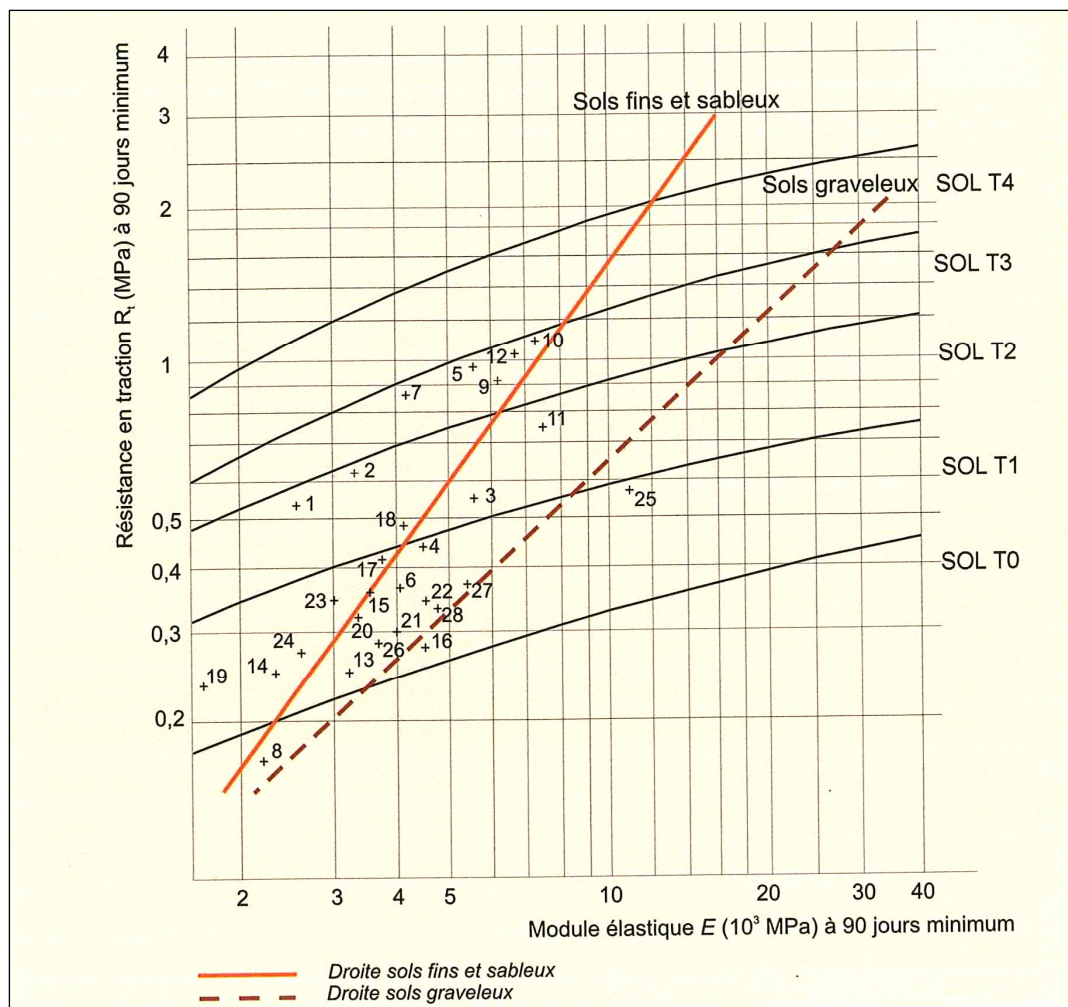
La résistance à la traction correspond à 80% de la résistance à la traction indirecte :

$$R_t = 0,8 R_{it} \quad (5)$$

A partir du couple ( $R_t ; E$ ) d'un matériau traité, il est possible de lui attribuer une classe mécanique. Elle correspond au numéro de la zone (T0 à T4) où se situe le matériau dans l'abaque de classement du GTS reporté ci-dessous. Les valeurs seuils définissant les limites entre les classes sont reportées dans le tableau suivant.

*Seuils résultant de l'abaque ( $R_t ; E$ )*

Type de sol	Limite T0/T1	Limite T1/T2	Limite T2/T3
<b>Sols fins et sableux</b>	E 2500MPa	E 4000MPa	E 6200MPa
	$R_t$ 0,20MPa	$R_t$ 0,44MPa	$R_t$ 0,80MPa
<b>Sols graveleux</b>	E 3300MPa	E 8200MPa	E 16200MPa
	$R_t$ 0,24MPa	$R_t$ 0,54MPa	$R_t$ 1,02MPa



*Abaque des classes mécaniques des sols traités pour une réutilisation en assise de chaussée*  
[LCPC-SETRA 2007]

### Conditions de conservation

Trois modes de conservations sont utilisés :

- pour les essais d'aptitude au traitement, les 6 éprouvettes sont d'abord conservées  $4h \pm 15min$  dans une cellule en verre à  $HR \geq 90\%$  à  $\theta 20 \pm 2^\circ C$ . Elles sont ensuite immergées totalement 7 jours dans l'eau dans un bain thermostatique à  $40^\circ C$  ;
- pour les  $R_c$  et les ( $R_{it}$  ;  $E_{it}$ ), les éprouvettes sont conservées selon les conditions d'une cure normale, c'est-à-dire en moule hermétiquement fermé, empêchant tout échange avec le milieu extérieur, à une température  $\theta$  de  $20 \pm 2^\circ C$  ;
- la vérification d'une insensibilité à l'eau (résistance à la compression simple) s'effectue sur des éprouvettes conservées 28j en cure normale puis 32j en immersion dans l'eau à  $20^\circ C$ .

### Limites de validité

Deux conditions doivent être réunies pour validées les mesures de résistances mécaniques :

- d'un point de vue normatif, la variation de masse de l'éprouvette entre la confection et l'essai  $\Delta m$  doit être inférieure ou égale à 2% ;
- en dehors des normes sur le traitement des sols, il est admis que lorsque la résistance mesurée s'écarte de plus de 20% de la moyenne de résistance calculée pour au moins 3 éprouvettes, la valeur est écartée.

*Matériel utilisé lors pour la caractérisation géotechnique des sols traités*

Matériel / Machine	Marque / Fournisseur	Caractéristiques / Conditions d'utilisation
Caractérisation géotechnique des sols traités aux liants hydrauliques		
Portique de compression (confection/compactage)	Controlab	Pilotage manuel de la vitesse de descente du piston
Presse 30kN (confection/démoulage)	Controlab	Pilotage manuel programmable (programmation d'un déplacement limite et d'une vitesse de déplacement)
Moule de confection 5x5	IGM	(Moule ; pistons ; cales d'espacement ; embase et piston de démoulage)
Moule de confection 5x10	IGM	(Moule ; pistons ; cales d'espacement ; embase et piston de démoulage)
Moules de conservation	Ets Caubère	PP à couvercle souple ; 55x110mm
Presse 50kN (résistances mécaniques)	IGM	Pilotage assisté par ordinateur (phase d'approche ; détection de la rupture) Logiciels IGM Vitesses d'application des forces : 0,04kN.s <sup>-1</sup> en R <sub>it</sub> ; 0,1kN.s <sup>-1</sup> en R <sub>c</sub>
Extensomètre 4 capteurs	IGM	Capteurs 1mm±0,1µm Extensomètre constitué de 2 cadres placés au niveau du diamètre horizontal de l'éprouvette et au niveau du diamètre à 60° avec l'horizontale ±2%
Bain thermostatique	Memmert	Capacité 45L ; réglable à 40°C



## ANNEXE 10. PRINCIPES DES ANALYSES PHYSICO-CHIMIQUES ET MICROSTRUCTURALES

---

**Note.** Cette annexe est destinée à des non spécialistes des analyses microstructurales et/ou de la chimie analytique pour un éclairage ou une clarification sur le déroulement et la signification des essais de caractérisation.

---

### Analyses microstructurales

#### Diffraction des RX

##### NF EN 13295-1

*La diffraction du rayonnement incident (rayon X) permet d'établir avec précision les paramètres du réseau cristallin et la géométrie de distribution des atomes dans la maille, propre à chaque minéral.*

Un cristal est défini comme un solide composé d'atomes assemblés dans un modèle périodique dans les 3 dimensions de l'espace. Les longueurs a, b et c et les angles  $\alpha$ ,  $\beta$  et  $\gamma$  entre les plans définissent les paramètres de maille.

Si un faisceau de rayons X, monochromatique, de longueur d'onde  $\lambda$ , frappe un plan cristallin, les rayons X sont réfléchis par les atomes du cristal.

Le signal est renforcé dans une direction privilégiée si les rayons réfléchis par les différents plans sont en phase, ce qui correspond à la loi de Bragg :

$$2d\sin\theta = n\lambda \quad (9)$$

avec d ou d(hkl), l'espace entre les plans atomiques (distance inter-réticulaire)

$\lambda$ , la longueur d'onde

$\theta$ , l'angle entre le faisceau et le plan atomique (couple de diffraction)

n, l'ordre de diffraction

Tous les plans d'un cristal diffractent les rayons X quand le cristal est incliné suivant certains angles  $\theta$  du faisceau incident de longueur d'onde  $\lambda$ . La mesure de l'angle de réflexion  $\theta$  permet donc, lorsque la longueur d'onde  $\lambda$  est connue, de déterminer les espaces inter-réticulaires d (en Å ou en nm) et de définir le cristal en présence [Pansu et Gautheyrou 2003].

---

**Note.** Initialement, des analyses DRX ont été envisagées à 28 et à 180 jours. Cependant, lors des premières analyses les hydrates à 28 jours n'apparaissent pas sur les diffractogrammes. Aussi les analyses de sols traités ne sont réalisées qu'après 180 jours de cure normale ou après les essais d'aptitude.

---



## Microscope électronique à balayage

### JEOL JSM 5300 LV

Les observations au microscope électronique à balayage reposent sur un principe d'interaction électrons-matière à partir de laquelle est produite une image de la surface d'un échantillon.

Lors d'un choc entre un électron primaire du faisceau et les atomes de l'échantillon, l'électron primaire cède une partie de son énergie à un électron peu lié de la bande de conduction de l'atome, provoquant une ionisation par éjection de ce dernier : cet électron est dit secondaire.

Les électrons secondaires sont émis dans les couches superficielles de l'échantillon, sur une épaisseur inférieure à 10nm sous la surface de l'échantillon, d'où une sensibilité par rapport aux variations topographiques.

En effet, la quantité d'électrons secondaires produite ne dépend pas de la nature chimique de l'échantillon mais de l'angle d'incidence du faisceau primaire avec la surface : plus l'incidence est rasante, plus le volume excité est grand, donc plus la production d'électrons secondaires est importante d'où un effet de contraste topographique optimisé (les pentes sont plus lumineuses que les plats).

Très schématiquement, le MEB est composé d'un canon à électrons (filament), d'une colonne électronique dont la fonction est de produire une sonde électronique fine sur l'échantillon (spot), d'une platine porte-échantillon permettant un déplacement dans les trois directions de l'espace et de détecteurs permettant de capter et d'analyser les rayonnements émis par l'échantillon pour une reconstitution topographique.

#### Matériel utilisés pour les analyses microstructurales

Matériel / Machine	Marque / Fournisseur	Caractéristiques / Conditions d'utilisation
Caractérisation microstructurale des sols avant et après traitement		
DRX	Brucker D5005	Anti-cathode de cuivre ; tension 40kV ; courant 30mA Logiciel X'pert Highscore Analyses réalisées par M. Jérôme Bernard, LUSAC
Microscope électronique à balayage	JEOL JSM 5300 LV	[Métallisation à l'or sous vide] Tension d'accélération 15kV Logiciel d'acquisition des images KeveX/Sigma Monitor <i>Observations exploratoires à l'ESITC Caen</i>
Microscope électronique à balayage EDS (Energy Dispersed Spectrometer)	MEB : Carl Zeiss (Supra 55, Oberkochen, Germany) EDS : EDAX	Tension d'accélération 2-3kV  Observations réalisées en collaboration avec M. Xavier Larose et M. Richard Retoux, CRISMAT

*Récapitulatif des échantillons analysés en DRX et/ou au MEB*

		LL	LS	LD
Sol naturel		DRX	DRX	DRX
<b>Aptitude</b>				
Sols traités au LHR	Témoin	DRX, MEB	DRX	-
NaCl	3	DRX, MEB	DRX	-
	10	DRX	DRX	-
CaSO <sub>4</sub> .2H <sub>2</sub> O	3	DRX	DRX	-
	10	DRX, MEB	DRX	-
NH <sub>4</sub> NO <sub>3</sub>	3	DRX	DRX	-
	10	DRX	DRX	-
KH <sub>2</sub> PO <sub>4</sub>	3	DRX	DRX	-
	10	DRX	DRX	-
<b>Aptitude - Interactions</b>				
Couplage chlorure-sulfate	3/7	DRX, MEB	-	-
<b>Influence du cation associé</b>				
KCl	10	DRX	-	-
Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> .10H <sub>2</sub> O	10	DRX, MEB	-	-
<b>Comportement mécanique : R<sub>c</sub>max à 180 jours</b>		<b>LL</b>	<b>LS</b>	<b>LD</b>
Sols traités au LHR	Témoin	<b>DRX</b>	<b>DRX</b>	<b>DRX, MEB</b>
Cure normale (moule, 20 °C)	C1	-	-	<b>DRX</b>
	C10	-	-	<b>DRX, MEB</b>
	S1	-	-	<b>DRX</b>
	S10	-	-	<b>DRX, MEB</b>
	N1	-	-	-
	N10	-	-	<b>DRX, MEB</b>
	P1	-	-	<b>DRX</b>
	P10	-	-	<b>DRX, MEB</b>

## Analyse physico-chimiques

### Spectrométrie d'émission atomique par plasma à couplage inductif (ICP-AES)

Varian Vista-MPX

NF ISO 22036

*La méthode d'analyse par spectrométrie d'émission est basée sur la mesure de l'intensité de l'émission de photons par des atomes placés dans une source d'énergie et de déduire de l'intensité de cette émission des concentrations élémentaires.*

Lorsqu'un corps chimique, en solution aqueuse, est introduit dans une source de chaleur, l'énergie fournie provoque une dissociation des combinaisons moléculaires c'est-à-dire une atomisation.

Les atomes formés passent un très court instant (de l'ordre de  $10^{-8}$  s) à un niveau excité  $E_m$  avant de retomber au niveau moins excité  $E_n$ .

La loi de répartition de Maxwell-Boltzmann indique que la différence d'énergie  $E_m - E_n$  est restituée sous forme de photons se propageant selon une longueur d'onde  $\lambda$  :

$$N_e / N_0 = g e^{[-\Delta E/kT]} \quad (10)$$

avec  $N_e$ , le nombre d'atomes à l'état excité

$N_0$ , le nombre d'atomes à l'état fondamental

$g$ , nombre entier

$k$  en  $J \cdot K^{-1}$ , la constante de Boltzmann [ $k \approx 1,381 \times 10^{-23} J \cdot K^{-1}$ ]

$T$  en K, la température

$\Delta E$  en J, la différence d'énergie  $E_m - E_n$  ;  $\Delta E = h\nu$

avec  $h$  la constante de Planck  $\approx 6,626 \times 10^{-34} J \cdot s$

$\nu$  en  $s^{-1}$ , la fréquence ;  $\nu = c / \lambda$  avec  $c$  en  $m \cdot s^{-1}$ , la célérité de l'onde et  $\lambda$  en m, la longueur d'onde

Les transitions orbitales étant spécifiques de la structure de l'atome, les radiations d'émission sont caractéristiques de ce dernier et la détermination de leurs longueurs d'onde permet d'identifier l'élément qui les a émis.

Pour chaque élément, les atomes peuvent atteindre plusieurs niveaux d'énergie  $E_n$ . A chaque niveau d'énergie, les photons sont émis sous une certaine longueur d'onde  $\lambda$ . Ainsi à chaque élément correspondent plusieurs longueurs d'ondes.

Le plasma d'argon (6000-8000°C) de l'ICP-AES génère ce processus d'atomisation. Le flux lumineux détecté est proportionnel à la concentration en atomes : la concentration de l'élément dans le milieu émetteur est déterminée à partir de l'intensité des radiations pour plusieurs longueurs d'ondes et par comparaison à celle mesurée dans des solutions étalons analysées dans les mêmes conditions (lors d'un même passage).

Une première analyse des résultats consiste à sélectionner pour chaque élément la longueur d'onde  $\lambda$  la plus pertinente pour les calculs de concentrations (absence d'interférence avec d'autres éléments, intensité des radiations, etc.).

*Longueurs d'ondes sélectionnées pour l'étude, gamme d'étalonnage et limites de détection de l'ICP-AES*

Elément	Longueur d'onde $\lambda$ (nm)	Gamme étalon (mg.L <sup>-1</sup> )		Limite de détection (mg.L <sup>-1</sup> )
		min.	max.	
Al	396,152	0	200	0,003706
Ca	183,738	0	1000	0,032543
Cd	226,502	0	10	0,000419
Cr	276,653	0	10	0,001703
Cu	327,395	0	10	0,001669
Fe	238,204	0	200	0,011036
K	766,491	0	100	0,003045
Mg	279,078	0	50	0,015165
Ni	230,299	0	10	0,008449
Pb	220,353	0	10	0,008655
S	181,972	0	50	0,052278
Si	252,851	0	1000	3,869003
Sr	407,771	0	10	0,000043
Ti	336,122	0	10	0,000836
Zn	213,857	0	10	0,001109

**Expression des résultats**

La conversion d'une concentration en mg.L<sup>-1</sup> mesurée par l'ICP-AES à une concentration massique en mg.kg<sup>-1</sup> de matériau sec passe par le calcul suivant :

$$w_E = f \times V \times (\rho_1 - \rho_0) / m \quad (11)$$

avec  $w_E$  en mg.kg<sup>-1</sup> de matière sèche, la fraction massique de l'élément E dans l'échantillon

$\rho_1$  en mg.L<sup>-1</sup>, la concentration de l'élément E dans la solution de l'échantillon d'essai

$\rho_0$  en mg.L<sup>-1</sup>, la concentration de l'élément E dans la solution de l'essai à blanc

V en mL, le volume obtenu pour l'analyse (par exemple 100mL pour les échantillons minéralisés par fusion alcaline et 50mL pour les échantillons minéralisés par minéralisation acide)

f, le facteur de dilution de l'échantillon d'essai, le cas échéant

m en g, la masse de l'échantillon ( $\approx 0,2000g$ )

## Chromatographie ionique

Dionex

NF EN ISO 10304-1

*La chromatographie ionique en phase liquide est une technique d'analyse quantitative, qualitative et séparative permettant de déduire des concentrations ioniques à partir de la conductivité de la solution analysée.*

Des composés entraînés par un liquide (phase mobile) à travers un solide (phase stationnaire) sont séparés par une différence d'affinité. En effet, la séparation s'opère suivant des interactions chimiques ou physiques des solutions à analyser avec la phase mobile (éluant) et la phase stationnaire (colonne de séparation).

Les vitesses de séparation des ions sont spécifiques aux deux phases utilisées. Ainsi, pour des temps de rétentions caractéristiques (en min), le détecteur conductimétrique enregistre des pics d'intensité en sortie de colonne (en  $\mu\text{S}$ ).

L'analyse des pics est effectuée par comparaison à une gamme étalon (mesure quantitative par étalonnage direct). Cette référence permet d'identifier clairement les temps de rétention pour chacun des anions étudiés. Le logiciel d'acquisition Peak Net calcule alors les concentrations anioniques de l'échantillon dès la fin de son passage au travers de la colonne.

### *Gamme d'étalonnage du chromatographe et limites de détection*

Ions recherchés	Chlorure $\text{Cl}^-$	Nitrate $\text{NO}_3^-$	Phosphate $\text{PO}_4^{3-}$	Sulfate $\text{SO}_4^{2-}$
Solution étalon	NaCl	$\text{NaNO}_3$	$\text{KH}_2\text{PO}_4$	$\text{K}_2\text{SO}_4$
Concentration anionique initiale ( $\text{mg.L}^{-1}$ )	1000			
Gamme ( $\text{mg.L}^{-1}$ )	0 - 5 - 10 - 20 - 50 - 100			
Limite de détection ( $\text{mg.L}^{-1}$ )	$1.10^{-4}$	$1.10^{-1}$	$1.10^{-1}$	$1.10^{-3}$

Cette analyse, basée sur les aires des pics, nécessite cependant des corrections d'intégration (optimisation). Les concentrations, données en  $\text{mg.L}^{-1}$  par le logiciel d'acquisition, sont ensuite converties en  $\text{mg.kg}^{-1}$  de matériau sec suivant le même principe que celui détaillé pour l'analyse ICP-AES précédemment, à partir de la masse de l'échantillon testé et du volume de l'extrait obtenu :

$$w_E = f \times V \times (\rho_1 - \rho_0) / m \quad (12)$$

avec  $w_E$  en  $\text{mg.kg}^{-1}$  de matière sèche, la fraction massique de l'élément E dans l'échantillon

$\rho_1$  en  $\text{mg.L}^{-1}$ , la concentration de l'élément E dans la solution de l'échantillon d'essai

$\rho_0$  en  $\text{mg.L}^{-1}$ , la concentration de l'élément E dans la solution de l'essai à blanc

V en mL, le volume obtenu pour l'analyse (30mL)

f, le facteur de dilution de l'échantillon d'essai, le cas échéant

m en g, la masse de l'échantillon ( $\approx 3,0000\text{g}$ )

Les concentrations des anions chlorure et sulfate sont suivies dans le cadre d'une caractérisation environnementale de matériaux destinés à la construction routière, selon les prescriptions émises par le SETRA [2011].

Les trois premières colonnes permettent de justifier de toutes les utilisations visées par le guide, la première correspondant au seuil « déchet inerte » pour un dépôt de matériau en installation classée.

La dernière colonne permet de valider une utilisation en technique routière. Le dépassement de ce seuil correspond à un classement du matériau comme « dangereux ».

*Valeurs limites en lixiviation permettant de justifier toutes les utilisations visées par le guide d'acceptabilité de matériaux alternatifs en techniques routières [SETRA 2011]*

Paramètre	Quantité relarguée cumulée à L/S = 10l/kg (essai de lixiviation NF EN 12457-2 ou NF EN 12457-4)			
	Validation de toutes les utilisations visées par le guide : déchet « inerte »			Validation pour une utilisation en technique routière : déchet « inerte » ou « non-dangereux »
	Valeur à respecter par au moins 80% des échantillons (mg.kg <sup>-1</sup> de matière sèche)	Valeur à respecter par au moins 95% des échantillons (mg.kg <sup>-1</sup> de matière sèche)	Valeur à respecter par 100% des échantillons (mg.kg <sup>-1</sup> de matière sèche)	Valeurs limites à ne pas dépasser en lixiviation (mg.kg <sup>-1</sup> de matière sèche)
Chlorure	800	1600	2400	15000
Sulfate	1000	2000	3000	20000
Fraction soluble (*)	4000	8000	12000	60000
(*) la valeur correspondant à la fraction soluble peut être utilisée à la place des valeurs fixées pour le sulfate et le chlorure				

### Matériel d'analyses physico-chimiques

Matériel / Machine	Marque / Fournisseur	Caractéristiques / Conditions d'utilisation
Caractérisation physico-chimique des sols avant et après traitement		
Analyse élémentaire		
ICP-AES	Varian Vista MPX	Logiciel Varian
Analyse des anions de la fraction soluble à l'eau		
Chromatographie ionique	Dionex	Colonne de séparation anionique IonPac AS4A-SC (diamètre 4mm ; hauteur 50mm) Pompe GP50 ; Détecteur ED40 Suppresseur ASRS-I-4mm Vitesse d'injection 2mL.min <sup>-1</sup> Logiciel Peak Net
Carbonate de sodium Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> (éluant) pour solution 4mM	Acros Organics	poudre
Hydrogénocarbonates de sodium NaHCO <sub>3</sub> (éluant) 1,5mM	Acros Organics	poudre
Solution étalon chlorure (NaCl)	SPEX	Solution CertiPrep1000ppm
Solution étalon nitrate (NaNO <sub>3</sub> )	SPEX	Solution CertiPrep1000ppm
Solution étalon phosphate (KH <sub>2</sub> PO <sub>4</sub> )	SPEX	Solution CertiPrep1000ppm
Solution étalon sulfate (Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> )	SPEX	Solution CertiPrep1000ppm
Filtres seringues 1mL	Millipore	PTFE
Seringues	Terumo	1mL

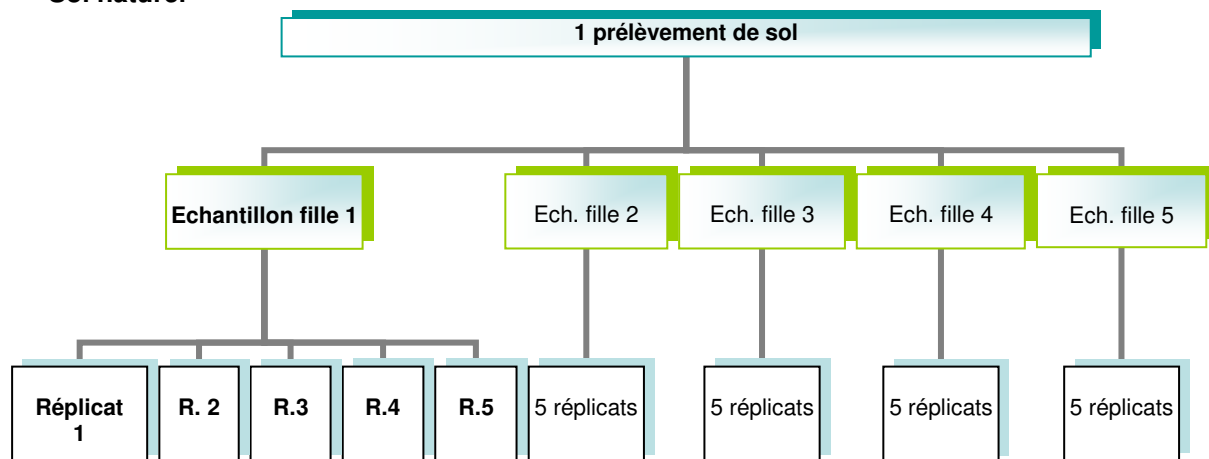
## ANNEXE 11. PROTOCOLES D'EXTRACTIONS CHIMIQUES

### Préparation du sol

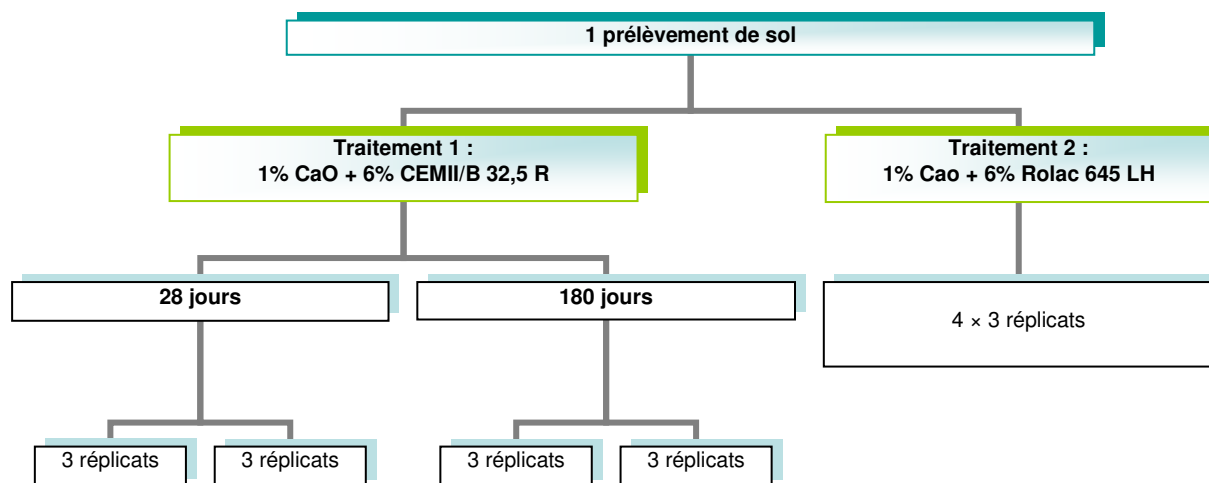
- ✓ **Sol naturel** : tamiser à  $80\mu\text{m}$  par voie humide le sol naturel
- ✓ **Sol traité** : conserver les éprouvettes de sol traité après les essais de résistances mécaniques (fraction 0/6,3mm)
- ✓ Sécher à l'étuve à  $40^\circ\text{C}$
- ✓ Concasser et broyer manuellement le matériau en fine poudre dans un mortier en porcelaine
- ✓ Conserver en flacons hermétiquement fermés à  $20\pm 2^\circ\text{C}$

### Répétabilité des essais de caractérisation physico-chimique

- ✓ **Sol naturel**



- ✓ **Sol traité**





## Analyse élémentaire de la fraction solide

### Minéralisation par fusion alcaline (NF ISO 14869-2 adaptée)

#### Matériel

- creuset en platine
- balance de précision  $\pm 0,1$ mg
- spatule en téflon
- coupelles de pesée
- paraffine
- four à moufle
- bécher de 100mL
- bac à ultrasons
- fiole jaugée de 100mL
- seringue de 30mL
- filtre seringue de  $0,45\mu\text{m}$
- tube polypropylène (PP) 15mL

#### Réactifs

- tétraborate de lithium  $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$  98%
- métaborate de lithium  $\text{LiBO}_2$  99%
- acide nitrique  $\text{HNO}_3$  concentré 68%
- solution d'acide nitrique  $\text{HNO}_3$  à  $1\text{mol.L}^{-1}$
- eau ultra pure EUP

#### Répétabilité

5 réplicats par échantillon fille de LL

#### Mode opératoire

- ✓ Placer 0,200g de sol dans un creuset
- ✓ Procéder à une calcination : placer le creuset dans le four à moufle à  $450-500^\circ\text{C}$  pendant 3h
- ✓ A la fin de la période de calcination, placer le creuset dans un dessiccateur afin qu'il refroidisse
- ✓ Ajouter  $0,200\pm 0,002$ g de tétraborate de lithium
- ✓ Ajouter  $0,800\pm 0,005$ g de métaborate de lithium
- ✓ Couvrir le creuset d'une pellicule de paraffine
- ✓ Agiter manuellement pour obtenir un mélange homogène
- ✓ Retirer la paraffine et placer le creuset dans le four à moufle à  $1050^\circ\text{C}$  pendant 45min

- ✓ Sortir le creuset du four chaud, couler rapidement le résidu obtenu dans le bécher contenant 100mL d' $\text{HNO}_3$  1mol.L<sup>-1</sup> et y plonger le creuset
- ✓ Placer le bécher dans le bac à ultrasons jusqu'à dissolution complète du résidu (20min)
- ✓ Transvaser la solution dans la fiole jaugée de 100mL et compléter avec de l'acide  $\text{HNO}_3$  1mol.L<sup>-1</sup>
- ✓ Conserver 15mL de solution dans un tube PP à 4°C avant analyse

Un passage au spectromètre à émission atomique (ICP-AES Varian) permet une analyse multi-élémentaire [cf. Annexe 10] de Al, Ca, Cd, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Ni, Pb, S, Si, Sr, Ti et Zn.

### Minéralisation acide assistée par micro-ondes (NF EN 13656 adaptée)

#### Matériel

- bombes en téflon
- balance de précision  $\pm 0,1$ mg
- spatule en téflon
- coupelles de pesée
- propipette de 5mL
- four à micro-ondes
- entonnoirs
- fioles jaugées de 50mL
- seringue de 30mL
- filtre seringue de 0,45 $\mu$ m
- tube PP 15mL

#### Réactifs

- acide nitrique  $\text{HNO}_3$  concentré 68%
- acide chlorhydrique  $\text{HCl}$  concentré 35%
- eau ultra pure EUP

#### Répétabilité

5 répliqués par échantillon e sol naturel ; 3 répliqués par échantillon de sol traité

#### Mode opératoire

- ✓ Placer 0,200g de sol dans chaque bombe en téflon
- ✓ Ajouter 3,33mL d' $\text{HNO}_3$  concentré et 6,66mL d' $\text{HCl}$  concentré dans chaque bombe
- ✓ Fermer les bombes en veillant à bien positionner le disque de rupture
- ✓ Placer le manège support des bombes dans le four à micro-ondes et raccorder le tuyau d'évacuation des vapeurs acides

- ✓ Allumer le four
- ✓ Programmer les paliers (temps ; température ; pression) du four

*Étapes de minéralisation*

Etape	Puissance (% 1000W)	Température (°C)	Temps (min)
1	80	175	20
2	40	100	20
3	40	80	10

- ✓ Démarrer.
- ✓ A la fin du programme, attendre au minimum 25min (50% de la durée du programme) avant d'ouvrir les bombes
- ✓ A l'aide d'un entonnoir, verser le contenu de la bombe dans une fiole de 50mL ; rincer à l'EUP ; compléter à 50mL
- ✓ Conserver 15mL de solution filtrée à 0,45µm dans un tube PP à 4°C avant analyse

Un passage au spectromètre à émission atomique (ICP-AES Varian) permet une analyse multi-élémentaire [cf. Annexe 10] de Al, Ca, Cd, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Ni, Pb, S, Si, Sr, Ti et Zn.

**Essai de lixiviation à l'eau (NF EN 12457-2 adaptée)**

**Matériel**

- balance de précision  $\pm 0,1$ mg
- flacons stériles en polyéthylène (PE) de 50mL
- pipette de 5mL
- table d'agitation (mouvement rotatif plan)
- seringue de 30mL
- filtre seringue de 0,45µm
- tube PP de 15mL

**Réactif**

- eau ultra pure EUP

**Répétabilité**

5 réplicats par échantillon de sol naturel ; 3 réplicats par échantillon de sol traité

### Mode opératoire

- ✓ Placer 3g de sol au contact de 30mL d'EUP (L/S 10) dans un flacon de 50mL
- ✓ Mettre en agitation constante à 180 tours/min pendant 1h
- ✓ Séparer le lixiviat de la phase solide par filtration à 0,45 $\mu$ m (filtration sous vide pour les échantillons de sol naturel ; filtres seringues pour les échantillons de sol traité)
- ✓ Conserver 15mL de solution dans un tube PP à 4°C avant analyse à l'ICP-AES
- ✓ Conserver 10mL de solution dans un flacon PE à 4°C avant analyse par chromatographie ionique

Un passage à l'ICP-AES (Varian Vista) permet l'analyse multi-élémentaire de Al, Ca, Cd, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Ni, Pb, S, Si, Sr, Ti et Zn.

Un passage en chromatographie ionique (système Dionex) permet l'analyse simultanée des anions Cl<sup>-</sup>, NO<sub>3</sub><sup>-</sup>, PO<sub>4</sub><sup>3-</sup> et SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> [cf. Annexe 10].

---

**Remarque.** La norme NF EN 12457-2 préconise un temps d'agitation de 24h. Les essais ont initialement été menés avec cette durée d'agitation pour être comparés aux résultats de concentrations anioniques après 1h d'extraction. Cette différence de durée d'extraction n'ayant pas d'influence majeure sur les concentrations en éléments solubles à l'eau mesurées, seuls les résultats après une heure d'agitation sont présentés dans ce rapport.

---

### Mesure du pH-H<sub>2</sub>O sur suspensions de sol (NF ISO 10390 adaptée)

#### Matériel

- balance de précision  $\pm 0,1$ mg
- flacons stériles de 50mL
- propipette de 5mL
- table d'agitation (mouvement rotatif plan)
- pHmètre
- solutions étalon pH 4,00 et pH 7,00
- papier absorbant
- thermomètre  $\pm 1$ °C

#### Réactifs

- EUP
- solutions tampon 4,00 et 7,00

#### Répétabilité

5 réplicats par sol naturel ; 3 réplicats par échantillon de sol traité

### Mode opératoire

- ✓ Peser 5g de sol. Les immerger dans 25mL d'EUP (L/S 5)
- ✓ Agiter mécaniquement pendant 1h
- ✓ Laisser reposer 1h minimum, 3h maximum
- ✓ Immerger les électrodes en veillant à ce que le poreux de diffusion de la référence se trouve dans la partie claire de la suspension : la lecture se fait après stabilisation de la mesure

### Matériel utilisé pour la réalisation des minéralisats et des extraits solubles à l'eau (1/2)

Matériel / Machine	Marque / Fournisseur	Caractéristiques / Conditions d'utilisation
Caractérisation physico-chimique des sols avant et après traitement		
Eau ultra pure	Maxima USF Elga	Résistivité 15,5MΩ.cm à 20°C (conductivité de 0,047μS.cm <sup>-1</sup> ) pH 6,6-7,6
Filtres seringues 0,45μm	(Fisher Scientific)	PTFE
Seringues	Norm-ject	30mL
Tubes ICP	Sterilin	15mL
Fusion alcaline		
Four de calcination (teneur en M.O. ; fusion alcaline)	Thermolyne 48000 (Thermofisher)	Capacité 5L Réglable jusqu'à 1200°C ; utilisation à 450 et 1050°C
Creusets en platine	Labbox	Capacité 10 ml ; diamètre haut 26 ; diamètre base 15 ; hauteur 27mm
Sédiment de référence HR-1	Canadian Environment Agency	Composition élémentaire certifiée
Tétraborate de lithium B <sub>4</sub> Li <sub>2</sub> O <sub>7</sub> (fondant)	Acros Organics	98% P.A.
Métaborate de lithium BLiO <sub>2</sub> (fondant)	Acros Organics	99% pur
Acide nitrique HNO <sub>3</sub> concentré pour solution 1M	VWR Prolabo (AnalaR Normapur)	68% ; d 1,41
Bac à ultrasons	-	Réglable en durée de vibration et en température
Minéralisation acide assistée par micro-ondes		
Dispositif de minéralisation acide	Berghof DAP-60K	Bombes téflon 60mLM Manège PP pour 10 bombes Disques de rupture en aluminium
Acide nitrique HNO <sub>3</sub> concentré pour solution 1M	VWR Prolabo (AnalaR Normapur)	68% ; d 1,41
Acide chlorhydrique HCl concentré	VWR Prolabo (Technical)	35% ; d 1,16
Four de minéralisation à micro-ondes	Berghof speedwave MWS-2	Puissance 1000W Réglable pour 3 paliers en température, en durée et en puissance (programme P0)

*Matériel utilisé pour la réalisation des minéralisats et des extraits solubles à l'eau (2/2)*

Matériel / Machine	Marque / Fournisseur	Caractéristiques / Conditions d'utilisation
Caractérisation physico-chimique des sols avant et après traitement		
Extractions simples à l'eau ultra		
Table d'agitation	-	Mouvement rotatif plan Réglable en vitesse Réglable en durée
Banc de lixiviation	Controlab	Mouvement alternatif linéaire d'amplitude 3cm, 60 cycles.min <sup>-1</sup> Réglable en durée
Eau de référence SPS-WW2	SpectraPure, Norvège	Concentrations anioniques certifiées
Flacons stériles	Grosseron	Capacité 50mL
pH-mètre	Jenway 3505	Etalonnage automatique à pH 4,00 et 7,00 Compensation de la température Electrode combinée

*Récapitulatif des essais physico-chimiques réalisés*

	LL	LS	LD
Sol naturel	Fusion alcaline Minéralisation acide assistée par micro-ondes Analyse élémentaire par ICP-AES  Extractions à l'eau ultra pure Analyse élémentaire par ICP-AES et analyse ionique par chromatographie	Minéralisation acide assistée par micro-ondes Analyse élémentaire par ICP-AES  Extractions à l'eau ultra pure Analyse élémentaire par ICP-AES et analyse ionique par chromatographie	
Sol témoin : R <sub>c</sub> min et R <sub>c</sub> max			
à 28 jours	Minéralisation acide assistée par micro-ondes Analyse élémentaire par ICP-AES		
à 180 jours	Extractions à l'eau ultra pure Analyse élémentaire par ICP-AES et analyse ionique par chromatographie		
Sol dopé : R <sub>c</sub> max à 180 jours			
C1	Extractions à l'eau ultra pure Analyse élémentaire par ICP-AES et analyse ionique par chromatographie		
C10			
S1			
S10			
N1			
N10			
P1			
P10			

## CERTIFICAT D'ANALYSE DU SEDIMENT DE REFERENCE HR-1



NATIONAL WATER  
RESEARCH INSTITUTE  
INSTITUT NATIONAL DE  
RECHERCHE SUR LES EAUX

## Certificate of Analysis

# HR-1

*A Humber River Sediment for Trace Elements*

**HR-1** is a harbour sediment from the mouth of the Humber River near Toronto, Ontario. Similar in nature to the Toronto Harbour sediments, this material has even lower concentrations of copper, lead and mercury. The certified reference values below were generated using a multi-laboratory, multi-methodology approach: several independent methodologies including atomic absorption spectrometry and inductively coupled plasma (both optical emission spectroscopy and mass spectrometry) produced data with better than 95% agreement between method means. While the reference values for the uncertified elements below are also considered to be quite reliable, they have either not met our certification criteria of at least two independent methodologies or there are, as yet, insufficient data for certification. In addition to providing certified reference values for total elemental concentrations, this Certificate provides information values for recoverable and leachable metal concentrations that have been generated following the less rigorous extraction procedures described on page 3.

### Total Concentrations of Major, Minor and Trace Elements (ug/g)

#### Certified Elements

Aluminum	59250	±	22778	Manganese	549	±	83
Chromium	126	±	45	Nickel	39.4	±	15.4
Copper	79.9	±	11.4	Vanadium	84.1	±	33.8
Iron	30579	±	7435	Zinc	1105	±	173
Lead	139	±	37				

The uncertainties for the certified elements represent the 95% tolerance limits. Thus, the analysis of any one sub-sample should yield results within the certified range, 95% of the time.

#### Non-Certified Elements

Antimony	1.59	±	0.21	Molybdenum	1.42	±	0.18
Arsenic	6.29	±	1.16	Niobium	11.5	±	0.4
Barium	532	±	12	Phosphorus	1264	±	71
Beryllium	1.65	±	0.11	Potassium	20828	±	471
Bismuth	0.453	±	0.079	Rubidium	80.2	±	3.8
Boron	55.7	±	14.6	Scandium	11.4	±	0.6
Cadmium	3.88	±	1.24	Selenium	0.713	±	0.408
Calcium	67660	±	3921	Sodium	12027	±	641
Cerium	60.2	±	2.4	Strontium	287	±	18
Cesium	2.92	±	0.11	Thallium	0.502	±	0.043
Cobalt	14.0	±	3.9	Tin	9.87	±	0.47
Gallium	14.9	±	0.8	Titanium	3096	±	426
Lanthanum	28.4	±	1.0	Tungsten	2.00	±	0.09
Lithium	29.9	±	3.6	Uranium	1.99	±	0.06
Magnesium	14328	±	591	Yttrium	22.3	±	1.0
Mercury	0.342	±	0.075				

The reference values for the uncertified elements are subject to change as more data become available. The uncertainties listed for these elements are the standard deviation of a single measurement.

NOTE: Total metals are extracted using a strong acid sediment digestion with hydrofluoric acid (HF).

Original certification date 1990  
Revision of certificate August 2001

## VALIDATION DE LA METHODE DE FUSION ALCALINE SUR LE SEDIMENT DE REFERENCE HR-1

L'analyse par ICP-AES des minéralisats du sédiment HR-1 obtenus par fusion alcaline montre que :

- les concentrations expérimentales en Al, Cd, Cr, Cu et Zn sont dans la gamme des valeurs certifiées ;
- les concentrations en Fe (98%), Ti (88%), Ca (81%), Pb (78%), Mg (74%) et Sr (62%) sont sous-estimées ;
- les concentrations en K (220%) et Ni (1002%) sont surestimées.

*Valeurs expérimentales de concentrations élémentaires totales obtenues par fusion alcaline du sédiment HR-1 et analyse ICP-AES*

Eléments	Sédiment de référence HR-1 / Fusion alcaline										Certificat d'analyse	
	(ICP 16122010)	(ICP 16122010)	(ICP 16122010)	(ICP 16122010)	(ICP 16122010)	5 réplicats				HF		
	21/10/2010	22/10/2010	25/10/2010	26/10/2010	27/10/2010	M	ET	min.	Max.	M	ET	
Al	43691	52192	52163	51561	52121	50346	3729	43691	52192	59250	22778	
Ca	46606	51854	54055	54174	50636	51465	3102	46606	54174	67660	3921	
Cd	4	5	5	5	5	5	0	4	5	4	1	
Cr	84	95	97	96	93	93	5	84	97	126	45	
Cu	63	73	74	78	75	73	6	63	78	80	11	
Fe	20627	23032	23520	23302	22424	22581	1167	20627	23520	30579	7435	
K	40760	48232	48404	48503	47916	46763	3363	40760	48503	20828	471	
Mg	9237	10301	10529	10492	9955	10103	535	9237	10529	14328	591	
Ni	501	565	564	567	549	549	28	501	567	39	15	
Pb	71	81	83	85	78	80	5	71	85	139	37	
S	1174	1380	1333	1403	1314	1321	90	1174	1403	-	-	
Si	209978	248701	251020	248181	243979	240372	17180	209978	251020	-	-	
Sr	147	173	173	171	172	167	11	147	173	287	18	
Ti	2059	2404	2477	2422	2426	2357	169	2059	2477	3096	426	
Zn	895	1032	1093	1070	1023	1022	77	895	1093	1105	173	

- : non précisé



## VALIDATION DE LA METHODE DE MINERALISATION ACIDE ASSISTEE PAR MICRO-ONDES SUR LE SEDIMENT DE REFERENCE HR-1

L'analyse par ICP-AES des minéralisats du sédiment HR-1 obtenus par minéralisation acide montre que :

- les concentrations expérimentales en Cd, Cr, Cu, Ni, Pb et Zn sont dans la gamme des valeurs certifiées ;
- les concentrations en Ca (96%), Fe (95%) et Mg (71%), Al (36%), Sr (31%), K (31%) et Ti (14%) sont sous-estimées.

*Valeurs expérimentales de concentrations élémentaires pseudo-totales obtenues par minéralisation acide du sédiment HR-1 et analyse ICP-AES*

Eléments	Sédiment de référence HR-1 / Minéralisation acide assistée par micro-ondes											Certificat d'analyse	
	(ICP 13092010)	(ICP 13092010)	(ICP 13092010)	(ICP 11102010)	(ICP 11102010)	(ICP 04112010)	(ICP 04112010)	7 réplicats				HF	
	03/06/2010	03/06/2010	16/06/2010	06/10/2010	06/10/2010	20/10/2010	20/10/2010	M	ET	min.	Max.	M	ET
Al	15215	15382	16212	15356	13103	8541	8586	<b>13199</b>	3305	8541	16212	<b>59250</b>	22778
Ca	58568	59463	62065	59918	61940	62736	64113	<b>61257</b>	1988	58568	64113	<b>67660</b>	3921
Cd	6	6	6	4	4	5	5	<b>5</b>	1	4	6	<b>4</b>	1
Cr	98	100	99	96	97	91	93	<b>96</b>	3	91	100	<b>126</b>	45
Cu	74	75	78	81	85	79	81	<b>79</b>	4	74	85	<b>80</b>	11
Fe	23607	23809	23643	21829	21576	19659	19932	<b>22008</b>	1757	19659	23809	<b>30579</b>	7435
K	4208	4295	4170	4284	2840	1812	1785	<b>3342</b>	1173	1785	4295	<b>20828</b>	471
Mg	10518	10483	10291	9367	9189	9031	9147	<b>9718</b>	678	9031	10518	<b>14328</b>	591
Ni	31	31	31	27	27	25	26	<b>28</b>	3	25	31	<b>39</b>	15
Pb	129	120	123	116	121	121	123	<b>122</b>	4	116	129	<b>139</b>	37
S	1637	1669	1802	1686	1762	1668	1702	<b>1704</b>	58	1637	1802	-	-
Si	2156	2074	2365	1295	995	1669	1707	<b>1751</b>	489	995	2365	-	-
Sr	87	88	88	86	86	78	81	<b>85</b>	4	78	88	<b>287</b>	18
Ti	543	519	512	426	304	199	196	<b>386</b>	151	196	543	<b>3096</b>	426
Zn	1141	1133	1148	1084	1138	1123	1144	<b>1130</b>	22	1084	1148	<b>1105</b>	173

- :non précisé

De ces deux analyses il ressort que :

- les concentrations en Cd, Cr, Cu, Fe, Mg et Zn peuvent être mesurées aussi bien après une minéralisation acide qu'après une fusion alcaline ;
- les concentrations en Ca, Ni et Pb doivent préférentiellement être mesurées après une minéralisation acide ;
- les concentrations en Al et Ti doivent préférentiellement être mesurées après une fusion alcaline ;
- les concentrations en K et Sr ne semblent fiables pour aucun de ces deux procédés de minéralisation.

### ANNEXE 13. SELECTION DE LA METHODE DE MINERALISATION

En fusion alcaline, les valeurs retenues pour l'échantillon mère LL sont calculées à partir de 19 répliquats : l'un des cinq répliquats de l'échantillon fille n°4 et les cinq répliquats de l'échantillon fille n°5 sont rejetés en raison de problèmes techniques rencontrés lors des minéralisations. En minéralisation acide, les valeurs retenues correspondent à 25 répliquats (5 échantillons fille × 5 répliquats).

#### Mise en parallèle des compositions élémentaires totales et pseudo-totales obtenues sur LL

Eléments	Echantillon fille 1 (Fusion alcaline)		Echantillon fille 1 (Miné. acide)		Echantillon fille 2 (Fusion alcaline)		Echantillon fille 2 (Miné. acide)		Echantillon fille 3 (Fusion alcaline)		Echantillon fille 3 (Miné. acide)		Echantillon fille 4 (Fusion alcaline)		Echantillon fille 4 (Miné. acide)		Echantillon fille 5 (Miné. acide)		LL (Fusion alcaline)		LL (Miné. acide)	
	5 répliquats		5 répliquats		5 répliquats		5 répliquats		5 répliquats		5 répliquats		4 répliquats		5 répliquats		5 répliquats		19 répliquats		25 répliquats	
	M	ET	M	ET	M	ET	M	ET	M	ET	M	ET	M	ET	M	ET	M	ET	M	ET	M	ET
Al	38542	1244	14546	1455	35848	1064	25845	3908	37568	973	17997	2922	34761	1240	13941	2650	12940	2038	36781	1801	16923	5491
Ca	25584	4856	28670	543	28893	4533	17399	700	16178	1119	10102	403	22279	1469	20265	777	21594	556	23284	5908	19606	6179
Cd	2	0	2	0	3	0	2	0	3	0	2	0	3	0	2	0	2	0	3	0	2	0
Cr	88	12	31	2	109	6	45	4	122	23	37	4	93	5	26	3	21	2	103	19	32	9
Cu	23	7	11	0	14	2	11	0	13	2	11	0	11	3	13	4	10	0	16	6	11	2
Fe	20677	969	18412	354	22535	454	22521	379	26039	1775	21826	552	22642	611	18827	561	18245	456	22991	2273	19966	1912
K	40892	1026	2917	518	42631	1079	6377	1642	46482	1804	3397	919	42642	1224	2543	894	2096	468	43006	2364	3466	1790
Mg	4809	450	2577	160	5875	245	3596	155	6687	213	3175	246	6182	408	2557	250	2398	160	5873	785	2860	497
Ni	1018	51	25	0	1206	67	28	2	1287	81	28	1	1114	75	25	6	19	1	1159	123	25	4
Pb	21	3	17	1	24	4	16	0	25	2	14	1	29	2	15	0	17	1	24	4	16	1
S	566	450	162	5	453	61	133	7	330	27	96	6	301	32	152	3	141	4	418	241	137	24
Si	327350	17533	2258	100	361450	16771	2069	203	368671	14619	2101	86	325584	11572	2369	170	2254	148	346826	24459	2210	176
Sr	76	8	42	1	68	3	38	5	56	3	21	3	56	2	29	3	29	1	64	10	32	8
Ti	2876	102	310	73	2767	69	732	172	2587	125	442	136	2253	84	318	136	207	44	2640	249	402	216
Zn	79	10	78	12	114	70	73	10	86	7	75	11	71	7	89	22	67	12	88	37	76	15

La minéralisation acide donne accès à des concentrations élémentaires pseudo-totales en raison de la difficulté de procéder à l'attaque des silicates et des aluminates : les concentrations en Al et Si sont en effet très largement sous-estimées (respectivement 48 et 1% des concentrations obtenues par fusion alcaline sur le limon de Louucelles). Toutefois, les concentrations en Ca, Fe et S, trois autres éléments s'imposant dans la composition élémentaire des liants hydrauliques, sont satisfaisantes après une minéralisation acide. Un recoupement avec les conclusions de l'annexe 12 (validation des méthodes de minéralisation) permet donc de valider le recours à une minéralisation acide assistée par micro-ondes pour les sols.

#### Estimation de l'efficacité d'une minéralisation acide comparée à celle d'une fusion alcaline

	Echantillon fille n°1	Echantillon fille n°2	Echantillon fille n°3	Echantillon fille n°4	LL
Minéralisation acide équivalente à la fusion alcaline	Ca, Cd, S, Zn	Fe, Zn	Cu	Cu	Ca, Cd, Cu, Zn
Faible sur-estimation (< 30%)	-	-	-	Zn	-
Faible sous-estimation (<30%)	Fe, Pb	Cd, Cu, Pb, Al, Ca	Zn, Fe, Cd, Ca	Ca, Fe	Fe (96%), Pb (77%), S (77%)
Forte sous-estimation (> 30%)	Cu, Sr, Mg, Cr, Al, Ti, K, Ni, Si	Mg, Sr, Cr, S, Ti, K, Ni, Si	Pb, Al, Mg, Sr, Cr, S, Ti, K, Ni, Si	Cd, S, Sr, Pb, Mg, Al, Cr, Ti, K, Ni, Si	Sr, Mg, Al, Cr, Ti, K, Ni, Si

## CERTIFICAT D'ANALYSE DE L'EAU DE REFERENCE SPS-NUTR WW2

# CERTIFICATE OF ANALYSIS

## SPS-NUTR WW2 Batch 111 Reference Material for Measurement of Ions in Waste Waters

This Reference Material is intended for daily use in conjunction with measurement of anions in wastewaters. The water solution contains five ions with concentrations traceable to ultrapure stoichiometrically well-defined compounds. The certified values are based on a gravimetric procedure, i.e. weight per volume.

The materials used in the production have been traced to Standard Reference Materials (CRM 3183 (F<sup>-</sup>), CRM 3182 (Cl<sup>-</sup>), CRM 3186 (PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>), CRM 3185 (NO<sub>3</sub><sup>-</sup>), CRM 3181 (SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>)) issued by National Institute of Standards and Technology (USA) by chemical measurements applying ion chromatography.

**Stability:** The certificate is valid for 3 years from the production date (February 22, 2011) provided that the sample solution is kept tightly capped and stored under normal laboratory conditions (less than 30 °C).

Ion	Concentration in µg/ml (20 °C) <sup>a</sup>
F <sup>-</sup>	10.0 ± 0.1
Cl <sup>-</sup>	50.0 ± 0.5
PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup>	7.50 ± 0.08
NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	5.00 ± 0.05
SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	100 ± 1

<sup>a</sup> The uncertainties (half with of the 95 % confidence intervals) listed for the individual elements is based on scientific judgement and represents an estimate of the combined effects of any error, attributed to gravimetric and volumetric procedures, purity of the source material and possible contamination throughout the production steps.



Signature by:

Knut Andersen  
Certifying Officer

Oslo, February 23, 2011  
Certificate revision 1.0

*Valeurs expérimentales obtenues lors du passage de l'eau certifiée SPS-NUTR WW2 en chromatographie ionique (système Dionex)*

SPS-WW2	Fluorures	Chlorures	Nitrates	Phosphates	Sulfates
Valeur certifiée (mg.L <sup>-1</sup> )	<b>10,0±0,1</b>	<b>50,0±0,5</b>	<b>5,00±0,05</b>	<b>7,50±0,08</b>	<b>100±1</b>
Mesures (mg.L <sup>-1</sup> )	9,7	51,3	4,54	6,46	101
Ecart par rapport à la valeur certifiée (%)	4	-3	10	16	-1

## ANNEXE 15. ANALYSE STATISTIQUE : PRINCIPE D'UNE REGRESSION PLS

---

L'ensemble des analyses physico-chimiques permet d'accéder à un nombre de variables particulièrement important (15 éléments par MA + 15 éléments par lixiviation à l'EUP + 4 anions par lixiviation à l'EUP + pH soit un minimum de 35 variables par combinaison sol-traitement-résistance-échéance). Se pose alors une réelle difficulté quant à la corrélation des paramètres physico-chimiques aux résistances à la compression simple développées par les sols.

Le recours à l'analyse statistique des données s'est imposé face aux constats suivants :

- pas de distinction marquée de l'influence du traitement, CEMII ou LHR, sur la physico-chimie des sols, telle qu'elle est étudiée ici (analyse pseudo-totale et fraction soluble à l'eau) ;
- pas de distinction probante sur la physico-chimie des sols présentant les résistances à la compression simple minimale et maximale ;
- pas d'évolution distincte entre les sols naturels et les sols traités à 28 ou à 180 jours ;
- pas d'évolution marquée entre les deux échéances.

Ainsi, l'analyse statistique doit permettre de désigner les variables influentes sur les réponses des sols traités en compression simple, quel que soit le type de sol considéré. Dans un premier temps, les trois limons sont donc intégrés à la même analyse. Dans un second temps, les paramètres influant pour chacun des sols sont évalués afin de recouper les indicateurs.

---

### Moyens utilisés

Des analyses en composantes principales (ACP) et des projections en structures latentes par régression des moindres carrés partiels (Partial Least Squares - PLS) permettent la modélisation, l'analyse et l'interprétation de ces données complexes. Les analyses sont réalisées à l'aide du logiciel SIMCA-P (V12) (UMETRICS AB Umea, Suède).

### Choix de la méthode

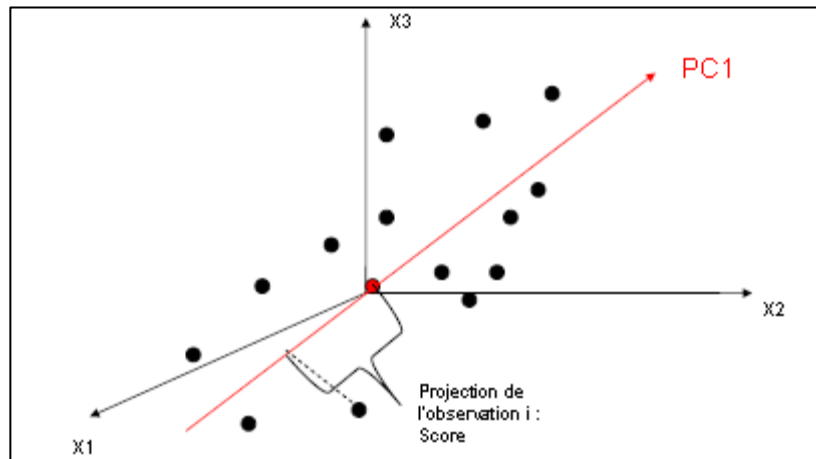
Contrairement à la Régression Multiple Linéaire (MLR), qui s'adapte à la corrélation d'un grand nombre d'observations à partir de peu de variables, les méthodes Least Squares (PLS), s'adaptent à un grand nombre de variables apparentées à un faible nombre d'observations. Les variables peuvent être multicollinéaires. De plus, une régression PLS a l'avantage de fonctionner avec des données manquantes.

### Analyse en composantes principales

L'analyse de données multivariées nécessite une première vérification pour valider la pertinence de l'ensemble avant l'application d'une méthode PLS proprement dite. Ce prétraitement repose sur une analyse en composantes principales (ACP).

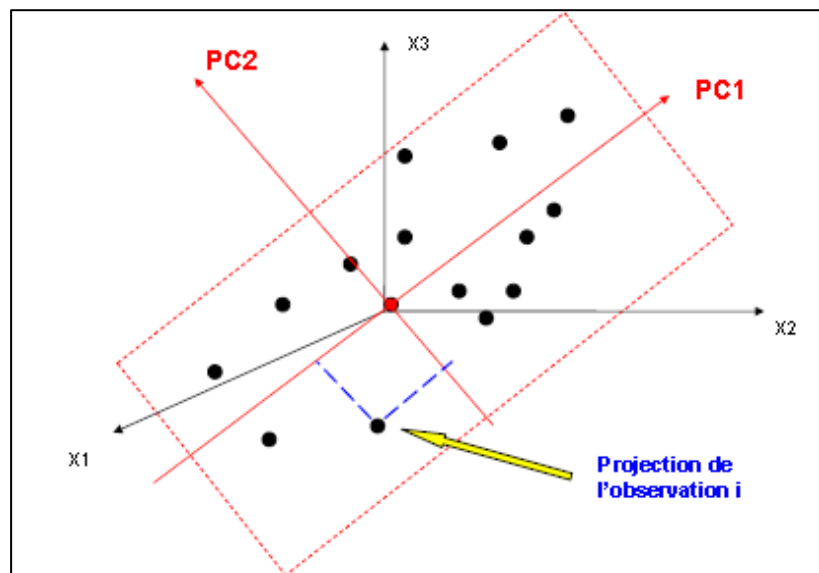
L'ACP est établit à partir d'une matrice de données constituées de N lignes d'observations et K colonnes de variables. L'analyse va restituer le tableau de données multivariées dans un espace défini par des composantes principales.

Dans l'espace à  $K$  dimensions, une composante principale est un axe qui approxime les données au sens des moindres carrés. Les données étant centrées autour de leur moyenne pour chaque variable, cet axe, PC1, passe par le point moyen situé à l'origine après repositionnement du système de coordonnées. Chaque observation est projetée sur la composante principale PC1. La projection est un score.



*Définition de la composante principale PC1 [Hennequin d'après Eriksson, 2011]*

Une composante n'étant pas suffisante pour modéliser la variance maximum des données, une deuxième composante principale, PC2, est définie, orthogonale à PC1 et passant par le point moyen. Les deux composantes constituent un modèle plan, divisé en 4 quadrants. La structure des données peut alors être visualisée dans un espace de plus petite dimension.



*Représentation d'un modèle plan par définition d'une composante PC2 [Hennequin d'après Eriksson 2012]*

L'ACP est une méthode descriptive. Elle permet d'établir une carte des observations et une carte des variables.

Les variables proches sont corrélées positivement entre elles ; les variables situées sur des quadrants opposés sont corrélées négativement. Plus une variable est éloignée de l'origine, plus son impact est fort.

## Les méthodes PLS : méthodes prédictives

### Régression PLS

La régression PLS consiste à relier un bloc de variables à expliquer (ou réponses) Y à un bloc de variables explicatives X. Sont alors recherchées l'influence et les corrélations réelles des variables du bloc X sur les réponses du bloc Y. La régression PLS permet de visualiser toutes les variables, X et Y, simultanément.

Sont d'abord recherchées les composantes PLS orthogonales  $t_h$  explicatives du bloc de variables X et corrélées à Y. Les composantes PLS sont des variables latentes. Les méthodes PLS peuvent ainsi apparaître sous le nom de méthodes de projections en structures latentes. La régression des variables Y s'effectue sur les composantes PLS  $t_h$ . La régression est ensuite exprimée en fonction des variables X sous forme de coefficients de régression.

L'interprétation des coefficients de régression d'une analyse PLS est appuyée sur les critères ci-dessous énoncés :

- lorsqu'une variable X présente un coefficient CS positif (Centered and Scaled - coefficient de régression sur les données centrées et standardisées), elle est corrélée positivement à la variable Y, c'est-à-dire que si la variable X augmente, la réponse Y augmente.
- lorsqu'une variable X présente un coefficient CS négatif, elle est corrélée négativement à la variable Y, c'est-à-dire que si la variable X augmente, la réponse Y diminue.
- ces interprétations n'ont de sens que si les intervalles de confiance liés à ces coefficients ne franchissent pas l'axe des abscisses du diagramme. Ces coefficients sont alors considérés comme étant significatifs.

---

Au cours de l'étude « Traitement de sols », les résistances à la compression simple sont les variables du bloc Y.

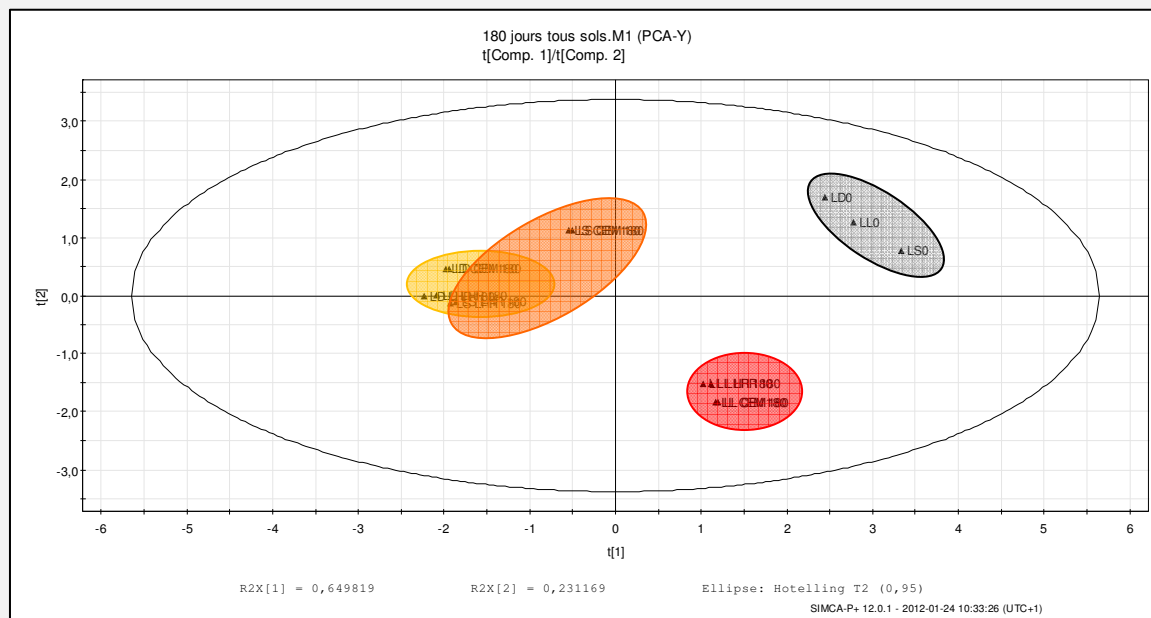
Les variables du ou des blocs X sont essentiellement des variables de composition (composition élémentaire pseudo-totale, composition élémentaire et anionique de la fraction soluble).

---



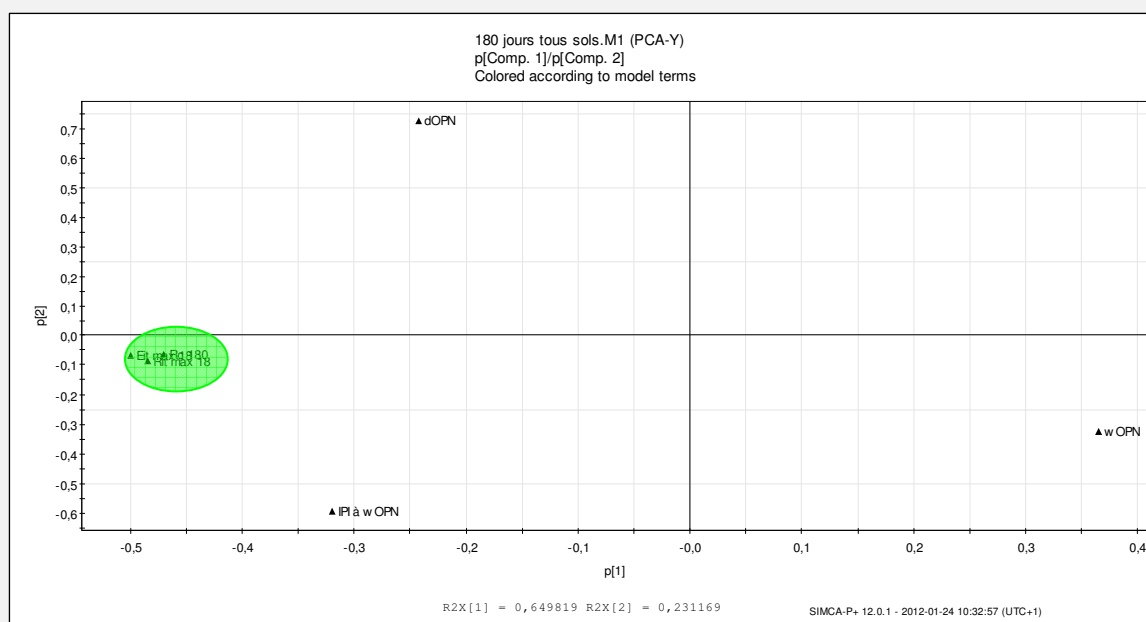
### Données à 180 jours

L'ACP sur le bloc des réponses Y pour l'ensemble des sols permet de visualiser l'ensemble des réponses sur la carte des variables, construite à partir des composantes PC1 ( $t[1]$ ) et PC2 ( $t[2]$ ). Les réponses de  $R_c$ min et de  $R_c$ max pour un même sol et un même traitement sont très proches. Les limons naturels (LL0, LS0 et LD0) sont regroupés dans le même quadrant.



ACP sur les réponses Y pour l'ensemble des sols – carte des variables

Sur la carte des variables  $p[1] = f(p[2])$ , les poids de chaque réponse Y sur  $t_1$  et  $t_2$ , les 3 réponses  $R_c$  180,  $R_{it}$ max 180 et  $E_{it}$ max 180 sont regroupées : elles sont corrélées. Quatre PLS seront donc menées à partir des 3 réponses Y corrélées, de la réponse  $w_{OPN}$ , de la réponse  $\rho_{dOPN}$  et de la réponse IPI à  $w_{OPN}$ .

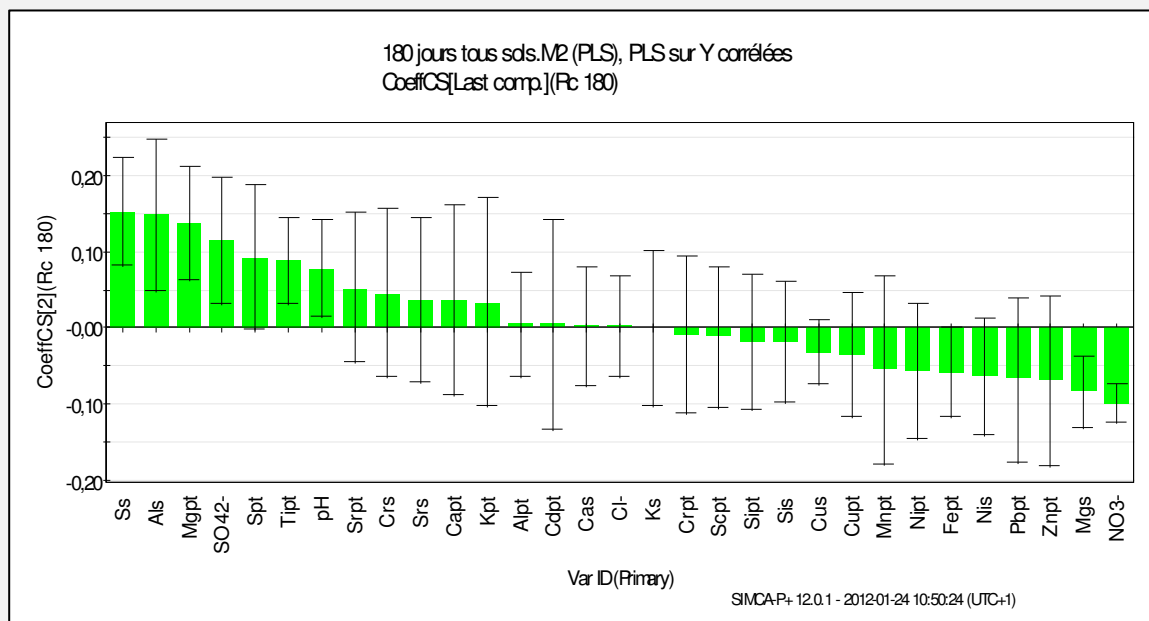


ACP sur les réponses Y pour l'ensemble des sols

Le calcul des coefficients CS est réalisé à partir de l'ensemble des composantes. Als et Ss ont une influence positive sur  $R_{c,max} 180$ ,  $NO_3^-$  a une influence négative sur  $R_{c,max} 180$ .

L'influence de la fraction soluble des sols s'avère particulièrement importante : les concentrations en S et en Al solubles, en  $SO_4^{2-}$  ainsi que le pH sont corrélées positivement tandis que les concentrations en  $NO_3^-$  et en Mg soluble sont corrélées négativement.

Par ailleurs, les concentrations pseudo-totales en Mg et en Ti ont une influence positive sur les performances mécaniques.



*Coefficients CS de la régression PLS sur réponse  $R_{c,max}180$  pour l'ensemble des sols*

### Régression PLS hiérarchique

Une PLS hiérarchique permet de distinguer l'influence de 2 blocs de variables X sur les réponses Y. Les coefficients de régression permettent alors de voir l'influence de chaque bloc de variables.

### Régression PLS discriminante PLS-DA

L'analyse discriminante permet d'évaluer si certaines variables sont spécifiques à une classe considérée. Les coefficients CS déterminés par régression PLS, positifs et significatifs, sont ainsi caractéristiques d'une classe. Les CS négatifs indiquent alors l'influence d'autres classes.

### Régression PLS orthogonale discriminante OPLS-DA

L'OPLS-DA permet de cibler l'étude sur des classes particulières et de déterminer les variables qui leur sont propres.

### Taux d'ajustement et validité des modèles

Il est possible de se référer à des paramètres complémentaires pour valider les modèles donnés par l'ACP et la régression PLS. Dans les deux cas, il est possible de valider la capacité explicative du modèle c'est-à-dire la variance expliquée par le modèle ( $R^2$ ). Ainsi :

- dans le cas de l'ACP sur l'ensemble des X, le modèle explique  $R^2X$  % de la variabilité de X ;
- dans le cas de la régression PLS sur l'ensemble des X, le modèle explique  $R^2X$  % de la variabilité de X et  $R^2Y$  % de la variabilité de la réponse Y.

Un deuxième paramètre,  $Q^2$ , ne s'applique qu'à la régression PLS. En effet,  $Q^2$  est la capacité prédictive du modèle. Il est considéré qu'elle doit être supérieure à 50% pour valider le modèle.

### Validation des modèles

Lors de ces nouvelles analyses les capacités explicatives  $R^2X$  et  $R^2Y$  des modèles, ainsi que leurs capacités prédictives  $Q^2$  sont bonnes, permettant de valider les résultats obtenus et d'envisager des interprétations des corrélations détectées. Seuls les résultats des modèles dont les coefficients  $R^2$  et  $Q^2$  sont satisfaisants sont présentés.

## ANNEXE 16. EXEMPLE DE CALCUL DE DOPAGE DES SOLS

Exemple de calcul de dopage des limons : cas des chlorures apportés à  $1\text{g.kg}^{-1}$  de sol sec

Exemple pour NaCl 1g de $\text{Cl}^-$ . $\text{kg}^{-1}$ de sol sec	LL_CEMII	LL_LHR	LS_CEMII	LS_LHR	LD_CEMII	LD_LHR
$w_{\text{OPN}}$ du limon traité (%)	16,0	15,7	14,0	13,7	14,6	14,9
$w$ avant traitement (%)	18,0	18,0	16,5	16,5	16,3	16,6
$\rho_{\text{dOPN}}$ ( $\text{Mg.m}^{-3}$ )	1,72	1,72	1,78	1,77	1,79	1,77
96% $\rho_{\text{dOPN}}$ ( $\text{Mg.m}^{-3}$ )	$0,96 \times \rho_{\text{dOPN}} = 1,65$	1,65	1,70	1,70	1,72	1,70
Nombre d'éprouvettes 5x5	3 éprouvettes $\times$ 2 essais = 6	6	6	6	6	6
Volume de limon traité ( $\text{cm}^3$ )	$6 \times 98 = 2356$	2356	2356	2356	2356	2356
Masse sèche de mélange correspondante (g)	$2356 \times 1,65 = 3895$	3886	4017	4066	4053	4015
Masse sèche correspondante majorée de 10% (g)	$1,10 \times 3895 / 1,07 = 4004$	3995	4130	4118	4167	4128
Volume de solution pour $w$ avant traitement (L)	$4004 \times 0,18 \times 10^{-3} = 0,721$	0,719	0,681	0,680	0,679	0,685
Concentration d'étude ( $\text{g.kg}^{-1}$ de sol sec)	1	1	1	1	1	1
Masse de $\text{Cl}^-$ (g)	$4004 \times 0,001 = 4,00$	3,99	4,13	4,12	4,17	4,13
Masse de NaCl (g)	$4,00 / 0,61 = 6,56$	6,55	6,77	6,75	6,83	6,77
Concentration de la solution ( $\text{g.L}^{-1}$ )	$6,56 / 0,721 = 9,11$	9,11	9,93	9,93	10,06	9,88
<b>CORRECTIONS</b>						
Concentration moyenne en $\text{Cl}^-$ dans la fraction soluble à l'eau ( $\text{g.kg}^{-1}$ de sol sec)	0,070	0,070	0,109	0,109	0,055	0,055
Concentration moyenne en $\text{Cl}^-$ de l'eau de gâchage ( $\text{g.L}^{-1}$ )	0,055	0,055	0,055	0,055	0,055	0,055
Apport initial en $\text{Cl}^-$ (g)	$4,004 \times 0,070 + 0,721 \times 0,055 = 0,320$	0,319	0,488	0,486	0,267	0,265

Produits chimiques utilisés pour le dopage des sols

Consommables	Marque / Fournisseur	Caractéristiques
Eléments potentiellement perturbateurs		
Chlorure de sodium (halite) NaCl	Panréac	poudre
Nitrate d'ammonium $\text{NH}_4\text{NO}_3$	Carlo Erba	poudre
Dihydrogénophosphate de potassium $\text{KH}_2\text{PO}_4$	Panréac	poudre
Sulfate de calcium (gypse) $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	Panréac	poudre

## ANNEXE 17. DONNEES DE LA BDAT [INRA, 2011]

### Comparaison aux données granulométriques de la BDAT [INRA, 2011]

Données BDAT 2000-2004	Canton de Tilly- sur-Seulles (teneur majoritaire)	LL	Canton de Sées (teneur majoritaire)	LS	Canton de Troarn (teneur majoritaire)	LD
Argile < 2µm (g.kg <sup>-1</sup> )	[100 ; 250[	98	[100 ; 250[	96	[100 ; 250[	94
Limons fins 2/20µm (g.kg <sup>-1</sup> )	[100 ; 250[	141	[100 ; 250[	155	[100 ; 250[	90
Limons grossiers 20/50µm (g.kg <sup>-1</sup> )	[350 ; 450[	383	[250 ; 350[	47	[250 ; 350[ [350 ; 450[	573
Limons totaux 2/50µm (g.kg <sup>-1</sup> )	[450 ; 1000[	524	[450 ; 1000[	202	[450 ; 1000[	663
Sables fins 50/200µm (g.kg <sup>-1</sup> )	[100 ; 250[	170	[100 ; 250[	77	[100 ; 250[	135
Sables grossiers 200/2000µm (g.kg <sup>-1</sup> )	[0 ; 100[	55	[0 ; 100[	243	[0 ; 100[	57
Sables totaux 50/2000µm (g.kg <sup>-1</sup> )	[100 ; 250[	225	[100 ; 250[	320	[100 ; 250[	192
Rapport limon fin / limon grossier (0/20µm / 20/50µm)	[0,50 ; 0,75[	0,37	[0,50 ; 0,75[	3,31	[0,50 ; 0,75[	0,16

## **ANNEXE 18. VERIFICATION DE L'HOMOGENEITE DES PRELEVEMENTS AU REGARD DES CONCENTRATIONS ELEMENTAIRES PSEUDO-TOTALES**

---

La vérification de l'homogénéité des prélèvements de sol répond à 3 étapes de calcul :

- la vérification de l'homogénéité de chaque échantillon fille par comparaison de l'étendue de la gamme de concentrations (écart entre les concentrations minimale et maximale des 5 réplicats) à la concentration moyenne pour un échantillon fille (moyenne de 5 mesures) :

$$\text{étendue de la gamme de 5 réplicats} / M_{EF} (\%) = (\max EF - \min EF) / M_{EF} \quad (13)$$

- la vérification de l'homogénéité du prélèvement de sol par comparaison de la concentration moyenne obtenue pour un échantillon fille (5 réplicats) à la concentration moyenne pour un sol (moyenne de 25 mesures) :

$$\text{dispersion } M_{EF} / M_{sol} (\%) = M_{EF} / M_{sol} \quad (14)$$

- la vérification de l'homogénéité du prélèvement de sol par comparaison de l'étendue de la gamme de concentrations (écart entre les concentrations minimale et maximale des 25 réplicats) à la concentration moyenne pour un sol (moyenne de 25 mesures) :

$$\text{étendue de la gamme de 25 réplicats} / M_{sol} (\%) = (\max sol - \min sol) / M_{sol} \quad (15)$$

*Analyses de l'homogénéité des prélèvements : concentrations élémentaires pseudo-totales*

	gamme / M Echantillon fille 1	gamme / M Echantillon fille 2	gamme / M Echantillon fille 3	gamme / M Echantillon fille 4	gamme / M Echantillon fille 5	Echantillon fille 1 / M sol	Echantillon fille 2 / M sol	Echantillon fille 3 / M sol	Echantillon fille 4 / M sol	Echantillon fille 5 / M sol	gamme / M sol
<b>LL</b>											
dispersion ≤ 30%	Al, Ca, Cd, Cr, Cu, Fe, Mg, Ni, Pb, S, Si, Sr	Ca, Cd, Cr, Cu, Fe, Mg, Ni, Pb, S, Si, Sr	Ca, Cd, Cr, Cu, Fe, Mg, Ni, Pb, S, Si, Sr	Ca, Cd, Cr, Fe, Mg, Pb, S, Si, Sr	Al, Ca, Cd, Cr, Cu, Fe, Mg, Ni, Pb, S, Si, Sr	Al, Cd, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Ni, Pb, S, Si, Ti, Zn	Ca, Cd, Cu, Fe, Mg, Ni, Pb, S, Si, Sr, Zn	Al, Cd, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Ni, Pb, S, Si, Ti, Zn	Al, Ca, Cd, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Ni, Pb, S, Si, Sr, Ti, Zn	Al, Ca, Cd, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Ni, Pb, S, Si, Sr, Ti, Zn	Cd, Fe, Pb
30% < dispersion ≤100%	K, Ti, Zn	Al, K, Ti, Zn	Al, K, Ti, Zn	Al, Cu, K, Ni, Zn	K, Ti, Zn	Ca, Sr	Al, Cr, K, Ti	Ca, Sr	-	Cr, K, Mg, Ti	Ca, Cr, Cu, Mg, Ni, S, Si, Sr, Zn
dispersion > 100%	-	-	-	Ti	-	-	-	-	-	-	Al, K, Ti
<b>LS</b>											
dispersion ≤ 30%	Cd, Cu, Fe, Ni, Pb, S, Sr, Zn	Cd, Cu, Fe, Mg, Ni, Pb, S, Si, Sr, Zn	Al, Cd, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Ni, Pb, S, Si, Sr, Ti, Zn	Cd, Cu, Fe, Ni, Pb, S, Si, Sr	Cd, Cu, Fe, Ni, Pb, S, Si, Sr	Cr, Cu, Fe, Mg, Ni, Pb, S, Si, Sr, Ti, Zn	Al, Cd, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Ni, Pb, S, Si, Sr, Ti	Cd, Cr, Cu, Fe, Ni, Pb, S, Sr	Al, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Pb, S, Sr, Ti, Zn	Al, Cd, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Ni, Pb, S, Si, Sr, Ti, Zn	Ca, Fe, Sr
30% < dispersion ≤100%	Al, Cr, K, Mg, Si	Al, Cr, K, Ti, Zn	-	Al, Cr, K, Mg, Ti, Zn	Al, Cr, K, Mg, Ti, Zn	Al, Cd, K	Zn	Al, K, Mg, Si, Ti, Zn	Cd, Ni	S, Si	Cd, Cr, Cu, Mg, Ni, Pb, S
dispersion > 100%	Ti	-	-	-	-	-	-	-	Si	-	Al, K, Si, Ti, Zn
<b>LD</b>											
dispersion ≤ 30%	Ca, Mn, Sr	Al, Ca, Cr, Cu, Fe, Mg, Mn, Ni, Pb, S, Si, Sr	Al, Ca, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Ni, Pb, Si, Sr, Ti	Al, Ca, Cd, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Ni, Pb, S, Si, Sr	Al, Ca, Cd, Cr, Fe, Mg, Mn, Ni, S, Si, Sr	Ca, Cd, Cr, Cu, Fe, Mg, Ni, Pb, S, Si, Sr, Zn	Al, Ca, Cd, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Ni, Pb, S, Si, Sr, Ti, Zn	Al, Ca, Cd, Cr, Cu, Fe, Mg, Ni, Pb, S, Si, Sr, Zn	Al, Ca, Cd, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Ni, Pb, S, Si, Sr, Ti, Zn	Al, Ca, Cd, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Ni, Pb, S, Si, Sr, Zn	Ca, Sr
30% < dispersion ≤100%	Al, Cd, Cr, Cu, Fe, K, Ni, Pb, S, Si, Ti, Zn	Cd, K, Ti, Zn	Cd, S, Zn	Ti, Zn	Cu, K, Pb, Ti, Zn	Al, K, Ti	-	K, Ti	-	Ti	Al, Cd, Cr, Cu, Fe, Mg, Ni, Pb, S, Si
dispersion > 100%	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	K, Ti, Zn

ANNEXE 19. DONNEES DE LA BASE DE DONNEES INDIQUASOL/RMQS [INRA, 2011]

Comparaison des concentrations pseudo-totales en éléments traces aux données du RMQS [INRA 2011]

	Limon de Loucelles		RMQS zone Loucelles [INRA 2011]			Limon de Sées		RMQS zone Sées [INRA 2011]			Limon de Démouville		RMQS zone Démouville [INRA 2011]			Valeur maximale Rencontrée en France 2005
	25 échantillons		Gamme de mesures (mg.kg <sup>-1</sup> )	Seuil de détection d'anomalies (mg.kg <sup>-1</sup> )		25 échantillons		Gamme de mesures (mg.kg <sup>-1</sup> )	Seuil de détection d'anomalies (mg.kg <sup>-1</sup> )		25 échantillons		Gamme de mesures (mg.kg <sup>-1</sup> )	Seuil de détection d'anomalies (mg.kg <sup>-1</sup> )		
	min.	Max.		0-30cm	30-50cm	min.	Max.		0-30cm	30-50cm	min.	Max.		0-30cm	30-50cm	
Cd	<u>2</u>	<u>3</u>	0,23 - 0,35	0,564	0,501	<u>1</u>	<u>3</u>	0,23 - 0,35	0,779	0,628	0	<u>1</u>	0 - 0,14	0,439	0,200	5
Cr	19	49	0 - 35	116	115	21	48	46 - 58	107	106	16	28	46 - 58	103	100	167
Cu	10	20	9 - 13	38	29	6	11	9 - 13	35	29	7	10	9 - 13	25	25	365
Ni	18	36	11- 19	50	62	20	33	19 - 26	50	62	11	17	11 - 19	42	40	73
Pb	13	18	0 - 21	44	41	28	42	21 - 28	52	42	5	7	21 - 28	44	34	283
Zn	57	125	42 - 59	155	148	47	141	42 - 59	135	126	37	94	42 - 59	128	112	1231

en rouge : valeur sortant de la gamme de mesures courantes  
souligné : valeur dépassant les seuils de détection d'anomalies

Facteurs d'enrichissement élémentaire des sols

	Echantillon fille 1	Echantillon fille 2	Echantillon fille 3	Echantillon fille 4	Echantillon fille 5	Sol
<b>LL</b>						
FE ≤ 1	Al, Cr, Cu, K, Mg, Ni, Sr, Ti	Al, Ca, Cr, Cu, K, Mg, Ni, S, Sr, Ti	Al, Ca, Cr, Cu, K, Mg, Ni, S, Sr, Ti	Al, Ca, Cr, Cu, K, Mg, Ni, Sr, Ti	Al, Cr, Cu, K, Mg, Ni, S, Sr, Ti	Al, Ca, Cr, Cu, K, Mg, Ni, S, Sr, Ti
1 < FE ≤ 2	Ca, S	Zn	Pb, Zn	S	Ca	-
FE > 2	Cd, Pb, Zn	Cd, Pb	Cd	Cd, Pb, Zn	Cd, Pb, Zn	Cd, Pb, Zn
<b>LS</b>						
FE ≤ 1	Al, Cr, Cu, K, Mg, Ni, Sr, Ti	Al, Cr, Cu, K, Mg, Ni, Sr, Ti	Al, Cr, Cu, K, Mg, Ni, Sr, Ti	Al, Cr, Cu, K, Mg, Ni, Sr, Ti	Al, Cr, Cu, Fe, k, Mg, Ni, Sr, Ti	Al, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Ni, Sr, Ti
1 < FE ≤ 2	Zn	Zn	S	Zn	Zn	-
FE > 2	Ca, Cd, Pb, S	Ca, Cd, Pb, S	Ca, Cd, Pb, Zn	Ca, Cd, Pb, S	Ca, Cd, Pb, S, Zn	Ca, Cd, Pb, S, Zn
<b>LD</b>						
FE ≤ 1	Al, Cr, Cu, K, Mg, Ni, Sr, Ti	Al, Cr, Cu, K, Mg, Ni, S, Sr, Ti	Al, Cr, Cu, K, Mg, Ni, Sr, Ti	Al, Cr, Cu, K, Mg, Ni, Pb, Sr, Ti	Al, Cr, Cu, K, Mg, Ni, Sr, Ti	Al, Cr, Cu, K, Mg, Ni, Sr, Ti
1 < FE ≤ 2	Pb, S	Pb	Pb, S	S, Zn	Pb, S	Pb, S
FE > 2	Ca, Cd, Zn	Ca, Cd, Zn	Ca, Cd, Zn	Ca, Cd	Ca, Cd, Zn	Ca, Cd, Zn



**ANNEXE 20. VERIFICATION DE L'HOMOGENEITE DES PRELEVEMENTS AU REGARD DES CONCENTRATIONS ELEMENTAIRES ET ANIONIQUES DE LA FRACTION SOLUBLE A L'EAU**

*Analyse de l'homogénéité des prélèvements : composition de la fraction soluble à l'eau des sols*

	Echantillon fille 1 / M sol	Echantillon fille 2 / M sol	Echantillon fille 3 / M sol	Echantillon fille 4 / M sol	Echantillon fille 5 / M sol	gamme / M sol
<b>LL</b>						
dispersion ≤ 30%	Ca, Cu, K, Mg, Sr	Cl <sup>-</sup> , NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> , SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	Ca, K, Mg, Ni, S, Sr, Cl <sup>-</sup> , NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> , SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	Ca, Cu, K, Mg, S, Sr, Ti, NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> , SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	Ca, K, Mg, S, Sr, Cl <sup>-</sup> , NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> , SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	Ca, K, Mg, Sr
30% < dispersion ≤ 100%	S, Cl <sup>-</sup> , NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> , SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	-	Cu	Ni, Cl <sup>-</sup>	Cu, Ni, Ti	Cu, S, Ti, NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> , SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>
dispersion > 100%	-	-	-	-	-	Ni, Cl <sup>-</sup>
<b>LS</b>						
dispersion ≤ 30%	Cu, K	Ca, K, Mg, Ni, S, Sr, Cl <sup>-</sup> , SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	Ca, K, S, Sr, Cl <sup>-</sup> , SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	Ca, K, Sr, NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	Ca, K, Mg, S, Sr, SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	-
30% < dispersion ≤ 100%	Ca, S, Sr, NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> , SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	Cu, Ti, NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	Cu, Mg, Ni, NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	Cu, Mg, S, Cl <sup>-</sup> , SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	Cu, Cl <sup>-</sup> , NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	Ca, K, Sr
dispersion > 100%	Mg, Cl <sup>-</sup>	-	-	-	Ni	Cu, Mg, Ni, S, Cl <sup>-</sup> , NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> , SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>
<b>LD</b>						
dispersion ≤ 30%	Ca, K, Mg, S, Sr, Cl <sup>-</sup> , NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> , SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	Ca, K, Mg, Sr, NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> , SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	Ca, K, Mg, Sr, SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	Ca, K, Mg, S, Sr, Cl <sup>-</sup> , NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> , SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	Ca, Cu, K, Mg, Sr	-
30% < dispersion ≤ 100%	Cu, Ni	S, Cl <sup>-</sup>	Cd, Cu, S, Cl <sup>-</sup> , NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	Cd, Cu	S, Cl <sup>-</sup> , NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> , SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	Ca, K, Mg, S, Sr, NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> , SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>
dispersion > 100%	-	Cu	-	-	Ni	Cu, Ni, Cl <sup>-</sup>

## ANNEXE 21. TAUX D'AJUSTEMENT DES MODELES STATISTIQUES

### Taux d'ajustement des modèles

	Nombre de composantes	R <sup>2</sup> X	R <sup>2</sup> Y	Q <sup>2</sup>
28 jours				
Sols naturels et sols témoins / composition de la fraction solide et de la fraction soluble à l'eau				
ACP sur Y	3 composantes	-	0,97	-
PLS 4Y tous sols	2 composantes	0,56	0,87	0,76
ACP sur X	2 composantes	0,92	0,56	-
PLS LL	1 composante	0,51	0,94	0,90
PLS LS	1 composante	0,53	0,91	0,73
PLS LD	1 composante	0,41	0,96	0,75
OPLS-DA LL-LS (5to)	2 composantes	0,97	1,000	0,98
OPLS-DA LL-LD (3to)	2 composantes	0,79	0,997	0,98
OPLS-DA LS-LD (2to)	2 composantes	0,72	0,995	0,94
Sols naturels et sols témoins / composition pseudo-totale théorique initiale et composition pseudo-totale à 180 jours				
ACP sur Y	2 composantes	0,93	-	-
PLS 4Y ensemble des X	(pas de résultats)	-	-	-
180 jours				
Sols naturels et sols témoins / composition de la fraction solide et de la fraction soluble à l'eau				
ACP sur Y	3 composantes 65%, 23%, 9% soit 88% de la variance expliquée par 2 composantes t1 et t2	-	0,88	-
PLS 3Y tous sols	2 composantes	0,47	0,89	0,68
OPLS-DA LL-LS (5to)	2 composantes	0,97	0,999	0,99
OPLS-DA LL-LD (1to)	2 composantes	0,54	0,96	0,83
OPLS-DA LS-LD (1to)	2 composantes	0,79	0,996	0,98
Sols naturels et sols témoins / composition pseudo-totale théorique initiale et composition pseudo-totale à 180 jours				
ACP sur Y	2 composantes	-	0,82	-
PLS 3Y ensemble des X	2 composantes	0,87	0,94	0,76
Sols naturels et sols témoins / composition de la fraction soluble à l'eau				
ACP sur Y	2 composantes	-	0,998	-
PLS 3Y	2 composantes	0,27	0,99	0,43
OPLS tous sols 3Y (3to)	1 composante	0,98	0,999	0,997
Sols témoins et sols dopés en chlorure / composition de la fraction soluble à l'eau				
ACP sur Y	2 composantes	0,996	-	-
PLS R <sub>p</sub> max180	2 composantes	0,49	0,86	0,39
Sols témoins et sols dopés en sulfate / composition de la fraction soluble à l'eau				
ACP sur Y	2 composantes	0,97	-	-
PLS R <sub>p</sub> max180	3 composantes	0,36	0,94	0,68
Sols témoins et sols dopés en nitrate / composition de la fraction soluble à l'eau				
ACP sur Y	2 composantes	0,98	-	-
PLS R <sub>p</sub> max180	3 composantes	0,63	0,89	0,60
Sols témoins et sols dopés en phosphate / composition de la fraction soluble à l'eau				
ACP sur Y	2 composantes	0,97	-	-
PLS R <sub>p</sub> max180	2 composantes	0,19	0,73	0,39

*Coefficients CS des analyses statistiques par ACP et par régression PLS sur sols naturels et sols témoins*

Coefficients CS	pour l'ensemble des sols à 28 jours				à 180 jours			pour LL			pour LS			pour LD		
	IPI	R <sub>c</sub> max	R <sub>it</sub>	E <sub>it</sub>	R <sub>c</sub> max	R <sub>it</sub>	E <sub>it</sub>	R <sub>c</sub> max	R <sub>it</sub>	E <sub>it</sub>	R <sub>c</sub> max	R <sub>it</sub>	E <sub>it</sub>	R <sub>c</sub> max	R <sub>it</sub>	E <sub>it</sub>
Al pseudo-total	0,023	-0,040	-0,008	-0,006	0,005	0,004	-0,011	-0,003	-0,003	-0,003	-0,001	-0,001	-0,001	0,054	0,055	0,055
Al soluble	0,057	0,078	0,072	0,072	0,149	0,147	0,113	0,071	0,068	0,069	0,055	0,053	0,051	0,054	0,055	0,055
Ca pseudo-total	0,021	0,049	0,037	0,036	0,038	0,038	0,043	0,067	0,065	0,066	0,047	0,044	0,043	0,063	0,064	0,065
Ca soluble	0,054	0,075	0,069	0,069	0,003	0,005	0,033	0,072	0,070	0,071	0,026	0,025	0,024	0,058	0,059	0,060
Cd pseudo-total	-0,004	-0,019	-0,012	-0,011	0,005	0,002	-0,029	-0,039	-0,038	-0,039	-	-	-	-	-	-
Cl <sup>-</sup> soluble	-0,039	-0,050	-0,048	-0,047	0,002	0,000	-0,020	0,021	0,021	0,021	-0,037	-0,035	-0,034	-0,004	-0,005	-0,005
Cr pseudo-total	-0,008	-0,056	-0,033	-0,032	-0,008	-0,009	-0,021	-0,001	-0,001	-0,001	-0,046	-0,044	-0,043	0,055	0,057	0,057
Cr soluble	0,080	0,039	0,065	0,066	0,046	0,047	0,046	0,014	0,013	0,013	0,001	0,001	0,001	0,018	0,019	0,019
Cu pseudo-total	0,013	-0,035	-0,011	-0,009	-0,035	-0,035	-0,038	0,051	0,049	0,050	-0,036	-0,034	-0,033	0,003	0,003	0,003
Cu soluble	0,078	0,014	0,051	0,052	-0,033	-0,031	-0,015	0,074	0,072	0,073	0,052	0,050	0,049	0,058	0,060	0,060
Fe pseudo-total	-0,019	-0,070	-0,047	-0,045	-0,059	-0,059	-0,064	0,003	0,003	0,003	-0,056	-0,053	-0,052	0,002	0,002	0,002
K pseudo-total	0,029	-0,022	0,005	0,006	0,034	0,034	0,025	0,000	0,000	0,000	0,030	0,028	0,028	0,062	0,064	0,064
K soluble	0,044	0,064	0,057	0,057	0,001	0,003	0,031	0,040	0,039	0,040	0,026	0,025	0,024	0,033	0,033	0,033
Mg pseudo-total	0,036	0,028	0,034	0,035	0,139	0,136	0,093	0,032	0,031	0,031	0,047	0,045	0,044	0,043	0,044	0,044
Mg soluble	-0,112	-0,101	-0,115	-0,115	-0,084	-0,084	-0,087	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Ni pseudo-total	0,006	-0,031	-0,013	-0,012	-0,056	-0,057	-0,061	-0,035	-0,034	-0,034	-0,054	-0,051	-0,050	0,015	0,015	0,015
Ni soluble	0,076	0,017	0,051	0,053	-0,064	-0,062	-0,029	0,066	0,064	0,064	0,045	0,043	0,042	0,049	0,050	0,050
NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> soluble	-0,078	-0,101	-0,095	-0,095	-0,099	-0,100	-0,099	-0,068	-0,066	-0,067	-0,055	-0,052	-0,051	-0,063	-0,065	-0,065
Pb pseudo-total	-0,025	-0,046	-0,038	-0,037	-0,067	-0,067	-0,065	-0,017	-0,016	-0,016	-0,053	-0,050	-0,049	0,025	0,026	0,026
pH	0,108	0,103	0,113	0,114	0,080	0,081	0,084	0,074	0,072	0,073	0,052	0,050	0,048	0,064	0,066	0,066
S pseudo-total	0,105	0,090	0,105	0,026	0,094	0,093	0,086	0,071	0,069	0,070	0,057	0,054	0,053	0,006	0,006	0,006
S soluble	0,098	0,051	0,081	0,079	0,153	0,150	0,109	0,075	0,073	0,074	0,046	0,043	0,042	0,022	0,023	0,023
Si pseudo-total	0,019	0,029	0,026	0,074	-0,018	-0,018	-0,016	0,019	0,018	0,018	-0,032	-0,030	-0,030	0,057	0,058	0,058
Si soluble	0,095	0,048	0,078	0,105	-0,018	-0,017	-0,009	0,062	0,060	0,061	0,024	0,023	0,022	0,063	0,064	0,065
SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> soluble	0,090	0,042	0,072	0,053	0,117	0,115	0,086	0,064	0,062	0,062	0,049	0,046	0,045	0,063	0,064	0,064
Sr pseudo-total	0,035	0,066	0,054	0,078	0,054	0,054	0,059	0,064	0,062	0,063	0,049	0,046	0,045	0,045	0,046	0,046
Sr soluble	0,066	0,082	0,079	0,082	0,038	0,040	0,058	0,067	0,065	0,065	0,043	0,041	0,040	0,061	0,063	0,063
Ti pseudo-total	0,033	-0,013	0,012	0,013	0,091	0,088	0,053	-0,001	-0,001	-0,001	0,054	0,051	0,050	0,065	0,067	0,067
Zn pseudo-total	0,041	0,018	0,032	0,033	-0,069	-0,066	-0,033	0,030	0,029	0,030	0,047	0,044	0,043	-0,024	-0,024	-0,024

Cellules vertes : coefficient CS positif significatif ; cellules bleues : coefficient CS négatif significatif