



**HAL**  
open science

**Valorisation d'un sol urbain dans le domaine routier :  
Mobilité des polluants dans les sols traités et/ou  
compactés**

Katia Bellagh, Myriam Duc

► **To cite this version:**

Katia Bellagh, Myriam Duc. Valorisation d'un sol urbain dans le domaine routier : Mobilité des polluants dans les sols traités et/ou compactés. Géotechnique. Université Paris-Est, 2017. Français. NNT: . tel-01697059

**HAL Id: tel-01697059**

**<https://theses.hal.science/tel-01697059v1>**

Submitted on 30 Jan 2018

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

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

**Thèse**

présentée pour l'obtention du titre de

**Docteur de l'université Paris-Est**

Spécialité : Géotechnique et environnement

par

**Katia BELLAGH**

---

**Valorisation d'un sol urbain dans le domaine routier :**  
**Mobilité des polluants dans les sols traités et/ou**  
**compactés**

---

Soutenue le 25 Septembre 2017

Devant le jury composé de :

Rapporteurs :	Philippe DELMAS	CNAM
	Laurent LASSABATERE	ENTPE
Examineurs :	Irini DJERAN-MAIGRE	INSA Lyon
	Anne PANTET	Université du Havre
	Philippe GOTTELAND	FNTP
Directeur de thèse :	Jean Pierre MAGNAN	IFSTTAR
Encadrants de thèse :	Myriam DUC	IFSTTAR
	Thomas LENOIR	IFSTTAR
Invités :	Patrice CHARDARD	Eiffage Infrastructures
	Mohamed BOUTOUIL	ESITC



*A mes chers parents,  
A mohamed...*



## Remerciements

Ce travail de thèse n'aurait pas été possible sans l'aide d'un certain nombre de personnes que je tiens à remercier. Il a été financé par l'Institut Français des sciences et Technologies, des transports, de l'aménagement et des réseaux (IFSTTAR), par la Fédération Nationale des Travaux Publics (FNTP) et par l'Ecole Supérieur d'Ingénieurs des Travaux de la Construction (ESITC Cachan).

Mes remerciements et ma reconnaissance vont avant tout à Monsieur Jean Pierre MAGNAN qui a été mon directeur de thèse. Je le remercie pour la confiance qu'il m'a accordée, ses encouragements et son aide dans la rédaction de ce mémoire.

Mes remerciements les plus sincères s'adressent à Madame Myriam DUC mon encadrante de thèse. Je la remercie pour tout ce que j'ai pu apprendre à ses côtés à travers les échanges fructueux que nous avons pu tenir et les conseils qu'elle m'a prodigué. Je la salue pour sa disponibilité malgré son emploi du temps chargé, sa rigueur scientifique et son aide précieuse pour la rédaction de ce mémoire. Je retiendrai de madame DUC son humanité et son professionnalisme.

Je remercie également mes autres encadrants Monsieur Thomas LENOIR et Madame Hélène PAULUS.

Je témoigne toute ma gratitude aux membres de la FNTP qui ont constitué le comité de pilotage de ma thèse M. Philippe GOTTELAND, M. Patrice CHARDARD et M. Emmanuel L'HUILIER qui ont suivi de près ce travail de thèse et ont su répondre présents en mettant à ma disposition leurs connaissances et leurs disponibilités.

J'adresse également mes remerciements à M. Laurent LASSABATERE et à M. Philippe DELMAS pour avoir accepté de rapporter ce travail de thèse et pour leurs remarques enrichissantes. Je tiens à remercier aussi Mme. Irini DJERAN-MAIGRE, Mme. Anne PANTET et M. Philippe GOTTELAND, d'avoir accepté d'examiner ce travail de thèse.

Un grand merci à Jean Pierre DAVID de m'avoir aidé à chaque étape de mon travail. Je remercie également les autres membres des laboratoires SRO et GMG. Je pense tout particulièrement à Magali LERIQUE, Jeanine LEROY, Carlos MINATCHY, Sonia FANELLI, Daniel Bodenes, Erwann RAYSSAC, Christophe CHEVALIER, Thierry DUBREUCQ, Marie-Laure Poiret, Françoise DUDOUYT, Sahar HEMMATI, Yasmina BOUSSAFIR et Van C. PAK. De formidables personnes avec qui j'ai pu partager une bonne ambiance de travail pendant ces trois ans de ma thèse.

Je n'oublie pas mes amis et collègues doctorants : Ouardia SEDDEKI, Margot DE BAECQUE, Rym BACCARA, Abdelhaak MAACHI, Abdul-Karim JAMAL-EDDINE, Ousseynou NDOYE, Quang Huy DANG, Youssef ABOUD. Merci pour tous les échanges qu'on a pu avoir au détour d'un couloir ou le temps d'une pause-café. Et puis parmi tous les doctorants que j'ai côtoyé, j'ai fait la connaissance de Zineb ABCHIR, Yaghkob IKEZOUHENE, Mamadou NGOM et Malik BELMOKHTAR des gens en or et des amis pour la vie que je tiens à remercier.

Je remercie toute ma famille et ma belle-famille de m'avoir soutenue et encouragé. Plus particulièrement, mon frère et mes sœurs qui sont mes complices de toujours, mes deux grands-mères qui ont toujours été des modèles pour moi et mon beau-frère qui a toujours su répondre présent pour moi.

A mon époux, j'adresse des remerciements et des excuses. Merci d'avoir cru en moi et de toujours me pousser vers l'avant. Et pardonne-moi ces longues journées passées au laboratoire et ces nuits à rédiger ce mémoire.

A mes parents, Idir et Malika, aucun mot ne peut décrire ma gratitude. Je vous dois tout et sans votre force, votre sacrifice et votre confiance en moi je n'aurais jamais réussi. Je vous aime.

Merci à tous !

## Résumé

Dans le cadre général de la préservation des ressources naturelles, cette thèse vise la valorisation des sols urbains excavés lors des opérations de terrassements. Compte tenu de leur forte hétérogénéité et de leur histoire perturbée, les sols urbains restent assez mal caractérisés du point de vue géotechnique et environnemental. De plus leurs spécificités ne permettent pas en général d'appliquer les guides réglementaires actuellement disponibles qui ont pour objet l'encadrement de la réutilisation de matériaux dans les domaines du génie civil.

La première partie du travail de thèse a consisté en une caractérisation géotechnique, chimique et minéralogiques de deux sols urbains excavés à plus d'un mètre de profondeur en région parisienne dans une zone industrielle (à Boulogne Billancourt) et dans une zone proche du périphérique parisien (à Ivry-sur-Seine). Cette étape a permis de mettre en évidence certaines caractéristiques communes : des classifications géotechniques proches (C1B5/C1A1 selon le GTR), une teneur remarquable en carbone organique, des quantités non négligeables (en contenu total) d'éléments trace métalliques et de sulfates, et enfin une composition complexe avec une composante naturelle et anthropique mise en évidence par un essai de tri importé du domaine des granulats. Cette dernière composante comprend des briques, du gypse (porteur principal du soufre et du strontium), des éléments à base de béton ainsi que des scories (magnétiques et non magnétiques), principales phases porteuses des phases métalliques et carbonées respectivement. A l'aide d'une approche en régression linéaire, la répartition des artefacts anthropiques a été évaluée dans les différents compartiments granulométriques du sol, ce qui permet d'appréhender les processus de dégradation naturels des sols urbains (fragmentation des phases accompagnée d'un transfert de polluants).

Selon la réglementation environnementale basée sur des essais de lixiviation, les polluants métalliques ne montrent pas une mobilité (lixiviation) critique. Néanmoins ces sols ne sont pas considérés comme des déchets inertes du fait de leur teneur élevée en contenu total en carbone organique et d'un relargage trop élevés en sulfates (principal polluant du sol), en fluorure et en antimoine.

Les performances mécaniques requises pour un usage routier après un traitement avec 5% de ciment ainsi que l'aptitude au traitement avec un traitement à 1% de chaux pour un usage en remblai ont été validées, et ce en dépit de la présence des polluants perturbateurs (notamment les sulfates). Les propriétés de perméabilité des sols urbains compactés (à l'OPN ou l'OPM) avec ou sans traitement ont permis d'étudier le transfert des polluants dans des conditions proches de celles in situ. Si le traitement à la chaux semble augmenter la perméabilité, le traitement au ciment semble fortement la diminuer sur certaines éprouvettes (absence d'écoulement sous 5 kPa de charge hydraulique). Les traitements pourraient également avoir un effet sur le relargage de certains polluants si on se base



sur les résultats de test de lixiviation à pH 12 avec tantôt un effet inhibiteur (pour Ba, Sb, Mo Ni voire As), tantôt un effet activateur (pour Cu ou V voire As). Enfin, un essai d'immersion sur monolithe qui met en avant la diffusion des polluants plutôt que leur percolation sous l'effet d'une charge hydraulique complète le panel des expériences pour observer le transfert des polluants.

# Sommaire

<b>Remerciements</b>	<b>5</b>
<b>Résumé</b>	<b>7</b>
<b>Introduction</b>	<b>23</b>
<b>1 Chapitre 1 : Bibliographie</b>	<b>25</b>
<b>1.1. Les sols urbains</b>	<b>25</b>
1.1.1 Définition	25
1.1.2 Classification pédologique internationale des sols urbains	25
1.1.3 Panorama des sols urbains en France	26
1.1.4 Caractéristiques et composition d'un sol urbain	27
<b>1.2. Utilisation des sols urbains dans le domaine routier</b>	<b>43</b>
1.2.1 Cadre réglementaire, technique et environnemental	43
1.2.2 Quelques pratiques internationales	52
<b>1.3. Effet des opérations de compactage et de traitement sur les sols</b>	<b>55</b>
1.3.1 Effet du compactage sur les sols urbains	55
1.3.2 Traitements des sols	57
1.3.3 Interactions entre les liants et les éléments perturbateurs	60
<b>1.4. Le transport des polluants dans les sols</b>	<b>64</b>
1.4.1 Description du milieu poreux	65
1.4.2 Les processus physiques intervenant dans le transport des polluants	66
1.4.3 Les processus chimiques qui contrôlent le transport	67
1.5 Synthèse et conclusions du chapitre 1	71
<b>2 Chapitre 2 : Matériel et méthodes</b>	<b>73</b>
<b>2.1. Origines des matériaux</b>	<b>74</b>
2.1.1 Le sol de Boulogne Billancourt ou SBB	74
2.1.2 Le sol d'Ivry ou SI	77
<b>2.2. Préparation des sols urbains testés</b>	<b>78</b>
<b>2.2.1. Séchage</b>	<b>78</b>
<b>2.2.2. Le criblage</b>	<b>79</b>
<b>2.2.3. L'homogénéisation</b>	<b>80</b>
<b>2.2.4. Conclusion sur la préparation des matériaux</b>	<b>81</b>
<b>2.3. Identification géotechnique des sols testés</b>	<b>81</b>
2.3.1 Teneur en eau	82

2.3.2	Granularité des matériaux _____	83
2.3.3	L'activité argileuse du sol _____	84
2.3.4	Teneur en matière organique _____	87
2.3.5	Masse volumique des particules solides _____	87
<b>2.4.</b>	<b>Caractérisation chimique et minéralogique _____</b>	<b>89</b>
2.4.1	Identification des composants du sol par un essai de tri _____	90
2.4.2	Analyses chimiques des matrices des sols urbains par fluorescence de rayons X _____	92
2.4.3	Analyses minéralogiques par diffraction de rayons X _____	94
2.4.4	Analyse chimique élémentaire en contenu total par ICP/OES _____	98
2.4.5	Analyse chimique élémentaire en contenu total : analyse complémentaire _____	100
<b>2.5.</b>	<b>Tests techniques pour valider une utilisation des sols urbains en techniques routières</b>	
	<b>101</b>	
2.5.1	Formulation des matériaux _____	102
2.5.2	Essai de compactage Proctor _____	103
2.5.3	Essai d'aptitude au traitement _____	104
2.5.4	Les essais mécaniques _____	107
<b>2.6.</b>	<b>Tests environnementaux pour valider une utilisation des sols urbains en techniques routières _____</b>	<b>109</b>
2.6.1	Les essais de lixiviation _____	109
2.6.2	Essai de percolation _____	111
2.6.3	Développement d'un nouvel essai : essai d'immersion _____	115
<b>2.7.</b>	<b>Conclusion du chapitre 2 _____</b>	<b>117</b>
<b>3</b>	<b>Chapitre 3 : Résultats de la caractérisation de deux sols urbains _____</b>	<b>119</b>
<b>3.1.</b>	<b>Identification géotechnique des sols testés et essai de tri _____</b>	<b>119</b>
3.1.1	Analyse granulométrique _____	119
3.1.2	L'activité argileuse du sol _____	121
3.1.3	Masse volumique des particules solides _____	122
3.1.4	Identification des composants du sol par un essai de tri (NF EN 933-11) _____	123
3.1.5	Teneur en matières volatiles assimilées à la matière organique des sols _____	125
3.1.6	Classes GTR associées aux sols testés _____	128
<b>3.2.</b>	<b>Caractérisation chimique des sols par fluorescence X et par ICP/OES _____</b>	<b>128</b>
<b>3.2.1.</b>	<b>Analyse chimique des matrices totales et des fractions granulaires des sols _____</b>	<b>129</b>
<b>3.2.2.</b>	<b>Analyse chimique des familles de composants du squelette granulaire _____</b>	<b>142</b>
<b>3.2.3.</b>	<b>Conclusions sur les analyses chimiques élémentaires par XRF et ICP/OES _____</b>	<b>153</b>
<b>3.3.</b>	<b>Méthode de quantification des familles d'artefacts dans les différentes fractions granulaires et la fraction totale des sols _____</b>	<b>154</b>

3.3.1	Méthodologie _____	155
3.3.2	Détermination des valeurs extrêmes dans les jeux de mesures _____	155
3.3.3	Résultats de la régression linéaire _____	157
3.3.4	Conclusions de l'approche par régression _____	162
<b>3.4.</b>	<b>Analyses minéralogiques par diffraction de rayons X : identification et quantification _____</b>	<b>163</b>
3.4.1	Analyse minéralogique des matrices totales _____	163
3.4.2	Minéralogie des fractions granulométriques _____	168
3.4.3	Minéralogie des composantes du sol issues du tri _____	170
3.4.4	Phases amorphes et matière organique dans les sols urbains _____	179
3.4.5	Conclusion de l'approche minéralogique _____	184
<b>3.5.</b>	<b>Conclusion sur la caractérisation chimique et minéralogique des sols testés _____</b>	<b>185</b>
<b>4</b>	<b>Chapitre 4 : Utilisation dans le domaine routier _____</b>	<b>187</b>
<b>4.1.</b>	<b>Les performances mécaniques des sols urbains _____</b>	<b>188</b>
4.1.1	Caractéristiques des sols traités au compactage _____	188
4.1.2	Essai d'aptitude au traitement _____	191
4.1.3	Détermination de la résistance en compression simple _____	193
4.1.4	Résistance au gel et performances escomptables à long terme : détermination de la résistance à la traction indirecte $R_{it}$ _____	194
4.1.5	Conclusions sur les performances mécaniques _____	195
<b>4.2.</b>	<b>Étude par lixiviation de l'impact environnemental des sols urbains pour une valorisation en techniques routières _____</b>	<b>196</b>
4.2.1.	Essai de lixiviation suivant la norme NF EN 12457-2 (2009) _____	196
4.2.2.	Essai de lixiviation en faisant varier les paramètres de l'expérimentation _____	211
4.2.3.	Conclusions des essais de lixiviation _____	218
<b>4.3.</b>	<b>Étude par percolation de l'impact environnemental des sols urbains pour une valorisation en techniques routières _____</b>	<b>222</b>
4.3.1.	Caractéristiques des sols compactés/ traités mis en percolation _____	223
4.3.2	Évolution du coefficient de perméabilité des éprouvettes testées _____	226
4.3.3	Évolution du pH et la conductivité hydraulique des percolats des deux sols testés _____	232
4.3.4	Relargage en éléments chimiques au cours des percolations _____	238
4.3.5	Comparaison entre lixiviation et percolation sur le sol de Boulogne _____	249
4.3.6	Conclusions sur les essais de percolation _____	251
<b>4.4.</b>	<b>Essai d'immersion _____</b>	<b>253</b>
	<b>Conclusion générale _____</b>	<b>261</b>
	<b>Références bibliographiques _____</b>	<b>270</b>



## Liste des figures

Figure 1 : Carte des zones urbaines en France (Insee 2011).....	26
Figure 2 :Extrait de la carte de la répartition des classes de sols urbains en Europe ( <a href="http://eu soils.jrc.ec.europa.eu/awareness/Methods.html">http://eu soils.jrc.ec.europa.eu/awareness/Methods.html</a> ) .....	26
Figure 3: Synthèse de quelques valeurs de pH d'artefacts extraits d'un sol urbain en Allemagne (Hiller et Meuser, 1998) .....	28
Figure 4: Observation sous le microscope électronique à balayage montrant la composition d'un laitier (Vegas, et al., 2008).....	31
Figure 5: Représentation de l'ion sulfate.....	32
Figure 6: Diagramme de Pourbaix.....	33
Figure 7: les principaux bassins producteurs de gypse en France (d'après <i>Économie et Géographie</i> , n°217, septembre 1989).....	34
Figure 8: Diagramme des équilibres chimiques.....	36
Figure 9: Voie de réduction anabolique des sulfates en sulfites .....	37
Figure 10: Différentes formes et localisations des éléments traces dans les sols (Baize, 1997).....	39
Figure 11: Quantité de déchets produits en millions de tonnes et estimation de la valorisation matière, issues de l'actualisation 2010 de l'enquête déchets de construction 2008 (MDDTL/SOeS) ( <a href="http://www.statistiques.developpement-durable.gouv.fr/fileadmin/documents/Produits_editoriaux/Publications/Reperes/2013/reperes-cycle-matieres-septembre-2013.pdf">http://www.statistiques.developpement-durable.gouv.fr/fileadmin/documents/Produits_editoriaux/Publications/Reperes/2013/reperes-cycle-matieres-septembre-2013.pdf</a> ) .....	43
Figure 12: Synthèse de la démarche de traçabilité des terres excavées en région Flandre (Heurckmans, 2009) .....	53
Figure 13: Modification de la granularité des matériaux après compactage (Arulrajah et al., 2013). .....	56
Figure 14: Modification des caractéristiques de compactage d'un sol argileux en fonction de la teneur en chaux d'après Osula (1996).....	59
Figure 15: Schéma des réactions conduisant aux minéraux sulfatés expansifs d'après Le Roux et al. (2000) .....	62
Figure 16: Structure de l'ettringite (Le Roux et al., 2000 ; Moore et al., 1970).....	63
Figure 17: Synthèse des études traitant la perturbation des prises cimentaires par les composés soufrés (Le Borgne, 2010 ; Puppala et al., 2011).....	64
Figure 18: Illustration des phénomènes d'advection, dispersion et réaction avec le milieu qui se produisent lors du transport réactif d'un soluté (Carrayrou, 2004) .....	65
Figure 19: Différents types de porosité : (a) porosité d'interstices, (b) porosité de fissure.....	66
Figure 20: Mécanismes de dispersion mécanique (Blondel, 2000).....	67
Figure 21: Processus d'adsorption sur une montmorillonite (Ineris, 2006) (a) Formation d'une liaison covalente. (b) Échange d'ions ETM en solution. ....	69
Figure 22: Tendance à l'hydrolyse des ETM considérés .....	70
Figure 23: La démarche expérimentale développée au cours de l'étude.....	73

Figure 24: Photo aérienne du chantier d'excavation des terres de l'étude (Razel-Bec).....	74
Figure 25: Carte géologique de la région de Boulogne-Billancourt ( <a href="http://infoterre.brgm.fr">http://infoterre.brgm.fr</a> ).....	75
Figure 26: Photo aérienne montrant la superficie occupée par les usines Renault ( <a href="http://www.enlargeyourparis.fr/iles-de-france/">http://www.enlargeyourparis.fr/iles-de-france/</a> ).....	76
Figure 27: Carte de la région de Boulogne recensant l'activité industrielle et les sites et sols pollués.....	76
Figure 28: Situation géographique du site d'excavation du deuxième matériau.....	77
Figure 29: Situation géologique du site producteur du matériau Ivry ( <a href="http://infoterre.brgm.fr">http://infoterre.brgm.fr</a> ).....	78
Figure 30: Séchage des matériaux étudiés.....	79
Figure 31: Photo du matériel de criblage.....	79
Figure 32: Organisation de l'opération de criblage du matériau d'étude.....	80
Figure 33 : Les fractions granulaires issues du criblage du matériau.....	80
Figure 34: Concasseur à mâchoires.....	80
Figure 35: Les étapes d'homogénéisation des matériaux.....	81
Figure 36: Démarche d'identification des matériaux.....	82
Figure 37: Matériel de l'essai de sédimentométrie.....	84
Figure 38: Cône de pénétration pour la mesure de la limite de liquidité ( $w_L$ ).....	85
Figure 39: Le dispositif expérimental de l'essai au bleu de méthylène.....	86
Figure 40: les seuils de sensibilité à l'eau du sol suivant l'essai de Valeur au bleu de méthylène.....	86
Figure 41: Échantillon de sol après calcination à 550 °C.....	87
Figure 42: Dispositif de mesure de la masse volumique des particules solides.....	88
Figure 43: Pycnomètre à eau pour la mesure de la masse volumique des particules de 2/20 mm.....	89
Figure 44: Plan d'échantillonnage pour les essais d'identification chimique et minéralogique (SqG : squelette granulaire, Ms : matière sèche) ainsi que pour les essais de lixiviation.....	90
Figure 45: Synthèse de la démarche expérimentale de l'essai de tri.....	91
Figure 46: Schéma qui illustre le principe de la fluorescence de rayons X.....	92
Figure 47: Exemple de poudres analysées par XRF.....	93
Figure 48: Spectromètre de fluorescence X de type Tornado M4.....	93
Figure 49: Exemple de spectre de fluorescence X.....	94
Figure 50: Principe de la diffraction des rayons X par un réseau cristallin.....	95
Figure 51: Exemple de spectre de diffraction de rayons X obtenus sur les sols SBB en rouge et SI en noir (fraction totale) avec en abscisse l'angle $2\theta$ et en ordonnée l'intensité des rayons X diffractés.....	96
Figure 52 : Diffractomètre de rayons X D8 Advance de l'IFSTTAR.....	96
Figure 53 : Principe et instrumentation pour la spectroscopie ICP/OES, pic sur le spectre d'émission optique du cadmium dont un pic de transition se positionne à une longueur d'onde de 324,75 nm et courbe de calibration pour le cadmium liant l'aire des pics d'émission mesurée sur des solutions de différentes concentrations en Cd.....	100
Figure 54 : Principe de la mesure du C tot et S tot.....	100
Figure 55 : Principe de la mesure de carbone organique total ( <a href="https://www.shimadzu.fr/principes-de-mesure-de-la-methode-par-combustion-catalytique-680%C2%B0c">https://www.shimadzu.fr/principes-de-mesure-de-la-methode-par-combustion-catalytique-680%C2%B0c</a> ).....	101
Figure 56: Valorisation en techniques routières des matériaux étudiés suivant le GTR.....	102
Figure 57: Les étapes d'un essai de compactage Proctor.....	104
Figure 58: Schéma de la procédure de compactage (Lemaire, 2012).....	105
Figure 59: Éprouvettes destinées à la mesure de la résistance à la compression diamétrale.....	105

Figure 60: Éprouvettes destinées à la mesure du gonflement volumique (GV).....	106
Figure 61: Photo d'une enceinte climatique.....	106
Figure 62: Bain thermostaté à 40°C avec les éprouvettes immergées et destinées à la mesure de gonflement.....	107
Figure 63: Dispositif expérimental permettant la détermination de la résistance à la compression simple (éprouvette, capteurs de déplacement et presse de compactage).....	108
Figure 64: Dispositif expérimental de l'essai de détermination de la résistance à la traction indirecte (éprouvette, capteurs de déplacement et presse de compactage).....	109
Figure 65: Dispositif expérimental de l'essai de percolation.....	111
Figure 66: Mise en cellule des éprouvettes pour l'essai de percolation.....	112
Figure 67: Les étapes lors de l'essai de percolation.....	115
Figure 68 : Éprouvettes testées au cours de l'essai d'immersion.....	116
Figure 69: Le dispositif expérimental de l'essai d'immersion.....	117
Figure 70: Courbe granulométrique pour le sol de Boulogne-Billancourt avec $D_{max} = 20 \text{ mm}$ .....	120
Figure 71: Courbe granulométrique globale pour le sol d'Ivry avec $D_{max} = 20 \text{ mm}$ .....	120
Figure 72: Comparaison des courbes granulométriques globales des deux sols analysés.....	120
Figure 73: Composantes du squelette granulaire des sols étudiés.....	124
Figure 74: Les classes GTR des sols étudiés.....	128
Figure 75: Spectres moyens de la fraction totale et des 3 fractions granulométriques du sol SB.....	131
Figure 76: Spectres moyens de la fraction totale et des 3 fractions granulométriques du sol SI.....	131
Figure 77: Illustration des analyses chimiques sur le sol SB (à gauche) et SI (à droite) en mg/kg.....	133
Figure 78 : Spectres moyens des familles d'artefacts, sol SB.....	144
Figure 79: Spectres moyens des familles d'artefacts, sol SI.....	144
Figure 80: Répartition des éléments majeurs dans les composantes issues de l'essai de tri sur les deux sols analysés.....	147
Figure 81: Répartition des éléments intermédiaires dans les composants issus de l'essai de tri.....	149
Figure 82: Répartition des éléments traces dans les composants issus de l'essai de tri.....	149
Figure 83: Rapports entre les mesures de la fraction totale des sols (Meas.WM) et de la combinaison linéaire des mesures de chaque fraction granulométrique pondérées par l'analyse granulométrique (Meas.sieveRec). En bleu SB, en marron SI.....	156
Figure 84 : Diffractogrammes des deux sols urbains testés : SBB ou sol Boulogne Billancourt en rouge et SI Ivry en noir. Diffractogramme après soustraction de la ligne de base et une normalisation à partir du pic du quartz: les deux diffractogrammes ont vu leur intensité multipliée arbitrairement par un facteur tel que le pic majeur du quartz à $d = 3,34 \text{ \AA}$ (vers $31^\circ 2 \text{ thétas}$ ) sur les deux diffractogrammes, atteignent la même hauteur. Dans ces conditions, nous pouvons comparer en relatif les autres hauteurs de pics.....	164
Figure 85 : Diffractogrammes du sol urbain SBB (fraction totale broyée à $80 \mu\text{m}$ ) avec correction de la ligne de base et identification des phases à l'aide de la base de données ICPdf2 dans le logiciel EVA. L'axe des abscisses se poursuit sur deux lignes avec cependant des échelles d'intensités différentes pour mieux visualiser des phases mineures.....	165
Figure 86 : Composition minéralogique des deux sols (calcul TOPAS –V2).....	168
Figure 87 : Composition minéralogique des fractions granulométriques de SBB (calcul TOPAS –V2).....	169
Figure 88 : Composition minéralogique des fractions granulométriques de SI (calcul TOPAS –V2).....	169
Figure 89 : Composition minéralogique des composantes des sols SI et SBB issues de l'essai de tri (calcul TOPAS).....	172
Figure 90 : Composition minéralogique par grandes familles des composantes des sols SI et SBB issues de l'essai de tri (calcul TOPAS).....	172



Figure 91 : Diffractogrammes sur les scories des deux sols urbains testés : SI SF en bleu foncé, SI SNF en bleu clair, SBB SF en rouge et SBB SNF en orange. ....	175
Figure 92 : Observations au microscope électronique à balayage des scories broyées <40 µm ou <80 µm avec un même grandissement (x 2400). Les images en mode électrons rétrodiffusés sont sensibles au contraste chimique : les zones claires sont constituées d'éléments lourds (Fe, Ni...) et les zones sombres d'éléments légers comme C. ....	176
Figure 93 : Schéma des différentes méthodes de synthèse et de transformation des oxy-hydroxydes de fer entre eux (Schwertmann, 1991 cité par Duc, 2002). Les cadres en pointillés indiquent les espèces en solution aqueuse et les numéros font références aux principales voies de synthèse de la goethite et de l'hématite.....	178
Figure 94 : Courbe thermogravimétrique (en rouge) ATD en bleu et DTG en vert sur la fraction < 80 µm de SBB (a) et de SI (b). Les zones hachurées en bleu correspondent à l'émission d'H <sub>2</sub> O et les pics en noir à l'émission de CO <sub>2</sub> . ....	183
Figure 95: Caractéristiques du sol de Boulogne SBB traité et non traité au compactage Proctor.....	190
Figure 96: Caractéristiques du sol Ivry SI traité et non traité au compactage Proctor.....	190
Figure 97: Les zones mécaniques des deux sols testés, en bleu le sol de Boulogne à 28j et en vert le sol d'Ivry à 28 j puis son évolution à 90 j. ....	195
Figure 98 : Mobilité en lixiviation des sulfates dans les fractions granulométriques .....	202
Figure 99 : Concentrations des éluats issus de l'essai de lixiviation de la fraction totale et des fractions granulométriques dans les sols SBB et SI et calcul des rapports éluats/CT.....	205
Figure 100: Composition des éluats issus de l'essai de lixiviation des composantes du squelette granulaire dans le sol SI.....	209
Figure 101: Composition des éluats issus de l'essai de lixiviation des composantes du squelette granulaire dans le sol SB.....	210
Figure 102: Évolution de la conductivité électrique en fonction du temps de contact sol/eau au cours de l'essai de lixiviation.....	214
Figure 103: Observation au MEB des scories magnétiques de SI en contraste chimique (plus les particules sont claires, plus elles contiennent d'éléments lourds). ....	221
Figure 104: Exemple de spectres de micro-fluorescence X couplée au MEB sur des particules micrométriques observées au niveau des scories magnétiques de SI (Figure 103).....	222
Figure 105: Caractéristiques du sol de Boulogne au compactage.....	224
Figure 106: Évolution de la perméabilité intrinsèque K calculée en fonction de l'énergie de compactage (sol SB). ....	225
Figure 107: Profil de densité apparente en fonction de la longueur de l'éprouvette mesuré au banc gamma.....	226
Figure 108: Évaluation de la perméabilité du sol de Boulogne compacté à l'OPN .....	227
Figure 109: Évaluation de la perméabilité du sol de Boulogne compacté à l'OPM .....	227
Figure 110: Évolution de la perméabilité du sol de Boulogne traité à la chaux et compacté à l'OPN .....	229
Figure 111: Évolution de la perméabilité du sol de Boulogne traité au ciment et compacté à l'OPN .....	230
Figure 112: Évolution du coefficient de perméabilité du sol I compacté à l'OPN et non traité en fonction du volume poral traversé (en encart : sol SB non traité compacté à l'OPN).....	232
Figure 113: Évolution des paramètres physico-chimiques du sol compacté à l'OPN en fonction du volume poral traversé.....	233
Figure 114: Évolution de la conductivité et du pH des percolats issus du sol B compacté à l'OPM en fonction du volume poral traversé.....	233
Figure 115: Évolution des paramètres physico-chimiques du sol B traité à la chaux en fonction du volume poral traversé.....	235

<i>Figure 116: Evolution de la conductivité et du pH du sol B traité au ciment en fonction du volume poral traversé....</i>	237
<i>Figure 117: Évolution des paramètres physico-chimiques du sol Ivry non traité et compacté à l'OPN en fonction du volume poral traversé (comparaison avec le sol SB) .....</i>	238
<i>Figure 118: Évolution de la concentration en sulfates, en strontium et en calcium dans les percolats en fonction du nombre du volume poral traversé pour SB OPN non traité.....</i>	239
<i>Figure 119: Teneurs en sulfates en Ca et en Sr (mg/L), mesurées sur les percolats de 4 éprouvettes du sol de Boulogne traitées à 1% de chaux et compacté à l'OPN.....</i>	245
<i>Figure 120: Évolution de la conductivité et des teneurs en sulfates mesurées sur les percolats d'une éprouvette du sol de Boulogne traité à 5% de ciment et compacté à l'OPN.....</i>	247
<i>Figure 121: Teneurs en sulfates (mg/L) mesurées sur les percolats d'éprouvettes du sol d'Ivry non traité et compacté à l'OPN. Comparaison avec le sol de Boulogne compacté à l'OPN .....</i>	248
<i>Figure 122: Concentration en éléments chimiques relargués dans les percolats en fonction du volume percolé (exemple des sulfates) .....</i>	250
<i>Figure 123: Quantités cumulées de sulfates relarguées dans l'éprouvette 3 de sol de Boulogne non traité et compacté à l'OPN.....</i>	250
<i>Figure 124: Cinétique de relargage des sulfates par diffusion dans l'essai d'immersion, sols (SB et SI) compactés et non traités.....</i>	257
<i>Figure 125 : Analyses thermiques de la pyrite (pleine échelle et zoom sur SO3 et SO2). En rouge perte de masse, en vert dérivée de la courbe rouge et en bleu analyse thermique différentielle (les pics vers le bas sont reliés à des réactions endothermiques et les pics vers le haut à des réactions exothermiques) .....</i>	280
<i>Figure 126 : Analyses thermiques du gypse naturel (pleine échelle et zoom sur SO3 et SO2). En rouge perte de masse, en vert dérivée de la courbe rouge et en bleu analyse thermique différentielle (les pics vers le bas sont reliés à des réactions endothermiques et les pics vers le haut à des réactions exothermiques) .....</i>	280
<i>Figure 127 : Analyse thermique de l'échantillon de sol SI f &lt; 80 µm.....</i>	281
<i>Figure 128 : Analyse thermique de l'échantillon de sol SBB f &lt; 80 µm .....</i>	281



## Liste des tableaux

Tableau 1: Synthèse bibliographique de la composition de certains types de laitiers .....	31
Tableau 2: Origine des pollutions dues au trafic routier et aux chaussées (Craul, 1992) .....	32
Tableau 3: Les principaux constituants du squelette granulaire d'un sol urbain (Wessolek, et al., 2011).....	32
Tableau 4: Synthèse des éléments traces dans les sols naturels/sols urbains et leurs caractéristiques chimiques et physico-chimiques.....	40
Tableau 5: Synthèse bibliographique des études réalisées sur les matériaux alternatifs .....	47
Tableau 6: Les guides techniques régionaux (liste consultable : <a href="http://www.centre-est.cerema.fr/guides-locaux-r362.html">http://www.centre-est.cerema.fr/guides-locaux-r362.html</a> ) .....	49
Tableau 7: Composition du clinker (Lemaire, 2012).....	59
Tableau 8: Résultats de l'essai de tri .....	90
Tableau 9: Détail de la famille X.....	91
Tableau 10 : Paramètres d'analyse du diffractomètre à rayons X D8 Advance.....	98
Tableau 11: Propriétés des compactages à différentes énergies .....	113
Tableau 12 : Temps de renouvellement du lixiviant (Extrait de la norme CEN/TS 16637-2) .....	117
Tableau 13 : Valeurs des limites d'Atterberg des deux matériaux étudiés .....	122
Tableau 14 : Résultats des mesures de la valeur de bleu de méthylène du sol .....	122
Tableau 15 : Masse volumique des particules pour les deux sols (en g/cm <sup>3</sup> ) .....	122
Tableau 16: Résultats de l'essai de tri .....	123
Tableau 17: Détail de la famille des X .....	124
Tableau 18: Masse volumique des particules solides (g/cm <sup>3</sup> ) avant et après broyage .....	124
Tableau 19: Teneurs en matière organique (ou matières volatiles) mesurées par la norme XP P94-047 (1998) : première et seconde série de mesures sur la fraction totale et les fractions granulométriques .....	126
Tableau 20 : Teneurs en matière organique (ou matières volatiles) mesurées par la norme XP P94-047 (1998) sur les composantes des sols issues de l'essai de tri .....	126
Tableau 21 : Analyses chimiques sur le sol SB et SI– unité mg/kg de matière sèche .....	132
Tableau 22 : Analyses chimiques sur le sol SB par ICP OES- Éléments Majeurs - unité % (pondéré) .....	134
Tableau 23 : Analyses chimiques sur le sol SI par ICP OES– Éléments Majeurs - unité % (pondéré).....	134
Tableau 24 : Analyses chimiques sur les artefacts du sol SB – unité mg/kg de matière sèche .....	145
Tableau 25 : Analyses chimiques sur les artefacts du sol SI – unité mg/kg de matière sèche .....	146
Tableau 26 : Calcul des rapports familleX / famille X1 .....	153
Tableau 27 : Résultats de la régression linéaire sans contraintes et avec contraintes. Les valeurs contraintes sont dans des cases grisées. TOT = □ %: sensibilité de l'approche. Exact.. C.I. : conditions initiales.....	158
Tableau 28 : Identification des phases dans les fractions granulométriques du sol SBB. Quantification (en %) à l'aide de la méthode Rietveld (TOPAS). Le facteur Rwp permet de juger de la qualité du fit : il doit être le plus faible et < 10 pour retenir le fit. V1 et V2 sont les résultats obtenus en fittant de 2 manières les diffractogrammes. nd : non déterminé. ....	167

Tableau 29 : Identification des phases présentes dans les fractions granulométriques du sol SI. Quantification (en %) à l'aide de la méthode Rietveld (TOPAS).....	167
Tableau 30 : Identification des phases présentes dans les composantes issues du tri du sol de Boulogne Billancourt (SBB) et d'Ivry (SI). Quantification (en %) à l'aide de la méthode Rietveld (TOPAS) .....	171
Tableau 31 : Dosage du carbone à l'analyseur de carbone/soufre (ACS), des amorphes en DRX, de la matière volatile MV et calcul pour mesurer la matière organique des sols. ....	180
Tableau 32: Indice portant immédiat ( $I_{PI}$ ) minimal à obtenir à la mise en œuvre (GTR).....	191
Tableau 33 : Indice portant immédiat ( $I_{PI}$ ) mesuré sur les sols Boulogne et Ivry traité (à la chaux et au ciment) et non traité .....	191
Tableau 34 : Résistance à la compression diamétrale mesurée lors de l'essai d'aptitude au traitement avec 5% de ciment. ....	192
Tableau 35 : Valeurs du gonflement volumique de l'essai d'aptitude au traitement.....	193
Tableau 36: Résistance à la compression des matériaux testés à différents temps de cure.....	193
Tableau 37: Résistance à l'immersion au jeune âge.....	194
Tableau 38: Résistance à la traction indirecte à 28 jours sur les deux matériaux testés .....	194
Tableau 39: Synthèse des performances mécaniques des deux sols testés traités (à la chaux et au ciment).....	196
Tableau 40 : Composition chimique élémentaire des éluats après lixiviation des deux sols testés (n.m. non mesuré, VL : valeur limite ; ISDI : installation de stockage de déchets inertes ; ISDND : installation de stockage de déchets non dangereux). Valeur moyenne sur 9 tests de lixiviation avec calcul des écarts type $\sigma$ et des coefficients de variation C.V. ....	198
Tableau 41 : Mobilité des polluants : rapport des concentrations dans les éluats après lixiviation sur les contenus totaux des deux sols testés (éléments classés par ordre de concentration croissante dans la matrice globale du sol), *S <sub>(SO4)</sub> /S <sub>tot</sub> , NC non calculable car C <sub>eluat</sub> < LQ, LQ : limite de détection de l'appareil.....	200
Tableau 42 : Composition chimique des éluats issus de la lixiviation des fractions granulométriques du sol de Boulogne .....	203
Tableau 43 : Composition chimique des éluats issus de la lixiviation des fractions granulométriques du sol d'Ivry....	204
Tableau 44 : Composition chimique des éluats issus de la lixiviation des composantes issues du tri du sol de Boulogne .....	207
Tableau 45 : Composition chimique des éluats issus de la lixiviation des composantes issues du tri du sol d'Ivry .....	208
Tableau 46 : Concentration en sulfate des lixiviats des composantes (artéfacts) dans les sols SB et SI. * valeurs aberrantes au-dessus de 100% et illustration sous forme d'histogramme. ....	210
Tableau 47: pH et conductivité des lixiviats récupérés après modification des conditions expérimentales de l'essai de lixiviation (M : moyenne et $\sigma$ : écart-type).....	211
Tableau 48 : Concentration en mg/kg de sulfates dans les lixiviats (CV: coefficient de variation) .....	211
Tableau 49: Concentration des lixiviats en éléments majeurs et mineurs (en mg/kg) obtenus en modifiant les conditions expérimentales de l'essai de lixiviation normé pour le sol SB. ....	212
Tableau 50: Concentration des lixiviats en éléments majeurs et mineurs (en mg/kg) obtenus en modifiant les conditions expérimentales de l'essai de lixiviation normé pour le sol SI. ....	213
Tableau 51: Rapports éluats/CT de la fraction totale des sols SB et SI dans différentes conditions expérimentales.....	217
Tableau 52: Caractéristiques des sols au compactage et indices des vides calculés pour les éprouvettes testées en percolation.....	225
Tableau 53: Composition chimique des percolats du sol SBB non traité et compacté à l'OPN (mg/L). ....	240

<i>Tableau 54: Composition chimique des percolats du sol SBB non traité et compacté à l'OPM (mg/L).....</i>	<i>242</i>
<i>Tableau 55: Composition chimique des percolats du sol SBB traité à 1% de chaux et compacté à l'OPN (mg/L).....</i>	<i>246</i>
<i>Tableau 56: Teneurs en SO<sub>4</sub> des percolats d'une éprouvette du sol SB traité à 5% de ciment et compacté à l'OPN comparées aux mesures sur une éprouvette non traitée et traitée à la chaux.....</i>	<i>247</i>
<i>Tableau 57:Teneurs en sulfates (mg/L) mesurées sur les percolats de 4 éprouvettes du sol Ivry non traité et compacté à l'OPN.....</i>	<i>248</i>
<i>Tableau 58: Comparaison des pH et conductivités des solutions récupérées au cours des essais de lixiviation et des essais de percolation sur les matrices totales des deux sols. ....</i>	<i>249</i>
<i>Tableau 59: Concentration en sulfates des éluats du sol de Boulogne des lixiviations et des percolations. ....</i>	<i>251</i>
<i>Tableau 60: Résultats des analyses chimiques (sulfates, pH et conductivité) des éluats des essais d'immersion sur les sols non traités compactés à l'OPN et traités (à la chaux et au ciment). Ld : limite de détection.....</i>	<i>256</i>
<i>Tableau 61: Comparaison entre les teneurs en sulfates (mg/Kg), pH et conductivités (μS/cm) des solutions récupérées par des essais de lixiviations et des essais de percolation sur les matrices totales des deux sols. ....</i>	<i>259</i>
<i>Tableau 62 : Décomposition thermique de la pyrite et du gypse naturel avec suivi des gaz émis (selon leur poids moléculaire) en relation avec les Figures 79 à 81.....</i>	<i>279</i>



## Introduction

Dans une perspective de protection de l'environnement, les lois Grenelle 1 et 2 orientent les producteurs de déchets vers une valorisation de ces derniers plutôt que vers un stockage. Le code de l'environnement a établi une pyramide pour la hiérarchisation de l'utilisation des déchets qui favorise la réutilisation plutôt qu'un stockage ou une élimination. Cette solution est à la fois une alternative et une nécessité pour la plupart des pays industrialisés, tant d'un point de vue économique qu'environnemental. Cela provient d'une part d'une diminution des ressources non renouvelables en granulats naturels et d'autre part du coût élevé de la mise en décharge de ces déchets (*Arulrajah et al., 2013*).

Plusieurs matériaux alternatifs aux granulats naturels ont fait l'objet de vérifications scientifiques et techniques, le but étant de les valoriser dans différents secteurs d'activités. Dans le domaine routier, les usages concernés sont les utilisations en sous-couche de chaussée, dans les accotements revêtus ou encore pour un usage en remblai. Ces matériaux comprennent les produits du BTP (de construction et de démolition) comme les briques, les bétons et tout élément à base de béton, le plâtre, la céramique. La valorisation s'est étendue à d'autres déchets comme les sous-produits de la métallurgie, des produits d'incinération, des excédents de carrières.... Cependant, dans ces études, les auteurs se sont intéressés à un seul type de déchet (utilisé de manière isolée) et non à un mélange de produits incorporés à du matériau naturel comme c'est le cas dans les sols urbains. De plus, les aspects environnementaux et géotechniques sont généralement traités de manière séparée.

Dans notre étude, nous nous intéressons à la valorisation d'un matériau de type sol urbain. Ces matériaux peuvent présenter plusieurs types de pollutions : les déchets de démolitions/construction du BTP, les boues issues des stations d'épurations, des sous-produits de fonderies (laitier) ou encore des polluants issus des activités industrielles et des voiries... La définition des sols urbains est par conséquent assez complexe et leurs caractéristiques variées. En effet, les divers remaniements en zone urbaine liés à l'aménagement des terrains engendrent une hétérogénéité des sols en surface et en profondeur. Cette hétérogénéité rend la caractérisation des sols urbains extrêmement difficile. Leur valorisation en France dans les techniques routières nécessite le respect d'un certain nombre de critères géotechniques et environnementaux.

L'objet de la présente étude, menée entre deux laboratoires SRO (Sol, Roches et Ouvrages géotechniques) et GMG (Géomatériaux et modèles géotechniques) au sein de l'IFSTTAR (Institut Français des Sciences et Technologies des Transports, de l'Aménagement et des Réseaux), avec le soutien de la FNTP, est d'étudier la possibilité de réutilisation des sols urbains dans le domaine routier. Pour ce faire deux sols de la proche banlieue parisienne ont été prélevés à des profondeurs supérieures à 1 mètre. D'un point de vue géologique ces matériaux correspondent à des remblais de



bord de Seine et sont constitués de produits d'érosion de la Seine et de dépôts anthropiques comme des déblais de carrières, des matériaux de démolition... apportés pour surélever les berges du fleuve. Ces sols ont été caractérisés d'un point de vue géotechnique et environnemental et leurs performances mécaniques ont été recherchées pour une valorisation en couche de forme et en remblai.

La première partie de l'étude est consacrée à la synthèse des connaissances sur ce type de matériau. Après une revue des principaux constituants des sols urbains et des polluants présents dans ces matériaux, les conditions de leur utilisation dans le domaine routier sont abordées, en particulier, l'impact des pollutions sur la technique de traitement de sols. Enfin, les processus contrôlant leur transfert dans les sols sont présentés.

La deuxième partie décrit le déroulement de l'étude en exposant la méthodologie appliquée et les matériels utilisés pour les différents essais réalisés.

Dans la troisième partie, les résultats des essais de caractérisation des paramètres physiques, chimiques et minéralogiques sont présentés. Les résultats des essais géotechniques sont cohérents avec l'origine géologique et historique des deux matériaux. Un essai de tri appliqué sur une fraction grossière montre également l'importance de la présence des artefacts anthropiques. Cette importance est confirmée avec les mesures en micro-fluorescence X et chimiques. Ces mesures permettent également de quantifier les artefacts dans l'ensemble des matériaux et d'obtenir des informations quant à leur répartition dans les différentes fractions granulométriques. En parallèle, l'utilisation de la diffraction des rayons X a apporté des informations sur la nature minéralogique des deux matrices afin d'anticiper la spéciation des polluants dans les différentes phases présentes.

La quatrième partie est divisée en deux. Tout d'abord, les possibilités d'utilisation des matériaux en couche de forme et en remblai sont traitées d'un point de vue mécanique. La suite est consacrée à l'analyse environnementale. Pour commencer, un essai de lixiviation a permis de déterminer les polluants facilement mobilisables en mettant en contact du sol foisonné avec de l'eau déminéralisée. Néanmoins, cet essai ne permet pas d'étudier l'influence des conditions de mise en œuvre des matériaux puisque les sols sont compactés et/ou traités. C'est pourquoi, dans un second temps, des essais de percolation ont été effectués en mettant en circulation de l'eau sous pression dans des éprouvettes de sol préparées conformément aux objectifs mécaniques pour les deux matériaux étudiés. Des suivis ont été fait. Malheureusement, compte tenu des performances hydrauliques des matériaux, il est apparu que cet essai était difficilement réalisable, surtout en termes de durée. Un dernier essai, inspiré des essais d'immersion sur monolithe, a alors été proposé. D'un point de vue conceptuel, il s'agit d'un essai structurel au sens où les sollicitations hydriques induites sur les matériaux sont semblables à celles qu'ils subiraient dans un ouvrage soumis à une sollicitation extrême.

# 1 Chapitre 1 : Bibliographie

## 1.1. Les sols urbains

### 1.1.1 Définition

L'une des premières définitions d'un sol urbain a été proposée par *Bockheim (1974)*. Il le décrit comme le matériau d'une couche de surface non agricole, de plus de 50 cm d'épaisseur, qui a été produite par le mélange, le remplissage, ou par la contamination de la surface de la terre dans les zones urbaines et les zones suburbaines. *Craul (1985)* ajoute à cette définition que le sol urbain est le produit du processus d'urbanisation et ne peut être dissocié des limites géographiques du processus. Il rajoute que l'urbanisation contribue à des modifications et des contaminations uniques de ces sols. Ces modifications sont constituées notamment par la création de terres artificielles qui se caractérisent par un pourcentage élevé de matériaux anthropiques comme les déchets de construction et de démolition, le bois, le papier, le verre, plastique, métal, asphalte et les déchets organiques. Ces matériaux se mélangent dans le profil du sol et affectent ses propriétés biologiques physiques et chimiques. Leur décomposition dans le sol et les apports atmosphériques potentiels engendrent des contaminations dans ces matrices.

Les sols urbains sont donc des sols issus de zones urbaines ou suburbaines. Ils sont constitués de matériaux naturels (minéral et organique) et technogéniques. Ils sont formés et modifiés par découpage, remplissage, mélange, intrusion de gaz et de liquide et par des contaminations (*Burghardt, 1994; Stroganov, et al., 1998 ; Meuser, 2010*).

### 1.1.2 Classification pédologique internationale des sols urbains

Dans la suite, on définit comme « artefact » tout matériau liquide ou solide qui a subi une transformation technico-industrielle, comme les briques, les déchets de démolition, les cendres, les boues de stations d'épuration (*Lehmann, 2006*). Suivant la quantité d'artefacts qu'ils contiennent, les sols urbains peuvent être classés en deux groupes dans la base de références mondiales pour les ressources en sol :

- les sols urbains qui contiennent moins de 20% d'artefacts,
- les sols urbains qui contiennent plus de 20% d'artefacts, que l'on retrouve dans le groupe des sols « techniques ». Ce groupe comprend notamment les « technosols ». Un technosol est défini dans la WRB (World Reference Base For Soils ressources 2014) comme étant un sol technique avec un pourcentage en artefacts de plus de 50%.

### 1.1.3 Panorama des sols urbains en France

Les sols urbains étant par essence dépendants du processus d'urbanisation (Craul, 1985), la répartition géographique des zones urbaines en France métropolitaine permettent d'avoir une idée globale de leur répartition (Figure 1).

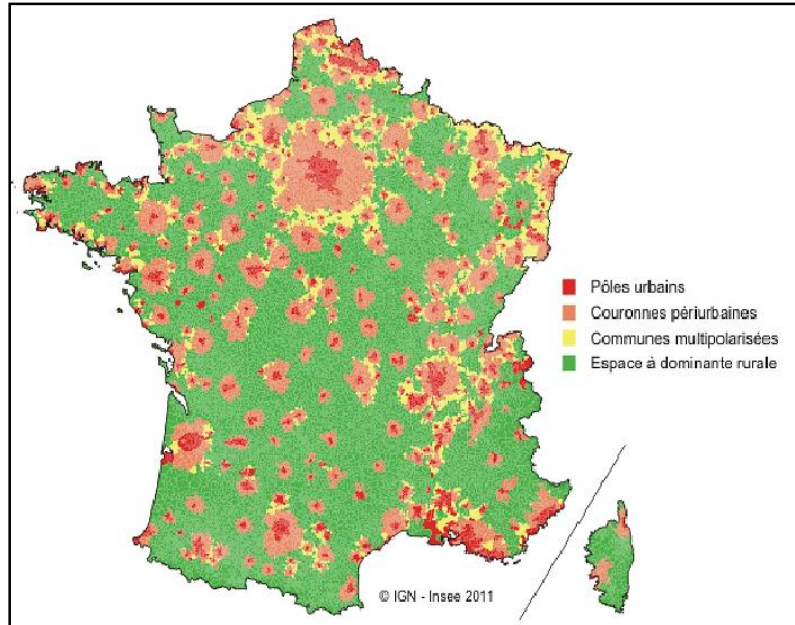


Figure 1. Carte des zones urbaines en France (Insee, 2011)

La commission européenne sur les sols propose une carte de la répartition des classes de sols urbains en Europe. Elle les a classés suivant la WRB et a établi une carte dont la Figure 2 est extraite. Les sols Parisiens sont classés comme des technosols (indiqués en noir sur la Figure 2).



Figure 2. Extrait de la carte de la répartition des classes de sols urbains en Europe (<http://eusols.jrc.ec.europa.eu/awareness/Methods.html>).

### 1.1.4 Caractéristiques et composition d'un sol urbain

Les études menées sur les sols urbains montrent certaines caractéristiques communes à ces matériaux. Il s'agit :

- d'une grande variabilité verticale et spatiale ;
- d'une structure du sol modifiée liée à son niveau de compactage ;
- d'une aération restreinte et une faible capacité drainante ;
- De la présence de matériaux anthropiques et d'autres contaminants.

Néanmoins, chaque sol urbain possède une signature qui lui est propre. En plus de la partie naturelle qui dépend de conditions géologiques locales, ces matériaux possèdent un squelette granulaire qui est constitué généralement de briques, de mortier, de plâtre et de scories (*Wessolek et al., 2011 ; Abel et al., 2014*). Ces apports anthropiques diffèrent d'une région à une autre, d'un mode d'urbanisation à un autre ou/et d'une industrie à une autre.

#### a. Propriétés physique et biologiques

Les sols urbains ont tendance à être des matériaux grenus de classe sable, limons ou graves. Les fractions fines sont liées aux cendres ou à des particules fines issues de l'altération de produits comme les briques (*Meuser, 2010*). Les sols urbains sont largement touchés par les activités humaines comme l'étanchéification, le compactage, la dégradation, la mise en décharge et le mélange (*Craul, 1992*).

Les matériaux de type débris de construction et de démolition, scories, cendres, boues de stations d'épuration et particules atmosphériques, contiennent souvent du carbone élémentaire hautement résistant (*Currie, et al., 2002*). Les sources de ce carbone sont les produits de combustion et/ou de pyrolyse incomplète de la matière organique terrestre ou des combustibles fossiles.

Biologiquement, les dépôts de matériaux technogéniques induisent une activité microbiologique relativement faible (*Meuser et Blume, 2004*). Cependant, *Lorenz et al. (2005)* ont montré que, jusqu'à une profondeur de 1,9m, les sols urbains peuvent contenir une biomasse microbienne avec un métabolisme actif.

L'analyse du carbone dans les sols urbains s'avère problématique. En plus de la présence d'humus et de carbone inorganique dans ces matériaux résultant de la présence de carbonate de calcium, le carbone technogène (COTtech) est également une source de carbone. Ce dernier apparaît généralement dans les sols à forte proportion en charbon, en suie et en cendre. *Beyer et al (2001)* ont montré que la matière organique du sol dans les sols urbains a une nature chimique différente de celle des sols naturels. La décomposition des produits en matières plastiques peut contribuer à la

matière organique dans les sols urbains, bien que des études détaillées manquent (*Nishide et al., 1999*).

### b. Les propriétés chimiques des sols urbains

Les sols urbains se caractérisent par des pH qui varient d'acides à très alcalins. Les pH alcalins à neutres sont généralement associés à la présence de carbonates de calcium. Ces derniers sont libérés suite à l'altération des produits tels le béton, le plâtre...contenus dans les déchets de construction et de démolition (*Craul, 1992*).

Des contaminations calcaires dans les incinérateurs d'ordures, combinées à des températures de traitement élevées, entraînent une augmentation de la valeur de pH des cendres volantes. Les artefacts comme les déchets des mines de charbon contenant de la pyrite ont tendance à acidifier les sols en diminuant les pH avec des valeurs qui peuvent descendre au-dessous de 4,0 (*Hiller et Meuser, 1998*).

*Meuser (2010)* a synthétisé les valeurs de pH mesurées dans plusieurs artefacts. Ils évoquent une certaine homogénéité des résultats dans les différentes régions du monde, due au fait que la composition des matériaux anthropiques dépend du processus de fabrication et non de la région de fabrication.

La Figure 3 montre des pH mesurés dans une étude faite par *Hiller et Meuser (1998)* sur des artefacts extrait d'un sol urbain en Allemagne.

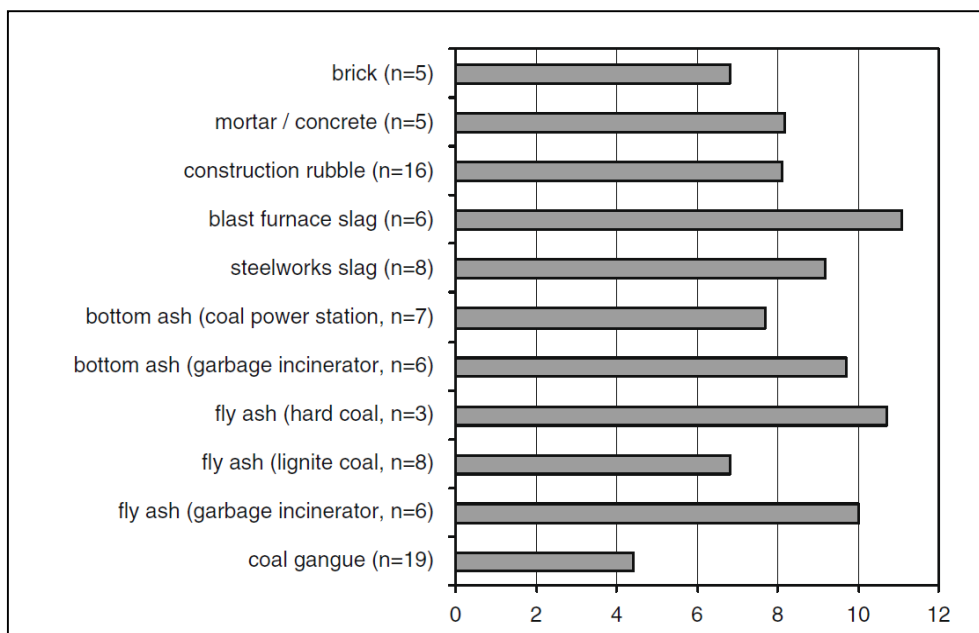


Figure 3: Synthèse de quelques valeurs de pH d'artefacts extraits d'un sol urbain en Allemagne (*Hiller et Meuser, 1998*)

Les auteurs relèvent des pH alcalins dans les produits précédemment cités à savoir les composés de type laitiers (présence de calcium dans le procédé de stabilisation), les cendres volantes, les produits à base de béton et les déchets de construction. Les pH neutres se remarquent dans les briques et les pH acides dans le charbon.

#### ▪ **Les sources de contaminations dans les sols urbains**

Les sources de contamination des sols urbains sont multiples. Les sols en zone urbaine sont exposés à deux types de contaminations, qui peuvent être d'origine naturelle ou anthropique.

##### Les contaminations d'origine naturelle

La roche mère ou matériau parent dont est issu le sol naturel (en place ou apporté) qui compose le sol urbain est une source de contaminants importante. L'abondance naturelle de ces contaminants varie considérablement en fonction des différentes origines géologiques. Par exemple, les sols issus des roches basaltiques en climats à faibles précipitations et qui n'ont pas subi une forte lixiviation peuvent contenir des quantités élevées de métaux tels que Co, Cr, Cu, Ni et V par rapport à d'autres types de sols issus d'autres roches comme les granites ou les schistes (*Reimann et al., 1998*). Par ailleurs, des concentrations localement élevées pour un élément spécifique dans un type de roche auront une influence sur tous les éléments qui interagissent avec cette roche, comme les minéraux, les eaux, la végétation et la poussière. Cette distribution et mobilité des éléments est contrôlée par les précipitations, le lessivage, le pH et les phénomènes d'oxydo-réduction.

##### Les contaminations d'origine anthropique

Les contaminations d'origine anthropique peuvent provenir d'une contamination diffuse suite à une activité industrielle sur le site producteur, à un trafic ou à des émissions de carburants ou particules atmosphériques. Elles peuvent également provenir d'une contamination ponctuelle par des sources locales de dépôt de déchets ou de stations d'épurations. L'une des sources majeures de contamination des sols est associée à la présence de matériaux technogéniques.

#### — **Les déchets de construction et de démolition**

Les matériaux de construction et de démolition sont des excédents de déchets associés à la construction et démolition des bâtiments et structures. Ils comportent les bétons, les briques, l'asphalte, le bois, l'acier, les matières plastiques et autres matériaux et produits de construction (définition rapportée par Arulrajah en 2013 et extraite du rapport annuel des industries du recyclage de l'état de Victoria en 2010). Leur nature varie selon leur origine : bâtiment, génie civil ou structures routière. Ces déchets constituent les principaux matériaux anthropiques dans les sols

urbains en Europe (*Abel et al., 2014*). Ils proviennent pour une part importante de la démolition de la majorité des villes européennes lors des deux guerres mondiales (*Wessolek et al., 2011*). En Allemagne, par exemple, la quantité de débris a été estimée à plus de 400 millions de m<sup>3</sup> après la seconde guerre mondiale. Vegas et ses coauteurs (*Vegas et al., 2008*) ont étudié la composition minéralogique des produits de construction et de démolition (agrégats mixtes et composants séparés). Ils ont montré que ces matériaux se composent principalement de calcite, quartz, feldspaths, muscovite et gypse (*Vegas et al., 2008*). Les auteurs ont attribué la calcite et le quartz aux bétons et à la céramique. Les feldspaths et la muscovite sont associés à la céramique et le gypse aux bétons et gravats mixtes.

#### — Les briques

Les briques sont principalement constituées d'oxydes de silicium, ainsi que d'oxydes de d'aluminium, de calcium, de fer, de manganèse et de potassium (*Wessolek et al., 2011*). En accord avec ces observations, la diffraction des rayons X de la brique a montré que les minéraux les plus courants sont les argiles (kaolinite, illite, montmorillonite, chlorite), le quartz, les carbonates (calcite, dolomite ou sidérite), et des oxydes de fer (hématite, goethite). Il est intéressant de noter qu'elles contiennent également des sulfates et des sulfures (gypse, pyrite, marcassite...).

#### — Les scories et les cendres

Les scories ou laitiers sont des matériaux d'origine industrielle qui sont de plus en plus valorisés dans la construction et la maintenance routière.

On distingue plusieurs types de scories en fonction du procédé de fabrication. Les laitiers sont des coproduits de la sidérurgie ; ils peuvent être issus des hauts fourneaux ou être des laitiers d'aciéries de conversion et les laitiers d'aciéries électriques. Ces différentes origines confèrent des compositions chimiques et minéralogiques différentes (*Wessolek et al., 2011*). Pour les scories, Vegas et ses coauteurs (*Vegas et al., 2008*) ont trouvé qu'elles sont principalement constituées d'oxydes de fer (magnétite et wustite) et de silicates de calcium. Des observations au microscope électronique leur ont montré que ces laitiers ont une surface vésiculaire avec des phases riches en fer (pâte grise sur la Figure 4). La surface comprend souvent de minuscules cristaux de sulfates et de chlorure aciculaires (voir Figure 4) accompagnés par des particules de larnite. Cette minéralogie est assez similaire avec les observations de Barna (*Barna et al., 2000*).

Le Tableau 1 présente quelques exemples de compositions chimiques trouvés dans la littérature.

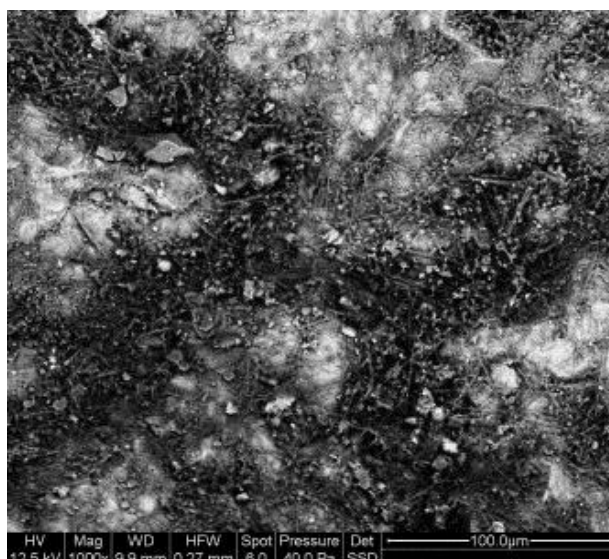


Figure 4: Observation sous le microscope électronique à balayage montrant la composition d'un laitier (Vegas, et al., 2008)

Tableau 1: Synthèse bibliographique de la composition de certains types de laitiers

Eléments (%)	Laitiers de Haut Fourneau cristallisés	Laitiers de four électrique		Laitiers de convertisseur à oxygène	MIOM
	Lorraine	Lorraine	USA	Dunkerque	Polden
CaO	38-45	30 à 45	40 à 52	45,68	11
SiO <sub>2</sub>	29-41	9 à 20	10 à 19	12,09	49
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	9 à 18	1 à 6	1 à 3	1,11	5,8
MgO	1 à 9	1 à 7	5 à 10	5,44	1,6
MnO	0,4 à 0,7	2 à 7	5 à 8	2,04	-
FeO	0,2 à 4	19 à 35	10 à 40	12	7,6
TiO <sub>2</sub>	0,4 à 0,9	-	-	0,24	0,75
Na <sub>2</sub> O	0,2 à 0,5	-	-	0,05	4,1
K <sub>2</sub> O	0,3 à 0,9	-	-	0,03	0,75
S	0,6 à 1,5	0 à 1	< 0,1	0,86	1
Masse volumique des particules	2,4 à 2,73	3,55 à 3,6	3,685	-	2,5

### — Trafic routier

Le trafic routier est à l'origine de pollutions métalliques et organiques des sols urbains. L'origine et le type de polluants sont résumés dans le Tableau 2. Il s'agit essentiellement de métaux lourds (Nickel, Zinc, Cadmium, Plomb, Palladium...). Les concentrations en polluants dans les sols avoisinants diminuent à mesure que l'on s'éloigne de l'infrastructure. Les concentrations sont également fortement dépendantes de la profondeur dans le sol (Craul, 1992).



**Tableau 2: Origine des pollutions dues au trafic routier et aux chaussées (Craul, 1992)**

Source de contamination	Paramètres
Pot d'échappement des véhicules	NO <sub>x</sub> , benzène, PAH CO, SO <sub>2</sub> , Pb, Pt, Rh, phénols
Résidus provenant des pneus et des freins	Métaux lourds (Cr, Cu, Ni)
Produits de corrosion	Métaux lourds (Cd, Cu, Zn)
Fuite d'huile ou carburants ou d'autres liquides venant des véhicules	Hydrocarbures Halogénate dihydrocarbons.
Résidus venant de l'usure des matériaux de la chaussée	PAH (asphalte), métaux lourds (Zn...)
Entretien des routes	De-icing salts détergents Sels détergents de déverglçage

En conclusion, un sol urbain est composé d'une fraction naturelle et d'une partie anthropique. La composition de la partie naturelle dépend des particularités géologiques locales (fond géochimique urbain). La partie anthropique est constituée de brique, mortier, verre, bois, cendre (Tableau 3).

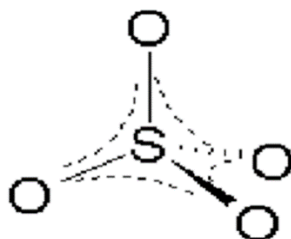
**Tableau 3: Les principaux constituants du squelette granulaire d'un sol urbain (Wessolek, et al., 2011)**

Composant	Pourcentage (vol.%)
Briques	2-60
Mortier	2-50
Scories	2-30
Cendres	2-50
Verre	2-30
Goudron	2-10
Charbon	2-10
Béton	5-10
Suie	Jusqu'à 2

### c. Les contaminants dans les sols urbains

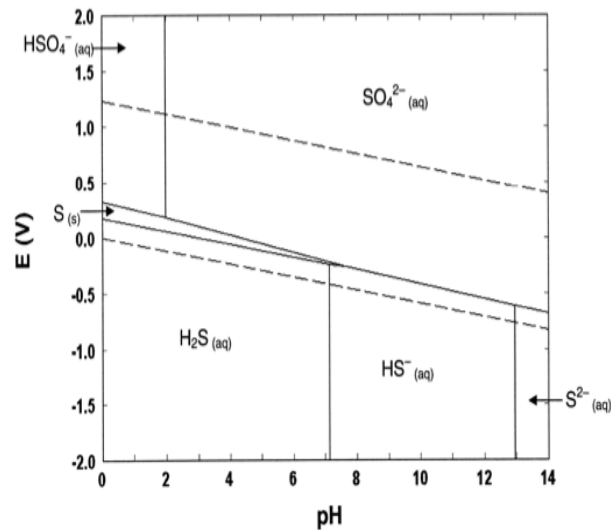
#### ➤ Les sulfates

Les sulfates SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> sont les sels de l'acide sulfurique H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. Ces anions forment des tétraèdres (Figure 5) et l'un des plans de symétrie des tétraèdres SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>(contenant le soufre et deux des oxygènes) peut également contenir un cation.



**Figure 5: Représentation de l'ion sulfate**

En solution, on trouve les sulfates sous forme de sel dans certaines conditions d'oxydoréduction et de pH selon le diagramme de Pourbaix de la Figure 6.



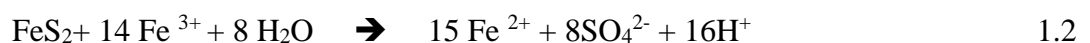
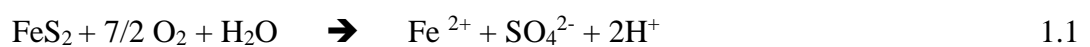
**Figure 6: Diagramme de Pourbaix**

Les sulfates dans les sols urbains et dans les eaux souterraines sont soit d'origine naturelle soit d'origine anthropique.

□ **L'origine naturelle des sulfates**

Les sulfates naturels peuvent entrer dans la composition de plusieurs minéraux comme la baryte ( $\text{BaSO}_4$ ), l'epsomite ( $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ) et le gypse ( $\text{CaSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ) (*World Health Organization, 2004*). Ils peuvent également provenir de l'altération des dérivés du soufre comme la pyrite ( $\text{FeS}_2$ ), la sphalérite ou Blende ( $\text{ZnS}$ ) et la galène ( $\text{PbS}$ )... L'existence et la stabilité des différents dérivés du soufre dépendent des conditions physico-chimiques du milieu, en particulier de l'état d'oxydoréduction et du pH des sols.

Les deux sources de sulfates les plus communes sont la pyrite  $\text{FeS}_2$  et le gypse ( $\text{CaSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ). On trouve la pyrite dans des environnements géologiques variés. Elle est généralement associée dans des minerais avec le zinc, l'or, le cuivre, l'argent, le plomb et l'uranium (*Descotes, et al., 2000*)... On peut également la trouver en abondance dans des formations sédimentaires, notamment dans les marnes. La pyrite  $\text{FeS}_2$  s'oxyde facilement dans les conditions de surface (*Saussaye, 2012*) au contact de l'oxygène et de Fe(III) pour donner de l'acide sulfurique  $\text{H}_2\text{SO}_4$  suivant les réactions:

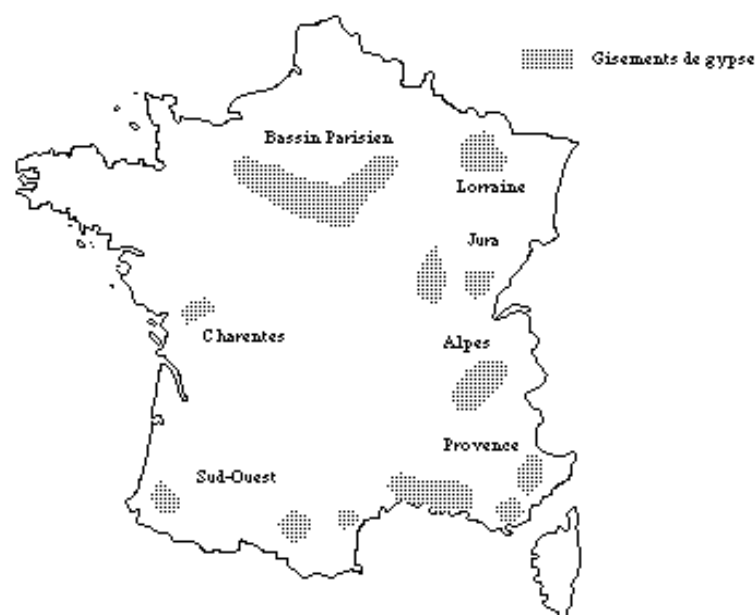


Le gypse ( $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) est quant à lui une variété de sulfate de calcium pour laquelle une molécule est accompagnée de deux molécules d'eau ([Bard, 2012](#)). Dans cette structure, se retrouvent 2 types de liaisons ([Pachon-Rodriguez, 2011](#)):

- des liaisons ioniques (fortes) dans les feuillets  $\text{Ca}^{2+}/\text{SO}_4^{2-}$ , dues aux différences de charges électriques ;
- des liaisons hydrogène entre les molécules d'eau et les atomes d'oxygène des ions sulfate. L'atome d'oxygène de la molécule d'eau étant relié à un ion de calcium, ces liaisons hydrogènes sont beaucoup moins fortes que les liaisons ioniques  $\text{Ca}^{2+}/\text{SO}_4^{2-}$ .

Le gypse est soit initialement présent dans les sols, soit issu de l'altération de la pyrite. En présence de carbonates comme la calcite, l'oxydation de la pyrite libérant de l'acide, ce dernier va pouvoir réagir avec le carbonate, qui peut alors se combiner avec les ions sulfates présents pour former le gypse. Le gypse naturel est quant à lui un produit issu de l'évaporation de l'eau des lagunes marines sursaturées en sulfates. On le rencontre sous plusieurs formes macrocristallisées (gypse lamellaire, fer de lance, gypse lenticulaire, rose des sables...) ou microcristallisées (albâtre, gypse fibreux, gypse saccharoïde exploité dans l'industrie plâtrière, gypse éolien...). En milieu aqueux, le gypse est soluble à la concentration de  $20.5 \text{ g.L}^{-1}$  à  $20^\circ\text{C}$  dans l'eau.

Les principaux gisements de gypse en France ([Bard, 2012](#)), représentés sur la Figure 7, sont situés dans le Bassin parisien (Éocène), le Vaucluse (Oligocène), les Alpes (Trias), le Jura (Trias), les Pyrénées, les Landes (Trias), les Charentes (Jurassique).



**Figure 7: les principaux bassins producteurs de gypse en France (d'après *Économie et Géographie*, n°217, septembre 1989)**

## □ Origine anthropique des sulfates

### + Les déchets de construction et de démolition.

De nombreuses études ont conclu que la principale source des sulfates dans les eaux souterraines sous les zones urbaines était les déchets de démolition entrant dans la composition des matrices couvrant ces zones. La présence des sulfates dans ces matériaux est due à l'utilisation de gypse comme liant dans les mortiers de jointement des maçonneries, comme enduits de cloisons de bâtiment, et à l'utilisation de plâtre ou de matériaux naturels comme les roches granitiques contenant des inclusions de pyrite. *Barbudo et al. (2012)* ont tenté de déterminer quel est le composant, parmi ces déchets, qui relargue le plus de sulfates. Ils ont étudié le comportement à la lixiviation de 19 échantillons dont du gypse, du béton, de la céramique, du bitume, des agrégats mixtes et des briques... Ils ont conclu que les quantités de sulfates solubles sont beaucoup plus importantes dans le gypse et dans les agrégats mixtes contenant des proportions importantes de gypse ainsi que dans les matériaux contenant de grandes quantités de céramique, ce qui confirme les résultats des travaux de *Poon et al. (2006)*. Ils ont démontré également que les sulfates dans les lixiviats ne proviendraient pas uniquement du gypse mais aussi des agrégats contenant de la céramique ou certaines roches naturelles. En conclusion, les échantillons dont les teneurs sont > 2% de gypse ou 30% de céramique présentaient une solubilité à l'eau > 0,90 %SO<sub>3</sub> et une solubilité à l'acide de 1,3 %SO<sub>3</sub>. Ils remarquent néanmoins que, ce seuil dépassé, l'équilibre de la solubilité est atteint et ce n'est plus alors la concentration en sulfates qui dicte le comportement à la solubilité. En effet, en dépit de l'augmentation de la quantité de gypse, la quantité de sulfates reste la même en solution. Finalement, les auteurs proposent un pourcentage limite à ne pas dépasser en gypse et en céramique, qui est respectivement de 4,4% et de 30% afin que les matériaux puissent être réutilisés sans risque pour l'environnement.

La solubilité du gypse est impactée par plusieurs paramètres dont le pH et la présence dans la solution de certains ions (*Jang et Townsend, 2001*). *Musson et al. (2008)* ont montré que l'accroissement de la dissolution du gypse et la sursaturation des solutions en sulfates est due à la présence dans la solution de certains ions de force ionique plus grande. La présence de Na<sup>2+</sup>, par exemple, provoque une dissolution du gypse 3 fois plus importante que dans des conditions normales. Quant à l'impact du pH, *Wahlström et al. (2000)* ont montré par un essai de lixiviation statique et un test de diffusion sur des déchets de démolition et de construction, que l'augmentation du pH engendre une baisse du relargage en ions sulfates. Les auteurs expliquent par ailleurs que les pH alcalins des lixiviats de ces matériaux sont dus à la présence de Ca.

#### + Les scories.

De nombreuses études sur la valorisation des mâchefers montrent l'accroissement de la quantité d'ions sulfates disponibles, au fur et à mesure du vieillissement des stocks. [Eighmy et al. \(1994\)](#) ont montré que les sulfates de calcium, hydratés ou non, sont les espèces majoritaires qui contrôlent le relargage des sulfates dans un mâchefer. D'après [Pepin et al. \(1999\)](#), les mécanismes à l'origine de ce phénomène pourraient s'expliquer par :

- l'hydratation progressive des sels qui conduit à la formation de composés hydratés plus solubles,
- la réaction du CO<sub>2</sub> de l'air (carbonatation) avec les bases présentes, qui déplace l'équilibre chimique vers la dissociation du sulfate de calcium et accroît sa solubilité (Figure 8).

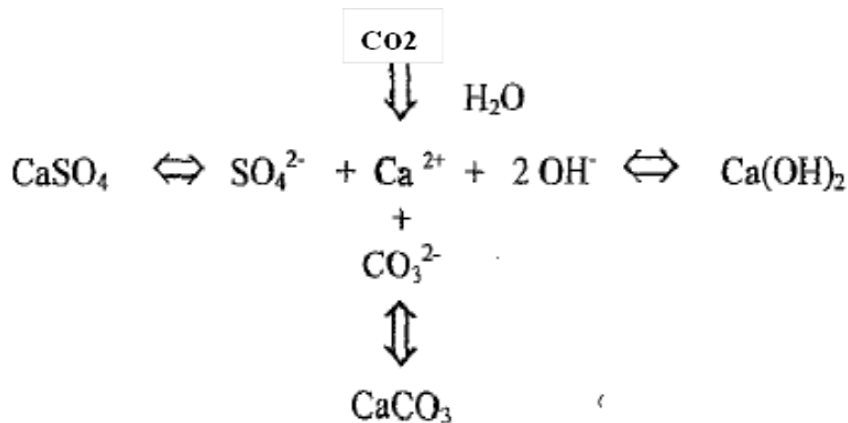


Figure 8: Diagramme des équilibres chimiques

#### + L'activité agricole

Certains engrais comme le sulfate de potassium (K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> H<sub>2</sub>O) ([Pansu et al., 2003](#)) enrichissent le sol en composés soufrés.

#### Problèmes environnementaux et sanitaires liés aux sulfates

L'ion sulfate est l'un des anions les moins toxiques. La dose létale chez l'humain est de 45 g sous forme de sulfate de potassium ou de zinc. En comparaison, la dose létale minimale de sulfate de magnésium signalée chez des mammifères est de 200 mg/kg. Les doses de sulfates de 1 000 à 2 000 mg (de 14 à 29 mg/kg) ont chez l'humain un effet cathartique entraînant la purge du tube digestif ([Little, 1971](#)).

Cependant, les sulfates peuvent présenter indirectement une toxicité dans plusieurs cas :

- en se transformant en sulfites ( $\text{H}_2\text{SO}_3$ ) par réduction anabolique dans les sédiments ou les sols mouillés en présence d'oxygène (comme c'est illustré sur la Figure 9). Les sulfites sont considérés comme toxiques car certaines personnes peuvent présenter des intolérances sous forme de réactions inflammatoires et de difficultés respiratoires surtout chez les asthmatiques. La dose maximale en sulfites recommandée par l'Organisation Mondiale de la Santé (OMS) est de 45 mg/jour pour une personne de 65 kg ;
- en se combinant à un cation : l'exemple du sulfate de cuivre est le plus commun. Il est produit industriellement pour être utilisé principalement comme fongicide (sous le nom plus courant de bouillie bordelaise). Il a pour formule chimique  $\text{CuSO}_4$  et est très toxique pour les organismes aquatiques. En ce qui concerne l'homme, ce produit est irritant pour les yeux et la peau et peut présenter une certaine nocivité en cas d'ingestion.

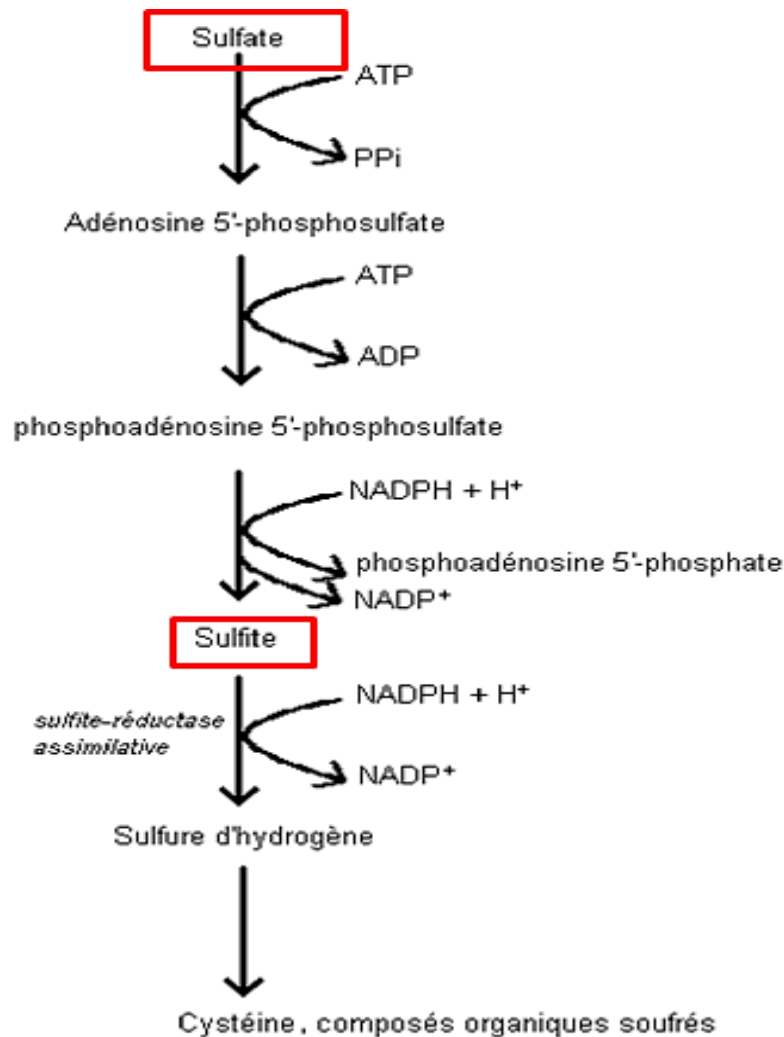


Figure 9: Voie de réduction anabolique des sulfates en sulfites

Les sulfates peuvent être « neutralisés » dans l'environnement ou en présence de liants hydrauliques :

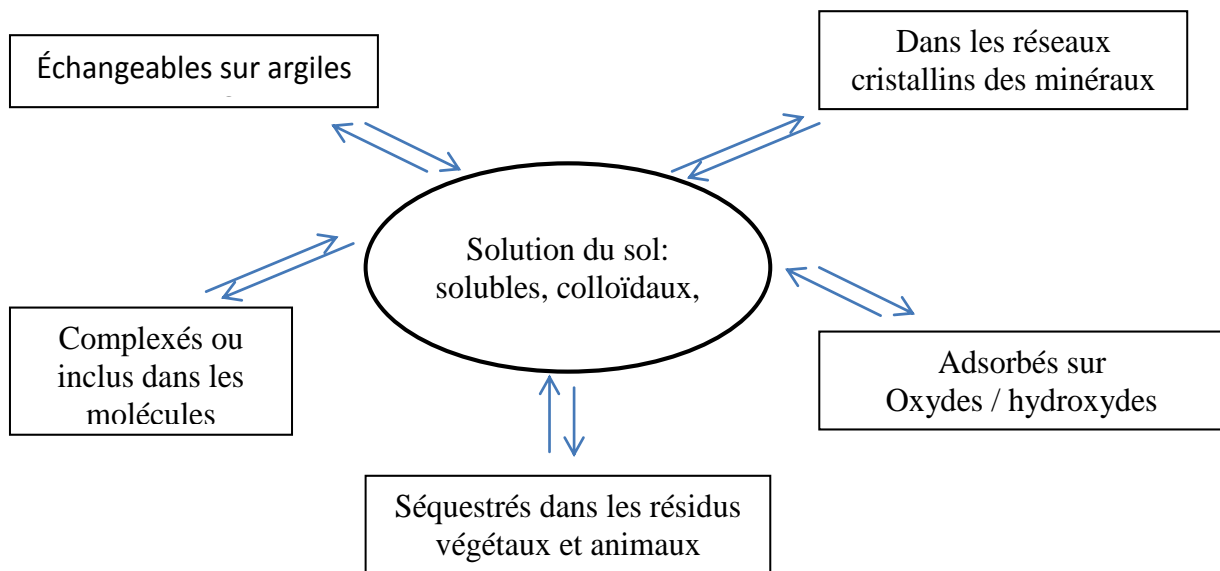
- Neutralisation des ions sulfates dans l'environnement. *Tait et al. (2009)* mentionnent 3 méthodes viables pour neutraliser les ions sulfates : l'échange ionique, la rétention sur une membrane sélective et la précipitation de minéraux à base de sulfates (considérée comme étant la méthode la moins onéreuse). Ce dernier procédé associe des cations du type baryum, plomb ou calcium avec les anions sulfates pour former des précipités relativement peu solubles. Les solubilités dans l'eau pure à 25°C et à pression atmosphérique des sulfates de baryum, de plomb et de calcium sont respectivement 2,66 mg/l, 38,4 mg/l et 694 mg/l (*Bard, 2012*). La toxicité du baryum et du plomb fait du calcium le candidat idéal pour cette précipitation.
- Neutralisation des ions sulfates dans les sols traités aux liants hydrauliques. Des interactions se produisent entre sulfates et produits cimentaires avec formation de minéraux secondaires. Sous certaines conditions, le traitement aux liants hydrauliques des sols contenant des sulfates conduit à une interaction entre les sulfates et les liants.

#### ➤ Les éléments traces métalliques

La trace est définie comme étant toute concentration inférieure à 0,01% (*Van Loon, 1985*). En Sciences de la Terre, les éléments traces (au nombre de 68), sont ceux présents dans la lithosphère en concentration inférieure à 0,1% (*Baize, 1997*). Les expressions **métaux lourds** (connotation négative) et traces sont souvent employées.

Ces éléments traces ne sont pas forcément métalliques et sont classés en trois catégories :

- les indispensables ou oligo-éléments (rôle essentiel à certaines teneurs, dans des structures ou des métabolismes),
- les indésirables (toxiques à certaines concentrations et sans utilité biologique),
- les indifférents (pas d'effet bénéfique, ni effet indésirable).



**Figure 10: Différentes formes et localisations des éléments traces dans les sols (Baize, 1997)**

Les éléments traces peuvent se trouver dans les 6 compartiments du sol (Baize, 1997) présentés sur la Figure 10. Ils peuvent être :

- inclus dans les réseaux cristallins des minéraux primaires (minéraux non altérés, hérités de la roche mère) et des constituants secondaires (minéraux résultants de l'altération pédogénique) ;
- adsorbés sur les phases hydroxylées du fer, de l'aluminium et du manganèse ;
- séquestrés dans les résidus végétaux ou animaux (ils seront libérés ensuite, au fur et à mesure de la minéralisation de ces résidus) ;
- complexés ou inclus dans les macro-molécules organiques ;
- sous une forme échangeable (cations ou anions), associés aux surfaces des minéraux argileux et aux matières organiques.
- sous une forme soluble, colloïdale ou particulaire dans la solution du sol (phase liquide).

Un tableau synthétique (Tableau 4) a été dressé. Il comprend la description des éléments traces les plus courants dans les sols urbains : leurs caractéristiques chimiques, leurs spéciations dans les solutions du sol, l'impact du changement des conditions physico-chimiques du milieu sur leur mobilité.



**Tableau 4: Synthèse des éléments traces dans les sols naturels/sols urbains et leurs caractéristiques chimiques et physico-chimiques**

Éléments	Origine	Impact du pH	Principal mécanisme de rétention dans le sol	Les formes présentes en fonction des conditions rédox
<b>Cadmium (Cd)</b> ( <i>Ineris, 2006</i> )	Naturellement, le Cd est en abondance dans les roches sédimentaires riches en carbone, sulfures et phosphates ( <i>Baize, 1997</i> ) Dans les sols urbains, la première source de cet élément est les produits de démolition et de construction et plus spécialement des produits à base de béton.	Forte influence du pH À pH acide, le Cd connaît une grande solubilité et une faible rétention par les colloïdes, les hydroxydes ou la matière organique. À des pH neutre et alcalins, cet élément est adsorbé par la phase solide ou précipité.	<b>L'adsorption</b> est le principal mécanisme de rétention du Cd dans les sols ( <i>Dudley et al., 1991</i> ).	Dans des <b>conditions oxydantes</b> , les phases solides prédominantes la plus stables sont, comme on le voit sur le Diagramme Pourbaix en annexe : • l'otavite. ( $\text{CdCO}_3(\text{s})$ ) à des pH neutres ; • une phase mixte de sulfate/hydroxyde à des pH alcalins ; • un hydroxyde à des pH élevés. Dans des <b>conditions réductrices</b> , $\text{CdS}(\text{s})$ est la phase la plus stable.
<b>Le Zinc (Zn)</b> ( <i>Ineris, 2006</i> )	Le Zinc s'associe avec le Pb, Cu, Au et Ag. Il se retrouve dans les sulfures (sphalérite), les carbonates (Smithsonite), les silicates (calamite) et dans les oxydes de fer. Dans les sols urbains l'origine du Zinc est attribuée au trafic automobile.		<b>Adsorption facile</b> sur les minéraux argileux, les carbonates et les hydroxydes : Hickey ( <i>Hickey et Kittrick, 1984</i> ), a montré que la plus grande quantité de zinc dans des sols et sédiments contaminés était associée aux oxydes de fer et de manganèse. Cette adsorption augmente avec le pH.	Dans des <b>conditions oxydantes</b> , acides et proches de la neutralité, la solubilité du zinc est contrôlée par les carbonates. L'(hydr)oxyde de zinc solide peut précipiter à des $\text{pH} > 8$ et donc c'est ce qui se retrouve le plus dans des milieux basiques. Le zinc est un élément peu sensible aux variations du potentiel rédox. Cependant, dans des milieux réducteurs, la formation de sulfures en phase aqueuse ou en phase solide est le processus qui contrôle sa disponibilité dans l'environnement.
<b>Le Plomb (Pb)</b> ( <i>Ineris, 2006</i> )	Naturellement, le plomb est associé aux gisements de sulfures où il est rencontré sous forme de galène ( $\text{PbS}(\text{s})$ ). Il peut être également sous la forme d'anglésite ( $\text{PbSO}_4(\text{s})$ ) et de cérusite ( $\text{PbCO}_3(\text{s})$ ).	À des pH supérieurs à 6, le plomb est soit adsorbé à la surface des argiles sous forme de carbonates de plomb (Diagramme Pourbaix en annexe).	Adsorption sur les argiles, les phosphates, sulfates, carbonates hydroxydes et la matière organique.	Les phases solides les plus stables thermodynamiquement dans des conditions oxydantes sont les carbonates pour des pH neutres et des hydroxydes. Dans des conditions réductrices, les concentrations en plomb dans les eaux souterraines sont limitées par la solubilité de la phase solide hydroxyde ou du plomb métallique.

<p><b>Le cuivre (Cu)</b> <i>Ineris, 2006</i></p>	<p>Le cuivre est un élément chalcophile qui se trouve associé à des sulfures, avec le plomb, le cadmium et le zinc.</p>		<p>Le cuivre est retenu dans les sols par des mécanismes <b>d'échanges</b> et <b>d'adsorption</b>. Cet élément a également une affinité élevée pour les ligands organiques solubles (la formation de ces complexes augmentent très fortement la mobilité du Cu).</p>	<p>Dans des environnements oxydants, la disponibilité du Cu dépend de la solubilité de la phase carbonatée et des phases (hydr)oxydes (Diagramme Pourbaix en annexe). Dans des conditions légèrement réductrices pour lesquelles des sulfures peuvent être présents, CuO ou Cu<sub>2</sub>S (très peu solubles) se formeront facilement.</p>
<p><b>L'Arsenic</b> <i>Ineris, 2006</i></p>	<p>L'arsenic est un métalloïde chalcophile. Il existe sous différentes formes et à différents degrés d'oxydation dans les eaux et les sols :</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Dans les eaux, l'arsenic peut se présenter avec différents états de valence : +5 / +3/0/ -3.</li> <li>• Dans le sol, l'arsenic existe principalement sous forme trivalente, arsénite As (III) ou pentavalente, arséniate As (V). L'arsénite (As (III), AsO<sub>2</sub><sup>-</sup>) et l'arsine (As (-III), AsH<sub>3</sub>) sont relativement plus toxiques que l'arséniate (As (V), AsO<sub>4</sub><sup>3-</sup>). L'arsénite est la forme la plus toxique. Plus de 200 minéraux contenant de l'arsenic ont été identifiés. Le minéral le plus commun, contenant de l'arsenic, est l'arsénopyrite (FeAsS).</li> </ul>	<p>Dans des conditions alcalines ou neutres et est très sensible aux variations de potentiels rédox, l'arsenic a tendance à former des oxyanions.</p>	<p>Dans les sols, le comportement des arsénates (As(V)) est analogue à celui des phosphates, comme les phosphates, les arsénates forment des <b>précipités</b> insolubles avec le fer, l'aluminium et le calcium. <b>L'adsorption</b> maximale de l'As(V) se produit à pH 5. L'<b>adsorption</b> des arsénates par les oxydes d'aluminium et de fer est maximale à un pH compris entre 3 et 4. Cette ci diminue avec l'augmentation du pH.</p>	<p>À des potentiels rédox élevés les arsénates prédominent. Quand le pH augmente et que le potentiel rédox diminue, les arsénites sont les espèces prédominantes.</p>
<p><b>Le Nickel (Ni)</b> <i>Ineris, 2006</i></p>	<p>Dans la nature le nickel est associé au manganèse et aux oxydes de fer. Il possède un comportement chalcophile et, en présence d'ions HS<sup>-</sup>, forme des sulfures :</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• en se substituant au Fe<sup>2+</sup> dans la pyrite (FeS<sub>2</sub>) ou</li> <li>• en co-précipitant avec Fe<sup>2+</sup> dans la pentlandite (Fe, Ni<sub>9</sub>S<sub>8</sub>),</li> <li>• en co-précipitant avec Fe<sup>2+</sup> et Cu<sup>2+</sup> dans la chalcopyrite (CuFeS<sub>2</sub>),</li> <li>• sous forme de vaesite (NiS<sub>2</sub>) ou de millerite (NiS).</li> </ul>	<p>L'hydrolyse du nickel est faible dans des conditions acides ou proches de la neutralité. En effet elle n'apparaît pas pour des pH supérieurs à 8.</p>	<p>Le nickel ne forme généralement pas de précipités insolubles dans les sols et la rétention de Ni est contrôlée par les mécanismes de <b>précipitation de phases solides secondaires et d'adsorption</b> (adsorption sur les argiles, les oxydes de fer et de manganèse ainsi que sur la matière organique). La formation de complexes de Ni avec des ligands organiques et inorganiques augmente la mobilité de cet élément dans les sols.</p>	

<p><b>Le Chrome</b> <i>Meris, 2006</i></p>	<p>Le chrome se trouve rarement dans la nature sous sa forme élémentaire. Il est rencontré dans les roches magmatiques, les roches ultrabasiques (dunites, serpentinites, péridotites) qui sont les plus riches en chrome et dans la chromite (<math>\text{FeCr}_2\text{O}_4(\text{s})</math>).</p> <p>Le chrome existe sous 2 états de valence dans les sols, le chrome trivalent Cr(III) et le chrome hexavalent Cr(VI).</p>		<p><math>\text{CrO}_4^{2-}</math> s'adsorbe sur des surfaces d'oxydes de fer et d'aluminium à des pH acides et neutres (<i>Davis et Leckie, 1980</i>).</p> <p>Les sulfates et le carbone inorganique dissous inhibent l'adsorption de Cr(VI) sur les oxyhydroxydes amorphes de fer. La présence de sulfates augmente par contre l'adsorption de Cr(VI) sur le kaolin.</p> <p>L'association du Cr(VI) avec des surfaces du sol est limitée aux sites d'échanges chargés positivement. Le nombre de ces sites diminue avec l'augmentation de pH (<i>Bartlett, 1991</i>).</p>	<p>Les conditions redox et de pH où l'on rencontre ces formes sont présentées dans le diagramme de Pourbaix en annexe.</p> <p>Le Cr(VI) est très mobile dans les sols du fait de la nature anionique du chrome hexavalent.</p> <p>Le Chrome trivalent (Cr(III)) est quant à lui très stable. Une précipitation totale peut se produire pour un pH de 5,5.</p> <p>Dans un environnement réducteur, le chrome hexavalent peut être réduit en Cr(III). La matière organique du sol joue un rôle important dans cette réaction (donneur d'électrons). Dans les sols de subsurface, où la matière organique est présente en faible teneur, des minéraux contenant du Fe(II) peuvent remplacer la matière organique et réduire le chrome VI.</p>
--	--	--	--	--

## 1.2. Utilisation des sols urbains dans le domaine routier

### 1.2.1 Cadre réglementaire, technique et environnemental

Les sols urbains n'ont pas de statut réglementaire bien défini. En effet, leur composition est complexe avec une composante naturelle et une composante anthropique (produits de démolition et de construction, scories, cendres, ...) ce qui les rend potentiellement pollués. Leur composition hétérogène et variable ne permet pas de définir un type unique de matériau appelé « sols urbains » (même s'ils présentent certaines caractéristiques communes comme montré dans les précédents paragraphes) et ces terres doivent être considérées au cas par cas.

Leur valorisation doit être possible en tant que sous-produits à condition de satisfaire les performances mécaniques nécessaires pour l'usage envisagé et de ne pas présenter un impact négatif sur l'environnement. Néanmoins ces matériaux, mélanges de plusieurs composantes, restent peu valorisés, tout comme les mélanges de déchets inertes ou les terres et cailloux non pollués (voir Figure 11)

**Figure 11: Quantité de déchets produits en millions de tonnes et estimation de la valorisation matière, issues de l'actualisation 2010 de l'enquête déchets de construction 2008 (MDDTL/SOeS)**  
[http://www.statistiques.developpement-durable.gouv.fr/fileadmin/documents/Produits\\_editoriaux/Publications/Reperes/2013/reperes-cycle-matieres-septembre-2013.pdf](http://www.statistiques.developpement-durable.gouv.fr/fileadmin/documents/Produits_editoriaux/Publications/Reperes/2013/reperes-cycle-matieres-septembre-2013.pdf)

En millions de tonnes	Quantité	Valorisation matière <sup>1</sup>
Béton	18,2	14,1
Briques, tuiles, céramiques, ardoises	3	0,7
Enrobés et produits à base de bitume (sans goudron)	9,5	7,4
Terres et cailloux non pollués	179	43,5
Autres matériaux de démolition de chaussées	12,1	8,9
Ballast de voie non pollués	1	0,6
Boues de dragage et de curage non polluées	2,7	0,9
Autres types de déchets inertes	1,2	0,6
Mélanges de déchets inertes	17,5	2,1
<b>Total</b>	<b>244,2</b>	<b>78,8</b>

Note : <sup>1</sup> Réutilisation, recyclage sur un autre site.

#### ▪ Impact environnemental

Dans le cas des terres provenant de sites et sols pollués, la démarche environnementale est bien établie, avec une prestation de levée de doute suivie de traitements de dépollution adaptés ou d'une mise en stockage. Dans le cas des sols urbains, comme celui des remblais anthropiques, le doute est toujours présent quant à leur pollution potentielle compte tenu de leur histoire. Une prestation de

levée de doute doit donc être appliquée dans le cas où l'on souhaite valoriser un sol urbain excavé. Au-delà du seuil des déchets dangereux, le stockage est de mise. En deçà des seuils des déchets inertes, tout usage (du point de vue environnemental) est permis.

La réglementation avec le guide de « valorisation des terres excavées » (2012) rebaptisé « Guide de valorisation hors site des terres excavées issues de sites et sols potentiellement pollués dans des projets d'aménagement » fournit un cadre réglementaire pour une réutilisation hors site. La démarche reste longue et compliquée car le guide exclut toujours de son champ d'application les terres contenant, en masse et en volume, plus de 1 % de matériaux non pierreux tels que du plâtre, du caoutchouc, des matériaux d'isolation, des matériaux de recouvrement de toiture, plus de 5 % de matériaux organiques tels que bois ou restes végétaux, plus de 5 % de produits tels que béton, tuiles, verre et matériaux de démolition de route. Les terres urbaines, compte tenu de leurs caractéristiques usuelles présentées précédemment, ne peuvent donc pas être considérées stricto sensu par ce guide.

Ensuite, considérer les sols urbains comme des matériaux alternatifs dont la valorisation est cadrée par le guide SETRA (2011) « Acceptabilité environnementale de matériaux alternatifs en techniques routières » ne semble pas possible compte tenu là encore des contours du guide. Notez que l'édition du guide CEREMA « Acceptabilité environnementale des matériaux alternatifs en technique routières – Les matériaux de déconstruction issus du BTP » pourrait fournir éventuellement un cadre. Néanmoins, il est spécifié pour ce guide que la famille « BÉTON » doit être constituée de matériaux alternatifs élaborés à partir de matériaux de déconstruction du BTP composés de plus de 90 % en masse d'agrégats de béton, de granulats (liés ou non), de terre cuite et de verre ( $R_{cug} + R_b \geq 90$  au sens de la norme NF EN 933-11 [2]). Ce n'est pas le cas de tous les sols urbains.

De plus, le guide SETRA (2011) ou CEREMA comporte différents niveaux d'évaluation mais ils s'appuient sur 1 ou 2 essais qui sont un test de lixiviation (NF EN 12457-2, 2002) et potentiellement un test de percolation (NF CEN/TS 14405, 2005) pour statuer sur l'impact des matériaux alternatifs sur les ressources en eau souterraine. Le test de lixiviation permet de quantifier les polluants présents dans un matériau foisonné mis en contact avec de l'eau et le test de percolation préconisé met en évidence le relargage de polluants par un matériau densifié dans des conditions autres que celles imposées lors de la mise en œuvre du matériau sur chantier c'est-à-dire une densité proche de la densité Proctor. Ces essais ne permettent donc pas d'estimer, ni de simuler le relargage réel en polluant qui se produira sur un site et dans les conditions de mise en œuvre en techniques routières (c'est-à-dire en présence de chaux par exemple et d'un compactage).

- **Application du GTR (Guide Technique de Réalisation des remblais et des couches de forme)**

Dans le cas où l'aspect environnemental est validé, une réutilisation en **techniques routières** est envisageable comme **couche de forme ou en remblai**. Les performances mécaniques à atteindre sont alors détaillées dans le GTR (Guide Technique de Réalisation des remblais et des couches de forme - *-SETRA/LCPC, 2000*). Ce guide technique stipule que tout sol, matériau rocheux ou sous-produit industriel peut être utilisé pour la construction d'une couche de forme à condition de remplir les critères suivant :

- insensibilité à l'eau,
- granularité compatible avec les exigences de nivellement de la plateforme,
- résistance vis-à-vis de la circulation de chantier,
- absence de gonflement sous l'effet du gel, le cas échéant.

Ces critères pouvant ne pas être atteints par un sol naturel (en particulier lorsqu'il contient des fines argileuses sensibles à l'eau), les matériaux peuvent être traités aux liants hydrauliques (et/ou à la chaux).

La couche de forme est considérée comme une transition entre le sol support et le corps de la chaussée. Elle a une double fonction. Pendant les travaux, elle permet de protéger le sol support et elle établit la qualité de portance du nivellement qui permet la circulation des engins. Vis-à-vis du fonctionnement mécanique de la chaussée, elle permet d'homogénéiser et d'améliorer les caractéristiques de portance de la plateforme support de chaussée et d'assurer une protection vis-à-vis du gel. De ce fait, la réutilisation de matériaux en couche de forme nécessite la validation des quatre performances mécaniques indiquées dans le GTR (voir ci-dessus).

Si le GTR semble pouvoir fournir un cadre réglementaire au plan technique dans le cas des sols urbains, il ne considère pas spécifiquement la nature des artefacts anthropiques présents dans le sol (tous les agrégats composant le sol urbain sont traités comme des agrégats d'origine naturelle). Si une classe de matériaux alternatifs 'purs' (classe F) existe dans le GTR, un mélange de terres naturelles et de matériaux alternatifs en proportion importante n'est pas représenté par une classe de matériau particulier.

La littérature recense plusieurs études menées sur des matériaux alternatifs (type laitiers, MIOMS, ...) dans le but de valider leurs performances mécaniques pour une réutilisation en techniques routières, mais les études à la fois géotechniques et environnementales sur des sols urbains restent peu nombreuses, surtout si le sol considéré est un sol de fondation prélevé dans le premier mètre à partir de la surface.

Concernant les matériaux alternatifs généralement valorisés en techniques routières et que l'on peut retrouver pour partie dans les terres urbaines, *Arulrajah et al. (2013)* ont étudié les propriétés géotechniques et géo-environnementales de cinq types de déchets de construction et de démolition dans le but de les recycler en techniques routières. Ils ont trouvé après des essais géotechniques et mécaniques (analyses granulométriques, mesure de masse volumique des particules, essai de compactage et essai CBR<sup>1</sup>, mesure de conductivité hydraulique et de résistance au cisaillement) que certains de ces déchets comme les débris de roches et les agrégats de bétons présentaient des performances mécaniques égales voire même supérieures à celles des matériaux granulaires naturels des carrières. Pour les autres, des corrections granulométriques ou des traitements étaient nécessaires.

D'autres auteurs ont souhaité déterminer les conditions pour lesquelles certains matériaux alternatifs pourraient être réutilisés. Le Tableau 5 présente une synthèse bibliographique de certaines de ces études menées sur les matériaux alternatifs avec les principaux résultats obtenus dans chaque étude.

#### ▪ Application des guides techniques régionaux

Le Tableau 6 est une synthèse des processus de valorisation préconisés par les guides régionaux français pour la réutilisation de matériaux locaux (alternatifs) dans les techniques routières. Le but est de prendre connaissance des matériaux qui sont valorisés dans les régions françaises et du circuit de valorisation appliqué suivant le matériau réutilisé. Un circuit de valorisation des sols urbains ne se trouve cependant dans aucun des guides régionaux consultés car ces derniers sont spécifiques à des types bien définis de déchets et à des matériaux considérés comme inertes (les aspects techniques sont considérés et pas les aspects environnementaux).

Cette synthèse à partir des guides régionaux a pour but néanmoins de comparer et caler notre démarche expérimentale (préparation, caractérisation, valorisation) par rapport aux pratiques actuelles sur le terrain.

---

<sup>1</sup>L'essai CBR [California Bearing Ratio](#) nous permet de réaliser la caractérisation mécanique des sols naturels et de sols compactés dans des remblais et des couches de forme, de fondations et de sous-fondations de routes et aéroports. Il mesure la résistance à l'effort tranchant d'un sol et le gonflement du sol lorsqu'il est immergé dans l'eau pendant 4 jours. Il permet de calculer la portance du sol, en estimant sa résistance au poinçonnement.

**Tableau 5: Synthèse bibliographique des études réalisées sur les matériaux alternatifs**

Etude	Auteurs	Pays	Matériaux étudiés	Principales conclusions
<p>The effect of compaction on the leaching and pollutant emission time of recycled aggregates from construction and demolition waste.</p> <p>L'effet du compactage sur la lixiviation et le temps d'émission des polluants dans les granulats recyclés des déchets de construction et de démolition.</p>	Galvin et al.	Espagne	Matériaux de construction et de démolition recyclés.	<p>Les principaux polluants lixiviés des produits de démolition et de construction sont les sulfates et le chrome.</p> <p>Les sulfates sont issus du gypse et de la céramique. Cet élément est rajouté au clinker afin de stabiliser la prise hydraulique.</p> <p>Le chrome serait issu plutôt des bétons. Il proviendrait selon une étude faite par Dosho et al. (2007) entre autres de four à brique réfractaire.</p> <p>Le potentiel polluant des granulats de construction et de démolition recyclés est proportionnel à la masse volumique des particules, au rapport liquide/solide et à l'épaisseur de la matière.</p> <p>La forte réduction de la taille des particules engendre un lessivage plus important en éléments surtout les sulfates.</p>
<p>Influence of the sulphate content of recycled aggregates on the properties of cement-treated granular materials using Sulphate-Resistant Portland Cement.</p> <p>L'influence de la teneur en sulfates des agrégats recyclés sur les propriétés des matériaux granulaires traités au ciment Portland résistant aux sulfates.</p>	Agrela et al.	Espagne	Granulats mixtes	<p>Les sulfates dans les granulats recyclés appliqué à la fabrication des granulats traités au ciment réduit la résistance à la compression dans ces mélanges augmentent l'instabilité dimensionnelle à long terme.</p> <p>L'étude a montré que l'utilisation d'un ciment plus résistant aux sulfates permettait de traiter des proportions en granulats recyclés supérieures aux seuils fixés par les normes espagnoles.</p>
<p>Correlation analysis between sulphate content and leaching of sulphates in recycled aggregates from construction and demolition wastes.</p> <p>L'analyse de la corrélation entre la teneur en sulfates et la lixiviation des sulfates des granulats recyclés de déchets de démolition et de construction.</p>	Barbudo et al.	Espagne	Granulats recyclés de déchets de démolition et de construction	<p>Les principales sources de sulfates dans les déchets de construction et de démolition sont le gypse et les céramiques.</p> <p>Les échantillons dont les teneurs en gypse ou en céramique sont respectivement supérieures à 2 % et 30% présentent une solubilité en sulfates supérieure à 0,9 %SO<sub>3</sub> avec une lixiviation à l'eau et 1,3 %SO<sub>3</sub> avec de l'acide.</p> <p>Une corrélation entre le pourcentage de gypse et la quantité de sulfates relarguée a été recherchée. Il a été conclu que toutes les sulfates lessivés des granulats ne proviennent pas uniquement des sulfates mais également d'autres composants (céramique, bétons, roches naturelles) qu'il faut prendre en considération.</p> <p>Un facteur limitant est à prendre en considération : l'équilibre de la solubilité du gypse. Car quand l'équilibre est établi, la solution est saturée et par conséquent, quelle que soit la quantité de gypse rajoutée, la quantité de sulfates solubilisés récupérée reste négligeable. Dans cette étude, l'équilibre est établi à partir de 3% de gypse.</p>



<p>Construction demolition wastes, Waelz slag and MSWI bottom ash: A comparative technical analysis as material for road construction.</p> <p>Les déchets de construction et de démolition, laitiers de Waelz et les mâchefers d'incinération d'ordures ménagères : analyse technique comparative pour une utilisation en technique routière.</p>	Vegas et al.		<p>Déchets de construction et de démolition, laitiers de Waelz et les mâchefers d'incinération d'ordures ménagères</p>	<p>Tous les produits testés (les déchets de construction et de démolition ainsi que toutes les scories) sont aptes à être réutilisés en techniques routières car ils présentent des propriétés mécaniques satisfaisantes.</p> <p>Les auteurs ne se sont pas intéressés à l'impact environnemental de ces matériaux, ils ont juste pris en compte l'aspect mécanique.</p> <p>Une analyse minéralogique a été réalisée dans cette étude. Les auteurs donnent la composition de différents artefacts qu'on peut trouver dans les produits de démolition et de construction comme les bétons et mortiers, le plâtre et les briques. Ils donnent également la composition minéralogique de plusieurs scories (laitiers et mâchefers d'incinération de déchets ménagers).</p>
<p>Feasible use of recycled concrete aggregates and crushed clay brick as unbound road sub-base.</p> <p>Possibilité de réutilisation des granulats de béton recyclés et briques d'argile concassées dans les couches de fondation d'une route.</p>	Poon et al.	Hong Kong	<p>Granulats de béton et briques d'argile concassées.</p>	<p>L'utilisation de 100% de granulats de béton augmente la teneur en eau optimale et engendre une diminution de la densité sèche à l'optimum en comparaison aux matériaux naturels. Le remplacement des granulats de béton par les briques d'argile concassées provoque une augmentation de la teneur en eau optimale et une baisse supplémentaire de la densité sèche optimale. Les auteurs expliquent cette différence par le fait que les briques ont une masse volumique des particules plus faible et une capacité d'absorption d'eau plus importante que les granulats de béton.</p> <p>La quantité de sulfates soluble à l'eau est plus importante dans les briques que dans les granulats de béton et les matériaux naturels.</p> <p>Les granulats naturels et les granulats de bétons sont plus performants que les briques dans le test de résistance. Les auteurs proposent comme explication le postulat suivant : Une plus grande quantité de mortier liant réagit avec les sulfates utilisés dans le test, ce qui conduit à une désintégration totale.</p> <p>L'utilisation de ces matériaux pour la construction d'une couche de fondation engendre une couche de plus faible densité sèche optimale et une teneur en eau optimale plus élevée par comparaison avec les matériaux naturels.</p>
<p>Geotechnical and geoenvironmental properties of recycled construction and demolition materials in pavement subbase applications.</p> <p>Les propriétés géotechniques et géo-environnementales des matériaux de construction et de démolition recyclés pour une application en couche de fondation de chaussée.</p>	Arulrajah et al.	Australie	<p>Matériaux de construction et de démolition (granulats de béton recyclé, briques concassées, déchets rocheux, asphalte).</p>	<p>Les auteurs ont trouvé après des essais géotechniques et mécaniques (analyses granulométriques, mesure de masse volumique des particules, essai de compactage et essai CBR, mesure de conductivité hydraulique et de résistance au cisaillement) que certains de ces déchets comme les débris de roches et les granulats de béton présentaient des performances mécaniques égales voire même supérieures à celles des matériaux granulaires naturels des carrières. Pour les autres, des corrections granulométriques ou des traitements étaient nécessaires.</p>

Geotechnical properties of blends of recycled clay masonry and recycled concrete aggregates in unbound pavement construction.  es propriétés géotechniques des mélanges de briques d'argile recyclées et de granulats de béton recyclé dans la construction d'une chaussée.	Azam et Cameron	Australie	Mélanges de granulats de béton recyclé et de briques d'argile de maçonnerie recyclées.	Les tests réalisés par les auteurs montrent que les mélanges réalisés à partir des granulats de béton recyclé et des briques d'argiles de maçonnerie peuvent être utilisés pour la construction d'un trottoir. Ils démontrent qu'un mélange constitué de 20% de briques d'argile de maçonnerie recyclées et 80% de granulats de béton recyclé satisfait les exigences des normes australiennes.
---	-----------------	-----------	--	---

**Tableau 6: Les guides techniques régionaux (liste consultable: <http://www.centre-est.cerema.fr/guides-locaux-r362.html>)**

Guide régional	Matériaux concernés par le guide	Processus de valorisation
Guide des matériaux du BTP (Région Centre) (2007) <a href="http://midipyrenees.cfaunicem.com/userfiles/old/51550-Le_guide.pdf">http://midipyrenees.cfaunicem.com/userfiles/old/51550-Le_guide.pdf</a>	Les MIOM, le sable de fonderie, les déchets de chantier valorisés (excédents de chantiers, déchets issus de la démolition ou déconstruction)	1/Préparation des matériaux Tri des matériaux pour extraire les produits indésirables. Stockage et/ou criblage Traitement à la chaux si nécessaire 2/Caractérisation selon usage : Utilisation en terrassement et en couche de forme : NF P11-300, guide technique pour le traitement des sols à la chaux et aux liants hydrauliques (2000), guide de 1994 pour le remblayage des tranchées et la réfection de chaussée. Pour les matériaux utilisés en enrochement, les normes NF EN 13383-1 et -2. Pour les matériaux utilisés en couches de chaussée, on fait référence à des normes françaises et européennes, des notes d'information du CFTR (Comité français pour les techniques routières) et des guides techniques.
Guide technique de valorisation des matériaux locaux ( <i>Setra, 2004</i> ) <a href="http://dtrf.setra.fr/notice.html?id=Dtrf-003682">http://dtrf.setra.fr/notice.html?id=Dtrf-003682</a>	Matériaux naturels, sous-produits industriels, matériaux de recyclage  Hors normes ou hors spécifications.	1/ Identification du facteur de risque. 2/ Évaluation du facteur de risque Identification du gisement et du matériau. Une étude au laboratoire des propriétés caractérisant le matériau : par exemple, pour les matériaux traités aux liants hydrauliques destinés à un usage en couche de forme, il s'agit de réaliser une étude de formulation de niveau 2. Les performances minimales requises sont celles de la zone 5. Un chantier d'essai pour valider la formule choisie.

<p>Guide technique d'emploi et utilisation des déblais de terrassement valorisés à la chaux (Haute Normandie) (2009)</p> <p><a href="http://www.arebtp.fr/index.php?option=com_content&amp;task=view&amp;id=263&amp;Itemid=356">http://www.arebtp.fr/index.php?option=com_content&amp;task=view&amp;id=263&amp;Itemid=356</a></p>	<p>Sols excavés</p>	<p>1/Identification des matériaux.</p> <p>2/plateformes de valorisation</p> <p>Tri</p> <p>Scalpage (dmax entre 60 et 100 mm), criblage, émottage.</p> <p>Malaxage avec la chaux si nécessaire.</p> <p>3/ Étude de formulation de niveau 2 du mélange matériaux/ liants hydrauliques.</p>
<p>Guide technique pour l'utilisation des matériaux alternatifs de Bourgogne :</p> <p>Les co-produits de carrières - les enduits superficiels d'usure (ESU) de petites granularité, 2012</p> <p>Les graves de recyclage issues de la déconstruction du BTP, 2012</p> <p>Les graves issues des mâchefers d'incinération de déchets non dangereux, 2012</p>	<p>Graves de recyclage issues de la déconstruction du BTP (Bétons, briques, graves hydrauliques, graves naturelles, enrobés bitumineux).</p>	<p>1/ Tri : Elimination de produits tels que le plâtre, plaques fibrées d'étanchéité...</p> <p>2/ Installation de recyclage/ concassage : émottage, criblage, concassage, déferrailage.</p>
<p>Guide d'utilisation des matériaux lorrains en technique routière (matériaux de démolition) (2011)</p> <p><a href="http://www.est.cerema.fr/IMG/pdf/guide_materiaux_de_demolition_cle0edb9a-1.pdf">http://www.est.cerema.fr/IMG/pdf/guide_materiaux_de_demolition_cle0edb9a-1.pdf</a></p>	<p>Déchets du BTP : bétons, grave hydraulique, grave naturelle, briques, enrobés.</p>	<p>1/Tri visuel et séparation selon la nature des matériaux (briques, bétons, grave...) et le prétraitement qu'ils devront recevoir.</p> <p>2/Prétraitement : émottage et concassage de la grosse fraction (brise roche hydraulique).</p> <p>3/Criblage-scalpage : élimination de la fraction fine susceptible de contenir des argiles.</p> <p>4/ Concassage</p> <p>5/Déferrailage</p> <p>Ces étapes sont réalisées dans des centres de recyclages ou en installation de recyclage</p>
<p>Guide technique pour l'utilisation des matériaux régionaux d'Ile de France : valorisation des excédents de déblais de travaux publics</p> <p>(Les bétons et produits de démolition recyclés, 2003, Valorisation des excédents de déblais de travaux publics, 2003, Catalogue des structures de chaussées, 2003, Les sablons, 1996, Les limons,</p>	<p>Déblais superficiels issus de travaux d'excavation.</p>	<p>1/ Installation de traitement :</p> <p>Sélection et tri des matériaux à l'excavation et avant scalpage.</p> <p>Scalpage à 100 mm : le refus est concassé puis introduit dans le processus ou valorisé tel quel.</p> <p>Criblage et émottage à 31,5 mm : même processus que l'étape précédente.</p> <p>Malaxage et apport de réactifs.</p>

<p>1996, Les chailles, 1996, Les calcaires, 1996)</p>		<p>Stockage.  2/Réemploi  Traitement à la chaux dans le cas d'un matériau trop humide  Études de formulation (GTS)</p>
<p>Guide d'utilisation en travaux publics des graves de recyclage (grave recyclées de démolition et de mâchefer), Rhône-Alpes (2005)</p> <p><a href="http://www.centreest.cerema.fr/IMG/pdf/RA_graves_recycles_V2005_cle5e5c42.pdf">http://www.centreest.cerema.fr/IMG/pdf/RA_graves_recycles_V2005_cle5e5c42.pdf</a></p>	<p>Matériaux de démolition  Mâchefer</p>	<p>1/ Matériaux de démolition :  Contrôle des matériaux entrants : déterminer entre autre les matériaux acceptés pour le recyclage et exclure certaines impuretés comme le plâtre, le plastique...  Élaboration  Caractérisation  2/les mâchefers :  Contrôle des matériaux  Élaboration puis caractérisation.</p>

Finalement, il apparaît que les sols urbains en France n'ont pas de statut réglementaire véritablement défini. Ils sont considérés assez systématiquement comme des déchets lorsqu'ils sortent de leur site d'excavation avec le titre de « terres excavées ». Leur réemploi actuellement n'est possible qu'en suivant le circuit de valorisation des terres excavées (guides de caractérisation, guide de réemploi...).

Lorsque le sol est jugé inerte (preuve apportée par les tests de lixiviation), il existe une voie de valorisation actuellement pratiquée qui porte sur des matériaux issus de:

- travaux de terrassements en pleine masse ou d'aménagement de plates-formes industrielles ou pavillonnaires,
- travaux d'excavation sur des chantiers routiers (chaussées et tranchées) et de Voiries et Réseaux Divers (VRD),
- stériles générés en centres de valorisation lors de l'élaboration de graves issues de déconstruction,
- découvertes issues de l'exploitation de carrières et de gravières.

Cette voie de valorisation consiste à chauler les terres en place sur site ou sur plateforme de stockage. Cette voie de valorisation a fait l'objet de nombreux guides de valorisation locaux comme le Guide Rhône-Alpes d'utilisation en Travaux Publics - Graves de valorisation, Graves de déconstruction – CEREMA (2014) ou le Guide Rhône-Alpes d'utilisation en Travaux Publics, Graves de valorisation - Graves chaulées, CETE Lyon (2013). Un guide national est en cours d'écriture actuellement (FFB/SRBTP/Cotita). Ces terres chaulées deviennent des produits commercialisés comme URBASOL (terres inertes recyclées traitées à la chaux –Yprema), Terres chaulées (SYNEOS).

### 1.2.2 Quelques pratiques internationales

L'association Record (Recherche coopérative sur les déchets et l'environnement) a réalisé une synthèse des pratiques au niveau de cinq pays européens : France, Belgique, Allemagne, Italie et Pays-Bas (*Leroy, 2004*). Les pratiques évoquées concernent la gestion des sols et sites pollués, la gestion des déchets et le devenir des terres polluées et dépolluées excavées et éliminées hors site. Leurs conclusions sont exposées dans les paragraphes qui suivent.

- **En Belgique**

Il existe trois réglementations pour la gestion des terres excavées en Belgique. Ces réglementations dépendent des trois régions de ce pays : Flandre, Wallonie et région de Bruxelles capitale. À Bruxelles, on applique la note « Conditions de réutilisation des terres excavées » du 19/01/2012 et

en Wallonie le règlement AGW (14/06/2001), remplacé en mai 2009 par le décret relatif à la gestion des terres, dit Décret « Sols ».

La région Flandre est, quant à elle, régie par le règlement Vlarebo chapitre XIII (décembre 2007). Ce chapitre comporte quatre exigences qui dictent : les responsabilités et procédures, conditions d'usage des terres excavées, code de bonnes pratiques et procédures standards, agrément des dépôts provisoires et des centres d'assainissement des terres (Heurckmans, 2009). Le schéma de la Figure 12 résume la procédure de traçabilité des terres et les responsabilités de chaque partie. L'obligation pour le maître d'ouvrage de caractériser en phase d'avant-projet les terres à excaver et l'accélération du traitement des dossiers de certification et de traçabilité via un organisme agréé ont été les clefs de la réussite du cadre réglementaire en Région flamande.

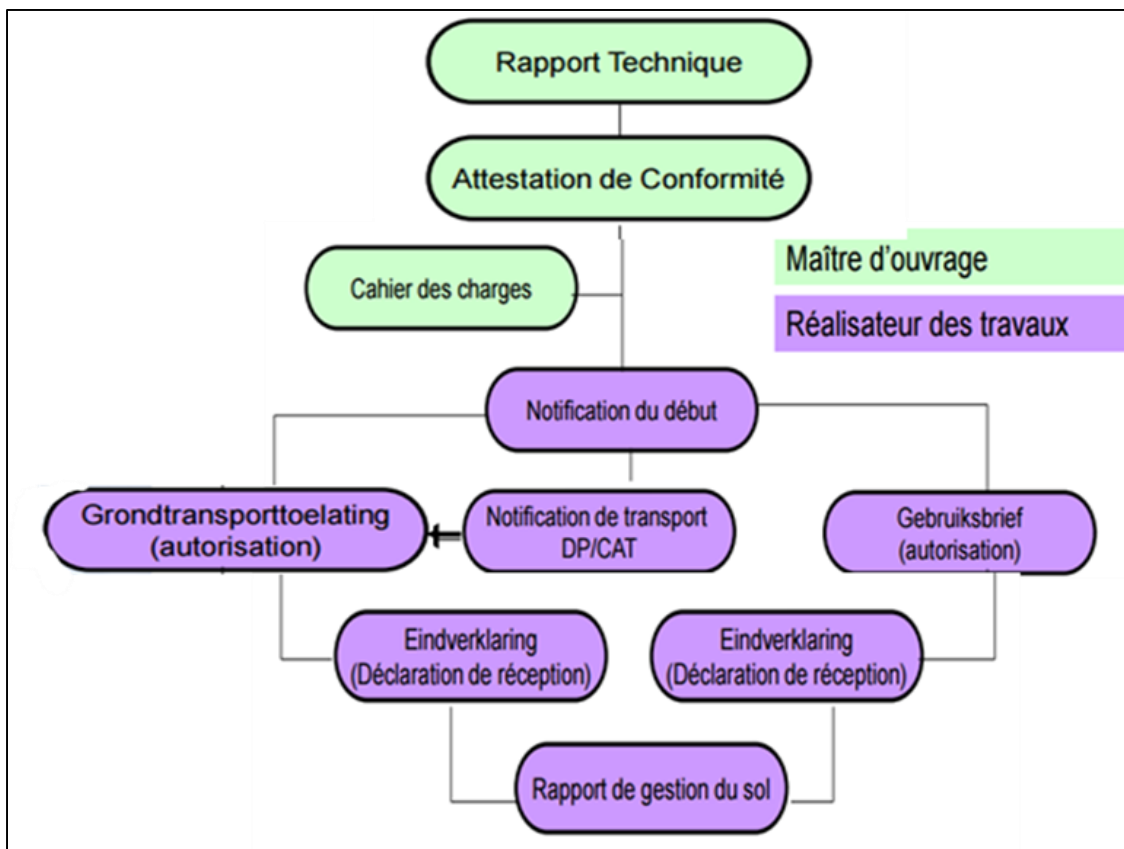


Figure 12: Synthèse de la démarche de traçabilité des terres excavées en région Flandre (Heurckmans, 2009)

En Wallonie, le Décret « Sols » a remplacé l'arrêté AGW. Ce dernier a été jugé très dur à appliquer. En effet, le Centre de Recherches Routières (CRR) en 2002 a réalisé une étude pour la Confédération de Construction wallonne et a démontré la difficulté de respecter les seuils dans les travaux de remblayage en Région wallonne fixés par le règlement AGW. Selon cette étude, une utilisation des valeurs seuils de l'AGW « Valorisation » conduisait à considérer de l'ordre de 70% des terres excavées en Région wallonne comme des déchets non valorisables.

Face à ce constat et à la facilité du cadre réglementaire en Flandre, le décret « Sols » propose un système de valeurs de référence en fonction de l'usage effectif du terrain en prenant en compte les concentrations géochimiques naturellement présentes dans le sol. Il permet aussi de faciliter les mouvements de terres faiblement contaminées vers des sites ayant un usage restrictif, par exemple les zones industrielles (*Argeles et Delaby*).

- **Pays Bas**

Au Pays-Bas, les terres polluées excavées ne sont considérées comme des déchets qu'à la condition qu'elles ne soient pas réutilisables, en état ou après un traitement approprié (la nécessité d'un traitement est statuée par le Centre de service du sol CSS). La prévention de la pollution des sols et la gestion des sites pollués sont encadrées par la loi WBB (Wet Bodem Bescherming), entrée en vigueur en 1987 et modifiée à plusieurs reprises. L'excavation, le transport et la destination des terres excavées polluées est traitée au cas par cas. Le décret BSB relatif aux matériaux de construction (1er juillet 1999), est le principal décret qui régit la valorisation des terres. Pour envisager les possibilités de réutilisation des terres excavées contaminées, deux paramètres sont regardés: la composition en polluants et la lixivabilité de ceux-ci.

- **Allemagne**

La législation allemande ne fixe pas de modalités particulières pour la valorisation en matière des déchets. Chaque producteur de déchets est tenu de déterminer lui-même les voies de valorisation des déchets qu'il génère. Les terres polluées excavées sont considérées comme des déchets à éliminer ou à valoriser. Le cadre légal pour l'excavation des sols pollués est déterminé par les deux textes suivants :

- la loi fédérale BBodSchG (Bundes-Bodenschutzgesetz) du 17 mars 1998, relative à la protection du sol.
- l'ordonnance fédérale BBodSchV (Bundes-Bodenschutz- und Altlastenverordnung) du 12 juillet 1999, relative à la protection du sol et aux sites pollués.

Deux cas se présentent après l'excavation des sols pollués : soit les sols contaminés sont traités dans une installation spécialisée pour une réutilisation, soit ils sont éliminés. Une troisième possibilité existe, qui consiste à réutiliser les terres sur site, à condition qu'elles ne soient que légèrement contaminées et qu'elles présentent des risques sanitaires et environnementaux acceptables.

- **En Italie**

Jusqu'en décembre 2002, seules les terres contaminées à des seuils de pollution dépassant les valeurs CLA (Concentrazione Limite Accettabili), déterminées par la réglementation pour une utilisation industrielle ou commerciale, étaient considérées comme des déchets. Cette situation a changé depuis qu'une procédure d'infraction a été notifiée à l'Italie par la Commission européenne.

L'évacuation des sols contaminés hors site est encadrée par la réglementation relative au transport des déchets. L'article 15 du « décret Ronchi » qui traite cette problématique stipule que tout transport de déchets doit être accompagné d'un formulaire d'identification.

Les règles en matière d'élimination et de valorisation des déchets sont prévues, respectivement, par les articles 5 et 4 du « décret Ronchi ».

Les terres excavées peuvent être réutilisées sans restriction pour tous les travaux car elles ne sont pas considérées comme des déchets. Par contre, si ces terres proviennent de sites contaminés, elles subissent un tamisage et l'élimination de la fraction polluée.

La protection des eaux souterraines est sérieusement prise en compte. L'impact des matériaux est évalué par des tests de lixiviation conformément au décret du 5 février 1998 relatif à l'identification des déchets non dangereux soumis aux procédures de récupération simplifiées.

### **1.3.Effet des opérations de compactage et de traitement sur les sols**

Dans le domaine des techniques routières, les sols sont amenés à subir un certain nombre de traitements comme mentionné dans le GTR. Ils sont généralement compactés et peuvent subir un traitement à la chaux et/ou aux liants hydrauliques. Dans le cas des sols urbains, ces opérations peuvent entraîner une modification de leur microstructure, voire de leur capacité à retenir ou relarguer des polluants.

#### **1.3.1 Effet du compactage sur les sols urbains**

- **Effet du compactage du sol sur sa microstructure**

Les sols urbains tout comme les différents sols rencontrés en techniques routières changent de microstructure lorsqu'ils subissent des opérations de compactage. Dès 1958, *Lambe (1958)* a montré que la microstructure d'une argile compactée change avec la modification de la teneur en eau de compactage. Un système de particules parallèles appelé système dispersé est généré quand on compacte à droite de l'optimum Proctor. Quand on compacte à gauche de l'optimum, un système floculé de particules apparaît.



*Braden et Sides (1970)* ont montré également que le compactage à une teneur en eau basse donne des granulats durs et peu déformables. Ceci donne une densité sèche basse et des macropores (création d'une structure ouverte). En augmentant la teneur en eau, les granulats deviennent de moins en moins durs, ce qui fait disparaître les macropores et par conséquent augmenter la densité (apparition d'une structure ouverte et à moitié orientée). Quand la teneur en eau est très élevée, la densité diminue car l'eau ne remplace pas facilement l'air piégé dans les pores et les particules argileuses s'orientent (apparition d'une structure orientée).

▪ **Effet du compactage sur le relargage en polluants**

L'effet du compactage sur la granularité du matériau a été montré par *Arulrajah et al. (2013)* sur cinq types de matériaux de construction et de démolition (Figure 13). Ils ont montré que le compactage engendre une détérioration des matériaux. Ce phénomène est plus visible sur les briques et l'asphalte recyclé.

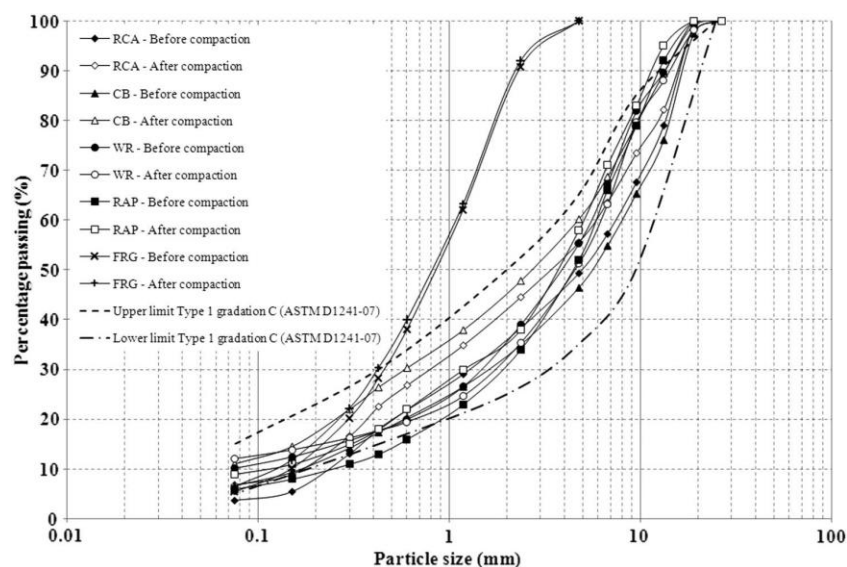


Figure 13: Modification de la granularité des matériaux après compactage (*Arulrajah et al., 2013*).

*Galvin et al. (2014)* ont montré dans la pratique que le compactage d'un sol tend à abaisser le relargage en sulfate et en chrome dans les granulats mixtes, tandis que ce relargage augmente dans les bétons. La même tendance est constatée pour les autres éléments mais ils ne sont pas représentés dans la publication. Les auteurs ont cherché les propriétés physiques des granulats après compactage pour tenter d'expliquer cette différence. Par un essai Los Angeles et un essai d'équivalent de sable, les auteurs ont montré que les granulats de béton ont une fragmentation très importante due à un composant particulier, le mortier (*Sanchez et Alaejos, 2009*). Cette fragmentation (qui peut avoir lieu lors des opérations de compactage) est à l'origine de la libération de quantité très importante de particules fines qui relarguent plus de polluants. *Peters (1999)* et

*Townsend et al. (2003)* ont montré par ailleurs que le relargage en polluants est beaucoup plus important dans les fractions fines. *Van der Sloot et al. (1996)* ont émis l'hypothèse que la capacité polluante d'une particule est déterminée par la distance que doit parcourir un contaminant du centre de la particule jusqu'à la phase aqueuse. Plus la particule est petite, plus elle peut potentiellement relarguer des polluants, car elle possède une grande surface spécifique qui permet une dissolution accrue qui peut atteindre le cœur de la particule plus facilement que dans le cas des particules massives. Cette grande surface permet également de relarguer une quantité plus importante de polluants adsorbés.

### 1.3.2 Traitements des sols

Le traitement consiste à incorporer un liant dans le sol, dans le but d'améliorer ses propriétés physiques à court terme (sensibilité à l'eau et au gel ou sa plasticité), ou d'améliorer ses propriétés mécaniques à moyen et long termes. Ce procédé permet de valoriser des matériaux aux caractéristiques médiocres dans les domaines allant de la voirie légère aux infrastructures plus lourdes (autoroutes, LGV, aéroport...).

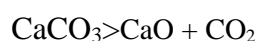
La technique du traitement des sols en France est encadrée par une codification adaptée. Le guide de traitement des sols pour la réutilisation en remblai ou en couche de forme (GTS, *SETRA/LCPC, 2000*) liste l'ensemble des actions à réaliser en fonction de l'avancement des projets pour l'utilisation de ces matériaux.

#### ▪ Les produits de traitement et leurs actions sur les sols humides

Il existe plusieurs produits aux propriétés liantes utilisés dans le traitement des sols en techniques routières. Les plus courants sont la chaux et les liants hydrauliques (utilisés séparément ou combinés). La chaux seule est généralement utilisée en petite quantité (~1% de matière sèche) pour une amélioration des performances à court terme. L'utilisation du ciment dans des volumes plus importants (~5%) permet une amélioration durable des performances mécaniques. Quand les sols présentent une activité argileuse importante, il est généralement nécessaire de coupler ces deux traitements.

#### a. La chaux

La chaux vive CaO provient de la calcination du carbonate de calcium à une température supérieure à 900°C. Cette opération se fait suivant l'Equation 1.3 (*Lemaire, 2012*).



1.3

L'ajout de chaux vive à un sol humide conduit à la formation d'oxyde de calcium (portlandite) suivant une réaction exothermique représentée par l'Équation 1.4. Une fois formée, la portlandite  $\text{Ca(OH)}_2$  peut être dissoute pour libérer des ions calcium  $\text{Ca}^{2+}$  et des ions hydroxyles  $\text{OH}^-$  (Équation 1.5). Les ions  $\text{OH}^-$  augmentent le pH du sol jusqu'à une valeur d'environ 12,4 qui correspond au pH d'une solution saturée en portlandite (*Le Runigo, 2008*).



Lorsque le pH atteint cette valeur de 12,4, le milieu est favorable à la dissolution de la silice ( $\text{SiO}_2$ ) et de l'alumine ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) contenues dans le sol. Une fois en solution, ces deux espèces se combinent avec le calcium libéré par la chaux pour former des produits cimentaires de nature similaire avec ceux issus de l'hydratation du ciment (CSH ou CAH) mais qui restent néanmoins mal cristallisés et se présentent sous forme de gels (*Le Runigo, 2008*). Ces réactions sont appelées les réactions pouzzolaniques. *Ingles (1970)* suggère également que les réactions pouzzolaniques pourraient être initiées par la dissolution des contours des feuillets argileux en contact avec l'eau du sol. Il y aurait alors mise en solution de la silice, et, précipitation de CSH sur les bords des argiles. Ces réactions seraient, selon lui, poursuivies jusqu'à épuisement de l'eau contenue dans les pores. L'ajout de la chaux au sol a plusieurs effets, outre la formation d'hydrates cimentaires:

- **La floculation des argiles :** l'apport d'une grande quantité de  $\text{Ca}^{2+}$  par la chaux conduit à la réduction de la charge nette négative des argiles par un phénomène appelé dans la littérature anglophone « crowding effect » (effet de concentration) qui consiste en un amassement des ions calcium à la surface des particules argileuses. Cette réduction de la charge conduit à la diminution des forces de répulsions des particules argileuses et à la floculation des argiles (*Le Runigo, 2008*).
- **La modification des propriétés du sol au compactage :** les sols traités à la chaux présentent une densité à l'optimum Proctor plus faible que celle des sols naturels, et leur teneur en eau de compactage optimale est décalée vers des teneurs en eau plus fortes (voir exemple sur la Figure 14). Cette diminution de densité est attribuée à la réorganisation des particules argileuses causée par le phénomène de floculation/agrégation.

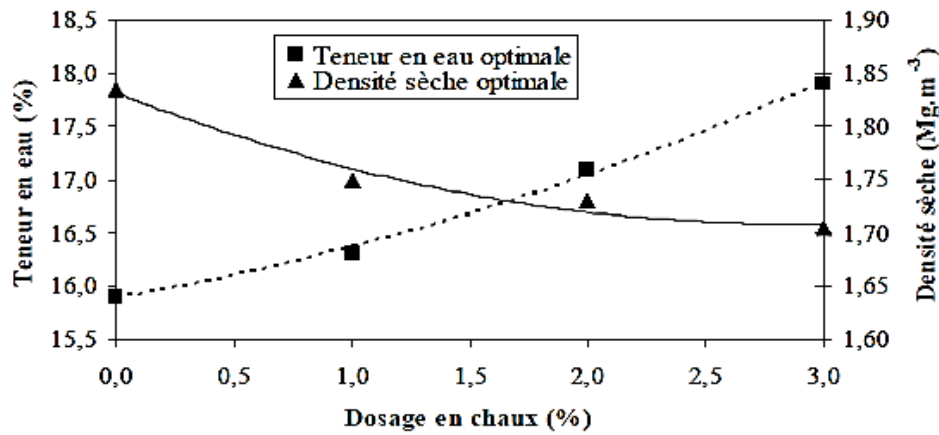


Figure 14: Modification des caractéristiques de compactage d'un sol argileux en fonction de la teneur en chaux d'après *Osula (1996)*

## b. Le ciment

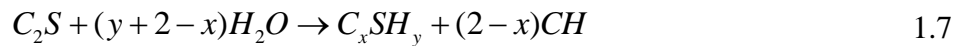
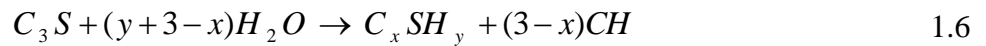
On retrouve plusieurs types de ciment normalisés allant de CEMI à CEMV dont la composition et la fonction sont définies par des normes dont la norme *NF EN 197-1 (2001)*. Dans la présente étude, le ciment utilisé a été un CEMII. Ce ciment est composé de 65% à 95% de clinker. Le reste se compose de calcaire (autour de 10 %) et de gypse ( $\text{CaSO}_4$ ), et éventuellement de cendres volantes, de laitier de haut fourneau, de pouzzolane naturelle et/ou de fumée de silice.

Le clinker est obtenu par cuisson d'un mélange de calcaire et d'argile à une température proche de 1450 °C et il est composé de quatre constituants principaux répertoriés par *Lemaire (2012)* dans le Tableau 7.

Tableau 7: Composition du clinker (*Lemaire, 2012*)

Nom	Formule chimique	Notation des cimentiers	% mass.
Silicate tricalcique	$(\text{CaO})_3 \text{SiO}_2$	C <sub>3</sub> S	60-65
Silicate bicalcique	$(\text{CaO})_2 \text{SiO}_2$	C <sub>2</sub> S	10-20
Aluminate tricalcique	$(\text{CaO})_3 \text{Al}_2\text{O}_3$	C <sub>3</sub> A	08-12
Alumino-ferrite tétracalcique	$(\text{CaO})_4 \text{Al}_2\text{O}_3 \text{Fe}_2\text{O}_3$	C <sub>4</sub> AF	08-10

Le Tableau 7 montre que le clinker est composé majoritairement de C<sub>3</sub>S (60% - 65 %) et de C<sub>2</sub>S (10 %- 20 %). L'hydratation de ces composés, dont les mécanismes sont très proches, conduit à la formation de silicates de calcium hydraté (CSH) selon un processus de dissolution-précipitation. Par ailleurs, les concentrations en OH<sup>-</sup> et en Ca<sup>2+</sup> sont suffisantes pour la précipitation de la portlandite  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  notée CH. L'hydratation du système est décrite par les équations globales 1.6 et 1.7 (*Moudilou, 2000*).



Les CSH sous forme de « feuillets » organisés en gel se développent à partir des grains de clinker anhydres et se rapprochent les uns des autres jusqu'à une distance limite. Afin de réduire les forces de tension de surface, ils se rejoignent par coalescence pour former les ponts liants qui sont à l'origine de la cohésion des grains lors d'un traitement au ciment (*Lemaire, 2012*).

### 1.3.3 Interactions entre les liants et les éléments perturbateurs

#### ▪ La matière organique

La matière organique peut perturber le traitement d'un sol. Il reste cependant à bien définir ce que l'on appelle matière organique. Dans les sols naturels, la matière organique du sol peut être définie comme étant de la matière carbonée produite par des êtres vivants, végétaux et animaux telle que les composés humiques (acide fulviques, acides humiques et humines évolués), les polysaccharides et les composés peptidiques... (*Le Borgne, 2010*). Dans les sols urbains, *Beyer et al. (2001)* ont montré que la matière organique du sol a une nature chimique différente. En plus de la présence d'humus et du carbone inorganique (résultant de la présence de carbonate de calcium) dans ces matériaux, le carbone technogène (COTech) est également une source de carbone.

La matière organique communément rencontrée dans les sols superficiels de type agricole perturbe généralement le traitement des sols de plusieurs manières. Les acides organiques (acide acétique, acides humiques, acides tanniques, ETDA) empêchent la prise et donc les produits cimentaires de se former à cause des faibles valeurs du pH que ces composés imposent (*Tremblay et al., 2002*). Ces auteurs ont montré que les acides organiques qui induisent dans la solution du sol des pH inférieurs à 9 comme les huiles, les hydrocarbures non miscibles et les sucres de type  $C_{12}H_{22}O_{11}$  (combinaison de fructose et glucose) retardent la prise en enrobant les particules de ciment (ralentissement de l'hydratation) mais, une fois l'hydratation lancée, ces composés sont sans conséquence sur les résistances finales (*Tremblay et al., 2002*).

La matière organique peut également être inhibitrice de prise hydraulique car une certaine quantité de liant sera alors perdue pour le développement des réactions hydrauliques (*GTR, 2000*).

## ▪ Les chlorures

L'origine anthropique des chlorures est associée à plusieurs sources : épandage sur les routes, effluents industriels, eaux usées et eaux de lixiviation des déchets, épandage d'engrais... (*Saussaye, 2012*). Les chlorures sont également rajoutés comme adjuvants accélérateurs de prise cimentaire (*Saussaye, 2012*). Seule une étude de *Xing et al. (2009)* montre un affaiblissement des performances mécaniques après l'ajout de chlorures. Ils expliquent cette chute par la réaction du  $\text{Cl}^-$  avec le  $\text{Ca}^{2+}$  et  $\text{Al}^{2+}$  pour former une phase de type  $\text{Ca}_2\text{Al}(\text{OH})_6 \text{Cl}(\text{H}_2\text{O})$  (ou sel de Friedel). Le développement de ce minéral inhibe la formation des silicates de calcium hydratés sans améliorer la cohésion. *Le Borgne (2009)* attribue une certaine dépendance des résultats de  $R_c$  au type de sol traité. En effet, il a montré qu'un dopage en chlorure d'un limon ne change pas ses performances, en revanche l'utilisation des chlorures dans un sable traité engendre une accélération de prise.

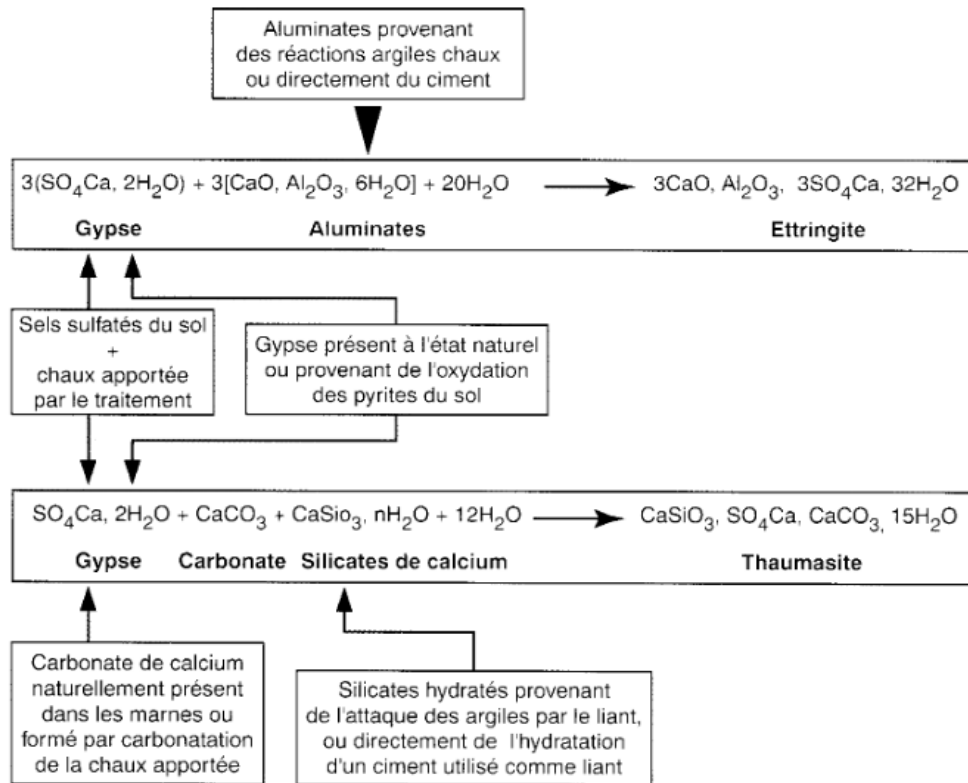
## ▪ Les composés à base de soufre

L'impact des ions sulfates sur le traitement des sols a été largement étudié et, compte tenu de l'occurrence de cet élément dans les sols urbains, une attention particulière lui est portée. Les interactions sulfates/produits de traitement donnent lieu à des dégradations de deux ordres :

- **une diminution des résistances mécaniques** : *Xing et al. (2009)* ont étudié le comportement en compression simple à 28 jours des sols riches en sulfates et ont montré que la résistance baisse lorsque la concentration en sulfates augmente. *Cordon (1962)* et *Wang (2002)* ont observé également que de fortes concentrations en sulfates causaient une fissuration et une réduction de la résistance mécanique du matériau. *Le Roux et al. (2000)* expliquent la chute de la résistance mécanique par l'affaiblissement des propriétés liantes lors de la consommation des espèces liantes pour la formation des phases secondaires (ettringite et thaumasite). *Verástegui-Flores et al. (2014)* ont montré par ailleurs qu'une circulation d'eau riche en sulfates dans un sol traité provoque une décalcification des produits cimentaires. La décalcification étant une dissolution de la portlandite et l'appauvrissement en atomes de Ca des C-S-H et autres hydrates, la conséquence directe est la chute des performances mécaniques de ces matériaux ;
- **des gonflements importants** : le processus menant à ce type de désordre résulte également de la formation d'espèces sulfatées comme l'ettringite ou la thaumasite résultant de la dissolution dans le premier cas de l'aluminate de calcium et, dans le second cas, de la dissolution des silicates de calcium. Le processus de formation de ces minéraux est synthétisé sur la Figure 15 (*Le Roux et al., 2000*).

L'ettringite ou « sel de Candlot » est un « trisulfoaluminates de calcium hydraté » de formule chimique ( $3\text{CaO}, \text{Al}_2\text{O}_3, 3\text{CaSO}_4, 32\text{H}_2\text{O}$ ). Sa structure est représentée sur la Figure 16. Elle se

présente sous deux formes, qui ne diffèrent que par leur mode de cristallisation, l'ettringite primaire et l'ettringite secondaire.



**Figure 15: Schéma des réactions conduisant aux minéraux sulfatés expansifs d'après *Le Roux et al. (2000)***

L'ettringite primaire se forme dans une matrice non durcie lors des premières phases de l'hydratation du ciment, par action du gypse sur le C3A. Elle ne présente aucun danger pour les ouvrages (l'ettringite dite d'hydratation précoce est non nocive et indispensable pour réguler la prise du ciment). L'ettringite secondaire ou différée prend naissance dans la matrice cimentaire solide. Elle est nocive dans un béton car elle provoque un gonflement du matériau. Dans le domaine des bétons, les réactions sulfatiques font l'objet de nombreuses recherches et on distingue l'attaque sulfatique interne (avec présence de sulfates initialement dans la matrice cimentaire) ou externe (lorsque les sulfates sont apportés par l'environnement au contact du béton).

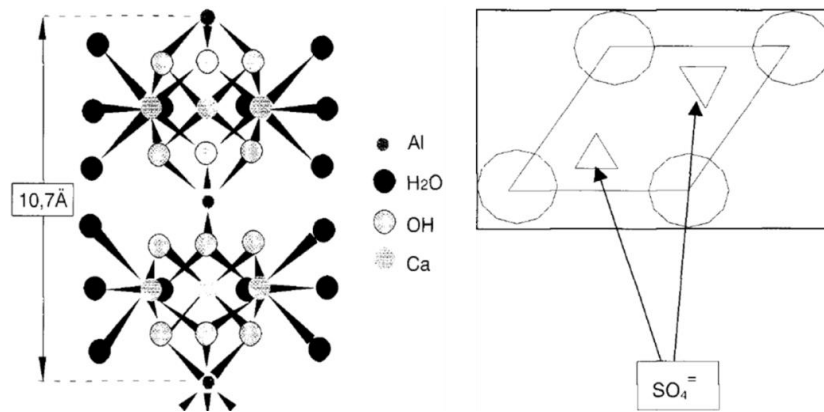


Figure 16: Structure de l'ettringite (Le Roux et al., 2000 ; Moore et al., 1970)

Enfin, dans le domaine du traitement des sols, *Le Borgne (2010)* a proposé une synthèse bibliographique des études traitant des seuils en composés soufrés provoquant des perturbations lors du traitement (Figure 17).

Il met l'accent sur la difficulté de fixer un seuil unique qui soit valable pour tous les sols. En effet, en plus de la concentration en composés soufrés, la composition du sol est importante pour la formation des minéraux perturbateurs. La solubilisation de la silice et de l'alumine pour permettre la formation de l'ettringite ou de la thaumasite dépend de la composition des sols et, suivant la disponibilité de ces deux éléments, les réactions opérant dans le sol peuvent être différentes.



Références	Stabilisants	Types de sol	Minéraux argileux	Forme du composé soufré	Seuil
Sherwood (1962)	Chaux	% d'argile différent			<0,25%
Dunlop et al. (1975)	Ciment				<0,09%
Kujala et al. (1986)	Ciment et gypse	Limon	Illite et chlorite	Gypse	<0,15%
Hunter (1988)	Chaux (4,5%)	Limon et argiles	Sepiolite, montmorillonite, kaolinite	Gypse	<1%
Raja (1990)	Chaux (5%)	Bentonite calcique		Sulfate de Na, K, Mg, Al	<0,05%
Perrin (1992)	Chaux	Argiles	Smectite, kaolinite, montmorillonite		<0,03%
Mitchell et Dermatas (1992)	Chaux	Sable + 30% d'argiles	Kaolinite	Sulfate de sodium et gypse	<0,3%
Rajasekaran (1994)	Chaux (3%)	Argiles marines	Montmorillonite, kaolinite, sepiolite	Sulfate de calcium et de sodium	<0,2%
Petry (1994)	Chaux				<1%
Sridhran et al. (1995)	Chaux (6%)	Black cotton	Montmorillonite	Sulfate de sodium	<0,5%
Rajasekaran et al. (1997)	Chaux (3%)	Argiles marines	Montmorillonite, chlorite, kaolinite, vermiculite	Sulfate de Na, K, Mg, Ca	<0,05%
McCallister et Tidwell (1997)	Chaux				0,01% à 0,5% risque faible à modéré
					0,5% à 1,2% risque modéré à sérieux
					>1,2% risque très sérieux
Wild et al. (1998)	Chaux (6%)	Kaolinite		Gypse	1%
Wild et al. (1999)	Chaux (6%) + scorie	Kaolinite	Kaolinite, micas	Gypse	1%
Baryla et al. (2000)	Chaux (1%) + Liant hydraulique routier (8%)	Marne (A2)		Pyrite et gypse	<0,1% adapté
					0,1 à 1% douteux
					>1% inadapté

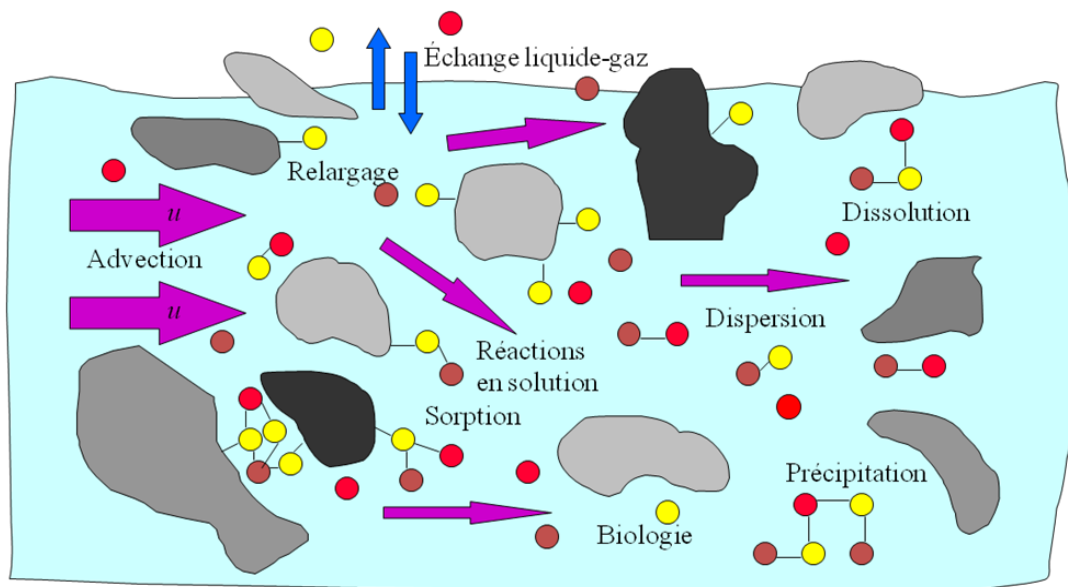
**Figure 17: Synthèse des études traitant la perturbation des prises cimentaires par les composés soufrés**  
(Le Borgne, 2010 ; Puppala et al., 2011)

## 1.4. Le transport des polluants dans les sols

L'objectif de cette partie est de comprendre les phénomènes intervenants dans le transport des polluants de la surface urbaine vers les nappes d'eau souterraine et d'en évaluer les risques vis-à-vis de la ressource en eau souterraine.

Le transport de polluants est indissociable de l'écoulement du fluide qui le véhicule ; le devenir des polluants dépend directement des lois et des paramètres descriptifs de l'écoulement de la phase fluide (Lemière et al., 2001). Les polluants peuvent aussi se déplacer grâce au transport de solides de type colloïde (les polluants étant adsorbés à leur surface) et ils peuvent également migrer dans le sol grâce aux bactéries qui possèdent leur propre mobilité.

Le transport de solutés par le fluide peut être de deux types : un transport non réactif et un transport réactif. Dans ce dernier cas, les solutés interagissent avec le milieu traversé et/ ou le liquide qui les véhicule. La Figure 18 illustre les réactions intervenant dans le transport réactif.



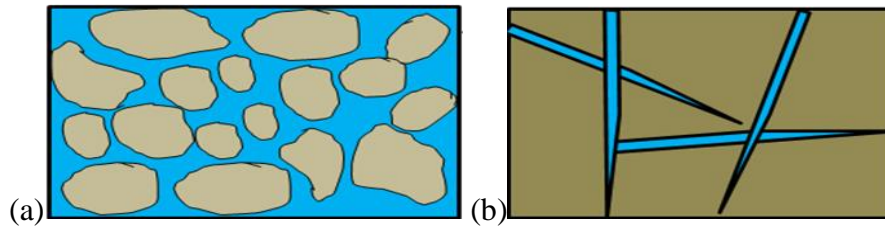
**Figure 18: Illustration des phénomènes d'advection, dispersion et réaction avec le milieu qui se produisent lors du transport réactif d'un soluté (Carrayrou, 2004)**

Dans un premier temps, les caractéristiques hydrauliques du milieu doivent être prises en compte. Cette étape est importante dans l'identification des phénomènes physiques régissant le transport. *Han et al. (2009)* évoquent deux régions dans le volume poreux : une région mobile où le transport de solutés s'effectue par convection et dispersion cinématique, et une deuxième région qui est immobile ou stagnante. Les échanges entre les pores des deux régions se font par diffusion moléculaire.

Dans un deuxième temps, les phénomènes physiques et chimiques qui interviennent dans le transport doivent être abordés.

### 1.4.1 Description du milieu poreux

La porosité totale correspond au pourcentage de vide contenu dans une roche ou un milieu poreux. Les vides peuvent être occupés par l'eau, l'air ou d'autres fluides. Elle peut se présenter sous deux formes : une porosité d'interstices et une porosité de fissures (Figure 19).



**Figure 19: Différents types de porosité : (a) porosité d'interstices, (b) porosité de fissure**

La perméabilité intrinsèque quant à elle est la propriété d'un corps poreux de se laisser traverser par les fluides. Cette constante caractéristique d'un milieu poreux est liée à la forme des grains et à la porosité cinématique (avec communication entre les pores). Elle est indépendante des caractéristiques des fluides et ne dépend que de la structure et de la connectivité des pores.

Enfin, l'écoulement de l'eau à travers les formations perméables a été étudié par Darcy en 1856 (*Darcy, 1856*). La loi Darcy est une loi empirique, obtenue pour un flux monodimensionnel à travers une colonne de sable homogène et s'écrit :

$$K = \frac{QL}{Ah} \quad 1.8$$

Où  $K$  : est la conductivité hydraulique ou coefficient de perméabilité (m/s),  $Q$  est le débit écoulé dans l'éprouvette ( $m^3/s$ ),  $L$  est la longueur de l'éprouvette (m),  $h$  est la charge hydraulique (m) et  $A$  la section exposée au fluide ( $m^2$ ).

La conductivité hydraulique est proportionnelle à la perméabilité intrinsèque  $k$  du sol qui est elle-même fonction de la porosité du sol. Elle dépend de la viscosité du fluide.

#### 1.4.2 Les processus physiques intervenant dans le transport des polluants

Le transport non réactif se fait suivant deux mécanismes principaux, la convection et la dispersion hydrodynamique du fluide (*Han et al., 2009*). La convection, considérée comme le phénomène le plus intuitif, est définie comme l'entraînement des éléments en solution par le fluide qui se déplace (*Besnard, 2003*). La dispersion hydrodynamique (mécanique) est quand à elle un phénomène lié à l'hétérogénéité des vitesses d'écoulement des particules d'eau au travers d'un milieu poreux saturé. La dispersion macroscopique provoque un étalement progressif des solutés transportés par rapport à l'écoulement global de l'eau dans le milieu poreux. La dispersion microscopique consiste en un mélange du soluté par le mouvement des particules dans la porosité connectée du sol. Elle dépend de la taille des pores puisque la vitesse d'écoulement des particules dans l'aquifère varie dans le sens inverse de la taille des pores interconnectés. La forme des pores (qui est dépendante de la

granulométrie) détermine la trajectoire des particules du soluté. Enfin, le potentiel de friction de l'écoulement sur les particules a également un impact sur le transfert.

La Figure 20 est une synthèse des paramètres qui ont un impact sur l'écoulement et le transport de particules par un fluide.

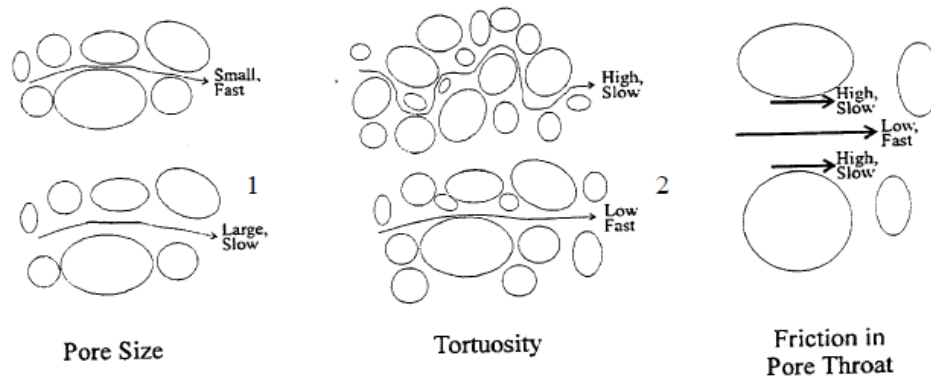


Figure 20: Mécanismes de dispersion mécanique (Blondel, 2000)

Un autre processus très important intervenant dans le transport des solutés est la diffusion moléculaire. Ce processus est une migration de solutés en présence d'un gradient de concentration. Quand un fluide est au repos, le mouvement brownien est défini comme étant une description mathématique du mouvement aléatoire d'une grosse particule dans un fluide, qui n'est soumise qu'à des chocs avec les petites molécules du fluide environnant. Ce mouvement envoie des particules dans toutes les directions de l'espace. S'il existe un gradient de concentration entre deux points voisins, le point le plus concentré enverra plus de particules que l'autre point. Ce type de diffusion intervient dans le cas des vitesses très lentes ( $\leq 10^{-7}$  cm/h).

### 1.4.3 Les processus chimiques qui contrôlent le transport

Plusieurs processus chimiques vont avoir un rôle déterminant sur le transport réactif :

- **Dissolution /précipitation et co-précipitation**

La dissolution est la solubilisation d'un élément à partir d'une phase résiduelle. Ce phénomène accélère la mobilité du polluant en le mettant en solution. On peut citer par exemple la dissolution du gypse à l'origine des sulfates ou la dissolution de minéraux à l'origine des éléments traces métalliques dans les sols.

- **Oxydo-réduction**

Les réactions d'oxydo-réduction ou réactions rédox sont un transfert d'électrons entre un donneur (le réducteur) et un accepteur (l'oxydant) (Lemière et al., 2001). Les phénomènes d'oxydo-réduction peuvent également être à l'origine d'une mise en solution de certains composés,

notamment métalliques (dégradation par transfert de matière). La matière organique des sols détruite par oxydation est alors en mesure de relarguer tous les polluants qu'elle a complexés à sa surface. La pyrite (un sulfure), lorsqu'elle est présente dans les sols, joue un rôle essentiel dans l'établissement du potentiel redox du sol. Une variation des conditions redox peut engendrer la mobilisation ou l'immobilisation d'un élément donné

- **Complexation aqueuse**

Il s'agit d'associations d'ions ou de molécules. Elle affecte la mobilité des contaminants métalliques en les retenant sous une forme plus ou moins mobile. Les métaux peuvent se lier, comme montré dans le Tableau 4, à différents ligands organiques et inorganiques. Une variation du pH ou de la force ionique de la solution du sol peut engendrer une modification de la mobilisation ou l'immobilisation d'un élément donné.

- **Adsorption ou sorption**

L'adsorption est l'accumulation de matière à l'interface entre la phase aqueuse et un adsorbant solide sans formation d'un arrangement moléculaire tri-dimensionnel. Cela signifie que l'élément adsorbé ne forme pas avec l'adsorbant une nouvelle phase solide en trois dimensions. L'adsorption dépend fortement de la surface spécifique. Les hydrogéologues emploient souvent le terme de sorption pour parler de l'adsorption car ils considèrent les deux termes comme synonymes. Ce phénomène retarde la migration des contaminants car il peut mobiliser les contaminants mais c'est un processus le plus souvent réversible, ce qui signifie que le contaminant peut être désorbé lors que les conditions du milieu changent. Les ions du complexe adsorbant sont en équilibre avec la phase aqueuse et toute modification de la composition de cette dernière peut engendrer un déséquilibre. Les modifications peuvent survenir sous forme de plusieurs facteurs tels qu'un changement du pH qui reste le facteur le plus étudiés (*Ineris, 2006*), du potentiel redox ou de la concentration des éléments (force ionique)... L'augmentation des valeurs de pH engendre généralement une augmentation des charges négatives à la surface des colloïdes (le point de charge de surface nul (PZC) définit le pH pour lequel la charge portée par le colloïde est nulle et, de part et d'autre de ce pH, la charge change de signe). Cela se traduit par une capacité accrue de sorption de cations. Inversement, la baisse du pH de l'eau dans un sol se traduit par une diminution de cette sorption cationique donc de la capacité d'adsorber des anions.

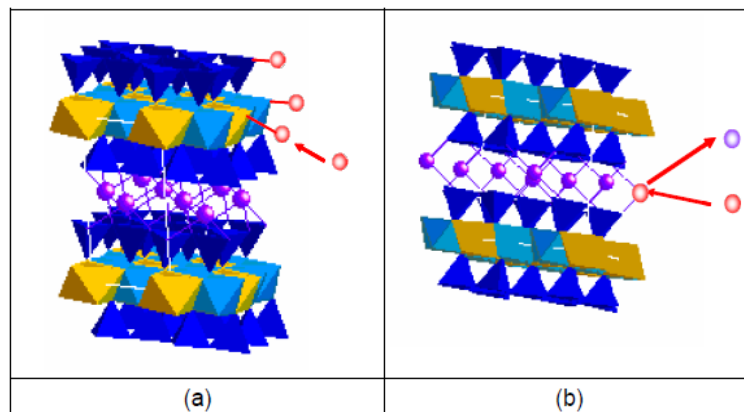
Trois grandes catégories de processus d'adsorption peuvent être distinguées :

- **adsorption par formation d'une liaison covalente** entre les ions métalliques tels que les métaux lourds ( $\text{Cd}^{2+}$ ,  $\text{Pb}^{2+}$ ...) et les groupes hydroxyles ( $\text{R-OH}$ ) terminaux de la surface du solide R. On a à faire alors à des complexes de sphères internes ;

- **adsorption par formation d'une liaison électrostatique** et, dans ce cas, il s'agit de complexes de sphère externe (dont l'énergie de liaison avec la surface est plus faible par rapport aux complexes de sphères internes) ;
- **adsorption par échange d'ions.**

Le premier et le deuxième cas sont prédominants dans les solides avec des surfaces qui présentent des groupes –OH terminaux (c'est le cas des oxy-hydroxydes). La troisième catégorie prédomine dans les solides qui possèdent des sites d'échange. Les trois cas peuvent être présents en même temps pour des solides qui présentent des groupes –OH terminaux et des sites d'échange, comme par exemple les argiles dont la structure est illustrée sur la Figure 21.

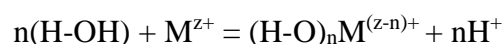
Dans le cas de l'adsorption par formation de liaisons covalentes, l'affinité relative de la surface d'un solide pour un cation d'élément trace métallique libre augmente avec la tendance du cation à former des liaisons fortes avec l'oxygène (*Ineris, 2006*). L'adsorption est une complexation des groupes –OH terminaux du solide avec un élément.



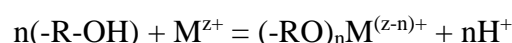
**Figure 21: Processus d'adsorption sur une montmorillonite (*Ineris, 2006*) (a) Formation d'une liaison covalente. (b) Échange d'ions ETM en solution.**

Cette réaction est analogue à l'hydrolyse d'un élément trace métallique (noté M) par l'eau, la seule différence étant qu'au lieu d'avoir une liaison  $H^+$  au niveau du  $OH^-$ , le groupe  $OH^-$  forme une liaison avec le solide dans le cas des réactions d'adsorption.

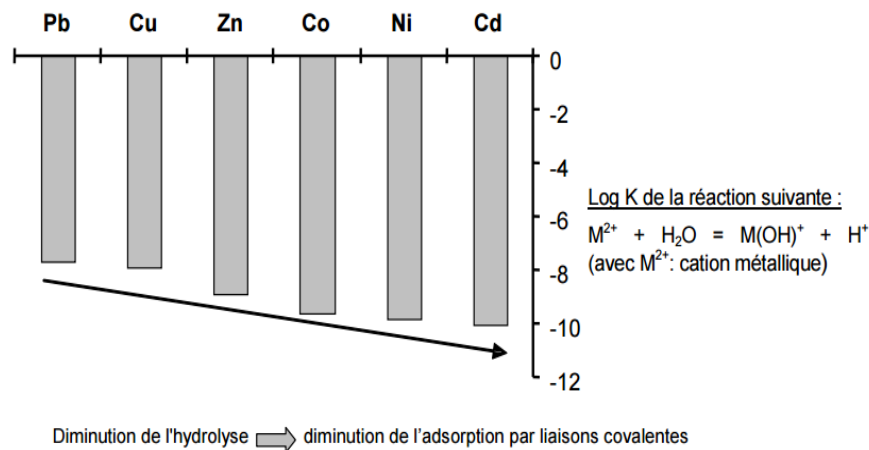
Réaction d'hydrolyse en solution (constante de réaction de complexation  $K_c$ ):



Adsorption sur une surface solide R (constante de réaction de complexation  $K_c'$ ):



La tendance d'un élément à l'adsorption dépend donc dans une certaine mesure de sa tendance à l'hydrolyse. La tendance à l'hydrolyse des ETM est présentée sur la Figure 22.



**Figure 22: Tendence à l'hydrolyse des ETM considérés**

Dans le cas de l'échange d'ions, la tendance à la substitution dépend de la charge et de la taille des éléments échangés (constante d'échange  $K_e$ ).

L'adsorption des cations est plus forte que les anions et la séquence d'adsorption d'anions sur l'oxyde de fer est la suivante :

Phosphate = silicate = arséniate > bicarbonate/carbonate > citrate = sélénite >  
 molybdate > oxalate > fluorure = séléniate > sulfate.

**- Complexation de polluants sur les colloïdes organiques et activité bactérienne :**

La complexation à la surface des colloïdes (organiques ou inorganiques) affecte la mobilité des métaux et, dans le cas du transport de soluté, retarde le transport, tout comme les bactéries qui peuvent ingérer les polluants (voire les utiliser pour leur métabolisme). Les bactéries interviennent par exemple dans les processus géochimiques tels que :

- l'oxydation de la matière organique,
- l'oxydation du fer divalent et des sulfures,
- la réduction de fer trivalent en fer divalent (via l'oxydation de la matière organique) dans des environnements anoxiques (sans oxygène),
- la réduction des sulfates en sulfures (illustrée sur la Figure 9).

Les colloïdes à base de carbone organique tels que les substances humiques et fulviques par exemple ont quant à eux de fortes affinités pour les éléments traces métalliques via les nombreux groupements réactifs existant à leur surface. Ces substances ont des masses moléculaires élevées et constituent des colloïdes très denses. Leurs groupes fonctionnels peuvent complexer les éléments traces métalliques et augmenter la mobilité des métaux lourds.

## 1.5 Synthèse et conclusions du chapitre 1

Dans ce premier chapitre, nous avons rassemblé un certain nombre de connaissances concernant les sols urbains et leur utilisation en technique routière. Nous avons montré que la valorisation de ces matériaux peut se heurter à plusieurs freins car ces matériaux ont une composition complexe, le plus souvent à l'origine d'un potentiel polluant non négligeable. Il en résulte une absence de réglementation environnementale ou technique « spécifique » aux sols urbains qui ne sont pas véritablement des terres naturelles, ni des granulats, ni des matériaux alternatifs, ni des matériaux de déconstruction..

Un sol urbain est composé d'une fraction naturelle et d'une partie anthropique. Si le niveau de pollution de la fraction naturelle dépend du fond géochimique, la partie anthropique quant à elle est constituée de briques, mortiers et éléments à base de béton, verres, bois, cendres, scories...des matériaux potentiellement porteurs de polluants. Cette signature anthropique procure aux sols urbains des propriétés physiques influencées à la fois par l'activité anthropique (compactage, dégradation, mélange...) et par l'altération naturelle du squelette granulaire (formation de la fraction fine). Concernant les propriétés biologiques, les dépôts de matériaux anthropiques induisent à la fois une baisse de l'activité biologique mais aussi la présence d'un type de matière organique spécifique, le carbone technogène.

Les artefacts contenus dans les sols urbains sont souvent à l'origine d'une pollution métallique et anionique. Les produits mixtes de démolition et de construction relarguent du plomb, du cuivre et du chrome (surtout les bétons) ainsi que du calcium et des sulfates qui proviennent le plus souvent du plâtre, des mortiers de jointement de maçonnerie, des enduits de cloisons, des briques et des céramiques. Les scories contiennent des proportions importantes de métaux lourds, avec également une composition qui peut comprendre du calcium (ajoutés dans le processus de stabilisation). Ce relargage engendre un pH du milieu neutre (briques) à alcalin (produits à base de béton et autres déchets de construction, cendres volantes) alors que des conditions acides avec des faibles pH peuvent être générées par les charbons.

Plusieurs études ont montré que les performances mécaniques des artefacts pris séparément ou comme agrégats mixtes étaient compatibles avec une utilisation dans le domaine routier. L'impact environnemental est quant à lui évalué de plusieurs manières en fonction des réglementations de chaque pays. Globalement, l'impact des matériaux surtout sur l'environnement (en particulier sur la ressource en eau souterraine) est évalué en quantifiant les polluants solubles et donc extractibles par des essais de lixiviation et/ou de percolation. Mais ces essais ne permettent pas une quantification du relargage des polluants dans les conditions réelles de compactage et de traitement.



D'un côté, certaines études ont montré que le compactage pouvait avoir une influence non négligeable sur la disponibilité des polluants. En effet le compactage tend à augmenter le relargage car les matériaux issus de la démolition sont dotés d'une grande fragmentabilité comme les éléments à base de bétons ou les briques. Lors du compactage, des particules fines peuvent être produites et la partie interne des agrégats peut être mise en contact avec les eaux lixiviantes. Les particules fines quant à elles présentent des surfaces spécifiques importantes et elles peuvent jouer un rôle important dans la disponibilité des polluants (dans un sens ou dans l'autre).

D'un autre côté, le traitement des sols en techniques routières engendre une augmentation du pH du milieu (liée à l'ajout de chaux ou de liant hydraulique), ce qui peut se traduire par une baisse du relargage de certains éléments (piégeage possible par complexation de surface, par précipitation ou bien par incorporation dans les CSH). Le traitement peut également induire une mobilisation de certains éléments comme les sulfates pour la formation de l'ettringite. Autant le premier effet est intéressant pour la valorisation des matériaux, autant le second constitue un réel problème géotechnique car l'ettringite est un minéral qui peut entraîner lors de sa formation un gonflement, à l'origine de nombreux désordres dans les chaussées.

Le défi de notre projet est donc autant géotechnique qu'environnemental.

Il est important de connaître les conditions dans lesquelles des éléments polluants qui peuvent potentiellement être présents dans les sols sont susceptibles d'être mobilisés. Les métaux lourds dans le sol sont capables de s'adsorber sur les minéraux argileux, les carbonates, la matière organique ou les oxy-hydroxydes. Ils peuvent également précipiter ou coprecipiter ou bien se fixer par mécanismes d'échanges. Ces mécanismes sont pour la plupart contrôlés par le pH, le potentiel rédox (même si certains métaux sont peu impactés par le potentiel rédox) et la composition chimique du milieu. Dans le cas des sulfates (outre les problèmes techniques liés à la formation d'ettringite), de fortes teneurs engendrent des problèmes environnementaux et sanitaires. En effet ces polluants ont un effet cathartique sur les humains (purgation du tube digestif). Quant au problème environnemental, il réside surtout dans le fait que les sulfates s'associent à certaines cations comme le cuivre et le composé final est très toxique pour les organismes aquatiques.

## 2 Chapitre 2 : Matériel et méthodes

Ce second chapitre a pour objet de présenter l'ensemble des essais réalisés pour mieux comprendre le comportement géotechnique, hydraulique et environnemental des sols urbains. Après avoir identifié les sites producteurs des sols urbains testés, puis décrit le mode de préparation des matériaux (homogénéisation, sous échantillonnage...), les essais d'identification géotechnique, les essais de caractérisation chimique et minéralogique, les essais permettant de valider la possibilité d'utiliser d'un point de vue géotechnique et environnemental les sols testés sont détaillés.

La démarche expérimentale pour caractériser les sols urbains testés est résumée sur la Figure 23.

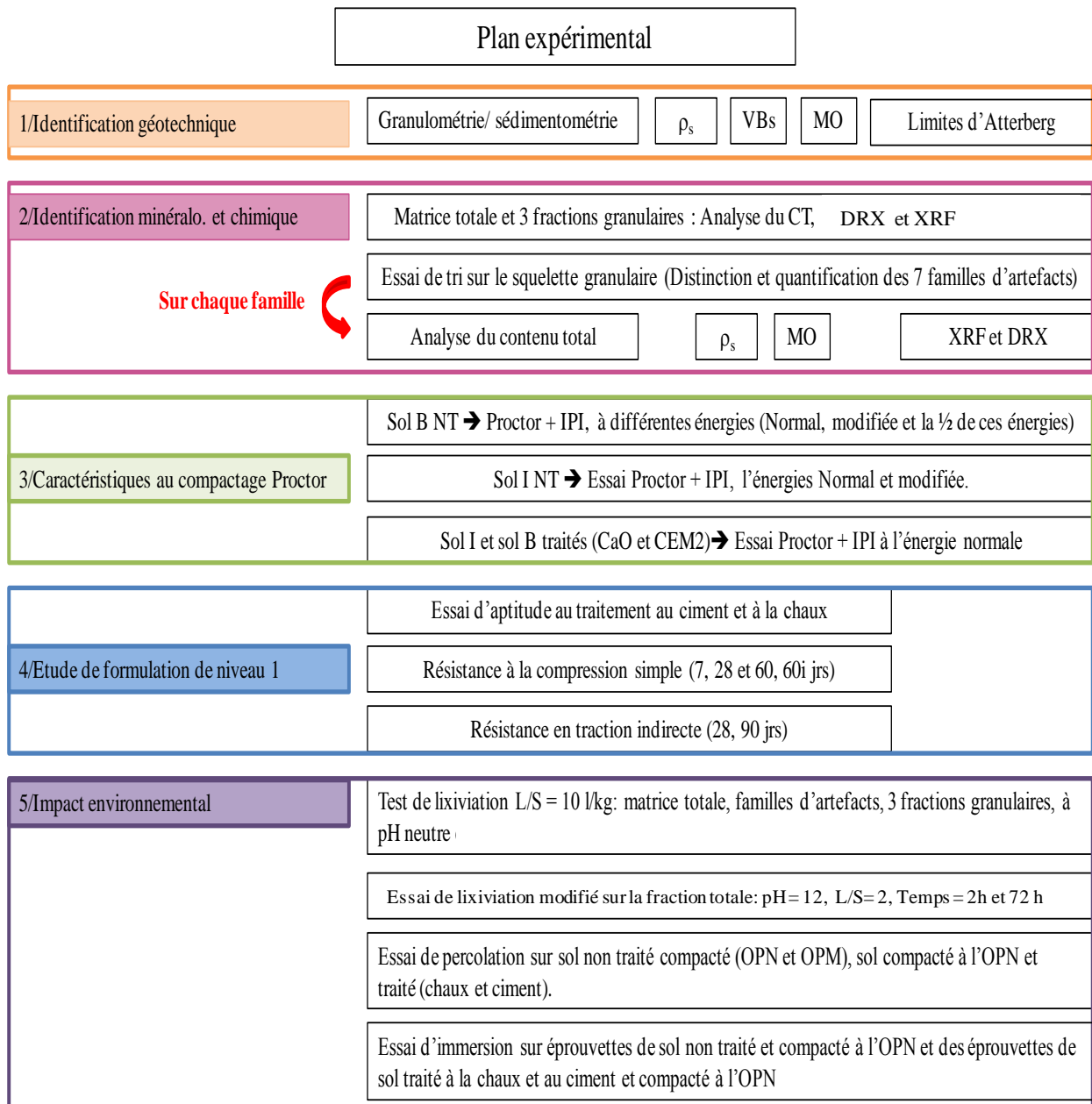


Figure 23: La démarche expérimentale développée au cours de l'étude

## 2.1.Origines des matériaux

### 2.1.1 Le sol de Boulogne Billancourt ou SBB

#### ▪ Situation géographique du site producteur

Le premier sol étudié est issu d'un ancien site industriel à Boulogne Billancourt (France). Ce site est situé au sud-ouest de Paris, dans la zone dite ZAC Seguin. La Figure 24 montre la localisation du chantier. Le matériau a été fourni par l'entreprise Razel-Bec. La situation exacte des points de prélèvement n'a pas été précisée mais l'ensemble des matériaux soit 1024 kg au total provient de deux zones de prélèvement (S8 et S13) proches l'une de l'autre (prélèvement de sol à 1,5 m de profondeur environ).



Figure 24:Photo aérienne du chantier d'excavation des terres de l'étude (Razel-Bec).

#### ▪ Contexte géologique

Le territoire communal de Boulogne-Billancourt se situe sur l'ancien lit de la Seine remblayé par des alluvions du quaternaire. Ces alluvions sont composées de produits d'érosion par la Seine des formations tertiaires (sables, argiles, calcaires). Ces formations constituent une base pour les dépôts artificiels de remblais anthropiques constitués de matériaux de démolition et de déblais de carrières, importés pour surélever les berges du fleuve, et qui ont été mis en place au fur et mesure de

l'urbanisation. La position du site est notée par une croix rouge sur la carte géologique de la Figure 25.

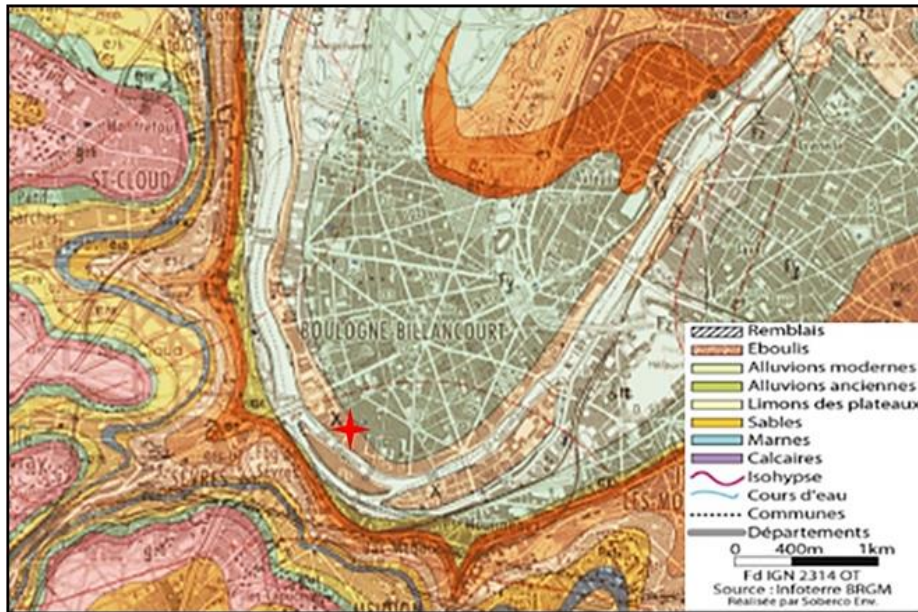
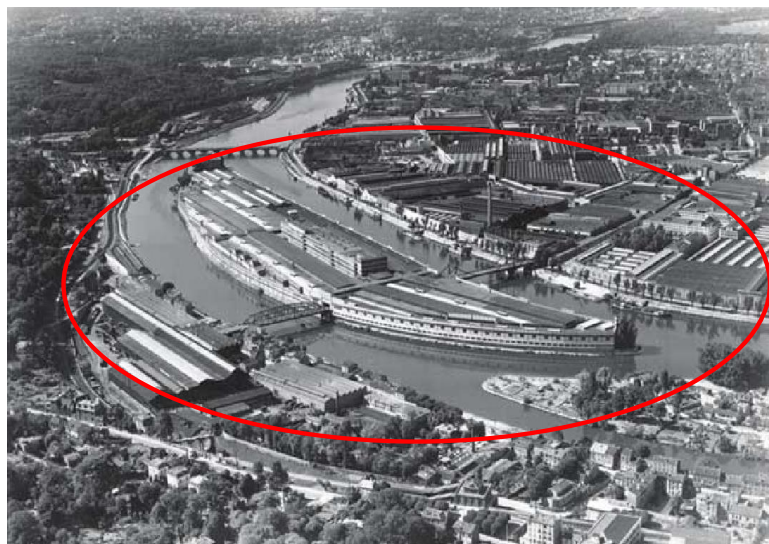


Figure 25: Carte géologique de la région de Boulogne-Billancourt (<http://infoterre.brgm.fr>)

#### ▪ Historique des activités industrielles sur le site

La plus importante activité industrielle dans la zone d'excavation a été l'industrie de l'automobile Renault. Une exploitation de 100 ans (1929 à 1992) sur plusieurs hectares (Figure 26) et qui a laissé des traces autour de l'île Seguin. Des poches d'hydrocarbures ont été localisées à plusieurs endroits du site d'excavation et il est possible de trouver des solvants organiques volatils ainsi que des pollutions métalliques liées à l'utilisation de certains métaux dans l'industrie de l'automobile.

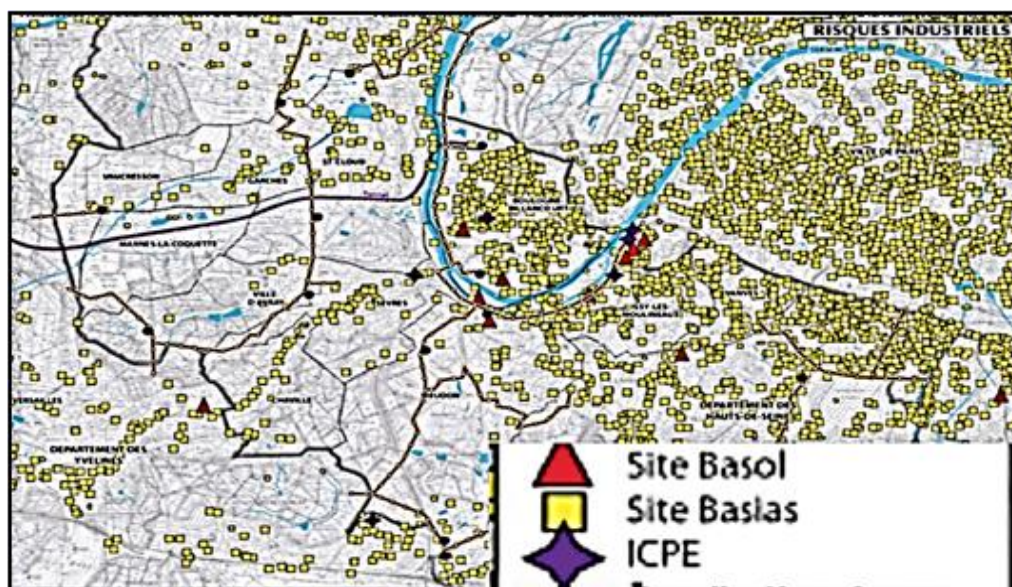
Ces informations proviennent du diagnostic environnemental fourni par l'entreprise qui a permis de réaliser le prélèvement sur le chantier (diagnostic confidentiel).



**Figure 26: Photo aérienne montrant la superficie occupée par les usines Renault**  
 (<http://www.enlargeyourparis.fr/iles-de-france/>)

À titre d'information, on dénombre sur la seule région de Boulogne-Billancourt 341 sites industriels, dont 35 sont toujours en activité (*Projet CDT, communauté d'agglomération Grand Paris Seine Ouest*). Ces activités ont engendré une forte contamination des sols.

La carte de la Figure 27 présente les sites BASOL (Base des sites pollués ou potentiellement pollués qui appellent une action de l'administration) ainsi que les sites BASIAS (Base des Anciens Sites Industriels et Activités de Service) sur la région dont fait partie le site du chantier.



**Figure 27: Carte de la région de Boulogne recensant l'activité industrielle et les sites et sols pollués**

Enfin, l'après Renault a été marqué par une importante quantité de déchets issus de la démolition des bâtiments de l'usine. En face de la zone d'excavation, c'est-à-dire sur l'île Seguin, d'autres

activités ont été recensées avant les usines Renault. Il s'agit de plusieurs tanneries qui utilisaient du sulfate de sodium pour traiter le cuir.

### 2.1.2 Le sol d'Ivry ou SI

Pour les besoins de cette étude, un second sol a été sélectionné compte tenu de ses caractéristiques assez représentatives des sols urbains de la région Ile de France au même titre que le sol de Boulogne Billancourt.

#### ▪ La localisation géographique

La zone d'extraction du matériau se situe au sud-est de Paris dans la localité d'Ivry Sur Seine. Environ 1200 kg de matériau ont été prélevés lors d'excavation dans le cadre de travaux de voiries par l'entreprise Eiffage. La localisation est approximative (Figure 28) et l'entreprise souhaite que la localisation précise reste confidentielle.

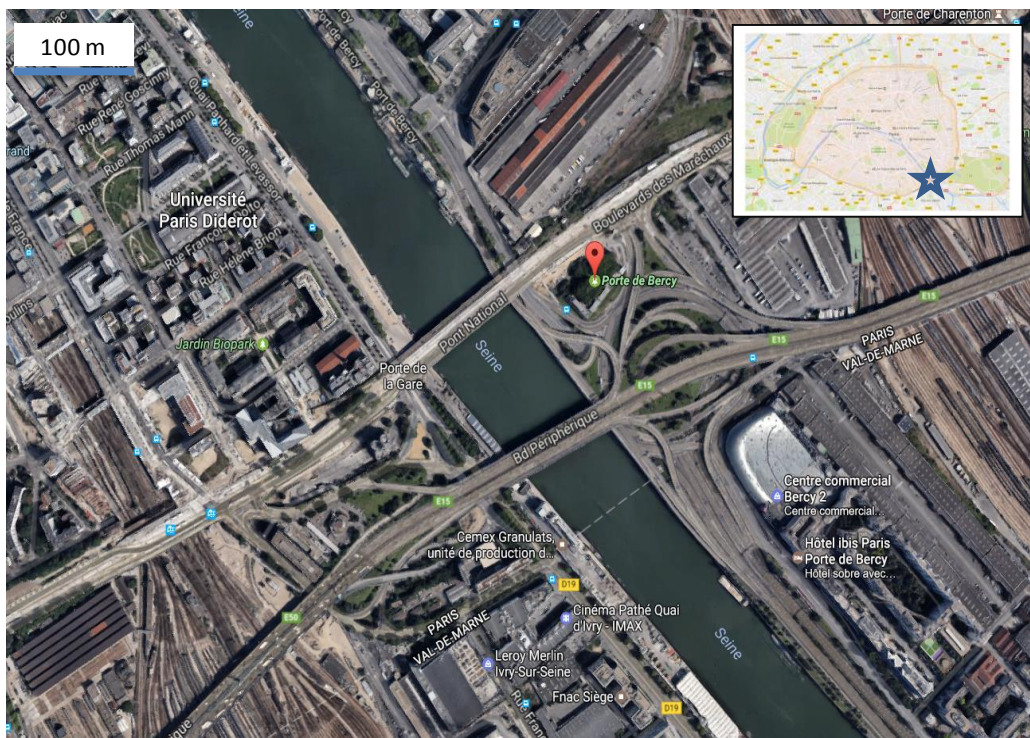


Figure 28: Situation géographique du site d'excavation du deuxième matériau

#### ▪ Contexte géologique

Le site fait partie du bassin Parisien et il repose entre autre sur des formations sédimentaires de craie et d'alluvions de la Seine. Dans sa partie supérieure, on retrouve les remblais anthropiques typiques de la région Parisienne, comme montré sur la Figure 29. Comme précédemment, la zone de prélèvements correspond à la zone entourée d'un cercle rouge sur la carte.



Figure 29: Situation géologique du site producteur du matériau Ivry (<http://infoterre.brgm.fr>)

### ▪ Historique des activités sur le site

Le site d'excavation est situé en bord de Seine et contigu à un remblai supportant le boulevard périphérique Parisien. On s'attend alors à une pollution caractéristique du trafic routier. S'ajoute à cet apport anthropique une possible contamination par le fond géochimique urbain.

## 2.2. Préparation des sols urbains testés

Les matériaux récupérés sur les sites ont subi chacun un séchage puis un criblage et enfin une étape d'homogénéisation pour permettre ensuite de les sous-échantillonner de manière représentative.

### 2.2.1. Séchage

Le but de cette opération est de diminuer la teneur en eau des sols afin d'obtenir des matériaux maniables au laboratoire et peu évolutifs durant la durée du travail de thèse.

Les deux sols ont été séchés de deux manières différentes. Le sol Boulogne a été séché dans une chambre climatique aux paramètres contrôlés et le Sol Ivry a été séché à l'air libre. Cette différence est simplement due aux mauvaises conditions météorologiques lors de la réception du premier sol et la chambre climatique a été une alternative au séchage naturel. En chambre climatique, le matériau a séché pendant 3 jours à 25°C et 35% d'hygrométrie. À l'air libre, le sol a été séché pendant 3 jours sur une bâche à une température de 22 °C (Figure 30). Des mesures de teneur en eau ont été effectuées sur les matériaux récupérés et homogénéisés après séchage.

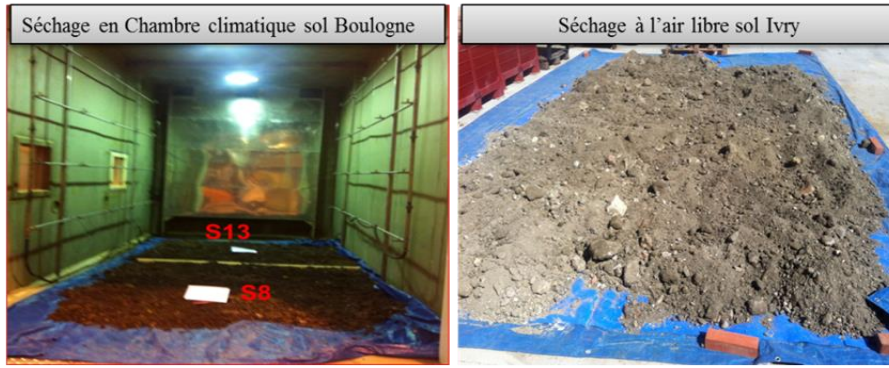


Figure 30: Séchage des matériaux étudiés

### 2.2.2. Le criblage

Cette opération a été réalisée à l'aide du cribleur. Le principe est de séparer les différentes fractions d'un matériau à l'aide d'un vibreur et d'une série de plaques maillées aux diamètres souhaités. Dans notre cas, nous avons choisi deux diamètres 5 mm et 15 mm, ce qui nous a permis de séparer les matériaux en trois parties. L'organigramme de la Figure 31 résume cette étape de criblage.

La fraction supérieure à 15 mm a été reprise à travers des tamis de 16, 20, 31.5 et 50 mm. Les fractions récupérées sont présentées sur la Figure 33. Le criblage a également permis d'avoir visuellement une idée de la composition du matériau qui contient entre autre des roches naturelles, des sous-produits de la métallurgie et des produits de démolition comme les briques...

La fraction supérieure à 20 mm a été ensuite concassée dans un concasseur à mâchoires (Figure 34) puis réintégrée au reste du matériau.

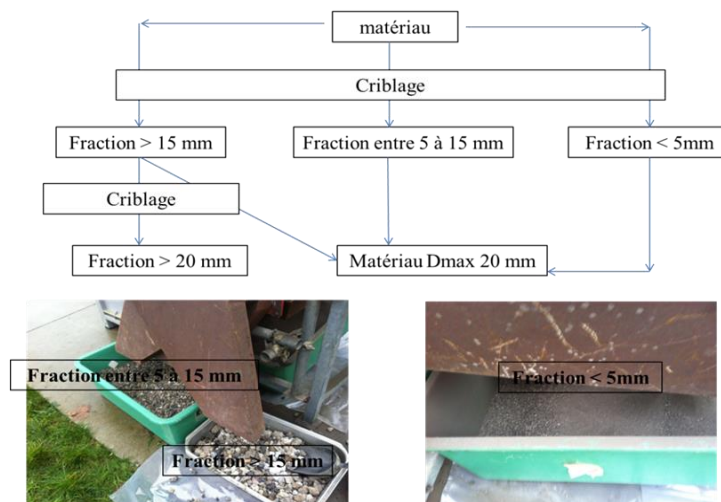


Figure 31: Photo du matériel de criblage





**Figure 32: Organisation de l'opération de criblage du matériau d'étude**



**Figure 33 : Les fractions granulaires issues du criblage du matériau**



**Figure 34: Concasseur à mâchoires**

### 2.2.3. L'homogénéisation

Les opérations d'homogénéisation consistent à mélanger les sols par la méthode des pelletées alternées comme montré sur la Figure 35. Ces opérations ont été répétées plusieurs fois et les matériaux ont été placés en sac plastique fermé hermétiquement (sac de l'ordre de 20 kg)



**Figure 35: Les étapes d'homogénéisation des matériaux**

#### **2.2.4. Conclusion sur la préparation des matériaux**

Les matériaux sélectionnés pour l'étude correspondent à la fraction 0/20 mm des sols ; la fraction supérieure à 20 mm, présente initialement en faible volume, a été concassée et réintégrée au matériau final. Ce diamètre permet de rester proche des pratiques des terrassiers sur le terrain et d'être compatible avec les quantités de matériaux à prélever pour les différents essais. Plus le sol est grossier et plus les quantités à prélever et à préparer sont importantes alors que nous avons une quantité limitée de chaque sol pour toute notre étude. Enfin ce  $D_{max}$  permet également de réaliser des éprouvettes compatibles avec la taille des cellules de percolation mises en place au sein de l'IFSTTAR (soit 10 cm de diamètre et 20 mm de hauteur). L'homogénéité des matériaux dans les sacs a été vérifiée au cours de pré-test de lixiviation. Les résultats se sont avérés satisfaisants, ce qui a permis de poursuivre les tests sans refaire d'homogénéisation plus poussée.

La préparation des sous-échantillons systématiquement au diviseur d'échantillon rotatif a conditionné la qualité des essais pratiqués ultérieurement (pour obtenir la meilleure répétabilité possible). Des sous-échantillons de masse importante ont été préparés compte tenu de la granulométrie importante des sols soit 0/20 mm (par exemple jusqu'à 3 kg de matériau pour une faire une mesure de teneur en eau selon la norme). Des prélèvements de petites quantités représentatives (soit 1 g pour la diffraction de rayons X) ont également été nécessaires. Dans ce cas, un sous échantillon de masse importante a été broyé puis divisé une ou plusieurs fois.

### **2.3. Identification géotechnique des sols testés**

Les caractéristiques géotechniques ainsi que les propriétés physiques, chimiques et environnementales sont importantes pour comprendre le comportement d'un sol. L'ensemble de ces

caractéristiques permet également de déterminer si les matériaux testés sont valorisables selon les réglementations techniques et environnementales en vigueur.

La Figure 36 synthétise les essais d'identification géotechniques réalisés.

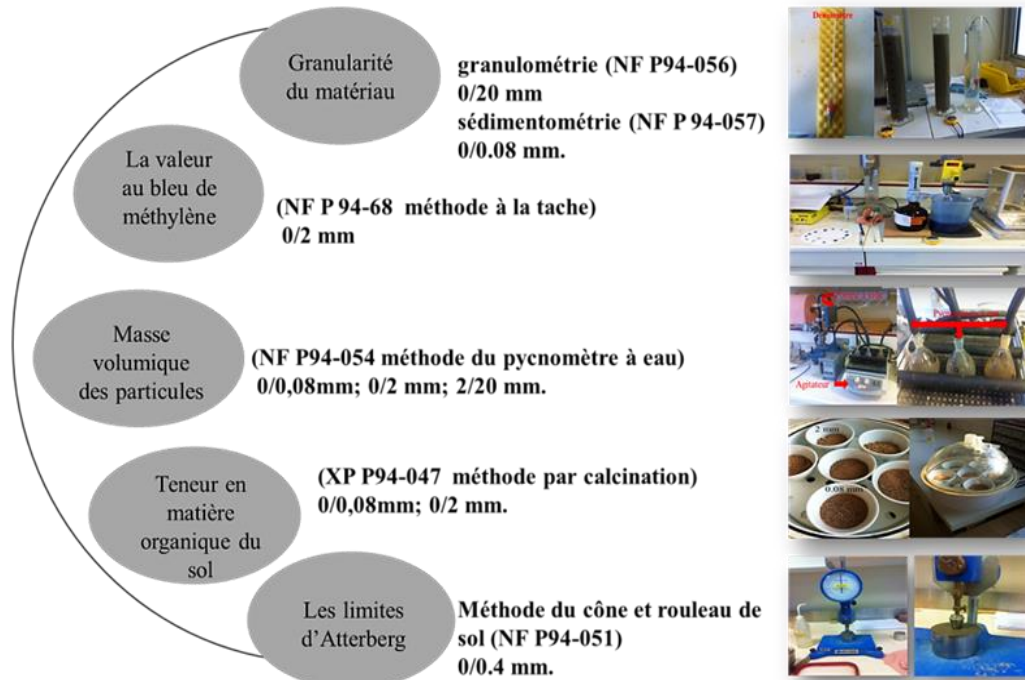


Figure 36: Démarche d'identification des matériaux

### 2.3.1 Teneur en eau

L'essai réalisé suivant la norme NF P 94-050 consiste à sécher un matériau dans une étuve pour mesurer la masse d'eau perdue lors de l'étuvage. Les prises d'essais échantillonnées pour cet essai sont de 3 kg pour chaque prise, par conséquent la quantité de matériau utilisée est importante. La teneur en eau du matériau est calculée selon la formule suivante :

$$w(\%) = \frac{\Delta M_{\text{étuvage à } T^{\circ}\text{C}} \times 100}{M_{\text{seche}}} \text{ avec } \Delta M = M_{\text{initiale}} - M_{\text{seche}} \quad 2.1$$

Dans le cas du sol d'Ivry, la température de séchage est de 50°C pendant une durée de 72h. Ces conditions ont été choisies compte tenu de l'absence d'informations sur la composition minéralogique, l'origine géologique et la présence ou non de matière organique dans ce sol. En effet, la matière organique ou certaines phases sont sensibles à la chaleur, qui peut les dégrader. Un étuvage à fortes températures peut alors induire une perte de masse qui ne serait pas forcément due

à la perte en eau. Le sol de Boulogne a quant à lui été séché à deux températures 50 °C et 105 °C afin de mettre en évidence un potentiel effet de la température de séchage.

### 2.3.2 Granularité des matériaux

La granularité est le premier critère de classification d'un matériau suivant le Guide pour la réalisation des remblais et des couches de forme ou GTR, correspondant à la norme NF P 11-300 (1992) intitulée : Exécution des terrassements - Classification des matériaux utilisables dans la construction des remblais et des couches de forme d'infrastructures routières.

- **Analyse granulométrique par tamisage (NF P 94-056)**

L'essai consiste à séparer les grains agglomérés d'une masse connue de matériau par brassage sous l'eau puis à fractionner ce sol, une fois séché, au moyen d'une série de tamis et à peser successivement le refus cumulé sur chaque tamis. La masse de refus cumulée sur chaque tamis est rapportée à la masse totale sèche de l'échantillon soumis à l'analyse.

La première séparation est effectuée par tamisage à l'eau au tamis de 80 µm puis le refus au tamis de 80 µm est séché à l'étuve puis tamisé à sec alors que le passant à 80 µm est destiné à l'essai de sédimentométrie.

- **Sédimentométrie (NF P 94-057)**

L'essai repose sur la loi de Stokes, qui met en relation le diamètre d'une particule solide considérée comme sphérique et sa vitesse de décantation ou sédimentation. Dans un milieu liquide au repos, la vitesse de sédimentation des grains est fonction de leur diamètre.

$$v = \frac{\gamma_s - \gamma_d}{18\eta} D^2 \quad 2.2$$

Où  $v$  : vitesse de sédimentation (m/s),  $D$  : diamètre de la particule solide (m),  $\gamma_s$  : Masse volumique des particules solides ( $\text{kg/m}^3$ ),  $\gamma_d$  : Masse volumique du liquide ( $\text{kg/m}^3$ ) dont la viscosité est  $\eta$  (Pa.s).

Les particules inférieures à 80 µm sont mises en suspension dans de l'eau additionnée d'un défloculant. Les particules sédimentent à différentes vitesses en relation avec leur taille. Au moyen d'un densimètre (Figure 37), on mesure la masse volumique de la suspension de particules à une profondeur donnée. Cette profondeur ( $H$ ) évolue avec le temps ( $t$ ) ce qui nous permet d'obtenir une vitesse de sédimentation et de calculer le diamètre des particules en suspension à cette profondeur.

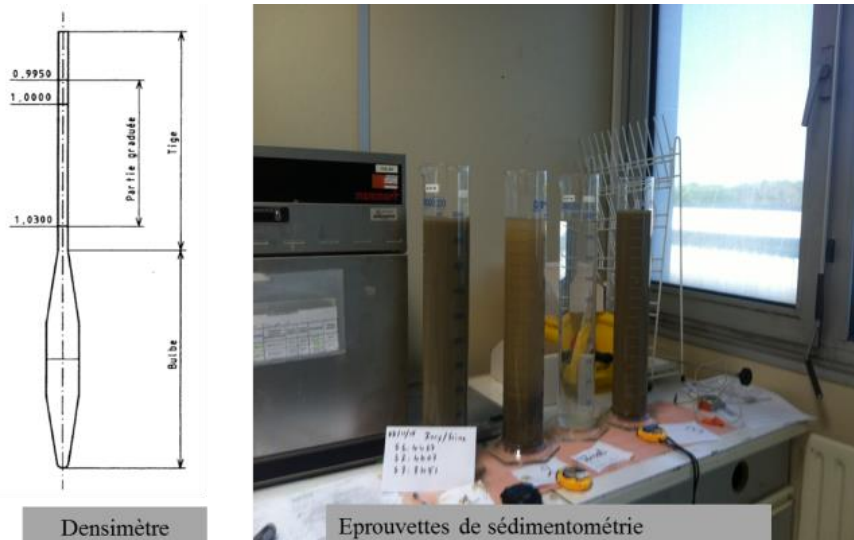


Figure 37: Matériel de l'essai de sédimentométrie

### 2.3.3 L'activité argileuse du sol

Les limites d'Atterberg  $w_L$  (limite de liquidité) et  $w_P$  (limite de plasticité) sont mesurées en présence de fines (notamment argileuses) dans le sol car c'est la fraction fine qui est la plus sensible aux variations de teneur en eau. Cette sensibilité est due au fait que les feuillet élémentaires des argiles possèdent une charge de surface négative permanente compensée par des cations hydratés dit échangeables qui viennent se fixer sur toutes les surfaces accessibles (surface externe mais également interne pour certaines argiles). Les argiles comme d'autres surfaces de minéraux attirent également les molécules polaires comme l'eau (eau adsorbée) mais compte tenu des très grandes surfaces spécifiques des argiles (par rapport aux autres minéraux), elles sont capables d'adsorber une grande quantité de ces molécules, ce qui modifie la consistance du matériau.

Les limites d'Atterberg permettent de caractériser de manière simple l'activité argileuse des sols en donnant l'intervalle des teneurs en eau où le matériau présente un comportement plastique. Ces limites sont déterminées sur la fraction du matériau passant au travers du tamis de 0,4 mm suivant les spécifications de la norme NF P 94-051 avec comme finalité le calcul de l'indice de plasticité  $I_P$  donné par la formule suivante :  $I_P = w_L - w_P$ .

- **Limite de plasticité  $w_P$  (NF P 94-051)**

L'essai consiste à déterminer la teneur en eau à laquelle s'effectue le passage de l'état solide à l'état plastique. La méthode décrite dans la norme NF P 94-051 consiste à réaliser un rouleau de sol humidifié à une certaine teneur en eau, puis un boudin de 10 cm de longueur sur un diamètre de 3 mm est confectionné. Une fois ces dimensions atteintes, on soulève le rouleau et on mesure la

teneur en eau à la cassure. Quand le rouleau se casse avant d'atteindre les caractéristiques précitées, cela veut dire que le sol est trop sec. Au contraire, si à 3 mm d'épaisseur le boudin ne se casse pas alors le matériau est trop humide.

- **Limite de liquidité  $w_L$  (NF P 94-052)**

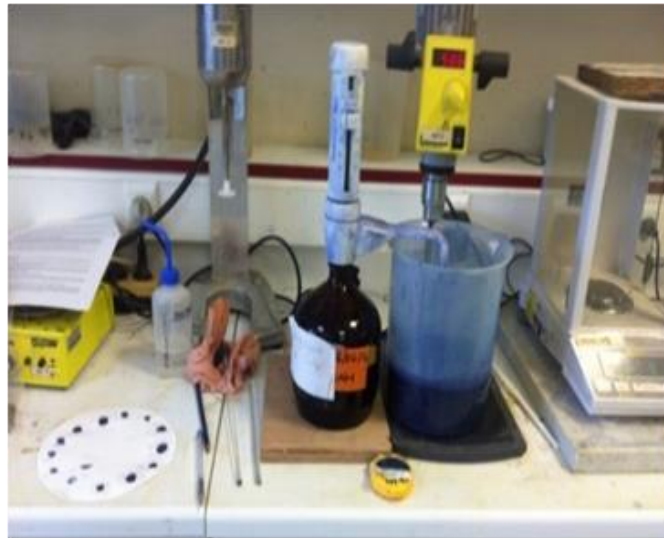


**Figure 38: Cône de pénétration pour la mesure de la limite de liquidité ( $w_L$ )**

La limite de liquidité est mesurée à l'aide de la méthode du cône selon la norme NF P 94-052. Pour cela, le sol est mélangé à des quantités variables d'eau pour former une pâte que l'on dépose dans un récipient dont la surface est aplanie. Ensuite, après un temps bien déterminé, un cône (Figure 38) est utilisé pour venir enfoncer sous son propre poids la surface du sol. La limite de liquidité correspond à la teneur en eau du sol permettant d'obtenir un enfoncement de 17 mm du cône selon l'essai normalisé.

- **La valeur au bleu de méthylène (NF P 94-068)**

La valeur au bleu de méthylène d'un sol ( $VB_S$ ) est également un paramètre qui permet de déterminer l'activité argileuse d'un sol. L'essai a comme principe la mesure de la capacité d'un sol à adsorber sur la surface de ses particules des molécules de bleu de méthylène. Pour cela, on procède à un dosage suivant les indications de la norme NF P 94-068 ou méthode à la tache. Une solution de bleu à 10g/L est ajoutée progressivement à une suspension de sol (0/5 mm tamisée à partir de la fraction 0/20 mm). Après un certain temps d'agitation, une goutte de bleu est prélevée avec une baguette en verre et déposée sur un papier filtre (voir Figure 39).



**Figure 39: Le dispositif expérimental de l'essai au bleu de méthylène**

On répète les ajouts et le prélèvement d'une goutte jusqu'à apparition d'une auréole bleue autour de la tache centrale de bleu sur le filtre, ce qui indique la saturation des particules du sol avec les molécules de bleu (dans ce cas, du bleu est libre en solution et il peut diffuser dans l'eau autour de la tache centrale de bleu sur le filtre ce qui entraîne l'apparition de l'auréole). L'essai est alors terminé si l'auréole est persistante et la quantité de bleu ajoutée permet de définir la valeur de bleu en g /100g de sol. Elle est rapportée à la fraction 0/20 mm par une règle de proportionnalité en utilisant la courbe granulométrique. La formule de calcul de la valeur de bleu du sol est donnée par l'équation 2.3 et les valeurs de  $V_{Bs}$  permettant de définir différentes classes de sols (selon leur sensibilité à l'eau) sont données sur la Figure 40.

$$V_{Bs} = \frac{M_{bleu}(solution \text{ à } 10 \text{ g/L})}{M_{matière sèche}} \times \% \text{ Fraction (0/5mm)} \times 100 \quad 2.3$$

	0.1	0.2	1.5	2.5	6	8
Insensibilité à l'eau		Sablo limoneux	Sablo/ argileux Peu plastique			
Sensibilité à l'eau				Limoneux/ Plasticité moyenne	Argileux	Très argileux

**Figure 40: les seuils de sensibilité à l'eau du sol suivant l'essai de Valeur au bleu de méthylène**

### 2.3.4 Teneur en matière organique

La connaissance de la teneur en matière organique est importante en géotechnique car cette catégorie de substances présente généralement une structure spongieuse et meuble de faible résistance mécanique. Par ailleurs, ce que l'on qualifie de matière organique subit des changements de volume considérable sous l'effet de l'humidité et des charges.

La teneur en matière organique dans nos matériaux a été obtenue suivant la norme XP P94-047 (1998) qui est couramment appliquée en géotechnique. L'essai consiste à mesurer la masse perdue par calcination en pesant les échantillons de sols avant et après calcination. Un séchage préalable du sol à 40°C est effectué (pour éliminer l'eau physisorbée ou adsorbée avec de faibles liaisons) puis une calcination à une température entre 450 et 550°C.

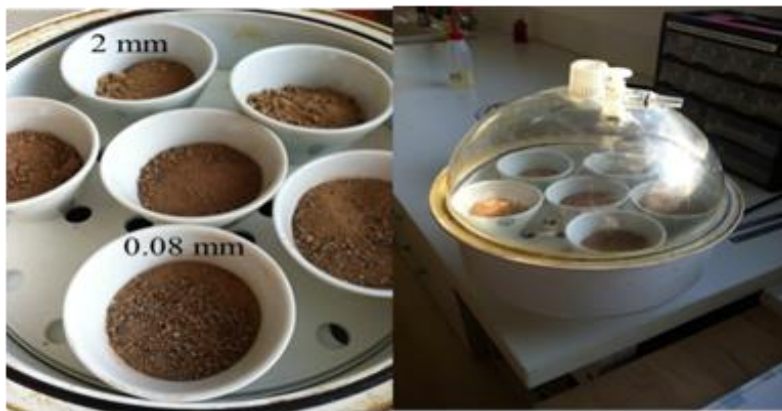


Figure 41: Échantillon de sol après calcination à 550 °C

Les mesures ont été effectuées sur plusieurs fractions granulométriques du sol dans le but de connaître la fraction où se concentre la matière organique. Noter que non seulement la matière organique peut se décomposer sous l'effet de la température mais également d'autres phases, ce qui perturbe la mesure. Les résultats seront croisés avec d'autres mesures qui permettent de caractériser la « matière organique » dont la définition sera discutée ultérieurement. Entre autres, on a réalisé des analyses thermiques différentielles ATD/ATG et des mesures à l'analyseur Carbone/Soufre pour déterminer la teneur en carbone total et en carbone minéral (le carbone organique étant obtenu par différence) et ce en parallèle de mesures au calcimètre (autre mesure du carbone minéral).

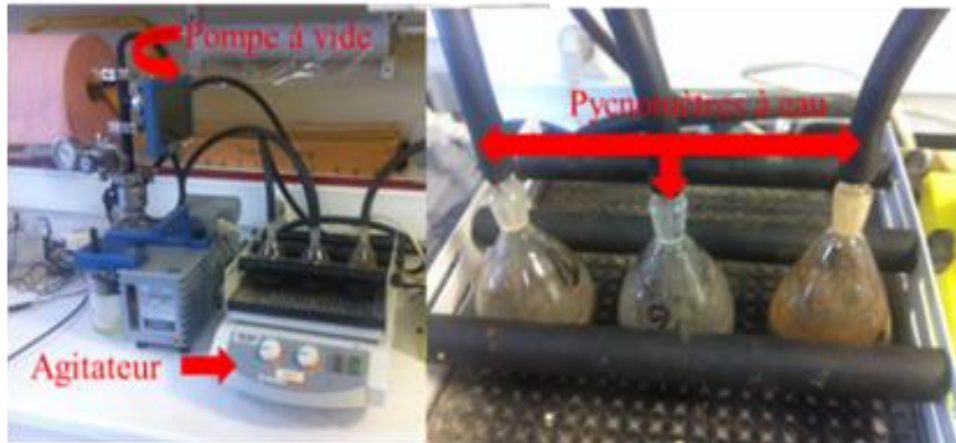
### 2.3.5 Masse volumique des particules solides

Le principe de l'essai au pycnomètre à eau (voir Figure 42) est de mesurer le volume occupé par les particules solides en mettant le liquide contenu dans le pycnomètre en dépression. L'essai a été réalisé sur plusieurs fractions granulométriques du sol. La mesure sur la fraction 0-80  $\mu\text{m}$  a été utilisée dans le calcul de la vitesse de décantation des particules dans l'essai de sédimentométrie



(utilisation de la loi de Stokes) et la mesure sur la fraction 0-2 mm a été réalisée comme c'est préconisé dans la norme NF P 94-054 (1991).

Le pycnomètre (de volume = 50 cm<sup>3</sup>) contenant le sol testé et de l'eau distillée est mis sous vide pendant au moins 30 minutes jusqu'à élimination de tout l'air qu'il contient (constatation visuelle de l'absence de bulles d'air qui remontent du matériau).



**Figure 42: Dispositif de mesure de la masse volumique des particules solides**

La masse volumique des particules solides ( $\varphi_s$ ) est ensuite calculée par la formule 2.4.

$$\varphi_s \text{ (g/cm}^3\text{)} = \frac{(m_1 - m_0)}{(m_3 + m_1 - m_0 - m_2)} \varphi_w \quad 2.4$$

où  $\varphi_w$  est la masse volumique de l'eau à la température de l'essai (g/cm<sup>3</sup>) ;  $m_0$  est la masse du pycnomètre vide (g) ;  $m_1$  est la masse du pycnomètre avec la prise d'essai de sol (g) ;  $m_2$  est la masse de pycnomètre avec la prise d'essai une fois le vide réalisé dans le pycnomètre rempli d'eau distillée (g) ;  $m_3$  est la masse du pycnomètre rempli d'eau distillée (g).

La variabilité des résultats nous a poussé à prendre en compte la granulométrie étalée de notre matériau et à travailler sur d'autres fractions que celle préconisée par la norme sol NF P 94-054 ou la norme granulat NF EN 1097-6 (2014).

- Fraction 0/0,08 mm suivant la norme sol NF P 94-054 :

Les prises d'essai (3 × 25g) ont été récupérées par tamisage de 3 kg du matériau. Une première série de mesures a été effectuée sur le sol séché 105°C à l'étuve puis une deuxième série de mesures a été établie après calcination à 550°C du matériau. Les échantillons ont ensuite subi le protocole décrit précédemment. Cette mesure doit permettre de mettre en évidence l'impact sur la densité de composés sensibles à la chaleur comme la matière organique.

- Fraction 0/2 mm suivant la norme sol NF P 94-054 :

Les prises d'essais ont été récupérées de la même manière que pour la fraction 0/0,08 mm et suivant le même protocole que décrit précédemment.

- Fraction 2/20 mm suivant la norme granulats NF EN 1097-6 :

Les prises d'essai, comme indiqué dans la norme granulats, ont été récupérées après tamisage à 2 mm. La fraction supérieure a été séchée à l'étuve puis a été soumise au protocole précédent avec comme différences le volume des pycnomètres (1000 ml et 2000 ml) comme représenté sur la Figure 43) et la masse des prises d'essais ( $3 \times 600\text{g}$  et  $3 \times 800\text{g}$ ).



**Figure 43: Pycnomètre à eau pour la mesure de la masse volumique des particules de 2/20 mm**

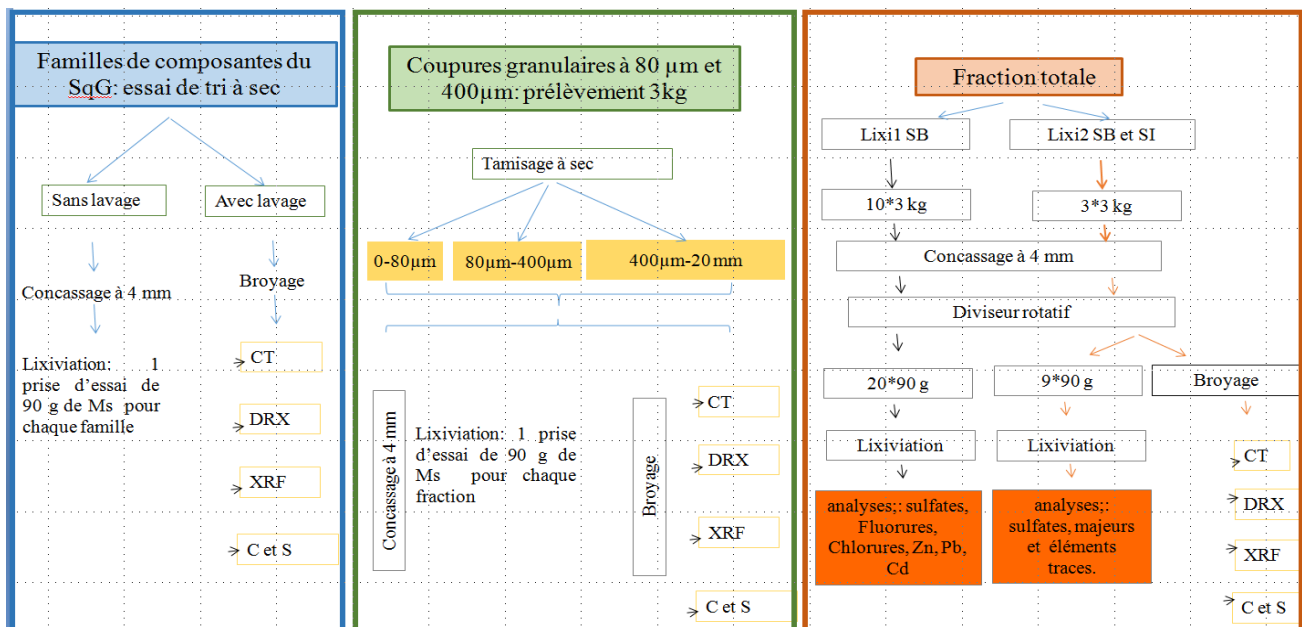
## **2.4. Caractérisation chimique et minéralogique**

Compte tenu de la complexité de la matrice des sols urbains étudiés, il est apparu judicieux d'appliquer à notre sol (qui pourrait être considéré d'une certaine manière comme un granulats) un essai de tri tel que pratiqué dans la norme (*NF EN 933-11, 2009*). Dans cet essai, la fraction grossière ( $> 4\text{mm}$ ) a été triée manuellement et répartie en 7 familles représentatives des artefacts (briques, scories, béton, roches naturelles...) que l'on peut rencontrer dans un sol urbain.

Une caractérisation chimique et minéralogique a été effectuée sur la matrice totale, sur trois fractions granulaires ( $0/80 \mu\text{m}$ ,  $80/400 \mu\text{m}$  et  $0,40/20 \text{mm}$ ) et sur les 7 familles d'artefact.

Le but de cette caractérisation est de connaître la répartition des éléments chimiques (notamment les polluants) dans les matrices analysées et de déterminer si possible les phases minérales qui portent ces éléments.

Pour atteindre cet objectif, des analyses chimiques en contenu total (par ICP/OES), des mesures en fluorescence de rayons X (XRF) et en diffraction de rayons X (DRX) ont été réalisées ainsi que des mesures de soufre total et de carbone au COTmètre. L'échantillonnage a été réalisé suivant le plan expérimental présenté dans la Figure 44.



**Figure 44: Plan d'échantillonnage pour les essais d'identification chimique et minéralogique (SqG : squelette granulaire, Ms : matière sèche) ainsi que pour les essais de lixiviation**

### 2.4.1 Identification des composants du sol par un essai de tri

Le but de l'essai est d'identifier et d'estimer les proportions relatives des différents constituants d'un matériau. Il consiste à trier manuellement et visuellement les particules constituant le squelette granulaire (particules > 4 mm) d'un échantillon de sol de l'ordre de 5kg et de les répartir selon une liste de constituants définis par la norme NF EN 933-11 (2009).

Les familles données dans le Tableau 8 sont triées. La famille des X a été subdivisée dans cette étude comme détaillé dans le Tableau 9. On discerne les scories, le gypse, les sols fins sous forme de mottes, ainsi que les éléments légers (bois, plastique...). Une séparation entre les scories magnétiques (ou appelées également ferreuses) et non magnétiques (ou non ferreuses) a été réalisée suivant la norme NF EN 1744-8 (2012) en utilisant un aimant.

**Tableau 8: Résultats de l'essai de tri**

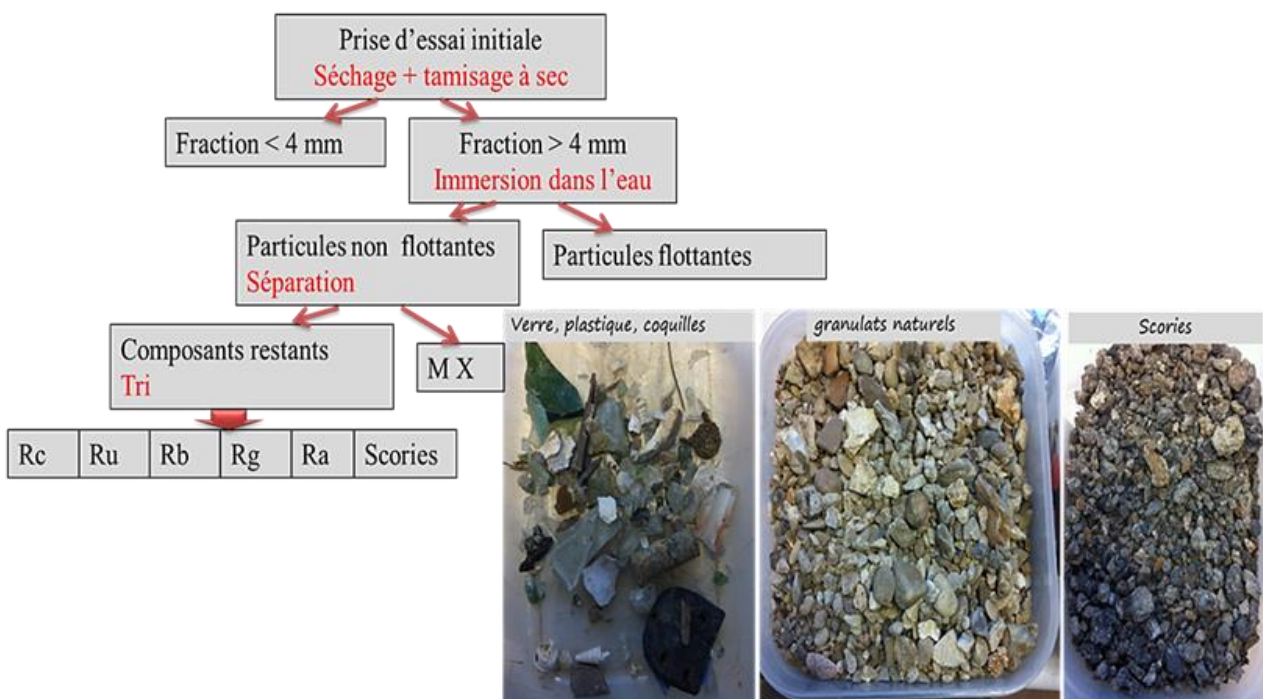
Description	Composant
Béton, éléments de maçonnerie...	R <sub>C</sub>
Pierres naturelles	R <sub>u</sub>
Éléments en terre cuite	R <sub>b</sub>
Matériaux bitumineux	R <sub>a</sub>
Verre	R <sub>g</sub>
Autres	X

**Tableau 9: Détail de la famille X**

Description	Composant
Gypse	Gy
Sol fin agrégé sous forme de motte	X1
Scories ferreuses	SF
Scories non ferreuses	SNF
Autres (plastiques, bois...)	Autres

Les étapes de l'essai sont résumées sur la Figure 45. Selon la norme, cet essai requiert d'éliminer les fractions inférieures à 4 mm à sec sur un tamis puis une immersion dans l'eau du matériau > 4 mm permettant de séparer les particules flottantes (quasi absente de nos sols). On opère alors la récupération de fractions « lavées » sur un tamis de 4 mm. Ce lavage rapide permet de récupérer après séchage à 40 °C des fines qui sont replacées dans la fraction X1 qui contient également les particules fines mottées. Après séchage, l'étape de tri visuel et manuel est appliquée au matériau et chaque composante du sol est pesée au final. Les composantes du sol sont alors sous échantillonnées au diviseur d'échantillon rotatif pour les essais ultérieurs.

Notez que cet essai de tri a été modifié pour préparer des sous-échantillons destinés à la lixiviation. En effet, l'étape d'immersion lavage est en mesure de libérer (désorber) un certain nombre de polluants. Aussi, les fractions > 4 mm ont été « brossées » soigneusement sur le tamis avant d'être triées. Les fines récupérées lors du brossage ont été réincorporées dans la fraction X1 ici aussi.



**Figure 45: Synthèse de la démarche expérimentale de l'essai de tri**

## 2.4.2 Analyses chimiques des matrices des sols urbains par fluorescence de rayons X

### ▪ Principe de la fluorescence des rayons X

La spectrométrie de fluorescence X est une technique permettant l'analyse élémentaire chimique (occurrence semi-quantitative en éléments sans connaître la spéciation). Le principe de l'analyse consiste à exciter un échantillon de matériau avec un rayonnement dont la longueur d'onde est dans la gamme des rayons X et dans ce cas, l'énergie contenue dans les photons X est suffisamment grande pour arracher des électrons situés au cœur des atomes constitutifs du matériau (effet photoélectrique – voir la phase 1 sur la Figure 46). Les atomes se trouvent alors dans un état excité (ionisé). Selon les lois de la mécanique quantique et de la minimisation de l'énergie, une seconde étape se produit pour combler la position laissée vide par l'électron au niveau de la couche interne. Un électron d'une orbitale plus périphérique de l'atome va venir combler la position vide. Cette transition s'accompagne de l'émission d'un photon X (phase 2 sur la Figure 46) dont l'énergie correspond à la différence d'énergie des deux orbitales mises en jeu lors de la transition. Étant donné que chaque atome (Si, Al...) possède des orbitales avec des énergies spécifiques, les éléments peuvent être identifiés sur un spectre de fluorescence X grâce à l'une (ou plusieurs) des transitions radiatives dont ils sont à l'origine lorsqu'ils sont excités.

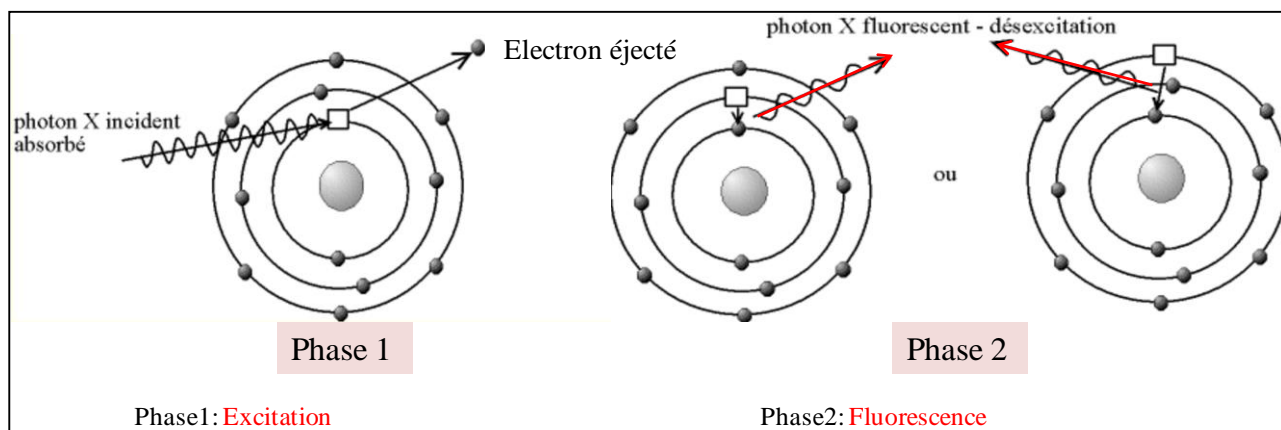


Figure 46: Schéma qui illustre le principe de la fluorescence de rayons X

### ▪ Échantillonnage

Des sous-échantillons (environ 3 kg de sol global) ont été prélevés au diviseur d'échantillon rotatif dans un des sacs de sols urbains homogénéisés lors de la phase de préparation. Ensuite, un broyage à 4 mm a été appliqué suivi de 2 divisions successives au diviseur d'échantillon rotatif pour réduire la masse d'échantillon à préparer. Environ 90 g sont ainsi collectés (en recombinaison des sous-échantillons – voir Figure 44) et un broyage plus poussé est appliqué pour atteindre visuellement

une granulométrie fine de l'ordre de 100  $\mu\text{m}$ . Ensuite, les poudres ont été disposées dans des petits contenants comme montré sur la Figure 47. Sur cette surface compacte et plane d'échantillon, une centaine de spectres XRF par échantillon ont été réalisés de même que sur les 3 fractions granulaires testés. Le mode de préparation de la fraction  $> 400 \mu\text{m}$  est similaire à celui que l'on vient de décrire (en partant d'un sous-échantillon de 3kg) alors que la fraction 80-400  $\mu\text{m}$  a seulement subi une division au diviseur d'échantillon rotatif (en partant là encore d'un sous-échantillon de 3kg) puis un broyage. La fraction tamisée à sec à 80  $\mu\text{m}$  à partir d'un sous-échantillon de 3kg a été analysée sans autre préparation.

Une trentaine d'acquisitions ont été prises sur les familles de composants du squelette granulaire des deux sols (composantes  $< 4 \text{ mm}$  « lavées » issues du tri puis sous-échantillonnées au diviseur d'échantillon rotatif).



Figure 47: Exemple de poudres analysées par XRF

#### ▪ Mode opératoire

Un spectromètre de laboratoire Tornado M4 de chez Bruker a été utilisé. La génération de rayons X se fait avec un matériau cible en rhodium (Rh) sous une tension de 50 kV et une intensité de 300  $\mu\text{A}$  (*Jean-Soro et al., 2014*).

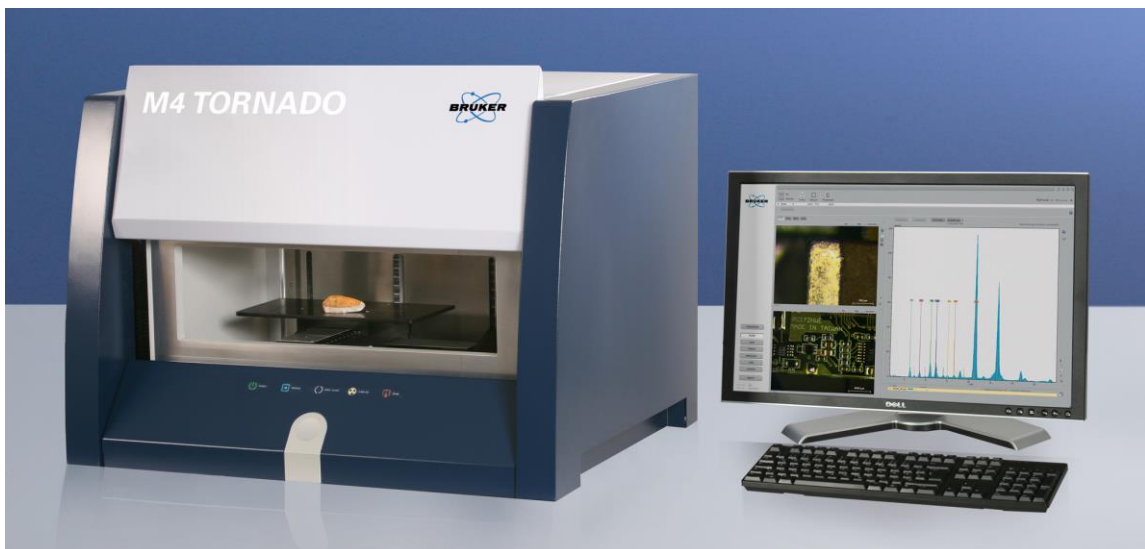


Figure 48: Spectromètre de fluorescence X de type Tornado M4

Les spectres enregistrés sur les poudres ont été collectés avec un faisceau de 25 µm de large (taille du spot d'analyse). Les rayonnements X ont été mesurés avec un détecteur à dérive au silicium XFlash® (XFlash® silicon drift detector).

Pour les fractions granulaires, 96 spectres ont été enregistrés puis moyennés sous Excel. Un exemple de spectre est donné sur la Figure 49 : en abscisse nous avons les énergies E (keV) des différentes transitions radiatives possibles et dont la présence se manifeste par la présence d'un pic. L'axe des ordonnées correspond à une absorbance. Pour les artefacts, 30 spectres ont été enregistrés puis moyennés. Les spectres moyens ont été normalisés sur le pic Compton et limités au pic élastique (~20 keV). Pour les artefacts, une semi-quantification élémentaire a été réalisée à partir de la méthode semi-automatique proposée par le logiciel « Esprit » de Bruker.

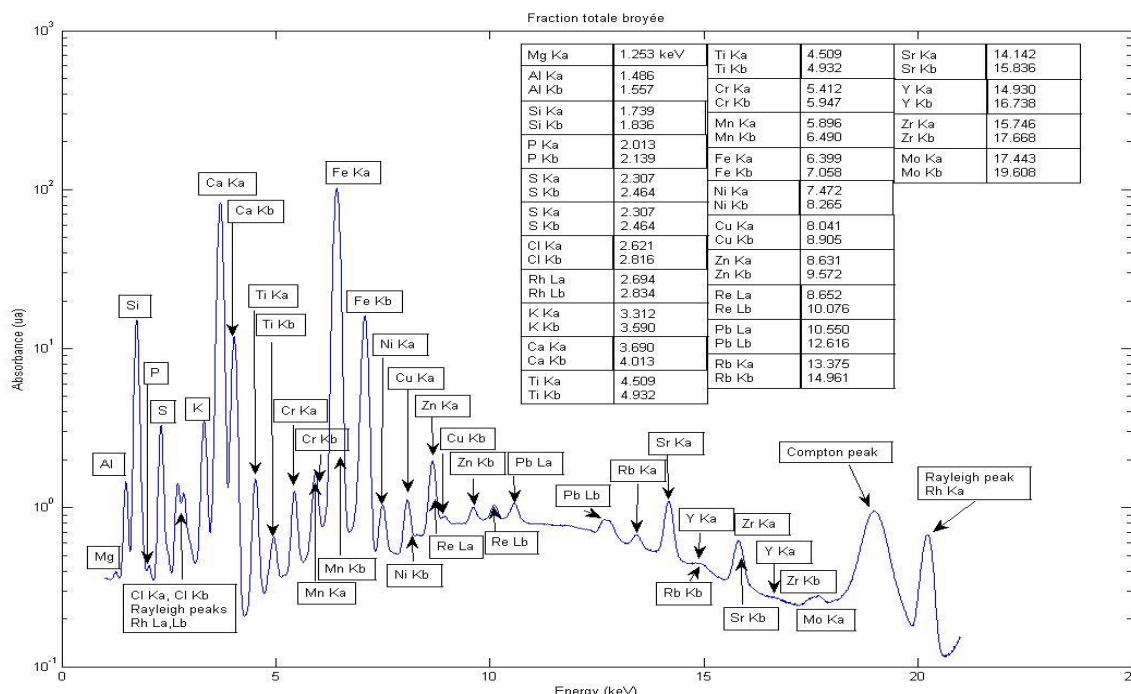


Figure 49: Exemple de spectre de fluorescence X.

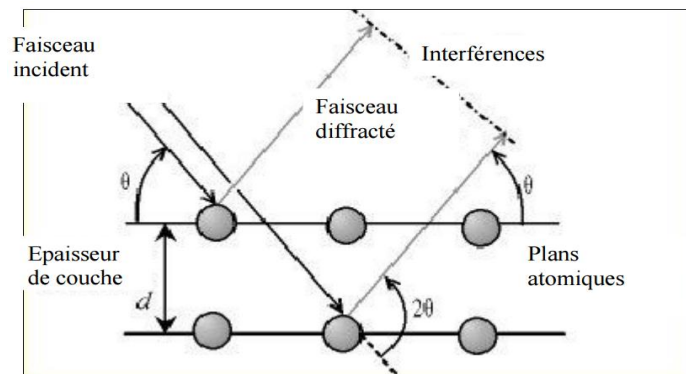
### 2.4.3 Analyses minéralogiques par diffraction de rayons X

L'analyse par diffraction des rayons X permet de connaître les phases minéralogiques en présence dans le matériau.

Cet essai repose sur le principe de la diffraction des rayons X sur les plans organisés tridimensionnellement d'un cristal et ce suivant la loi de Bragg. La loi de Bragg correspond à :

$$n\lambda = 2d\sin\theta \quad 2.5$$

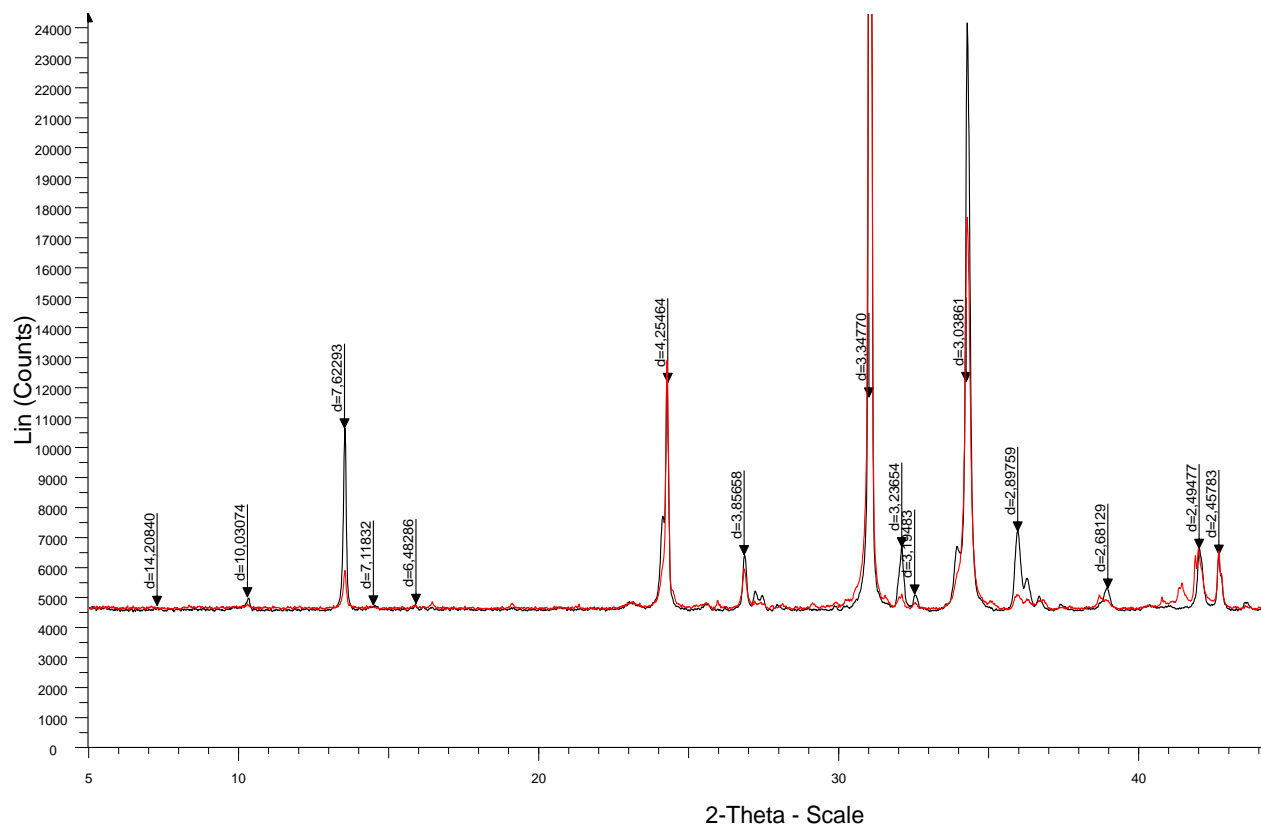
où  $d$  (nm) est la distance inter-réticulaire (distance entre deux plans cristallographiques qui diffractent) ;  $\theta$  est l'angle de Bragg (en degré).  $n$  : est l'ordre de diffraction (nombre entier) et  $\lambda$  est la longueur d'onde des rayons X incidents (nm).



**Figure 50: Principe de la diffraction des rayons X par un réseau cristallin**

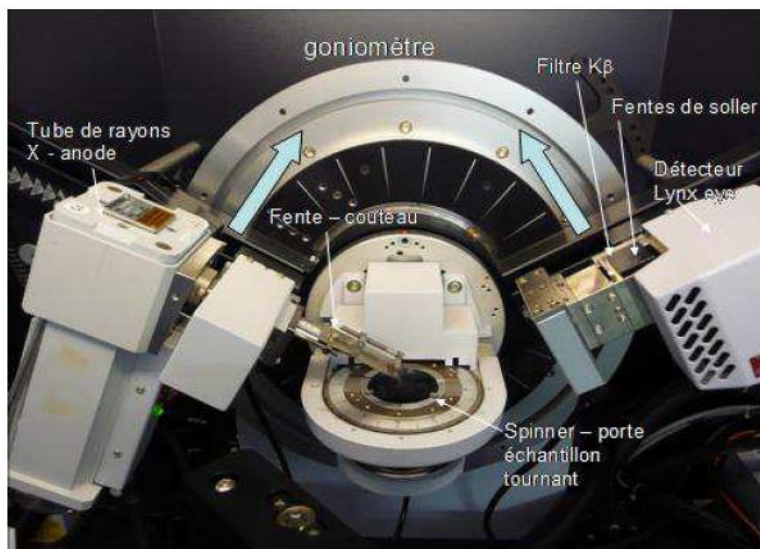
Lorsque des rayons X avec une longueur d'onde bien définie frappent la surface d'un matériau poly-cristallin sous forme de poudre, ce rayonnement est diffusé par chacun des atomes composant le matériau. Ces rayons X diffusés interfèrent entre eux. Si les atomes du matériau sont ordonnés suivant des empilements périodiques (caractéristiques des cristaux), alors les interférences vont être constructives dans certaines directions (les ondes s'additionnent), et destructives dans d'autres directions (les ondes s'annulent). Ces interférences d'ondes diffusées forment le phénomène de diffraction et pour certains angles de déviation  $2\theta$  du faisceau en relation avec certaines distances inter réticulaire, on va détecter un pic d'intensité des rayons X (noté par un pic sur le diffractogramme avec un exemple sur la Figure 50). On a affaire à des interférences constructives et dans ce cas la loi de Bragg est vérifiée. À chaque pic correspond un  $2\theta$  et donc une valeur de  $d$ . Chaque minéral possède plusieurs plans interarticulaires (plusieurs  $d$ ) qui peuvent diffracter et donc un minéral est identifié si au moins 3 de ces  $d$  sont présents (c'est-à-dire les 3 pics majeurs du diffractogramme de la phase pure)





**Figure 51: Exemple de spectre de diffraction de rayons X obtenus sur les sols SBB en rouge et SI en noir (fraction totale) avec en abscisse l'angle 2théta et en ordonnée l'intensité des rayons X diffractés.**

- **Mode opératoire**



**Figure 52. Diffractomètre de rayons X D8 Advance de l'IFSTTAR**

Le diffractomètre de rayons X utilisé est un D8 advance de chez Bruker et il est constitué des éléments suivants :

- une source de rayons X : La source est un tube à rayons X avec une anode au cobalt. Il génère le faisceau de rayons X. Le cobalt atténue le problème de fluorescence X dû à la présence de fer dans les échantillons et facilite la détection des pics aux bas angles spécifiques aux argiles. C'est un tube sous vide dans lequel des électrons sont émis à partir d'un filament de tungstène chauffé (la cathode). Les électrons sont accélérés par une différence de potentiel électrique de l'ordre de 20 à 400kV pour frapper une cible (anode ou anticathode) ;
- un filtre  $K\beta$  : c'est un filtre en fer qui permet de supprimer la raie  $K\beta$  du cobalt ;
- un spinner : c'est le support de l'échantillon. Il sert à « désorienter » au maximum l'échantillon et dans notre cas la poudre poly cristalline analysée (échantillon broyé) afin que tous les plans diffractent ;
- le couteau : il diminue l'impact du faisceau incident sur le faisceau diffracté quand le détecteur et le tube de rayons X sont proche de 180 degrés ;
- des fentes: elles permettent de collimater le faisceau et d'obtenir une meilleure résolution des mesures ;
- un détecteur de type Lynx Eye (détecteur rapide composé de 128 diodes SiLi qui permettent de quantifier les photons X) ;
- un goniomètre : il sert à la mesure des angles  $\theta$ . Le goniomètre est de type  $\theta$ - $\theta$ , l'échantillon plan est fixe. Il est placé au centre du cercle goniométrique. La source et le détecteur sont animés d'une rotation de  $\theta$  simultanée, l'échantillon restant fixe.

Les échantillons ont été préparés de manière similaire aux échantillons analysés en fluorescence X. Des sous-échantillons de 3 kg ont été subdivisés de façon homogène par un diviseur rotatif d'échantillon puis broyés puis re- sous-échantillonnés. Ensuite, une quantité de l'ordre de 1-5 g a été broyée au broyeur planétaire (broyeur à billes de carbure de tungstène) de manière brève et progressive (séquence de broyage de 30 s puis attente de 20 s sur 1 min). L'échantillon est broyé jusqu'à ce qu'il passe entièrement au tamis de maille 32  $\mu\text{m}$  ou 80  $\mu\text{m}$  (variable selon l'échantillon). Une fois les poudres obtenues, les porte-échantillons (petites coupelles) sont remplis par l'avant puis la surface des échantillons est nivelée à l'aide d'une lame en verre (cette préparation génère potentiellement une orientation préférentielle des particules). Les conditions opératoires sont données dans le Tableau 10.

**Tableau 10. Paramètres d'analyse du diffractomètre à rayons X D8 Advance**

Anode	CoK $\alpha$
Production des RX incidents	Conditions appliquées : 35 kV 40 mA
Configuration	$\theta$ - $\theta$ (anode et détecteur se déplacent alors que le porte échantillon reste fixe)
Porte échantillon	Spinner avec rotation du porte échantillon à 30 tr/min pour les poudres ou les lames orientées (pour diminuer l'orientation préférentielle)
Monochromateur	absent
Détecteur	Lynx eye (détecteur rapide 1D avec une ouverture de 3°)
Fente de Soller	2,5°
Fente de divergence	0,3°
Fente de réception (Receiving Slit)	0,15°
Fente	Fente-couteau pour réduire la diffusion par l'air (notamment aux bas angles)
Filtre	Filtre Fer pour la raie K $\beta$ (la composante K $\alpha_2$ corrigée avec EVA)
Gamme de 2 $\theta$ analysée	3–70° 2 $\theta$ – zone étendue jusqu'à 80° 2 $\theta$ pour observer la raie (060) sur les argiles. Cette raie donne des informations sur l'orientation préférentielle
Conditions d'analyse : pas de mesure et temps d'acquisition.	Acquisition pour de la quantification : pas de 0,01° 2 $\theta$ et 1s/ pas (soit 2h30 sur la gamme d'angle analysé) Acquisition rapide pour de l'identification : pas de 0,05° 2 $\theta$ et 1s/ pas (soit environ 25 min)

L'identification des phases minéralogiques a été réalisée sur chaque échantillon à partir des diffractogrammes à l'aide du logiciel EVA couplé à la base de données ICDD-Pdf2. La quantification des phases minéralogiques a été tentée à l'aide du logiciel TOPAS (Bruker) dont le principe est basé sur l'analyse Rietveld. Il s'agit d'un ajustement du diffractogramme expérimental par un diffractogramme simulé en faisant varier un certain nombre de paramètres dont la quantité de chaque phase et on souhaite obtenir la meilleure concordance. Cette analyse est détaillée dans le chapitre 3.

#### 2.4.4 Analyse chimique élémentaire en contenu total par ICP/OES

L'ICP/OES (pour induced coupled plasma/optical emission spectroscopy) voire l'ICP/MS après dissolution des matériaux a été utilisé pour quantifier les éléments majeurs et mineurs selon la norme NF EN ISO 11885 (2009). Notez que des solutions provenant des essais de lixiviation et de percolation ont également été analysées par cette méthode. Dans ce cas les solutions sont acidifiées à l'aide d'acide nitrique 65% avant analyse (1%).

##### ▪ Échantillonnage des matériaux testés

Le contenu total de la matrice totale des deux sols, des 3 fractions granulaires et des 7 familles de composantes du squelette granulaire de chaque sol testé a été mesuré sur une seule prise d'essai dans chaque cas. Nous avons utilisé environ 2 g de poudre préparée pour l'analyse par diffraction de rayons X.

## ▪ Mode opératoire et principe de la méthode

Les échantillons solides sont mis en solution par deux procédés en parallèle soit dissolution dans l'acide nitrique, soit par fusion alcaline dans le tétraborate ( $\text{LiBaO}_7$ ) de lithium pour la quantification du silicium. La fusion alcaline : pour chaque échantillon, on mélange 200 mg de matériau à 2 g de fondant constitué de tétraborate de lithium. On porte ensuite l'ensemble au rouge pendant 20 mn au four à moufle à une température de  $1100^\circ\text{C}$ . La perle de fusion est versée dans 200 mL d'acide nitrique dilué à 3%. L'ensemble est agité à froid toute une nuit afin de le dissoudre efficacement. La solution est ensuite filtrée sur un filtre rapide. Le filtrat est recueilli dans une fiole d'1L et complété avec de l'eau distillée. Les dosages des éléments du produit sont effectués à partir de cette solution.

Une fois l'échantillon mis en solution, il est envoyé sous la forme d'un brouillard de fines gouttelettes (à l'aide d'un nébulisateur – voir Figure 53) au cœur d'un plasma induit d'argon, qui peut atteindre des températures de  $8000^\circ\text{C}$ .

À une température aussi élevée, les atomes à analyser subissent une ionisation par excitation thermique mais, si le gain d'énergie est trop important, l'atome peut être ionisé. L'électron excité va se désexciter pour retourner à son niveau fondamental ou à un niveau intermédiaire permis par les règles de transition en mécanique quantique, en perdant de l'énergie par émission d'un photon dont l'énergie correspond à la différence entre l'énergie du niveau de départ et celle du niveau d'arrivée. Comme il existe plusieurs trajets possibles pour revenir à l'état fondamental, il sera observé, pour chaque atome, plusieurs raies d'émission caractéristiques. De plus, lors des collisions inter-atomiques, les atomes peuvent s'échanger de l'énergie et dans ce cas tous les niveaux excités de l'atome peuvent être atteints. L'énergie des photons émis peut alors être détectée et quantifiée, soit avec un Spectromètre à Émission Optique (OES) (pour les majeurs et certaines traces), soit avec un Spectromètre de Masse (MS) (pour les quantités les plus faibles des traces) dont la technologie diffère de celle de l'ICP/OES. Ces techniques reposent finalement sur l'excitation thermique des ions dans le plasma et l'analyse de la lumière émise par ces ions excités. Chaque élément émet des longueurs d'ondes caractéristiques (comme pour la fluorescence X). Les longueurs d'onde sont alors séparées, identifiées et leurs intensités mesurées par un des spectromètres cités précédemment. La concentration élémentaire est ensuite déterminée par confrontation à une calibration externe (mise en relation de la concentration en élément X d'une solution de calibration avec l'aire d'un des pics spécifiques à cet élément de par sa position en énergie).

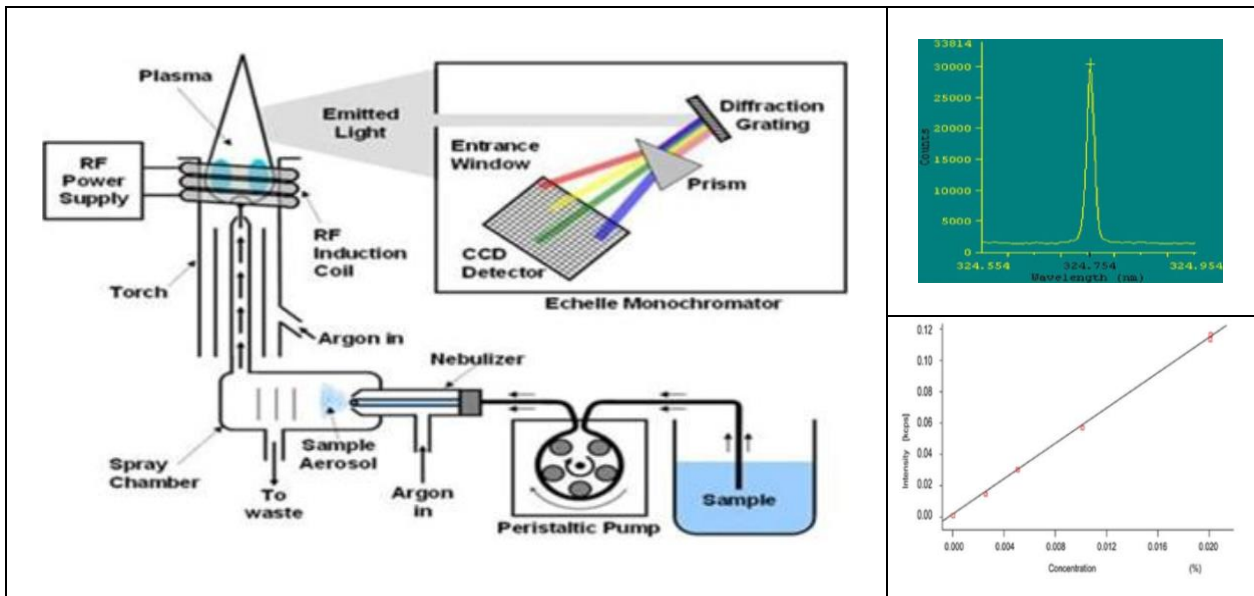


Figure 53. Principe et instrumentation pour la spectroscopie ICP/OES, pic sur le spectre d'émission optique du cadmium dont un pic de transition se positionne à une longueur d'onde de 324,75 nm et courbe de calibration pour le cadmium liant l'aire des pics d'émission mesurée sur des solutions de différentes concentrations en Cd.

### 2.4.5 Analyse chimique élémentaire en contenu total : analyse complémentaire

Parallèlement à l'ICP/OES, une partie des sous-échantillons préparés a été envoyée au SARM-CRPG (Nancy) pour déterminer le soufre total, le carbone organique et le carbone total (utilisation d'un Analyseur Carbone-Soufre Horiba EMIA320V2 que nous appelons par la suite COTmètre) dans les échantillons de sol. L'équipement utilisé permet de détecter de 0 à 6 % de carbone et de 0 à 1% de soufre. La sensibilité des mesures est de l'ordre de 2 ppm pour C ou S et la limite de détection est autour de 0,1 ppm.

En termes d'équipement, la combustion utilisant la méthode du four haute fréquence sous flux d'oxygène permet la combustion complète de l'échantillon par ce chauffage à haute température dans un environnement riche en oxygène.

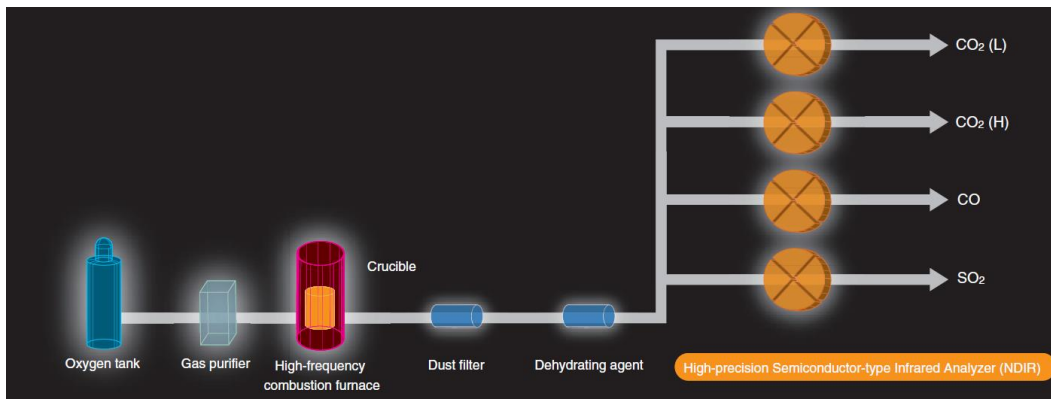
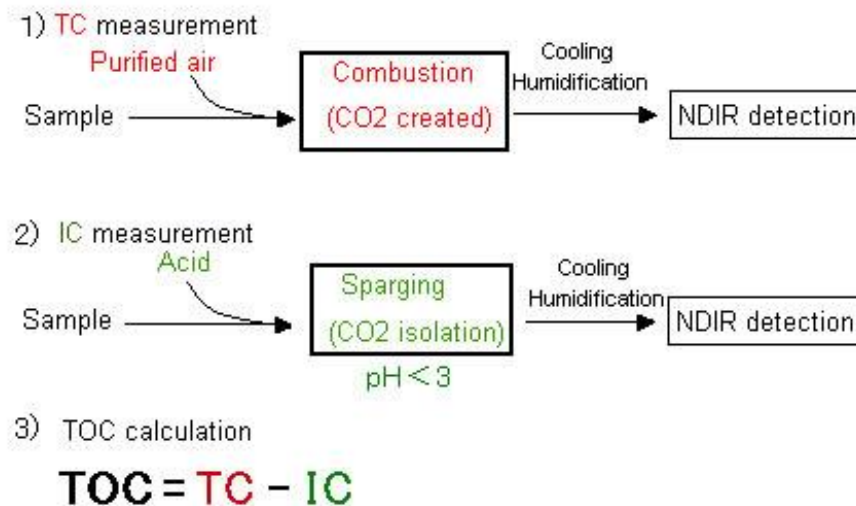


Figure 54. Principe de la mesure du C<sub>tot</sub> et S<sub>tot</sub>.

Le dioxyde de carbone ou le dioxyde de soufre produit est ensuite détecté par un spectromètre Infra Rouge Non Dispersif NDIR. Le CO<sub>2</sub> ou SO<sub>2</sub> est mesuré par le détecteur NDIR sous forme de pic. La concentration en Carbone Total ou TC est obtenue par comparaison avec un étalonnage réalisé dans les mêmes conditions. D'autre part, une nouvelle prise d'essai est soumise à une attaque acide et une purge pour déterminer la fraction inorganique IC de l'échantillon (carbone inorganique et carbone organique soluble). Le CO<sub>2</sub> ainsi produit est envoyé au détecteur NDIR par le même chemin et quantifié par rapport à un étalonnage spécifique. Le TOC est obtenu par soustraction de la valeur de TC et d'IC de l'échantillon.



**Figure 55. Principe de la mesure de carbone organique total**  
<https://www.shimadzu.fr/principes-de-mesure-de-la-methode-par-combustion-catalytique-680%C2%B0c>

## 2.5. Tests techniques pour valider une utilisation des sols urbains en techniques routières

Les classes décrites dans le GTR pour les matériaux étudiés permettent d'orienter la réutilisation des sols urbains testés soit en remblai soit en couche de forme. Ces classes vont être déterminées dans la première partie du chapitre 3. Au vu des résultats (Figure 56), plusieurs solutions sont proposées par le guide,

- soit une réutilisation en état,
- soit une réutilisation après amélioration par un traitement aux liants hydrauliques et/ou un compactage.

Ces solutions doivent être validées par des études de formulation pour justifier des bonnes performances mécaniques de la formule utilisée (matériau ou liant hydraulique).

Les études de formulation de niveau 1 (Figure 23) se définissent en 3 étapes, que ce soit pour une utilisation en couche de forme ou en remblai. En premier, une identification des composants du mélange (sol/ produit de traitement) est réalisée, ensuite un test d'aptitude au traitement et enfin une

série de tests mécaniques (résistance à la compression simple, diamétrale...).

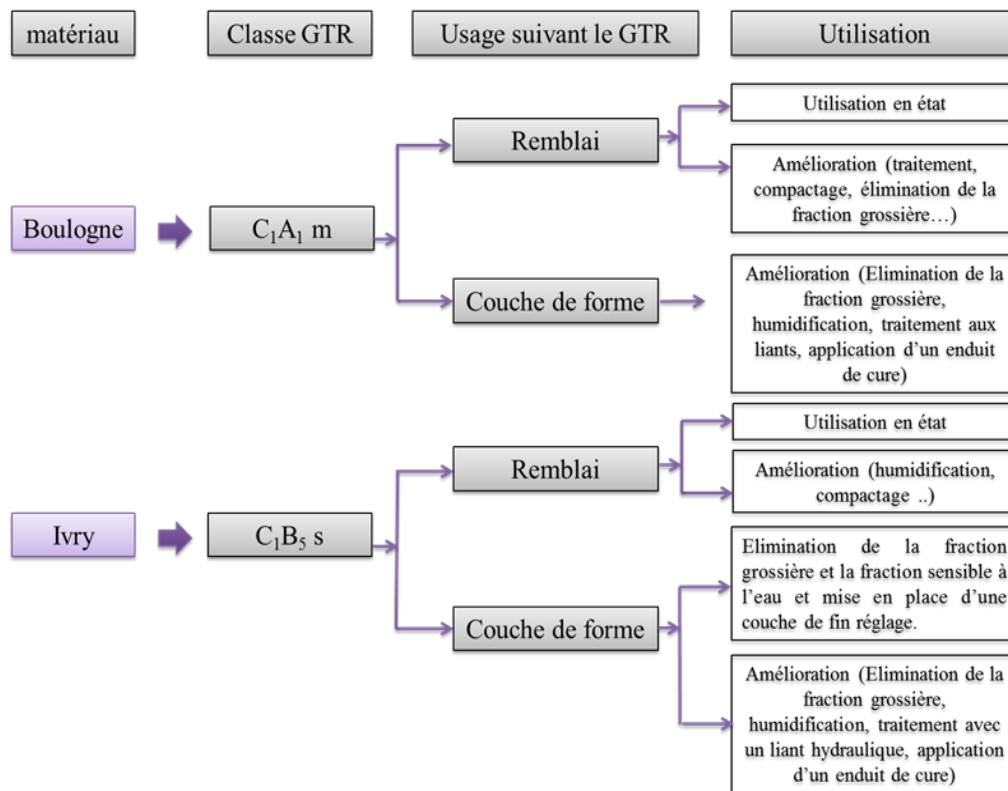


Figure 56: Valorisation en techniques routières des matériaux étudiés suivant le GTR.

### 2.5.1 Formulation des matériaux

**La classe GTR du matériau :** L'identification géotechnique a montré que le sol de Boulogne est un C<sub>1</sub>A<sub>1</sub> et celui d'Ivry un C<sub>1</sub>B<sub>5</sub>.

**L'eau du mélange :** L'eau du mélange doit remplir les critères de la norme NF P98-100. Cette dernière stipule que l'eau du traitement doit être de type 1 ou 2. Le type d'eau est évaluée par deux analyses : la détermination de la teneur en matières en suspension suivant la norme NF EN 872 et la teneur en matières dissoutes suivant la norme NF T 90-029. Nous utilisons, dans notre cas, l'eau du robinet destinée à la consommation humaine, qui est classée suivant la norme NF P98-100 comme type 1.

**Le ciment :** Un ciment est caractérisé par une composition chimique spécifiée par la norme NF EN 197-1, allant de 65 à 94% de clinker ainsi que d'autres produits secondaires. Le ciment utilisé pour notre étude est un CEMII/ B (LL-W) 42.5 R CE. Il présente les spécificités suivantes :

- CEM II : ciment portland composé ;
- B : ciment composé de 65 à 79% de clinker et le clinker est composé entre 60 à 65% de C3S (Silicate de Calcium Hydraté).;

- LL-W : ciment composé de calcaire avec un COT (carbone organique total) < 20% en masse et des cendres volantes calciques ;
- 42,5 : résistance courante en compression obtenue après 28 jours (en MPa) ;
- R : résistance à court terme élevée ;
- CE : le ciment possède un certificat de conformité (marquage CE).

**Finalement, la formulation choisie pour les matériaux étudiés correspond à :**

- Sols (Boulogne et Ivry) + 1 % de chaux pour une utilisation en remblais,
- Sols (Boulogne et Ivry) + 5 % de ciment normalisé CEM II 42.5 R pour une utilisation en couche de forme.

### 2.5.2 Essai de compactage Proctor

L'essai Proctor permet de déterminer, pour un matériau pulvérulent, sa masse volumique sèche maximale associée à sa teneur en eau spécifique et optimale pour une énergie de compactage donnée. Ces caractéristiques sont obtenues au moyen de la courbe Proctor qui relie la densité sèche du sol compacté et sa teneur en eau de compactage. Pour réaliser l'étude de formulation, nous avons travaillé sur une seule énergie qui est l'énergie Proctor Normale.

#### Méthodologie

La première étape du test consiste à humifier le matériau à l'aide d'un malaxeur à couteaux comme montré sur la Figure 57 (1). Des prélèvements par quartage sur table d'un sac de matériau homogénéisé (20kg) sont utilisés pour obtenir les différents points de la courbe Proctor (environ 5 kg par point). Nous avons utilisé des couteaux usés afin de limiter le concassage des grosses particules pendant le malaxage du sol. À la fin de cette étape, le matériau humidifié à plusieurs teneurs en eau est gardé dans des sacs hermétiques pendant une durée de 24h afin que le sol s'imbibe et que la teneur en eau s'homogénéise.

Si un traitement au ciment est requis, le sol déjà humidifié (on laisse 24h pour que le matériau s'imbibe d'eau) est traité par ajout de la quantité de ciment anhydre puis malaxé puis compacté directement. Pour un traitement à la chaux, un temps d'attente d'une heure est nécessaire avant de compacter le matériau.





**Figure 57: Les étapes d'un essai de compactage Proctor**

Le compactage du sol traité ou non est appliqué dans un moule CBR en utilisant la dame Proctor Normal. Cette dame a un poids et une taille bien définis et on laisse tomber la dame sur le sol en différentes positions de manière à imposer de manière la plus uniforme possible le même nombre de coups par couche de sol compacté (le moule est rempli en 3 couches d'une masse équivalente à 1/3 du matériau préparé).

Enfin, à la fin du compactage, une mesure de l'Indice Portant Immédiat (IPI) est réalisée sur chaque éprouvette ; elle consiste à mesurer la force appliquée pour un enfoncement de 2,5 mm et 5 mm. Le protocole d'essai pour la mesure de l'IPI est décrit par la suite. Puis, l'éprouvette est démoulée et mise à l'étuve pour la mesure de la teneur en eau. La densité sèche de l'éprouvette est calculée en parallèle en utilisant le volume du moule CBR imposé par la norme ( $d = 152 \pm 0,5$  ;  $h = 152 \pm 0,5$ ). Les différentes étapes de l'essai Proctor et IPI sont résumées sur la Figure 57.

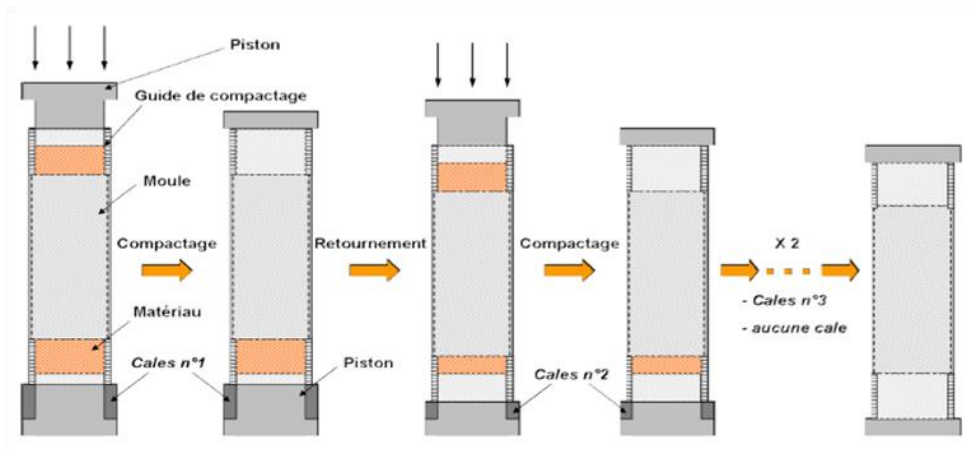
### 2.5.3 Essai d'aptitude au traitement

Nous avons dans un premier temps mesuré la teneur en eau du matériau (sol homogénéisé dans les sacs plastiques de stockage de l'ordre de 20kg), afin d'avoir un maximum de précision quant à sa

teneur en eau de moulage. La quantité de sol et d'eau ont été calculées de manière à avoir des éprouvettes à 96,5% de la densité Proctor Normal et à 100% de la teneur en eau optimale.

Le sol a été humidifié à la teneur en eau calculée à l'aide d'un malaxeur à couteaux, puis il a été laissé au repos pendant 24h. Une fois ce délai passé, le mélange est une fois de plus malaxé avec une quantité représentant 5% (de la masse sèche du matériau) en CEM II dans le cas d'un traitement au ciment et avec 1% de chaux dans le cas d'un traitement à la chaux.

Le moulage des éprouvettes se fait par compactage double statique à l'aide d'une presse et d'un moule en acier de hauteur (h) = 10 cm et de diamètre ( $\phi$ ) = 10 cm. La procédure est représentée sur la Figure 58.



**Figure 58: Schéma de la procédure de compactage (Lemaire, 2012)**

Trois éprouvettes (Figure 59) sont destinées à la mesure de résistance en compression diamétrale (traitement au ciment). Une fois démoulées après fabrication, 3 diamètres, 2 hauteurs et la masse sont mesurées sur chacune des éprouvettes qui sont ensuite protégées par un étui en PVC et du ruban adhésif.



**Figure 59: Éprouvettes destinées à la mesure de la résistance à la compression diamétrale**

Trois autres éprouvettes (Figure 63) sont destinées à la mesure du gonflement volumique (traitement au ciment, traitement à la chaux). Comme précédemment, elles sont mesurées afin de déterminer leur volume initial  $V_0$ . L'outil de mesure utilisé était un pied à coulisse avec une

précision de quelques micromètres. Ensuite, les éprouvettes ont été couvertes par un géotextile maintenu par un élastique.



**Figure 60: Éprouvettes destinées à la mesure du gonflement volumique (GV)**

**Le lancement de l'essai d'aptitude au traitement consiste à :**

### **Étape 1 : mise en cure dans un environnement saturé**

Une fois les éprouvettes moulées, elles sont mises dans une chambre climatique (Figure 61) à une température de 20°C et à 92% d'hygrométrie. Le but est de laisser les réactions hydrauliques opérer sans échange avec l'environnement extérieur (environnement presque saturé). La durée normée de la cure est de 4 h, cependant nous avons choisi de prendre un délai plus important en laissant les éprouvettes pendant 17 h. Le but est de s'assurer des prises cimentaires dans le matériau. Nous avons pris cette initiative car la norme utilisée a été révisée et la nouvelle, à laquelle nous n'avons pas encore eu accès, permet un délai de cure allant jusqu'à 7 jours. À la fin de la cure, on mesure le volume de chaque éprouvette ( $V_1$ ), afin d'avoir des informations sur l'état du traitement.



**Figure 61: Photo d'une enceinte climatique**

## Étape 2 : immersion dans de l'eau à 40°C

Une fois la cure terminée, les éprouvettes ont été mises directement dans l'eau à 40°C dans un bain thermostaté (Figure 62) pendant une durée de 7 jours. Le but de cet essai est d'accélérer la prise cimentaire sur une courte durée, afin de simuler les effets à long terme.



**Figure 62: Bain thermostaté à 40°C avec les éprouvettes immergées et destinées à la mesure de gonflement**

À la fin de ces 7 jours, deux séries de mesures ont été faites : la mesure de la résistance à la compression diamétrale (cas d'un traitement au ciment) et le gonflement volumique (cas du traitement au ciment et d'un traitement à la chaux).

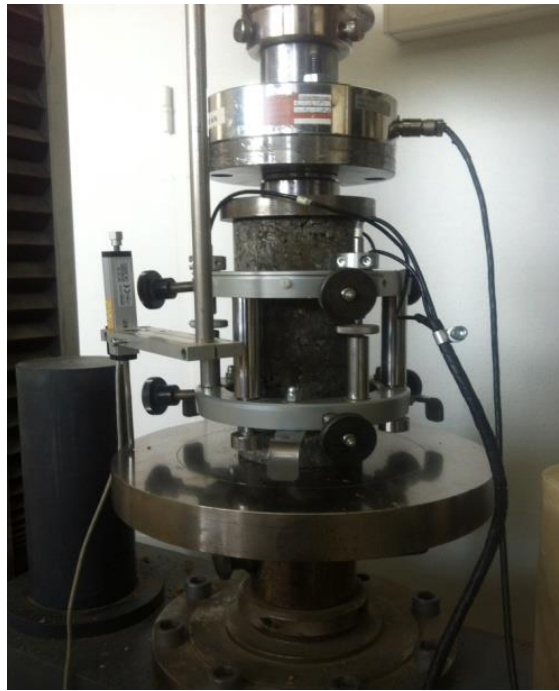
### 2.5.4 Les essais mécaniques

#### **Mesure de la résistance à la compression simple (NF P94-420, 2000)**

La résistance à la compression simple est obtenue après l'application d'un effort de compression croissant dans l'axe d'une éprouvette, jusqu'à la rupture de cette dernière. Le protocole suivi est décrit dans la norme NF P94-420 (décembre 2000).

La résistance a été mesurée sur des éprouvettes avec un élancement de 2 (100 mm de diamètre pour 200 mm de hauteur), composé de sol traité à 5 % de ciment et compactées à 98,5% de la densité à l'optimum Proctor normal. Plusieurs temps et de conditions de cure ont été appliqués.

Les mesures ont été faites sur des éprouvettes à 28 jours et d'autres à 60 jours de cure avec et sans immersion (3 éprouvettes à chaque fois et pour chaque sol).



**Figure 63: Dispositif expérimental permettant la détermination de la résistance à la compression simple (éprouvette, capteurs de déplacement et presse de compactage)**

### **Mesure de la résistance à la traction indirecte (NF P98-232-3, 2001)**

La résistance des sols traités au ciment à la traction indirecte a été mesurée suivant les modalités de la norme NF P98-232-3 (2001). Le principe de l'essai consiste à soumettre une éprouvette de matériau traité à une compression diamétrale par l'intermédiaire d'une presse (Figure 64). On enregistre pendant l'essai la force  $F$ , les variations de longueur du diamètre horizontal et du diamètre incliné à  $60^\circ$ . Pour déterminer la résistance  $R$ , on enregistre la force  $F$  jusqu'à la rupture des éprouvettes, le but étant de déterminer le coefficient de Poisson  $\nu$  et le module  $E_{tb}$ . Le module élastique couplé à la résistance  $R_{tb}$  permet de classer les sols dans les abaques mécaniques du GTS (Guide technique - Traitement des sols à la chaux et/ou aux liants hydrauliques (GTS) - Application à la réalisation des remblais et des couches de forme). La classe mécanique obtenue durant l'étude de formulation de niveau 1 permet le dimensionnement de la couche de forme lors de l'étude de formulation de niveau 2.

Les éprouvettes de sol ont été traitées à 5% de ciment et compactées à 96 % de la densité à l'optimum Proctor en respectant un élancement de 1 (100 mm de diamètre et 100 mm de hauteur). Les éprouvettes ont été conservées enveloppées soigneusement dans du papier aluminium pour conserver leur teneur en eau de confection. Ces matériaux ont été gardés à température ambiante pendant 28 jours pour certaines éprouvettes et 90 jours pour d'autres.



Figure 64: Dispositif expérimental de l'essai de détermination de la résistance à la traction indirecte (éprouvette, capteurs de déplacement et presse de compactage)

## 2.6. Tests environnementaux pour valider une utilisation des sols urbains en techniques routières

### 2.6.1 Les essais de lixiviation

Le but de ces essais est de mesurer la quantité de polluants relarguables contenus dans les matériaux testés en les mettant en contact avec un lixiviant (l'eau distillée). Nous avons également cherché à connaître l'impact de la variation du pH sur le relargage en éléments. Nous avons choisi des conditions basiques pour pouvoir se mettre dans les conditions physicochimiques d'un sol traité à la chaux ou au liant hydraulique.

Un test de lixiviation, suivant la norme NF EN 12457-2 (Caractérisation des déchets - Lixiviation - Essai de conformité pour lixiviation des déchets fragmentés et des boues) avec un rapport L/S de 10 L/kg a été réalisé à pH neutre ou à pH basique (pH12 avec ajout de NaOH). D'autres tests de lixiviation ont été réalisés suivant la norme NF EN 12457-2 à pH neutre, avec un rapport L/S de 10L/kg mais avec un temps de contact du liquide avec le solide de 2h ou 3 jours. Il s'agit de différencier si possible des mécanismes lents de dissolution et rapides de désorption de surface.

Enfin, un essai de lixiviation a été effectué avec un rapport L/S de 2 L/kg au lieu de 10 L/kg. On retrouve ce rapport dans la norme ISO/TS 21268-1:2007 (Qualité du sol -- Modes opératoires de lixiviation en vue d'essais chimiques et éco-toxicologiques ultérieurs des sols et matériaux du sol -- Partie 1: Essai en bâchée). Cet essai permet de comparer les résultats de percolation et de lixiviation pour un même ratio L/S.

## Déroulement de l'essai

Étant donné que notre matériau présente un  $D_{\max}$  de 20 mm, nous avons procédé à une réduction de la granularité jusqu'à 4 mm imposée par la norme et pour s'assurer de la représentativité des échantillons, 3 kg de sol ont été prélevés et passés dans un diviseur d'échantillons jusqu'à obtention de prises d'essai contenant 0,09 kg +/- 0,005 kg de masse sèche de matériau.

Ensuite, le volume du lixiviant (eau déminéralisée) à rajouter pour chaque prise d'essai a été calculé, afin de respecter les ratios liquide/solide visés. Prise d'essai et lixiviant sont placés dans un flacon de 1 litre et ce dernier est placé dans un dispositif d'agitation à retournement pendant 24 h ou 2h ou 3 jours selon l'essai appliqué. À la fin de l'agitation, les solutions ou lixiviats des suspensions sont récupérés et le lixiviat est filtré à 0,45  $\mu\text{m}$ .

## Analyse des lixiviats

Après la mesure de la conductivité électrique et du pH des solutions, la composition chimique élémentaire a été analysée en utilisant la technique d'ICP/OES (ICP/MS) présentée précédemment (norme NF EN ISO 11885). Les fluorures ont été analysés par la méthode NF T90-004 (Méthode potentiométrique avec l'utilisation d'une électrode spécifique) et les chlorures sont analysés à l'aide de la norme NF ISO 9297 (Titration au nitrate d'argent avec du chromate comme indicateur - méthode de Mohr).

Les sulfates dans les lixiviats ont été analysés par néphélométrie suivant la norme NF T 90-040. Le principe de cette méthode est de précipiter les sulfates avec du chlorure de baryum en milieu acide pour donner du sulfate de baryum qu'on détecte au spectromètre UV à une longueur d'onde de 650 nm.

L'ajout du chlorure de baryum ( $\text{BaCl}_2$ ) à l'eau contenant des ions sulfates ( $\text{SO}_4^{2-}$ ) au préalable acidifiée avec  $\text{HNO}_3$  10% fait précipiter du sulfate de baryum ( $\text{BaSO}_4$ ) selon la réaction :



La solution après une agitation et un repos de 15 minutes présente un trouble (turbidité) compte tenu de la présence de particules de  $\text{BaSO}_4$ . Un spectrophotomètre UV-visible (utilisé comme un turbidimètre) nous permet de mesurer la quantité de plaquettes de  $\text{BaSO}_4$  en solution et donc de  $\text{SO}_4$  initialement en solution.

La loi de Beer-Lambert  $A_\lambda = \varepsilon_\lambda \ell C$  relie en effet l'absorbance des solutions ( $A$ , sans unité, donnée par le spectrophotomètre) et la concentration  $C$  d'une solution (en  $\text{mol.L}^{-1}$ ). Le

spectrophotomètre est bien évidemment au préalable calibré à l'aide de solutions dont les concentrations en sulfates sont connues. Ces solutions ont réagi avec le chlorure de baryum et les absorbances mesurées permettent de tracer une courbe d'étalonnage qui permet de s'affranchir de la détermination des facteurs  $\epsilon_\lambda$  (coefficient d'extinction molaire en  $L \cdot mol^{-1} \cdot cm^{-1}$ ) et  $\ell$  (en cm, longueur du trajet optique dans la solution traversée qui correspond à l'épaisseur de la cuve utilisée).

## 2.6.2 Essai de percolation

Les circulations d'eau dans les ouvrages sont des phénomènes qui sont responsables du transfert des polluants de l'ouvrage vers le milieu naturel. Pour simuler ces circulations, des essais de perméabilité ont été réalisés. Le dispositif expérimental de cet essai a été inspiré des travaux de [Le Runigo \(2008\)](#) et est présenté sur la Figure 65. Les éprouvettes de sol (compactées ou compactées traitées) sont mises dans des cellules en plexiglas et confinées dans des membranes en latex. Une pression latérale de confinement de 20 kPa est appliquée. À la base et au sommet de l'éprouvette, un géotextile est positionné afin de retenir les agrégats qui pourraient se détacher. De l'eau déminéralisée, avec une conductivité électrique de  $2 \mu S$ , est injectée de bas en haut. La pression d'injection est de 5 kPa, ce qui correspond à une hauteur d'eau de 50 cm. La température de l'eau et de la salle est maintenue à  $20^\circ C$  tout au long de l'essai. La mise en cellule des éprouvettes est synthétisée sur la Figure 66.

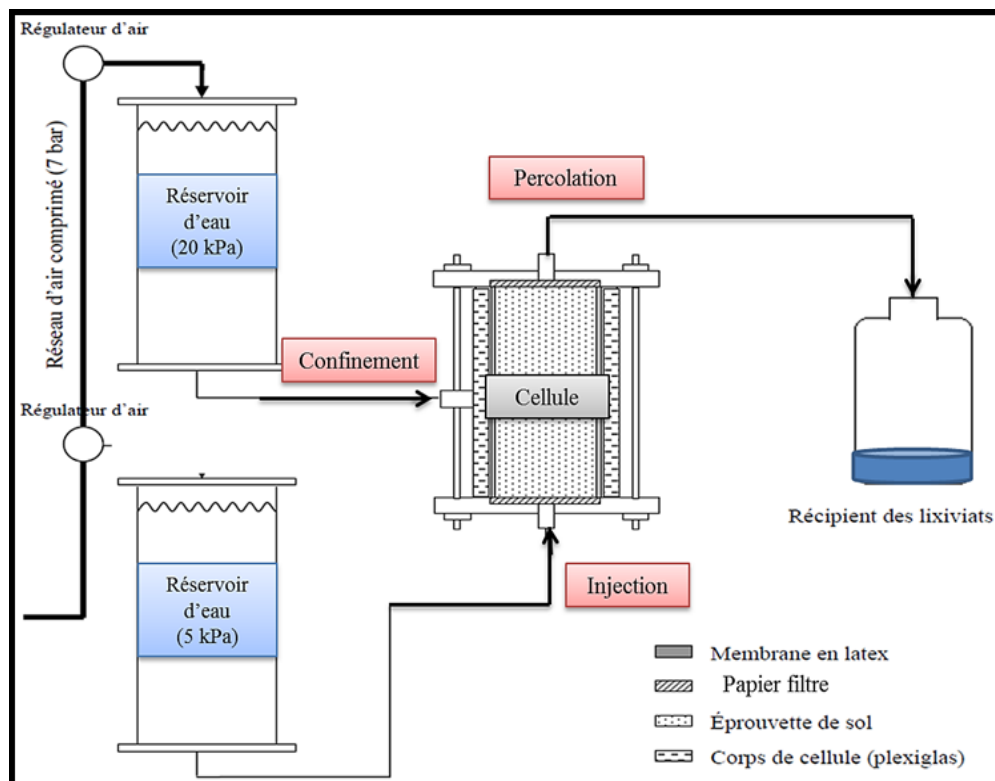


Figure 65: Dispositif expérimental de l'essai de percolation





Figure 66: Mise en cellule des éprouvettes pour l'essai de percolation

### **Préparation des éprouvettes mises en percolation**

Les sols soumis à cet essai ont été compactés à différentes énergies de compactage et/ou traités (au ciment ou à la chaux) pour reproduire les opérations que subissent les matériaux réutilisés en techniques routières afin d'améliorer leurs performances suivant le Guide Technique pour le traitement des sols à la chaux et/ou aux liants hydrauliques (GTS). L'objet de ces essais donc est de comprendre l'influence des opérations géotechniques sur le relargage des polluants.

La confection des éprouvettes nécessite la connaissance du comportement du sol au compactage. Plusieurs types de compactage ont été réalisés sur le sol non traité. Le premier correspond au compactage le plus utilisé sur les chantiers à savoir celui de l'essai Proctor Normal. Afin de mettre en évidence l'évolution de l'indice des vides des matériaux compactés en fonction de l'énergie de compactage, la densité du sol a été mesurée pour différentes énergies de compactage. L'énergie de compactage a pu être modifiée en s'appuyant la formule donnée dans la norme NF P94-093 (2014).

$$\text{Énergies de compactage} = (N H m_d g) / V \quad 2.7$$

où N est le nombre total de coups ; H est la hauteur de chute de la dame ; m<sub>d</sub> est la masse de la dame ; g est l'accélération de la pesanteur ; V est le volume du matériau compacté dans le moule.

Pour faire varier l'énergie de compactage, il suffit de modifier le nombre de coups par couche et nous avons ainsi obtenu les valeurs représentées dans le Tableau 11.

**Tableau 11: Propriétés des compactages à différentes énergies**

Échantillon	Nombre de couches	Nombre de coups par couche	Énergie de compactage (kN.m/dm <sup>3</sup> )
½ OPN	3	28	0.3
OPN	3	56	0.6
½ OPM	5	28	1.3
OPM	5	56	2.7

Pour les essais de percolation, nous avons choisi de préparer des éprouvettes compactées à l'OPN et l'OPM (sol non traité) et 100% de la teneur en eau de leur optimum. Des éprouvettes de sol traité au CEM II 5% ou traité à la chaux 1% puis compactés à l'OPN et 100% de la teneur en eau de leur optimum sont également testées.

Le protocole appliqué est très proche de celui utilisé pour réaliser les essais Proctor.

La première étape consiste à humidifier le matériau (sol sous-échantillonné) à la teneur en eau souhaitée et à bien le mélanger avec un malaxeur à couteaux puis le conserver pendant 24 h dans un sac en plastique de manière à homogénéiser la teneur en eau de ce matériau.

Dans le cas d'un sol traité, le sol est repris dans le malaxeur au bout de 24 h, pour y incorporer le liant. L'action de la chaux nécessite du temps et par conséquent l'attente est de 1h entre le traitement et le moulage. En revanche, pour le traitement au ciment, la réaction hydraulique est plus rapide et le moulage des éprouvettes se fait aussitôt après le traitement. Dans le cas d'un sol non traité, le moulage se fait juste après les 24h d'humidification.

Un compactage double statique a été choisi pour le moulage des éprouvettes destinées à l'essai de percolation. Les dimensions des éprouvettes (**100 mm de diamètre et 100 mm de hauteur**) ont été choisies par rapport au diamètre maximum des grains qui composent le sol compacté (soit 20 mm).

La cure appliquée sur le sol traité au ciment ou à la chaux est réalisée à une température de 20 °C. Les éprouvettes sont protégées de l'air (paraffinage) dans le but de conserver la teneur en eau de moulage. Le paraffinage permet également d'éviter la carbonatation de la chaux au sein des éprouvettes. Les essais de percolation sont mis en route après 28 jours de cure.

Avant de mettre les éprouvettes à l'essai, leur profil de densité est observé au moyen du banc gamma. Le but étant voir si le compactage est homogène sur tout le long de l'éprouvette.

## **Lancement de l'essai**

Des mesures au banc gamma ont été réalisées sur les éprouvettes avant le début des essais de percolation pour s'assurer que les éprouvettes testées sont relativement similaires et homogènes (homogénéité validée).

Une fois que les éprouvettes sont mises en place dans le dispositif de percolation, le système d'alimentation en eau est ouvert mais pas le robinet de sortie. Cela permet de « saturer » l'éprouvette dans un premier temps (une saturation complète n'a pas pu être vérifiée). Au bout 24 à 48h, le robinet de sortie de l'eau est ouvert et les percolats sont récupérés de manière régulière. Nous n'avons pas imposé un volume ou un temps fixe pour la récolte des percolats compte tenu de la variabilité qui peut survenir au niveau des comportements entre éprouvettes (même si on les suppose identiques). Pour gérer les absences, les week-ends ou les vacances (système non automatisé), le système a pu subir des arrêts (fermeture des robinets d'entrée et de sortie). Ces phases d'arrêt ont un impact d'ores et déjà connu à l'origine par exemple de saut au niveau de la conductivité. Les pannes électriques (déconfinement des éprouvettes) peuvent également générer des anomalies au niveau du suivi des éprouvettes (le suivi a duré généralement plus de 6 mois) et on a décidé d'arrêter l'essai lorsque le rapport L/S atteint 2L/kg. Des essais sont malheureusement encore en cours en fin de thèse compte tenu des faibles perméabilités caractéristiques des éprouvettes testées.

Les volumes de percolats récupérés entre le moment  $t_1$  et  $t_2$  (date et heure notées) ont été pesés pour estimer leur quantité ce qui a permis d'évaluer l'évolution de la perméabilité avec le temps. La conductivité, le pH et les sulfates ont été mesurés sur chaque percolat et certains percolats ont été analysés par ICP/OES (5 par éprouvettes testés). Pour faciliter la comparaison des éprouvettes testées qui sont différentes les unes des autres (différents compactage avec ou sans traitement), les analyses en percolation sont présentées non pas en fonction du temps de percolation mais en fonction du volume percolé exprimé en nombre de volume poral traversé. Le volume poral traversé représente le volume d'eau percolé/ volume des vides. Le volume des vides est obtenu suivant la formule  $(V_{\text{éproutette}} \times \text{Indice des vides}) / (\text{Indice des vides} + 1)$  et l'indice des vides est calculé pour différentes énergies Proctor (voir le chapitre 4.3) en rapportant le pourcentage des vides contenus dans une éprouvette au volume de l'éprouvette. Cette représentation permet de comparer les éprouvettes lessivées pour des nombres de volumes poraux identiques (lessivage identique)

Une étude des éprouvettes après percolation était initialement programmée : lyophilisation des éprouvettes (méthode de séchage), mesure de la granulométrie et sédimentométrie pour voir

l'évolution de la taille des particules (qui peut évoluer lors du compactage ou du relargage des éléments solubles comme le gypse), passage au banc gamma (modification de la densité entre l'amont et l'aval des éprouvettes), mesure de  $R_c$  (pour vérifier si le lessivage entraîne une modification de la tenue mécanique) et observation de la microstructure par microscopie et porosimétrie complétée par une cartographie de fluorescence X). Cependant cette étape n'a pu être réalisée faute de temps.

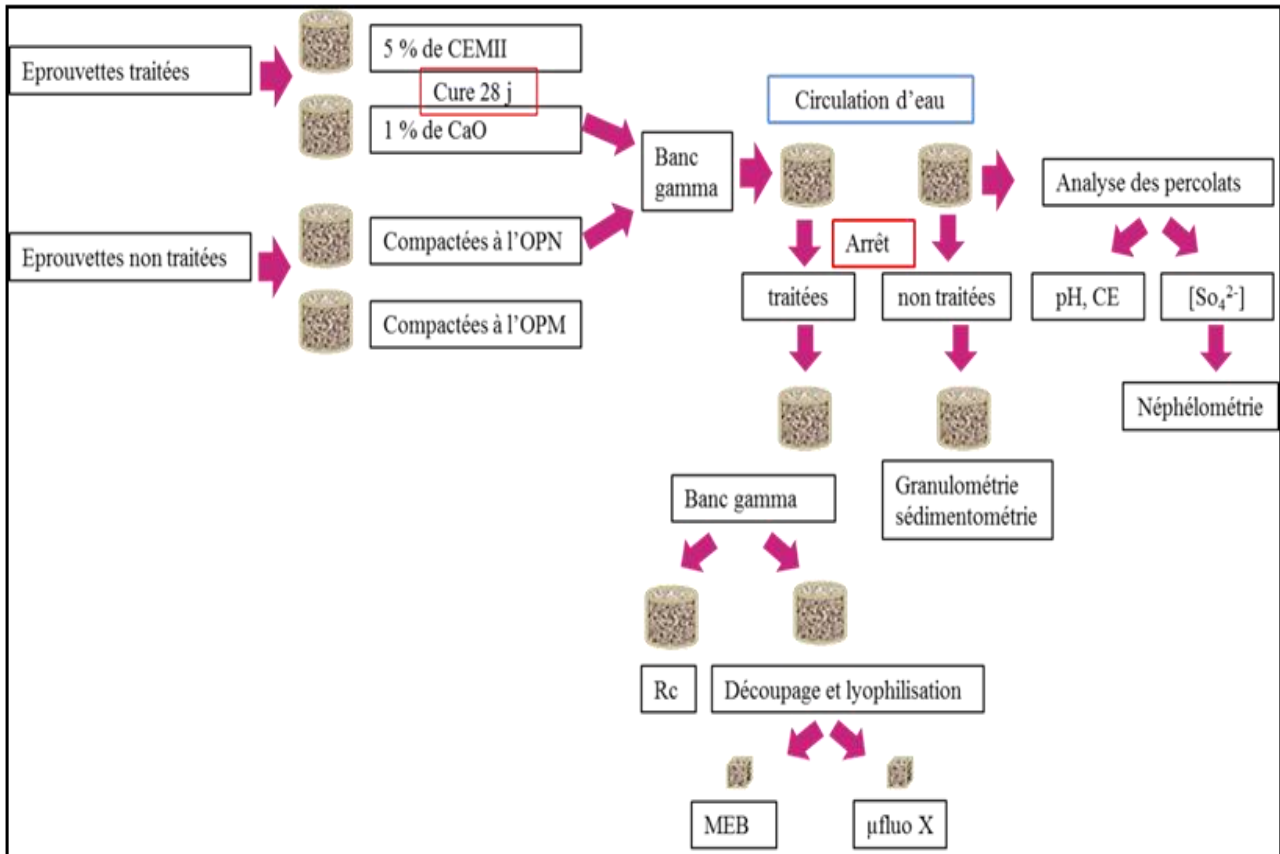


Figure 67: Les étapes lors de l'essai de percolation

### 2.6.3 Développement d'un nouvel essai : essai d'immersion

Compte tenu de la faible perméabilité des éprouvettes, les essais de percolation tels que dimensionnés sont à leur limite. Pour comparaison avec l'essai de percolation où un fluide est poussé à travers l'éprouvette, un essai d'immersion statique des éprouvettes compactées/traitées (en monolithe) a été mis en place.

Le but de l'essai est de reproduire des conditions réelles d'un remblai ou d'une couche de forme inondée. Les sols, quand ils sont mis en couche de forme ou en remblai, subissent des opérations qui leur procurent une fois mis en place des perméabilités moyennes à faibles, comme on a pu le constater lors de l'essai de percolation.

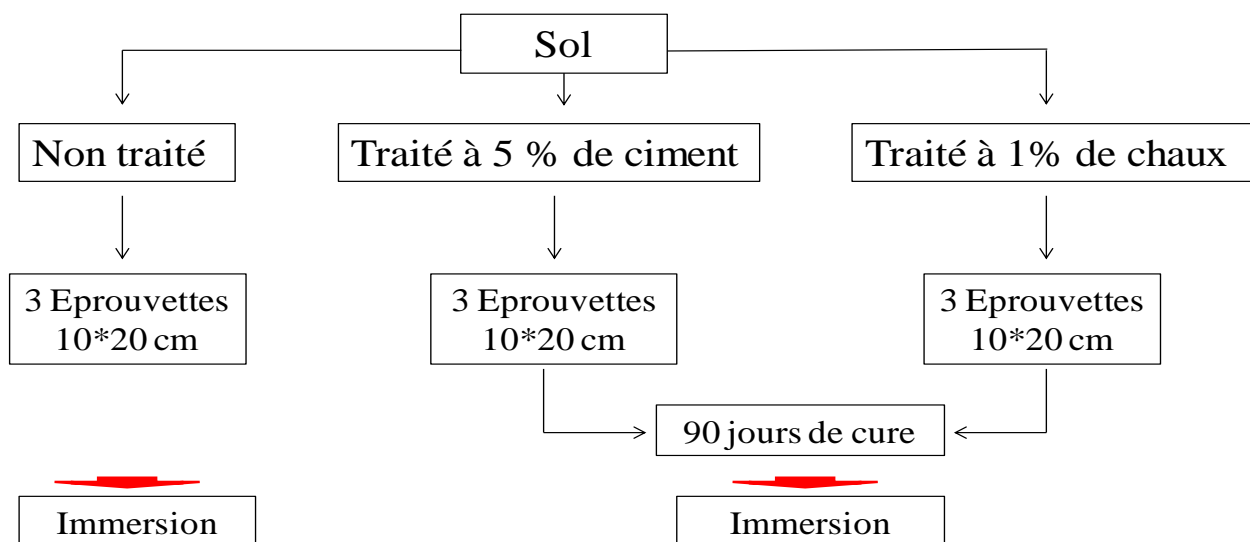
Dans ce cas, les mécanismes de lixiviation mettent en jeu :

- la diffusion (à travers les pores et/ou à partir de la surface jusque dans la masse du lixiviant) ;
- le lessivage initial des surfaces ;
- d'autres processus (comme la solubilisation/dissolution, les changements de spéciation,...).

Les essais de lixiviation et percolation testés auparavant n'étaient pas adaptés pour reproduire ces mécanismes.

Le principe de l'essai d'immersion est de déterminer, en fonction du temps, le relargage de substances par des éprouvettes de sol avec un lixiviant (l'eau déminéralisée) en contact avec la surface de ce dernier. Le principe de l'expérimentation a été inspiré de la norme CEN/TS 16637-2 (2014). L'éprouvette est placée dans un réacteur/récipient de lixiviation et la surface exposée est complètement immergée dans un lixiviant. Le rapport L/S choisi est de 10L/kg.

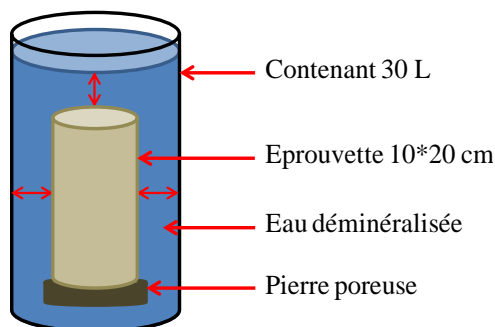
Pour les deux sols (Ivry et Boulogne), les éprouvettes testées sont présentées sur la Figure 68



**Figure 68. Éprouvettes testées au cours de l'essai d'immersion**

Nous avons donc choisi de travailler avec des éprouvettes du sol non traité et compacté à l'optimum Proctor Normal, du sol traité à 5% de ciment et du sol traité à 1% de chaux. Ces éprouvettes de sol font 10 cm de diamètre et 20 cm de hauteur pour une masse sèche de matériau d'environ 3 kg.

Les éprouvettes de sol sont disposées dans des contenants séparés (des seaux avec couvercles) d'un volume d'environ 30 L de manière à laisser au moins 5 cm de distance avec les bords. L'éprouvette est également immergée sous au moins 5 cm d'eau.



**Figure 69: Le dispositif expérimental de l'essai d'immersion**

### Mode opératoire

Il faut noter l'heure  $t_0$  au moment de l'immersion de l'éprouvette dans l'eau déminéralisée et laisser le processus de lixiviation se dérouler pendant  $6 \text{ h} \pm 15 \text{ min}$ . À la fin de cette étape, on échantillonne un volume d'eau nécessaire pour les analyses chimiques et on note l'heure ( $t_1$ ). Après cette extraction d'eau, un même volume d'eau déminéralisée est remis dans le récipient de lixiviation de manière à garder un rapport L/S constant. On procèdera de la même manière pour les prélèvements successifs de l'ordre de  $30 \text{ mL}$  en respectant les durées de lixiviation données dans le Tableau 12.

**Tableau 12. Temps de renouvellement du lixiviant (Extrait de la norme CEN/TS 16637-2)**

Étape/fraction	Durée de l'étape de lixiviation (h)
1	6
2	24
3	54
4	96
5	120
6	140
7	168

Les lixiviats sont ensuite filtrés si nécessaire. Des analyses de pH et conductivités sont réalisées ainsi que la mesure des teneurs en sulfates (par néphélométrie) (certains lixiviats seront passés en ICP/OES pour une quantification de tous les éléments relargués).

## 2.7. Conclusion du chapitre 2

Les deux matériaux sélectionnés pour l'étude correspondent à des sols urbains excavés de la région parisienne. Hormis la géologie, les deux sols ont une situation géographique et ont connus des activités différentes. Le premier sol provient de la région de Boulogne Billancourt et il a été excavé dans un ancien site industriel (industrie de l'automobile). Le deuxième sol a été prélevé dans la région d'Ivry-sur-Seine en partie au droit du périphérique parisien et il a donc connu la pollution que peut générer un trafic routier.

Les opérations de préparation des matériaux nous ont permis d'avoir des matériaux secs, homogénéisés et avec un  $D_{\max}$  de 20 mm. Ce diamètre permet de rester proche des pratiques des terrassiers sur le terrain et d'être compatible avec les quantités de matériaux à prélever pour les différents essais (plus le sol est grossier et plus les quantités à prélever et à préparer sont importantes, alors que nous avons une quantité limitée de chaque sol pour toute notre étude). Ce diamètre est également compatible avec la taille des cellules de percolation mises en place. Les tailles décimétriques imposées par le  $D_{\max}$  imposent des durées de percolation relativement longues mais encore compatibles avec la durée d'une thèse

Cette étape de préparation longue et minutieuse est déterminante pour obtenir une bonne représentativité et répétabilité des mesures appliquées dans tout le reste de l'étude.

Ces mesures appartiennent au domaine de la géotechnique et des terrassements ( $R_c$ ,  $I_{PI}$  et Proctor,...), des matériaux (DRX, Fluo X...) mais également de la chimie de l'environnement (lixiviation et percolation...) afin d'aborder le comportement technique et environnemental des sols testés.

## **3 Chapitre 3 : Résultats de la caractérisation de deux sols urbains**

Dans cette partie sont présentés les résultats de l'identification géotechnique des deux sols urbains sur lesquels porte ce travail de thèse. Les caractéristiques géotechniques mais également physiques, chimiques et minéralogiques de ces sols doivent permettre d'avoir une meilleure connaissance des matériaux de ce type, qui restent encore mal connus, notamment les sols urbains de fondation prélevés à une profondeur supérieure à 1 mètre.

L'introduction d'un essai de tri manuel sur le squelette granulaire du sol (inspiré d'un essai appliqué dans le domaine des granulats) a permis de mieux approcher les caractéristiques spécifiques de ce type de matériau et des essais de caractérisation ont été appliqués sur chaque composante triée du sol ainsi que sur la matrice totale des sols et différentes fractions granulaires.

### **3.1. Identification géotechnique des sols testés et essai de tri**

#### **3.1.1 Analyse granulométrique**

Le diamètre maximum ( $D_{\max}$ ) pour les deux matériaux récoltés sur site avant criblage et préparation était supérieur à 50 mm, la quantité de passant à 80  $\mu\text{m}$  était supérieure à 12% et la fraction > 50 mm représentait de l'ordre de 5 % de la fraction totale. Les sols reçus étaient classés C1 au sens du GTR. Dans ce cas, on considère que leur comportement est assimilable à celui de la fraction 0/50mm. Les matériaux ont donc été criblés et concassés pour obtenir des sols avec un  $D_{\max}$  de 20 mm. Vis-à-vis de la valeur usuelle de 50 mm, cette valeur de 20 mm a été retenue notamment pour éviter les effets d'échelle lors des mesures mécaniques.

Le sol de Boulogne après concassage présente une quantité de passant à 80  $\mu\text{m}$  de 37,5 %. Le comportement du sol peut être considéré comme régi par celui de sa fraction fine selon le GTR. Le sol est donc classé C<sub>1</sub>A. La courbe d'analyse granulométrique du sol de Boulogne sur la Figure 70 présente également deux modes de distribution des grains et une granularité étalée (plusieurs essais de granulométrie/sédimentométrie permettent d'évaluer la dispersion des mesures et l'hétérogénéité du matériau testé. Les barres d'erreur sur la Figure 70, de même que sur la Figure 71 pour le sol d'Ivry, en sont l'expression.

Pour le sol d'Ivry, le passant à 80  $\mu\text{m}$  est de 32,1 %. La quantité de fines est non négligeable et le sol est classé C<sub>1</sub>B<sub>5</sub>. Comme précédemment, la distribution granulométrique sur la Figure 71 est très étalée. Finalement si l'on compare les courbes granulométriques des deux sols (sur la Figure 72),



les deux sols, quoique d'origine différente avec des histoires variées, présentent des caractéristiques granulométriques très semblables avec une légère différence sur les fractions < 0,2 mm.

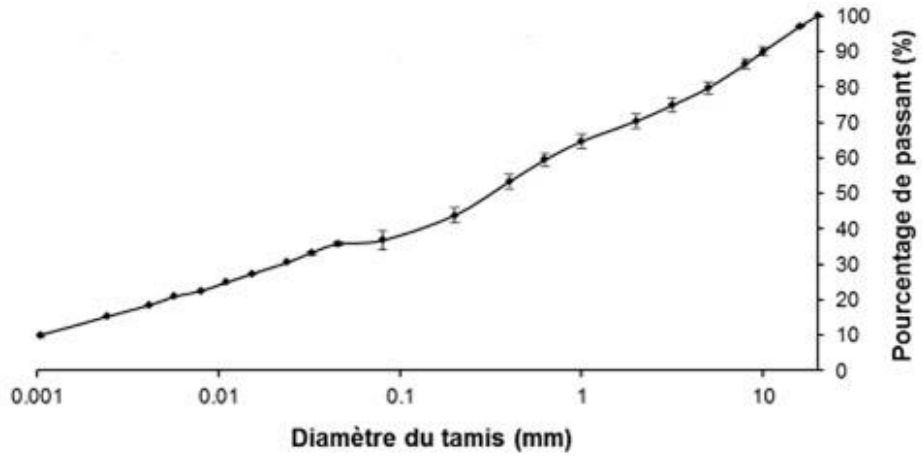


Figure 70: Courbe granulométrique pour le sol de Boulogne-Billancourt avec  $D_{max} = 20$  mm

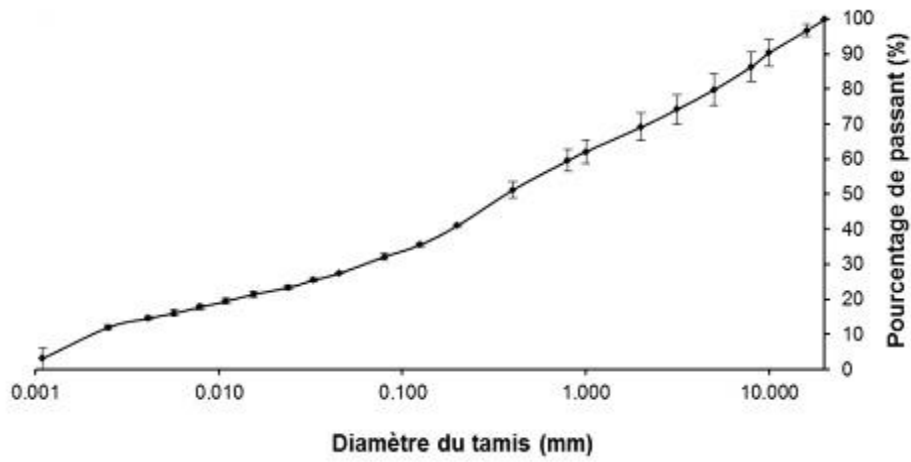


Figure 71: Courbe granulométrique globale pour le sol d'Ivry avec  $D_{max} = 20$  mm

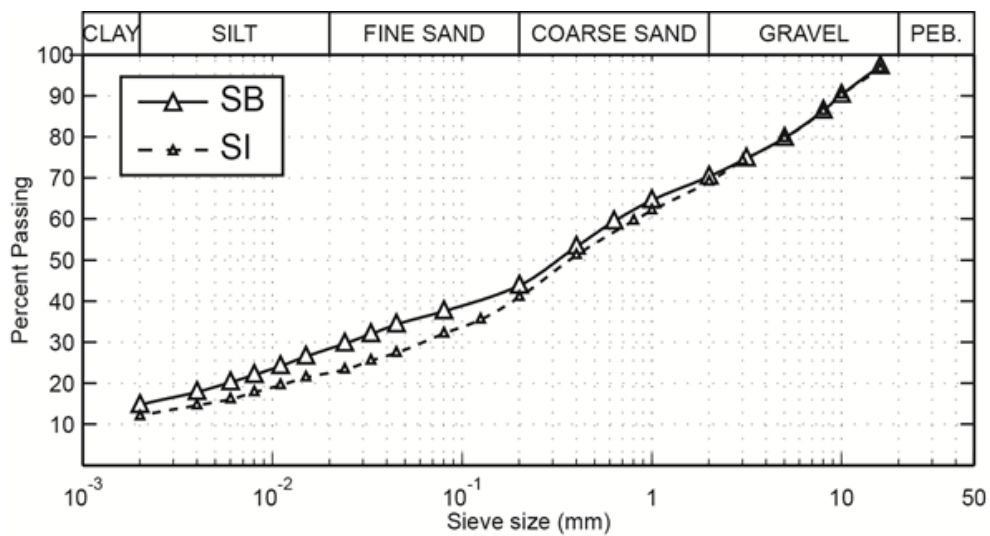


Figure 72: Comparaison des courbes granulométriques globales des deux sols analysés

Une granulométrie étalée est synonyme de la présence de deux fractions granulaires, la fraction grossière et la fraction fine. La répercussion d'une telle distribution sur le reste de l'étude est non négligeable. En effet, cette texture a un impact sur la structure du sol compacté car les particules fines selon leur nombre peuvent combler plus ou moins les vides entre les particules grossières. Cette combinaison de particules engendre une structure qui peut être très dense et peu perméable après compactage.

D'autre part, avec la présence d'une fraction fine dans les sols urbains, on s'attend à un certain mode de distribution de la pollution. En effet, la fraction fine est connue pour son adsorption facile de la pollution métallique et son relargage. *Meuser et al. (2010)* ont montré que la concentration en certains métaux tels le Cd, le Pb ou encore l'As dépend de la texture du sol : plus la fraction est fine, plus la surface spécifique des particules est importante et plus la concentration en éléments sera élevée. Il a été démontré dans plusieurs études que la taille des particules fines permet la mise en solution plus rapide des pollutions du fait de la petite distance à parcourir pour atteindre cette solution.

### 3.1.2 L'activité argileuse du sol

L'activité argileuse est mise en évidence par la mesure des limites d'Atterberg, de la valeur de bleu et par le calcul de l'activité des argiles ( $A_c$ ). Cette dernière est donnée par la relation suivante :

$$A_c = \frac{I_p}{C_2} \quad 3.1$$

où  $A_c$  est l'activité argileuse du sol,  $I_p$  est l'indice de plasticité et  $C_2$  est la proportion de la fraction inférieure à  $2\mu\text{m}$ .

Pour le sol de Boulogne, la limite de liquidité  $w_L$  est de 32% et la limite de plasticité  $w_P$  est de 21%. L'indice de plasticité  $I_p = w_L - w_P$  est égal à 11. Il s'agit donc d'un sol comportant des fines et des gros éléments. Jugé peu plastique, le sol de Boulogne est classé  $C_1A_1$ . Ce type de sol est connu pour changer brutalement de consistance pour de faibles variations de teneur en eau, en particulier autour de la teneur en eau Proctor normale ( $w_{OPN}$ ).

Pour le sol d'Ivry, la limite de liquidité est de 30 % et la limite de plasticité de 18 %. Cela donne un indice de plasticité de 12. Il s'agit donc d'un sol comportant des fines et des gros éléments. Il est classé  $C_1B_5$ . La proportion de fines et la faible plasticité de ces dernières, rapprochent beaucoup le comportement de ces sols de celui des sols  $A_1$ . Par ailleurs, les valeurs de l'activité argileuse ( $A_c$ ) dans le Tableau 13 montrent que les deux sols présentent une activité argileuse peu active à normale.

**Tableau 13. Valeurs des limites d'Atterberg des deux matériaux étudiés**

Prélèvement	W <sub>P</sub>		W <sub>L</sub>		I <sub>P</sub>		Ac
	Moyenne (%)	Écart type	Moyenne (%)	Écart type	Moyenne (%)	Écart type	
Sol Boulogne	21	1	32	-	11	-	0,75
Sol Ivry	18	0	30	-	12	-	1

Compte tenu de l'imprécision de la mesure de l'I<sub>P</sub>, des mesures de valeur au bleu de méthylène (V<sub>BS</sub>) ont également été réalisées (Tableau 14). La valeur au bleu de méthylène du sol de Boulogne est de 0,8. Cette valeur est inférieure à 2,5 ce qui confirme la faible activité argileuse mesurée. Concernant Ivry, la même remarque peut être faite avec une valeur de 1.1.

**Tableau 14. Résultats des mesures de la valeur de bleu de méthylène du sol**

Prise d'essai	V <sub>BS</sub> moyen	Écart type	Nombre de prises d'essai
Sol Boulogne	0,8	0,1	9
Sol Ivry	1,1	0,0	5

Comme suggéré par *Sun et al. (2013)*, les sols urbains que nous avons testés présentent une faible activité argileuse car l'urbanisation a tendance à diminuer la proportion de minéraux argileux dans ce type de matériaux. La fraction fine dans ces sols est en effet associée à la dégradation de particules grossières comme les briques, le plâtre, le béton et éléments à base de béton et autres produits de construction et démolition, les scories... (*Meuser, 2010*).

### 3.1.3 Masse volumique des particules solides

Le Tableau 15 présente les résultats des mesures des masses volumiques des particules effectuées sur différentes fractions granulométriques issues des deux sols testés.

**Tableau 15. Masse volumique des particules pour les deux sols (en g/cm<sup>3</sup>)**

		Fraction 0-0.08 mm		Fraction 0-2 mm		Fraction 0,08-2mm		Fraction 2-20mm
		Avant calcination	Après calcination	Avant calcination	Après calcination	Avant calcination	Après calcination	Sans calcination
Sol Boulogne	Mo y.	2,63	2,71	2,52	2,72	-	-	2,47
	σ	0,10	0,10	0,01	0,02	-	-	0,01
Sol Ivry	Mo y.	2,60	2,76	2,58	2,72	2,59	2,70	2,45
	σ	0,00	0,01	0,00	0,01	0,01	0,00	-

Les masses volumiques mesurées soit 2,52-2,63 g/cm<sup>3</sup> sont un peu faibles que pour des sols naturels, pour lesquels la densité des particules est attendue entre 2,6 et 2,8 g/cm<sup>3</sup> (*Blanco-Canqui, 2005*). De plus, les masses volumiques des particules de la fraction 0/0,08 mm et de la fraction 0/2 mm sont différentes. Cette différence est attribuée à la présence de matière moins dense que les particules minérales, comme par exemple de la matière organique ou de l'eau. Nous avons donc effectué une calcination à 550°C sur les matériaux afin de valider cette explication. Après calcination, les deux fractions ont des masses volumiques de particules quasi-similaires (égales à 2,71 – 2,76 g/cm<sup>3</sup>) et supérieures aux valeurs mesurées avant calcination. Elles correspondent plus alors à l'ordre de grandeur des valeurs attendues. Ces résultats prouvent la présence de particules moins denses qui disparaissent ou sont modifiées après calcination. Des résultats similaires après calcination sont observés sur les matériaux de démolition et de construction (*Asakura, 2010*) et, en particulier, les matériaux à base de gypse qui sont sensibles à la température (*Santisteban, 2004*). Les faibles densités mesurées sur nos sols peuvent alors s'expliquer par la présence de déchets de constructions et de démolitions (notés CDW) comme escompté dans une matrice urbaine. Ce type de matériaux possède en effet de faibles densités de particules entre 2,3 et 2,6 g/cm<sup>3</sup> (*Asakura, 2010 ; Arulrajah et al., 2013 ; Silva et al., 2014*).

### 3.1.4 Identification des composants du sol par un essai de tri (NF EN 933-11)

Les constituants du squelette granulaire des sols de Boulogne et d'Ivry sont donnés dans le Tableau 16. La famille des X a été subdivisée comme détaillé dans le Tableau 17, où l'on discerne les scories magnétiques et non magnétiques, le gypse, les sols fins, ainsi que les éléments légers comme le bois, le plastique....

**Tableau 16: Résultats de l'essai de tri**

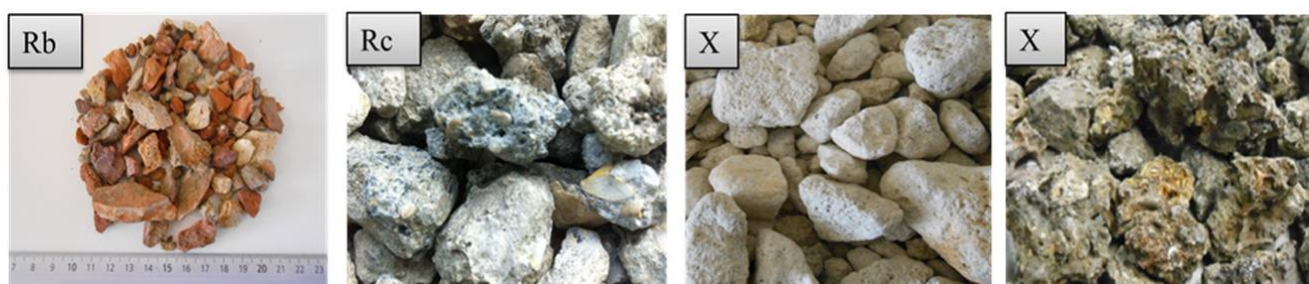
Description	Composants (%)	Sol Boulogne	Sol Ivry
Béton, éléments de maçonnerie...	R <sub>C</sub>	17,3	2,1
Pierres naturelles	R <sub>u</sub>	29,8	43,5
Éléments en terre cuite	R <sub>b</sub>	1,8	1,3
Matériaux bitumineux	R <sub>a</sub>	0,0	0,0
Verre	R <sub>g</sub>	0,1	0,6
Autres	X	50,9	52,5

**Tableau 17: Détail de la famille des X**

Description	Sol Boulogne	Sol Ivry
Gypse	3,8	4,9
Sol fin	18	32,8
Scories ferreuses	4,1	1,4
Scories non ferreuses	24,9	13,3
Autres (plastiques, bois...)	0,1	0,1

Les résultats montrent que les squelettes granulaires illustrés sur la Figure 73 se composent d'une partie d'origine naturelle et d'une partie anthropique (matériaux de démolition et sous-produits industriels). La fraction naturelle semble prépondérante pour le sol d'Ivry avec Ru+Sol fin associé aux argiles égal à 76,3% contre 47,8% pour le sol de Boulogne. Le sol de Boulogne contient par contre une fraction importante de scories et de CDW.

Les compositions des deux sols sont typiques des sols urbains caractérisés dans la littérature ([Wessolek et al., 2011](#) ; [Meuser, 2010](#)).



**Figure 73: Composantes du squelette granulaire des sols étudiés**

Pour mieux caractériser les différentes composantes du squelette, la masse volumique des particules solides a été mesurée sur les artefacts précédemment identifiés avant et après broyage. Le but du broyage est d'éviter les effets de la porosité non connectée lors des mesures de la masse volumique. En effet, les artefacts contenus dans le squelette granulaire, comme certaines scories, présentent une porosité incluse qui n'est pas prise en compte dans les mesures réalisées. Les résultats de ces essais sont présentés dans le Tableau 18.

**Tableau 18: Masse volumique des particules solides (g/cm<sup>3</sup>) avant et après broyage**

	X1		SNF		SF		Ru		Rc		Rb		Gy	
	SB	SI	SB	SI	SB	SI	SB	SI	SB	SI	SB	SI	SB	SI
$\rho_s$	2,61 (0,15)	2,51 (0,15)	<b>2,10</b> <b>(0,06)</b>	<b>2,26</b> <b>(0,10)</b>	<b>3,57</b> <b>(0,15)</b>	<b>3,84</b> <b>(0,22)</b>	2,63 (0,01)	2,64 (0,02)	2,60 (0,02)	2,59 (0,01)	2,57 (0,01)	2,49 (0,04)	2,30 (0,05)	2,91 (0,03)
$\rho_s$ broy.	2,62 (0,00)	2,60 (0,00)	<b>2,4</b> <b>(0,00)</b>	<b>2,49</b> <b>(0,00)</b>	<b>3,73</b> <b>(0,02)</b>	<b>4,00</b> <b>(0,00)</b>	2,67 (0,00)	2,67 (0,00)	2,62 (0,00)	2,65 (0,00)	2,63 (0,00)	2,65 (0,00)	2,42 (0,01)	2,43 (0,00)

Les résultats mettent en évidence des différences entre les masses volumiques des particules des familles de composants. En effet, on note que, dans les deux sols, les scories ferreuses sont plus denses avec des masses volumiques des particules solides de 3,57 g/cm<sup>3</sup> pour le sol de Boulogne et 3,84 g/cm<sup>3</sup> pour le sol d'Ivry. La composition de ces matériaux dépend de leur procédé de fabrication, cependant ces matériaux sont connus pour être denses. Dans la littérature, les masses volumiques des scories issues des filières du zinc et du plomb varient par exemple de 3,30 g/cm<sup>3</sup> à 3,80 g/cm<sup>3</sup> (Guide technique régional relatif à la valorisation des déchets et coproduits industriels Nord-Pas-de-Calais).

On note également, à partir des résultats du tableau, que les familles de particules les moins denses sont le gypse et les scories non ferreuses. Le gypse est connu pour avoir une masse volumique des particules autour de 2,30 g/cm<sup>3</sup>.

Le Tableau 18 montre également que le broyage présente un impact différent selon la nature des particules. En effet, le broyage a un impact important dans le cas des scories ferreuses et non ferreuses, un impact moins important dans le cas des briques (Rb) voire pas du tout d'impact dans le cas des roches naturelles et de la famille X1.

On cherche par la suite à savoir si chacune des familles identifiées par le processus de tri sur la fraction 4/20mm se retrouve dans les autres fractions granulométriques. Pour répondre à cette question, une analyse chimique en contenu total ainsi qu'une semi-quantification utilisant la micro-fluorescence de rayons X ( $\mu$ XRF) ont été réalisées sur chacune des familles issues du tri et sur différentes fractions granulométriques.

### **3.1.5 Teneur en matières volatiles assimilées à la matière organique des sols**

Les mesures de la teneur en matières volatiles des sols sont associées à la matière organique par la norme XP P94-047 (1998). Cette norme prévoit une mesure de la perte de masse des matériaux entre 40°C et 450-550°C. Les mesures sur les matrices totales des deux sols testés, les différentes fractions granulaires et les différentes familles de composants du squelette granulaire de ces sols sont présentées dans le Tableau 19 et le Tableau 20.

**Tableau 19: Teneurs en matière organique (ou matières volatiles) mesurées par la norme XP P94-047 (1998) : première et seconde série de mesures sur la fraction totale et les fractions granulométriques**

Première série de mesures	Sol Boulogne		Sol Ivry	
	0-2 mm	<80 µm	0-2 mm	<80 µm
Moyenne (%)	5,2	6,3	6,7	8,0
Écart type	0,1	0,1	0,8	2,3
Nombre de prises d'essais	3	3	3	3

Seconde série de mesures	(%)	Fraction totale	<80 µm	80-400 µm	>400 µm
SB	MV <sub>450°</sub> (%)	11,0	8,9	8,1	4,1
SB	MV <sub>550°</sub> (%)	14,6	10,4	10,2	6,0
SI	MV <sub>450°</sub> (%)	3,5	4,3	6,1	3,4
SI	MV <sub>550°</sub> (%)	6,8	5,3	6,4	6,3

Les valeurs de teneurs en matière organique du sol obtenues sur les deux fractions testées 0/2 mm et 0/80 µm montrent que les matériaux présentent dans l'absolu de faibles quantités de matière organique. Cependant ces valeurs sont non négligeables dans le domaine des terrassements, où des teneurs en matière organique supérieures à 5% permettent d'assimiler le sol à un sol organique de surface. Un tel comportement nous amène à nous poser la question quant à la nature de cette « matière organique » que l'on appellera désormais « matières volatiles ».

**Tableau 20. Teneurs en matière organique (ou matières volatiles) mesurées par la norme XP P94-047 (1998) sur les composantes des sols issues de l'essai de tri**

		X <sub>1</sub>	SNF	SF	R <sub>u</sub>	R <sub>c</sub>	R <sub>b</sub>	G <sub>y</sub>
ρ <sub>s</sub> (g/cm <sup>3</sup> )	SB	2,62	2,40	3,73	2,67	2,62	2,63	2,42
ρ <sub>s, calciné</sub> (g/cm <sup>3</sup> )		2,71	2,50	3,85	2,64	2,67	2,65	2,86
*MV <sub>450°</sub> (%)		8,4	16,6	1,1	1,6	4,3	0,9	4,8
**MV <sub>550°</sub> (%)		8,6	22,6	1,1	1,5	5,1	1,3	15,3
ρ <sub>s</sub> (g/cm <sup>3</sup> )	SI	2,60	2,49	4,00	2,67	2,65	2,65	2,43
ρ <sub>s, calciné</sub> (g/cm <sup>3</sup> )		2,67	2,73	4,21	2,67	2,67	2,65	2,88
***MV <sub>450°</sub> (%)		5,5	7,8	5,4	1,1	2,2	0,8	4,3
***MV <sub>550°</sub> (%)		7,3	19,7	6,3	2,0	4,7	1,2	5,0
**MV <sub>550°</sub> (%)		9,1	20,3	7,4	1,9	4,5	1,4	17,5

\*La température du séchage initiale était de 105°C, \*\* La température du séchage initiale était de 50°C, \*\*\* la température de séchage initial était de 40°C

Si l'on considère que les matières volatiles sont bel et bien de la matière organique rencontrée dans les sols de surface, ces valeurs sont surprenantes car les sols ont été prélevés en profondeur à plus de 1-1,5 mètres. En effet, pour ce type de matériaux, les arrivées d'eau sont faibles et l'activité microbienne est généralement diminuée (Wei, 2013). On pourrait s'attendre à de faibles teneurs en matière organique dans ces conditions. Par ailleurs, il est connu que la teneur en MO des sols

« naturels » tend à décroître avec la profondeur (*Jobbagy et Jackson, 2000 ; Gorbov, 2013*). Le comportement d'un sol urbain semble différent mais *Lorenz et al. (2005)* ont montré par exemple que, jusqu'à une profondeur de 1,9 m, les sols urbains peuvent contenir une quantité importante de biomasse microbienne avec un métabolisme actif.

Quant à la répartition de la matière volatile dans les composants du squelette granulaire, elle semble inégale. La présence de matière organique que l'on rencontre dans les sols agricoles étant peu probable dans les scories, l'origine des matières volatiles devra être cherchée ailleurs. La température de calcination des SF a un impact sur leur MV. À 450°C, la teneur en matière volatile est de 16,6% pour SB et de 7,8% pour SI. À 550°C, elle est de 22,6% et 19,7%. En revanche, on ne remarque pas d'impact de la température de séchage avant essai. Pour mettre en évidence l'impact de la matière volatile, des mesures de densités après calcination à 550°C ont été réalisées. La densité des particules  $\rho_s$  semble sensible à la température de calcination dans le cas des scories ferreuses. Elle augmente de 0,1-0,2 g/cm<sup>3</sup> entre 450°C et 550°C. La perte de masse après calcination à 450-550°C des SNF est quant à elle faible pour SB et indépendante de la température de calcination. Pour SI, la masse volatile MV<sub>450°C</sub> des SF est élevée (soit 5,4%) et MV<sub>550°C</sub> est supérieure de 1%. Les densités des SF semblent suivre le même comportement que les MV des SF dans le sol SI. Elles sont de 3,73 et 4,00 g/cm<sup>3</sup> et gagnent environ 0,1-0,2 g/cm<sup>3</sup> après calcination comme pour les SNF.

Les proportions de matières volatiles dans les scories non ferreuses sont donc particulièrement importantes, de même que dans le gypse et les sols fins et avec des proportions moins élevées dans les bétons et les roches naturelles. Dans ce cas, les valeurs mesurées par perte de masse lors de la calcination peuvent être attribuées à plusieurs phénomènes : dégradation d'hydrocarbures (les pollutions en composés organiques volatiles ont été écartés avant le début de la thèse avec mesures avant et après excavation des matériaux du site mais des traces de ce type de polluants ne sont pas exclues), déshydratation de différentes phases (c'est notamment le cas du gypse),... Par exemple, les densités mesurées sur la famille des Rc sont légèrement sensibles à la calcination avec un gain de 0,02-0,05 g/cm<sup>3</sup> lorsque la température de calcination passe de 450 à 550°C, cette perte de masse est attribuée à de l'eau non évaporable mais plutôt à de l'eau de structure (*Asaruka 2008, Haecker 2005*). Dans le cas de la famille Gy, la température de calcination a un impact sur ces artefacts, de même que la température de séchage avant essai. À 450°C, la MV est de 4,8% pour SB et 4,3 pour SI. Avec une température de séchage de 50°C, MV<sub>550°C</sub> est d'environ 15-17% pour les deux matériaux. Elle est de 5% pour SI avec 105°C comme température de séchage. Les densités sont également très sensibles à la température passant de 2,42 -2,43 g/cm<sup>3</sup> à 2,85-2,88 g/cm<sup>3</sup> après calcination. Ces résultats sont conformes aux connaissances sur la relation entre la MV et le gypse qui perd son eau de structure à basse température (*Santisteban, 2004 ; Chindaprasirt, 2011*).



Afin de mieux connaître la nature des matières volatiles et tracer leurs origines, une étude plus approfondie a été effectuée avec le dosage du carbone total, du carbone organique et du carbone inorganique.... Ces mesures sont détaillées dans la partie « analyses chimiques et minéralogiques » de ce chapitre.

### 3.1.6 Classes GTR associées aux sols testés

Les résultats de l'identification montrent que les deux sols urbains testés sont très proches du point de vue géotechnique. D'un point de vue purement géotechnique, les résultats des essais permettent de classer les matériaux comme un sol de classe C<sub>1</sub>A<sub>1</sub> pour Boulogne et C<sub>1</sub>B<sub>5</sub> pour Ivry (Figure 74). Dans ce cas, nous avons considéré que toutes les composantes du sol sont naturelles. Cependant, une simple observation visuelle des deux sols puis l'essai de tri ont montré la présence d'une quantité non négligeable de matériaux non naturels. Ces matériaux pris séparément peuvent être considérés comme des sous-produits industriels, qui sont classés comme appartenant à la classe F. Cependant aucune classe n'existe pour un mélange de différents sous-produits. Il en résulte qu'il n'est pas possible de classer les sols urbains au sens des documents en vigueur, c'est-à-dire la norme NF P 11-300 (1992) sans associer les artefacts anthropiques à des roches naturelles.

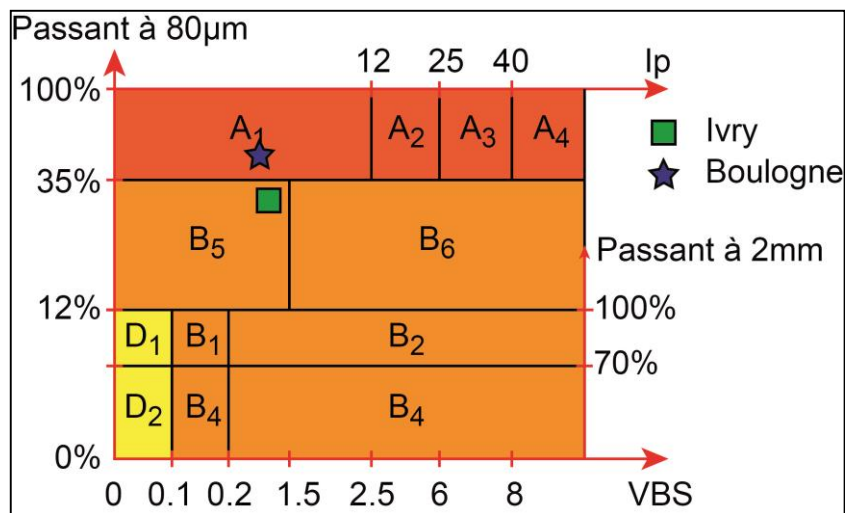


Figure 74: Les classes GTR des sols étudiés.

### 3.2. Caractérisation chimique des sols par fluorescence X et par ICP/OES

L'objet de cette partie est d'étudier les fractions d'origine naturelle et anthropique des sols urbains testés en s'intéressant à leur composition minéralogique et leur composition chimique. On cherche en particulier à savoir si la répartition de ces fractions (qui renferment plus ou moins de polluants) est indépendante de la granulométrie.

### 3.2.1. Analyse chimique des matrices totales et des fractions granulaires des sols

Les spectres XRF moyens obtenus pour les 3 fractions granulométriques des deux sols sont présentés sur la Figure 75 et la Figure 76. Une rapide observation permet de noter que, pour chacun des sols, les spectres sont très proches malgré le classement granulaire et que les deux sols présentent eux-mêmes des caractéristiques similaires. Les éléments majeurs constituant les deux sols testés sont le silicium, le calcium, le soufre, le fer et l'aluminium avec présence de potassium, sodium, magnésium et titane en plus faible quantité, ce qui est assez classique dans un sol silico-argilo-calcaire (comme des marnes). On retrouve également du manganèse (Mn), nickel (Ni), cuivre (Cu), zinc (Zn), plomb (Pb), strontium (Sr), avec quelques traces de phosphore (P), chlore (Cl), baryum (Ba), rhénium (Re), rubidium (Rb), Yttrium (Y), zirconium (Zr) et molybdène (Mo).

Pour être plus quantitatifs, les teneurs élémentaires mesurées dans les différentes fractions granulométriques des sols par ICP/OES sont données dans le Tableau 21. Ces résultats exprimés en termes d'oxydes pour les éléments majeurs sont donnés dans le Tableau 22 et le Tableau 23. Les résultats par ICP/OES sont cohérents avec les observations Xrf. Ils sont également assez courants dans des sols classiques.

Pour SB, le SiO<sub>2</sub> représente 31% du matériau total. Il représente également 42% de la fraction '>400 µm', 38% de la fraction intermédiaire et 28% de la fraction fine. En parallèle, la quantité d'Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> est plus élevée dans la fraction fine (5%) que dans la fraction intermédiaire (3%) et dans la fraction grossière (4%). Des tendances similaires sont observées sur SI. Pour cette matrice, les quantités de SiO<sub>2</sub> et Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sont respectivement 33% et 6% dans la fraction fine, et autour de 40 et 4% pour les deux autres fractions et le matériau total. La fraction argileuse (au sens particules < 2µm) qui représente environ 40% de la fraction fine est donc porteuse d'aluminium (*El Khalil, 2011*). Malgré la faible teneur en argile, qui apporte également de la silice tout comme le quartz ou les feldspaths, les niveaux de silice sont importants dans les deux sols et certaines études ont avancé que ces niveaux importants de Si étaient probablement dus à l'introduction de matériaux anthropiques (*Norra, 2006 ; El Khalil, 2008*).

Les analyses Xrf montrent également que les concentrations de calcium dans SB et SI se classent de la manière suivante :  $[Ca]_{<80 \mu m} > [Ca]_{80 - 400 \mu m} > [Ca]_{>400 \mu m}$ . Exprimée en pourcentage d'oxydes, le pourcentage de CaO représente dans SB 18% du matériau total, 22% de la fraction fine, 11% de la fraction intermédiaire et 10% de la fraction grossière. Dans SI, les valeurs sont respectivement de 21%, 26%, 21% et 21%. Dans les sols, le calcium se retrouve en général sous forme de calcite, de feldspath-Ca, de gypse, d'apatite (avec présence de P) ou de hornblende (amphibole calcique de formule  $(Ca,Na,K)_2(Mg,Fe,Al)_5[Si_6(Al,Si)_2O_{22}](OH,F)_2$ ) (*Hillel, 2004*).

En s'intéressant aux niveaux de carbone inorganique exprimés comme la différence entre la teneur en carbone total et la teneur en carbone organique (dans le Tableau 22 et le Tableau 23), le pourcentage de  $\text{CO}_{2\text{inorg}}$  est égal à 9% dans SB pour le matériau total, 15% pour la fraction fine, 14% pour la fraction intermédiaire et 12% pour la fraction grossière. Le pourcentage de  $\text{CO}_{2\text{inorg}}$  dans SI correspond pour ces mêmes fractions à 14%, 17%, 18% et 12%, respectivement. En supposant que ce carbone inorganique est lié avec du calcium dans un matériau de type calcite ( $\text{CaCO}_3$  et  $\% \text{CO}_2 / \% \text{CaO} = 44/56$ ), on peut alors estimer que le pourcentage de CaO utilisé dans la calcite est de l'ordre de 16% pour SB et 19% pour SI (*Markgraf, 1985*) alors que le pourcentage de CaO dans les deux sols atteint respectivement 17,5 et 20,6%. Ce résultat signifie que le calcium est également présent dans d'autres minéraux, notamment le gypse ( $\text{CaSO}_4, 2 \text{H}_2\text{O}$ ). Il est à noter également que le carbone inorganique peut également être lié à Mg (pas seulement Ca) pour former de la dolomie.

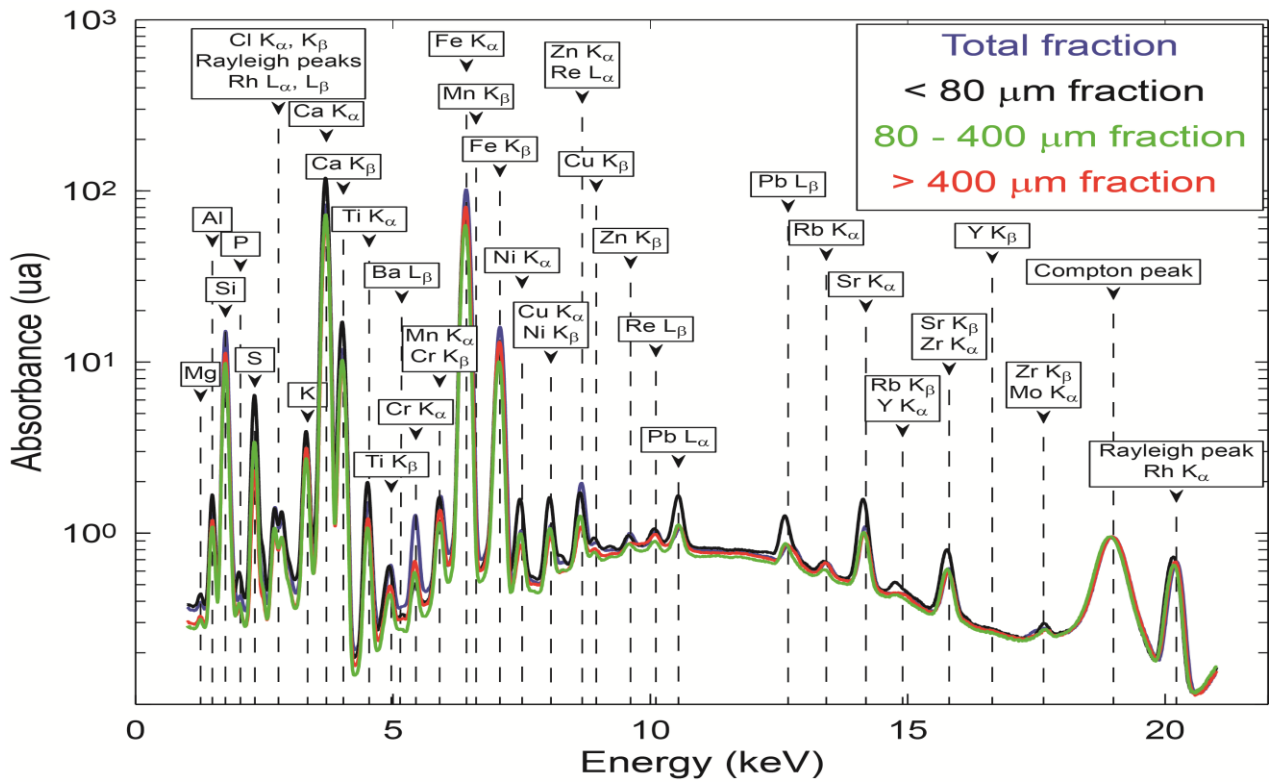


Figure 75: Spectres moyens de la fraction totale et des 3 fractions granulométriques du sol SB

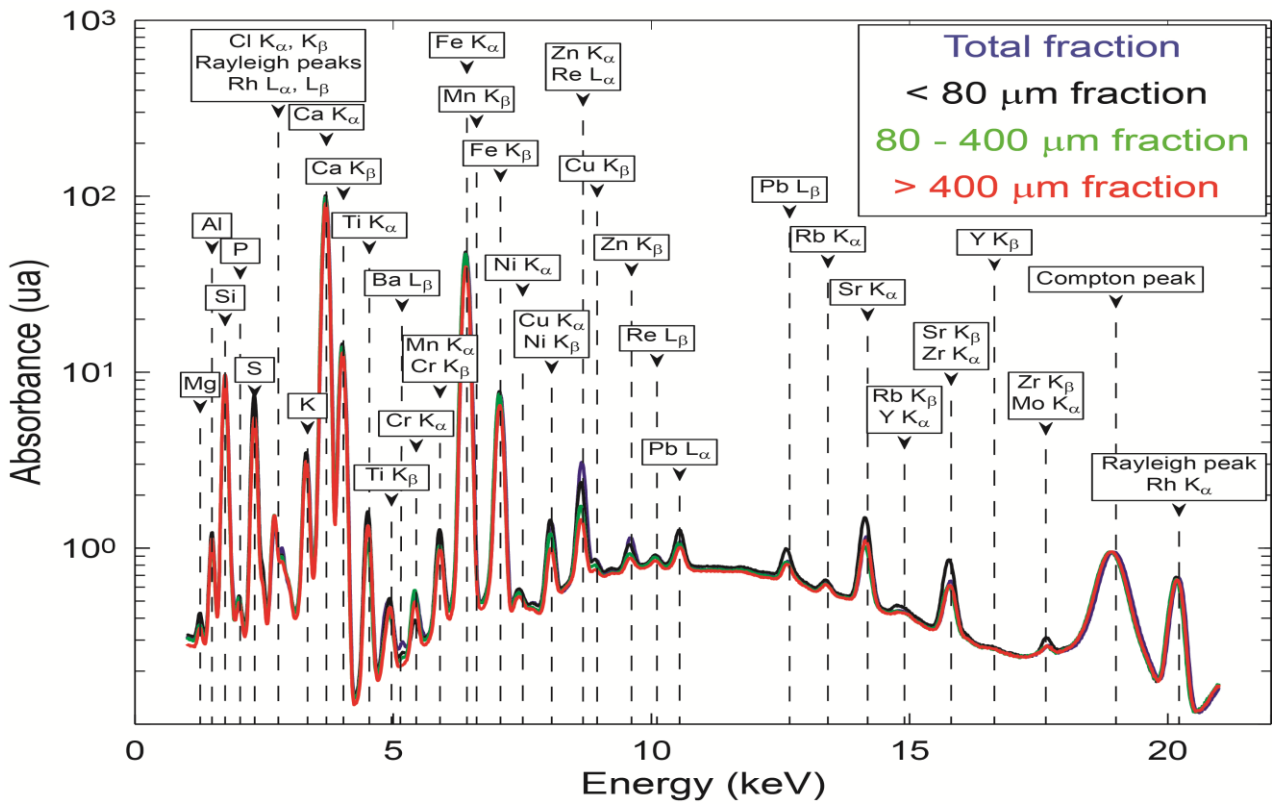


Figure 76: Spectres moyens de la fraction totale et des 3 fractions granulométriques du sol SI.

**Tableau 21 : Analyses chimiques sur le sol SB et SI- unité mg/kg de matière sèche**

mg/kg	Fractions analysées SB				Fractions analysées SI			
	Fraction totale	<80 µm	80-400 µm	>400 µm	Fraction totale	<80 µm	80-400 µm	>400 µm
Si	163008	135041	230116	266439	190629	147505	187088	205846
Ca	139926	164980	100710	94931	150037	181084	160128	153826
<b>C<sub>org</sub></b>	<b>92600</b>	<b>56100</b>	<b>93900</b>	<b>97800</b>	<b>33800</b>	<b>18000</b>	<b>23600</b>	<b>35600</b>
Fe	41473	36638	37968	50419	24255	23407	25024	22914
Al	26393	28489	19281	28047	22989	27999	22073	25175
K	6988	6710	5697	8120	7491	7857	6778	7470
S	6600	12900	12300	7100	14300	20000	27700	11000
Mg	4053	6043	2916	2862	9602	12904	6615	7114
Na	1281	1237	1040	1507	2439	2094	2593	2460
Ti	943	942	641	978	769	1210	717	1230
P	542	757	460	404	882	1035	1001	1236
Mn	418	480	376	685	370	482	336	387
Zn	400	273	173	189	822	516	324	260
Cr	351	75	97	204	102	43	92	119
Sr	347	465	282	279	369	534	313	368
Ba	341	164	297	290	126	162	299	352
Pb	265,1	638	322	161	159	358	1224	1678
Cu	212	258	207	679	245	348	249	237
Ni	192	292	201	127	31	37	28	29
V	65	47	36	53,4	42	46	42	53
Mo	26	3	2	11	9	3	7	9
Co	16	17	20	15,9	10	12	10	11
As	14	23	14	8,9	19	21	19	16
Cd	0,64	0,6	0,3	0,21	0,6	0,8	0,2	0,4
B	/	26	27	/	/	/	/	/
Li	/	28	21	/	/	/	/	/
Sb	9,3	7,3	7,2	4,1	19	17	40	10
Se	//	//	//	//	//	//	//	//

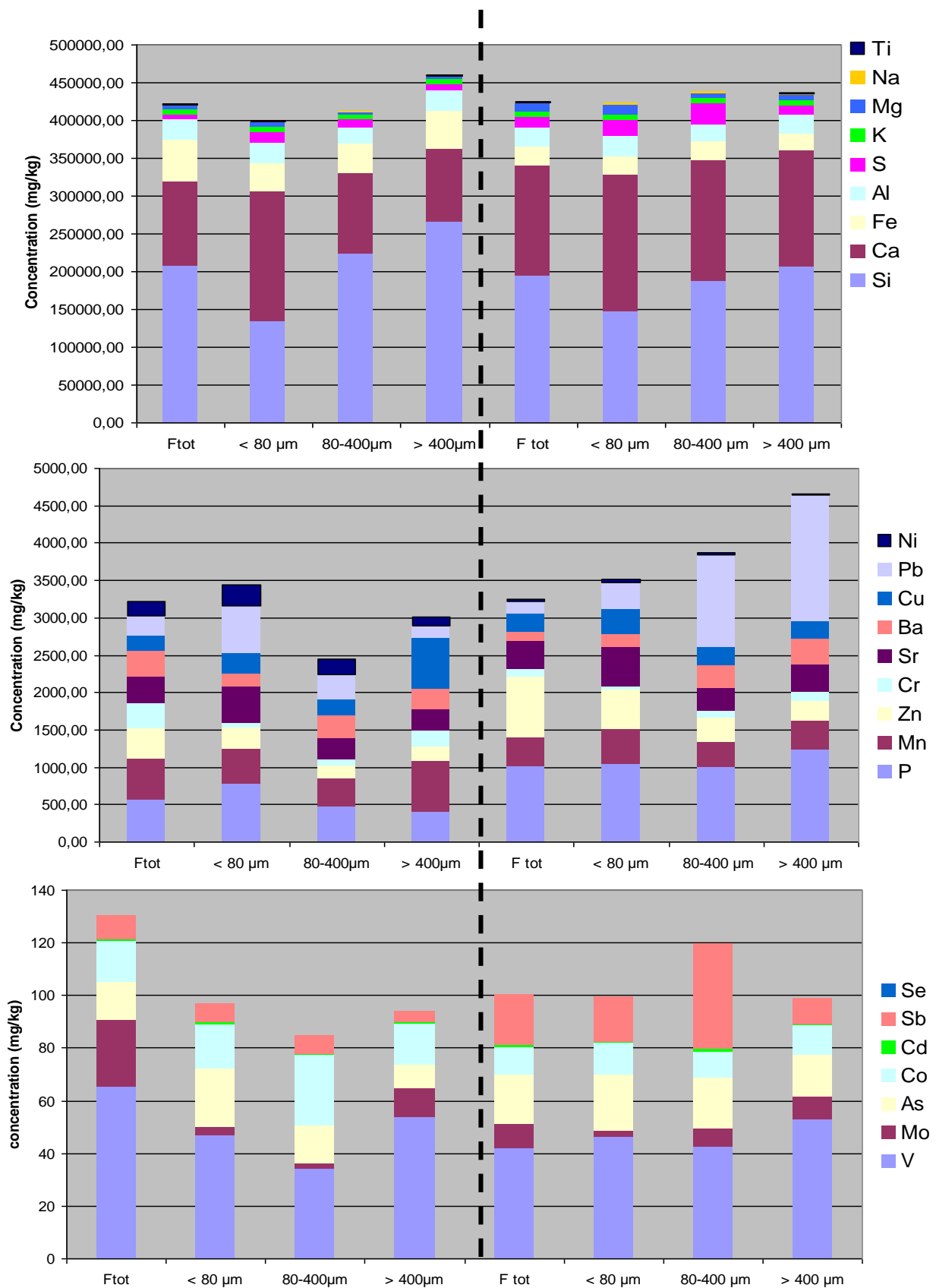


Figure 77: Illustration des analyses chimiques sur le sol SB (à gauche) et SI (à droite) en mg/kg

**Tableau 22 : Analyses chimiques sur le sol SB par ICP OES- Éléments Majeurs - unité % (pondéré)**

(%)	Fraction totale	<80 µm	80-400 µm	>400 µm
SiO <sub>2</sub>	31,2	27,9	38,4	41,7
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	4,5	5,2	2,8	3,9
FeO	4,8	4,6	3,8	4,7
MgO	0,6	1,0	0,4	0,4
K <sub>2</sub> O	0,8	0,8	0,5	0,7
CaO	17,5	22,3	11,0	9,7
SO <sub>2</sub>	1,2	2,5	1,9	1,8
CO <sub>2org</sub>	30,3	19,9	26,9	25,2
CO <sub>2TOT</sub>	38,9	34,9	40,6	36,5
<b>MV<sub>450°</sub>(%)</b>	<b>11,0</b>	<b>8,9</b>	<b>8,1</b>	<b>4,1</b>
<b>MV<sub>550°</sub>(%)</b>	<b>14,6</b>	<b>10,4</b>	<b>10,2</b>	<b>6,0</b>

**Tableau 23 : Analyses chimiques sur le sol SI par ICP OES- Éléments Majeurs - unité % (pondéré)**

(%)	Fraction totale	<80 µm	80-400 µm	>400 µm
SiO <sub>2</sub>	40,0	32,7	37,7	42,2
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	4,3	5,5	3,9	4,6
FeO	3,1	3,1	3,0	2,8
MgO	1,6	2,2	1,0	1,1
K <sub>2</sub> O	0,9	1,0	0,8	0,9
CaO	20,6	26,2	21,1	20,6
SO <sub>2</sub>	2,8	4,1	5,2	2,1
CO <sub>2org</sub>	12,2	6,8	8,2	12,5
CO <sub>2TOT</sub>	25,9	24,1	26,2	24,5
<b>MV<sub>450°</sub>(%)</b>	<b>3,5</b>	<b>4,3</b>	<b>6,1</b>	<b>3,4</b>
<b>MV<sub>550°</sub>(%)</b>	<b>6,8</b>	<b>5,3</b>	<b>6,4</b>	<b>6,3</b>

Quant au gypse, c'est un matériau « naturel » hydraté, mais qui se retrouve aussi dans les plâtres (*Lee, 2006 ; Jimenez-Rivero, 2017*). Des formes semi-hydratées ou anhydres existent également.

Dans SB, l'analyse Xrf (semi-quantitative) montre le classement suivant :

$$[S]_{<80 \mu m} > [S]_{80 - 400 \mu m} > [S]_{>400 \mu m}.$$

Pour SI, le classement est un peu différent avec :

$$[S]_{<80 \mu m} > [S]_{>400 \mu m} > [S]_{80 - 400 \mu m}$$

Cela signifie que les fractions grossières contiennent plus de S, ce qui pourrait être lié à la présence de morceaux de cloisons en Placoplatre ou de blocs de plâtres concassés par exemple. Les analyses chimiques en utilisant un analyseur Carbone/Soufre (four couplé à un analyseur IR) donnent quant à elles les résultats suivants : 1 et 3% de S pour le matériau complet, 3 et 4% de S pour les fractions fines, 2 et 5% de S pour les fractions intermédiaires et 2 et 5% de S pour les fractions grossières de SB et SI respectivement. En supposant que l'ensemble du soufre est lié avec du calcium dans un matériau de type gypse (pourcentage de SO<sub>2</sub>/pourcentage de CaO=59/33), il vient alors que le pourcentage de CaO utilisé dans le gypse est de l'ordre de 1% pour SB et 2% pour SI. Ces valeurs restent compatibles avec les teneurs en Ca total et les teneurs en calcite calculées précédemment. Notez qu'après l'altération chimique du gypse par dissolution, Ca<sup>2+</sup> et SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> peuvent être relargués (*Eighmy, 1994*) et ces ions sont généralement captés par les argiles (pour le Ca<sup>2+</sup> en tant que cations

échangeables) ou par des hydroxydes de fer et d'aluminium capables de fixer par liaisons électrostatiques les  $\text{SO}_4^{2-}$  à leur surface. En présence de phases cimentaires, les  $\text{SO}_4^{2-}$  sont également mobilisables par d'autres phases pour former par exemple de l'ettringite.

Par ailleurs, les mesures de carbone total et de carbone organique dans le Tableau 22 et le Tableau 23 apparaissent fortement corrélées, avec un coefficient de détermination de 0,94. Dans SB, le pourcentage de  $\text{CO}_{2\text{org}}$  représente 30% de la fraction totale, 20% de la fraction fine et 27 et 25 % des fractions intermédiaire et grossière. Dans SI les tendances sont similaires, avec respectivement 12, 7, 8 et 13%. Ces résultats sont surprenants car il y a plus de  $\text{CO}_{2\text{org}}$  dans le sol de Boulogne que dans le sol d'Ivry (Tableau 19), qui pourtant présente une part naturelle plus importante avec une fraction fine cependant légèrement plus faible. Le  $\text{CO}_{2\text{org}}$ , associé généralement à la matière organique dans un sol est en effet préférentiellement lié aux particules fines dans les sols (*Bonde, 1992 ; Carter, 2002*). Dans notre cas, les fractions fines se comportent de manière différente de celles rencontrées dans un sol organique de surface, ce qui là encore nous pousse à nous interroger sur la nature des composés qui contiennent le  $\text{CO}_{2\text{org}}$ . Les mesures de matières volatiles (dans le Tableau 22 et le Tableau 23) ne sont pas clairement en accord avec les mesures de carbone organique. Si les sols contenaient uniquement de la matière organique sans présence de phases qui se décomposent à basse température (comme le gypse), on aurait sans doute un accord car entre 40 et 450-550°C, la MO est calcinée entraînant un relargage de  $\text{CO}_2$  et donc une perte de masse. Dans le cas du gypse, la perte de masse après calcination traduit une perte d'eau et non une calcination de la MO (*Santisteban, 2004 ; Chindaprasirt, 2011*).

Les mesures de matières volatiles montrent en outre une importance de la température de calcination (évolution entre 450 et 550°C), ce qui laisse présager que des phases comme les argiles (kaolinite, illite..) sont en cours de décomposition avec un relargage progressif de leurs OH de constitution sous forme d'eau. Le carbone inorganique (lié à la calcite par exemple) n'est décomposé que pour des températures plus élevées, soit autour de 800-900°C. L'ensemble de ces remarques conduit à considérer là encore avec précaution la notion de matière organique, définie via les mesures de perte de masse après calcination.

Concernant les autres éléments majeurs, l'analyse Xrf semi-quantitative montre que:

$[\text{Fe}]_{>400 \mu\text{m}} > [\text{Fe}]_{<80 \mu\text{m}} > [\text{Fe}]_{80 - 400 \mu\text{m}}$  dans SB et  $[\text{Fe}]_{<80 \mu\text{m}} > [\text{Fe}]_{80 - 400 \mu\text{m}} > [\text{Fe}]_{>400 \mu\text{m}}$  dans SI,

Ces observations sont cohérentes avec les mesures chimiques par ICP/OES. Compte tenu des valeurs observées, il est raisonnable de penser que les teneurs en fer sont indépendantes de la fraction analysée. Exprimé en pourcentage d'oxydes, le pourcentage de FeO est de l'ordre de 3% dans SI et il double presque dans SB avec 4%. Dans les deux cas, les concentrations sont très



supérieures à 3500 mg/kg (*Kabata-Pendias, 2010 ; El Khalil, 2011*), ce qui traduit clairement une origine partiellement anthropique du fer surtout dans SB.

Le potassium (K), le magnésium (Mg), le sodium (Na), le titane (Ti) et le phosphore (P) sont des éléments chimiques qui présentent dans les sols des teneurs comprises entre les éléments majeurs et les éléments traces. Pour l'étude de ces éléments, l'analyse Xrf n'est pas la technique la plus adaptée. Cette technique n'est pas sensible au sodium Na, et les bruits de fond générés par les éléments majeurs (Si, Ca et Fe) perturbent les mesures quantitatives des autres éléments cités. On préférera dans ce cas décrire le comportement de ces éléments à partir des analyses ICP/OES.

Le sodium et le potassium ont un comportement similaire dans les sols. Ils sont relativement abondants (6<sup>ème</sup> place pour Na et 8<sup>ème</sup> pour K). Ils entrent dans la composition de l'eau dans les sols (cations libres) et peuvent être associés avec de nombreux minéraux mais leur présence dans les sols peut également résulter d'une activité anthropique (*Hammond, 2003*). Les analyses chimiques montrent que ces éléments seraient indépendants des fractions granulométriques. En sus, la quantité de potassium autour de 6000-8000 mg/kg<sub>dm</sub> est également indépendante de l'origine du sol. Pour le sodium, l'ordre de grandeur est de 1200 mg/kg<sub>dm</sub> dans SB et il double dans SI avec 2300 mg/kg<sub>dm</sub>. Dans les sols non pollués, les quantités de ces deux éléments sont très variables et ne présentent pas dans SB et SI des valeurs extrêmes (*Alekseenko, 2014 ; Reimann, 2002*).

Les niveaux de phosphore (toutes espèces confondues : phosphate, polyphosphates...) mesurés dans les deux sols testés sont dans la moyenne des sols pour SB et légèrement au-dessus pour SI (*Alekseenko, 2014 ; Reimann, 2002*). Les chaussées peuvent être des sources d'émission de cet élément (*Withers, 2008*) mais les composés phosphatés sont également très utilisés comme fertilisant agricoles (*Wang, 2012*) et le trisodium de phosphate est un produit d'entretien anti-corrosion (*Hammond, 2003*). On retrouve aussi les traitements à l'acide phosphorique comme traitement anticorrosion et d'accroche des peintures sur les métaux dans la construction automobile. Le comportement du phosphore dans les fractions granulométriques diffère cependant selon l'origine du sol étudié. Dans le sol SB, la concentration de P dépend de la fraction granulométrique et est deux fois plus importante dans la fraction fine que dans la fraction grossière (800 vs 400 mg/kg<sub>dm</sub>). Ce comportement correspond bien au cycle géochimique naturel de l'élément. On trouve le phosphore aussi bien associé à des composés minéraux comme des roches que chez les êtres vivants ou morts (os, dent, arrêtes, excréments...). Après altération des minéraux primaires (voire des fertilisants), P est utilisé par les plantes et est adsorbé sur la surface des argiles, des carbonates calciques ou des (oxy)-hydroxydes d'aluminium (*Hillel, 2004*) avec de grandes surfaces spécifiques qui sont caractéristiques des fractions fines. Dans le sol SI, qui est extrait d'un site proche du périphérique parisien, la teneur en P semble par contre indépendante de la fraction granulométrique

(autour de 1000 mg/kg) ce qui va à l'encontre de l'idée que P est généralement lié aux particules fines dans les eaux d'écoulement ([Wu, 2015](#)). Cette répartition atypique de P dans les fractions granulaires de SI montre probablement une origine anthropique de l'élément.

En termes de quantité, les teneurs en magnésium dans SB autour de 4000 mg/kg n'appellent pas de commentaire particulier mais les teneurs autour de 9600 mg/kg pour SI sont un peu élevées ([Alekseenko, 2014](#) ; [Reimann, 2002](#)). On trouve du magnésium dans des minéraux primaires comme la dolomite, la biotite, la serpentine, l'olivine, l'augite ou la hornblende. Après altération, les minéraux porteurs sont généralement les argiles, ce qui peut expliquer que c'est dans la fraction la plus fine que le magnésium se retrouve en plus grande quantité. Pour SB et SI respectivement, on mesure 6000 et 13000 mg/kg<sub>dm</sub> dans la fraction fine, contre 3000 et 7000 mg/kg<sub>dm</sub> dans les deux autres fractions. On retrouve également le magnésium avec la matière organique sous forme de cation échangeable ainsi qu'en solution. Le sel de magnésium (MgCl<sub>2</sub>) est un produit classiquement utilisé pour le traitement hivernal des chaussées et les alliages de magnésium sont couramment utilisés dans les voitures, même si le magnésium a un certain nombre de propriétés indésirables, y compris une mauvaise résistance à la corrosion et à l'usure, une mauvaise résistance au fluage et une haute réactivité chimique ([Gray, 2002](#)). Ces deux types d'utilisations pourraient expliquer la différence de niveaux mesurés sur les deux sites d'où proviennent les sols étudiés. Néanmoins, la présence naturelle de minéraux riches en Mg (dolomie) pourrait également expliquer ces différences.

Il faut noter que le magnésium, le phosphore et le potassium sont souvent considérés comme des nutriments secondaires (pour Mg), et comme des nutriments majeurs (pour P et K). Leurs concentrations ont tendance à montrer que ces sols pourraient avoir un potentiel récréatif / écologique ([Hillel, 2004](#)), malgré leur utilisation antérieure en tant que technosols.

Enfin, concernant le titane, les niveaux sont similaires dans les deux matrices étudiées, allant de 700 à 1200 mg / kg<sub>dm</sub>. Les niveaux mesurés ne dépassent pas les concentrations critiques ([El Khalil, 2012](#) ; [Kabata-Pendias, 2010](#) ; [Alekseenko, 2014](#) ; [Reimann, 2002](#) ; [Lopez-Garcia, 2004](#)). Il est généralement supposé que la nature de la roche mère est décisive dans la distribution du Ti dans le sol et les minéraux de Ti sont souvent très résistants aux intempéries (peu solubles). Lorsque les silicates porteurs de Ti sont néanmoins dissous, l'élément forme alors un Ti-oxy-aquate, qui se transforme en anatase ou en rutile de formule TiO<sub>2</sub>, une forme cristalline très stable qui peut adsorber une grande quantité de polluants comme des ETM à sa surface ([Cornu, 1999](#) ; [Kabata-Pendias, 2010](#)). L'utilisation anthropique du titane comme les alliages ou dans les peintures (pigment blanc ou agent dépolluant par effet catalytique) peut être un facteur expliquant la présence de titane notamment dans les sols urbains ([Bech, 2011](#)). Concernant la répartition du titane entre les fractions granulométriques, on observe qu'indépendamment des sols :

$$[\text{Ti}]_{<80 \mu\text{m}} \sim [\text{Ti}]_{>400 \mu\text{m}} > [\text{Ti}]_{80 - 400 \mu\text{m}}$$

La distribution non-commune observée dans les trois fractions granulaires pourrait indiquer que le titane dans la fraction fine provient de processus naturels, tandis que le titane dans la fraction la plus grossière provient des processus anthropiques.

Quant au manganèse, c'est un élément assez mobile dans les sols. Lors de l'altération des minéraux primaires porteurs, le Mn est oxydé avant d'être reprécipité sous forme de minéraux secondaires (concrétions ou nodules sont communs). Cet élément peut se concentrer dans des « spots » enrichis d'autres éléments traces au sein du sol. Il montre également une affinité pour la matière organique. Dans les deux sols, les niveaux mesurés de manganèse sont de l'ordre de 500 mg/kg<sub>dm</sub>, ce qui n'appelle pas de remarque particulière (*Kabata-Pendias, 2010 ; Alekseenko, 2014 ; Reimann, 2002*) et les mesures chimiques par ICP OES (en accord avec les mesures Xrf) montrent que la concentration de Mn est indépendante de la fraction granulométrique dans les deux sols.

Les éléments métalliques tels que le zinc (Zn), cuivre (Cu), nickel (Ni) et plomb (Pb) sont généralement liés à des pollutions industrielles et routières (*Hanna, 2009 ; Munch, 1993*). Pour les deux sols, les analyses Xrf montrent qu'ils sont plus abondants dans la fraction fine. Les concentrations de la fraction intermédiaire semblent également supérieures à celle de la fraction grossière, mais les ordres de grandeurs sont similaires.

Dans SB, ces observations sont partiellement confirmées par l'analyse chimique, excepté pour le cuivre. Ces analyses donnent une concentration de la fraction grossière environ 2,5 fois supérieure à celle de la fraction fine (679 contre 262 mg/kg<sub>dm</sub>). Dans SI, les analyses Xrf sont confirmées par les analyses chimiques, excepté pour le plomb dont les concentrations apparaissent dans l'ordre suivant :

$$[\text{Pb}]_{<80 \mu\text{m}} < [\text{Pb}]_{80 - 400 \mu\text{m}} < [\text{Pb}]_{>400 \mu\text{m}}$$

Dans le cas de Pb dans SI et Cu dans SB, les résultats de l'analyse chimique par ICP/ OES doivent être considérés prudemment, car il n'y a pas de cohérence entre les résultats sur les fractions granulométriques. La présence de spots isolés et riches en cuivre ou plomb dans les mélanges analysés est avancée.

Dans les deux matrices étudiées, la concentration en Zn est d'environ 500-1000 mg / kg<sub>dm</sub> et les valeurs générales pour la teneur totale en Zn dans les sols varient entre 60 et 89 mg / kg (*Kabata-Pendias, 2010 ; Reimann, 2002*). Des niveaux plus élevés ont cependant été mesurés pour les sols urbains (*El Khalil, 2012 ; Alekseenko, 2014*). Nos résultats d'analyses chimiques mettent clairement en évidence une contamination anthropique du sol (*Jean-Sorro, 2015*). Les sources anthropiques de Zn sont souvent liées aux activités métallurgiques non ferreuses (*Manceau, 2000*). Le zinc est

également utilisé dans les batteries, les équipements automobiles, comme catalyseur dans différentes productions chimiques telles que les plastiques ou les lubrifiants (*Hammond, 2003 ; Kabata-Pendias, 2010*), dans les gouttières (*Sellami-Kaaniche 2013*) et les glissières de sécurité (*Carrero 2012*). Le zinc se trouve cependant également à l'état naturel. Il est uniformément réparti dans les roches magmatiques, alors que, dans les roches sédimentaires, il est susceptible de se concentrer dans les sédiments argileux. Il est très mobile pendant les processus de dégradation et ses composés solubles sont facilement précipités par co-précipitation avec des carbonates. Le zinc peut également être adsorbé sur des minéraux et des composés organiques, en particulier en présence d'anions soufrés (*Kabata-Pendias, 2010*). Ces remarques sont en accord avec la concentration plus élevée de zinc observée dans la fraction fine des sols.

Dans les sols étudiés, les quantités de plomb sont d'environ 100 à 300 mg / kg<sub>dm</sub> dans le matériau total. Les concentrations habituellement rencontrées dans les zones éloignées de l'activité humaine sont semblables aux concentrations observées dans les roches. Elles ont été estimées avec une fourchette moyenne de 5 à 25 mg / kg (*Swaine, 1955 ; OMS, 1977*). Des estimations plus récentes proposent 3-90 mg / kg, avec 27 mg / kg comme valeur moyenne globale (*Kabata-Pendias, 2010*). Même pour les sols urbains, les niveaux restent élevés (*Lu, 2003 ; Jean-Sorro, 2015*). Des niveaux similaires ont été enregistrés dans les poussières issues des chaussées urbaines (*Nazzal, 2013*). Compte tenu de l'origine géologique et de l'histoire des sols étudiés, il est probable que le plomb présent dans les matrices provienne d'activités humaines. Le plomb est utilisé dans les batteries au plomb-acide, les soudures, les alliages, les câbles et de nombreux produits chimiques (comme les anciennes peintures). Il a longtemps été utilisé dans l'essence comme additif (*Reimann, 2002 ; Kabata-Pendias, 2010*). Dans la nature, le plomb a des propriétés chalcophiles<sup>2</sup> et sa forme primaire à l'état naturel est la galène (PbS). Pendant les intempéries, les sulfures de Pb s'oxydent lentement. Ils peuvent alors former des carbonates ou être fixés par des minéraux argileux, des hydroxydes et des matières organiques. La distribution de Pb dans les sols minéraux montre généralement une corrélation positive avec la fraction de granulométrie fine (*Kabata-Pendias, 2010*). Ce n'est pas le cas dans le sol SI. Les fortes concentrations relevées dans les fractions grossières proviennent probablement de la présence d'artefacts et cela signifie que Pb est sans doute présent sous des formes hautement concentrées.

La forme et la présence de Cu dans les sols dépend de deux facteurs principaux : la roche mère et les processus de formation des sols. Le cuivre se trouve naturellement dans plusieurs minéraux, mais généralement autour des gisements de minerai. Sa principale spéciation est les sulfures de cuivre (chalcopyrite CuFeS<sub>2</sub>, covellite CuS ...). Au cours de l'altération de ces minéraux, le Cu est

---

<sup>2</sup> un élément chalcophile, ou simplement un chalcophile est un élément chimique qui se rencontre fréquemment en association avec le soufre en raison d'une affinité supérieure pour cet élément que pour l'oxygène.

incorporé dans les oxydes et les minéraux carbonatés (cuprite  $\text{Cu}_2\text{O}$ , malachite  $\text{Cu}_2\text{CO}_3(\text{OH})_2$  ...). On sait que la spéciation du cuivre est dominée par la complexation organique et que la fraction argileuse contribue de manière significative à la teneur en Cu des sols (*Kabata-Pendias, 2010*). Connaissant la relation entre l'argile et le limon avec de la matière organique (*Bonde, Christensen et al., 1992 ; Carter, Angers et al., 2002*), on suppose que la plus grande occurrence de cuivre dans la fraction la plus grossière de SB résulte d'un artefact. Comme avec le plomb, on peut supposer que Cu est probablement présent dans cette matrice sous la forme de spots riches en Cu. Les concentrations de cuivre sont d'environ 200 à 250 mg /  $\text{kg}_{\text{dm}}$  dans la fraction totale des deux sols. Les concentrations médianes totales de cuivre dans les sols non contaminés vont de 2 à 250 mg / kg (*Bowen, 1985 ; WHO, 1998*). Comme pour le plomb, ces niveaux sont élevés, même pour les sols urbains (*Alekseenko, 2014 ; Lu, 2003 ; Jean-Sorro, 2015*). Ils sont également supérieurs aux niveaux des poussières des routes urbaines (*Nazzal, 2013*). Compte tenu de la géologie et de l'histoire du site, il est clair que la présence du cuivre résulte de l'activité anthropique. Ce métal est utilisé pour les câbles, la construction, les alliages...

Dans les roches, le nickel se retrouve principalement sous forme de sulfures (millérite,  $\text{NiS}$ ), d'arséniures (niccolite,  $\text{NiAs}$ ) et d'antimonides (ullmanite,  $\text{NiSbS}$ ). Ni forme souvent des sulfures et des sulfarsénides conjointement avec Fe et Co et est associé à plusieurs minéraux de Fe. Après altération, il co-précipite avec des oxydes de Fe et Mn et se retrouve dans la goethite, la limonite, la serpentinite, ainsi que dans d'autres minéraux de Fe. Il est également associé à des carbonates, des phosphates et des silicates (*Kabata-Pendias, 2010*). On sait également que le nickel libéré dans l'environnement interagit avec des particules d'argile, mais est également capté par la matière organique et les oxydes de Mn-Fe (*Kabata-Pendias, 2010 ; WHO, 1991*). Si la concentration en Ni pour les deux sols est plus élevée dans les fractions fines, ces concentrations sont clairement différentes suivant la matrice. Cette concentration est d'environ 200 mg /  $\text{kg}_{\text{dm}}$  dans SB contre 30 mg /  $\text{kg}_{\text{dm}}$  dans SI. Les quantités de Ni dans les sols non contaminés présentent une large gamme, mais les valeurs moyennes communes vont de 13 à 37 mg / kg (*Kabata-Pendias, 2010*). En outre, les niveaux mesurés dans le sol SI sont similaires aux mesures de Ni dans les sols urbains (*Reimann, 2002 ; Alekseenko, 2014 ; El Khalil, 2012*) et aux mesures de Ni dans les sols près des routes (*Münch, 1992 ; Duong, 2011*). Pour SB, les niveaux de Ni sont critiques (*Lu, 2003 ; Saiful Islam, 2015*). Pour comparaison, le niveau maximal autorisé pour des sols agricoles en Afrique du Sud par exemple était de 50 mg/kg (niveau établi en 1997) (*Herselman et al., 2005*). Les origines anthropiques du nickel dans SBB semblent être confirmées en relation probable avec l'ancienne utilisation industrielle du site d'excavation. Le Ni peut provenir en effet de mines, d'usines de traitement des métaux ou de la combustion du charbon et du pétrole. Les boues municipales

(destinées à être calcinées) sont également connues pour être enrichies en Ni (*Kabata-Pendias, 2010*).

Les niveaux de chrome, d'environ 100-150mg / kg<sub>dm</sub>, sont un peu plus élevés dans SB que dans SI. Ces niveaux se situent dans la gamme des niveaux mesurés dans les sols urbains pollués (*Reimann, 2002 ; Lu, 2003 ; Saiful Islam, 2015*). Les principales utilisations du chrome sont le traitement métallurgique du ferrochrome et d'autres produits métallurgiques, principalement en acier inoxydable. Dans une moindre mesure, il est utilisé dans le traitement réfractaire des briques ainsi que dans la fabrication de l'acide chromique pour le blindage et la production des chromates comme produit d'oxydation (*OMS, 1988*). Naturellement, le principal minerai porteur de Cr est la chromite FeCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> (*Hammond, 2003 ; Kabata-Pendias, 2010 ; OMS, 1988*). L'altération des roches produit des complexes de chrome presque exclusivement à l'état trivalent. Dans les milieux non acides, les composés Cr<sup>3+</sup> sont considérés comme très stables dans les sols. On sait également qu'il existe une relation positive entre le Cr et la fraction granulométrique fine dans les sols (*Kabata-Pendias, 2010*). D'après les analyses Xrf, les concentrations de chrome dans SB sont classées de la manière suivante [Cr]<sub>> 400 μm</sub> > [Cr]<sub>80-400μm</sub> > [Cr]<sub><80μm</sub> (en accord avec les mesures chimiques par ICP/OES) mais, pour SI, la répartition entre les fractions granulométriques est différente avec [Cr]<sub>80-400μm</sub> > [Cr]<sub>> 400 μm</sub> > [Cr]<sub><80μm</sub>. Clairement, là encore la plus faible concentration en Cr dans les fractions fines par rapport aux deux autres fractions va à l'encontre de la relation positive citée précédemment entre le Cr et la fraction granulométrique fine dans les sols. Par ailleurs, l'occurrence de Cr dans la fraction entière de SB est vraiment élevée comparée aux niveaux mesurés dans les trois fractions granulométriques. Comme Pb et Cu, cela pourrait être interprété comme la présence de composés sous forme de spots isolés riches en Cr.

Indépendamment de la matrice étudiée, la concentration de Sr se situe entre 340-370 mg / kg<sub>dm</sub>. Les niveaux dans les sols naturels varient de 130 à 240 mg / kg (*Kabata-Pendias, 2010*). Cependant, dans certains sols et sols calcaires issus de régions industrielles, des teneurs élevées en Sr ont été rapportées (*Alekseenko, 2014*). La teneur en strontium des sols est fortement contrôlée par la roche mère et le climat. Ses concentrations sont les plus élevées dans les sols lourds et limoneux. Le strontium est modérément mobile dans les sols, et le cation prédominant, Sr<sup>2+</sup>, est susceptible d'être adsorbé sous sa forme hydratée par des minéraux argileux et des oxydes et hydroxydes de Fe. Dans les sols calcaires, Sr peut précipiter sous forme de strontianite et devenir moins mobile (*Kabata-Pendias, 2010*). Divers composés du strontium sont largement utilisés par ailleurs dans la fabrication de la céramique et du verre. D'autres utilisations existent dans les technologies de la métallurgie, des pigments de peinture luminescents et de certains médicaments (*Kabata-Pendias, 2010 ; Roca-Perez, 2010*). Des quantités mineures de Sr se retrouvent dans des roches

sédimentaires associées au gypse, à l'anhydrite, au sel de roche, au calcaire et à la dolomie (*WHO cicad, 77*).

D'après les analyses Xrf, le strontium se répartit de la manière suivante dans les deux sols étudiés:

$[Sr]_{<80\mu m} > [Sr]_{80-400\mu m} > [Sr]_{>400\mu m}$  dans SB et  $[Sr]_{<80\mu m} > [Sr]_{>400\mu m} > [Sr]_{80-400\mu m}$  dans SI.

Les analyses chimiques par ICP/OES sont conformes aux mesures Xrf et les résultats sont cohérents avec les connaissances antérieures sur cet élément. De plus,  $[Ca] / [Sr] > 8$  dans la fraction totale des matériaux, ce qui signifie en principe une non-toxicité de Sr (*Kabata-Pendias, 2010*).

Enfin, le baryum ne peut pas être étudié avec l'analyse Xrf. Les pics  $L_{\alpha}$  et  $L_{\beta 1}$  sont superposés respectivement avec les sommets  $Ti K_{\alpha}$  et  $Ti K_{\beta}$ . Quant à l'émission  $L_{\beta 2}$ , elle est perturbée par les émissions du fer. Le baryum est omniprésent dans les sols. Les niveaux de Ba se situent généralement à des concentrations allant de 100 à 3000 mg / kg<sub>dm</sub> (*Schroeder, 1970 ; Robinson et al., 1950*). La moyenne a été estimée à 500 mg / kg<sub>dm</sub> (*Brooks, 1978 ; Alekseenko, 2014 ; WHO, 1990*). Il en résulte que les teneurs mesurées ne sont pas critiques.

Le Baryum a son rayon ionique assez similaire au rayon ionique de K et il est connu que cet élément suit généralement le comportement de K dans les processus géochimiques (*Kabata-Pendias, 2010*). On sait par ailleurs que le baryum peut être fortement adsorbé par les argiles, cependant les analyses chimiques ne montrent pas une accumulation du Ba dans les fractions fines mais on observe la répartition suivante :

$[Ba]_{80-400\mu m} > [Ba]_{>400\mu m} > [Ba]_{<80\mu m}$  dans SB

$[Ba]_{>400\mu m} > [Ba]_{80-400\mu m} > [Ba]_{<80\mu m}$  dans SI.

Comme le chrome, cette organisation en fonction de la fraction granulométrique pourrait être interprétée comme résultant d'une origine anthropique de cet élément. Pour finir, il faut remarquer que pour les deux sols, le rapport Ba / Sr < 1. Il reflète que Ba et Sr sont probablement portés par des phases différentes (*Vodyanitskii, 2010*).

### **3.2.2. Analyse chimique des familles de composants du squelette granulaire**

Les spectres XRF moyens obtenus pour les familles d'artefacts des deux sols sont présentés en Figure 78 et Figure 79.

Les teneurs élémentaires mesurées dans les différentes composantes des sols issues de l'essai de tri sont données dans le Tableau 24 et le Tableau 25.

- Famille Ru (pierres naturelles)

Les analyses XRF montrent que les familles Ru des deux sols sont très proches (Figure 78 et Figure 79). Les constituants principaux (Tableau 24 et Tableau 25) sont la silice, le calcium et le fer. La présence de Mg, Al, S, K, Ti, Mn, Ni et Sr est également mise en évidence. Les analyses chimiques par ICP/OES illustrées sur la Figure 80 confirment ces observations.

Exprimé en termes d'oxydes, le pourcentage de SiO<sub>2</sub> est égal à 50% contre 39%, le pourcentage de CaO à 23% contre 32% et le pourcentage de CO<sub>2inorg</sub> donné par l'analyseur Carbone/Soufre est de 23% contre 25% dans Ru SB et Ru SI respectivement. Conformément à l'historique des deux sites, les résultats indiquent que les agrégats importés dans les remblais des bords de Seine sont a priori des phases siliceuses et de carbonate de calcium. Les valeurs du pourcentage de FeO sont d'environ 1% pour les deux sols et les formes chimiques de cet élément sont probablement des oxydes de fer. Dans SB, l'excès de carbonate pourrait être lié au fer sous forme de sidérite (FeCO<sub>3</sub>). Les analyses chimiques mettent également en évidence la présence d'Al, Mg, Na, P, S et Ti avec des concentrations similaires pour les deux matrices. Compte tenu des niveaux mesurés, Al et Na peuvent provenir des feldspaths et des argiles. Ti peut être sous forme d'oxyde (TiO<sub>2</sub>) et le soufre est associé à des formes gypseuses.



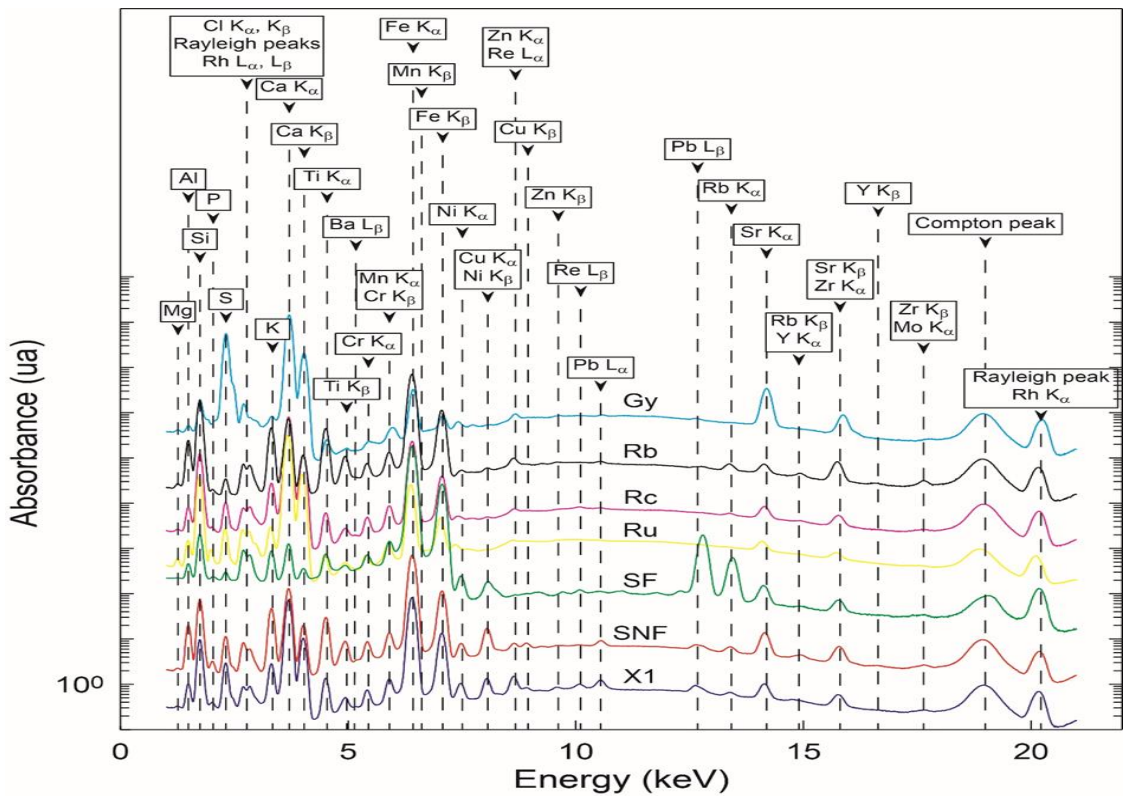


Figure 78 : Spectres moyens des familles d'artefacts, sol SB.

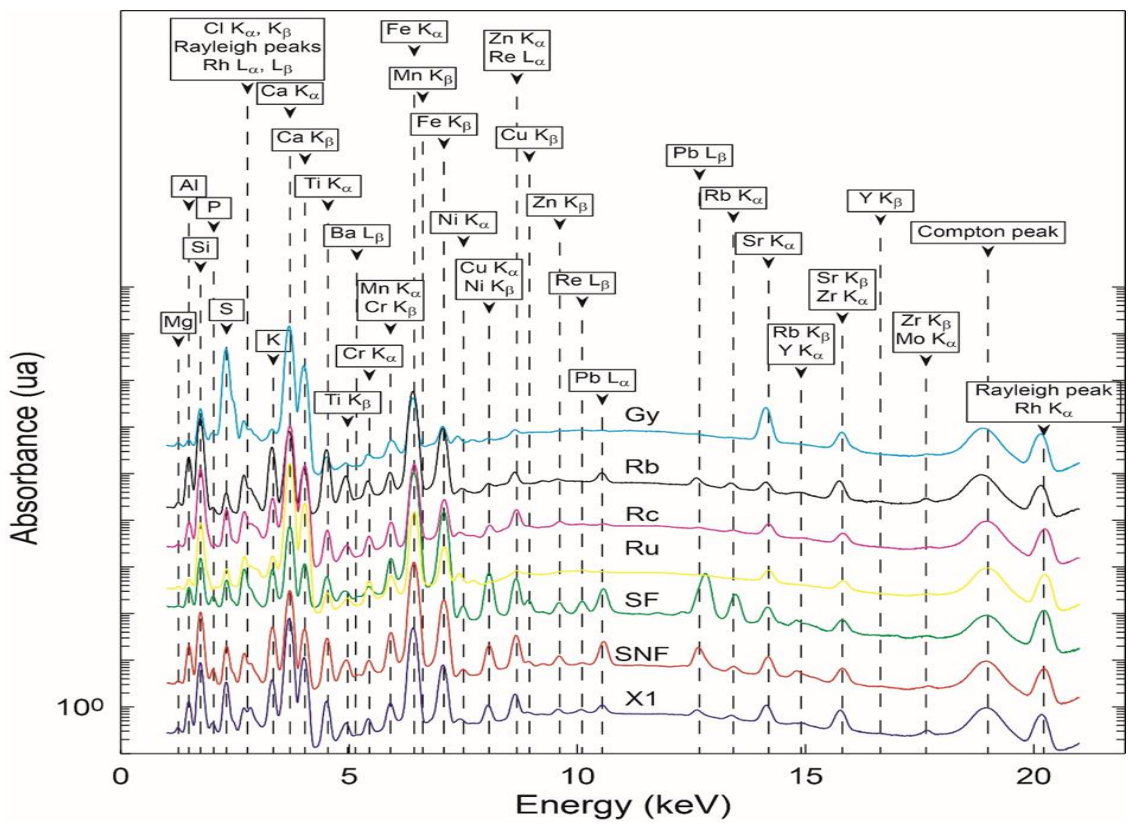


Figure 79: Spectres moyens des familles d'artefacts, sol SI.

**Tableau 24 : Analyses chimiques sur les artefacts du sol SB – unité mg/kg de matière sèche**

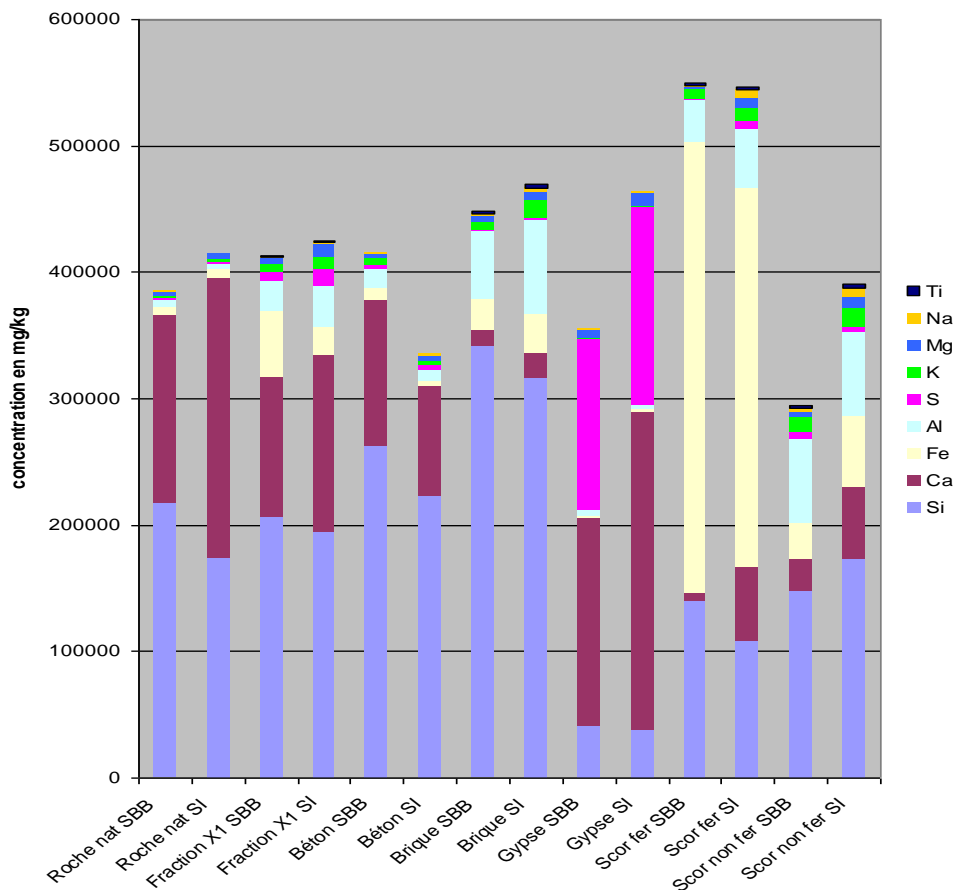
mg/kg <sub>dm</sub>	SB						
	X <sub>1</sub>	SNF	SF	R <sub>u</sub>	R <sub>c</sub>	R <sub>b</sub>	G <sub>y</sub>
Si	205531	146926	139972	216518	262407	341680	40230
Ca	111628	25541	6663	149842	115413	13042	164968
C <sub>org</sub>	74900	407500	16200	2300	20400	500	74900
C <sub>tot</sub>	100700	409900	15800	59800	52100	2400	28100
Fe	51929	29294	356180	5805	9986	24043	1760
Al	24010	66437	32767	5577	15174	53354	4824
K	7245	12175	7408	1954	6055	6369	714
S	6900	4600	1300	1700	2500	1000	6900
Mg	3428	4431	2515	2976	2252	4367	6902
Na	1344	2644	1196	925	1150	2180	214
Ti	784	2475	1458	200	519	2742	188
P	514	1736	682	115	245	293	176
Mn	483	414	1797	125	282	334	111
Pb	355	200	49,9	6	11	29	80
Ba	351	638	462	51	160	317	62,8
Sr	322	482	326	163	174	114	1155
Cu	224	370	239	7,56	15,2	30,9	15,0
Ni	228	131	625	11	18	32	30
Zn	188	64	21	17	27,8	73,7	54
Cr	119	185	431	131	147	208	18,6
V	43,6	111	99	18	33,0	73,9	10
As	16	10,8	14,7	4	6,77	12,6	2,68
Co	17	30	61	3	5	10	1
Mo	7	/	/	/	/	/	/
Cd	0,3	/	/	/	/	/	/
B	/	26,7	281	5	8,25	31,8	2,47
Li	/	100	38	5	16	42	3
ρ <sub>s</sub> (g/cm <sup>3</sup> )	2,62	2,40	3,73	2,67	2,62	2,63	2,42
ρ <sub>s, calciné</sub> (g/cm <sup>3</sup> )	2,71	2,50	3,85	2,64	2,67	2,65	2,86
*MV <sub>450°</sub> (%)	8,4	16,6	1,1	1,6	4,3	0,9	4,8
**MV <sub>550°</sub> (%)	8,6	22,6	1,1	1,5	5,1	1,3	15,3

\*La température du séchage initiale était de 105°C, \*\* La température du séchage initiale était de 50°C

**Tableau 25 : Analyses chimiques sur les artefacts du sol SI – unité mg/kg de matière sèche**

mg/kg <sub>dm</sub>	SI						
	X <sub>1</sub>	SNF	SF	R <sub>u</sub>	R <sub>c</sub>	R <sub>b</sub>	G <sub>y</sub>
Si	194356	173260	107607	174294	222876	315867	36950
Ca	139705	56316	59067	220789	86882	20892	252145
Al	31928	66437	47237	4189	8801	74253	3466
Fe	22246	56589	299689	7713	4387	30284	1861
C <sub>org</sub>	18600	200600	32900	1200	6600	900	400
C <sub>tot</sub>	69700	194400	39700	66700	49100	3400	19700
S	14600	4300	5800	1200	3500	1400	156900
K	9311	14150	9735	2218	3613	14340	959
Mg	9931	8624	9289	3434	3032	6717	10257
Na	1785	8319	6238	527	2138	2855	297
Ti	1212	2378	1791	130	532	3452	99
P	866	2527	3230	133	286	484	481
Mn	388	1653	3837	188	352	380	119
Ba	326	1293	1657	53	187	691	62
Zn	365	823	1346	42	318	172	59
Sr	354	413	380	209	200	160	1310
Pb	309	3219	2612	23	71	493	47
Cu	198	571	3977	11	139	61	20
Cr	110	177	271	130	113	238	23
Ni	32	69	243	10	12	32	3
V	50	123	115	19	28	92	7
As	16	26	167	4	6	16	1
Co	10	31	64	2	5	19	3
Mo	8	13	24	10	9	12	2
Cd	0,6	0,2	0,6	0,2	0,5	0,2	0,2
ρ <sub>s</sub> (g/cm <sup>3</sup> )	2,60	2,49	4,00	2,67	2,65	2,65	2,43
ρ <sub>s, calciné</sub> (g/cm <sup>3</sup> )	2,67	2,73	4,21	2,67	2,67	2,65	2,88
MV <sub>450°</sub> (%)	5,5	7,8	5,4	1,1	2,2	0,8	4,3
MV <sub>550°</sub> (%)	7,3	19,7	6,3	2,0	4,7	1,2	5,0
*MV <sub>550°</sub> (%)	9,1	20,3	7,4	1,9	4,5	1,4	17,5

\* La température du séchage initiale était de 50°C



**Figure 80: Répartition des éléments majeurs dans les composantes issues de l'essai de tri sur les deux sols analysés**

Compte tenu du grand nombre de points de mesures Xrf réalisées sur chaque composante issues du tri, un travail intéressant de corrélation entre élément chimique a été mené afin de mettre en évidence les associations entre polluants, entre polluants et éléments majeurs voire les associations entre polluants et phases porteuses. Cette étape doit permettre de mieux comprendre l'évolution des matrices notamment au cours de la lixiviation. Les polluants étant à l'état de trace et les matrices étant complexes, aucune technique directe ne permet de dire exactement où les polluants se trouvent (adsorbés, sous forme de spot, sous forme d'impureté dans les réseaux cristallins des phases majeures,...).

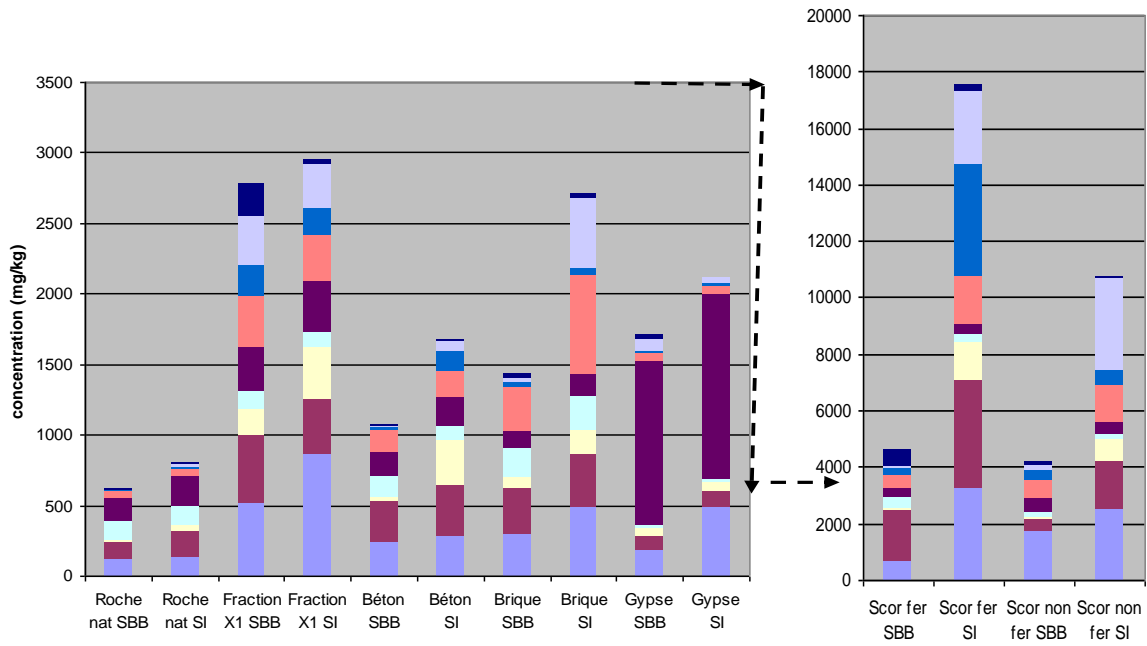
Si aucune corrélation élémentaire des analyses XRF n'est mise en évidence dans la fraction Ru de Si, les corrélations élémentaires des analyses XRF dans la composante Ru de SB montrent que P et Si sont corrélés négativement ( $R_{(Si, P)} = -0,81$ ). Cela signifie que P n'est pas lié au silicate. Ils soulignent également que  $R_{(Si, Ca)} = -0,77$  ce qui signifie que le Ca et le Si ne sont pas liés, ce qui suggère la présence de phases siliceuses d'un côté et de carbonates de calcium d'un autre côté. La faible corrélation suggère cependant que la présence de minéraux de type feldspaths calciques (par exemple des anorthites de formule  $CaAl_2Si_2O_8$ ) n'est pas exclue. Enfin, à l'exception du chrome (130 mg/kg dans Ru SB et Ru SI) et du strontium (160 mg/kg dans le Ru SB et 209 mg/kg dans Ru SI), les concentrations des autres métalloïdes (Ba, Cu, Ni, Pb et Zn) sont négligeables.

- Familles des scories

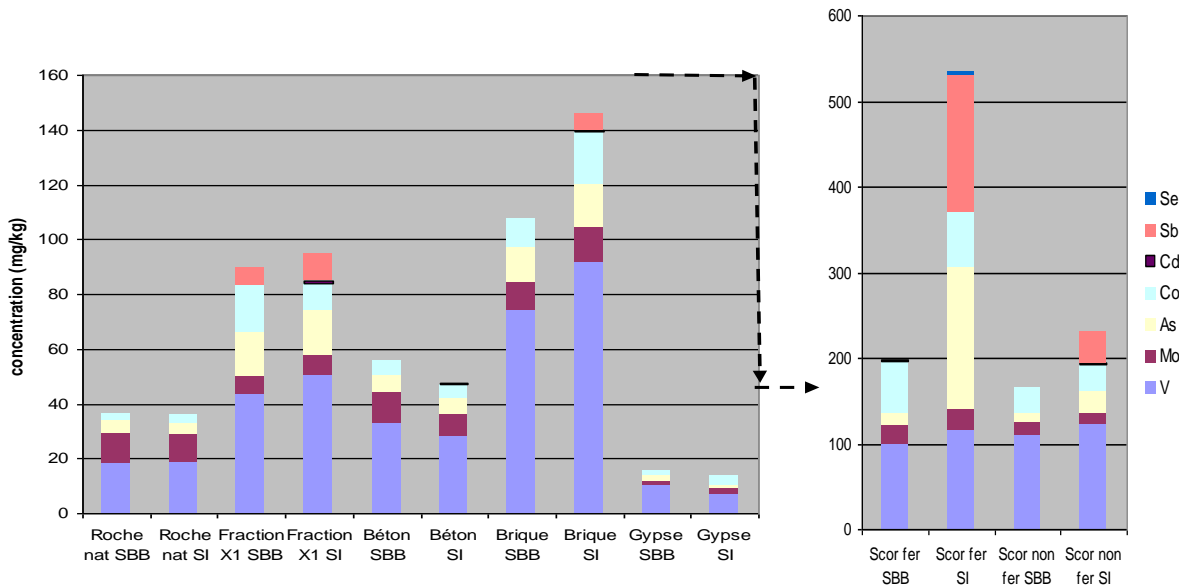
+ Scories non magnétiques (SNF)

Les signaux Xrf obtenus sur la famille SNF pour les deux sols présentent certaines similitudes. Les éléments Mg, Al, Si, K, Ca, Ti, Cr, Mn, Fe, Ni Cu, Sr se trouvent dans cette famille. Cet artefact est également le principal porteur du carbone et pratiquement tout le carbone est de nature organique. Il existe également de nombreuses différences entre les signaux issus des deux sols, ce qui suggère la présence de phases de nature différente. Tout d'abord, les SNF dans SI sont porteuses de Zn et Pb alors que ce n'est pas le cas des SNF dans SB. Ensuite, les analyses chimiques par ICP/OES montrent que les quantités de carbone ne sont pas similaires dans les sols. Le pourcentage de CO<sub>2</sub>TOT représente 73% dans SB et seulement 50% dans SI alors que le pourcentage de SiO<sub>2</sub> représente 15% dans SB et 26% dans SI. Les concentrations des autres majeures sont également différentes: le pourcentage de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, le pourcentage de FeO et le pourcentage de CaO sont respectivement, dans SB et SI, de 6 contre 9%, 2 contre 5% et 2 contre 6%. Les éléments intermédiaires Mg, Na et P ont également des quantités différentes. Elles sont respectivement dans SB et SI, 4400 contre 8600 mg/kg, 2644 contre 8300 mg/kg et 1700 contre 2500 mg/kg.

Les analyses chimiques sur les éléments traces illustrées sur la Figure 81 et la Figure 82 mettent en évidence des quantités remarquables de vanadium dans les SNF de SB et de SI. Le vanadium est principalement lié aux SNF pour les deux sols. C'est également le cas du baryum dans le sol SB. Le baryum est régulièrement observé dans les sites d'enfouissement (*Jani, 2016 ; Burlakovs, 2016*) et peut être lié à des cendres sous forme de sulfate de baryum (*Rigo, 2009*). Quant au vanadium, c'est un élément couramment retrouvé dans les scories (*Chaurand, 2006 ; Tossavainen, 2007*). D'autres différences apparaissent entre les SNF des deux sols également au niveau des quantités de baryum, de cuivre et de vanadium, où les SNF SB montrent des quantités inférieures à celles des SNF SI avec respectivement 638 contre 1293 mg/kg, 370 contre 571 mg/kg et 111 contre 123 mg/kg. Conformément aux observations en Xrf, les quantités de Pb et de Zn mesurées dans les SNF SB sont fortement inférieures à celles mesurées dans les SNF SI, avec respectivement 200 contre 3219 mg/kg et 64 contre 823 mg/kg. Le nickel quant à lui est plus présent dans SB que dans SI avec 131 contre 69 mg/kg.



**Figure 81: Répartition des éléments intermédiaires dans les composants issus de l'essai de tri**



**Figure 82: Répartition des éléments traces dans les composants issus de l'essai de tri**

Dans SB, les corrélations élémentaires résultant des analyses XRF mettent en évidence que Ca, Si, Fe, Al, K, Ti et Ni sont corrélés avec  $R_{(Ca, Si-Fe-Al-K-Ti-Ni)} > 0,80$ . Il faut noter aussi que  $R_{(Si, Al)} > 0,90$ . Des corrélations similaires sont également identifiées dans SI, avec Mn au lieu de Ti et Ni ( $R_{(Ca, Si-Fe-Al-K-Mn)} > 0,8$ ). Il est également intéressant de noter que Ti est toujours corrélé avec K et Fe, avec  $R_{(Ti, K-Fe)} > 0,80$ . Comme pour SB,  $R_{(Si, Al)} > 0,90$  mais, cette fois, K montre une corrélation très forte avec Fe et Al;  $R_{(K, Fe-Al)} > 0,90$ .

Tous ces résultats soulignent que la source de ces scories n'est pas la même pour chaque sol. Néanmoins, les résultats obtenus restent proches, montrant la présence probable d'au moins une phase organo-minérale, avec une minéralogie composée d'un cluster Ca-Si-Al-Fe-K-Ti. Ce type de

relation est commune dans les cendres de biomasse (par exemple, les déchets solides municipaux, les combustibles dérivés des ordures, le charbon, les boues d'épuration ...). Les complexes Fe-Si-Al-Ti, Ca-Mg-Mn et K-P-S-Cl sont généralement considérés comme des pôles dans la classification de ces cendres (*Mohd Adnan, 2013 ; Folgueras, 2017 ; Ollila, 2006 ; Vassilev, 2013*). Il est également bien connu que ces phases concentrent de nombreux polluants (oligo-éléments, soufre ...) comme observé par *Vassilev (2009)*. Ces scories peuvent être définies comme un marqueur des développements technologiques qui ont eu lieu dans le bassin de la Seine (*Huot, 2014 ; Meybeck, 2007 ; Le Cloarec, 2011*).

#### + Scories magnétiques (SF)

Les signaux Xrf des familles SF présentent certaines similitudes. Les quantités de fer sont très importantes. Certains éléments chimiques Al, Si, S, K, Ca, Ti, Cr, Mn, Ni, Cu, Rb, Sr et Zr sont également communs pour les SF dans les deux sols. Dans les deux cas, un massif de pics à 12,8 keV près du pic Pb  $L_{\beta}$  n'a pas été identifié mais il pourrait s'agir des pics de thorium  $L_{\alpha}$ , cependant les autres raies distinctives ( $L_{\beta}$  et M) de cet élément ne sont pas observées sur le spectre ou sont perdues dans d'autres signaux (par exemple, Th  $L_{\beta}$  dans Zr  $K_{\alpha}$ ). On note également que les quantités de [Ca] et de [Cu] sont plus élevées dans les SF de SI. Comme avec la famille SNF, Zn et Pb sont présents dans les SF du sol SI mais pas dans les SF de SB. À l'exception de la matière organique, cela montre que les scories SNF et SF sont très proches.

Les analyses chimiques par ICP/OES dans le Tableau 24 et le Tableau 25 confirment que le fer est l'élément principal des SF. Exprimé en pourcentage d'oxydes, le pourcentage de FeO est de 50% dans SF SB et 38% dans SF SI, alors que le  $C_{TOT}$  mesuré à l'aide de l'analyseur Carbone/Soufre représente 15800 mg/kg dans SF SB et 39700 mg/kg dans SF SI. Il est intéressant de noter que tout le carbone semble d'origine organique dans les SF SI ou les SF SB. Les résultats semblent en accord avec les mesures de matière volatile MV et les mesures de densité de particules  $\rho_s$ . Le pourcentage de  $SiO_2$  représente 33% dans SB et 23% dans SI. Les concentrations des autres majeures dans les SF de SB et SI diffèrent également : le pourcentage de  $Al_2O_3$  et le pourcentage de CaO sont respectivement dans SB et SI, de 7 contre 9% et de 1 contre 8%. Les éléments intermédiaires Mg, Na et P ont également des concentrations variables. Elles sont respectivement dans SB et SI, égales à 2500 contre 9300 mg/kg, 1200 contre 6200 mg/kg et 700 contre 3200 mg/kg. Les analyses chimiques des éléments traces confirment les similitudes entre SF et SNF avec le baryum égal à 462 contre 1657 mg/kg dans SB et SI, le cuivre égal à 239 contre 3977 mg/kg, le nickel égal à 625 contre 243 mg/kg, le plomb égal à 50 contre 2612 mg/kg, le zinc égal à 21 contre 1346 mg/kg et le vanadium égal à 99 contre 114 mg/kg.

Les corrélations élémentaires des analyses Xrf n'ont malheureusement pas pu être effectuées pour SF dans SB. Dans les SF de SI, les corrélations élémentaires soulignent que Ca, Si, Fe, Al, K, Ti et Ni sont fortement corrélés avec R autour de 0,90 indépendamment des éléments étudiés. Il faut noter aussi que S est aussi lié à ce complexe,  $R_{(S, Ca-Si-Al-K)} > 0,80$ . Ces relations sont là encore caractéristiques de la minéralogie des cendres de biomasse (*Vassilev, 2009 ; Vassilev, 2013*).

Finalement, les caractéristiques de la famille SF ne sont pas les mêmes dans SB et SI, mais ces caractéristiques sont proches de celles de la famille SNF des sols respectifs. Ces observations tendent à suggérer que les origines des scories sont similaires, indépendamment de leur comportement magnétique.

#### - Produits en béton (Rc)

Comme les scories sont les empreintes digitales des anciennes activités industrielles, les produits en béton sont les vestiges d'anciennes techniques de construction. Les spectres Xrf de la famille Rc dans SB et dans SI sont très proches. Les éléments Al, Si, S, K, Ca, Ti, Cr, Fe, Fr et Zr sont présents dans les deux matrices. Cu et Zn sont présents spécifiquement dans Rc de SI. Les analyses chimiques par ICP/OES des majeures montrent que les Rc présentent des caractéristiques très similaires pour les deux sols. Le pourcentage de SiO<sub>2</sub> est de 58% pour les Rc des deux sols, le pourcentage de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> est de 3% et 2% dans SB et SI, le pourcentage de FeO est de 1%, le pourcentage de CaO est de 17% et 15%, le pourcentage de CO<sub>2 inorg</sub> est de 12% et 19%, le pourcentage de CO<sub>2 org</sub> est de 8% et 3%, et enfin le pourcentage de SO<sub>2</sub> est de 1%. Pourtant, les ciments (CEM I, CEM II ou CEM III avec divers additifs...) qui peuvent entrer dans la composition des Rc présentent une grande variabilité. Dans les ciments, le pourcentage de CaO est d'environ 60%, tandis que le pourcentage de SiO<sub>2</sub> est d'environ 20%. Étant donné que le ciment représente environ 15-20% de la matière sèche du béton, les résultats indiquent que les granulats utilisés dans le béton sont a priori très siliceux (pourcentage de SiO<sub>2</sub> : 60-70% contre pourcentage de CaO : 7-10%). Compte tenu de la géologie plutôt calcaire du bassin de Paris (*BRGM, 1973*), la silice provient probablement des sables silico-calcaires de la Seine (l'approvisionnement en granulats restant local dans la mesure du possible). Or depuis les années 1980, il est interdit d'utiliser ce type de granulats pour la production de béton. On suppose alors que les composants à base de béton présents sur les sites d'excavation de SB et SI sont antérieurs à ces années.

Pour les deux sols, les proportions de CO<sub>2 org</sub>, SO<sub>2</sub>, FeO et CO<sub>2inorg</sub> (pour SI) sont un peu élevées pour des produits cimentaires. Les pourcentages de SO<sub>2</sub> et FeO pourraient provenir du ciment, compte tenu de la présence possible de gypse ou de phase de type ettringite Ca<sub>6</sub>Al<sub>2</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>3</sub>(OH)<sub>12</sub>.26H<sub>2</sub>O ou de ferro-aluminate tétracalcique notée C4AF avec une formule (CaO)<sub>4</sub>(Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)(Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>).



Concernant les teneurs en éléments intermédiaires exprimées en pourcentage d'oxydes (sans tenir compte du CO<sub>2</sub>), les pourcentages de K<sub>2</sub>O, MgO, Na<sub>2</sub>O, TiO<sub>2</sub>, et P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> sont inférieurs à 1%, 0,8%, 0,5%, 0,15% et 0,11% indépendamment de la matrice étudiée. Ces teneurs sont relativement faibles et correspondent aux quantités d'éléments apportés par les 15-20% de ciment dans le béton (*Saiz Matrinez, 2016*). Le calcul conduit alors à un excès de 0,7% pour SO<sub>2</sub> et 0,5% pour FeO. Compte tenu de l'excès de CO<sub>2</sub> et de l'apparition de Zn et Cu dans SI et de Ba dans SB et SI, ces occurrences pourraient résulter de la présence de scories dans la famille Rc. Cette supposition est confirmée par les corrélations élémentaires calculées à partir des analyses Xrf. Dans SI, Si, Al et S sont corrélés avec  $R > 0,8$  (comme dans les SF).  $R_{(Ca, Si-Al-S-Mn)}$  est également supérieur à 0,7 dans les Rc alors que la corrélation est de 0,8 entre ces éléments dans la famille SNF. Clairement, la présence de scories provient d'erreurs lors du processus de tri car il est difficile de distinguer visuellement les familles des petites particules. C'est d'autant plus vrai pour SI, qui présente une faible quantité de Rc.

- Composants de gypse (Gy)

Comme pour les familles précédentes, les spectres Xrf de SB et SI sont très proches. Les principaux signaux retrouvés sur les spectres sont S, Ca, Si, Fe et Sr. Certaines traces de Ti, Cr, Mn, Ni et Zn sont également détectées. Conformément à ces résultats, les analyses chimiques montrent que le pourcentage de CaO = 32% et 42% et le pourcentage de SO<sub>2</sub> = 38% et 37% dans SB et SI respectivement et les corrélations élémentaires montrent que Ca et S sont fortement liés ( $R_{Ca-S} > 0,9$ ) (en accord avec la présence de gypse). Le pourcentage de CO<sub>2inorg</sub> n'est pas négligeable de son côté avec 13% dans SB et 8% dans SI, ce qui montre que des carbonates (calcite, dolomite...) se trouvent mélangés au gypse dans Gy. La quantité de Mg dans les deux matrices avec 1,5-2% de MgO va dans ce sens. Par ailleurs, les niveaux de Sr dans Gy SI ou Gy SB sont élevés. Cette association entre gypse et strontium dans les milieux saumurés (comme le bassin de Paris) est commune (*Kushnir, 1980 ; Fontes, 1993 ; Rosell, 1998*) et la présence de Sr dans le gypse peut être considérée comme résultant d'un processus naturel.

- Éléments en terre cuite (Rb)

Les briques représentent seulement une petite quantité (<2%) des sols SI et SB. Les analyses Xrf montrent la présence notable de Mg, Al, Si, P, S, K, Ca, Ti et Fe. Ces éléments se retrouvent couramment dans les céramiques (*Cultrone, 2001*). En termes d'oxydes, SiO<sub>2</sub> représente 80% et 72%, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 11% et 15%, FeO 3% et 4%, CaO 2% et 3% et K<sub>2</sub>O 1% et 2% respectivement dans SB et SI. Les éléments intermédiaires sont présents en quantités variables et les quantités mesurées

restent conformes à la composition chimique des briques (*Cultrone, 2001 ; Lin, 2010*), mais elles montrent que les briques n'ont pas la même origine selon le site étudié. Les analyses Xrf mettent en évidence la présence de nombreux éléments traces tels que Cr, Mn, Ni, Cu, Zn, Pb, Sr et Zr. Dans les deux sols, les niveaux de Ba, Cr et V mesurés par ICP/OES dans les Rb sont notables. Les quantités de zinc et de plomb sont notables dans SI. Compte tenu de la faible proportion de la famille Rb dans les deux sols, on ne peut pas exclure que ces éléments soient apportés par de petites quantités d'autres artefacts, en particulier les scories et le gypse.

- Sols fins (X1)

Pour les deux sols, le signal de la famille X1 obtenu par Xrf est quasiment superposé avec le signal du matériau complet. Si l'on compare les quantités élémentaires mesurées sur X1 (moyenne sur tous les éléments) avec les quantités élémentaires des fractions granulaires (Tableau 26), on constate que la composante X1 est très proche de la fraction fine

**Tableau 26 : Calcul des rapports famille X / famille X1**

Rapport moyen (écart type)	Pour SB	Pour le SI
matériel total / X1	1,20 (0,78)	1,02 (0,37)
fraction fine / X1	1,07 (0,51)	1,05 (0,34)
fraction intermédiaire / X1	0,86 (0,35)	1,15 (0,65)
fraction grossière / X1	1,08 (0,55)	1,18 (0,89)

Les niveaux élevés d'éléments traces, caractéristiques d'autres familles d'artefacts, montrent que la fraction X1 contient également ces artefacts. Cela confirme que la pédogénèse des deux matrices de sols urbains étudiées est affectée par la présence et l'altération/fragmentation des artefacts d'origine anthropique (*El Khalil, 2008*).

Par ailleurs, comme suggéré pour la fraction fine des matériaux d'enfouissement (*Jain, 2005 ; Jani, 2016*) et comme observé lors de la classification géotechnique, il est clair que la famille X1 est composée de minéraux naturels comme par exemple des argiles. Cette idée est renforcée dans SI par une bonne corrélation élémentaire entre Al et Mg avec  $R_{(Al, Mg)} = 0,89$  (présence d'un argile magnésienne).

### 3.2.3. Conclusions sur les analyses chimiques élémentaires par XRF et ICP/OES

L'ensemble des analyses montrent que :

- en accord avec les observations dans la littérature, les fractions grossières des sols urbains étudiés sont composées d'une partie « naturelle » rapportée lors de la construction des remblais de bord de Seine et d'une partie d'origine anthropique non négligeable. Outre des

pollutions d'origine industrielle présentes de façon abondante dans les deux matrices, la partie anthropique de la fraction grossière d'Ivry est composée en grande partie de produits de démolition et de reconstruction (essentiellement des produits du béton),

- les sols urbains SI et SB présentent un certain nombre de pollutions parmi lesquelles on note des composés soufrés, des composés riches en carbone organique (non identifiés mais qui influence la teneur en matière volatile et la densité des particules) et des éléments traces métalliques ;
- les composés soufrés proviennent au moins en partie de minéraux gypseux rapportés lors de la construction des remblais de bord de Seine. Outre le soufre, ces phases sont naturellement porteuses de strontium. Par ailleurs, la sensibilité des éléments gypseux à la perte au feu perturbe les mesures de matière organique au sens géotechnique ;
- en ce qui concerne les composés organiques et les ETM, ces pollutions résultent des activités industrielles qui se trouvaient au droit ou au voisinage des matrices étudiées. Elles sont portées pour leur majorité par les scories. Dans chaque matrice, les scories présentent une signature chimique qui leur est propre, montrant ainsi une origine locale. Néanmoins indépendamment de leur caractère magnétique ou non, les scories ont probablement des origines industrielles communes ;
- Dans les scories, les composés riches en carbone organique ne seraient pas de la matière organique au sens géotechnique mais plutôt des résidus de combustions inachevées riches en carbone. Une validation grâce à des analyses complémentaires est présentée dans les paragraphes qui suivent. Quant aux ETM portés par les scories, ils sont nombreux (Pb, Cu, Zn, Ni...). Les concentrations en masse sont élevées et leur capacité à être lixiviés est présentée dans le chapitre 4.

### **3.3.Méthode de quantification des familles d'artefacts dans les différentes fractions granulaires et la fraction totale des sols**

L'objet de cette partie est de déterminer la répartition des fractions naturelles et anthropiques dans la fraction totale des sols SI et SB et dans les différentes fractions granulométriques. En particulier, il s'agit de vérifier si l'on a un enrichissement en certaines phases porteuses de polluants (comme les scories) dans les fractions les plus fines, comme on l'observe assez généralement dans un milieu naturel. Il s'agit également de donner des éléments quant à l'évolution pédologique des sols urbains, qui sont des sols jeunes. D'un point de vue scientifique, on cherche à caractériser les processus d'altération de ces sols pour en tirer des informations sur leur potentiel polluant (quelle fraction est

porteuse de quelle polluant et quel polluant est associé à quel autre). D'un point de vue pratique, on cherche à savoir si l'essai de tri tel qu'il a été réalisé sur la fraction grossière > 4 mm est représentatif de la fraction totale des sols.

### 3.3.1 Méthodologie

La quantification des artefacts dans chacune des fractions granulométriques est réalisée en suivant une approche par régression absolue à partir des mesures réalisées sur chaque composante des sols issues du tri. Dans la suite, on appelle les mesures réalisées sur les trois fractions granulaires Meas.[<80µm], Meas.[80-400µm], Meas.[>400µm], et le matériau total, Meas.WM. Les mesures sur chacune des six familles d'artéfacts sont nommées Meas.SNF, Meas.SF, Meas.Ru, Meas.Rc, Meas.Gy, Meas.Rb.

En considérant les j mesures faites dans chaque ensemble de mesures, l'objet de l'approche consiste à trouver pour chaque fraction granulométrique f et pour chaque famille d'artéfact i, un ensemble de six coefficients q<sub>i</sub> qui minimise la valeur suivante:

$$\sum_j \frac{\left| Meas_{.f,j} - \sum_i q_i Meas_{.i,j} \right|}{Meas_{.f,j}} \quad 3.2$$

Les calculs sont faits avec le solveur de MS EXCEL.

### 3.3.2 Détermination des valeurs extrêmes dans les jeux de mesures

Les approches de reconstruction par régression linéaire sont connues pour être très sensibles aux valeurs extrêmes. Ces valeurs doivent être supprimées avant l'analyse.

Pour les trouver, on calcule la combinaison linéaire des jeux de données mesurées sur les fractions granulométriques avec les coefficients déterminés lors de l'analyse granulométrique (Figure 70 et Figure 71) :

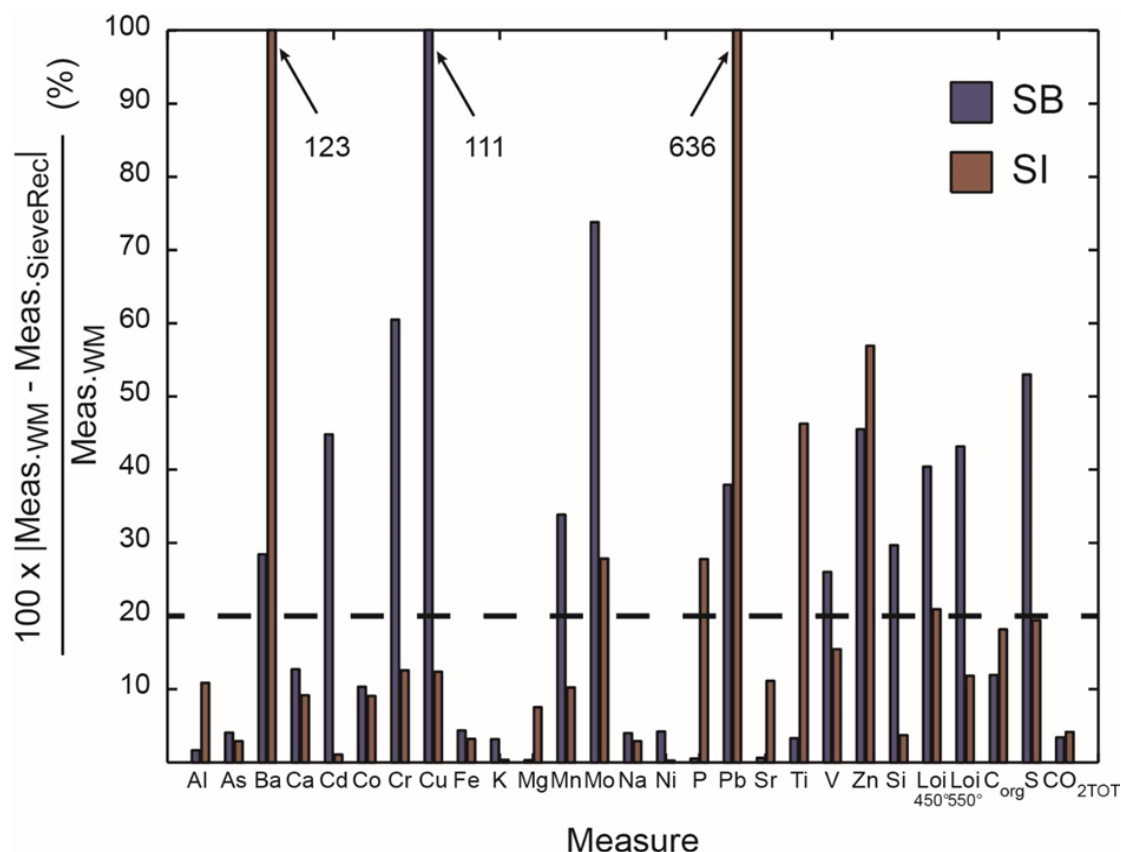
- Pour SB: Meas.SieveRec = 37% Meas.[<80µm] + 16% Meas.[80-400µm] + 47% Meas.[>400µm]
- Pour SI: Meas.SieveRec = 32% Meas.[<80µm] + 19% Meas.[80-400µm] + 49% Meas.[>400µm]

En théorie, le vecteur Meas.SieveRec devrait correspondre au jeu de données mesurées sur la fraction totale Meas.WM. Dans la pratique, ce n'est pas le cas et, pour chaque mesure, on exprime en termes de pourcentage le rapport A entre les mesures de la fraction totale des sols (Meas.WM) et la combinaison linéaire des mesures de chaque fraction granulométrique pondérées par l'analyse granulométrique (Meas.SieveRec) :

$$A = (\text{Meas.WM.} - \text{Meas.SieveRec}) \times 100 / \text{Meas.WM.}$$

On considèrera comme une valeur extrême l'ensemble des valeurs de A qui renvoient des valeurs supérieures à 20%. Nous avons choisi 20% de manière arbitraire mais cela aurait pu être 10% ou 5%. La valeur de 20% semble un bon compromis permettant de garder suffisamment de valeurs pour la régression, et d'en supprimer suffisamment pour limiter les problèmes de valeurs extrêmes.

Les résultats du calcul de A sont présentés sur la Figure 83. Dans SB, treize mesures élémentaires sont concernées et plus spécifiquement les éléments traces tels que Ba, Cd, Cr, Cu, Mn, Mo, Pb, V et Zn. Ces résultats mettent en évidence la répartition non uniforme de ces éléments dans la matrice SB. Le silicium et les MV à 450°C et 550°C (notée LOI pour loss on ignition sur la Figure 83) sont également concernés. On peut supposer que des scories riches en carbone étaient présentes dans l'échantillonnage de l'ensemble du matériau. La mesure de S doit également être considérée comme extrême. C'est un peu surprenant car S est principalement porté par le gypse comme le strontium et le calcium. Mais ces deux derniers éléments ne comptent pas dans les valeurs extrêmes.



**Figure 83: Rapports entre les mesures de la fraction totale des sols (Meas.WM) et de la combinaison linéaire des mesures de chaque fraction granulométrique pondérées par l'analyse granulométrique (Meas.sieveRec). En bleu SB, en marron SI**

La somme des pourcentages, qui traduit la sensibilité de l'approche, est de 38% dans le cas de SB. Cette valeur doit être proche de 100% dans l'absolu mais on verra que les calculs sans contraintes

donnent des valeurs supérieures ou inférieures à 100%, ce qui remet en question les résultats obtenus.

Pour SI, un peu moins de mesures sont concernées et plus de valeurs de A sont en dessous de 20%. Parmi les éléments métalliques traces tels que Ba, Mo, Pb et Zn, se retrouvent des valeurs aberrantes. La MV à 450°C est également concernée, mais elle se trouve à la limite avec 21%. Deux éléments intermédiaires Ti et P peuvent être définis comme des valeurs aberrantes.

La somme des pourcentages est de 153% dans le cas de SI.

### 3.3.3 Résultats de la régression linéaire

Pour les deux matériaux SI et SB, la composition de la famille X1 est proche de la composition de la fraction fine des sols voire de la composition globale des sols, aussi cette famille n'est pas considérée comme un artefact et est retirée des calculs.

Les conditions initiales du calcul pour les différentes fractions granulaires sont la quantité de chaque famille d'artefacts mesurées dans la fraction totale du sol (Tableau 16 et Tableau 17), Ces quantités sont pondérées pour tenir compte de l'absence de la famille X1. Elles sont respectivement pour SNF, SF, Ru, Gy, Rb et Rc:

- Dans SB: 30,5%, 5%, 36,5%, 4,7%, 2,2% et 21,2%.
- Dans SI: 20%, 2,1%, 65,4%, 7,4%, 2,0% et 3,2%.

#### Calculs sans contraintes

Les résultats du calcul sans contraintes sont détaillés dans le Tableau 27. Tous les résultats n'ont pas une signification physique, mais cette approche donne tout de même des informations intéressantes.

+SB – Fraction totale

Les concentrations proposées pour les familles  $G_y$ , SNF, SF,  $R_b$  et  $R_u$  sont pertinentes par rapport aux conditions initiales. En outre, Sr et Ni tendent à augmenter avec la finesse des grains. Cela devrait se traduire par une augmentation des quantités de  $G_y$  et SF dans les fractions intermédiaires et fines vis-à-vis de la fraction grossière. À l'inverse, la concentration en carbone est plus faible dans la fraction fine. Cela tend à montrer que la quantité de SNF dans le matériau global est inférieure à celle trouvée dans la fraction grossière. Enfin, la faible augmentation de la concentration du matériau naturel avec la finesse des fractions est un résultat attendu. Les résultats sur  $R_c$  et la somme totale de 129,3% ne sont pas satisfaisants. Comme pour  $R_u$ , on s'attend à une augmentation des quantités de  $R_c$  mais pas autant.

L'exactitude de 155% est supérieure à 38% déterminée par l'analyse par tamisage, mais l'ordre de grandeur jugé comme le même. L'exactitude est une valeur informative et il ne faut pas qu'elle dépasse de plus de 10 fois la valeur donnée par la reconstruction à partir des mesures granulométriques.

**Tableau 27 : Résultats de la régression linéaire sans contraintes et avec contraintes. Les valeurs contraintes sont dans des cases grisées. TOT =  $\Sigma$  %: sensibilité de l'approche. Exact.. C.I. : conditions initiales.**

%	C.I.	SB sans contraintes				SB avec contraintes			
		M <sub>tot</sub>	<80µm	80-400 µm	>400µm	M <sub>tot</sub>	<80µm	80-400 µm	>400µm
SNF	30,5	18,0	10,1	17,6	19,6	20,8	12,2	20,8	23,2
SF	5	7,8	6,6	8,0	10,4	9,6	13,5	9,6	6,4
Ru	36,5	42,0	37,8	45,3	0,0	34,6	37,5	32,1	30,1
Gy	4,7	6,2	19,1	6,1	0,5	10,0	14,3	8,3	8,3
Rb	2,2	2,1	5,8	0,0	0,0	0,0	5	0	7,0
Rc	21,2	53,2	62,2	15,3	76,5	25,0	17,2	29,2	25,0
<b><math>\Sigma</math> %</b>	<b>100</b>	<b>129,3</b>	<b>141,6</b>	<b>92,3</b>	<b>107,1</b>	<b>100</b>	<b>100</b>	<b>100</b>	<b>100</b>
<b>Exact.</b>	<b>38</b>	<b>155</b>	<b>274</b>	<b>250</b>	<b>94</b>	<b>204</b>	<b>432</b>	<b>302</b>	<b>232</b>
%	C.I.	SI sans contraintes				SI avec contraintes			
		M <sub>tot</sub>	<80µm	80-400 µm	>400µm	M <sub>tot</sub>	<80µm	80-400µm	>400µm
SNF	20	15,3	7,3	10,1	22,5	16,1	7,3	10,6	20,6
SF	2,1	2,8	7,3	3,7	2,4	3,4	7,3	4,1	2,6
Ru	65,4	44,1	60,2	40,5	55,1	62,6	66,1	63,2	61,1
Gy	7,4	7,6	11,7	16,3	5,8	7,9	11,6	12,0	5,7
Rb	2	8,5	3,3	12,7	2,2	5,0	3,4	5,0	5,0
Rc	3,2	24,5	4,2	22,0	3,3	5,0	4,3	5,0	5,0
<b><math>\Sigma</math> %</b>	<b>100</b>	<b>102,8</b>	<b>74,3</b>	<b>105,2</b>	<b>91,4</b>	<b>100</b>	<b>100</b>	<b>100</b>	<b>100</b>
<b>Exact.</b>	<b>153</b>	<b>307</b>	<b>652</b>	<b>343</b>	<b>337</b>	<b>375</b>	<b>664</b>	<b>458</b>	<b>310</b>

+SB – Fraction « <80µm »

Comme pour la fraction totale, les concentrations de SNF, SF, R<sub>u</sub> et R<sub>b</sub> sont pertinentes par rapport aux conditions initiales. La quantité de SNF est cohérente avec les résultats du carbone total d'une part et les résultats sur la fraction totale d'autre part. La quantité de SF est un peu faible compte tenu des résultats chimiques sur le nickel et des résultats sur la fraction totale. La quantité de Gy est également un peu élevée si on considère la concentration du Sr dans la fraction totale. Les résultats sur R<sub>c</sub> et la somme totale de 141,6% ne sont toujours pas satisfaisants. L'exactitude de 274% est sept fois plus élevée que les 38% déterminés avec l'analyse par tamisage.

+SB – Fraction « 80-400  $\mu\text{m}$  »

Excepté  $R_b$ , toutes les familles montrent des concentrations pertinentes par rapport aux conditions initiales. Pour SNF, SF et  $G_y$ , le rapport des quantités entre cette fraction et celle mesurée sur l'ensemble du matériau est en accord avec l'analyse chimique du carbone organique, du Ni et de Sr. La valeur nulle pour  $R_b$  n'est pas surprenante car elle est probablement due au manque de sensibilité de l'approche. La somme totale est de 92,3% ce qui est bon et l'exactitude est de 250%.

+ SB - Fraction « > 400  $\mu\text{m}$  »;

Seules les valeurs des concentrations de SNF et SF sont pertinentes par rapport aux conditions initiales. Le niveau de  $R_c$  est clairement trop élevé, alors qu'avec une valeur nulle, le niveau de  $R_u$  est trop bas. En outre, avec deux valeurs nulles, les montants de  $R_b$  et  $G_y$  sont clairement erronés. La somme totale de 107,1% est satisfaisante et la simulation est assez précise avec seulement 95% pour l'exactitude.

+SI – Fraction totale

Les quantités de SNF, SF et  $R_u$  sont pertinentes par rapport aux conditions initiales, même si l'occurrence de  $R_u$  est un peu faible. La somme totale est également satisfaisante. Néanmoins, les quantités de  $R_c$ ,  $G_y$  et  $R_b$  sont clairement erronées, surtout  $R_c$  dont la quantité est trop élevée, en comparaison de sa concentration dans la fraction grossière. L'exactitude est de 307% c'est-à-dire 2 fois supérieur aux 153% déterminés avec l'analyse granulométrique et elle peut être considérée comme satisfaisante.

+SI – Fraction « <80 $\mu\text{m}$  »

Cette reconstruction est satisfaisante pour toutes les familles. La somme totale est également satisfaisante. L'exactitude est de 652%. C'est quatre fois plus élevé que les 153% déterminés avec l'analyse granulométrique. L'ordre de grandeur est le même.

+SI – Fraction « 80-400  $\mu\text{m}$  »

Les concentrations de SNF, SF sont pertinentes avec les conditions initiales. La quantité de  $R_u$  est un peu faible, tandis que les concentrations de  $G_y$ ,  $R_c$ ,  $R_b$  sont trop élevés. La somme totale et l'exactitude sont satisfaisantes.

+ SI - Fraction « > 400  $\mu\text{m}$  »



L'ensemble des concentrations proposées est pertinent par rapport aux conditions initiales sauf pour  $R_u$ . La somme totale et l'exactitude sont également satisfaisantes.

### Calculs avec contraintes

Les contraintes appliquées ont été choisies à partir des résultats de régression linéaire sans contrainte du Tableau 27 et des résultats d'analyses chimiques dans le Tableau 22 et le Tableau 23. Les nouvelles conditions initiales sont les résultats finaux obtenus avec l'analyse sans contrainte. Pour toutes les simulations, la somme totale des concentrations a été fixée à 100%. Les contraintes sont détaillées dans le texte et l'ensemble des résultats est résumé dans le Tableau 27.

+SB – Fraction totale

Les résultats de la simulation sans contrainte étaient satisfaisants, sauf la quantité de  $R_c$  qui était trop élevée. Par conséquent, pour cette nouvelle simulation, cette quantité a été fixée à moins de 25%, ce qui est en accord avec la quantité de  $R_c$  présente dans la fraction grossière. Les résultats contraints sont très proches des résultats non contraints avec moins de 4% de différence. L'exactitude est de 204%. C'est 1,3 fois l'exactitude obtenue sans contrainte et 5,4 fois l'exactitude de l'analyse granulométrique.

+SB – Fraction « <80 $\mu$ m »

Sur la base des bons résultats obtenus pour la fraction totale, les quantités de SNF, SF et  $G_y$  ont été fixées en fonction de l'analyse chimique. Pour SNF, le marqueur chimique choisi a été le carbone organique. Le rapport de concentrations de cet élément entre la fraction totale et la fraction « <80  $\mu$ m » est de 1,7. La quantité de SBF a donc été fixée à 12,2%. Comparée au résultat obtenu lors des calculs non contraints (10,1%), cette valeur peut être considérée comme pertinente. De même, pour SF, le marqueur chimique choisi a été le nickel. Le rapport des concentrations entre les deux fractions est de 0,7. Ainsi, la quantité de SF a été fixée à 13,5% ce qui est cohérent avec les résultats précédemment obtenus sans contrainte (6,6%). Pour  $G_y$ , le marqueur chimique choisi a été Sr. Le rapport est de 0,7. Le montant de  $G_y$  a donc été fixé à 14,3%. Ceci est proche du précédent résultat de 19,1%. Enfin, pour éviter toute divergence de calcul, la quantité de  $R_b$  a été fixée à moins de 5%. Les quantités de  $R_u$  et  $R_c$  sont alors de 37,5% et de 17,2%. Pour  $R_u$ , le résultat est proche de celui des simulations non contraintes. L'exactitude est de 432% ce qui est 1,6 fois l'exactitude obtenue sans contrainte et 11,4 fois l'exactitude de l'analyse granulométrique.

+SB – Fraction « 80-400  $\mu$ m »

En suivant la même approche que pour la fraction « <80 µm », les concentrations de SNF, SF et G<sub>y</sub> ont été fixées respectivement à 23,2%, 6,4% et 8,3%. Les quantités fixées pour SF et SNF sont proches des résultats obtenus sans contrainte. Les quantités de R<sub>u</sub>, R<sub>b</sub> et R<sub>c</sub> sont alors de 32,1%, 0% et 29,2%. À propos de R<sub>b</sub>, le résultat de zéro est dû au manque de sensibilité de l'approche, comme mentionné précédemment. À propos de R<sub>c</sub>, une quantité de 29,2% est un peu élevée si on la compare aux résultats sur la fraction « <80 µm », mais elle peut être considérée comme satisfaisante, notamment si on considère le seuil de 25% fixé pour la fraction totale. Le résultat de R<sub>c</sub> est alors pertinent. L'exactitude est de 302%, ce qui est proche de l'exactitude mesurée sans contrainte (rapport de 1,1) et 8 fois supérieur à l'exactitude de l'analyse granulométrique.

+ SB - Fraction « > 400 µm »

Toujours en suivant la même approche que pour les autres fractions, les quantités de SNF, SF et G<sub>y</sub> ont été fixées respectivement à 23,2%, 6,4% et 8,3%. Comme précédemment, les quantités de SF et SNF sont proches des résultats obtenus sans contrainte. Pour éviter toute divergence, la quantité de R<sub>c</sub> a été fixée à moins de 25%. Les quantités de R<sub>u</sub> et de R<sub>b</sub> sont alors de 30,1% et de 7,0%. En ce qui concerne R<sub>u</sub>, c'est un résultat pertinent par rapport aux résultats précédents. À propos de R<sub>b</sub>, c'est également pertinent quoiqu'un peu élevé. L'exactitude est de 232%. Elle est de 2,4 fois l'exactitude sans contrainte et 6,1 fois l'exactitude de l'analyse granulométrique.

+SI – Fraction totale

Les résultats sans contrainte présentaient une concentration trop élevée de R<sub>b</sub> et R<sub>c</sub>, c'est pourquoi, pour cette nouvelle reconstruction, ces deux niveaux ont été fixés à moins de 5%. Les nouveaux résultats sur SF, SNF et G<sub>y</sub> sont proches de la précédente simulation sans contrainte. Le niveau de R<sub>u</sub> augmente à 62,6%. Ce résultat est plus en cohérence avec le niveau de R<sub>u</sub> dans la fraction grossière. L'exactitude est de 375%, ce qui est proche de l'exactitude mesurée sans contrainte.

+SI – Fraction « <80µm »'

Compte tenu de la reconstruction satisfaisante obtenue avec la simulation sans contrainte, la seule contrainte imposée a été la somme totale de 100%. Les résultats sont très proches des résultats précédents. La détermination de la quantité de SNF en suivant le carbone organique comme marqueur chimique entraînerait une valeur de 4,4%. De la même manière, la détermination de la quantité de SF en suivant Mn et Cu en tant que marqueurs chimiques entraînerait une valeur de 8,6%. Enfin, la détermination de la quantité de G<sub>y</sub> en suivant Sr et S comme marqueurs chimiques entraînerait une valeur de 11,2%. Cela montre que les résultats sont pertinents par rapport à l'analyse chimique. L'exactitude est de 664%, ce qui est très proche de l'exactitude sans contrainte.

+SI – Fraction « 80-400  $\mu\text{m}$  »

Comme pour la fraction totale, les résultats antérieurs des simulations sans contraintes présentaient un niveau trop élevé de  $R_b$  et  $R_c$ . Aussi, pour cette nouvelle reconstruction, ces deux niveaux ont été fixés à moins de 5%. Les nouveaux résultats sur SF, SNF et  $G_y$  sont proches des valeurs précédentes. Le niveau de  $R_u$  est de 63,2%. Il est plus proche de la valeur de  $R_u$  présent dans la fraction granulaire. En utilisant les mêmes marqueurs chimiques que pour la fraction « <80  $\mu\text{m}$  », et en utilisant les quantités déterminées dans les deux fractions précédentes, la quantité de SF serait comprise entre 3,3 et 5,2%. De la même manière, la quantité de SNF serait comprise entre 9,6 et 11,2%. Enfin, la quantité de  $G_y$  serait entre 9,6 et 11,0%. Comme dans la fraction fine, les résultats sont donc pertinents par rapport à l'analyse chimique. L'exactitude est de 458%. C'est 1,3 fois l'exactitude obtenue sans contrainte.

+ SI - Fraction « > 400  $\mu\text{m}$  »;

Pour éviter toute divergence de calcul, les quantités de  $R_b$  et  $R_c$  ont été fixées à moins de 5%. Comme dans la fraction « 80 -400  $\mu\text{m}$  », les nouveaux résultats sur SF, SNF et  $G_y$  sont proches des résultats obtenus sans contrainte. Le niveau de  $R_u$  augmente à 61,1%. Comparé au niveau de cette famille dans la fraction grossière, ces nouveaux résultats sont plus cohérents que ceux obtenus lors de la simulation sans contrainte. En utilisant les marqueurs chimiques et les résultats satisfaisants de la fraction totale et de la fraction « <80  $\mu\text{m}$  », la quantité de SNF serait comprise entre 14,4 et 7,7%. La concentration de SF serait comprise entre 5,2 et 7,7% et enfin, celle de  $G_y$  serait comprise entre 7,1 et 10,3%. Pour SNF et SF, les résultats obtenus par régression sont plus cohérents par rapport aux mesures faites dans la fraction grossière.

### 3.3.4 Conclusions de l'approche par régression

Pour SB et SI, l'approche par régression montre que la concentration de la famille des scories non magnétiques (SNF) est plus forte dans la fraction la plus grossière par rapport aux fractions intermédiaires et aux fractions fines. Les niveaux de scories magnétiques (SF) suivent un comportement inverse. Étant donné que ces deux types d'artefacts ont une origine similaire, on peut proposer que les SF sont moins stables (plus dégradables) que les SNF.

L'approche par régression montre également que les concentrations de  $R_u$  augmentent avec la finesse des fractions. Étant donné que ces matériaux sont naturels, ce comportement est attendu. Les tendances sont similaires pour le gypse, ce qui était également prévisible puisque les composés

gypseux sont relativement fragiles, friables et connus pour être facilement détériorés au contact de l'eau (*Eighmy, 1994*).

Malheureusement, il est difficile de tirer des conclusions sur  $R_b$  et  $R_c$ . Il n'y a pas de marqueur chimique spécifique pour ces familles et il a souvent été nécessaire d'utiliser un seuil pour limiter les divergences des valeurs. Par ailleurs, l'approche par régression est probablement limitée par les faibles niveaux de  $R_b$  et  $R_c$  dans SI et  $R_b$  dans SB.

Enfin, il est intéressant de comparer l'occurrence des familles d'artefacts dans les fractions granulaires et dans la fraction totale du matériau pour déterminer si le test de tri est un bon moyen d'évaluer la pollution. Dans les deux cas, et pour tous les artefacts, les ordres de grandeur sont similaires. Mais en raison des processus d'altération, les niveaux de SNF sont plus élevés dans la fraction grossière que dans l'ensemble du matériau. D'autre part, les niveaux de SF et  $G_y$  sont plus élevés dans la fraction totale que dans la fraction grossière.

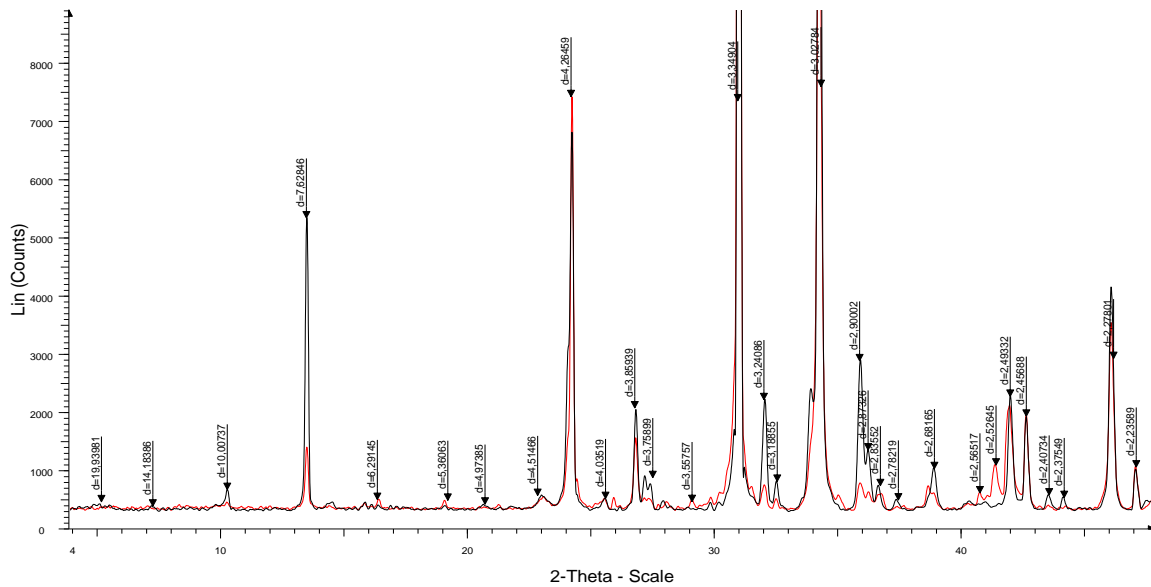
### **3.4. Analyses minéralogiques par diffraction de rayons X : identification et quantification**

Pour compléter l'approche chimique précédemment détaillée, les sols, les différentes fractions granulaires et les artefacts ont été analysés par diffraction de rayons X. Afin de mieux comprendre la lixiviation des polluants (et tenter une modélisation géochimique), il est important de connaître les phases porteuses des polluants. Les propriétés thermodynamiques en termes de dissolution/précipitation ou d'adsorption de surface des différentes phases minérales étant le plus souvent bien détaillées dans la littérature, l'analyse minéralogique permet d'apporter de précieux éléments pour mieux comprendre le relargage des polluants. De plus, la présence de certaines phases dans les artefacts anthropiques permet également de tracer leur origine.

#### **3.4.1 Analyse minéralogique des matrices totales**

Des diffractogrammes de rayons X ont été obtenus sur le sol de Boulogne Billancourt (SBB) et le sol d'Ivry (SI) après un broyage à 80  $\mu\text{m}$  et un montage par l'avant de la poudre sur le porte échantillon avec raclage de la surface (orientation préférentielle possible des feuillets ou plaquettes).

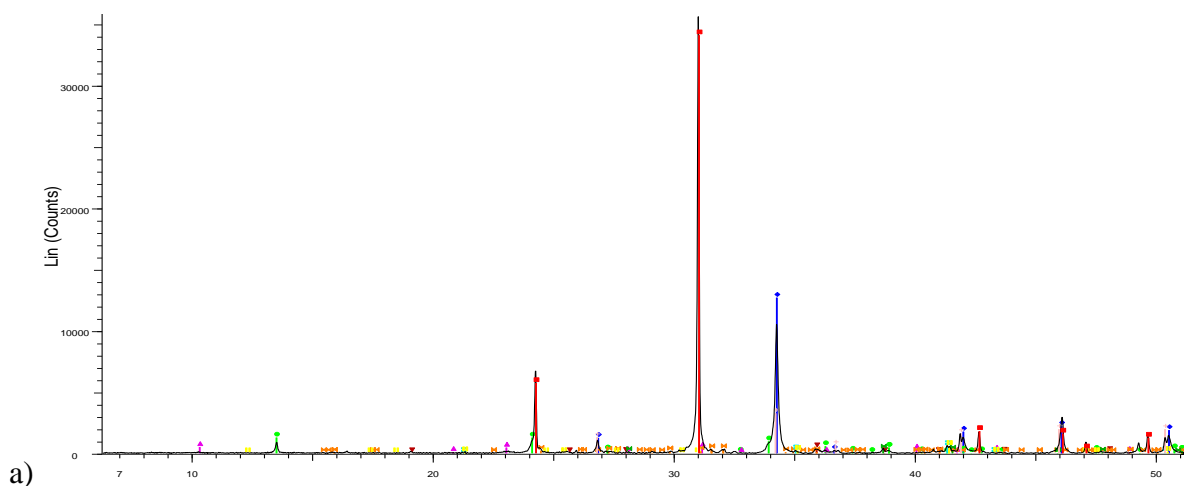
Si l'on compare les diffractogrammes des deux sols (fraction globale) sur la Figure 84, on constate qu'ils sont assez proches du point de vue de la minéralogie : même position des pics de diffraction avec cependant des variations en intensité, ce qui suggère des quantités de phases variables.

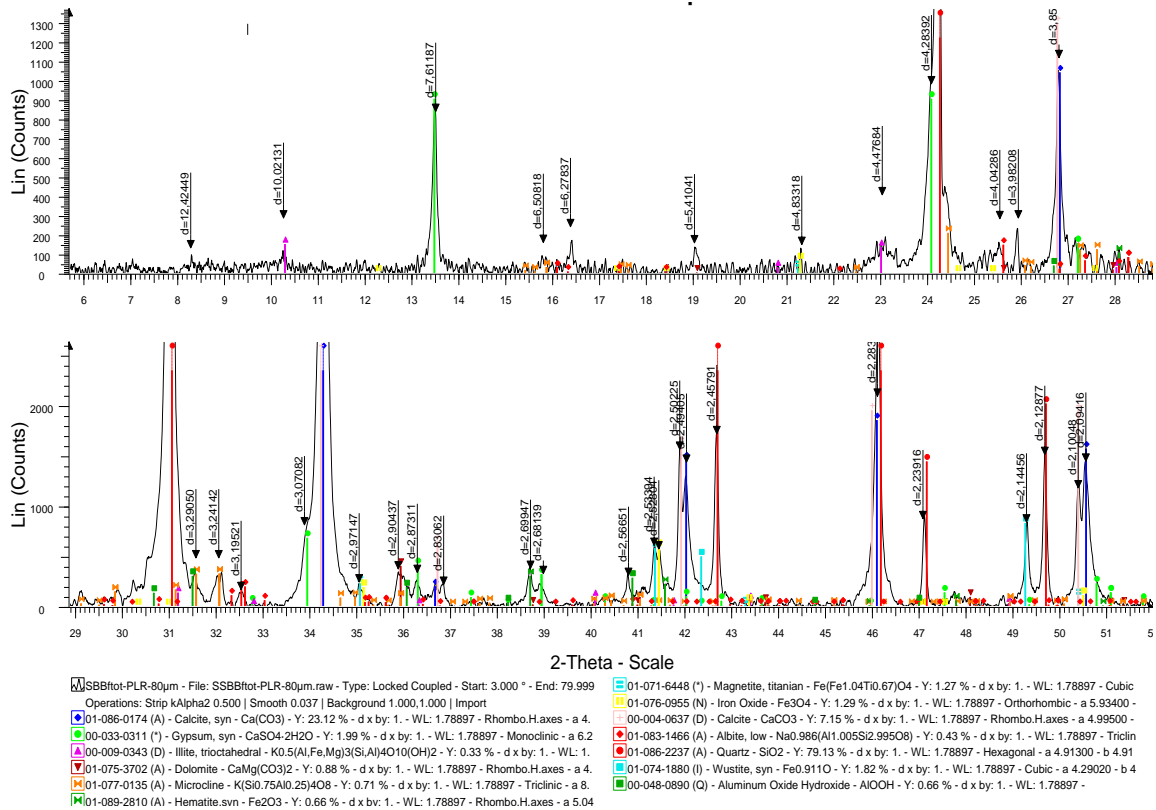


**Figure 84 : Diffractogrammes des deux sols urbains testés : SBB ou sol Boulogne Billancourt en rouge et SI Ivry en noir. Diffractogramme après soustraction de la ligne de base et une normalisation à partir du pic du quartz: les deux diffractogrammes ont vu leur intensité multipliée arbitrairement par un facteur tel que le pic majeur du quartz à  $d = 3,34$  Å (vers  $31^\circ$  2 thétas) sur les deux diffractogrammes, atteignent la même hauteur. Dans ces conditions, nous pouvons comparer en relatif les autres hauteurs de pics.**

L'identification des phases minéralogiques a été réalisée sur chacun des sols à partir du diffractogramme poudre (après correction de la ligne de base) et en utilisant le logiciel EVA couplé à la base de données ICDD-Pdf2. Un exemple est donné pour le sol urbain SBB (fraction totale) sur la Figure 85.

Les phases majoritaires dans les sols SI et SBB sont le quartz, les carbonates (calcite et dolomite), le gypse, la wustite (oxyde de fer), les aluminosilicates (des argiles qui sont l'illite/muscovite dans SBB et SI et la chlorite plus visible dans SI, les feldspaths potassique (microcline et orthoclase) et sodique (albite) (la présence de feldspath Ca de type anorthite est possible) puis d'autres oxydes de fer comme l'hématite et la magnétite.





b)

**Figure 85 : Diffractogrammes du sol urbain SBB (fraction totale broyée à 80 μm) avec correction de la ligne de base et identification des phases à l'aide de la base de données ICPdf2 dans le logiciel EVA. L'axe des abscisses se poursuit sur deux lignes avec cependant des échelles d'intensités différentes pour mieux visualiser des phases mineures.**

L'identification à partir uniquement du logiciel EVA permet d'identifier la majorité des phases présentes, cependant il reste une incertitude sur certaines phases, notamment en faible quantité ou lorsque les pics de cette phase sont recouverts par ceux d'une autre phase.

L'application de la méthode Rietveld (logiciel TOPAS) pour réaliser une quantification des phases permet de vérifier si les phases identifiées permettent ou non de fitter le diffractogramme. De cette manière, certaines phases oubliées ont pu être rajoutées et d'autres enlevées. Les quantités de phases issues des calculs de la méthode Rietveld (TOPAS) permettent d'avoir un bon ordre de grandeur des quantités présentes, mais selon la manière de fitter le diffractogramme, des variations de concentrations peuvent être obtenues. Nous avons retenu dans le cas des fractions totales le jeu de valeurs permettant de fitter « au mieux » la composition chimique élémentaire (par ICP/OES) et les analyses thermiques (par ATD/ATG) des échantillons analysés.

Pour affiner notre identification des phases, nous avons également analysé les différentes fractions granulométriques extraites des deux sols ainsi que les différentes composantes issues de l'essai de tri appliqué aux deux sols (tri des particules > 4 mm). Ces essais complémentaires doivent mettre en évidence la composition spécifique de ces fractions. On s'attend par exemple à une concentration plus importante en minéraux fins tels que les argiles dans les fractions granulométriques les plus fines. On peut également par cette analyse montrer dans quelle mesure les fractions les plus fines

s'enrichissent en certains minéraux qui se fragmentent facilement. Les fractions les plus fines sont importantes car généralement elles sont les plus riches en éléments polluants (voire elles concentrent toute la pollution) compte tenu des grandes surfaces spécifiques développées par les particules les plus petites. Nous avons également cherché par l'analyse de la composition de chaque composante du tri à mettre en évidence la présence de phases caractéristiques à chacune de ces composantes (les oxydes de fer dans les scories ferreuses, par exemple). Le fait d'extraire ces composantes de la fraction totale du sol permet de mieux mettre en évidence ces phases qui pourraient ne pas être détectées dans la fraction totale du sol compte tenu de leur faible concentration. Cependant, ces phases, surtout si elles sont sous forme de petites particules, peuvent jouer un rôle déterminant dans le comportement des polluants.

L'identification et la quantification des phases présentes dans la fraction totale des sols SBB et SI sont données dans le Tableau 28 et le Tableau 29.

Si les calculs par la méthode Rietveld peuvent déboucher sur une quantification variable, le fait que les mesures par DRX soient réalisées sur 1 g d'échantillon de sol issu de sous-échantillonnages successifs, même réalisés quoique de manière méticuleuse, doit contribuer à abaisser la représentativité des mesures. Le sous-échantillonnage représentatif est d'autant plus difficile que la fraction initiale du sol à analyser est 0-20 mm (présence de fractions grossières). Les prises d'essais dans ce cas sont de l'ordre de 3 kg au départ et le sous-échantillonnage (à l'aide d'un diviseur d'échantillon rotatif) se combine avec des pré-broyages pour atteindre 1 gramme d'échantillon broyé à 80 ou 32  $\mu\text{m}$ .

**Tableau 28 : Identification des phases dans les fractions granulométriques du sol SBB. Quantification (en %) à l'aide de la méthode Rietveld (TOPAS). Le facteur Rwp permet de juger de la qualité du fit : il doit être le plus faible et < 10 pour retenir le fit. V1 et V2 sont les résultats obtenus en fittant de 2 manières les diffractogrammes. nd : non déterminé.**

Sol SBB	Composition élémentaire des phases	F tot V1	F0-80 V1	F80-400 V1	FSup 400 V1	F tot V2	F0-80 V2	F80-400 V2	FSup 400 V2	Calcul de F tot *
<b>Granulométrie (%)</b>		--	<b>37,7</b>	<b>16,5</b>	<b>46,7</b>	--	<b>37,7</b>	<b>16,5</b>	<b>46,7</b>	--
<b>Rwp</b>		<b>5,57</b>	<b>5,26</b>	<b>4,71</b>	<b>5,50</b>	<b>5,42</b>	<b>4,96</b>	<b>4,79</b>	<b>4,62</b>	--
<b>Quartz</b>	SiO <sub>2</sub>	47,68	25,34	21,97	30,04	38,14	21,36	21,24	26,25	23,73
<b>calcite</b>	CaCO <sub>3</sub>	35,64	44,69	48,25	46,33	29,78	38,52	42,24	38,50	39,22
<b>dolomite</b>	MgCO <sub>3</sub>	1,51	3,31	2,40	1,90	1,63	4,00	3,43	2,52	3,17
<b>gypse</b>	CaSO <sub>4</sub>	2,97	8,50	6,57	3,06	2,97	7,64	5,80	2,81	4,93
Feldspath K (microcline)	KAlSi <sub>3</sub> O <sub>8</sub>	3,94	1,75	2,63	4,28	2,40	0,48	1,03	1,73	1,20
Feldspath Na (albite)	NaAlSi <sub>3</sub> O <sub>8</sub>	0,41	0,91	0,97	--	0,82	0,78	1,49	1,32	1,18
Feldspath K Orthoclase	KAlSi <sub>3</sub> O <sub>8</sub>	--	--	--	--	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
<b>Illite/musc.</b>	K <sub>2</sub> (H <sub>3</sub> O)(Al,Mg,Fe) <sub>2</sub> (Si,Al) <sub>4</sub> O <sub>10</sub> [(OH) <sub>2</sub> (H <sub>2</sub> O)]	1,23	10,35	9,22	5,83	4,03	2,63	3,76	2,68	2,87
<b>chlorite</b>	(Fe,Mg,Al) <sub>6</sub> (Si,Al) <sub>4</sub> O <sub>10</sub> (OH) <sub>8</sub>	--	1,60/ 5	3,71	3,79	0,00	5,84	6,23	3,83	4,93
<b>Magnétite</b>	Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	3,27	0,94	0,8	0,53	2,21	0,69	1,01	0,78	0,80
<b>hématite</b>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,77	1,05	1,31	1,52	0,78	0,43	0,59	0,44	0,46
<b>wustite</b>	FeO	1,82	1,17	1,26	--	2,02	0,86	0,77	0,62	0,73
<b>cristobalite</b>	SiO <sub>2</sub>	0,74	1,03	0,91	--	1,15	3,33	1,55	3,65	3,15
<b>mullite</b>	3Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ,2SiO <sub>2</sub>	--	--	--	--	0,43	0,95	1,33	1,87	1,47
<b>fayalite</b>	Fe <sub>2</sub> SiO <sub>4</sub>	--	--	--	--	0,00	0,59	0,27	0,15	0,31
<b>% amorphe*</b>	SiO <sub>2</sub> , CSH, ...	nd	nd	nd	nd	13,65	11,90	9,26	12,85	11,86

\* calcul de recombinaison de Ftot à partir de la composition des fractions granulométriques et de leur pourcentage

**Tableau 29 : Identification des phases présentes dans les fractions granulométriques du sol SI. Quantification (en %) à l'aide de la méthode Rietveld (TOPAS)**

Sol SI	F tot V1	F0-80 V1	F80-400 V1	FSup 400 V1	F tot V2	F0-80 V2	F80-400 V2	FSup 400 V2	Calcul de F tot *
<b>Granulométrie (%)</b>		<b>32.1</b>	<b>19.05</b>	<b>48.85</b>		<b>32.1</b>	<b>19.05</b>	<b>48.85</b>	--
<b>Rwp</b>	<b>7.07</b>	<b>5.41</b>	<b>6.32</b>	<b>7.62</b>	<b>6.11</b>	<b>5.12</b>	<b>6.08</b>	<b>6.19</b>	--
<b>Quartz</b>	35.49	26.49	16.91	38.13	31,78	24,59	15,35	36,27	28,52
<b>calcite</b>	34.53	32.69	41.43	39.05	31,62	30,93	37,15	32,22	32,56
<b>dolomite</b>	8.79	11.41	11.24	6.28	7,69	10,69	10,81	5,68	8,37
<b>gypse</b>	7.51	12.18	13.25	6.17	7,51	11,49	12,72	6,63	9,42
<b>Microcline</b>	1.71	2.51	2.75	1.70	0,57	0,34	0,96	0,42	0,48
<b>albite</b>	1.38	2.23	1.75	2.11	1,54	1,79	1,51	2,37	2,02
<b>orthoclase</b>	1.66	1.14	1.55	1.26	1,85	2,09	1,64	0,48	1,26
<b>Illite/Musc</b>	2.06	2.25	1.73	2.27	4,66	3,56	2,81	3,74	3,53
<b>chlorite</b>	1.27	1.91	1.26	0.91	0,06	2,79	3,44	1,37	2,24
<b>Magnétite</b>	0.02	0	0.08	0.06	0,11	0,02	0,34	0,46	0,28
<b>hématite</b>	0.29	0.14	0.61	0.29	0,06	0,28	0,64	0,07	0,24
<b>wustite</b>	--	--	--	--	0,08	0,08	0,06	0,00	0,04
<b>Cristobalite</b>	---	--	7.43	1.77	0,78	2,73	0,53	0,69	1,41
<b>mullite</b>	--	--	--	--	0,12	0,10	0,04	0,25	0,16
<b>fayalite</b>	--	--	--	--	0,21	0,39	0,24	0,24	0,29
<b>% amorphe</b>	nd	nd	nd	nd	11,36	8,13	11,75	9,10	9,18

\* calcul de recombinaison de Ftot à partir de la composition des fractions granulométriques et de leur pourcentage

La Figure 86 (à partir des données du Tableau 28 et du Tableau 29) montre clairement que le sol SBB est plus riche en quartz alors que le sol SI est plus riche en dolomite et légèrement en calcite.



Quartz et calcite sont les principaux constituants des deux sols, ce qui est en accord avec la composition chimique présentée précédemment. Le gypse est en plus grande quantité dans SI (alors que nous verrons plus loin que l'analyse des éluats donne des quantités de sulfates lixiviés assez similaires). Les feldspaths-K (microcline+orthoclase) et l'illite/muscovite qui découle de l'altération de ces feldspaths sont en égale concentration dans SBB et SI. Les oxydes de fer sont globalement plus présents dans le sol SBB (qui est un sol avec un passé industriel dans l'automobile). Des phases (mullite, fayalite...) sont également détectées en faible quantité contrairement à une fraction amorphe (de nature indéterminée) qui s'avère non négligeable.

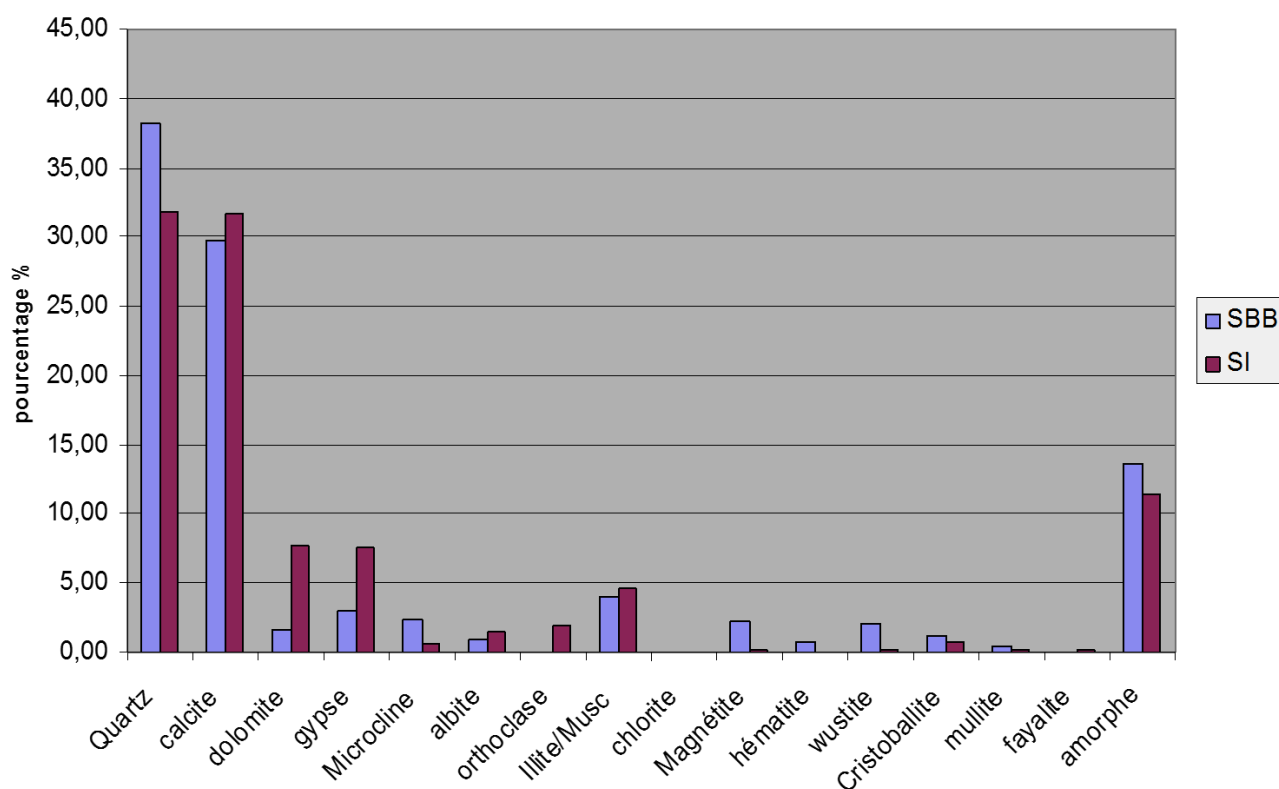


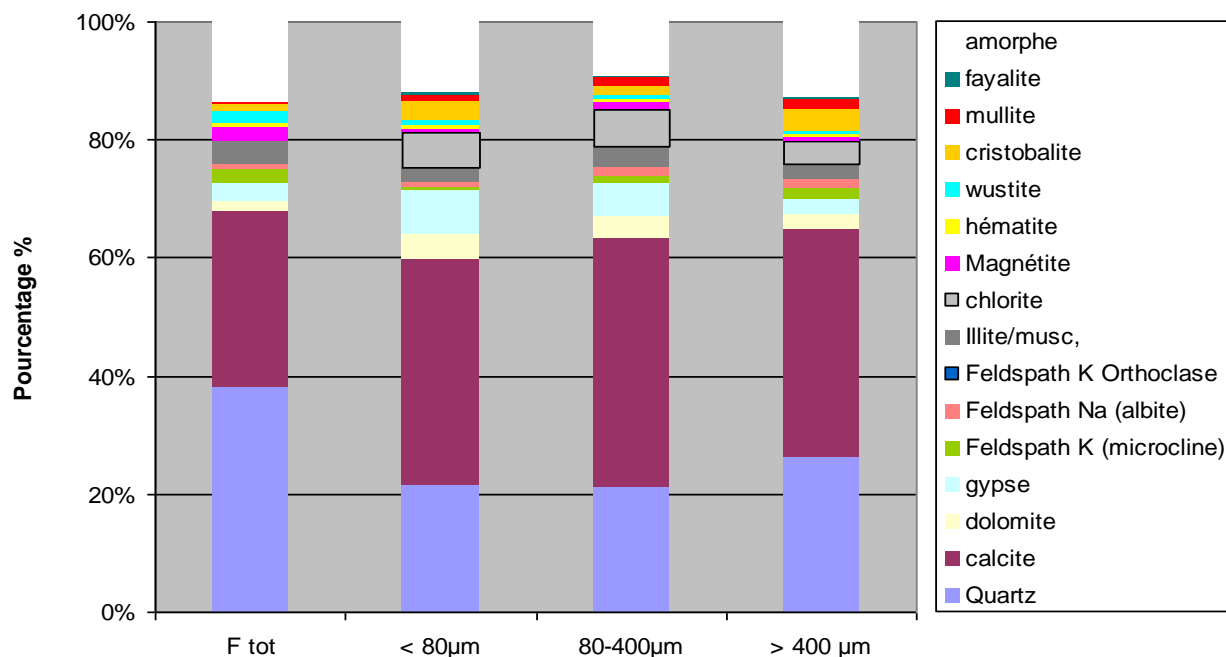
Figure 86 : Composition minéralogique des deux sols (calcul TOPAS –V2)

### 3.4.2 Minéralogie des fractions granulométriques

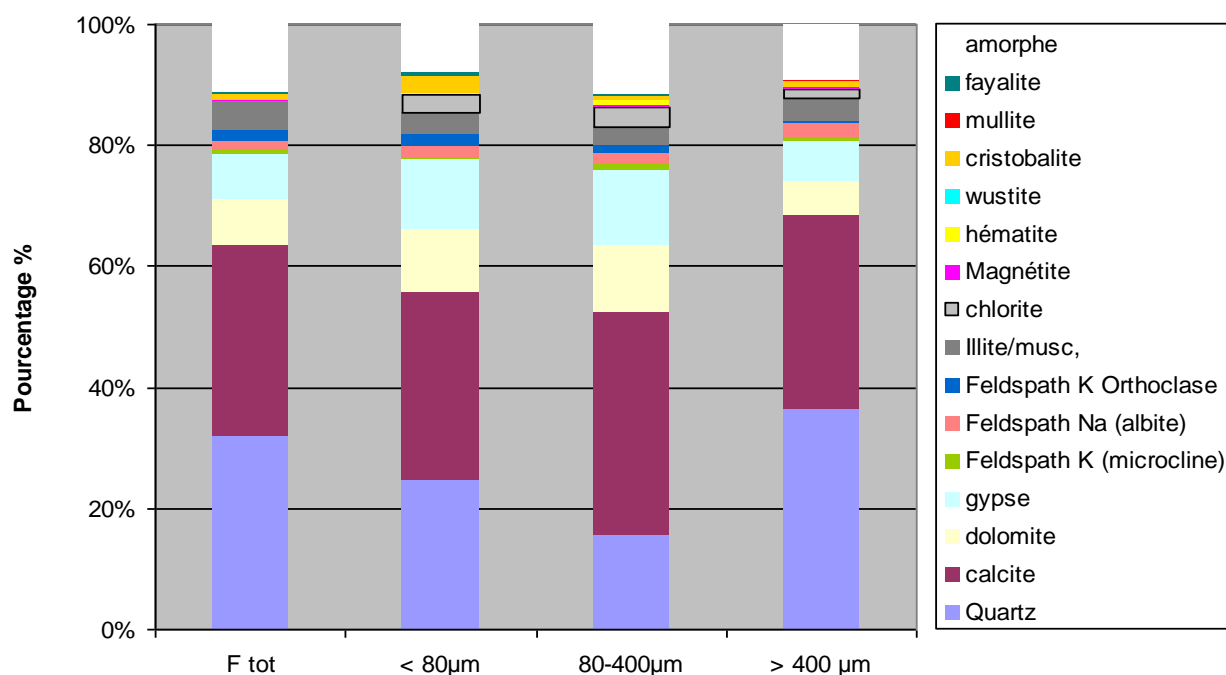
Les phases observées dans la fraction totale du sol ont été également observées dans les fractions granulométriques extraites du sol. Les quantités sont données dans le Tableau 28 et le Tableau 29 et elles sont représentées dans la Figure 87 et la Figure 88.

La présence de chlorite (une argile) en plus de l'illite/muscovite est plus nette dans les fractions granulométriques de SBB (même si elle semble quasi-absente dans la fraction totale du sol SBB, ce qui est probablement lié à l'échantillonnage). Cette présence plus importante d'argile est en accord avec le % < 80 µm et le % < 2 µm légèrement plus élevés dans SBB (soit 37,7% et 14,7%) par rapport à SI (soit 32,1% et 12%). Néanmoins, SBB présente une valeur de bleu de méthylène de 0,8

mg/100g plus petite que celle de SI, dont la valeur est égale à 1,1 mg/100g. Rappelons que la valeur de bleu ( $V_{BS}$ ) « mesure » la quantité et la sensibilité à l'eau de l'argile présente dans le sol.



**Figure 87 : Composition minéralogique des fractions granulométriques de SBB (calcul TOPAS –V2)**



**Figure 88 : Composition minéralogique des fractions granulométriques de SI (calcul TOPAS –V2)**

À partir des Figure 87 et Figure 88, il s'avère difficile de déceler un réel enrichissement en argile dans les fractions fines de SI. C'est en partie sans doute parce que la méthode Rietveld a des difficultés à doser de manière fiable les argiles (tout comme les feldspaths), contrairement à

d'autres phases comme le quartz ou la calcite. La chlorite semble cependant un peu concentrée dans la fraction fine de SI alors que SBB présente un peu plus d'argile (chlorite + illite / muscovite) dans la fraction < 400 µm. Cela s'explique sans doute par le fait que les argiles peuvent s'agréger pour former des mottes et rester coller à la surface des particules grossières.

La calcite semble répartie de manière uniforme dans les fractions alors que la dolomite de même que le gypse se concentrent plus dans les fractions fines de SI ou SB. Le quartz quant à lui est plus présent dans les fractions les plus grossières des deux sols. La répartition des feldspaths est plus difficile à décrypter. Ils semblent plus présents dans les fractions > 400 µm, ce qui coïncide avec la propension de ces minéraux à former des phases de grandes tailles (macrocristaux). Enfin, le sol SBB est plus riche en oxydes de fer (hématite Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, wustite FeO et magnétite Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) que le sol SI avec, dans les deux cas, une certaine homogénéité de répartition dans les fractions granulométriques (sans doute reliée à un enrobage des fractions les plus volumineuses par les petites particules d'oxydes) ou un léger enrichissement dans les fractions fines.

### 3.4.3 Minéralogie des composantes du sol issues du tri

Les phases observées dans la fraction totale du sol ont été également observées dans chaque composante issue du tri (résultats dans le Tableau 30 illustrés, sur la Figure 89 et la Figure 90), ce qui démontre que la méthode de tri ne permet pas d'obtenir des fractions parfaitement « propres » (comme l'ont suggéré précédemment les analyses chimiques). Par exemple, la fraction gypseuse comporte au plus 67-78% de gypse. Par ailleurs, le gypse est détecté dans chaque composante du sol mais avec des teneurs plus faibles que celles dans le sol total, soit autour de 1-2% contre 3-3,5% dans le sol global (sauf au niveau des fractions fines de SI). Cela permet d'évaluer l'indice de confiance que l'on peut porter à l'opération de tri manuel réalisé par l'opérateur. Il faut considérer les erreurs faites visuellement à partir de la couleur des grains triés à la main et le fait que certaines fractions fines doivent rester collées aux grains les plus grossiers. Cette analyse quantitative sur les composantes des sols donne une idée du pourcentage d'erreur commis lors de l'essai de tri, qui par ailleurs pourrait servir à classer le sol (cette erreur de tri a une incidence sur les pourcentages de chaque composante calculés à partir des masses triées).

**Tableau 30 : Identification des phases présentes dans les composantes issues du tri du sol de Boulogne Billancourt (SBB) et d'Ivry (SI). Quantification (en %) à l'aide de la méthode Rietveld (TOPAS)**

	SBB F tot V2	SBB F tot calculé**	SI F tot V2	SI F tot calculé**	Roche nat SBB	Roche nat SI	Fraction fine X1 SBB	Fraction fine X1 SI	Béton SBB	Béton SI	Brique SBB	Brique SI	Gypse SBB	Gypse SI	Scor fer SBB	Scor fer SI	Scor non fer SBB	Scor non fer SI
Essai de tri *	--	--	--	--	29.8	43.5	18	32.8	17.3	2.1	1.8	1.3	3.8	4.9	4.1	1.4	24.9	13.3
Rwp	5.42	--	6.11	--	7.35	7.75	7.67	5.24	6.42	6.31	6.37	5.79	7.76	7.42	2.35	2.37	4.16	4.37
<b>Quartz</b>	38,40	31,62	31,78	24,63	35,23	29,31	42,39	<b>20,87</b>	50,03	37,65	38,84	36,23	4,17	0,63	2,25	4,97	4,49	19,08
<b>calcite</b>	29,98	36,28	31,62	35,92	56,17	65,06	29,53	41,02	33,02	40,73	1,00	0,83	18,26	12,14		2,48	4,19	6,11
<b>dolomite</b>	1,64	1,96	7,69	4,06	2,53	2,88	1,47	12,78	0,11	0,92	0,49	0,80	3,57	4,95			1,44	2,17
<b>gypse</b>	2,99	4,19	7,51	4,66	0,49	0,57	1,52	4,89	0,49	0,18	0,54	1,08	67,05	78,79		1,90	1,34	1,94
<b>Microcline</b>	2,42	0,69	0,57	1,17		0,16	1,91	3,07	0,01	1,96	2,36	1,47	0,60	0,67				0,71
<b>albite</b>	0,83	1,55	1,54	2,12	2,57	0,58	0,83	1,68	2,23	3,20	3,24	2,65				4,09	0,55	3,52
<b>orthoclase</b>		0,23	1,85	0,96		0,26		1,84	3,17	2,80		3,13		0,17				1,20
<b>anorthite</b>		0,57		2,56														4,31
<b>Illite/Musc.</b>	4,05	3,02	4,66	1,08	1,08	0,41	4,95	3,90	0,02	0,07	2,81	0,69	0,35				6,54	0,94
<b>chlorite</b>		2,23	0,06	0,43	1,16		5,22	0,23		0,03			0,29					1,52
<b>Magnétite</b>	2,22	0,38	0,11	0,65		0,04		0,02	0,31	0,01	0,05	0,02			26,87	15,33		
<b>hématite</b>	0,79	0,27	0,06	0,27		0,01		0,04	0,12	0,03	2,43	2,04	0,57	0,18	3,89	2,51	1,13	0,42
<b>wustite</b>	2,03	0,93	0,08	1,05	0,46	0,72	1,61	2,31	0,18	1,43	1,90	1,34		0,62	12,38	3,04		
<b>Cristoballite</b>	1,16	0,35	0,78	0,50	0,21		0,58	1,86	0,12		4,96	6,30		0,77	0,06	0,65		
<b>fayalite</b>		0,37	0,21									0,00			26,68			
<b>tridymite</b>		0,12		0,64					1,46	2,12	2,55	12,27			3,73	1,37		
<b>Mullite</b>	0,43	2,07	0,12	1,55					0,44	0,24	4,59	8,54				2,81	15,05	5,00
<b>lepidocrocite</b>		0,16		0,05												1,11	1,17	
<b>ghelenite</b>		0,08		0,11													0,64	0,44
<b>bassanite</b>				0,60				3,36										
<b>anhydrite</b>				0,04										1,09				
<b>Amphibole (Riebeckite)</b>				0,17														0,67
<b>Goethite</b>				0,50												12,24		
<b>augite</b>				0,27								2,42				5,64		
<b>portlandite</b>				0,02					0,13	0,12								
<b>aragonite</b>		0,03							1,19									
<b>vatérite</b>		0,06		0,38					2,95	2,18								
<b>ettringite</b>		0,02		0,11					1,00	0,61								
<b>amorphe</b>	13,65	12,07	11,36	15,20	0,01	0,00	9,92	2,11	3,21	5,71	34,44	20,19	5,12	0,00	24,07	41,86	57,95	47,21

\*\* calcul de recomposition de Ftot à partir de la composition des composantes issues du tri et de leur pourcentage estimé au cours de l'essai de tri.

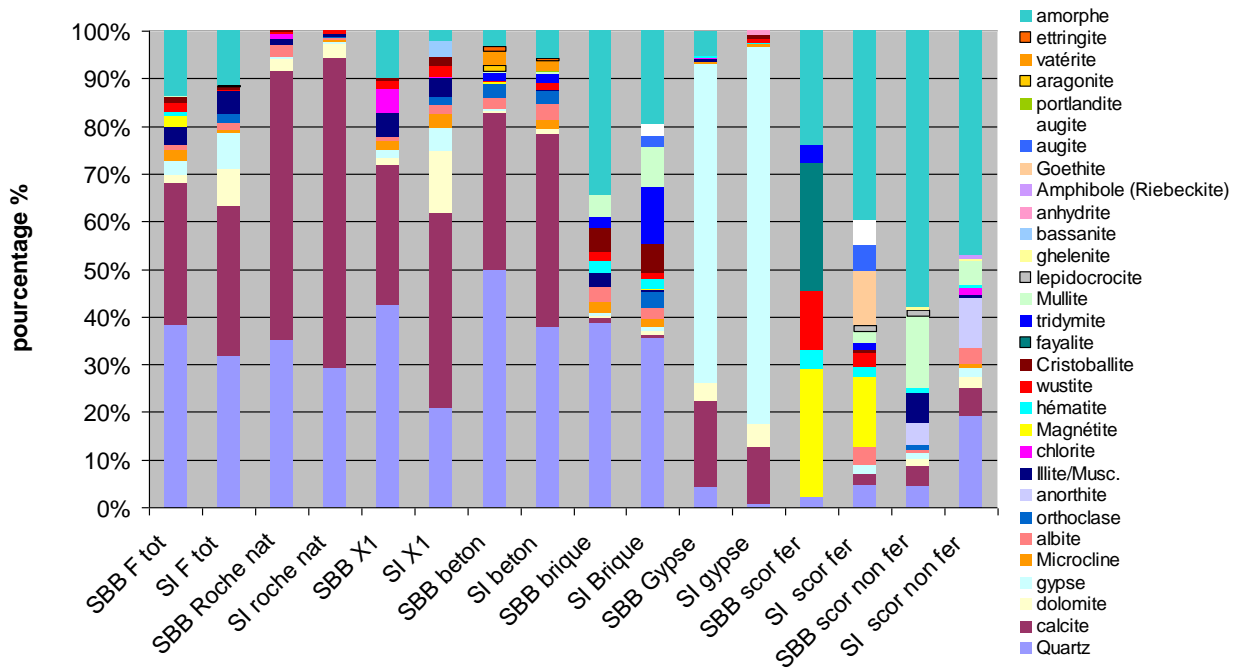


Figure 89 : Composition minéralogique des composants des sols SI et SBB issues de l'essai de tri (calcul TOPAS)

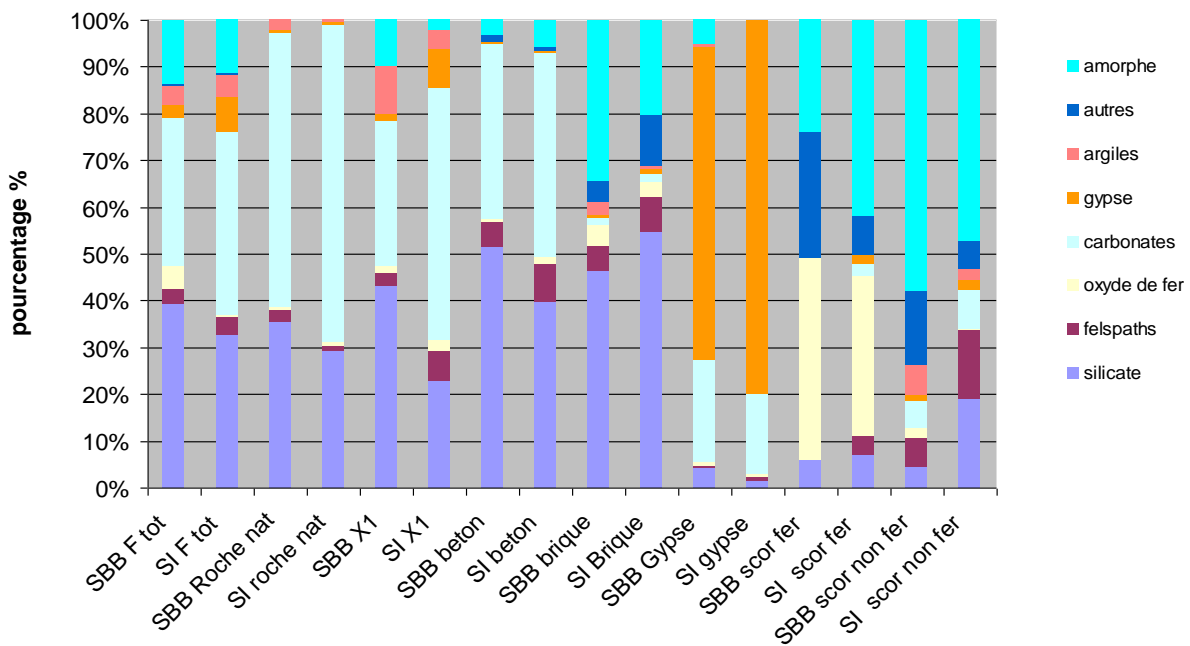


Figure 90 : Composition minéralogique par grandes familles des composants des sols SI et SBB issues de l'essai de tri (calcul TOPAS)

- Roche naturelle (Ru)

La composante « roche naturelle » concentre une grande quantité de calcite avec une teneur en quartz et dolomite assez proche de celle du sol global. La fraction amorphe, le gypse et les argiles sont en faible quantité dans cette fraction, comme on s'y attend.

- Fraction fine (X<sub>1</sub>)

Les « fractions fines X<sub>1</sub> », c'est-à-dire les mottes de sol fin agrégé contenues dans la fraction > 4 mm (+ les fines récupérées lors du lavage des autres fractions sur le tamis de 4 mm), semble avoir une composition assez proche de celle de la fraction totale du sol (ce qui est en accord avec les conclusions de l'analyse chimique par ICP/OES et par fluorescence X). On note cependant un enrichissement en argile dans la fraction X<sub>1</sub> de SBB (non visible dans SI) avec une diminution de oxydes de fer dans SBB et une augmentation dans SI, ce qui suggère que ces oxydes ne présentent pas la même granulométrie, voire une origine commune dans les deux sols. La fraction fine dans SI est riche en carbonates et présente peu de phase amorphe.

- Produits à base de ciment (Rc)

Pour ce qui est des produits à base de ciment, que l'on appellera « béton », on s'attend à ce qu'ils soient particulièrement carbonatés car il s'agit de bétons probablement anciens enterrés ou bien soumis aux intempéries et au CO<sub>2</sub> présent dans l'air ou le sol. Nous n'observons pas globalement une plus grande quantité de carbonates dans ces matériaux mais, au contraire, un enrichissement en silicate voire en feldspath (sans doute lié à la présence de granulats siliceux mélangés avec la pâte cimentaire). La présence d'amorphe qui se manifeste par la présence d'une large 'bosse' sur le diffractogramme, reste faible par rapport au sol global. Les amorphes dans le cas des bétons sont reliés aux CSH ou calcium silicate hydrates à l'origine de la cohésion dans la pâte cimentaire. Les formes rares de CSH cristallisés (tobermorite, thaumasite, afwillite ou jennite) sont quasi-absentes de cette fraction de même que le gypse et les argiles. Ces deux phases sont en quantité beaucoup plus faible que dans le sol global, ce qui est sans doute lié à un enrobage des particules de bétons par des fines de différentes natures. Les bétons ont cependant quelques « marqueurs » minéralogiques particuliers. L'ettringite (primaire ou secondaire) Ca<sub>6</sub>Al<sub>2</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>3</sub>(OH)<sub>12</sub>·26H<sub>2</sub>O, qui est un produit cimentaire, est détectée dans les deux sols, ce qui est cohérent avec la présence de gypse dans les deux sols. Il reste également une fraction très faible de portlandite Ca(OH)<sub>2</sub> de l'ordre de 0,1% (état de trace mais détection possible). Cette part est très faible car, d'une part, la pâte cimentaire ne représente qu'une faible fraction du béton soit autour de 25% et, d'autre part, la portlandite va avoir tendance au cours du temps à se transformer en carbonates de type calcite par exemple au contact du CO<sub>2</sub> (carbonatation). Ce phénomène touche également les CSH, qui parallèlement se décalcifient par lessivage au cours du temps (le calcium relargué au cours du temps peut se recombinaer avec le CO<sub>2</sub> de l'air pour précipiter sous forme de calcite). La pâte cimentaire une fois carbonatée va contribuer à augmenter la quantité de calcite dans le matériau et nous avons

détectés également de la vatérite<sup>3</sup> voire de l'aragonite<sup>4</sup>, qui sont tous deux des polymorphes de la calcite (CaCO<sub>3</sub>).

- Composants de gypse (Gy)

La composante gypseuse (bien identifiée par sa couleur blanche) est composée comme attendu par près de 67 % (pour SBB) ou 78 % (pour SI) de gypse mais avec la présence en complément de calcite (erreur au tri visuel) et de quartz voire de l'amorphe. Notez également qu'un lavage rapide est appliqué à la fraction > 4 mm avant de faire le tri, ce qui peut engendrer une dissolution partielle du gypse.

Outre le gypse<sup>5</sup> CaSO<sub>4</sub>, 2 H<sub>2</sub>O, de l'anhydrite CaSO<sub>4</sub> est détectée dans la fraction gypseuse de SI. Notez que la bassanite, un sulfate de calcium hémi-hydraté de formule CaSO<sub>4</sub>, 0,5 H<sub>2</sub>O (c'est le plâtre anhydre) est détectée dans la fraction X1 de SI mais n'est pas détectée dans la fraction gypseuse de SI. L'origine des gypses qui entrent dans la composition des deux sols urbains testés est peut être à l'origine de cette différence de minéralogie (gypse de type plâtre ou gypse naturel que l'on peut rencontrer dans le sous-sol parisien).

Des analyses thermiques par ATD/ATG (voir Annexe) sur les sols urbains testés avec suivi des gaz de poids moléculaire donné (H<sub>2</sub>O 18,16 g/mol, CO<sub>2</sub> à 44,16 g/mol et SO<sub>2</sub> 64,15 g/mol et SO<sub>3</sub> 80,14 g/mol) ont été réalisées d'une part pour s'assurer de l'absence de pyrite (qui peut générer du gypse en présence de calcite, ce qui sera suivi de gonflements au cours du temps dans un sol traité aux liants hydrauliques) et d'autre part pour essayer de distinguer si possible gypse naturel et gypse artificiel. Les fractions granulométriques des deux sols urbains ont été testées et chaque sol donne une signature bien particulière. Après analyse de deux références pour comparaison (la pyrite et un gypse naturel), nous confirmons l'absence de pyrite (par l'absence de relargage de SO<sub>2</sub>). Si le gypse ne perd que de l'eau (et du CO<sub>2</sub> adsorbé), la pyrite émet par contre un composé de poids moléculaire semblable à celui du SO<sub>2</sub>. Les deux sols urbains ne présentent pas non plus d'émission

---

<sup>3</sup> La vatérite CaCO<sub>3</sub> est un cristal instable, et il se solubilise assez facilement selon la littérature (alors que la calcite se solubilise peu) pour se recristalliser en calcite. Les gisements de calcaire (carrières), n'en contiennent pas et la vatérite passe pour une phase obtenue essentiellement en laboratoire ou bien sous l'effet des micro-organismes dans le sol (biocalcification).

<sup>4</sup> L'aragonite CaCO<sub>3</sub> est le polymorphe stable à haute température et haute pression du carbonate de calcium, de formule CaCO<sub>3</sub> ; le polymorphe stable en conditions ambiantes est la calcite. En conditions ambiantes, l'aragonite se transforme très lentement en calcite (en plusieurs dizaines voire centaines de millions d'années). L'aragonite apparaît comme minéral primaire dans les roches métamorphiques de haute pression, mais la plupart des carbonates orthorhombiques apparaissent sous forme de minéraux de remplacement dans les roches sédimentaires, volcaniques et métamorphiques et de gisements, formés à basse température et pression de solutions aqueuses. On la retrouve aussi dans les stalactites.

<sup>5</sup> Le premier mécanisme de genèse du gypse est chimique : il fait intervenir la précipitation du sulfate de calcium CaSO<sub>4</sub> en solution par évaporation d'eau sursaturée. Il peut cristalliser à la fois sous forme hydratée (gypse - CaSO<sub>4</sub>,2H<sub>2</sub>O) ou exceptionnellement ensuite sous forme anhydre (anhydrite - CaSO<sub>4</sub>). À faible température et faible concentration saline, le gypse est le premier à se former. L'anhydrite se forme à plus haute température. Lorsque la salinité augmente, l'anhydrite se forme plus facilement et remplace le gypse. Sous l'action de la chaleur, le minéral gypseux se transforme en plâtre. Par une réaction chimique légèrement exothermique, le sulfate de calcium doublement hydraté (gypse) perd la majorité de son eau de structure et se transforme en hémihydrate ou bassanite, un des constituants majeurs du « plâtre sec » ou du plâtre vif.

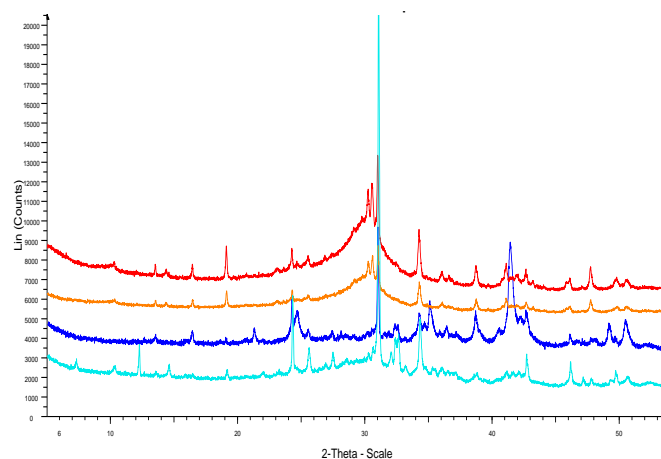
de gaz de poids moléculaire de type  $\text{SO}_3$ , mais une perte d'eau (eau adsorbée, et eau sous forme d'OH dans les argiles et les hydrates cimentaires par exemple), une perte de  $\text{CO}_2$  (avec la décarbonatation de la calcite et de la dolomite autour de  $850\text{-}900^\circ\text{C}$ ) et une émission de gaz de poids moléculaire semblable au  $\text{SO}_2$  mais dont le profil est spécifique au sol (apparition à très haute température, autour de  $850\text{-}880^\circ\text{C}$ ). Ce profil ne correspond pas aux références analysées et doit mettre en jeu probablement d'autres composés soufrés ou un composé de poids moléculaire semblable.

- Éléments en terre cuite (Rb)

La présence de cristobalite  $\text{SiO}_2$  de même que de trydimite  $\text{SiO}_2$  est plus marquée dans les briques (cette phase est obtenue après chauffage). La cristobalite est stable seulement au-dessus de  $1470^\circ\text{C}$  selon la littérature, mais elle peut cristalliser et persister dans un état métastable à des températures plus basses. La transition de la trydimite vers la cristobalite existe (*Wetshondo Osomba, 2012*). La présence de la mullite  $3\text{Al}_2\text{O}_3\cdot 2\text{SiO}_2$  ou  $2\text{Al}_2\text{O}_3\cdot \text{SiO}_2$  est également plus marquée dans les briques par rapport aux autres artefacts. Cette phase apparaît après chauffage à haute température (au-delà de  $850^\circ\text{C}$ ) des argiles de type illite ou kaolinite, par exemple, ou plus généralement des mélanges artificiels d'alumine et de silice. On note également la présence de wustite  $\text{FeO}$  et d'hématite  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  (couleur rouge des briques).

- Scories

C'est au niveau des scories que l'on observe les plus fortes variations de composition entre les deux sols (Figure 91). Rappelons que, selon l'analyse chimique, les scories concentrent la majeure partie des polluants potentiellement lixiviables.

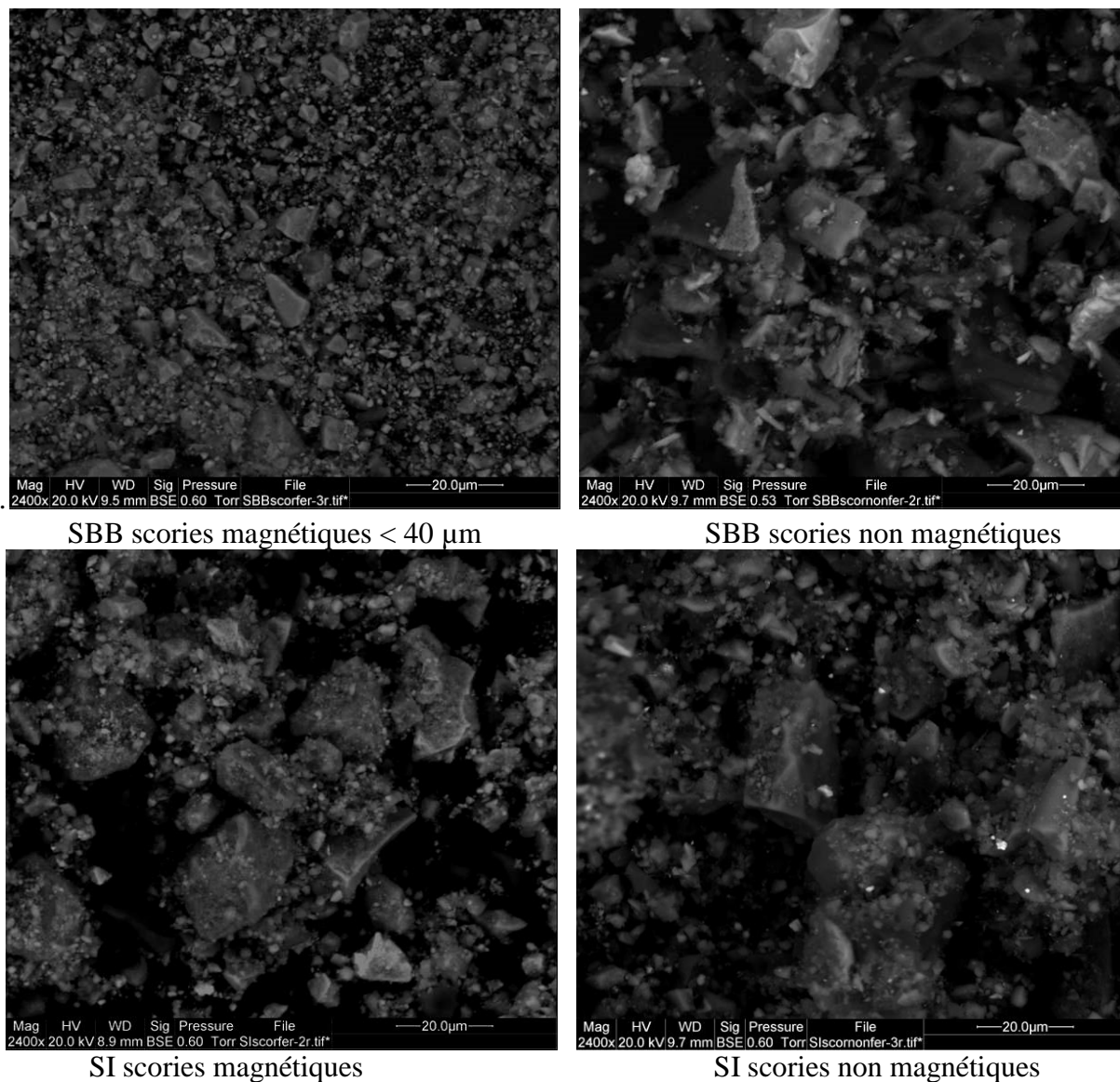


**Figure 91 : Diffractogrammes sur les scories des deux sols urbains testés : SI SF en bleu foncé, SI SNF en bleu clair, SBB SF en rouge et SBB SNF en orange.**

Les scories sont observées au microscope électronique à balayage sur la Figure 92, où elles apparaissent hétérogènes (avec différents niveaux de gris) et constituées de nombreuses particules



très blanches de très petites tailles. Ces particules qui apparaissent en contraste chimique (mode BSE) sont très riches en éléments lourds.



**Figure 92. Observations au microscope électronique à balayage des scories broyées <math>< 40 \mu\text{m}</math> ou <math>< 80 \mu\text{m}</math> avec un même grandissement (x 2400). Les images en mode électrons rétrodiffusés sont sensibles au contraste chimique : les zones claires sont constituées d'éléments lourds (Fe, Ni...) et les zones sombres d'éléments légers comme C.**

- Scories magnétiques (SF)

L'augite est spécifique aux scories magnétiques du sol SI (absence dans SBB). L'augite, présente également dans les briques de SI, est un clinopyroxène ferromagnésien et calcique de formule  $((\text{Si,Al})_2\text{O}_6)(\text{Ca,Mg, Fe,Ti,Al})_2$ . L'augite est très répandue dans les roches éruptives basiques de type gabbros, basaltes, andésites.... Outre le quartz, qui représente au plus 5% dans les scories magnétiques, on trouve également la tridymite  $\text{SiO}_2$  (et pas de cristobalite  $\text{SiO}_2$ ) dans les deux sols alors que cette phase est absente des scories non magnétiques (probablement en lien avec le

processus de production des scories à hautes températures). Albite, gypse et calcite apparaissent peu dans les scories magnétiques.

La fayalite (silicate de fer de type  $\text{Fe}_2\text{SiO}_4$  avec généralement des traces ou impuretés en manganèse Mn selon la littérature) est la phase majeure qui compose les scories magnétiques de SBB alors qu'elle est absente des scories magnétiques de SI. La fayalite est relativement rare dans la nature mais elle est très fréquente dans les scories de l'industrie du fer. La fayalite est le pôle pur ferreux de l'olivine (le pôle pur magnésien étant la forstérite).

Les phases amorphes occupent une part importante de la composition des scories magnétiques (et plus encore des scories non magnétiques). Enfin, les scories magnétiques de SI et SBB sont riches en oxydes de fer de type wustite  $\text{FeO}$  (fer II), magnétite  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  (fer III) et hématite  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  (fer III). La goethite  $\alpha\text{-FeO(OH)}$  (un oxy-hydroxyde de fer II) est spécifique aux scories du sol SI (absence dans SBB). On rencontre également la lépidocrocite  $\gamma\text{-FeO(OH)}$  (fer III) dans SI. Les liens et les transformations entre les différentes familles d'oxyde de fer sont donnés sur la Figure 93 (voir également en annexe).

Concernant la wustite  $\text{FeO}$  (Oxyde de fer II) absente de la Figure 93, cette phase est typique d'un environnement très réducteur et chaud et est plutôt rare dans la nature. On l'observe fréquemment sur les météorites de fer et dans les dépôts constitués de laitiers sidérurgiques. On peut également l'identifier dans les basaltes très peu oxydés et riches en fer. La wustite peut être en solution solide avec la périclase ( $\text{MgO}$ ), où le fer se substitue au magnésium. La périclase, lorsqu'elle est hydratée, forme de la brucite ( $\text{Mg(OH)}_2$ ), une serpentine commune. L'oxydation de la wustite la transforme en goethite ( $\text{FeO(OH)}$ ) ou en limonite. Le zinc, l'aluminium et d'autres métaux de transition peuvent se substituer au fer dans la wustite. La wustite dans des skarns dolomitiques peut être associée à de la sidérite (carbonate de fer), à des silicates comme la wollastonite, l'enstatite, la diopside ainsi qu'à la magnésite.

Notez que la présence de Fer II et de Fer III en même temps dans le sol va avoir un impact sur les potentiels redox du sol (possibilité de réactions d'oxydo-réduction) qui contrôlent la spéciation des polluants (notamment les éléments traces métalliques) et potentiellement leur mobilité dans l'environnement. De plus, les nombreux oxydes de fer détectés se présentent le plus souvent sous forme finement divisée et ils possèdent généralement de grandes surfaces spécifiques et sont connus pour contrôler les phénomènes d'adsorption/désorption de polluants à leur surface. On peut donc escompter qu'ils vont jouer un rôle important dans les sols urbains, même si leur teneur dans le sol global reste moyenne à faible.

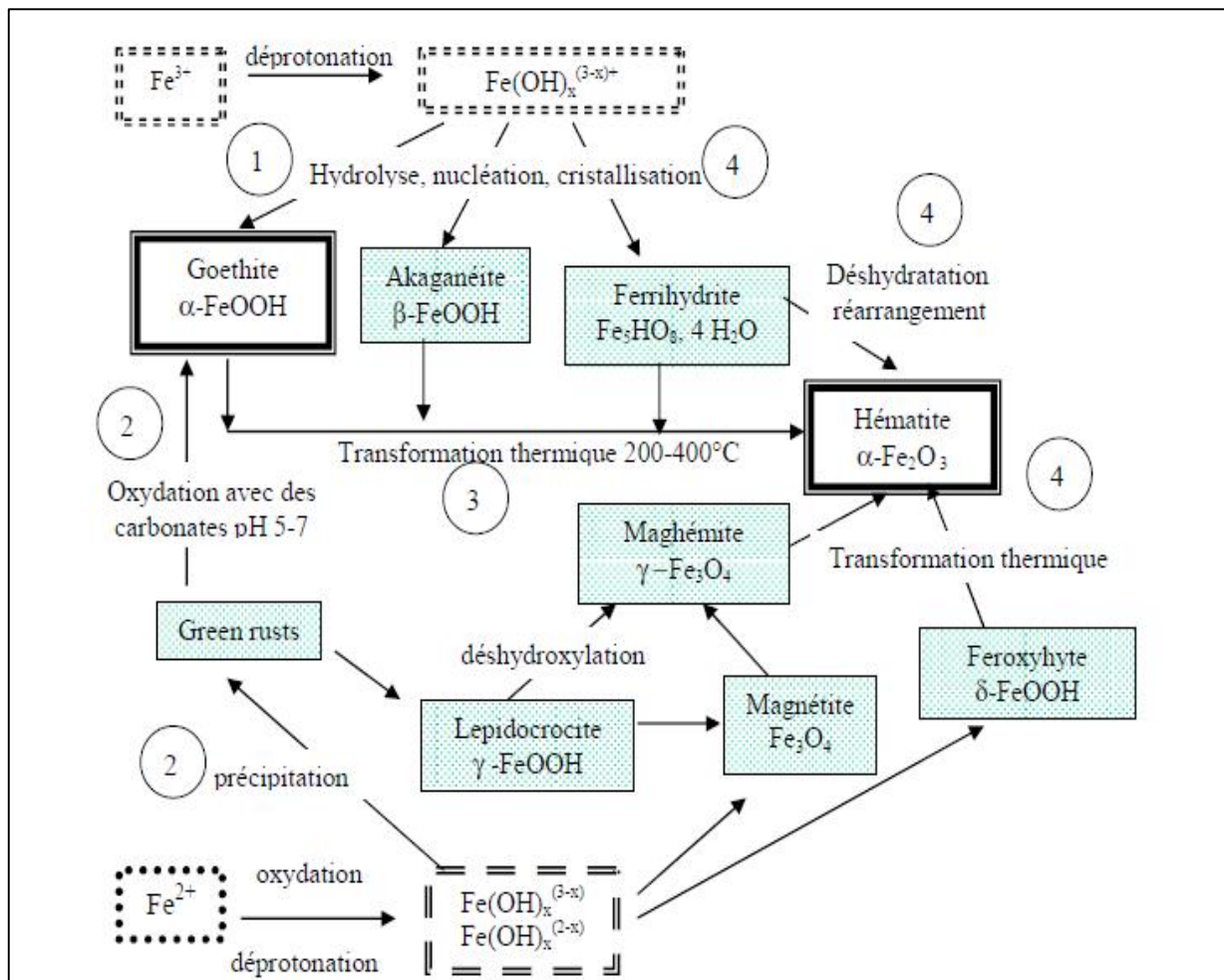


Figure 93 : Schéma des différentes méthodes de synthèse et de transformation des oxy-hydroxydes de fer entre eux (*Schwertmann, 1991 cité par Duc, 2002*). Les cadres en pointillés indiquent les espèces en solution aqueuse et les numéros font références aux principales voies de synthèse de la goéthite et de l'hématite.

- Scories non magnétiques (SNF)

Globalement, une grande partie des phases du sol global sont détectées par DRX dans les scories « non ferreuses » (ou plus exactement non magnétiques) ce qui laisse à penser que le tri visuel a été difficile. Le tri des scories « ferreuses » (ou magnétiques) à l'aide d'un aimant a facilité cette étape et réduit la contamination de la composante magnétique par les autres phases du sol.

La différence majeure observée entre scories magnétiques et scories non magnétiques est la faible quantité voire l'absence d'oxyde de fer dans les scories non magnétiques extraites des deux sols, à l'exception de l'hématite  $Fe_2O_3$  et de la lépidocrocite  $\gamma-FeO(OH)$  (dans les scories non magnétiques de SBB). On note également que les scories non magnétiques sont composées pour une majeure partie (47-57%) d'amorphe contre (24-41%) pour les scories magnétiques.

Albite, gypse et calcite sont présents dans les scories non magnétiques et le quartz atteint 19% dans les scories non magnétiques de SI (ce qui est plus élevé par rapport aux scories magnétiques). Tout cela est lié à une erreur de tri ou à la pollution des scories par une fraction fine à leur surface.

On observe la présence spécifique d'anorthite, un feldspath plagioclase calcique de formule  $\text{CaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$  dans les scories non ferreuses. Ce type de feldspath est absent des autres composantes du sol. Il peut provenir d'un processus de combustion à haute température.

On a également présence de mullite  $3\text{Al}_2\text{O}_3\cdot 2\text{SiO}_2$  ou  $2\text{Al}_2\text{O}_3\cdot \text{SiO}_2$  (observées dans les briques) voire de la ghelenite en faible teneur (il s'agit d'un sorosilicate de formule  $\text{Ca}_2\text{Al}[\text{AlSiO}_7]$ ). On trouve la gehlénite au contact métamorphique des minéraux dans les calcaires et ce minéral a déjà été observé dans des matériaux alternatifs utilisés en techniques routières. Une amphibole sodique de type Riedbekite  $\text{Na}_2(\text{Fe}^{2+}, \text{Mg}^{2+})_3\text{Fe}^{3+}_2\text{Si}_8\text{O}_{22}\text{OH}_2$  serait présente spécifiquement dans les scories non magnétiques de SI. La riébeckite forme des cristaux allongés voire fibreux, dans les formations hautement sodiques de granites, de syénite (magmatique), et dans les schistes ferreux - métamorphiques.

#### **3.4.4 Phases amorphes et matière organique dans les sols urbains**

Les analyses par diffraction de rayons X montrent une grande quantité d'amorphes dans les scories ce qui se traduit par une large bosse au niveau des diffractogrammes sur la Figure 91. Les analyses Rietveld permettent d'estimer cette quantité d'amorphe à 24 % et 41 % dans les scories magnétiques de SI et SBB et à 58% et 47% dans les scories non magnétiques. Les taux d'amorphes détectés dans les fractions totales des deux sols (soit 13% pour SBB et 11% pour SI) proviennent essentiellement des scories mais également des briques produites à partir d'une cuisson. Ces dernières présentent une part amorphe d'origine sans doute minérale plus importante que les autres fractions issues du tri.

La DRX ne permet pas malheureusement de décrire la nature exacte des amorphes : ce sont potentiellement des phases minérales comme la silice  $\text{SiO}_2$  ou les CSH des pâtes cimentaires, mais également des phases riches en carbone organique (carbone de type charbon, imbrulés (MIOMS..), matière organique...).

Pour aller plus loin, dans la description des amorphes et leur lien avec la matière organique, nous avons réalisé des mesures complémentaires. Rappelons que les mesures de matière organique à l'aide de la norme sol (XP P94-047 « Détermination de la teneur pondérale en matières organiques d'un matériau ») basée sur une calcination à 450-550°C montre la présence de « MO » à hauteur de 5-8% dans les sols testés. Ces valeurs restent élevées pour des sols prélevés en profondeur en deçà du premier mètre. La présence de gypse, qui peut se déshydrater à basse température, contribue à

l'augmentation « apparente » des valeurs de MO, qui est en réalité dans ce cas la teneur en matière volatile (MV).

**Tableau 31. Dosage du carbone à l'analyseur de carbone/soufre (ACS), des amorphes en DRX, de la matière volatile MV et calcul pour mesurer la matière organique des sols.**

Echantillon	CO <sub>2</sub> total (ACS)	C tot % (ACS)	C minéral % ** (ACS)	C org % (ACS)	MO=1.72xC <sub>org</sub> (type sol humique)	MV (%) *	Amorphe (DRX)
<b>Rc SI</b>	17,99	4,91	4,25	0,66	1,14	2,2/4,7	5,71
<b>Rc SBB</b>	19,11	5,21	3,17	2,04	3,51	4,29	3,21
<b>Rb SI</b>	1,23	0,34	0,25	0,09	0,15	0,8/1,2	20,19
<b>Rb SBB</b>	0,89	0,24	0,19	0,05	0,09	0,89	34,44
<b>Gy SI</b>	7,23	1,97	1,93	0,04	0,07	4,3/5	0
<b>Gy SBB</b>	10,3	2,81	2,59	0,22	0,38	4,84	5,12
<b>Ru SI</b>	24,45	6,67	6,55	0,12	0,21	1,1/2	0
<b>Ru SBB</b>	21,94	5,98	5,75	0,23	0,40	1,55	0,01
<b>X1 SI</b>	25,57	6,97	5,11	1,86	3,20	8,4/8,6	2,11
<b>X1 SBB</b>	36,93	10,07	2,58	7,49	12,88	5,5/7,3	9,92
<b>SF SI</b>	<b>14,56</b>	<b>3,97</b>	<b>0,68</b>	<b>3,29</b>	<b>5,66</b>	<b>5,4/6,3</b>	<b>41,86</b>
<b>SFr SB</b>	<b>5,8</b>	<b>1,58</b>	<b>0,00</b>	<b>1,62</b>	<b>2,79</b>	<b>1,13</b>	<b>24,07</b>
<b>SNF SI</b>	<b>71,27</b>	<b>19,44</b>	<b>0,00</b>	<b>20,1</b>	<b>34,57</b>	<b>7,8/19,7</b>	<b>47,21</b>
<b>SNF SBB</b>	<b>150,29</b>	<b>40,99</b>	<b>0,24</b>	<b>40,75</b>	<b>70,09</b>	<b>16,6</b>	<b>57,95</b>
<b>&lt; 80 µmSI</b>	23,25	6,34	4,54	1,8	3,10	4,3/5,3	8,13
<b>&lt; 80 µm SBB</b>	36,09	9,84	4,23	5,61	9,65	8,4/10,4	11,9
<b>80-400 µm SI</b>	27,79	7,58	5,22	2,36	4,06	6,1/6,4	11,75
<b>80-400 µm SBB</b>	52,01	14,18	4,79	9,39	16,15	7,71	9,26
<b>0,4- 20 mm SI</b>	25,59	6,98	3,42	3,56	6,12	3,4/6,3	9,10
<b>0,4- 20 mm SBB</b>	49,93	13,62	3,84	9,78	16,82	8,4/10,2	12,85
<b>F tot SI</b>	26,36	7,19	3,81	3,38	5,81	3,5/6,8	11,36
<b>F tot SBB</b>	43,57	11,88	2,62	9,26	15,93	11/14,6	13,65

\* Matière volatile par calcination à 450° / 550°C - méthode par calcination XP P94-047

\*\* (C minéral ou inorganique + MO soluble)

Pour essayer de mieux cerner la matière organique (notamment celle qui est considérée comme « active » et nocive par exemple pour la prise hydraulique d'un ciment), plusieurs méthodes de mesure ont été appliquées. Les résultats obtenus dans le Tableau 31 montrent des résultats très variables selon la méthode utilisée, ce qui est normal compte tenu que toutes ne mesurent pas exactement la même chose et que certains facteurs peuvent perturber les mesures ou introduire un biais. De plus, les mesures n'ayant pas été toutes faites sur les mêmes sous-échantillons, des différences peuvent apparaître également avec l'hétérogénéité des sols (l'analyseur de carbone/soufre (ACS) et les analyses thermiques par ATD/ATG sont réalisés sur les mêmes poudres).

Nous avons comparé:

- le taux de matière volatile MV obtenu par calcination à 450 ou 550°C (par pesée avant et après calcination), qui est assimilé dans la norme géotechnique au taux de matière organique. Cette technique permet de doser non seulement la matière organique qui se

dégrade thermiquement au-dessus de 40°C mais également l'eau adsorbée par l'échantillon (eau capillaire, eau interfoliaire des argiles,...). Comme mentionné précédemment, la présence de quantité non négligeable de gypse  $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  dans les sols urbains testés contribue fortement au taux de matière volatile car sa déshydratation se produit autour de 100-150°C ;

- le carbone total TC ou  $\text{CO}_{2\text{tot}}$  % (exprimé en % d'oxyde  $\text{CO}_2$ ), mesuré à l'analyseur de Carbone/Soufre (ACS) (four haute fréquence sous flux d'oxygène couplé à un détecteur IR). Un des avantages principaux de cette technique est la capacité d'oxyder les composés les plus difficiles à dégrader, en incluant les composés non solubles. En parallèle, le carbone minéral  $C_{\text{mineral}}$  % (type calcite) est mesuré par attaque acide. Le Carbone Organique Total (COT) ou  $C_{\text{org}}$ % qui correspond à la différence entre TC et  $C_{\text{mineral}}$  % est utilisé pour décrire la teneur en contaminants organiques à base de carbone présents dans les matériaux. Or une contamination organique peut avoir plusieurs origines telles que les acides humiques, fulviques ou l'humine dans les sols (souvent associés à la matière organique des sols de type sols agricoles), le sucre, le saccharose, l'alcool, le pétrole et polluants de type HAP, le PVC, les dérivés à base de plastique, etc.

D'après les analyses avec l'analyseur carbone/soufre sur les scories non magnétiques, le carbone organique atteint 20% dans SI et 41% dans SBB alors que dans les scories magnétiques, nous observons 3,3 et 1,6% de carbone organique. Si le carbone organique est considéré comme appartenant à la matière organique du sol, le taux de matière organique est calculé habituellement en multipliant la teneur en carbone par un coefficient stable et connu pour les sols cultivés régionaux. Ce coefficient est fixé à 1,72 ( $\text{MO} = 1,72 \text{ C}$ ). Cependant, nous n'avons pas la preuve que le carbone organique mesuré corresponde à de la matière organique que l'on trouve dans un sol superficiel, d'autant que la terre végétale de couverture a été dans notre cas écartée lors de l'échantillonnage (une petite quantité peut cependant être présente).

Si l'on compare maintenant les valeurs de MV, de MO et d'amorphes du Tableau 31, on note par exemple que l'amorphe mesuré dans les briques est essentiellement minéral et non associé à du carbone organique, compte tenu que  $\text{MO}_{\text{Corg}}$  et MV sont très faibles. Par contre, dans le sol fin (fraction X1), la quantité d'amorphe se rapproche de la teneur de  $\text{MO}_{\text{Corg}}$ , ce qui tendrait à dire que dans ce cas l'amorphe est lié au  $C_{\text{org}}$ . Dans les scories, les résultats montrent que l'amorphe des scories magnétiques n'est pas lié au carbone organique, alors que ce serait le cas plus vraisemblablement pour les scories non magnétiques.

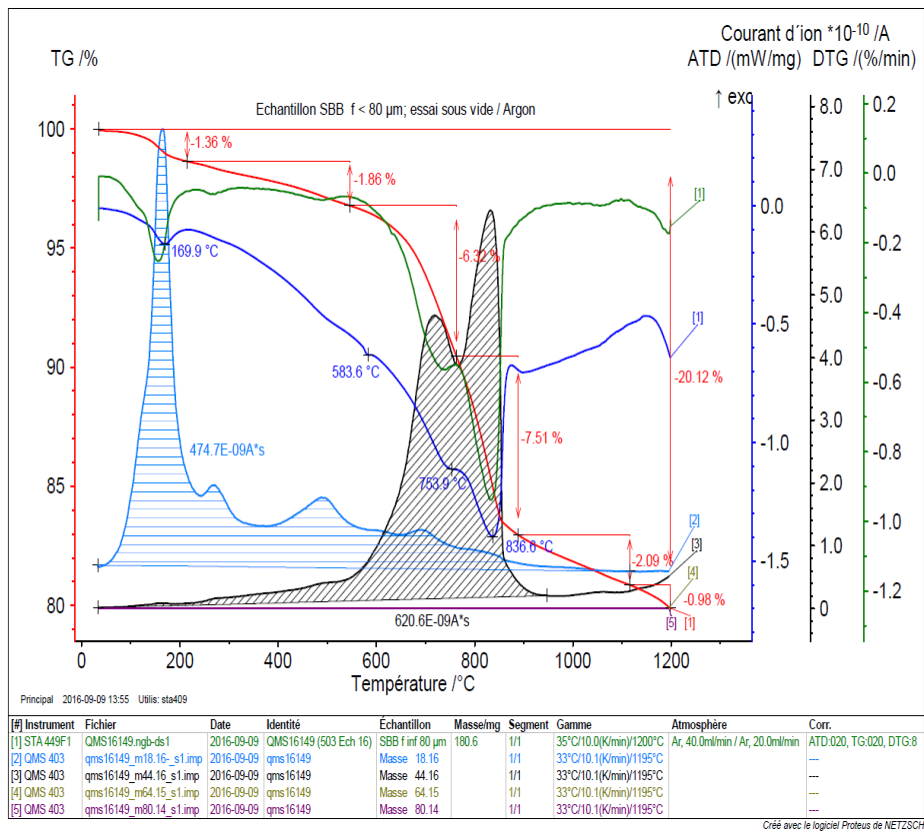
Pour aller plus loin, les courbes d'analyse thermique différentielle ou ATD (Figure 94) obtenues par analyses thermiques (ATD/TG : analyse thermique différentielle/Thermogravimétrie) appliquées

aux sols, ne montrent pas la présence d'un pic exothermique généralement associé à la matière organique des sols (type humus, substance humique...) dont la calcination dégage de la chaleur. Dans ce cas, un pic exothermique se manifeste sur la courbe bleue par un pic vers le haut.

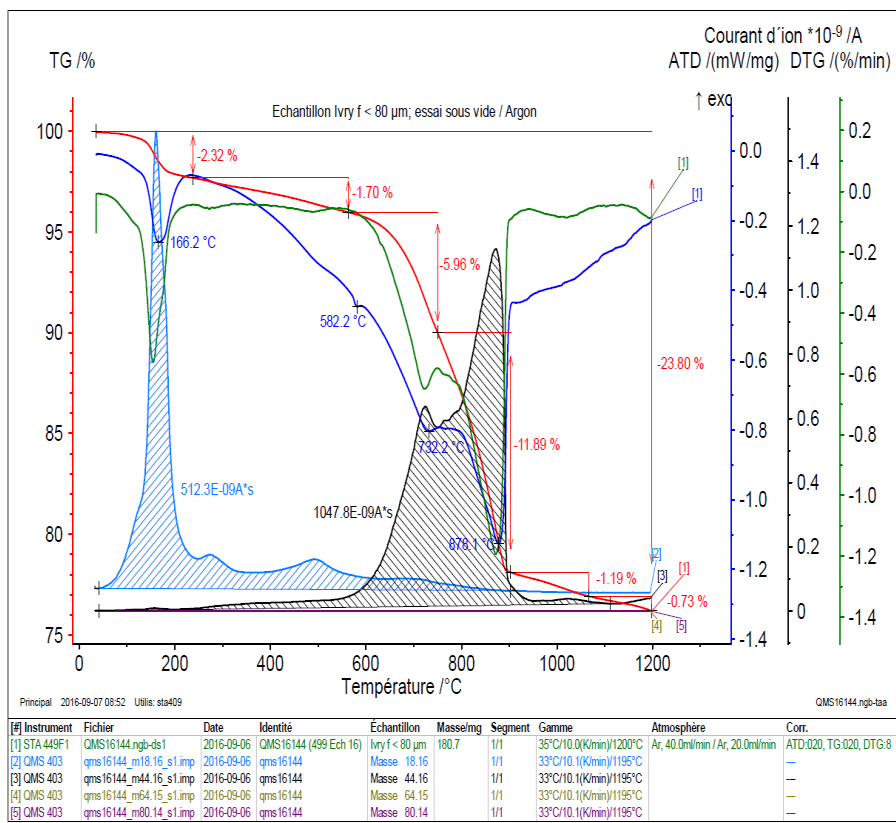
Cela nous conforte dans l'idée que le  $C_{org}$  de nos sols est associé à des composés autres que des substances organiques généralement rencontrées dans un sol agricole (ou des composés susceptibles de produire de la chaleur au cours de leur combustion). Il faut donc rester très prudent avec le terme de « matière organique ». De plus, les mesures de TG en même temps que l'ATD ont été couplées à un analyseur des gaz émis lors de la combustion. Le principal gaz émis est  $H_2O$  jusqu'à 200-250°C alors que le carbone semble émis en faible quantité dans cette gamme de température et il augmente ensuite dans la gamme de température de décomposition des carbonates minéraux (pas ou peu de  $CO_2$  libéré par combustion à basse température)

Pour confirmer ces résultats, la détermination du taux de matière organique d'un sol (MO) pourrait également être réalisée indirectement, à partir du dosage de la teneur en carbone organique suivant la méthode NF ISO 14235 (Qualité du sol -- Dosage du carbone organique par oxydation sulfochromique). La méthode oxydative NF P94-055 (Détermination de la teneur pondérale en matières organiques d'un sol - Méthode chimique) peut également être utilisée. Cependant, ces méthodes sont généralement non applicables aux sols contenant des composés minéraux réducteurs, tels que  $Cl^-$  ou  $Fe^{2+}$  (c'est le cas de nos sols qui sont riches en oxydes avec présence de  $Fe^{II}$  et  $Fe^{III}$ ). En effet, dans ce cas le dosage permettrait de quantifier non seulement la matière organique mais également d'autres composés à base de fer, ce qui fausserait la mesure.

En conclusion, il est difficile de mesurer réellement la quantité de matière organique « active » de nos sols. Selon la nature des composés auxquels est rattaché le carbone organique, les propriétés géotechniques peuvent ne pas être impactées (même si les mesures de MV ou de  $C_{org}$  paraissent importantes). Le carbone organique des sols est concentré dans les scories, tout comme la majeure partie des polluants, et connaître la nature des composés organiques reste une étape importante pour mieux appréhender le comportement des polluants (généralement fortement fixés par la matière organique « active »).



(a)



(b)

**Figure 94. Courbe thermogravimétrique (en rouge) ATD en bleu et DTG en vert sur la fraction < 80 µm de SBB (a) et de SI (b). Les zones hachurées en bleu correspondent à l'émission d'H<sub>2</sub>O et les pics en noir à l'émission de CO<sub>2</sub>.**



### 3.4.5 Conclusion de l'approche minéralogique

Un nombre assez important de phases minérales a été détecté dans les sols SI et SBB, permettant de conclure que les deux sols sont très proches (en accord avec les résultats de l'analyse chimique).

On note une légère variation de composition entre les fractions granulométriques mais pas une nette évolution. L'enrichissement en argile dans les fractions fines n'est par exemple pas observé.

Il faut noter que la DRX n'est généralement sensible qu'aux phases ayant une teneur de plus de 1% environ, ce qui limite la détection de certains composés en faibles proportions (traces). Les différents artefacts triés dans les sols permettent de mieux mettre en évidence certains de ces composés avec une faible teneur dans la fraction totale du sol. Néanmoins, aucune phase contenant à proprement parler des polluants n'a été clairement détectée, même dans les scories qui concentrent la majeure partie des polluants. Les polluants mis en évidence en XRF sont donc soit sous forme de composés en très faible quantité (ne permettant pas de les détecter par DRX), soit contenus dans le réseau cristallographique des phases détectées (sous forme de défaut ou de substitutions), soit à la surface des minéraux. Les éléments polluants peuvent être alors relargués, soit par dissolution, soit par désorption.

Les phases principales détectées dans SI et SBB se rencontrent couramment dans un sol :

- le quartz : c'est un minéral peu soluble avec généralement une faible surface spécifique, ce qui est défavorable à une forte adsorption de polluant à sa surface,
- les carbonates (calcite et dolomite) : ils tamponnent le pH du sol en milieu basique par leur dissolution et ces minéraux peuvent également contenir des traces d'autres éléments,
- le gypse : cette phase a une forte solubilité. Ce minéral renferme du strontium comme le montrent les résultats de fluorescence X ;
- des argiles de type illite/muscovite ou chlorite : les argiles relativement stables entre pH 3,5 et pH10 présentent de fortes surfaces spécifiques et ont une forte capacité à adsorber des polluants à leur surface, via leur capacité d'échange cationique (échange de K, Ca, Na...).
- des feldspaths-K (microcline et orthoclase) et feldspaths-Na (albite) (la présence de feldspath-Ca de type anorthite est possible) : ces phases ont une faible solubilité pour les pH communs des sols et elles présentent généralement des surfaces spécifiques moins importantes que les argiles à cause de leur taille de grain plus importante ;
- la wustite : c'est un oxyde de fer accompagné par d'autres oxydes comme l'hématite et la magnétite (en faible quantité). Ces phases en faible quantité dans le sol peuvent cependant

développer de fortes surfaces spécifiques et contribuer à adsorber de nombreux polluants à leur surface. De plus, la présence de FerII et FerIII peut être à l'origine de dissolution de phase par réaction d'oxy-do-réduction. Ces oxydes peuvent jouer un rôle important en modifiant le potentiel oxydo-réducteur dans le sol et par conséquent la spéciation en solution des éléments polluants (CrIII/CrIV...);

- les amorphes, qui se concentrent dans les scories essentiellement, mais représentent tout de même 10% du sol total. Il est difficile de déterminer si les amorphes correspondent à ce que l'on appelle matière organique « active » dans un sol agricole (qui se décompose). D'après les mesures complémentaires réalisées, ce type de matière organique doit être en faible quantité et les amorphes sont essentiellement de nature minérale (par exemple de la silice) ou des composés à base de carbone organique (hors HAP), mais plus vraisemblablement des imbrulés ou charbon que l'on peut qualifier de matière organique stable (voir Figure 92).

### **3.5.Conclusion sur la caractérisation chimique et minéralogique des sols testés**

L'identification des matériaux révèle une composition chimique ou minéralogique assez similaires des deux sols testés (composition assez typique des matériaux urbains).

L'analyse des propriétés physiques révèle une granularité étalée, des densités de particules différentes de celles de matériaux naturels ainsi qu'une faible activité argileuse expliquée par le fait qu'une grande partie des fines est issue de l'altération du squelette granulaire.

Pour expliquer l'origine de ces caractéristiques physiques, une décomposition des squelettes granulaires des deux matériaux a été réalisée par un essai de tri. Cet essai a révélé une composition granulaire complexe avec une composante naturelle et des artefacts issus de différentes activités humaines. Les briques, plâtres et éléments à base de béton sont issus de la filière du BTP, tandis que les scories sont des coproduits de la métallurgie, de la sidérurgie ou des déchets d'incinérateurs. La fragmentabilité de certains de ces produits plus que d'autres génère une granulométrie étalée et une production de fines non argileuse.

Par ailleurs, la composition des ces artefacts a été approchée par une première analyse chimique et minéralogique à la  $\mu$ XRF puis finement détaillée par des observations à la DRX et des analyses chimiques par ICP/OES. Les résultats des analyses chimiques montrent que les matériaux présentent un certain nombre de polluants (organiques, éléments traces métalliques, éléments soufrés). Les éléments traces métalliques résultent des activités industrielles qui se trouvaient au droit ou au voisinage des matrices étudiées. Elles sont portées essentiellement par les scories. Dans chaque sol, les scories présentent une signature chimique qui leur est propre. Concernant les

éléments soufrés, ils proviennent au moins en partie de minéraux gypseux apportés lors de la construction des remblais de bord de Seine. Outre le soufre, ces phases sont naturellement porteuses de strontium. Par ailleurs, la sensibilité des éléments gypseux à la perte au feu perturbe les mesures de matière organique au sens géotechnique.

Les observations minéralogiques sur les matrices totales montrent une composition assez similaire entre les deux sols, avec des phases majoritaires de type quartz, calcite, dolomite, gypse et amorphe. Les analyses des différentes fractions granulaires révèlent la présence des mêmes phases identifiées dans les matrices globales, avec des proportions légèrement plus importantes en quartz et en composés amorphes dans les fractions grossières et en calcite, dolomite et gypse dans les fractions les plus fines. L'analyse des composants du squelette granulaire a montré que le quartz et la calcite se concentrent plus dans les roches naturelles, les éléments en béton et à base de béton, la famille X1 et les briques (pour le quartz) tandis que le gypse se concentrait dans la famille gypse (qui englobe le gypse naturel et le plâtre), la magnétite plutôt dans les scories ferreuses et les phases amorphes dans les scories et les briques.

## 4 Chapitre 4 : Utilisation dans le domaine routier

Ce chapitre présente les résultats des tests permettant de valider ou non la possibilité d'utiliser les sols urbains dans le domaine routier. Les applications visées sont une utilisation en couche de forme ou une utilisation en remblai.

La première étape consistait à vérifier les performances mécaniques des matériaux via une étude de formulation. La détermination des performances mécaniques est réalisée en 4 phases. La première phase de l'étude consiste à choisir les formules (sol/liants) à utiliser afin de garantir les meilleures performances. Deux formules ont été choisies : sol + 5% de ciment (CEM II) et sol + 1% de chaux (CaO). La première formule permet une utilisation dans une couche de forme et la seconde dans un remblai. Dans la deuxième phase, nous avons cherché les caractéristiques des matériaux au compactage Proctor (densité optimale et teneur en eau à l'Optimum Proctor) pour les sols traités et non traités. La troisième étape de l'étude de formulation est l'essai d'aptitude au traitement. Ce test est nécessaire compte tenu de la présence de fortes teneurs en éléments perturbateurs de prise (sulfates) détectés lors d'un premier diagnostic environnemental réalisé sur les deux sols urbains testés au cours de cette étude. L'essai d'aptitude au traitement repose sur une mesure du gonflement volumique et de la résistance à la traction indirecte (essai Brésilien) sur des éprouvettes de sol traité et immergé dans l'eau durant une certaine période de temps. Le but est de vérifier qu'il n'y a pas formation de phases minérales secondaires gonflantes comme l'ettringite, responsable des gonflements et fissures dans les chaussées, et de la chute des performances des sols traités. Pour un traitement à la chaux (et donc une utilisation en remblai), on s'arrête à cette étape. Pour un traitement au ciment pour une utilisation en couche de forme, on continue le reste de l'étude de formulation. Il est nécessaire d'appliquer une dernière phase dans laquelle on mesure la résistance des sols avec un essai de compression simple à différents temps de cure avec et sans immersion, ainsi que la résistance à la traction indirecte. Ces essais permettent d'obtenir la zone mécanique des matériaux et ainsi statuer s'il est possible de les utiliser avec la formule choisie.

Une fois les performances mécaniques vérifiées, nous avons évalué l'impact environnemental de ces matériaux. Des essais de lixiviation en imposant différentes conditions expérimentales ont permis de mesurer les polluants libérés dans la solution lixiviante. Dans un premier temps, un essai de lixiviation avec une eau à pH neutre est réalisé avec un temps de contact de 24h et un rapport liquide/solide de 10 l/kg, ce qui correspond aux conditions imposées par la norme (NF EN 12457-2). Ensuite, nous avons modifié le temps de contact en le fixant à 2h puis 3 jours. Le but est de mettre en évidence 2 phénomènes responsables du relargage qui sont la désorption qui se produit rapidement et la dissolution qui est un phénomène plus lent. Nous avons également modifié le rapport L/S (= 2 l/kg) et le pH du lixiviant (pH=12). Le but de la variation du pH est de se mettre

dans les conditions de pH lors d'un traitement à savoir un pH alcalin et d'observer l'effet sur le relargage des polluants. Les lixiviats récupérés de ces différents essais ont été analysés et les résultats ont été comparés aux contenus totaux dans le but d'estimer la mobilité des éléments.

Des essais de percolation sont également appliqués à des éprouvettes de sol compactées à l'OPN et OPM traitées (à la chaux ou au ciment) et non traitées. Le but est de reproduire les conditions réelles de mise en œuvre des matériaux sur le chantier où les sols sont soumis à une circulation d'eau. Les solutions récupérées au cours des essais de percolation ont été analysées et les quantités de polluants désorbés en « dynamique » ont été comparées aux quantités lixiviées au cours de l'essai de lixiviation (un même rapport L/S est respecté). Outre les teneurs en polluants relargués, l'essai de percolation permet également de mesurer la perméabilité des éprouvettes et l'évolution de ce paramètre au cours du temps, qui reflète la microstructure interne des éprouvettes testées.

Parallèlement aux essais habituellement appliqués de lixiviation et percolation, un essai d'immersion a été mis en place puis testé sur des éprouvettes de sol compacté à l'OPN traité (à la chaux et au ciment) et non traité. Cet essai s'inspire de la norme allemande DIN CEN/TS 16637-2 (2014) intitulée « Produits de construction - Évaluation de l'émission de substances dangereuses - Partie 2: Essais horizontaux et dynamiques de la lixiviation des surfaces ». Le but visé par l'essai est de reproduire les conditions réelles de vie d'un sol dans un remblai ou une couche de forme inondée. Les sols quand ils sont mis en couche de forme ou en remblai subissent des opérations qui leur procurent des perméabilités moyennes à faibles (nous le montrons avec les essais de percolation). Dans ce cas, les mécanismes de lixiviation sont gouvernés par la diffusion (à travers les pores et/ou à partir de la surface jusque dans la masse du lixiviant), le lessivage initial des surfaces et d'autres processus (par exemple la dissolution, les changements de spéciation,...).

## **4.1. Les performances mécaniques des sols urbains**

### **4.1.1 Caractéristiques des sols traités au compactage**

La courbe de compactage Proctor constitue un paramètre très important à chercher lors de l'étude des performances mécaniques d'un sol. Elle représente un indicateur de la sensibilité de la densité par rapport à la variation de la teneur en humidité dans les matériaux (*Poon, et al., 2005*). Les matériaux à courbes plates peuvent tolérer une plus grande variation du taux d'humidité sans compromettre une grande partie de la densité obtenue à partir du compactage. En revanche, les matériaux avec les courbes pointues sont extrêmement sensibles à la valeur optimale lors du compactage.

- Essai de compactage Proctor

Les résultats des essais de compactage Proctor sur le sol non traité et traité au ciment et à la chaux sont présentés sur la Figure 95 et la Figure 96 pour les deux sols urbains testés au cours de cette étude.

En moyenne de cinq à six points (huit points pour le sol traité au ciment) sont utilisés pour construire ces courbes et l'optimum est déduit par interpolation des points. Il demeure donc une certaine incertitude sur les teneurs en eau optimales et les densités optimales. Compte tenu que nous avons appliqué des courbes moyennes lissées pour relier les points, la méthode utilisée impacte les valeurs. On estime que les valeurs prises comme valeur optimales restent entre 90% et 95 % de l'OPN. Pour le sol urbain SBB, les teneurs en eau optimales des sols non traité, traité au ciment et traité à la chaux se situent entre 11,5 et 14% (valeurs choisies = 13,25% avec  $\rho_{OPN} = 1,77 \text{ g/cm}^3$ ), entre 13 et 15,5 % (valeur choisie = 14,8% avec  $\rho_{OPN} = 1,76 \text{ g/cm}^3$ ) et entre 13,5 et 16% (valeur choisie de 14,1% avec  $\rho_{OPN} = 1,74 \text{ g/cm}^3$ ) respectivement. Pour le sol d'Ivry, les points choisis correspondent aux valeurs maximales mesurées, les optimums seraient comme dans le cas de Boulogne aux environs de 90% de l'OPN. Les teneurs en eau optimales des sols non traité, traité au ciment et traité à la chaux se situent entre 11,5 et 14% (la valeur choisie est celle mesurée = 11,9% avec  $\rho_{OPN} = 1,81 \text{ g/cm}^3$ ), entre 12 et 16 % (la valeur choisie est celle mesurée = 14,1% avec  $\rho_{OPN} = 1,84 \text{ g/cm}^3$ ) et entre 14 et 16,5% (la valeur choisie est celle mesurée = 16,2% avec  $\rho_{OPN} = 1,78 \text{ g/cm}^3$ ).

Les résultats présentés sous forme de courbes Proctor montrent une diminution de la densité sèche à l'optimum Proctor avec un traitement à la chaux. Cela s'explique par la réorganisation de la microstructure lors du traitement, avec la floculation des particules argileuses. On observe également un décalage de la teneur en eau vers des teneurs plus élevées.

Globalement, on note quelques différences entre les deux matériaux. Pour une légère variation de la densité sèche à l'optimum, un écart de 10% entre les teneurs en eaux optimales est enregistré. Ce décalage des teneurs en eau peut être expliqué en partie par les incertitudes quant à la détermination de la teneur en eau optimale mais également par le fait que le matériau de Boulogne contient une proportion plus importante de béton. Le béton est en effet à l'origine d'une absorption d'eau très importante (*Jayakody, et al., 2014*).

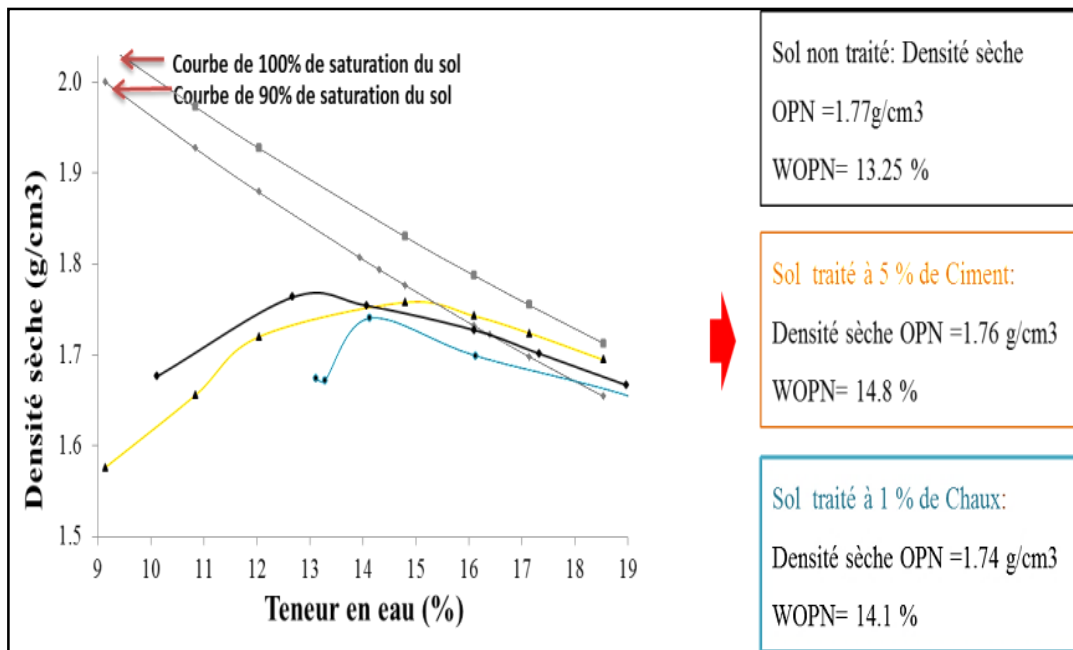


Figure 95: Caractéristiques du sol de Boulogne SBB traité et non traité au compactage Proctor

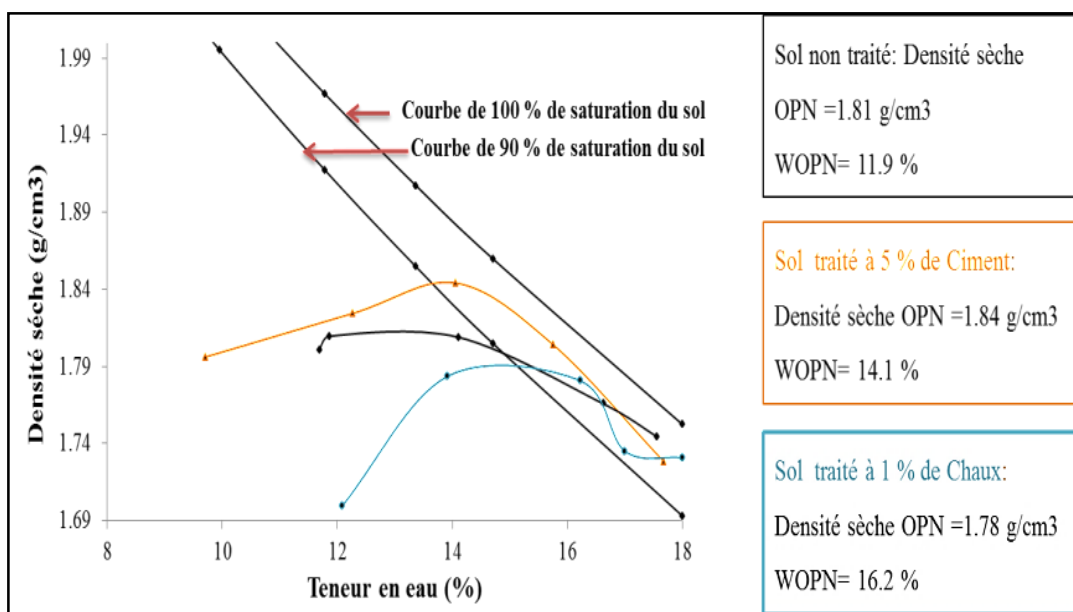


Figure 96: Caractéristiques du sol Ivry SI traité et non traité au compactage Proctor

- Indice de Portant Immédiat (IPI)

L'essai consiste à poinçonner le matériau compacté et/ou traité dans les conditions déterminées pour l'optimum Proctor. On note les forces correspondantes à des enfoncements de 2,5 et de 5 mm. Ensuite, l'indice IPI est calculé de la manière suivante :

$$I_{PI2,5} = \frac{F \text{ de pénétration à } 2,5 \text{ mm (en kN)} \times 100}{13,35} \quad 4.1$$

$$I_{PI5} = \frac{F \text{ de pénétration à 5 mm (en kN)} \times 100}{19,93}$$

4.2

L'indice de portance immédiat choisi correspond à la plus élevée des deux valeurs de  $I_{PI5}$  et  $I_{PI2,5}$ . Le Tableau 32 est extrait du GTR et il présente les valeurs minimales de l'indice IPI requises suivant la classe de matériaux lors de la mise en œuvre de celui-ci.

**Tableau 32: Indice portant immédiat ( $I_{PI}$ ) minimal à obtenir à la mise en œuvre (GTR)**

Classes de matériaux	$I_{PI}$ minimal
A <sub>3</sub> – C <sub>1</sub> A <sub>3</sub>	10
A <sub>2</sub> – C <sub>1</sub> A <sub>2</sub> - B <sub>6</sub> - C <sub>1</sub> B <sub>6</sub>	15
A <sub>1</sub> - B <sub>5</sub> - C <sub>1</sub> A <sub>1</sub> - C <sub>1</sub> B <sub>5</sub>	20
Autres classes	À fixer d'après l'expérience ou à déterminer à l'appui d'une étude

Les indices IPI obtenus pour les sols de Boulogne et Ivry compactés et/ou traités (à la chaux et au ciment) sont présentés dans le Tableau 33. On note que les valeurs des indices IPI pour les sols de Boulogne et d'Ivry traités au ciment et non traités sont supérieures à celles requises par le GTR, c'est-à-dire la valeur de 20. Par contre, les valeurs obtenues après le traitement à la chaux dans le cas des deux sols sont plus faibles que 20. Généralement, on observe des valeurs de l'indice IPI qui augmentent avec un traitement à la chaux. L'action de la chaux sur les sols se traduit par le changement de son état de plastique à solide ce qui permet l'amélioration de la portance lors la mise en œuvre.

**Tableau 33: Indice portant immédiat ( $I_{PI}$ ) mesuré sur les sols Boulogne et Ivry traité (à la chaux et au ciment) et non traité**

	Sol de Boulogne			Sol Ivry		
	Non traité	Traité ciment	Traité CaO	Non traité	Traité ciment	Traité CaO
WOPN	13,25	14,8	14,1	11,9	14,1	16,2
$I_{PI}$	20	29	16	41	33	16

#### 4.1.2 Essai d'aptitude au traitement

Un essai d'aptitude au traitement a été appliqué aux deux sols urbains étudiés au cours de ce travail. Compte tenu des fortes teneurs en sulfates dans les matériaux, cet essai est indispensable. Les anions sulfates sont en effet connus pour être des perturbateurs de prise cimentaire et sont à l'origine de plusieurs désordres dans les ouvrages. Cet essai a été réalisé sur les sols d'Ivry et Boulogne pour les deux modes de traitement (5% de ciment et à 1 % de chaux).



- Mesure de la résistance à la compression diamétrale dans le cas d'un traitement au ciment

La force ( $F_r$ ) appliquée à la rupture de l'éprouvette permet le calcul de la résistance à la compression diamétrale ( $R_{tb}$ ) suivant la formule :

$$R_{tb} = \frac{2F_r}{3,14 \Phi h} \quad 4.3$$

**Tableau 34. Résistance à la compression diamétrale mesurée lors de l'essai d'aptitude au traitement avec 5% de ciment.**

<b>R<sub>tb</sub> (MPa)</b>		<b>Sol Boulogne</b>	<b>Sol Ivry</b>
Traitement avec 5% de ciment	Moyenne	0,35	<b>0,17</b>
	Nombre d'essais	5	3
	Ecart type	0,03	0,01

Pour le sol de Boulogne, la résistance à la traction de 0,35 MPa est supérieure au seuil d'aptitude qui est de 0,2 MPa. Pour Ivry, le seuil n'est pas atteint et le traitement avec 5% de ciment peut être considéré à ce stade comme douteux. La mesure du gonflement volumique permettra d'infirmer ou confirmer ces résultats préliminaires.

- Mesure du gonflement volumique après traitement à la chaux ou au ciment

Après 7 jours d'immersion des éprouvettes dans de l'eau à 40°C, on mesure les dimensions de chaque éprouvette. Les formules suivantes permettent de déterminer le gonflement volumique :

$$G_v = (V_1 - V_0) / V_0 \quad 4.4$$

où  $V_0$  : Volume de l'éprouvette à la confection,  $V_1$  : Volume de l'éprouvette après immersion

Les gonflements mesurés au cours et après l'essai sont reportés dans le Tableau 35. À l'issue de ces mesures, il apparaît que les deux matériaux présentent un gonflement volumique inférieur au seuil d'aptitude soit 5% (avec le ciment) et 5% (avec la chaux), sauf pour certaines éprouvettes du sol de Boulogne traitées à 1 % de chaux où le traitement est dans ce cas douteux. Les résultats obtenus avec traitement à la chaux sur le sol de Boulogne nécessitent vérification en réalisant d'autres mesures pour confirmer l'aptitude au traitement. Les deux matériaux présentent globalement une bonne aptitude au traitement à la chaux et au ciment en dépit des fortes teneurs en sulfates (soit 12900 mg/kg pour le sol de Boulogne et 10660 mg/kg pour le sol d'Ivry) et de la composition complexe de leurs squelettes granulaires (présence de gypse, de briques, de scories...). Dans le cas d'un usage en remblai, les résultats du test d'aptitude au traitement à la chaux suffisent pour statuer sur la possibilité de réutiliser les matériaux. Dans le cas des matériaux de Boulogne et d'Ivry, les résultats des tests d'aptitude au traitement permettent cette réutilisation. Pour un usage en couche de

forme, il est préconisé de continuer l'étude par l'évaluation, via une étude de formulation, des performances mécaniques des matériaux traités au ciment ( $R_c$  à 7, 28 et 60 jours,  $R_{ci}$ ,  $R_{it}$  à 28 et 90 jours, si nécessaire). Pour ce dernier usage, le test d'aptitude au traitement au ciment montre que le traitement est adapté, avec des résultats de gonflement au dessous de seuils de la norme (5%). Le fait de ne pas avoir de gonflement volumique est un indicateur important, il prouve que les minéraux secondaires de type ettringite, responsables des gonflements dans les sols traités, ne se sont pas ou peu développés dans les sols testés. Avoir peu de gonflement volumique sur les éprouvettes de sols traités au ciment a également des incidences positives sur les propriétés mécaniques. En effet, la présence des minéraux secondaires cités précédemment inhibe les produits de traitement et diminue ainsi l'action du ciment sur le sol et de ce fait les performances mécaniques.

**Tableau 35. Valeurs du gonflement volumique de l'essai d'aptitude au traitement**

Prélèvement	$G_v$ (%) Traitement au ciment			$G_v$ (%) Traitement à la chaux		
	Moyenne	Nombre de prises	Seuil d'aptitude	Moyenne	Nombre de prises	Seuil d'aptitude
Sol Boulogne	$2,1 \pm 0,7$	6	5	$5,6 \pm 0,4$	3	5
Sol Ivry	$1,1 \pm 0,8$	6		$2,36 \pm 1,16$	3	

#### 4.1.3 Détermination de la résistance en compression simple

Les résultats des mesures de la résistance en compression simple  $R_c$  à différents temps de cure et sous immersion ( $R_{ci}$ ) ou non ( $R_c$ ) sont présentés dans le Tableau 36.

**Tableau 36: Résistance à la compression des matériaux testés à différents temps de cure**

	$R_{c,7j}$ (MPa)	$R_{c,28j}$ (MPa)	$R_{c,60j}$ (MPa)	$R_{ci,60j}$ (MPa)
Sol de Boulogne	$1,2 \pm 0,1$	$2,0 \pm 0,1$	$2,6 \pm 0,2$	$2,1 \pm 0,06$
Sol d'Ivry	$0,65 \pm 0,07$	$1,85 \pm 0,37$	$1,67 \pm 0,27$	$1,33 \pm 0,31$

Pour le matériau de Boulogne, la résistance à la compression  $R_c$  dépasse 1 MPa dès 7 jours de cure. Cette valeur correspond à la résistance minimale permettant la circulation sur la couche de forme. Pour le sol d'Ivry, cette valeur est atteinte entre 7j et 28j de cure. Ces résultats montrent que les deux sols présentent une résistance qui autorise une circulation au jeune âge.

Par ailleurs, il est intéressant de noter l'évolution globale du paramètre  $R_c$  avec le temps de cure. L'amélioration de la résistance à la compression avec le temps de cure est due à l'augmentation de la quantité des composés cimentaires hydratés de type CSH avec le temps (*Xing et al., 2009*).

La différence notable entre les résistances des deux sols pourrait être expliquée par le fait que le matériau de Boulogne contient une composante « Béton et éléments à base de béton » plus

importante que le sol d'Ivry (17,3% contre 2,1%). Les éléments à base de bétons contenus dans les déchets de démolition et de construction dans les sols urbains sont à l'origine dans les sols traités d'un phénomène appelé auto-cimentation. *Arm (2001)* a noté par exemple une augmentation avec le temps de la rigidité des couches fabriquées avec du béton de démolition concassé. C'est un phénomène qui ne se produit pas dans le cas de sols naturels. *Poon et al. (2005)* expliquent cette augmentation des performances par la présence de C<sub>2</sub>S et de produits d'hydratation amorphes observés par diffraction de rayons X dans ces matériaux. Après l'analyse de différentes fractions granulométriques de ces matériaux, les auteurs ont noté que le taux de C<sub>2</sub>S et produits d'hydratation diminuait avec l'augmentation de la taille de particules. Cette étude conclut que les fractions fines < 0,15 mm et la fraction 0,3-0,6 mm sont à l'origine des propriétés liantes de ces matériaux.

La qualité de la résistance à l'immersion au jeune âge  $R_{ci}$  est obtenue en calculant le rapport  $R_{ci}/R_{c60}$ . Cette résistance est jugée satisfaisante pour les sols dont la valeur de bleu  $V_{BS}$  (0,8 pour le sol de Boulogne et 1,1 pour le sol Ivry) est supérieure à 0,5 si le rapport  $R_{ci}/R_{c60} \geq 0,6$ . Le Tableau 37 montre que ce seuil est largement dépassé pour les deux matériaux.

**Tableau 37: Résistance à l'immersion au jeune âge**

	Sol Boulogne	Sol Ivry
$R_{ci}/R_c$ à 60 jours	0,81	0,79

#### 4.1.4 Résistance au gel et performances escomptables à long terme : détermination de la résistance à la traction indirecte $R_{it}$

Les mesures de résistance des deux matériaux à la traction indirecte  $R_{it}$  et le module élastique  $E$  après 28 jours de cure sont présentés dans le Tableau 38.

**Tableau 38: Résistance à la traction indirecte à 28 jours sur les deux matériaux testés**

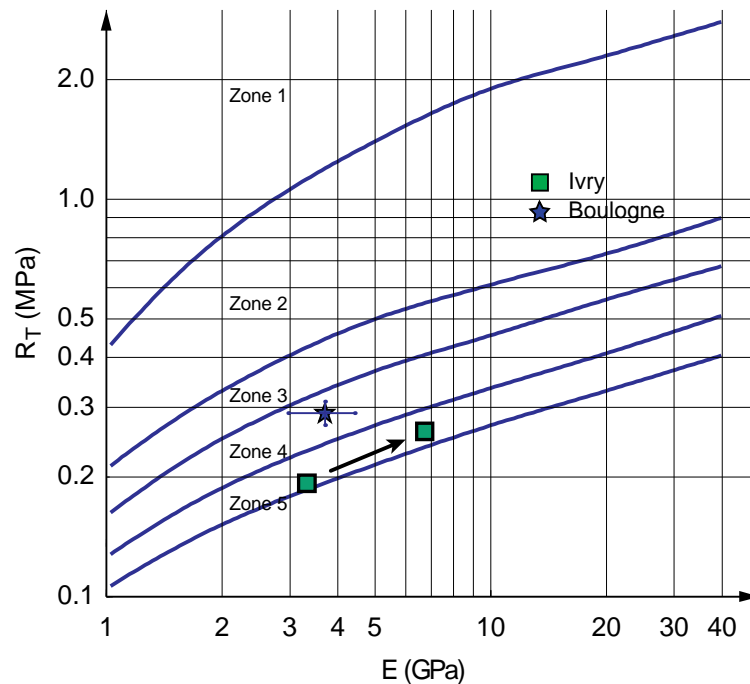
	$R_{it}$ à 28j (MPa)	$R_t$ à 28j (MPa)	$R_{it}$ à 90j (MPa)	$R_t$ à 90j (MPa)	Module $E$ à 28j (MPa)	Module $E$ à 90j (MPa)
Sol de Boulogne	0,29±0,02	0,23	-	-	3702±731	-
Sol d'Ivry	0,18±0,05	0,14	0,33±0,09	0,26	3100	6727

Ces résultats permettent d'estimer la résistance à la traction directe  $R_t$  ( $R_t = 0,8 R_{it}$ ). Le couple ( $R_t$ ,  $E$ ) permet de proposer un dimensionnement des structures.

Le matériau de Boulogne traité à 5% de CEM II se positionne en zone 4 et celui d'Ivry en zone 5 comme le montre la Figure 97 (extraite du GTR). Les résultats montrent qu'avec un traitement de 5 % de ciment les deux sols présentent des performances mécaniques tout à fait acceptables (à 28

jours de cure) pour une utilisation en couche de forme dans les chaussées. Après 90 jours de cure, le matériau d'Ivry traité à 5% de ciment montre une résistance à la traction de 0,26 MPa pour un module d'environ 6700 MPa. Le matériau est classé en zone 5.

Concernant la résistance au gel, on considère que les matériaux doivent présenter une résistance à la traction supérieure à 0,25 MPa pour être jugés satisfaisants. Dans le cas de Boulogne, ce seuil est atteint après 28 jours de cure. Dans le cas d'Ivry, il faut attendre les mesures à 90 j pour vérifier que le seuil est bien dépassé.



**Figure 97:** Les zones mécaniques des deux sols testés, en bleu le sol de Boulogne à 28j et en vert le sol d'Ivry à 28j puis son évolution à 90 j.

#### 4.1.5 Conclusions sur les performances mécaniques

Si l'on synthétise les résultats obtenus (Tableau 39), les deux sols présentent des comportements mécaniques différents malgré leurs nombreuses similitudes. Les deux matériaux de mêmes origines géologiques présentent un comportement géotechnique, une composition chimique et minéralogique similaire. Le sol de Boulogne présente une bonne aptitude au traitement à la chaux, ce qui le qualifie à une réutilisation en remblai. Ce matériau traité au ciment montre de bonnes performances mécaniques et se classe dans la zone 4 des abaques mécanique du GTR, ce qui lui permet d'être candidat à une utilisation en couche de forme.

Concernant le sol d'Ivry, les résultats de traitement à la chaux et au ciment montrent que ce matériau est moins performant que le sol de Boulogne, avec notamment un traitement à la chaux douteux et une résistance à la traction confirmée au bout de 90 jours seulement. Cependant, ce matériau est qualifié pour une réutilisation en couche de forme.

**Tableau 39: Synthèse des performances mécaniques des deux sols testés traités (à la chaux et au ciment)**

	Classe GTR	Traitement au ciment					Traitement à la chaux
		GV	Rc	Rc/Rci	Rit 28j	Rit 90j	GV
Sol de Boulogne	C <sub>1</sub> B <sub>5</sub>	apte	Ok	Ok	Ok	-	Apte
Sol d'Ivry	C <sub>1</sub> A <sub>1</sub>	apte	Ok	Ok	< 0.2	Ok	Douteux

## 4.2. Étude par lixiviation de l'impact environnemental des sols urbains pour une valorisation en techniques routières

Afin de procéder à une caractérisation environnementale des sols urbains étudiés, les fractions granulométriques des sols d'Ivry et de Boulogne de même que les composantes issues du tri et les fractions totales ont subi des tests de lixiviation suivant la norme NF EN 12457-2 (Caractérisation des déchets - Lixiviation - Essai de conformité pour lixiviation des déchets fragmentés et des boues) puis des essais de percolation. Ces essais sur des éprouvettes de la matrice totale du sol non traité, traité à 5% de ciment ou traité à 1% de chaux, ont permis de mesurer les perméabilités des éprouvettes et les éléments lixiviés lors de la circulation d'eau. Enfin, un essai d'immersion a été mis en place et testé sur le même type d'éprouvette que l'essai de percolation.

### 4.2.1. Essai de lixiviation suivant la norme NF EN 12457-2 (2009)

Le but de l'essai est de mesurer la quantité de polluants relargables contenus dans un matériau en le mettant en contact avec un lixiviant (eau déminéralisée avec un pH neutre) et en imposant un rapport liquide sur solide L/S de 10 L/kg. Les éluats ont été récupérés après 24h d'agitation.

Pour réaliser ces mesures, les matériaux ont été broyés pour avoir un diamètre maximal de 4 mm imposé par la norme. Notez que d'autres normes imposent des diamètres différents (notamment d = 1,25 mm) ce qui peut entraîner une variabilité des résultats de lixiviation. La norme ISO/TS 21268-1:2007 (Qualité du sol -- Modes opératoires de lixiviation en vue d'essais chimiques et écotoxicologiques ultérieurs des sols et matériaux du sol -- Partie 1: Essai en bâchée) impose quant à elle un L/S = 2 L/kg avec D < 4 mm.

Les tamisages pour préparer les fractions granulométriques testées en lixiviation ont été réalisés à sec avec brossage des tamis (au lieu de la méthode par lavage habituellement appliquée). Pour réaliser les lixiviations sur les composantes du sol, la fraction > 4 mm issue du tri précédant les lixiviations a été brossée soigneusement et non lavée comme cela été fait pour les matériaux étudiés par DRX, ATD/ATG, XRF et ICP/OES.

Les teneurs en éléments chimiques dans les éluats sont présentées, puis les rapports des concentrations lixiviées sur le contenu total des échantillons testés sont discutés pour apporter des informations sur la mobilité des éléments chimiques.

### **Lixiviation sur les fractions totales des sols**

Les résultats des analyses chimiques des lixiviats sur les matrices totales des deux sols testés sont présentés dans le Tableau 40.

La répétabilité des mesures montre que le coefficient de variation CV sur les mesures reste inférieur à 10% pour de nombreux éléments (notamment les majeurs) mais CV peut atteindre 65% pour Sb (dont la teneur dépasse le seuil des déchets inertes) et 42-62% pour Mo. Pour Ni, Pb, Cr, Zn et Cu, le coefficient CV reste largement supérieur à 10%. Cette variabilité montre une certaine inhomogénéité dans les sous-échantillons testés, voire que les éléments se trouvent dans des phases potentiellement massives et isolées et non pas répartis de manière uniforme sur toutes les surfaces des matériaux comme un contaminant diffus.

Le pH des solutions éluées restent basiques avec des pH de 9,5 pour le sol SBB et de 8,3 pour SI. Cela s'explique par la présence de phases carbonatées et cimentaires dans les sols. Il faut noter que les conductivités des éluats sont très proches pour les deux sols. Malgré leurs différentes origines, les deux sols présentent une similitude de comportement en lixiviation.

Les sulfates apparaissent comme le principal contaminant dans les lixiviats. Ces résultats confirment les premiers diagnostics environnementaux fournis par les entreprises qui nous ont fournis les deux sols testés. La quantité de sulfates relargués au cours de l'essai de lixiviation est d'environ 13000 mg/kg pour le sol de Boulogne et de 11000 mg/kg pour le sol d'Ivry. Ces valeurs donnent aux matériaux le statut de déchets non dangereux puisque ces valeurs dépassent les seuils pour un stockage en installation de déchets inertes. Dans les deux cas, les valeurs dépassent également la limite fixée en lixiviation par le guide de l'acceptabilité des matériaux alternatifs en technique routière (*SETRA, 2011*) pour un usage sans distinction. Ces matériaux nécessiteraient l'application du niveau 2 des tests, c'est-à-dire des essais de percolation pour décider du type d'usage possible soit le type 1 (en sous-couche de chaussée ou accotement revêtu) ou de type 2 (remblai technique ou accotement recouvert).

**Tableau 40. Composition chimique élémentaire des éluats après lixiviation des deux sols testés (n.m. non mesuré, VL : valeur limite ; ISDI : installation de stockage de déchets inertes ; ISDND : installation de stockage de déchets non dangereux). Valeur moyenne sur 9 tests de lixiviation avec calcul des écarts type  $\sigma$  et des coefficients de variation C.V.**

Eléments	Eluât sur le sol SBB			Eluât sur le sol SI			VL ISDI***	VL ISDND***	VL1*	VL2**
	Moyenne * mg/kg	$\sigma$	C.V. %	Moyenne * mg/kg	$\sigma$	C.V. %				
Si	78,1	3,7	4,7	41,4	3	7,3	--	--	--	--
Al	< (0,1)	--	--	< (0,1)	--	--	--	--	--	--
Ca	6266,5	140,9	2,2	6660	109,2	1,6	--	--	--	--
K	116	5,9	5,1	132	3,6	2,7	--	--	--	--
Na	60,2	4,4	7,3	117,7	3,4	2,9	--	--	--	--
Fe	< (0,005)	--	--	< (0,005)	--	--	--	--	--	--
Mg	24,2	1,8	7,6	90,2	9,9	11	--	--	--	--
Ti	< (0,002)	--	--	< (0,002)	--	--	--	--	--	--
P	< (0,1)	--	--	< (0,1)	--	--	--	--	--	--
Mn	< (0,001)	--	--	<b>0,25</b>	0,18	69,6	--	--	--	--
Zn	0,0134	0,007	58,6	0,026	0,006	25,3	4	50	12	50
Cr	0,029	0,0035	12,2	0,0058	0,00066	11,2	0,5	10	1,5	10
Sr	<b>19,4</b>	1,5	7,9	<b>34,9</b>	3,2	9,1	--	--	--	--
Ba	0,28	0,01	6	0,37	0,02	5,4	20	100	60	100
Cu	0,198	0,044	22,3	0,145	0,015	10,9	2	50	6	50
Pb	0,0031	0,0012	38	0,0028	0,0013	48,5	0,5	10	1,5	10
Ni	0,12	0,025	20,1	<(0,1)	--	--	0,4	10	1,2	10
V	0,10	0,006	5,8	0,022	0,0028	12,7	--	--	--	--
Mo	0,11	0,046	42,4	0,28	0,17	62,7	0,5	10	1,5	10
As	0,066	0,0049	7,4	0,043	0,0026	6	0,5	2	1,5	2
Co	<(0,002)	--	--	<(0,002)	--	--	--	--	--	--
Cd	<(0,1)	--	--	<(0,1)	--	--	0,04	1	0,12	1
Sb	0,32	0,20	64,9	0,60	0,41	69	0,06	0,7	0,18	0,7
Se	<<(0,002)	--	--	0,16	0,13	81	0,1	0,5	0,3	0,5
Sulfates	12916,4	1316	10,2	10657,6	2245	21	1000	20000	3000	20000
Fluorures	1,72	0,45	26,1	16,26	12,12	74,5	10	150	30	150
Chlorure	138,8	126,8	91,4	74,4	24,7	33,2	800	15000	2400	15000
C <sub>org</sub> % sol (COTmètre)	92 600	//	//	33 800	//	//	30000	50 000	60 000	60 000
C <sub>org</sub> % éluat (COTmètre)	Non réalisé	//	//	Non réalisé	//	//	500	800	--	--
pH	9,56 (percolation pH =7,5)	0,2	2	8,31 (percolation pH =7,5)	0,13	1,6				
Conductivité ( $\mu$ S/cm)	2164	39	1,8	2262,9	6,6	0,3				

\*VL visée par le guide SETRA (2011) pour une réutilisation des matériaux alternatifs **pour tout usage routier envisagé (Type 1 à 3).**

\*\*VL pour une utilisation en technique routière visée par le guide SETRA pour les matériaux alternatifs **(au-delà, pas d'usage possible)**

\*\*\*Les valeurs limites (VL) en lixiviation à ne pas dépasser pour un stockage en ISDI ou en ISDND sont issues de la Décision n° 2003/33/CE du 19/12/02 établissant des critères et des procédures d'admission des déchets dans les décharges, conformément à l'article 16 et à l'annexe II de la directive 1999/31/CE. Application du test de lixiviation (NF EN 12457-2) avec L/S = 10 L/kg.

Parmi les éléments qui ne sont pas ou peu lixiviés, nous trouvons le silicium, l'aluminium et le fer, avec également Ti, P, Mn, Co, Cd et Se, ce qui montre que les oxydes, qui pourtant composent en grande partie les scories qui renferment les quantités les plus importantes de polluants (en contenus totaux), sont stables (pas ou peu de dissolution ou de relargage par réaction d'oxydo-réduction). Les argiles et aluminosilicates (feldspaths et dioxyde de silicium) sont également stables avec pas ou peu de dissolution. Pour des pH plus élevés (notamment en présence d'un traitement à la chaux ou aux liants hydrauliques, ces phases pourraient cependant être attaquées (cette dissolution permet sur le long terme aux réactions pouzzolaniques de se développer). Seul le gypse subit une dissolution ainsi que les carbonates de Ca et de Mg, compte tenu de la présence de CO<sub>2</sub> dissous dans l'eau (ces phases contribuent ensuite à tamponner le pH de l'eau du sol à pH neutre/basique). Les cations échangeables des argiles de type Ca, K et Na contenus également dans l'eau de pore des sols sont les éléments les plus facilement lixiviés. On observe la présence également d'anions de type chlorure et fluorure (la concentration des fluorures dans SI dépasse le seuil des déchets inertes mais reste inférieure au seuil des déchets non dangereux).

Un élément lixivié en quantité importante (hors éléments majeurs) est le strontium Sr. Cet élément est lié à la dissolution du gypse, comme montré précédemment par les calculs de corrélation en fluorescence X. La présence de (Ca,Sr)SO<sub>4</sub>, 2H<sub>2</sub>O est probable, la présence de Célestine SrSO<sub>4</sub> ayant été observée dans le sous-sol d'Ile de France). On trouve ensuite avec des quantités supérieures à 0,1 mg/kg, les éléments Ba, Co, Mo et Sb pour les deux sols ainsi que Ni et V pour SBB. L'antimoine Sb, quoique en faible quantité, dépasse pour les deux sols le seuil des déchets inertes et constitue un élément limitant pour la réutilisation des sols.

Pour compléter cette description des éléments lixiviés, nous avons observé la « mobilité » (taux de relargage) des éléments en calculant les rapports entre la concentration des éléments dans l'éluât et leur concentration totale dans le sol (ou contenu total). Les rapports pour les deux sols (fraction totale) sont donnés dans le Tableau 41.

Les éléments qui présentent le taux de relargage le plus élevé après les sulfates sont le calcium (lié aux sulfates), le sodium, le potassium. On trouve également le strontium Sr (5,5 et 9,5 %), lui aussi lié aux sulfates, l'antimoine (autour de 3%) et le molybdène Mo (avec 0,4% dans SBB et 3,14% dans SI, ce qui indiquerait potentiellement des formes différentes entre les deux sols). Avec un taux de relargage compris entre 0,1 et 1%, on trouve le magnésium (la dolomite étant moins soluble que la calcite), l'arsenic As, le baryum Ba dans SI et le vanadium V dans SBB.



**Tableau 41. Mobilité des polluants : rapport des concentrations dans les éluats après lixiviation sur les contenus totaux des deux sols testés (éléments classés par ordre de concentration croissante dans la matrice globale du sol), \*S<sub>(SO4)</sub>/S<sub>tot</sub>, NC non calculable car C<sub>eluat</sub> < LQ, LQ : limite de détection de l'appareil.**

Elts	Composé ionique (variable en fonction du pH)	Sol de Boulogne		Sol Ivry		SBB Rapport éluat/CT (%)	SI Rapport éluat/CT (%)
		Contenu mg/kg	Eluat mg/kg	Contenu mg/kg	Eluat mg/kg		
Si	Si <sup>4+</sup> (gel)	163 008	78,1	190629	41,4	0,048	0,022
Ca	Ca <sup>2+</sup>	139 926	6266,5	150 037	6660	4,48	4,44
Al	Al <sup>3+</sup>	26 393	<LQ	22 989	<LQ	NC	NC
Fe	Fe <sup>2+</sup> Fe <sup>3+</sup>	41473	<LQ	24 255	<LQ	NC	NC
K	K <sup>+</sup>	6988	116,5	7491	132	1,667	1,762
S	Sulfates, sulfures...	<b>6600</b>	<b>4305</b>	<b>14300</b>	<b>3552</b>	65*	25*
Mg	Mg <sup>2+</sup>	4053	24,2	9602	90,2	0,597	0,939
Na	Na <sup>+</sup>	1281	60,2	2439	117,7	4,701	4,826
Ti	Ti <sup>4+</sup>	943	<LQ	769	<LQ	NC	NC
P	PO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> (poly P)	542	<LQ	882	<LQ	NC	NC
Mn	Mn <sup>2+</sup>	418	<LQ	370	0,25	NC	0,068
Zn	Zn <sup>2+</sup>	400	0,0134	822	0,026	0,003	0,003
Cr	Cr <sup>III</sup> ou Cr <sup>IV</sup> Cr <sup>3+</sup> ou CrO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	350,6	0,029	102	0,0058	0,008	0,006
Sr	Sr <sup>2+</sup>	347	19,37	369	34,87	5,582	9,450
Ba	Ba <sup>2+</sup>	341	0,28	126	0,37	0,082	0,294
Cu	Cu <sup>2+</sup>	212	0,12	245	0,145	0,056	0,059
Pb	Pb <sup>2+</sup>	265,1	0,0032	159	0,0028	0,001	0,002
Ni	Ni <sup>2+</sup>	192	0,125	31	<LQ	0,065	NC
V	V (IV) VO <sub>2</sub> <sup>2+</sup> V(V) VO <sub>4</sub> <sup>3-</sup>	65,2	0,103	42,1	0,022	0,158	0,052
Mo	MoO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> MoO <sub>2</sub> <sup>+</sup>	25,5	0,104	8,9	0,28	0,408	3,146
As	AsO <sub>3</sub> <sup>2-</sup>	14,4	0,066	19	0,043	0,460	0,226
Co	Co <sup>2+</sup>	15,5	<LQ	10,3	<LQ	NC	NC
Cd	Cd <sup>2+</sup>	0,64	<LQ	0,64	<LQ	NC	NC
Sb	Sb <sup>3+</sup>	9,3	0,32	19	0,6044	3,424	3,181
Se	SeO <sub>3</sub> <sup>2-</sup>	<LQ	<LQ	<LQ	0,16	NC	NC
Fluorures	F-	nm	1,72	nm	16,26	--	--
Chlorure	Cl-	nm	138,8	nm	74,4	--	--
C tot *	Organique et minéral	118827	--	71890	--	--	--
C <sub>minéral</sub> *	Calcite, dolomite....	26227	--	38090	--	--	--
C <sub>org</sub> *	HAP, matière organique...	92600	--	33800	--	--	--

\* mesure sur la fraction totale du sol (mesure sur le solide).

Les sulfates sont relargués à 65% et 25% respectivement dans SBB et SI. Cette différence peut être due à plusieurs phénomènes : soit une différence minéralogique entre les phases sulfatées (or la diffraction de rayons X montre que la phase sulfatée majoritaire dans les deux sols est le gypse avec des traces d'anhydrite et de bassanite, ces deux phases pouvant augmenter la solubilité apparente du gypse), soit une différence de granulométrie des grains de gypse exposés à l'eau. Plus la surface est

grande et plus la dissolution sera rapide et donc les quantités éluées seront plus importantes. Ce point particulier devra faire l'objet d'essais supplémentaires pour valider cette hypothèse et mettre en évidence dans quelle mesure la manière dont on broie le matériau avant l'essai de lixiviation a un impact sur les quantités lixiviées.

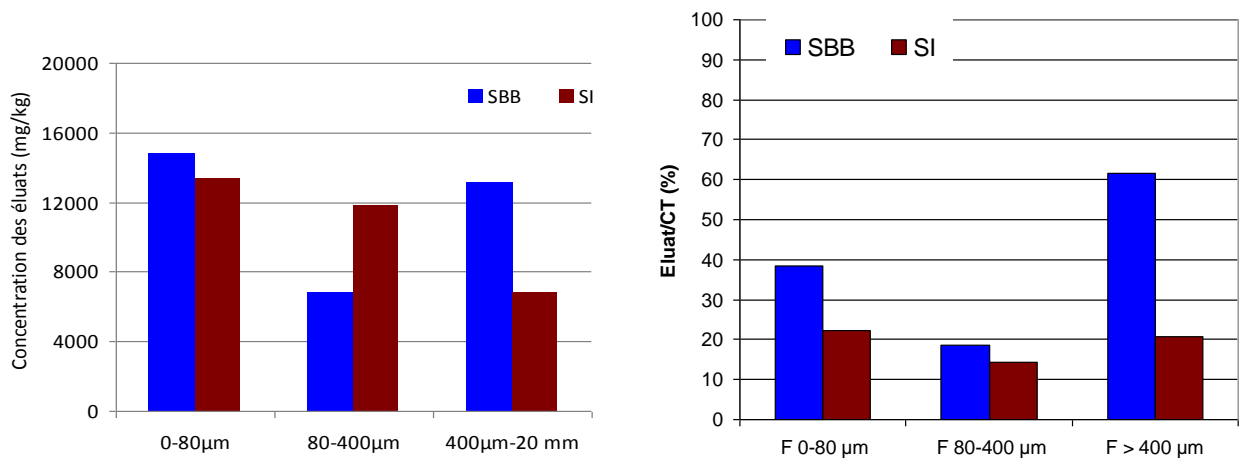
Par ailleurs, les sulfates en solution ne peuvent dépasser une concentration maximale, ce qui peut contribuer à expliquer la différence de taux de relargage des sulfates dans SI et SBB. Une fois cette concentration atteinte (équilibre entre le gypse et la solution aqueuse), la dissolution s'arrête : cette concentration correspond à environ 2,5 g/L de gypse dans les conditions normales de température et de pression et dans l'eau pure (mais le gypse forme facilement des solutions sursaturées). Cela correspond à 1,38 g/L de  $SO_4$ . L'étude de *Barbuda et al. (2012)* a abouti également à des seuils de gypse et de céramique au-delà desquels la solubilité du gypse est stable. Les seuils de l'étude sont de 4.4% pour le gypse et 30% de céramique. Les quantités de gypse (Gy) et de céramique (Rb) dans nos sols selon l'essai de tri sont de 3,8-4,9% et de 1,8-1,3%, alors que la DRX donne une quantité de gypse de l'ordre de 3-73,5%. Les quantités de gypse sont bien autour des valeurs proposées par les auteurs. Par ailleurs, la solubilité du gypse est impactée par plusieurs paramètres, dont le pH et le type de cation présent dans la solution (*Jang et Townsend, 2001*). Le chlorure de Mg ou de Na favorise, par exemple, sa dissolution, alors que d'autres composés comme le chlorure de calcium peuvent décroître sa solubilité. *Musson et al. (2008)* ont montré un accroissement de la dissolution du gypse en présence de forces ioniques plus grandes. Quant à l'effet du pH, une augmentation du pH tend à diminuer le relargage en sulfates. Néanmoins cette hypothèse peut être écartée, car le pH des lixiviats de Boulogne est plus élevé que celui d'Ivry.

La concentration en  $SO_4$  dans les éluats des deux sols est proche avec 1,29 g/L pour SBB et 1,06 g/L pour SI (ce qui correspond respectivement à 4305 et 3552 mg de S/kg).

### **Les lixiviations sur les fractions granulométriques**

La concentration des sulfates dans les éluats des différentes fractions granulométriques (Figure 98) reste quant à elle assez stable quelle que soit la fraction granulométrique testée, autour de 12000 - 16000 mg de  $SO_4$  /kg (soit 1,2 -1,6 g/L) sauf pour SI > 400  $\mu m$  et SBB 80-400  $\mu m$  dont les éluats contiennent autour de 7000 mg de  $SO_4$ /kg (soit 0,7 g/L).

L'hypothèse d'une dissolution plus importante en fonction de la surface spécifique du matériau granulaire lixivié (taille des particules de gypse) n'est pas clairement vérifiée dans ce cas. Ce résultat tendrait à montrer que, quelle que soit la fraction granulométrique testée, le gypse se trouve sous forme de fines < 80  $\mu m$ , ce qui est tout à fait possible. Des tests avec des éprouvettes de plâtre concassées devront être organisés pour poursuivre la discussion.



Échantillon	SO <sub>4</sub> (mg/kg) Contenu total calculé à partir de S (mg/kg)	SO <sub>4</sub> (mg/kg) Éluâts	SO <sub>4</sub> (g/L) Éluâts	Éluât /CT (%)
SBB 0-80 µm	38700	14813	1,48	38
SBB F 80-400 µm	36900	6806	0,68	18
SBB F > 400 µm	21300	13134	1,31	62
SI F 0-80 µm	60000	13383	1,34	22
SI F 80-400 µm	83100	11833	1,18	14
SI F > 400 µm	33000	6794	0,68	21

**Figure 98. Mobilité en lixiviation des sulfates dans les fractions granulométriques**

La concentration des autres éléments chimiques dans les éluats issus des lixiviations des fractions granulométriques, ainsi que les rapports entre éluât et concentration totale (CT), sont représentés sur la Figure 99, tracée à partir des données du Tableau 42 et du Tableau 43

Avec des concentrations comparables à celles des éléments majeurs, le strontium Sr se répartit de manière uniforme dans tous les compartiments granulométriques des sols SI et SBB, de même que le baryum Ba, l'arsenic As, le chrome Cr présent dans les éluats de SBB, le zinc Zn (de concentration plus élevée dans SI par rapport à SBB) et le vanadium V (ce dernier semble cependant plus concentré dans la fraction > 400 µm de SI). Le nickel dans le sol SBB se concentre dans les fractions fines, alors que cet élément est absent de SI.

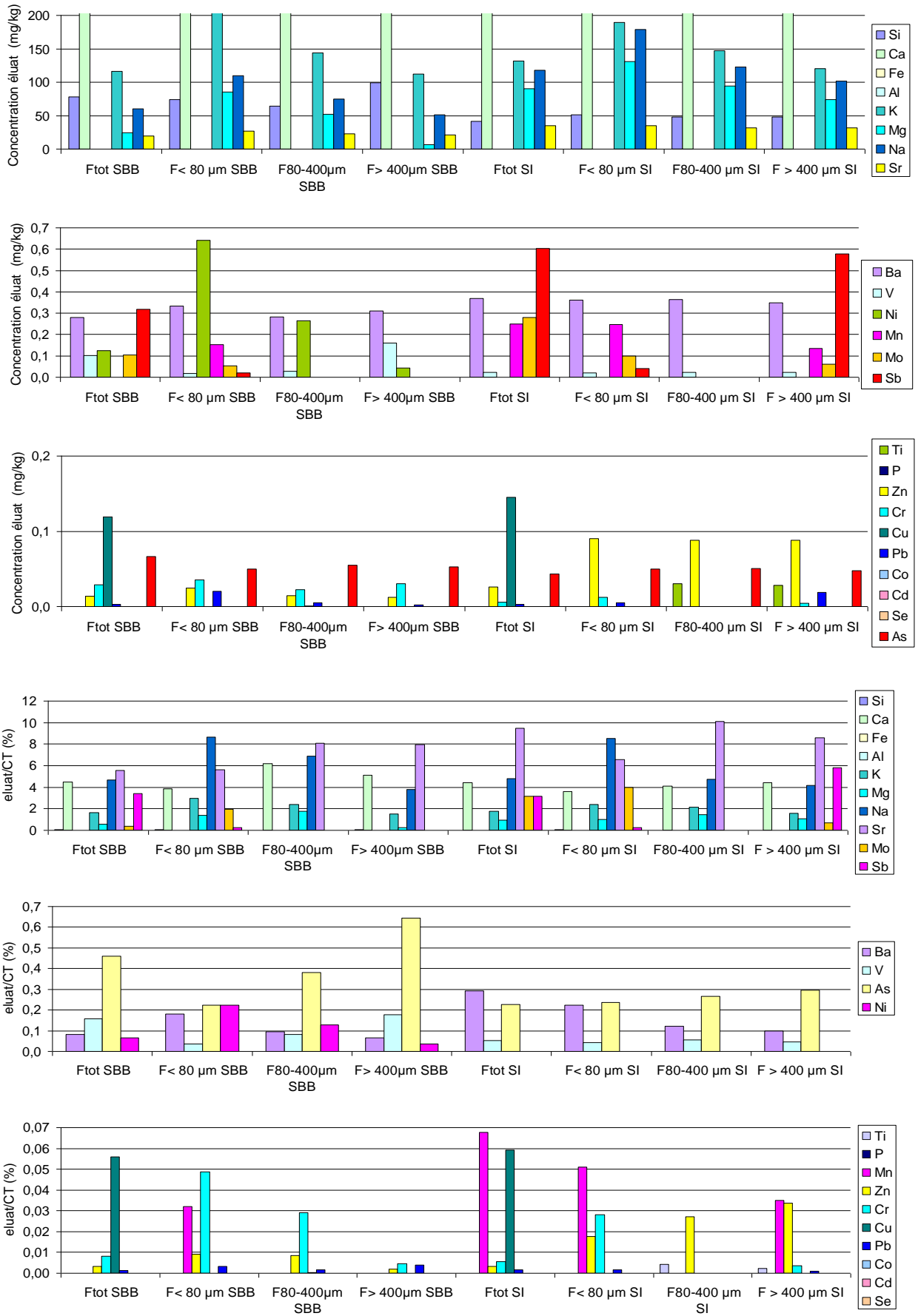
Le Sb et le Mo apparaissent ensemble dans certaines fractions granulométriques mais aucune tendance nette n'est mise en évidence. Un comportement similaire apparaît pour Mn. Si le cuivre apparaît dans les fractions totales des deux sols, il n'est pas détecté dans les fractions granulométriques mais il est présent cependant dans tous les éluats des composantes des sols (surtout dans la fraction fine X1). Le plomb semble plus concentré dans la fraction fine de SBB et dans la fraction grossière de SI, ce qui laisse supposer que sa forme dans les deux sols n'est pas la même.

Tableau 42. Composition chimique des éluats issus de la lixiviation des fractions granulométriques du sol de Boulogne

Elts	CT F <sub>tot</sub> mg/kg	eluat mg/kg	éluât/CT (%)	CT < 80 µm	eluat mg/kg	éluât/CT (%)	CT 80-400µm	eluat mg/kg	éluât/CT (%)	CT > 400µm	eluat mg/kg	éluât/CT (%)
Si	163008	78,1	0,048	134021	73,7	0,055	224262	64,2	0,029	266439	99,04	0,037
Ca	139926	6266,5	4,48	171814	6610,5	3,8	104750	6510,3	6,2	94931	6521,03	6,9
Fe	41473	<LQ	--	36287	<LQ	--	40623	<LQ	--	50419	<LQ	--
Al	26393	<LQ	--	28943	<LQ	--	19811	<LQ	--	28047	<LQ	--
K	6988	116,5	1,67	6867	204,2	2,97	5965	143,6	2,4	8120	112,46	1,38
Mg	4053	24,2	0,6	6243	85,1	1,36	2959	52,1	1,76	2862	6,7	0,234
Na	1281	60,22	4,7	1273	109,9	8,64	1094	75	6,85	1507	51,42	3,41
Ti	943	<LQ	--	926	<LQ	--	660	<LQ	--	978	<LQ	--
P	542	<LQ	--	772	<LQ	--	469	<LQ	--	404	<LQ	--
Mn	418	<LQ	--	479	0,15	0,032	381	<LQ	--	685	<LQ	--
Zn	400	0,013	0,003	270	0,025	0,009	171	0,015	0,009	189	0,012	0,006
Cr	350	0,029	0,008	72,8	0,036	0,049	78	0,023	0,029	204	0,03	0,015
Sr	347	19,37	5,58	480	27	5,62	285	23	8,07	279	21	7,53
Ba	341	0,28	0,082	186	0,33	0,180	301	0,28	0,094	290	0,31	0,107
Cu	212	0,12	0,056	262	0,000	0,000	218	0,000	0,000	679	0,000	0,000
Pb	265,1	0,003	0,001	639	0,020	0,003	336	0,005	0,002	161	0,002	0,001
Ni	192	0,12	0,06	286	0,64	0,224	207	0,26	0,128	127	0,043	0,034
V	65,2	0,10	0,16	47	0,017	0,037	34	0,028	0,083	53,4	0,161	0,302
Mo	25,5	0,10	0,41	2,8	0,054	1,929	2,3	<LQ	--	11,2	<LQ	--
As	14,4	0,066	0,46	22,3	0,050	0,222	14,4	0,055	0,380	8,9	0,053	0,594
Co	15,5	<LQ	--	17	<LQ	--	26,7	<LQ	--	15,9	<LQ	--
Cd	0,64	<LQ	--	0,55	<LQ	--	0,3	<LQ	--	0,21	<LQ	--
Sb	9,3	0,32	3,42	7,3	0,020	0,27	7,2	<LQ	--	4,1	<LQ	--
Se	<LQ	<LQ	--	<LQ	<LQ	--	<LQ	<LQ	--	<LQ	<LQ	--

**Tableau 43. Composition chimique des éluats issus de la lixiviation des fractions granulométriques du sol d'Ivry**

Elt s	CT F <sub>tot</sub> mg/kg	eluat mg/kg	éluât/CT (%)	CT < 80 µm	eluat mg/kg	éluât/CT (%)	CT 80-400 µm	eluat mg/kg	éluât/CT (%)	CT > 400 µm	eluat mg/kg	éluât/CT (%)
Si	190629,000	41,400	0,022	147505,000	51,555	0,035	187088,000	47,991	0,026	205846,000	47,990	0,023
Ca	150037,000	6660,000	4,439	181084,000	6504,180	3,592	160128,000	6579,687	4,109	153826,000	6835,000	4,443
Fe	24255,000	<LQ	--	23407,000	0,362	0,002	25024,000	<LQ	--	22914,000	<LQ	--
Al	22989,000	<LQ	--	27999,000	<LQ	--	22073,000	<LQ	--	25175,000	<LQ	--
K	7491,000	132,000	1,762	7857,000	189,242	2,409	6778,000	146,985	2,169	7470,000	120,200	1,609
Mg	9602,000	90,200	0,939	12904,000	130,864	1,014	6615,000	94,532	1,429	7114,000	74,200	1,043
Na	2439,000	117,700	4,826	2094,000	178,803	8,539	2593,000	122,424	4,721	2460,000	101,900	4,142
Ti	769,000	<LQ	--	1210,000	<LQ	--	717,000	0,030	0,004	1230,000	0,028	0,002
P	882,000	<LQ	--	1035,000	<LQ	--	1001,000	<LQ	--	1236,000	<LQ	--
Mn	370,000	0,250	0,068	482,000	0,246	0,051	336,000	<LQ	--	387,000	0,136	0,035
Zn	822,000	0,026	0,003	516,000	0,090	0,018	324,000	0,088	0,027	260,000	0,088	0,034
Cr	102,000	0,006	0,006	43,000	0,012	0,028	92,000	<LQ	0,000	119,000	0,004	0,004
Sr	369,000	34,870	9,450	534,000	34,907	6,537	313,000	31,600	10,096	368,000	31,600	8,587
Ba	126,000	0,370	0,294	162,000	0,362	0,223	299,000	0,364	0,122	352,000	0,349	0,099
Cu	245,000	0,145	0,059	348,000	0,000	0,000	249,000	0,000	0,000	237,000	0,000	
Pb	159,000	0,003	0,002	358,000	0,005	0,001	1224,000	<LQ	--	1678,000	0,019	0,001
Ni	31,000	<LQ	---	37,000	<LQ	--	28,000	<LQ	--	29,000	<LQ	--
V	42,100	0,022	0,052	46,300	0,020	0,043	42,200	0,024	0,057	52,600	0,024	0,046
Mo	8,900	0,280	3,146	2,500	0,099	3,960	7,300	<LQ	--	8,700	0,062	0,713
As	19,000	0,043	0,226	21,000	0,050	0,238	19,000	0,050	0,265	16,000	0,047	0,296
Co	10,300	<LQ	--	11,900	<LQ	--	10,000	<LQ	--	11,200	<LQ	--
Cd	0,640	<LQ	--	0,750	<LQ	--	1,150	<LQ	--	0,360	<LQ	--
Sb	19,000	0,604	3,181	17,000	0,040	0,235	40,000	0,000	0,001	10,000	0,579	5,790
Se	0,000	0,160	--	0,000	0,000	--	0,000	0,000	--	0,000	<LQ	---



**Figure 99. Concentrations des éluats issus de l'essai de lixiviation de la fraction totale et des fractions granulométriques dans les sols SBB et SI et calcul des rapports éluats/CT**

Concernant les rapports éluât/CT mesurés sur les fractions granulométriques, on note un comportement assez similaire des deux sols. Les éléments majeurs sont les éléments lixiviés avec les quantités les plus importantes. Les éléments les plus mobiles sont le Ca (3,5-7%), le K (1,5-3%) le Na (4-8,5%), le Sr lié aux sulfates (0,5- 9,5%), le Mo (0,5 -3,9%), Mg (0,5 – 2%) et Sb (0,1 – 6%). On trouve ensuite Ba, V et As avec des rapports éluât/CT entre 0,1 et 1%, puis tous les autres éléments ont un taux de relargage  $< 0,1\%$ .

### **Les composantes des squelettes granulaires**

Un travail similaire a été réalisé sur les artefacts. Les résultats de lixiviation des différentes composantes du sol sont donnés dans le Tableau 44 et le Tableau 45 et illustrés sur la Figure 100 et Figure 101. Les résultats pour la lixiviation des sulfates sont donnés dans le Tableau 46.

On observe sur les éluats des artefacts que le strontium semble plus concentré dans les éluats des fractions gypseuses, ce qui confirme que cet élément est bien associé au gypse en tant qu'impureté. Comme attendu, les plus fortes concentrations de sulfates lixiviés dans le Tableau 46 se rencontrent dans la famille Gy (gypse) avec des valeurs qui dépassent 20000 mg/kg, mais également dans la famille X1, SNF et Ru de SI, et dans la famille SF de SB. Ce résultat concorde avec les conclusions de *Barbuda et al. (2012)*. Les auteurs ont trouvé que, sur 19 déchets de construction et de démolition, les plus grandes quantités en sulfates sont relarguées depuis le gypse, les agrégats mixtes contenant du gypse et la céramique. *Eighmy (1994)* a montré également que les sulfates de calcium, hydratés ou non, sont les espèces majoritaires contrôlant le relargage des sulfates dans un mâchefer.

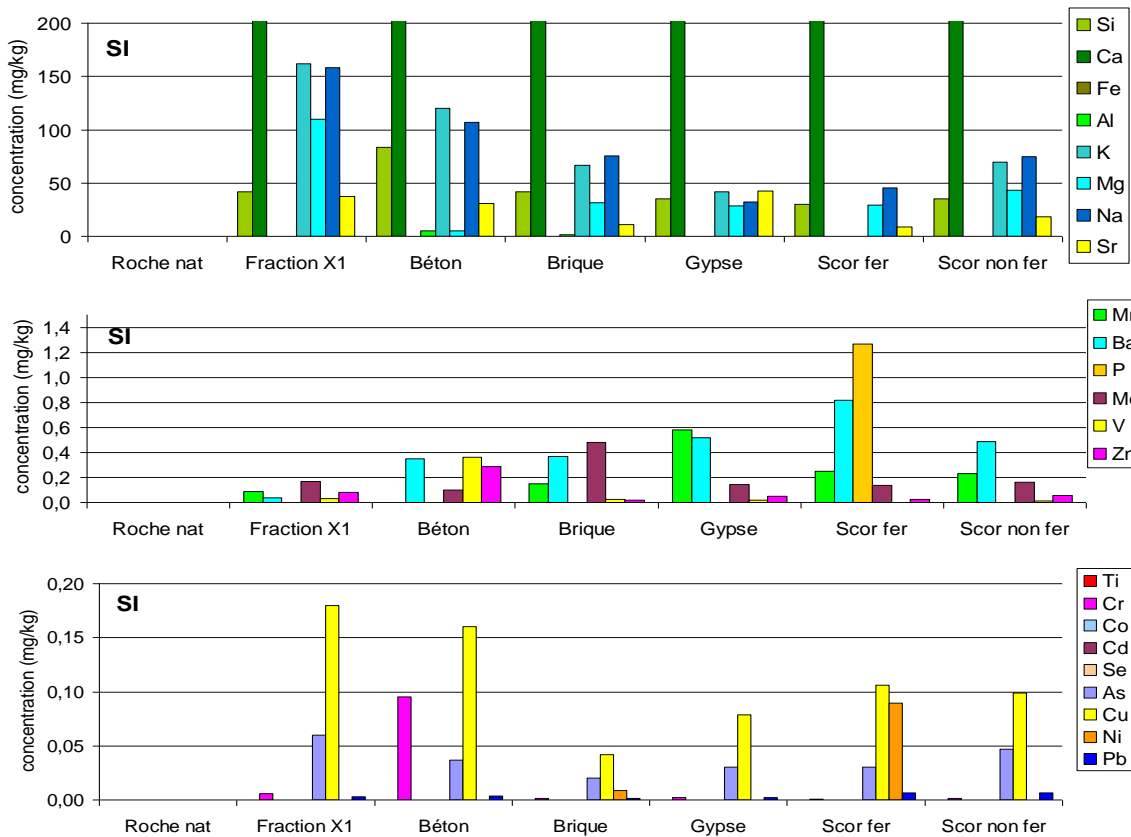
Plus intéressant, si nous avons noté que les scories possédaient les contenus totaux les plus concentrés en éléments polluants, notamment les métaux lourds, ces éléments sont peu lixiviés. Les taux de lixiviation restent similaires à ceux observés pour les autres artefacts, voire même inférieurs. Les ETM sont probablement présents dans la matrice des scories (et un peu à leur surface) où ils sont peu lessivables alors que, dans les autres fractions, ils sont peut-être plus à l'état de trace en surface des autres artefacts, ce qui expliquerait des niveaux de relargage quasi similaires malgré des contenus totaux très différents.



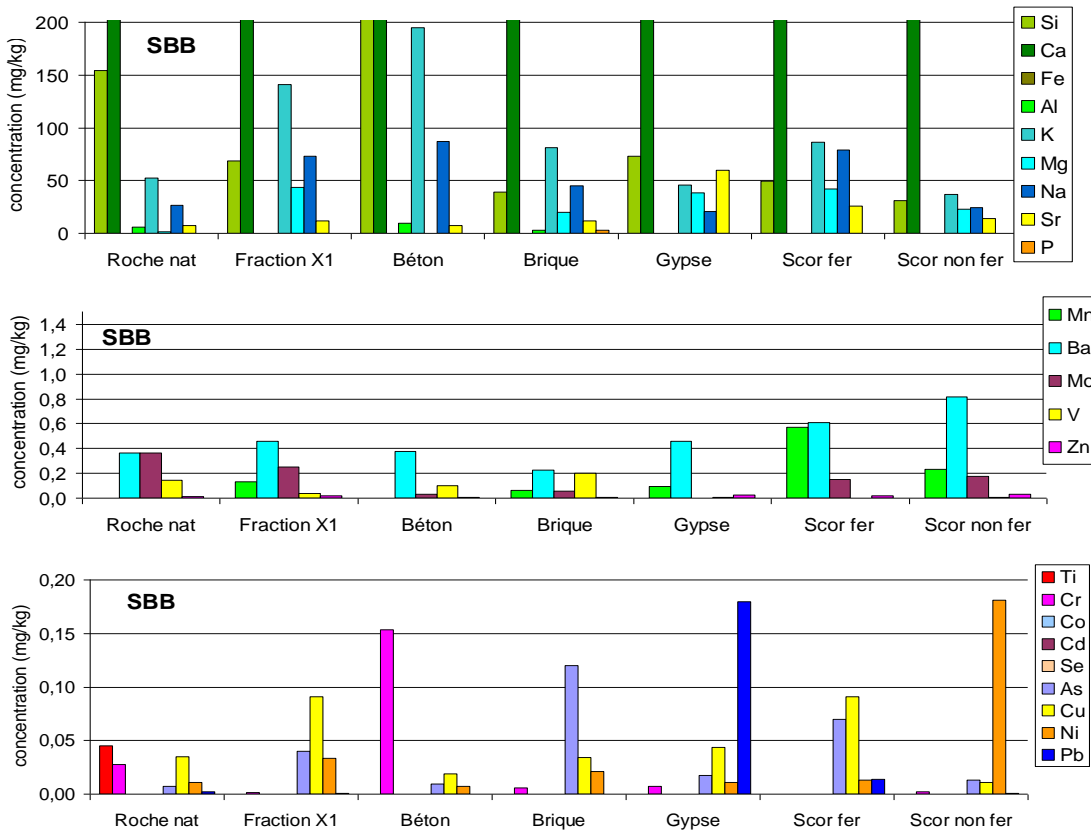


Tableau 45. Composition chimique des éluats issus de la lixiviation des composantes issues du tri du sol d'Ivry

SI	Roche nat éluât mg/kg	éluât /CT (%)	Fraction X1 éluât mg/kg	éluât /CT (%)	Béton éluât mg/kg	éluât /CT (%)	Brique éluât mg/kg	éluât /CT (%)	Gypse éluât mg/kg	éluât /CT (%)	Scor fer éluât mg/kg	éluât /CT (%)	Scor non fer éluât mg/kg	éluât /CT (%)
Si	Non mesuré		42,1	0,022	83,29	0,037	41,65	0,013	34,93	0,014	29,96	0,028	34,82	0,020
Ca			6570	4,703	6940	7,988	1048	5,016	6730	18,214	1101,3	1,864	2496	4,432
Fe			<LQ		<LQ		0,05	0,000	0,058	0,003	<LQ		0,125	0,000
Al			<LQ		5,2	0,059	1,4	0,002	<LQ		<LQ		<LQ	
K			162	1,740	120,3	3,330	66,5	0,464	41,7	4,348	<LQ		69,3	0,490
Mg			110	1,108	4,8	0,158	31,6	0,470	28,7	0,280	29,38	0,316	42,89	0,497
Na			158	8,852	106,6	4,986	75,5	2,644	32	10,774	45,25	0,725	74,8	0,899
Ti			<LQ		<LQ		<LQ		<LQ		<LQ		<LQ	
P			<LQ		<LQ		<LQ		<LQ		1,27	0,039	<LQ	
Mn			0,09	0,023	<LQ		0,148	0,039	0,584	0,491	0,252	0,007	0,231	0,014
Zn			0,083	0,023	0,29	0,091	0,018	0,010	0,049	0,083	0,02268	0,002	0,056	0,007
Cr			0,006	0,005	0,0952	0,084	0,0013	0,001	0,0022	0,010	0,0011	0,000	0,0014	0,001
Sr			37	10,452	30,7	15,350	11	6,875	42,5	3,244	8,6790	2,284	18,21	4,409
Ba			0,036	0,011	0,349	0,187	0,367	0,053	0,521	0,840	0,82	0,049	0,486	0,038
Cu			0,18	0,091	0,00016	0,000	0,000042	0,000	0,000079	0,000	0,1059	0,003	0,099	0,017
Pb			0,003	0,001	0,0033	0,005	0,0016	0,000	0,0021	0,004	0,0062	0,000	0,0067	0,000
Ni			<LQ		<LQ		0,009	0,028	<LQ		0,0897	0,037	<LQ	
V			0,032	0,063	0,36	1,295	0,026	0,028	0,017	0,239	0,0024	0,002	0,012	0,010
Mo			0,167	2,227	0,1	1,176	0,48	3,871	0,141	6,714	0,135	0,556	0,165	1,279
As			0,06	0,375	0,037	0,617	0,02	0,125	0,0305	3,050	0,0301	0,018	0,0469	0,180
Co			<LQ		<LQ		<LQ		<LQ		<LQ		<LQ	
Cd			<LQ		<LQ		<LQ		<LQ		<LQ		<LQ	
Sb			0,337	3,370	0,398		0,285	4,750	0,404		0,298	0,187	2,187	5,911
Se			<LQ		<LQ		<LQ		<LQ		<LQ		<LQ	



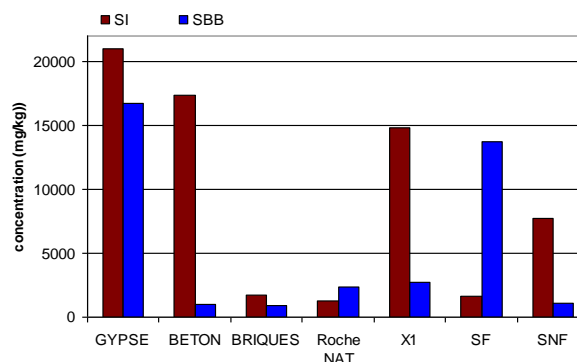
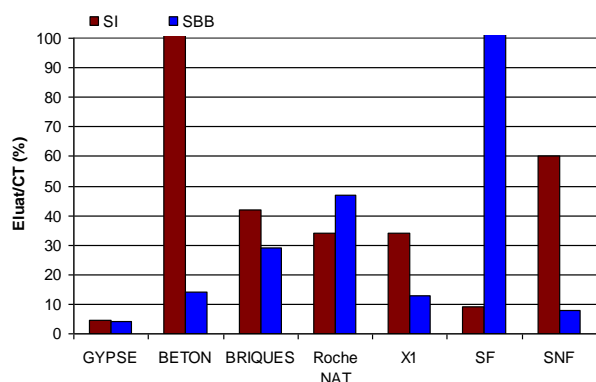
**Figure 100:Composition des éluats issus de l'essai de lixiviation des composantes du squelette granulaire dans le sol SI**



**Figure 101: Composition des éluats issus de l'essai de lixiviation des composantes du squelette granulaire dans le sol SB**

**Tableau 46. Concentration en sulfate des lixiviats des composantes (artéfacts) dans les sols SB et SI. \* valeurs aberrantes au-dessus de 100% et illustration sous forme d'histogramme.**

Échantillon	SO <sub>4</sub> (mg/kg) Contenu total (calcul à partir de S)	SO <sub>4</sub> (mg/kg) Éluâts	SO <sub>4</sub> (g/L) Éluâts	Éluât /CT (%)
	fraction triée broyée		fraction triée lavée	
SI GYPSE	470700	20987	2,09	4
SI BETON	10500	17387	1,73	166*
SI BRIQUES	4200	1746	0,17	42
SI Roche NAT	3600	1237	0,12	34
SI X1	43800	14824	1,48	34
SI SF	17400	1616	0,16	9
SI SNF	12900	7772	0,77	60
SB GYPSE	406200	16751	1,67	4
SB BETON	7500	1032	0,10	14
SB BRIQUES	3000	868	0,08	29
SB Roche NAT	5100	2403	0,24	47
SB X1	20700	2720	0,27	13
SB SF	3900	13751	1,37	353*
SB SNF	13800	1091	0,10	8



Concernant l'analyse des artefacts, l'ensemble des ratios calculés éluât/CT sont considérés comme des valeurs surestimées par rapport à la réalité. En effet, le CT des artefacts a été déterminé sur les artefacts triés après un lavage préliminaire sur les tamis (lavage imposé par la norme de tri). Les essais de lixiviation ont par contre été réalisés sur les artefacts triés et broyés. Par conséquent, les CT sont sous-estimés, ce qui aboutit à une situation où les rapports éluât/CT peuvent être > à 100% comme on peut le voir dans le cas des sulfates relargués dans les familles Rc de SI et dans SF de SB (le gypse étant une phase très soluble dans l'eau). Aucun autre rapport calculé dans le Tableau 44 et le Tableau 45 n'est supérieur à 100% (sauf dans un cas pour Sb), ce qui indique que les éléments autres que SO<sub>4</sub> n'appartiennent pas à des phases très solubles ou qu'ils ne se désorbent pas facilement des surfaces dans les conditions de lixiviation appliquées.

#### 4.2.2. Essai de lixiviation en faisant varier les paramètres de l'expérimentation

Des lixiviations à pH 12 après une agitation de 24h ont été réalisées afin de « simuler » l'effet d'un changement de pH comme en présence de chaux ou de liant hydraulique, sur le relargage/la fixation des polluants contenus dans les sols étudiés. En complément de la lixiviation normée NF EN 12457-2, qui prévoit 24h d'agitation dans de l'eau déminéralisée, des lixiviations similaires mais après 2 heures ou 3 jours d'agitation ont été réalisées afin de différencier les processus lents de dissolution, des processus de désorption (complexation) qui sont plus rapides, tous deux à l'origine du relargage de polluants.

#### + Résultats des lixiviations

Les mesures de pH et de conductivité sur les lixiviats récupérés après un essai de lixiviation avec des conditions expérimentales différentes de celles de la norme sont présentées dans le Tableau 47.

Les résultats des mesures de concentration en sulfates dans les lixiviats et de l'analyse chimique élémentaire par ICP/OES sont quant à eux présentés dans le Tableau 48, le Tableau 49 et le Tableau 50. Les essais ont été effectués à chaque fois sur trois prises d'essais, ce qui permet de calculer des écarts-types. Les mesures avec un coefficient de variation de plus de 50% sont notées dans des cases orangées.

**Tableau 47: pH et conductivité des lixiviats récupérés après modification des conditions expérimentales de l'essai de lixiviation (M : moyenne et  $\sigma$  : écart-type)**

	Lix 2 h		Lix 24 h		Lix 3 j		Lix pH 12		Lix 2 h		Lix 24 h		Lix 3 j		Lix pH 12	
	SB		SB		SB		SB		SI		SI		SI		SI	
	M	$\sigma$	M	$\sigma$	M	$\sigma$	M	$\sigma$	M	$\sigma$	M	$\sigma$	M	$\sigma$	M	$\sigma$
pH	9,5	0,39	9,56	0,2	9,5	0,55	10,6	0,22	8,2	0,09	8,31	0,13	8,4	0,14	9,7	0,11
Conduct. ( $\mu$ S/cm)	1983	62,8	2164	39	2203	3,2	2297	61,4	2216	14	2263	6,6	2291	9,5	2397	28,7

**Tableau 48 Concentration en mg/kg de sulfates dans les lixiviats (CV: coefficient de variation)**

	Sol SB			Sol SI		
	Moyenne M	Écart type $\sigma$	CV(%)	Moyenne M	Écart type $\sigma$	CV (%)
lix 2h	23300	8920	38,28	15860	10120	63,80
Lix 24h	12916	1360	10,2	10657	2245	21
lix 3 j	22540	5860	25,99	25120	1130	4,50
pH 12	26530	5250	19,80	13470	2310	17,15

Tableau 49: Concentration des lixiviats en éléments majeurs et mineurs (en mg/kg) obtenus en modifiant les conditions expérimentales de l'essai de lixiviation normé pour le sol SB.

	SB 2h			SB 24h			SB 3 j			SB pH 12		
	Moyenne	$\sigma$	CV	Moyenne	$\sigma$	CV	Moyenne	$\sigma$	CV	Moyenne	$\sigma$	CV
Si	48,8	5,8	12	78,1	3,7	5	73,7	11,3	15	104,6	1,07	1
Al	0,44	0,15	34	< (0,1)	0		0,63	0,077	12	1,58	0,64	41
Ca	6041	322	5	6266,5	140,9	2	6537	169	3	6166	275	4
K	117	3,3	3	116	5,9	5	139	2	1	143	7,3	5
Na	56,4	2,9	5	60,2	4,4	7	65,3	2,5	4	822,31	53,9	7
Fe	< 0,05	0		< 0,05	0		0,1	0,04	40	0,05	0,001	2
Mg	35,8	5,7	16	24,2	1,8	7	24,2	14,8	61	2,91	1,1	38
Ti	< 0,02	0		< 0,02	0		0,08	0,058	73	< 0,02	0	
P	< 1	0		< 1	0		< 1	0		< 1	0	
Mn	< 0,01	0		< 0,01	0		0,02	0		< 0,01	0	
Zn	0,00978	0,00179	18	0,0134	0,007	52	0,00685	0,00188	27	0,01156	0,00439	38
Cr	0,01	0,003	30	0,029	0,0035	12	0,02	0,006	30	0,02	0,001	5
Sr	17,1	0,5	3	19,4	1,5	8	22,7	1,44	6	17,86	0,12	1
Ba	0,21	0,002	1	0,28	0,01	4	0,32	0,017	5	0,26	0,009	3
Cu	0,15	0,029	19	0,198	0,044	22	0,36	0,091	25	0,31	0,017	5
Pb	< 0,001	0		0,0031	0,0012	39	< 0,001	0		< 0,001	0	
Ni	0,073	0,01		0,12	0,025	21	0,1	0,019	19	0,07	0,02	29
V	0,03941	0,00925	23	0,1	0,006	6	0,1	0,044	44	0,15	0,026	17
Mo	0,08	0,09	113	0,11	0,046	42	0,15	0,048	32	0,09	0,015	17
As	0,03	0,002	7	0,066	0,0049	7	0,07	0,01	14	0,06	0,01394	23
Co	<(0,02)	0		<(0,02)	0		<(0,02)			<(0,02)	0	
Cd	<(0,001)	0		<(0,001)	0		<(0,001)			<(0,001)	0	
Sb	0,52	0		0,32	0,2	63	<0,1			0,16	0,03	19
Se	0,13	0		<0,05	0		<0,05			<0,05	0	

Tableau 50: Concentration des lixiviats en éléments majeurs et mineurs (en mg/kg) obtenus en modifiant les conditions expérimentales de l'essai de lixiviation normé pour le sol SI.

	SI 2 h			SI 24h			SI 3 j			SI pH 12		
	Moyenne	$\sigma$	CV	Moyenne	$\sigma$	CV	Moyenne	$\sigma$	CV	Moyenne	$\sigma$	CV
Si	26,6	1,11	4	41,4	3	7	46	1,6	3	44,8	0,68	2
Al	0,18	0,04	22	< (0,1)	0		0,31	0,13	42	0,68	0,19	28
Ca	6598	342,5	5	6660	109,2	2	6781	122,4	2	6624	108	2
K	133	7,2	5	132	3,6	3	143	2,3	2	143	2,6	2
Na	106,05	6,43	6	117,7	3,4	3	116,15	3,936	3	759,16	162,3	21
Fe	0,03	0	0	< 0,05	0		0,07	0,016	23	0,013	0	
Mg	79,47	4,3	5	90,2	9,9	11	86,62	2,905	3	25,09	12,258	49
Ti	< 0,02	0		< 0,02	0		0,02	0,004	20	< 0,02	0	
P	< 1	0		< 1	0		< 1	0		< 1	0	
Mn	0,05	0,002	4	0,25	0,18	72	0,15	0,035	23	< 0,01	0	
Zn	0,03	0,003	10	0,026	0,006	23	0,04617	0,02024	44	0,01608	0,00803	50
Cr	<LQ	0		0,0058	0,00066	11	0,01	0,001	10	0,01	0,001	10
Sr	23,8	1,59	7	34,9	3,2	9	35,09	1,44	4	21,21	0,81	4
Ba	0,23	0,013	6	0,37	0,02	5	0,36	0,004	1	0,2	0,015	8
Cu	0,13	0,01	8	0,145	0,015	10	0,15	0,011	7	0,45	0,063	14
Pb	< 0,001	0		0,0028	0,0013	46	< 0,001	0		< 0,001	0	
Ni	0,03	0,002	7	<0,001	0		0,03	0,003	10	0,02	0,003	15
V	0,01	0,002	20	0,022	0,0028	13	0,02	0,004	20	0,0988	0,039	39
Mo	0,04	0,01	25	0,28	0,17	61	0,19	0,01	5	0,11	0,009	8
As	0,03	0,003	10	0,043	0,0026	6	0,05	0,009	18	0,09	0,021	23
Co	<(0,02)	0		<(0,002)	0		<(0,002)	0		<(0,002)	0	
Cd	<(0,001)	0		<(0,001)	0		<(0,001)	0		<(0,001)	0	
Sb	0,2	0,07	35	0,6	0,41	68	0,37	0,18	49	0,22	0,027	12
Se	<0,05	0		<0,05			0,14	0		<0,05	0	

## Évolution de la lixiviation avec le temps de contact

Les pH des lixiviats récupérés après 2h ou 3 jours d'agitation sont basiques et du même ordre de grandeur que ceux des lixiviats récupérés au cours de l'essai de lixiviation normalisé qui fixe le temps d'agitation à 24h. Les valeurs de pH sont de 9,5 pour le sol de Boulogne pour les trois temps d'expérimentations (2h, 24h ou 72h). Le même constat a été fait sur le sol d'Ivry avec des valeurs moyennes de 8 ; 2 - 8,3 et 8,4 pour les temps d'expérimentation respectifs de 2h, 24h et 72h.

Ces pH basiques sont le résultat de la présence de carbonates et de phases cimentaires dans les sols. Si les proportions de carbonates dans les deux sols sont assez proches, alors la présence plus élevée d'éléments à base de béton dans le squelette granulaire du sol de Boulogne par rapport au sol d'Ivry (17,3% pour SB contre 2,1% pour SI) peut expliquer les différences de pH des lixiviats obtenus sur SB et SI. Les mécanismes qui permettent de relarguer ou d'adsorber des protons  $H^+$  (responsables du pH dans le milieu) sont des processus rapides, compte tenu que dès 2 h de contact le pH d'équilibre semble l'atteint.

Les conductivités des éluats (dans le Tableau 47) varient par contre en fonction des conditions de lixiviation imposées. L'évolution des valeurs des conductivités électriques en fonction des conditions expérimentales sont représentées sur la Figure 102. Les résultats montrent que la conductivité augmente rapidement sur les premières heures de contact avec l'eau lixivante puis plus lentement après 24h. Dans le cas du sol d'Ivry, l'équilibre semble atteint plus rapidement que dans le cas du sol de Boulogne. Entre 24h et 3 jours, l'évolution de la conductivité n'est que de 1,2% pour SI et de 1,8% pour SB. L'augmentation rapide puis lente de la conductivité des solutions en fonction du temps de contact sol/eau est signe d'une augmentation dans le relargage en ions.

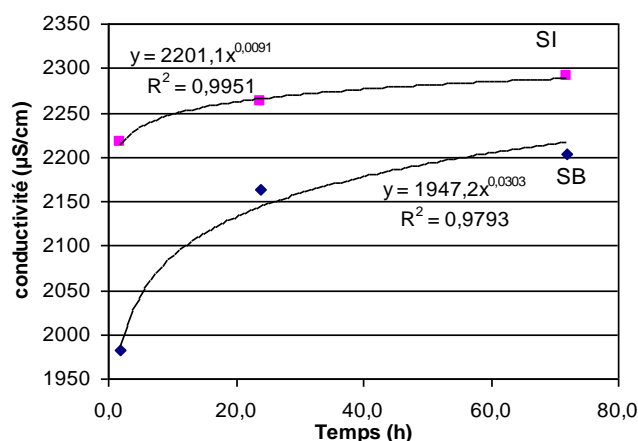


Figure 102: Évolution de la conductivité électrique en fonction du temps de contact sol/eau au cours de l'essai de lixiviation

Comme pour la lixiviation dans les conditions de la norme NF EN 12457-2, les résultats de la lixiviation en faisant varier les conditions expérimentales (Tableau 49) montrent que les sulfates

sont les principaux contaminants relâchés par les deux sols testés. En modifiant le temps de contact sol/eau de 2h à 24h puis 3 jours, les quantités de sulfates relargués dans le sol de Boulogne passent de 23300 mg/kg à 12616 mg/kg puis à 22540 mg/kg. Compte tenu de l'écart type sur les valeurs, il est difficile d'apprécier une réelle évolution de la quantité de sulfates relargués dans ce cas. Néanmoins, la quantité de sulfates lixiviés est importante dès 2h de contact, ce qui confirme la forte solubilité du gypse. Les coefficients de variation élevés montrent également que la quantité d'artefact en gypse d'un sous-échantillon à un autre est probablement variable, ce qui contribue à expliquer les forts coefficients de variation. On doit envisager également un effet possible (mais non validé jusqu'à présent) de la taille des grains de gypse contenus dans chaque sous-échantillon, dont la dissolution varie en fonction de la surface spécifique au contact de l'eau lixivante.

Pour le sol d'Ivry, on aboutit aux mêmes conclusions que pour le sol de Boulogne, avec des quantités de sulfates passant de 15860 mg/kg à 10657 puis 25120 mg/kg.

Finalement, après 3 jours de lixiviation, les quantités des sulfates relargués restent du même ordre de grandeur dans le sol de Boulogne et dans le sol d'Ivry, soit 22540 mg/kg et 25120 mg/kg respectivement (correspondant à 2,2 et 2,5 g/L). Ces valeurs sont supérieures à la solubilité du gypse pur, soit 2,5 g de gypse / L correspondant à 1,38 g/L de  $\text{SO}_4$ . La sursaturation est potentiellement due à la présence des autres espèces lixiviées en solution comme le sodium, le Pb, le Ba. Outre les sulfates, les éléments majeurs et les éléments traces mesurés dans les lixiviats après 24h de contact se retrouvent également dans les lixiviats après 2h et 3 jours de contact. On retrouve un comportement parfaitement similaire quelle que soit la durée du contact sol/lixiviant. Les éléments peu voire pas lixiviés sont Al, Fe, Ti, P et Mn pour les éléments majeurs alors que les éléments Na et K (cations libres ou échangeables dans le sol), Si (associé aux silicates et aluminosilicates), Ca et Mg (associés aux carbonates et aux cations libres ou échangeables dans le sol) sont relargués en quantité. Les autres éléments, notamment les éléments traces métalliques, se retrouvent à l'état de trace dans les solutions. Le relargage en silicium semble légèrement impacté par le temps de contact sol/eau. Pour le sol de Boulogne, on a noté au bout de 2h d'essai une quantité de 48,8 mg/kg puis elle passe à 78,1 mg/kg à 24h et semble se stabiliser car elle atteint 73,7 mg/kg à 72h. Pour le sol d'Ivry, la même tendance est observée avec néanmoins des quantités plus faibles (26,6 mg/kg à 2h et 46 mg/kg à 72h). Cette tendance met en évidence que les silicates ou aluminosilicates (argiles et feldspaths voire silice, cristobalite ou quartz) sont soumis à un processus de dissolution lente qui peut s'expliquer par le fait que les solutions sont légèrement basiques. En effet, les composés à base de silice sont généralement plus instables en milieu basique (dès pH 9) alors qu'en milieu acide ils sont stables. Les argiles se dissolvent en milieu acide compte tenu de la possible attaque des couches octaédriques à base de Al (ou Fe et Mg) et en milieu basique par attaque des



couches tétraédriques à base de silicium. La dissolution des couches tétraédriques riche en Si déstabilise la structure de l'argile et donc entraîne une altération des couches octaédriques. Ce processus explique pourquoi on observe également une augmentation de la quantité de Al relargée (si on fait abstraction de la mesure à 24h sur SBB ou sur SI). Ce phénomène est encore plus net sur les résultats de lixiviation à pH 12 pour SBB.

Globalement, les autres éléments semblent présenter des quantités lixiviées stables dès 2 heures de contact, ce qui prouve que le processus de relargage est rapide (lavage des surfaces et relargage des éléments libres dans le sol comme les cations échangeables, désorption des éléments complexés, relargage des éléments très solubles,...). Le calcul des ratios éluâts/CT permet également de d'apprécier l'évolution du relargage des éléments avec le temps dans le Tableau 51 (avec le code couleur : orange pour les rapports > 1%, jaune pour les rapports entre 0,1 et 1% et gris ou blanc pour les rapports < 0,1%). On notera dans le Tableau 49 et le Tableau 50 :

- une augmentation du Sr au cours du temps, ce qui tend à prouver que le gypse dont il est issu continue de se dissoudre légèrement au cours du temps. Si le Sr est considéré comme un élément labile, il pourrait être relargué de manière préférentielle par le gypse sans pour autant que le squelette gypseux se dissolve totalement (il pourrait s'agir d'une dissolution non stoechiométrique) ;
- une lixiviation de Ba légèrement impactée par le temps de contact avec une augmentation des quantités, ce qui suggère que cet élément est lié à une phase qui se dissout comme par exemple les carbonates à base de Ca, dont on observe une légère augmentation avec le temps dans le cas de SI ou de SBB. Cependant les corrélations en fluorescence X effectuées dans le chapitre 3 n'ont pas mis en évidence de lien entre Ca ou Mg et Ba mais plutôt un lien avec des phases anthropiques. Le baryum est régulièrement observé dans les sites d'enfouissement (*Jani, 2016 ; Burlakovs, 2016*) et peut être lié à des cendres sous forme de sulfate de baryum (*Rigo, 2009*) ;
- une légère hausse des quantités pour Cr, As et Mo, alors que Cu montre une réelle augmentation au cours du temps dans le cas de SBB mais peu d'évolution dans le cas de SI (cela tend à montrer que Cu n'est pas porté par les mêmes phases dans les deux sols) ;
- un comportement de Sb plus difficile à décrypter, car les mesures montrent une certaine hétérogénéité entre les sous-échantillons testés (cet élément doit être potentiellement porté par des phases isolées non réparties de manière homogène). Les fortes valeurs de CV vont dans ce sens.

**Tableau 51: Rapports éluats/CT de la fraction totale des sols SB et SI dans différentes conditions expérimentales.**

Elts	ratio %	ratio %	ratio en %	ratio %	ratio %	ratio %	ratio %	ratio %
	SB LIX 2h	SB lix 24h	SB LIX 3j	SB LIX Ph 12	SI LIX 2h	SB lix 24h	SI LIX 3j	SI LIX PH 12
Si	0,03	0,048	0,05	0,06	0	0,022	0,02	0,02
Ca	4,32	4,48	4,67	4,41	4,4	4,44	4,52	4,42
Al	0	NC	0	0,01	0,12	NC	0	0
Fe	0	NC	0	0	0	NC	0	0
K	1,67	1,667	1,99	2,04	1,77	1,762	1,91	1,91
Mg	0,88	0,597	0,6	0,07	0,83	0,939	0,9	0,26
Na	4,41	4,701	5,1	64,19	4,35	4,826	4,76	31,13
Ti	0	NC	0,01	0	0	NC	0	0
P	0	NC	0	0	0	NC	0	0
Mn	0	NC	0	0	0,01	0,068	0,04	0
Zn	0	0,003	0	0	0	0,003	0,01	0
Cr	0	0,008	0,01	0,01	0	0,006	0,01	0,01
Sr	4,94	5,582	6,54	5,15	6,45	9,45	9,51	5,75
Ba	0,06	0,082	0,09	0,07	0,19	0,294	0,29	0,16
Cu	0,07	0,056	0,17	0,14	0,05	0,059	0,06	0,18
Pb	0	0,001	0	0	0	0,002	0	0
Ni	0,04	0,065	0,05	0,04	0,09	NC	0,09	0,07
V	0,06	0,158	0,15	0,23	0,03	0,052	0,05	0,23
Mo	0,31	0,408	0,6	0,34	0,46	3,146	2,17	1,25
As	0,22	0,46	0,48	0,42	0,15	0,226	0,24	0,47
Co	0	NC	0,1	0	0	NC	0	0
Cd	0	NC	0	0	0	NC	0	0
Sb	1,85	3,424	0,17	1,77	1,04	3,181	1,93	1,17

### Évolution de la lixiviation avec le pH

En utilisant un lixiviant avec un pH alcalin à pH 12 (imposé à l'aide de soude NaOH), on a noté bien évidemment une évolution du pH des solutions lixiviées, qui passent de 9,5 à 10,6 pour SBB et de 8,3-8,4 à 9,7 pour SI. La diminution de pH de la valeur 12 à ces valeurs de pH à l'équilibre provient d'une part de la fixation des protons à la surface des minéraux et de la modification de la spéciation en solution des ions et, d'autre part, de la dissolution de certaines phases (consommation des OH<sup>-</sup>). La conductivité des solutions quant à elle augmente compte tenu des fortes quantités de NaOH ajoutés. On reste autour de 2297 µS/cm et 2397 µS/cm.

L'augmentation du pH de lixiviation ne semble pas avoir un impact très net sur le relargage des sulfates (c'est-à-dire sur la dissolution du gypse), ce qui est confirmé par un relargage de Sr à pH 12 similaire ou légèrement plus faible par rapport à celui enregistré à pH neutre. D'un côté, les lixiviats de SBB à pH 12 présentent une valeur de sulfates (autour de 22000-25000 mg/kg) qui se rapproche de celles obtenues à 2h et 3j de contact avec de l'eau déminéralisée comme lixiviant. D'un autre côté, cette valeur de sulfates dans le cas de SI (autour de 10000 – 15000 mg/kg) se rapproche des valeurs obtenues en lixiviation après 2h ou 24h de contact avec l'eau déminéralisée.

Pour les éléments majeurs et éléments trace, le fait de modifier le pH de lixiviation entraîne une augmentation du relargage en Si dont l'origine a été expliquée précédemment (dissolution des argiles voire des feldspaths ou de la silice amorphe). Concernant le Si dans le sol de Boulogne, les valeurs passent de 78 mg/kg à 105 mg/kg alors que, dans SI, la quantité de Si relargué à pH 12 reste du même ordre de grandeur que celle observée avec l'eau déminéralisée comme lixiviant. Par contre, on observe, dans le cas des deux sols, une augmentation de la quantité d'Al relargué. Une des phases porteuses de Al (soit les argiles, les feldspaths, les oxydes d'Al, la mullite, ...) semble être sensible au pH. La teneur en calcium semble diminuer compte tenu que le pH est propice à la précipitation de phases carbonatées comme la calcite (réaction avec le CO<sub>2</sub> de l'air). Cette observation vaut également pour le Mg dont la quantité diminue fortement dans les lixiviats à pH 12. La quasi stabilité du fer en solution au cours de la lixiviation à pH neutre ou à pH 12 montre que les scories (principales phases qui portent le fer) sont peu sensibles au pH (faible dissolution). Ti, P et Mn, pourtant présents dans le contenu total des deux sols, restent insensibles à la variation de pH (pas de dissolution et pas de désorption). Le cuivre semble sensible au pH notamment dans le sol SI où il passe de 0,14 mg/kg à 0,45 mg/kg (il varie de 0,20 à 0,31 mg/kg pour SBB) lorsque le pH varie des pH neutre vers les pH alcalins. Cela suggère que cet élément est potentiellement ou partiellement adsorbé sur des surfaces (complexation). Pour les autres éléments (Sb, Se, Cd, Co, Mo, V, Ni, Pb, Cr, Zn), la variation de pH de l'eau lixiviante n'entraîne pas clairement de relargage ou de piégeage de l'espèce.

#### 4.2.3. Conclusions des essais de lixiviation

Selon la réglementation en vigueur, les éléments qui posent problème en dépassant le seuil des déchets inertes sont les sulfates, les fluorures (pour SI), le carbone organique et l'antimoine Sb. Un usage en technique routière est cependant possible pour SI alors que le carbone organique atteint un taux dépassant le seuil des déchets non dangereux dans SBB empêchant son utilisation. Pour vérifier qu'il est bel et bien impossible de réutiliser SBB, une mesure de C<sub>org</sub> sur les éluats est nécessaire (mesure à réaliser ultérieurement).

Les éléments les plus mobiles au cours de la lixiviation des sols SI et SBB sont le Ca (3,5-7%), le K (1,5-3%) le Na (4-8,5%), le Sr lié au gypse très soluble (0,5- 9,5%), le Mo (0,5 -3,9%), Mg (0,5 – 2%) et Sb (0,1 – 6%). On trouve ensuite avec des rapports éluât/CT entre 0,1 et 1%, Ba, V et As puis tous les autres éléments ont des mobilités < 0,1%.

Enfin, si nous avons noté que les scories possédaient les contenus totaux les plus concentrés en éléments polluants notamment les métaux lourds, ces éléments sont peu lixiviés. Les taux de lixiviations restent similaires à ceux observés pour les autres artefacts, voire inférieurs.

Si les éléments majeurs constituent le squelette des phases minéralogiques identifiées dans les sols, les éléments mineurs et les traces sont localisés plus difficilement dans ces phases (excepté pour Sr). Or, pour tenter une modélisation géochimique du comportement des sols, il est nécessaire de connaître non seulement les phases présentes dans le sol et leur comportement mais également les porteurs des polluants.

Ils peuvent :

- **entrer dans la composition des phases majeures comme des impuretés dans les réseaux cristallins.** Dans ce cas, lorsque le composé se dissout l'élément est libéré selon une certaine stoechiométrie. On notera que les oxydes présents en grande quantité dans les scories peuvent se dissoudre en fonction du potentiel redox Eh et du pH. En milieu basique (les deux sols testés ont des pH autour de 8,3-9,5, sans doute par effet tampon des carbonates), ils sont plutôt stables sous leur forme précipitée selon les diagrammes de Pourbay. Cela peut expliquer les faibles teneurs de métaux lourds relargués. La dissolution des phases métalliques est également possible par des phénomènes d'oxydo-réduction (présence de couple redox et potentiel Eh du sol) mais ce processus ne semble pas entraîner un fort relargage de polluants au sein des scories SF, qui pourtant renferment la majorité du fer. C'est toujours le cas même pour un temps de contact de 3 jours ou un pH plus élevé. En effet, une lixiviation avec un temps de contact long doit permettre de mettre en évidence les phénomènes de dissolution des phases alors que la désorption est un phénomène qui se produit généralement plus rapidement. Les essais à 2h, 24h et 3 jours montrent que globalement les espèces de type ETM et traces ne voient pas leur concentration évoluer nettement avec le temps de contact (sauf Sr, Cu, Ba voire Cr, As et Mo). Cela signifie que la majorité des polluants sont contenus dans des phases stables en solution pour les pH de lixiviation testés. Les éléments dont la teneur évolue avec le temps sont sans doute portés par des phases faiblement solubles (phases sous forme de spot isolé ou en très faible quantité non détectables par DRX) ou bien des phases solubles telles que le gypse ou les carbonates et dans lesquels ils sont sous forme de trace. Il faut aussi tenir compte dans notre système des éléments dissous mais qui se recombinaient dans le sol (comme par exemple BaSO<sub>4</sub> qui précipite mais en milieu plutôt acide) ou qui se réadsorbent sur les surfaces (les ETM libérés par dissolution pourraient être réadsorbés par les différentes phases notamment les oxydes de fer présents et donc être totalement invisibles dans les lixiviats). Il faut noter également le rôle du CO<sub>2</sub> de l'air et des carbonates en solution. Les lixiviats sont en équilibre avec la P<sub>CO2</sub> et les carbonates se dissolvent pour tamponner le milieu. Une teneur en Ca est alors atteinte

à l'équilibre. On a également le principe d'électroneutralité dans le milieu aqueux (si des cations sont relargés alors des anions aussi) ;

- **être adsorbés en surface des phases majeures.** En milieu basique (pH des sols testés), les oxydes de fer voient leur charge de surface majoritairement négative, ce qui favorise l'adsorption des cations ( $\text{Ti}^{4+}$   $\text{Mn}^{2+}$   $\text{Zn}^{2+}$   $\text{Sr}^{2+}$   $\text{Ba}^{2+}$   $\text{Cu}^{2+}$   $\text{Pb}^{2+}$   $\text{Ni}^{2+}$   $\text{Co}^{2+}$   $\text{Cd}^{2+}$ ). La chimie de Cr est plus complexe avec  $\text{Cr}^{3+}$  (CrIII) ou  $\text{CrO}_4^{2-}$  (CrIV), de même que celle du vanadium  $\text{VO}^2$  (V(IV)) ou  $\text{VO}_4^{3-}$  (V(V)) ou du molybdène Mo ( $\text{MoO}_4^{2-}$  ou  $\text{MoO}_2^+$ ). L'adsorption ou non sur les surfaces de ces espèces va dépendre de la spéciation en solution donnée par les diagrammes de Pourbay (ces diagrammes sont susceptibles de varier en fonction de la présence d'autres espèces en solution et de la  $\text{P}_{\text{CO}_2}$ ). Les espèces anioniques  $\text{AsO}_3^{2-}$ ,  $\text{F}^-$   $\text{Cl}^-$  ou  $\text{SO}_4^{2-}$  seront par contre désorbées en milieu basique. Pour les cations, les tests de lixiviation à pH 12 ont révélé des teneurs peu variables par rapport aux concentrations mesurées sur les lixiviats obtenus à partir de l'eau déminéralisée (excepté pour le Cu dont le relargage semble augmenter). Si l'absence d'évolution des concentrations avec le temps de contact étaient en faveur d'éléments adsorbés en surface, la non évolution des teneurs avec le pH peut venir soit du fait que les éléments sont dans le réseau cristallographique de phases peu solubles, soit du fait que, finalement, les pH mesurés à l'équilibre pour l'essai à pH 12 ou l'essai à l'eau déminéralisée sont assez proches. Cette faible différence de pH n'entraîne finalement qu'un faible impact sur la sorption/désorption du pH. La variation attendue peut être comprise dans l'incertitude sur les mesures par ICP/OES, qui peut atteindre 20% lorsque l'on est proche de la limite de détection. Finalement, la lixiviation en milieu basique ne semble globalement pas entraîner plus de relargage. Une lixiviation en faisant varier le pH vers les milieux acides pourrait permettre également avec des temps de contact court de mettre en évidence les éléments adsorbés. Cependant, une acidification sera rapidement neutralisée par dissolution des carbonates. Il resterait à mieux mettre en évidence la nature et le rôle des phases riches en carbone organique qui, dans le cas de la matière organique « active » des sols de surface, joue un rôle déterminant dans les phénomènes de sorption/désorption ;
- **former des phases en faible quantité non décelables par diffraction de rayons X.** Une observation au MEBE avec des analyses ponctuelles par EDX sur les impuretés décelées par imagerie en électron rétrodiffusés, de même que les corrélations calculées à partir des analyses de fluorescence X, aident à détecter ces phases, mais elles restent difficiles à identifier (voir par exemple la Figure 104 qui montre la présence de composés à base de Fe, Pb Zn, S, Sn ou de Sn, Fe, Ni, Cu,) ;

- être sous forme libre dans la solution du sol (cations échangeables des argiles par exemple).

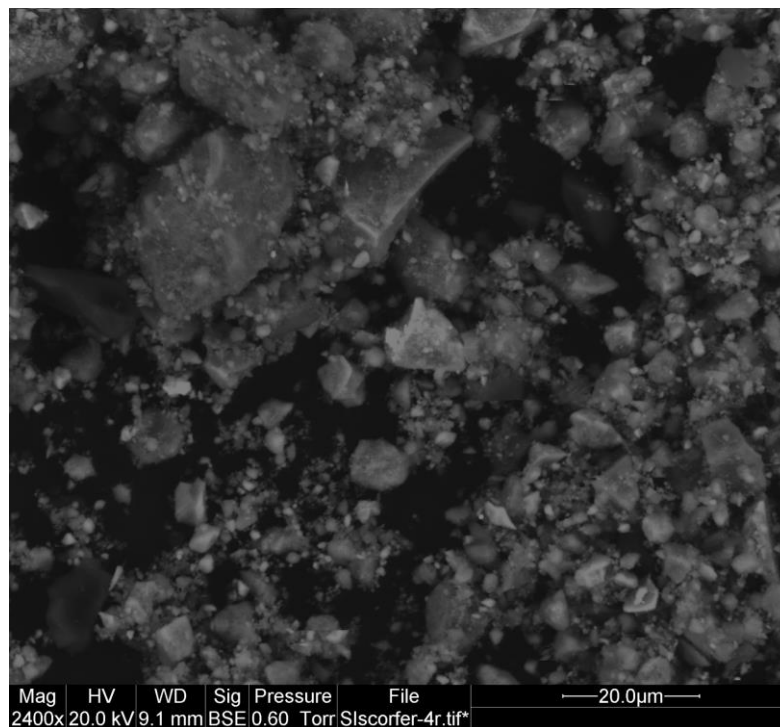
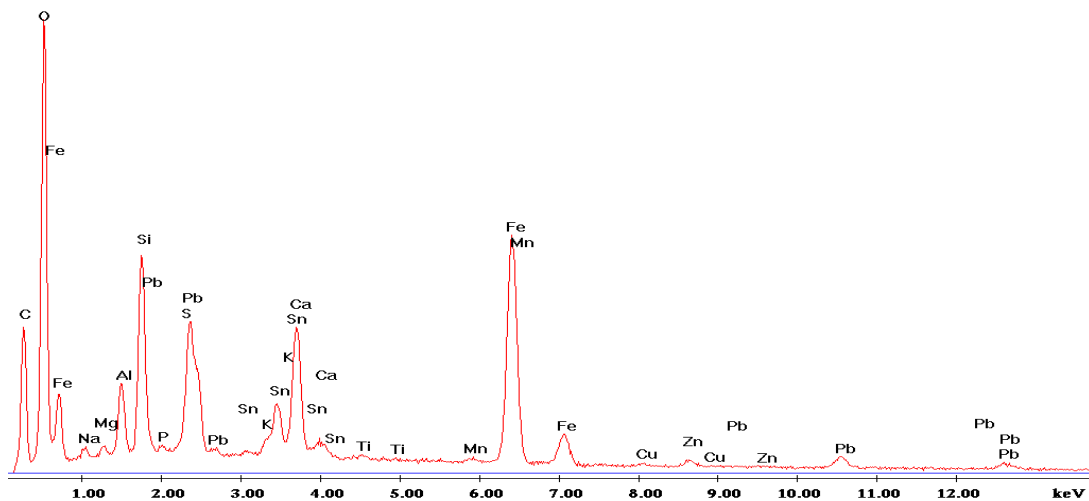
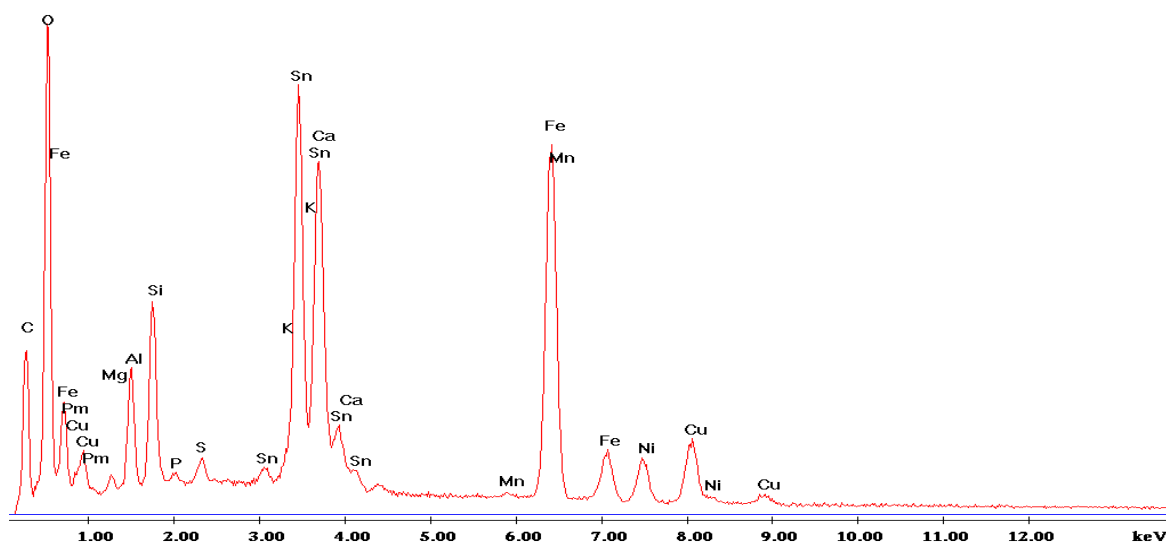


Figure 103: Observation au MEB des scories magnétiques de SI en contraste chimique (plus les particules sont claires, plus elles contiennent d'éléments lourds).





**Figure 104: Exemple de spectres de micro-fluorescence X couplée au MEB sur des particules micrométriques observées au niveau des scories magnétiques de SI (Figure 103).**

Enfin, ce travail n'a pas mis directement en évidence la capacité d'un traitement à la chaux ou au liant hydraulique à capter ou libérer des polluants. Un piégeage par co-précipitation est en effet possible par les CSH, comme l'ont montré de nombreuses recherches, notamment dans le domaine du stockage des déchets (des exemples mentionnant le piégeage de Zn : [Zak et Deja, 2015](#) ; [Caucoumes C et al; Vespa et al., 2014](#) ; [Gougar et al., 1996](#) ; [Gineys et al., 2011](#)). Les liants hydrauliques sont pressentis comme matrice de stockage pour certains éléments. De la même manière, la chaux dans un sol compacté est à l'origine en l'absence de CO<sub>2</sub> de la formation de CSH (en présence d'une source de Si) et en présence de CO<sub>2</sub> de calcite précipité. Il est possible localement que ces néoformations de CSH ou de calcite puissent piéger lors de leur précipitation des ETM par exemple. Un test de lixiviation sur des éprouvettes compactées traitées puis concassées devra être envisagé dans la suite de ce travail pour mettre en évidence la capacité d'un traitement géotechnique à piéger des polluants. Le relargage par effet pH n'a pas été mis en évidence par les tests de lixiviation présentés dans ce chapitre.

### **4.3. Étude par percolation de l'impact environnemental des sols urbains pour une valorisation en techniques routières**

L'objet des essais de percolation est d'étudier l'influence des opérations géotechniques sur le relargage des polluants. Quatre paramètres ont été suivis en fonction du temps de percolation traduit en termes de volume poral traversé : le coefficient de perméabilité des matériaux, le pH, la conductivité et enfin, la teneur en sulfate et autres éléments dans les percolats.

L'ensemble de l'étude a été menée sur le sol de Boulogne et le sol d'Ivry. Cependant, les essais étant très longs (plus d'un an) et le nombre de cellule de percolation limité, seuls les essais sur le sol de Boulogne compacté à l'OPN et l'OPM (pour mettre en évidence l'effet du compactage), traité à 1% de chaux ou traité à 5% de ciment (pour mettre en évidence l'effet du traitement) sont présentés dans ce manuscrit. Les essais de percolation sur SI compacté à l'OPN seront également comparés aux résultats obtenus sur le sol SB compacté à l'OPN pour évaluer dans quelle mesure les deux sols ont des comportements similaires ou divergents. On rappelle que pour chaque type de préparation d'éprouvettes, quatre éprouvettes « semblables » sont testées en parallèle pour évaluer la répétabilité des mesures.

#### 4.3.1. Caractéristiques des sols compactés/ traités mis en percolation

La préparation des éprouvettes par compactage et par traitement à la chaux (1%) ou au liant hydraulique (5%) puis compactage a été détaillée dans le chapitre 2.

Le compactage est déterminant au niveau de la percolation car il fournit une certaine microstructure au sol et le cheminement de l'eau dans le sol va dépendre directement de cette microstructure. Sur chantier, le compactage est réalisé de manière différente du compactage au laboratoire. Non seulement les méthodes de compactage varient (on rencontre au laboratoire des compactages statiques à la presse, compactages dynamiques de type Proctor, compactages au pied dameur...) mais les densités visées sur chantier peuvent également varier dans une certaine mesure autour de l'optimum Proctor avec un sur-compactage voire un sous-compactage d'un point à un autre. Cette variation de compactage mesuré par l'indice des vides  $e$  entraîne nécessairement une variation de la perméabilité.

Pour évaluer l'ordre de grandeur de cette variation la formule de Kozeny-Carman (4.3) a été utilisée. Cette formule permet en effet à partir de l'indice des vides  $e$  de calculer la perméabilité intrinsèque  $K$  des éprouvettes d'un sol granulaire (naturel ou compacté)

$$K = \frac{\phi^2}{5 A^2 (1 - \phi)^2} \quad 4.3$$

où  $K$  est la perméabilité intrinsèque ( $\text{cm}^2$ ),  $\phi$  est la porosité connectée avec  $\phi = \frac{e^2}{(1 - e)^2}$ ,  $e$  est

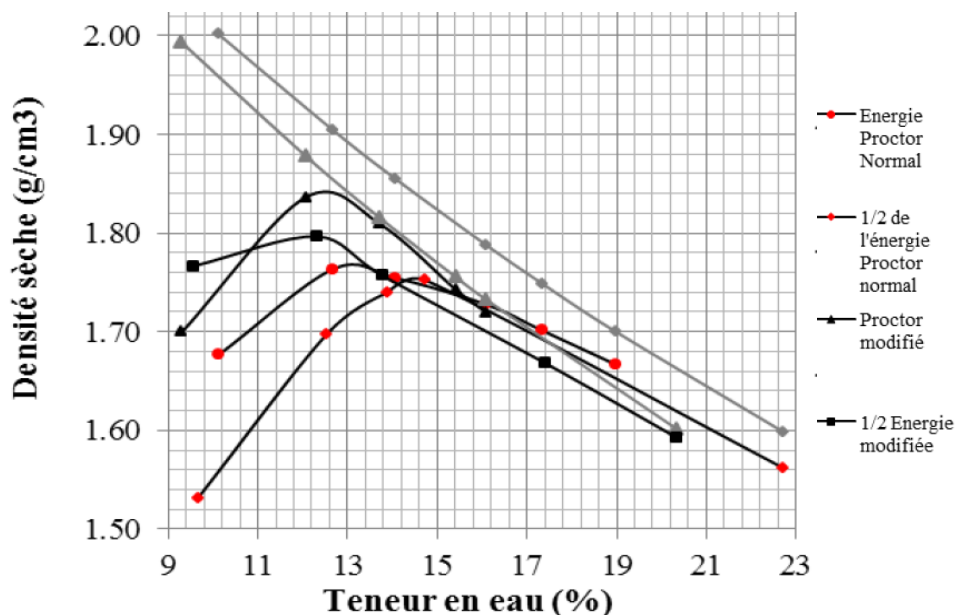
l'indice des vides calculé de la manière suivante  $e = (\gamma_s / \gamma_d) - 1$   $e = \frac{\rho_s}{\rho_d} - 1$  avec  $\rho_s$   $\gamma_s$  masse

volumique des particules solides et  $\rho_d$  masse volumique sèche,  $A$  est la section traversée par le fluide.



Cette formule est adaptée pour les sols granulaires. Il s'agit donc seulement d'un indicateur pour les sols urbains étudiés. Le calcul de la perméabilité intrinsèque pour les différentes densités sèches ( $\rho_d$ ) mesurée sous quatre énergies de compactage soit OPN, OPM,  $\frac{1}{2}$ OPN et  $\frac{1}{2}$  OPM (Figure 105) a permis d'avoir une idée de l'évolution de k en fonction du compactage appliqué.

Les résultats sur le sol de Boulogne des essais de compactage à différentes énergies (Figure 105) montrent comme attendu une augmentation des valeurs de la densité du matériau avec l'augmentation de l'énergie de compactage. Celle-ci passe de  $1,77 \text{ g/cm}^3$  avec un compactage Proctor Normal ( $0,6 \text{ kN.m/dm}^3$ ) à  $1,84 \text{ g/cm}^3$  avec un compactage Proctor Modifié ( $2,7 \text{ kN.m/dm}^3$ ). Cette augmentation de la densité engendre une diminution de l'indice des vides e des matériaux.



Sol non traité		$w_{OPX}$ (%)	$\rho_s$ ( $\text{g/cm}^3$ )	$\rho_d$ ( $\text{g/cm}^3$ )	e
Sol B	OPN	13,25	2,52	1,77	0,42
	$\frac{1}{2}$ OPN	14,75	2,52	1,75	0,43
	OPM	12,75	2,52	1,84	0,37
	$\frac{1}{2}$ OPM	12,5	2,52	1,80	0,39

Figure 105:Caractéristiques du sol de Boulogne au compactage

Les résultats des calculs de perméabilité k à l'aide de la formule de Kozeny-Carman (Figure 106) montrent que l'augmentation du taux de compactage modifie a priori peu la perméabilité intrinsèque des matériaux qui varie entre  $1,2$  et  $1,9 \cdot 10^{-6} \text{ cm}^2$  (même ordre de grandeur) soit  $1,2$  et  $1,9 \cdot 10^{-10} \text{ m}^2$  ce qui représente une conductivité hydraulique de l'ordre de  $1,2$  et  $1,9 \cdot 10^{-3} \text{ m/s}$ .

Aussi, deux énergies (OPN et OPM) ont été retenues pour les essais de percolation sur les matériaux non traités. Pour les éprouvettes traitées à la chaux et traitées au ciment, l'énergie de compactage retenue est l'OPN.

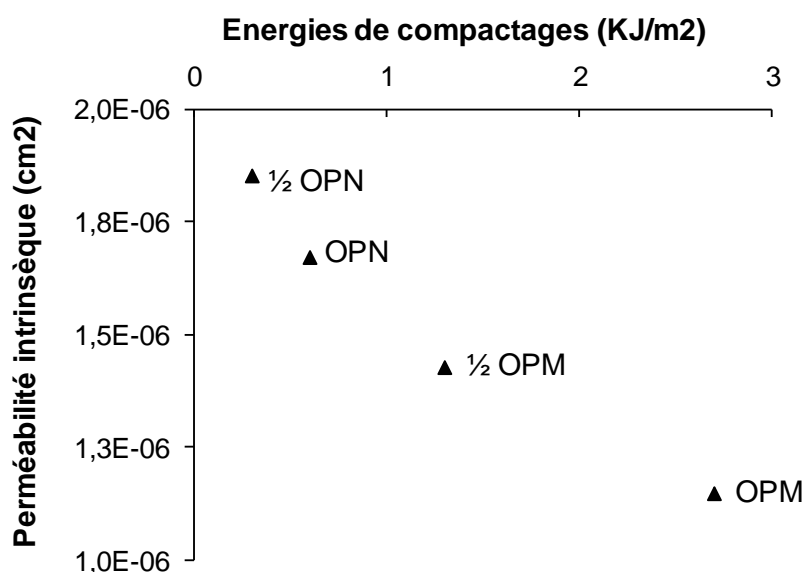


Figure 106: Évolution de la perméabilité intrinsèque K calculée en fonction de l'énergie de compactage (sol SB).

Finalement, les indices des vides et les densités des matériaux testés en percolation à différents taux de compactage avec ou sans traitement sont présentés dans le Tableau 52. Les caractéristiques du sol d'Ivry au compactage OPM n'ont pas été déterminées. Les résultats obtenus sur le sol de Boulogne ne nous ont pas montré trop différences avec un compactage à l'OPM et la longue durée des essais nous a conduit à écarter cette énergie.

Tableau 52: Caractéristiques des sols au compactage et indices des vides calculés pour les éprouvettes testées en percolation.

Éprouvettes en percolation		$\rho_s$ (g/cm <sup>3</sup> )	$\rho_d$ (g/cm <sup>3</sup> )	e	$V_p$ (volume poral en cm <sup>3</sup> )
Sol B	Nat OPN	2,52	1,77	0,42	468,17
	Nat OPM	2,52	1,84	0,37	397,92
	CaO OPN	2,52	1,74	0,45	512,21
	CEMII OPN	2,52	1,76	0,43	482,70
Sol I	Nat OPN	2,58	1,81	0,43	482,70
	Nat OPM (en cours)	2,58	-	-	-
	CaO OPN (en cours)	2,58	1,78	0,45	512,21
	CEMII OPN (en cours)	2,58	1,84	0,39	425,55

Le plan expérimental concernant les essais de percolation a été présenté dans le Chapitre 2. Des mesures au banc gamma sur chaque éprouvette testée ont permis de s'assurer de l'homogénéité des éprouvettes testées avant le début des percolations (voire d'écarter les éprouvettes atypiques). Un exemple de profil de densité apparente sur une éprouvette est présenté sur la Figure 107.

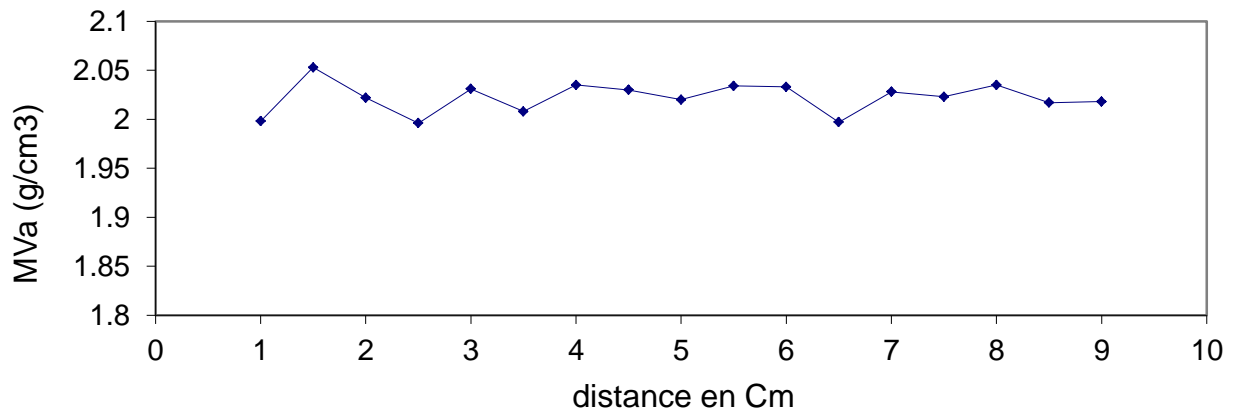


Figure 107: Profil de densité apparente en fonction de la longueur de l'éprouvette mesuré au banc gamma

### 4.3.2 Évolution du coefficient de perméabilité des éprouvettes testées

La perméabilité des matériaux est calculée suivant l'équation de Darcy :

$$k = \frac{QL}{hA} \quad 4.3$$

où k est la conductivité hydraulique (m/s), Q le débit écoulé dans l'éprouvette (m<sup>3</sup>/s), L la longueur de l'éprouvette (m), h la charge hydraulique (m) et A la section exposée au fluide (m<sup>2</sup>).

La conductivité hydraulique (coefficient de perméabilité) est une grandeur dépendant à la fois des propriétés du milieu poreux où l'écoulement a lieu (granulométrie, forme des grains, répartition et forme des pores, porosité inter-granulaire), des propriétés du fluide qui s'écoule (viscosité, densité) et du degré de saturation du milieu poreux. La conductivité hydraulique est généralement exprimée en mètres par seconde (m/s). La loi de Darcy exprime le débit filtrant au travers d'un milieu poreux en fonction de la conductivité hydraulique et du gradient de charge hydraulique.

La conductivité hydraulique s'exprime en fonction des propriétés intrinsèques du milieu poreux et de celles du fluide :

$$k = \frac{K \rho g}{\mu} \quad \text{et} \quad K \approx 10^7 k \quad 4.4$$

avec : K perméabilité intrinsèque du milieu poreux (m<sup>2</sup>), ρ masse volumique du fluide (kg/m<sup>3</sup>), g accélération de la pesanteur (m/s<sup>2</sup>) et μ viscosité dynamique du fluide (Pa·s, = kgm<sup>-1</sup>s<sup>-1</sup>).

### Évolution du coefficient de perméabilité du sol de Boulogne compacté non traité

La Figure 108 et la Figure 109 présentent l'évolution de la conductivité hydraulique k (m/s) en fonction de la quantité d'eau qui sort de l'éprouvette exprimée en nombre de volume poral traversé.

Le volume poral est calculé de la manière suivante ( $V_{\text{éprouvette}} \times \text{Indice des vides}$ ) / ( $\text{Indice des vides} + 1$ ). C'est le produit du volume de l'éprouvette par la porosité  $n = e/(1+e)$  au sens de la mécanique des sols. Le volume de chaque éprouvette est calculé après la mesure des dimensions de l'éprouvette avant la mise en cellule.

Les résultats obtenus sur les 4 éprouvettes testées montrent une tendance répétable dans l'évolution du coefficient de perméabilité du sol de Boulogne compacté à l'OPN ou l'OPM non traité. Une éprouvette compactée OPM (E4 OPM) n'a cependant pas suivi la tendance. Elle présentait un comportement atypique et cette éprouvette a été écartée. Au début de l'essai, la conductivité hydraulique diminue avant l'installation d'un régime permanent. Cette tendance s'observe pour les éprouvettes compactées à l'OPN (Figure 108), qui atteignent en régime permanent un  $k$  de l'ordre de  $10^{-9}$  à  $10^{-10}$  m/s et celles compactés à l'OPM (Figure 109) avec  $k$  en régime permanent de l'ordre de  $10^{-10}$  à  $10^{-11}$  m/s.

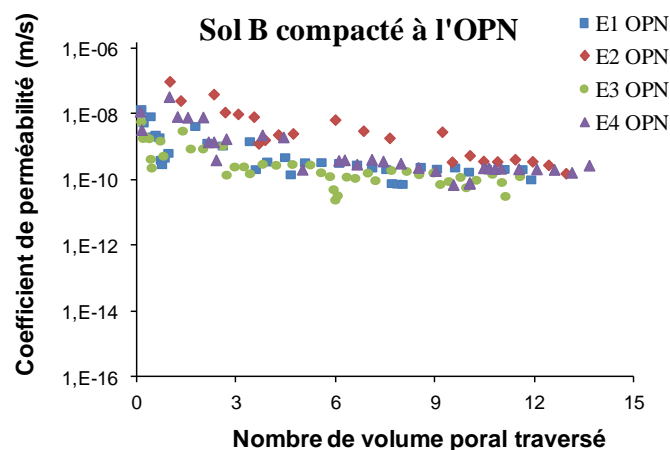


Figure 108: Évaluation de la perméabilité du sol de Boulogne compacté à l'OPN

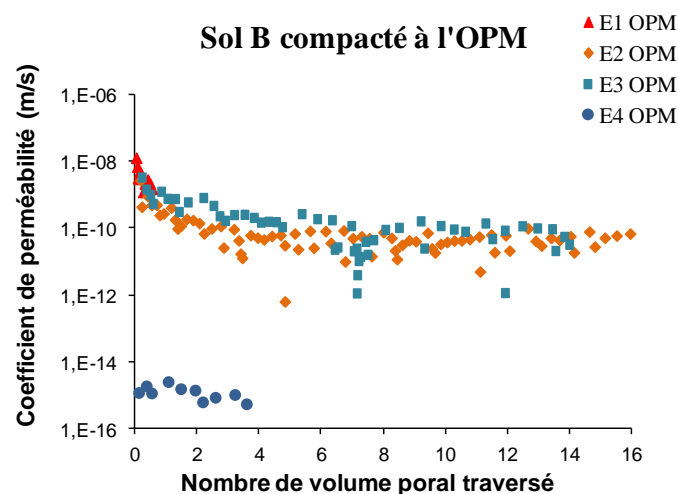


Figure 109: Évaluation de la perméabilité du sol de Boulogne compacté à l'OPM

Lors de la mise en cellule des éprouvettes, on laisse couler de l'eau dans les cellules sans ouvrir le robinet de récolte dans le but de « saturer » l'éprouvette (une saturation complète n'a pas pu être vérifiée). Au bout 24 à 48h, le robinet de sortie de l'eau est ouvert et les percolats sont récupérés de manière régulière. Dans ces conditions, plusieurs pistes peuvent être proposées pour expliquer cette diminution de K en début d'essai :

- l'obstruction des filtres par les particules fines qui migrent avec la mise en route de la circulation d'eau. Rappelons que les deux sols présentent une fraction fine  $< 2 \mu\text{m}$  autour de 10% pour SI et autour de 15% pour SB. De plus des fines supplémentaires peuvent être générées lors des opérations de compactage. Ce phénomène est appelé suffusion (ou suffosion) dans le domaine de l'érosion des sols ;
- des phénomènes de capillarité au début de l'essai lorsque l'éprouvette est encore en train de se saturer peuvent induire une arrivée d'eau importante ce qui tend à augmenter la perméabilité apparente de l'éprouvette. Le fait que le matériau soit saturé ou non au cours de l'essai n'a cependant pas été vérifiée. La percolation ascendante doit réduire la non saturation mais de l'air peut cependant rester piégé notamment à l'intérieur des agrégats.

Il est important de noter que les conductivités hydrauliques mesurées à l'OPN (et ce d'autant plus à l'OPM) se situent à la limite de ce que peut mesurer le système de percolation utilisé. La présence de chemin préférentiel pour le passage de l'eau n'est pas exclue, ce qui peut expliquer le comportement d'éprouvette avec un k atypique nettement plus important que les autres k observés.

Le matériau compacté à l'OPM peut quant à lui être considéré comme peu perméable dans les conditions de chargement hydrique appliquées (soit 5 kPa) lors de la percolation, qui a duré de 9 à 13 mois.

### **Sol de Boulogne traité à la chaux et compacté à l'OPN**

Les résultats de la Figure 110 montrent un comportement plus hétérogène pour les éprouvettes de sol de Boulogne traité à la chaux. Pour l'éprouvette E3CaO, on observe une tendance à la non évolution voire l'augmentation de la conductivité hydraulique (on écartera cette éprouvette).

Pour les trois autres éprouvettes, la perméabilité diminue comme précédemment avec le temps de percolation pour atteindre une valeur stable mais les ordres de grandeurs de k en régime permanent sont différents avec  $10^{-8}$ - $10^{-9}$  m/s pour E2 CaO et E4CaO contre  $10^{-10}$ - $10^{-11}$ m/s pour E5 CaO. Deux des éprouvettes ont un k d'un ordre de grandeur plus grand par rapport au k de  $10^{-9}$ - $10^{-10}$  m/s mesuré sur le sol SB non traité compacté à l'OPN (l'autre éprouvette est plus proche du comportement du sol non traité compacté à l'OPM). Le traitement à la chaux, quoique considéré

comme homogène sur les éprouvettes de laboratoire, semble donc générer des comportements variables.

Selon la littérature, la perméabilité des sols traités à la chaux est impactée par plusieurs paramètres (l'état hydrique du compactage, la quantité de chaux ajoutée...). *McCallister (1990)* a montré par exemple que, quelle que soit la teneur en eau de compactage, l'augmentation du dosage en chaux augmente la perméabilité des matériaux jusqu'à une certaine quantité de chaux. Ce seuil dépassé, la perméabilité baisse. *Brandl (1981)* explique cette baisse de perméabilité par la formation de produits cimentaires qui obstruent les pores et empêchent le fluide de circuler.

Dans notre cas, les valeurs de conductivité hydraulique plus élevées que celles mesurées sur le sol non traité compacté OPN mesuré sur E2 CaO et E4CaO ont été attribuées à la baisse de la densité des matériaux, comme on l'observe sur les courbes Proctor. Cette baisse de la densité, comme suggéré précédemment, est attribuée à la réorganisation des particules fines (notamment argileuses) induite par leur floculation/agrégation (*Le Runigo, 2008*). La quantité de chaux (1%) ne semble pas suffisamment importante pour que les produits cimentaires (formés au cours de la prise colmatent fortement le réseau poreux.

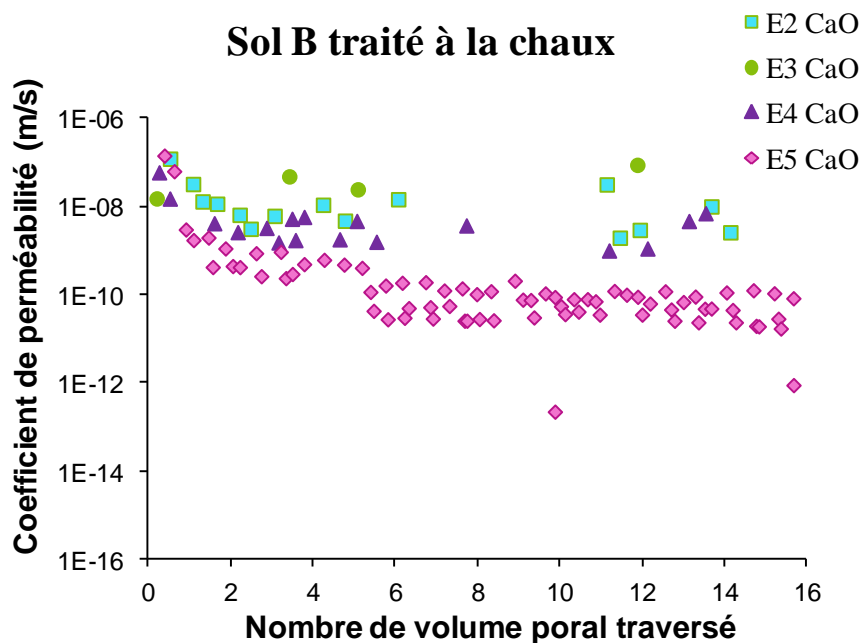
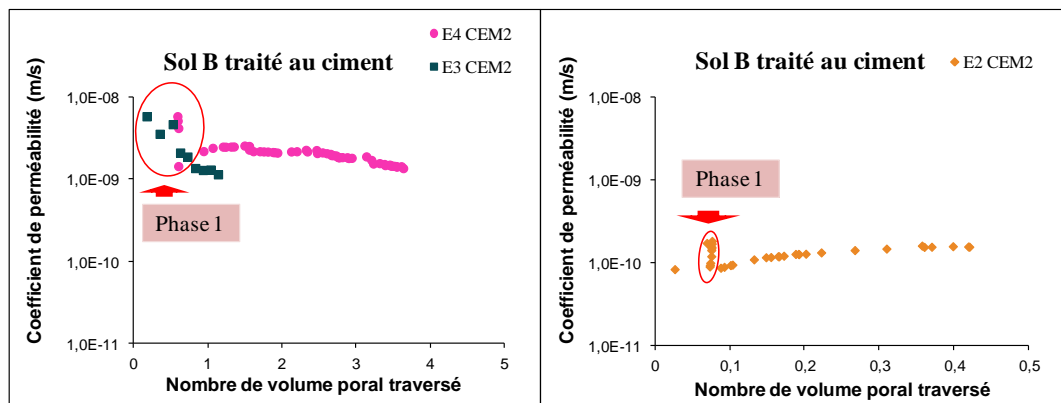


Figure 110: Évolution de la perméabilité du sol de Boulogne traité à la chaux et compacté à l'OPN en fonction du nombre de volume poral traversé

### Sol de Boulogne traité au ciment et compacté à l'OPN

Les résultats présentés sur la Figure 111 montrent l'évolution du coefficient de perméabilité en fonction du volume poral traversé sur 3 éprouvettes de sol de Boulogne compacté à l'OPN et traité à 5% de ciment CEM II. On retrouve la tendance déjà observée c'est-à-dire une diminution dans

une première phase pour les 3 éprouvettes. Si l'essai sur l'éprouvette E2 a dû être arrêté, les deux autres éprouvettes voient le coefficient  $k$  augmenter avant l'installation d'un écoulement permanent. Il faut noter que la phase 1 et le début de la remontée de  $k$  ne se produisent pas au bout du même nombre de volumes poreux  $V_p$  traversés pour les 3 éprouvettes : il se situe autour de 1 -1,2 $V_p$  pour E3, 0,5-0,7 $V_p$  pour E4, et 0,1 $V_p$  pour E2 (ce qui représente des durées de percolation respective de 51, 41 et 71 jours environ).



**Figure 111: Évolution de la perméabilité du sol de Boulogne traité au ciment et compacté à l'OPN en fonction du volume poral traversé**

Par ailleurs, les échantillons E3 et E4 CEM2 semblent être plus perméables que l'échantillon E2 CEM2 avec des perméabilités de l'ordre de  $1.10^{-9}$  m/s contre  $1.10^{-10}$  m/s.

Deux hypothèses ont été émises dans la littérature, pour expliquer cette phase d'augmentation de la perméabilité après la chute initiale :

- la première hypothèse est l'obstruction des filtres par les particules fines qui migrent avec la circulation d'eau dans la première phase et la possibilité ensuite d'un débouillage permettant l'augmentation des perméabilités ;
- la deuxième hypothèse émise est que la diminution de la perméabilité dans la phase 1 est associée à l'hydratation des produits cimentaires et à leur développement ce qui entraîne l'obstruction des pores et donc une diminution de  $K$ . Ensuite, l'augmentation de la perméabilité pourrait résulter de la décalcification des produits cimentaires (*Verástegui et al., 2014*).

La décalcification correspond à une dissolution de la portlandite initialement formée (la portlandite peut ne pas se former selon la nature du ciment (CEMII) et la nature du sol en présence, qui reste majoritaire avec seulement 5% de ciment) et à l'appauvrissement en calcium des C-S-H et autres hydrates. Dans ce cas, on a une perte en termes de tenue mécanique, cependant les hydrates sont toujours présents dans un premier temps et ce phénomène prend généralement un temps

relativement long pour se produire sur site. Dans notre cas, il se produirait après seulement 50 à 70 jours de percolation suivant l'éprouvette, ce qui est très court.

Cette hypothèse semble assez peu vraisemblable, d'autant que les phases cimentaires ne doivent représenter qu'un faible volume compte tenu que seul 5% de ciment a été ajouté. Cette hypothèse devra être vérifiée à l'aide de l'analyse des quantités de Ca relarguées dans les percolats (les percolations étant toujours en cours, la mesure du calcium n'a pas été réalisée). Par ailleurs, le phénomène de décalcification ne touche pas seulement les sols traités au ciment mais il se produit également dans les sols traités à la chaux où se développent également des CSH (en l'absence de contact avec le  $\text{CO}_2$  sinon de la calcite remplace les CSH).

L'augmentation de  $k$  pourrait également résulter de la formation de minéraux secondaires à partir des produits cimentaires et des sulfates du milieu (formation de l'ettringite, thaumasite...) ou bien des carbonates comme la calcite. La formation de ces minéraux engendre la consommation des espèces liantes, ce qui affecte généralement l'action du liant sur le sol et augmenterait la perméabilité. Si le test d'aptitude au traitement réalisé avant le lancement des essais n'a pas montré d'anomalie du point de vue mécanique suite au traitement (après 7 jours d'immersion dans l'eau à la température de  $40^\circ\text{C}$ ), il faudrait appliquer un essai de compression sur les éprouvettes après percolation pour voir une éventuelle évolution des propriétés mécaniques. Cette évolution pourrait provenir soit d'une évolution des CSH soit d'une évolution de la porosité.

La formation de phases secondaires est donc une autre hypothèse mais ce phénomène pourrait tout aussi bien créer une porosité entre les cristallites néoformées ou bien par déformation du réseau poreux grâce à la pression exercée lors de la cristallisation (l'ettringite sous forme d'aiguille est capable de faire fissurer un béton et d'entraîner sa ruine). Mais en même temps, ces phases secondaires pourraient également remplir des pores de grande taille lors de leur cristallisation, ce qui contribue dans ce cas à abaisser la perméabilité.

### **Évolution du coefficient de perméabilité du sol Ivry**

Les résultats des mesures de perméabilité du sol d'Ivry sont présentés sur la Figure 112.



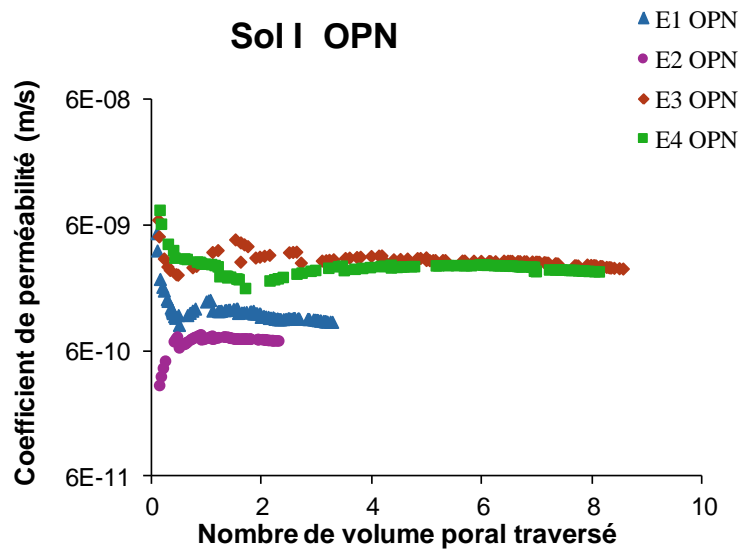


Figure 112:Évolution du coefficient de perméabilité du sol I compacté à l'OPN et non traité en fonction du volume poral traversé (en encart : sol SB non traité compacté à l'OPN)

Les résultats montrent une tendance similaire à celle observée pour le sol de Boulogne.

La conductivité hydraulique  $k$  en régime stationnaire est comprise entre  $8 \cdot 10^{-9}$  et  $6 \cdot 10^{-10}$  m/s. Le comportement des éprouvettes d'Ivry semble moins homogène que celui observé sur les 4 éprouvettes testées du sol de Boulogne non traité compacté à l'OPN, malgré leur similarité du point de vue de leur courbe granulométrique. Le sol d'Ivry présente cependant un squelette à base de roche naturelle plus important et une quantité de scories plus faible.

Les éprouvettes montrent également la présence possible, après la diminution initiale de  $k$ , d'une remontée avant stabilisation en régime permanent comme dans le cas des éprouvettes de sols SB traitées au ciment. Si cette observation est validée, alors cela remettrait en cause les explications de cette remontée, étant donné l'absence de traitement au ciment dans SI non traité compacté à l'OPN.

#### 4.3.3 Évolution du pH et la conductivité hydraulique des percolats des deux sols testés

##### Évolution du pH et de la conductivité hydraulique dans les percolats du sol de Boulogne

Les résultats présentés sur la Figure 113 et la Figure 114 montrent l'évolution du pH et de la conductivité des lixiviats au cours de la circulation d'eau dans les éprouvettes de sol de Boulogne compacté respectivement aux énergies normale et modifiée.

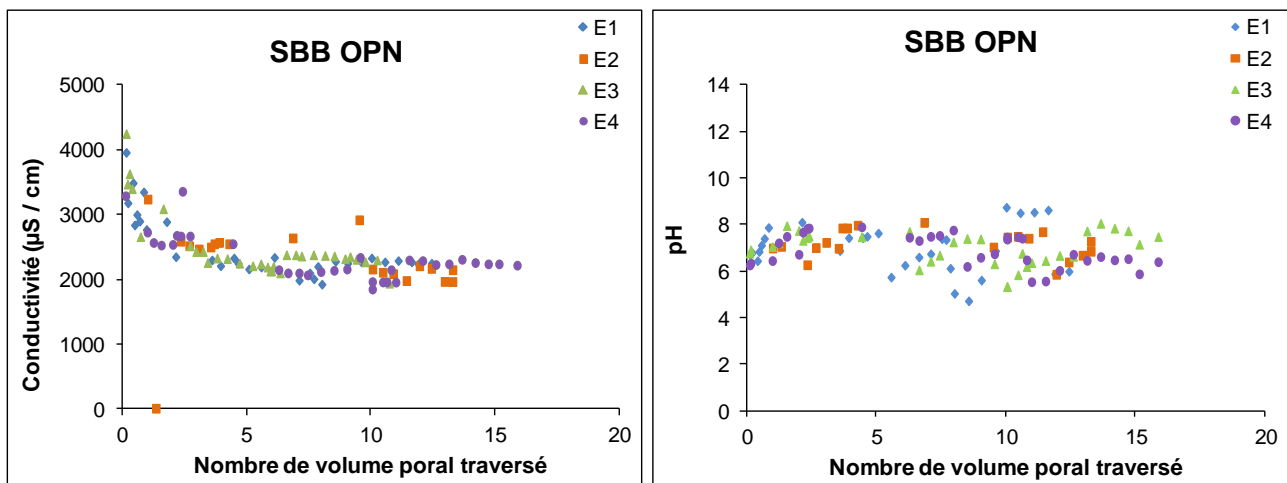


Figure 113: Évolution des paramètres physico-chimiques du sol compacté à l'OPN en fonction du nombre de volume poral traversé

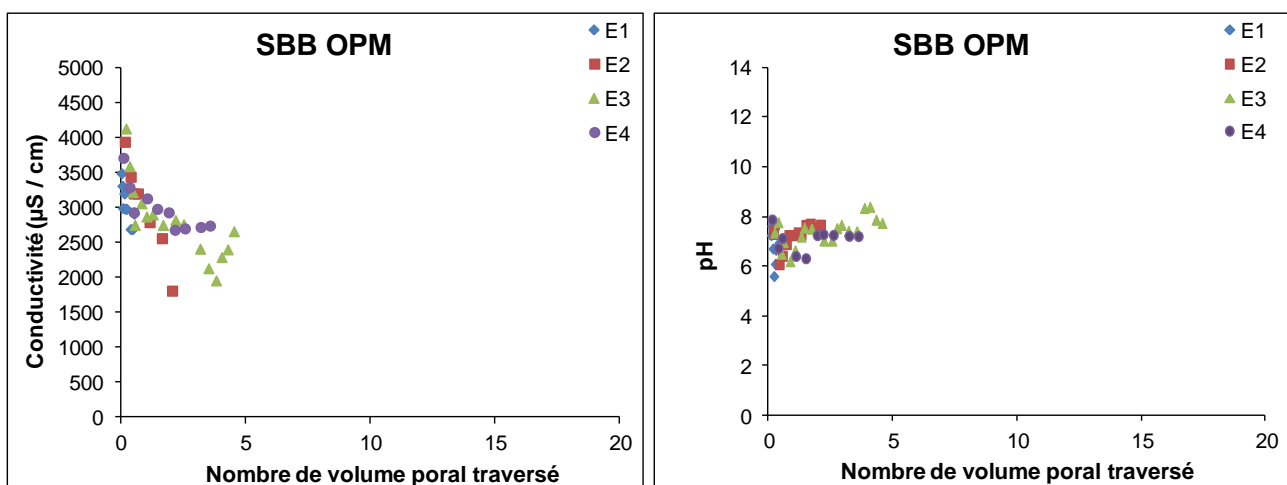


Figure 114: Évolution de la conductivité et du pH des percolats issus du sol B compacté à l'OPM en fonction du nombre de volume poral traversé

La conductivité diminue au cours du temps de percolation pour toutes les éprouvettes testées, avant de se stabiliser à des valeurs comprises entre 2000 et 2500  $\mu\text{S}/\text{cm}$ . Ces valeurs sont en accord avec les mesures de conductivité des lixiviations à 24h soit 2100-2300  $\mu\text{S}/\text{cm}$ . Il faut noter que les mesures de conductivités (tout comme le pH) ne sont pas instantanées mais elles sont réalisées sur des percolats de volumes variables, ce mode de prélèvement est donc à l'origine d'un « moyennage » des mesures.

La diminution de la conductivité au cours du temps de percolation montre que les échanges ioniques se produisent immédiatement après l'arrivée de l'eau dans le milieu (effet de lessivage des surfaces avec mise en solution des ions adsorbés en surface des particules, dissolution rapide du gypse, hydratation des minéraux jusqu'à la saturation et réaction acido-basique entre l'eau qui percole contenant du  $\text{CO}_2$  et les phases en présence, notamment les carbonates).

Le même ordre de grandeur de la conductivité est observé pour les deux états de compactage (2500 - 3000  $\mu\text{S}/\text{cm}$ ), ce qui tend à montrer que la densité du matériau a un faible impact sur le relargage des éléments solubles.

L'effet de stabilisation de la conductivité après 2 à 3 Vp à l'OPN et à autour de 1 Vp à l'OPM suggère quant à lui qu'un processus lent et constant de dissolution s'installe dans l'éprouvette sur le long terme. Il s'agit probablement de la dissolution du gypse et des carbonates (quoique très solubles, tous les sulfates du gypse ne sont pas mobilisés dès le premier volume poral traversant l'éprouvette).

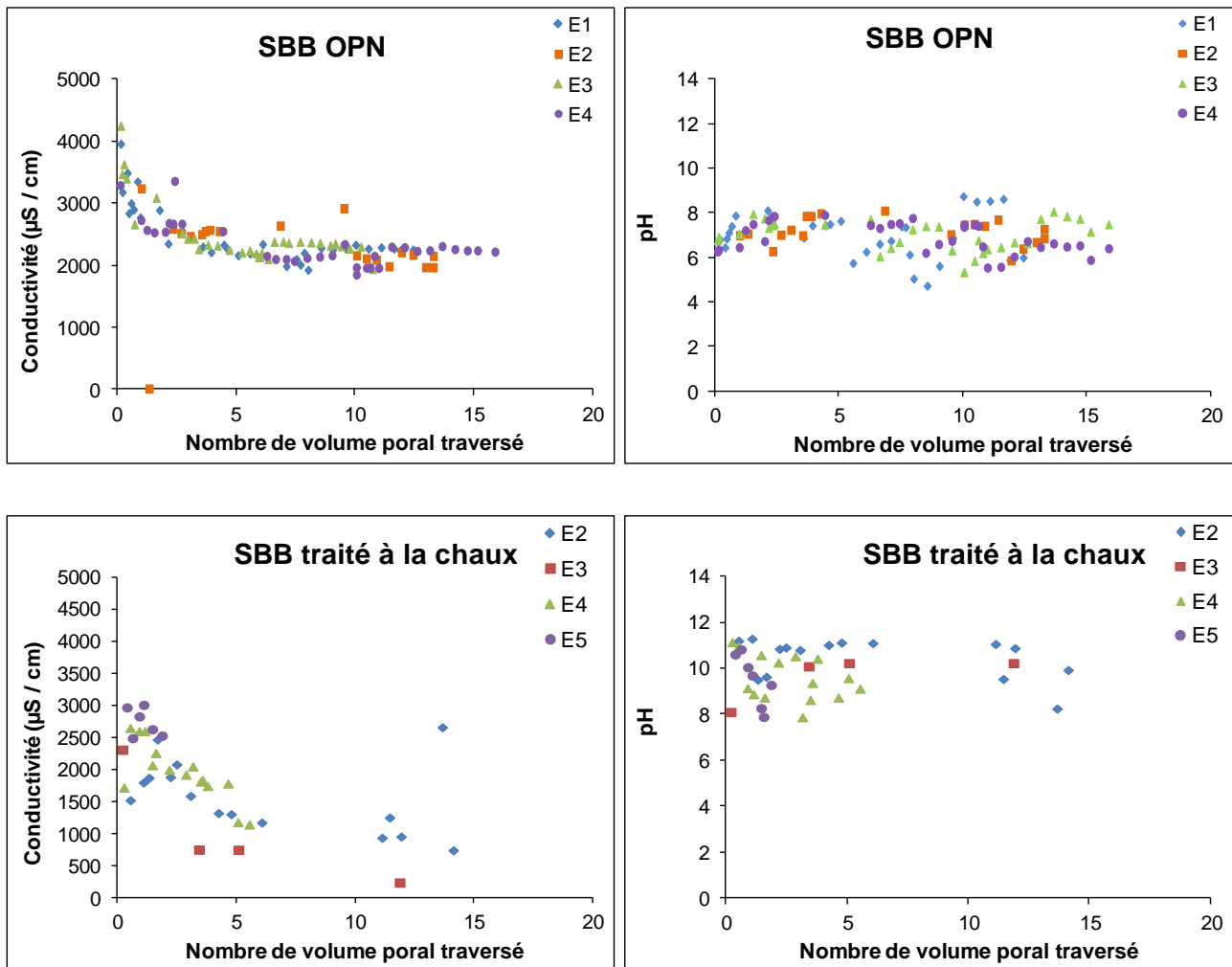
Le pH varie entre 5,5 et 8,5 indépendamment du temps (en moyenne autour de pH 7). Il est intéressant de noter que le pH de percolation est autour de la neutralité (dès le début de la percolation) alors que les pH des lixiviations sont alcalins autour de 8,3-9,5. Le pH des percolats ne semble pas varier fortement, malgré la présence des granulats de béton et de la calcite/dolomite, compte tenu d'un probable effet tampon. Il faut noter que les évolutions ont été enregistrées sur plusieurs mois voire au-delà de 1 an, cependant nous ne pouvons pas prédire quel sera le pH sur un plus long terme à l'échelle de la vie d'un ouvrage. En l'absence d'eau et compte tenu des faibles perméabilités, on escompte une lente évolution qui doit aboutir à une neutralisation du système via le  $\text{CO}_2$  contenu dans l'air ou dans l'eau.

### **Cas du sol traité à la chaux**

Les résultats de la Figure 115 présentent l'évolution de la conductivité et du pH au cours de la percolation pour les éprouvettes de sol de Boulogne traité avec 1% de chaux et compactées à l'OPN. On constate que la conductivité est initialement autour de 3000  $\mu\text{S}/\text{cm}$  (comme pour le sol non traité) puis la conductivité diminue fortement et continuellement sur 5 à 10 Vp pour atteindre des valeurs de 1000  $\mu\text{S}/\text{cm}$ . Concernant le pH, il est basique entre 8 et 11,5 (avec une stabilisation autour de 11 à confirmer sur le long terme).

En présence d'eau, la chaux vive  $\text{CaO}$  réagit pour former de la portlandite  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  (processus exothermique qui peut entraîner une déshydratation locale). Ensuite, la dissolution de la portlandite conduit à la libération des ions calcium qui font flocculer les argiles (et particules fines) et à l'installation d'un pH dans la solution avoisinant 12. On a libération d'ions  $\text{OH}^-$  qui peuvent attaquer des minéraux riches en silice comme les argiles, les feldspaths ou la silice. La silice libérée peut se recombinaison avec le calcium pour former des produits cimentaires de type CSH (voire de la calcite). Les principaux mécanismes de dégradation des produits cimentaires sur le long terme au cours d'un lessivage sont la dissolution de la portlandite et la décalcification des hydrates C-S-H

comme précédemment citées. Conjointement, il peut se produire des réactions pouzzolaniques sur le long terme en présence d'argile et ces réactions sont à l'origine de la formation de nouveaux CSH (augmentation de la tenue mécanique sur le long terme).



**Figure 115: Évolution des paramètres physico-chimiques du sol B traité à la chaux en fonction du nombre de volume poral traversé**

La diminution de la conductivité observée au cours des 5-10 premiers volumes poraux traversés par l'eau se retrouve au niveau des mesures calcium (présentées plus loin). Elle pourrait correspondre à une phase de recapture des éléments mis en solution (précipitation de carbonates, formation lente de CSH par effet pouzzolanique). On atteint dans ce cas un niveau inférieur au niveau de conductivité mesuré dans le sol non traité. La présence d'un pH alcalin tout au long de cette période montre que la chaux reste active et donc que des réactions sont toujours en cours. La capture d'espèces polluantes est sans doute possible au cours de cette étape de précipitation.

Une autre explication de cette diminution de la conductivité pourrait être liée au temps de résidence de l'eau dans l'éprouvette. En effet, la perméabilité des éprouvettes traitées à la chaux est environ 10 fois plus grande. À volume poreux traversé équivalent, le temps de résidence de l'eau dans l'éprouvette chaulée est plus faible, ce qui laisse moins de temps pour que les réactions de

dissolution se produisent (effet cinétique). Aussi, l'eau percolée a moins de temps pour se charger en éléments dissous (d'où les conductivités plus faibles).

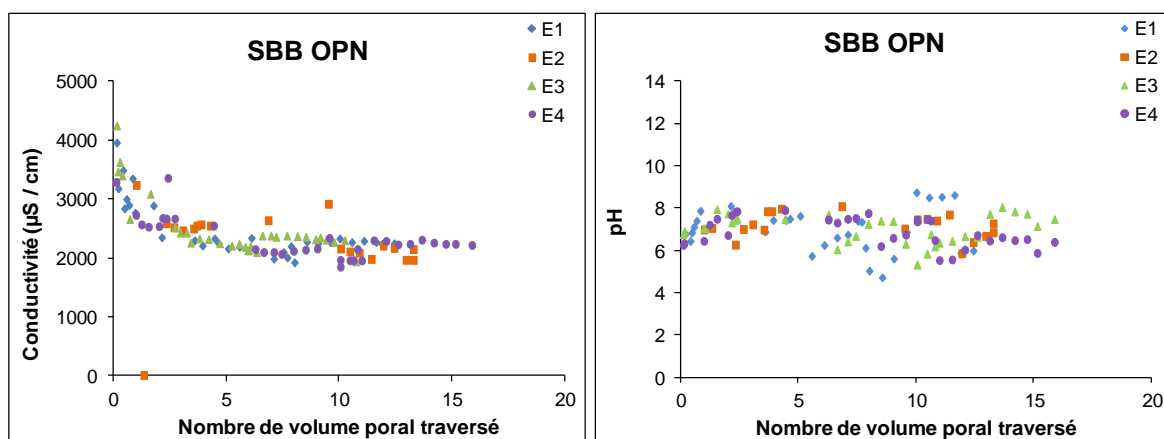
### Cas du sol traité au ciment

Les résultats du pH et de la conductivité des percolats du sol de Boulogne traité à 5% de CEMII et compacté à l'OPN sont présentés sur la Figure 115.

Les mesures n'ont été faites que sur l'éprouvette de sol traité E4, dont la percolation a représenté l'équivalent de 4 volumes poreux (les essais sur les autres éprouvettes, quoique longs du point de vue du temps de percolation, ne représentent qu'au plus un volume poral percolé pour le moment car les essais sont toujours en cours).

La conductivité des percolats sur l'éprouvette E4 semble stable autour de 1400-1800  $\mu\text{S}/\text{cm}$  dès le début de la percolation (le nombre de points de mesure étant limité, l'évolution de la conductivité peut ne pas être visible). Ce niveau de conductivité électrique est plus faible que la conductivité enregistrée sur le sol SB non traité compacté OPN (soit 2200  $\mu\text{S}/\text{cm}$ ) mais du même ordre de grandeur que les conductivités enregistrées sur le long terme sur les éprouvettes chaulées (700 - 1400  $\mu\text{S}/\text{cm}$ ). De faibles valeurs de la conductivité ont également été observées dans l'étude de [Verástegui et al. \(2014\)](#) qui a fait percoler de l'eau déminéralisée. Après 3 volumes poreux de lessivage, on observe une augmentation (à valider) de la conductivité sur l'éprouvette E4 et qui pourrait être associée à un processus de décalcification des produits cimentaires après une phase de précipitation stabilisation des éléments.

Le pH des éluats est initialement basique autour de 11 mais il se stabilise rapidement après 1 volume poral percolé autour de 8,2. On a une neutralisation rapide du pH pour atteindre un pH proche de la neutralité, comme on peut le mesurer dans le sol non traité. La basicité en présence de ciment ne semble pas perdurer sur le long terme, comme on peut l'observer avec un traitement à la chaux. Cela peut expliquer l'absence d'une réactivité à long terme de type réaction pouzzolanique.



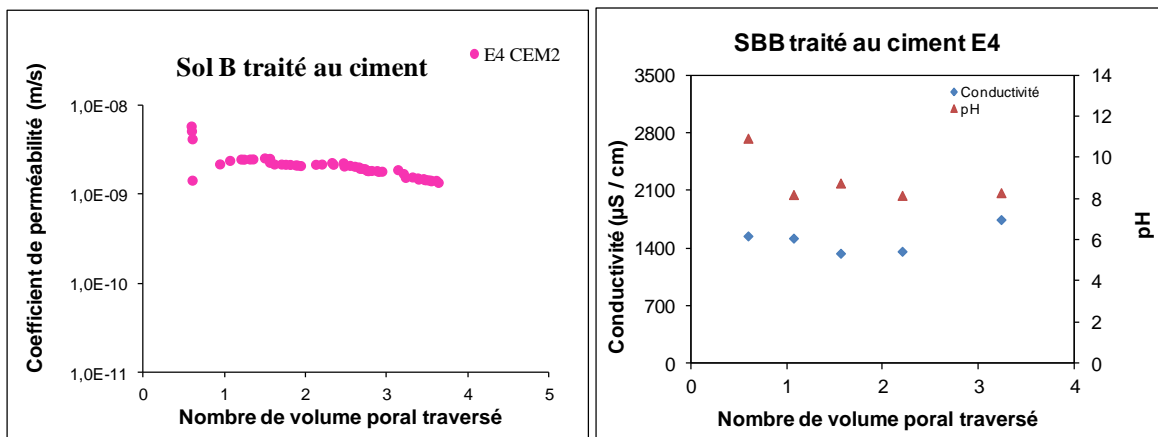


Figure 116: Evolution de la conductivité et du pH du sol B traité au ciment en fonction du nombre de volume poral traversé

### Évolution du pH et conductivité dans les percolats du Sol Ivry

Les valeurs de pH et de la conductivité des percolats obtenus sur les éprouvettes du sol d'Ivry (recueillis pendant une période dépassant 200 jours) sont représentées sur la Figure 117 en fonction du volume poral traversé.

Les résultats montrent que les solutions présentent des pH qui varient entre 7,0 et 8,6 (proche des valeurs de lixiviation autour de pH 8,3). Ces valeurs restent relativement constantes tout au long de l'expérience pour les 4 éprouvettes du sol testé. On observe une bonne homogénéité des résultats obtenus sur les 4 éprouvettes.

La conductivité des percolats semble avoir la même tendance sur les 4 éprouvettes. Au début de l'essai, les conductivités sont très fortes avec des valeurs allant jusqu'à 4570 µS/cm. Ensuite, la tendance est à la stabilisation des valeurs (mise en place d'une dissolution avec une cinétique constante) pour atteindre une conductivité de l'ordre de 2500 µS/cm.

Ces mesures montrent que les deux matrices SB et SI présentent des comportements très similaires d'un point de vue qualitatif et quantitatif. Il reste à prouver que les phénomènes observés sur les éprouvettes de SI traitées au ciment ou à la chaux suivent le même comportement que les éprouvettes de SB.

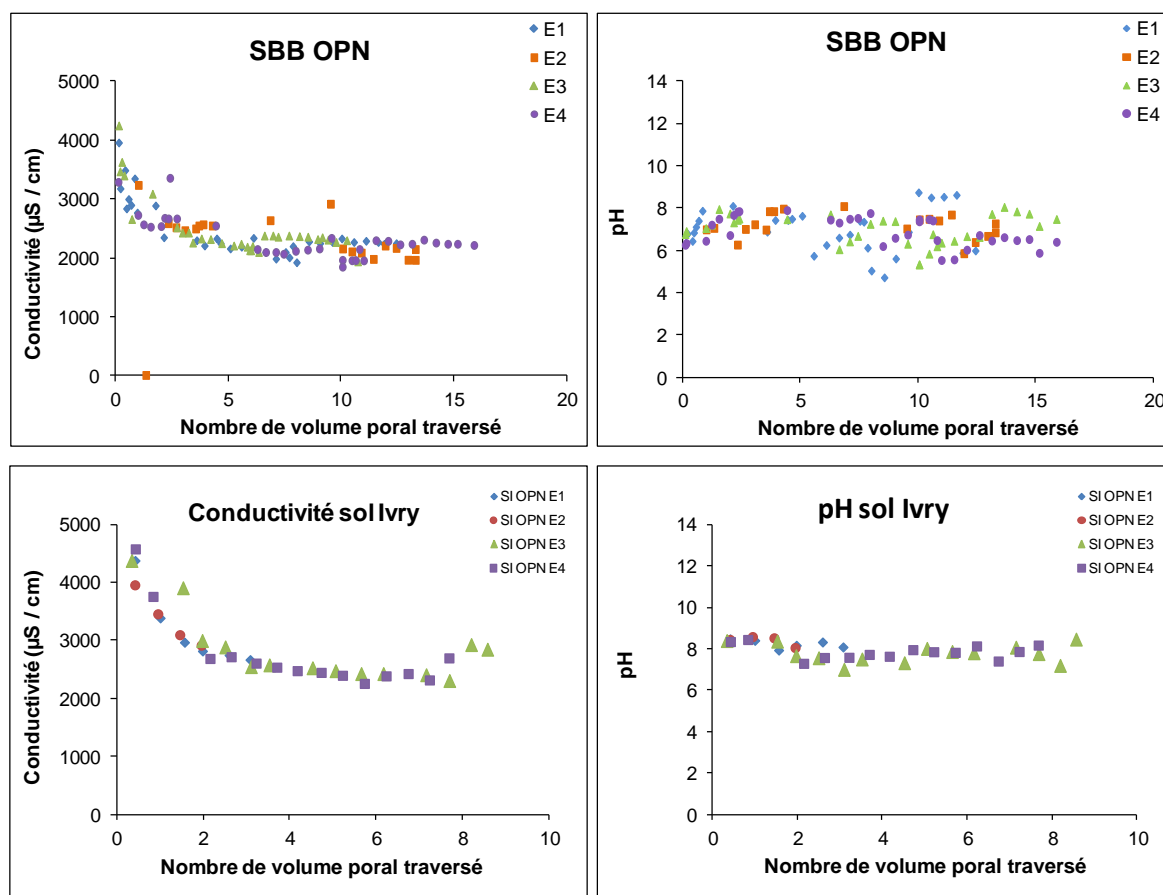


Figure 117: Évolution des paramètres physico-chimiques du sol Ivry non traité et compacté à l'OPN en fonction du nombre de volume poral traversé (comparaison avec le sol SB)

#### 4.3.4 Relargage en éléments chimiques au cours des percolations

La mesure par ICP/OES (majeurs et mineurs) et par néphélogétrie ( $\text{SO}_4$ ) des concentrations en éléments dans certains percolats récoltés doit permettre d'apporter des informations plus précises sur les phénomènes qui entraînent une évolution des pH et des conductivités mesurées dans les paragraphes précédents.

#### Relargage en éléments chimiques dans les percolats du sol SB non traité et compacté à l'OPN

Le Tableau 53 présente la composition chimique obtenue sur les percolats des 4 éprouvettes de sol non traité et compacté à l'OPN en fonction du volume poral traversé (les mesures par ICP/OES ont été réalisées sur un certain volume de percolat cumulé sur une période variable et donc ce n'est pas une mesure ponctuelle à temps  $t_x$  ou à  $V_{p_x}$ ).

Cinq prélèvements répartis tout au long de la percolation ont été analysés sur chaque éprouvette. Ces résultats montrent que les principaux éléments relargués sont les  $\text{SO}_4$ , le Ca, K, Na, Sr et Mg comme constaté lors des essais de lixiviation. Les autres éléments détectés en lixiviation sont tous en dessous de la limite de détection de l'ICP/OES excepté Ba, puis ponctuellement P, Fe, Mn et, de façon plus surprenante, des traces de Co (des contaminations liées aux cellules et systèmes de

percolation ne sont pas exclues : relargage de Fe et Co). Le sodium Na disparaît systématiquement au cours de la percolation (soit par réabsorption, soit il est lessivé initialement puis, une fois éliminé, il n'est plus libéré par exemple par dissolution). Le magnésium Mg suit le même comportement alors que le potassium (cations échangeable de l'illite ou dans les feldspaths potassiques) ne diminue que légèrement.

Les concentrations en sulfates et en calcium tendent à être plutôt stables avec le temps (de même que le Sr, qui peut servir de traceur de la dissolution du gypse). Les valeurs sont représentées sur la Figure 118. Les 16,5 mmol/L de Ca dans les percolats, qui sont supérieurs aux 13 mmol/L de  $\text{SO}_4$ , montrent que la calcite doit également se dissoudre au cours de la percolation. Les teneurs en sulfates restent élevées dans presque tous les prélèvements (autour de 1000 à 2000 mg/L, ce qui est proche de la limite de solubilité du gypse qui est de 1400 mg de  $\text{SO}_4/\text{L}$ ). Les percolats sont donc des solutions sous- ou bien sursaturée en sulfates.

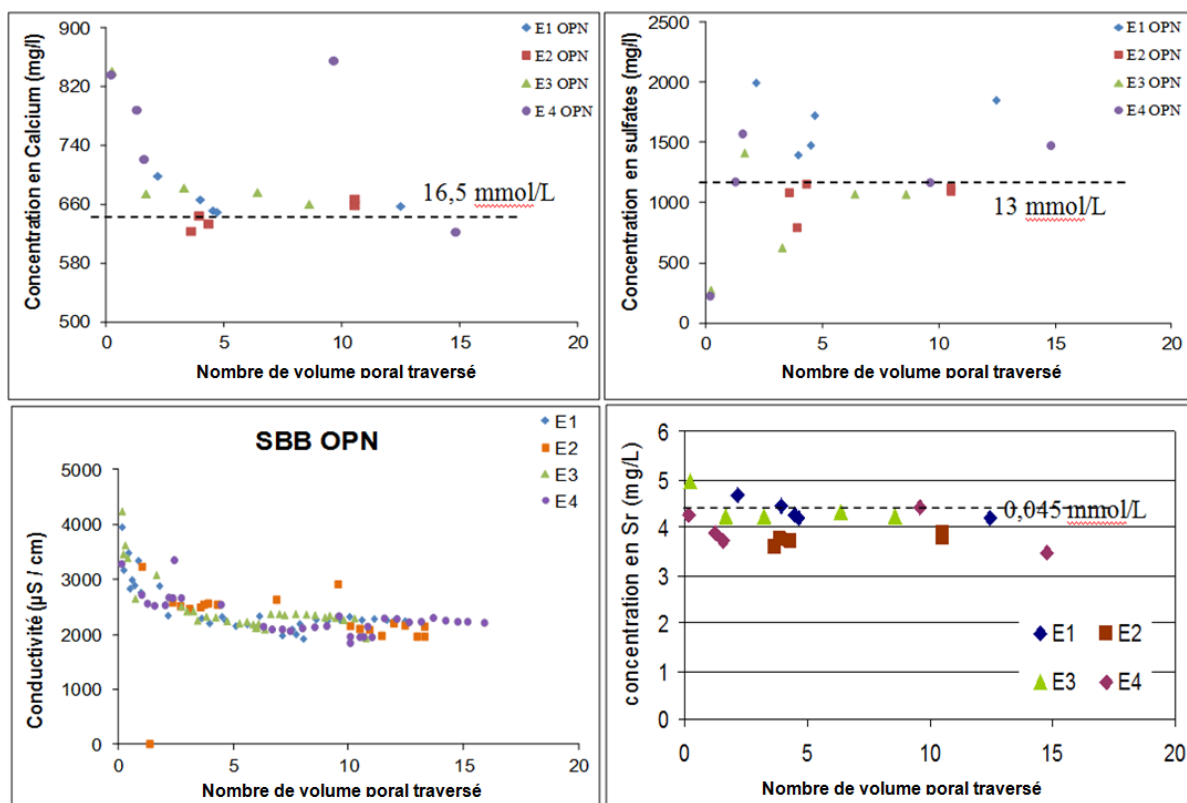


Figure 118: Évolution de la concentration en sulfates, en strontium et en calcium dans les percolats en fonction du nombre de volume poral traversé pour SB OPN non traité





## **Sol de Boulogne non traité compacté à l'OPM**

La composition chimique des percolats du sol de Boulogne non traité et compacté à l'OPN sont présentés dans le Tableau 54.

Les résultats montrent que les principaux éléments relargués sont, comme dans le cas d'un sol compacté à l'OPN, le Ca, Mg, K, Na et Sr. Le sodium est là encore « lavé » et sa concentration diminue dans les percolats au cours du temps. Par contre les concentrations en K et Mg ne semblent que faiblement diminuer. D'autres éléments comme le fer apparaissent dans les percolats (comme le fer est absent des lixiviats, il pourrait provenir des cellules de percolations, tout comme le Co – hypothèse à valider). On observe également Ti et Mn ponctuellement et du Ba dans tous les percolats avec une concentration assez stable.

Globalement, on n'a pas noté de grandes différences dans le relargage des éléments après un compactage Proctor modifié par rapport au sol compacté dans les conditions de Proctor normal. Cependant, de légères baisses de concentrations en Ca sont relevées sur certains prélèvements mais cela peut potentiellement s'expliquer par le mode de prélèvement (mesure sur un volume variable de solution).

La concentration en Sr (marqueur de la dissolution du gypse) semble quasi stable. Comparé au sol compacté à l'OPN, on retrouve cet élément avec exactement le même ordre de grandeur. En l'absence des mesures de sulfates, on estime à partir du comportement de Sr que les sulfates doivent être relargués avec des concentrations similaires à celle enregistrées sur le sol non traité compacté à l'OPN.



## Sol de Boulogne compacté à l'OPN et traité à la chaux

Les teneurs en éléments chimiques mesurées dans les percolats du sol de Boulogne traité à la chaux et compacté à l'OPN sont représentés dans le Tableau 55.

Les résultats montrent que les quantités de Na, K, Ca, Sr et de sulfates relarguées au niveau des 5 prélèvements réalisés sur chaque éprouvette sont globalement plus faibles par comparaison au sol non traité, ce qui est cohérent avec la diminution de la conductivité observée sur les éprouvettes. Le Mg présent dans les percolats du sol non traité disparaît dans les percolats du sol traité à la chaux (un processus de précipitation d'une phase riche en Mg est envisagée, tel que  $Mg(OH)_2$  ou  $MgCO_3$  stable en milieu basique). Le sodium avec des concentrations similaires semble quant à lui peu impacté par l'action de la chaux (sa concentration décroît au cours du temps de percolation) alors que la quantité de potassium semble plus élevée, ce qui peut indiquer la dissolution de feldspath potassique ou d'illite muscovite, phase qui peuvent participer aux réactions pouzzolaniques. La présence du baryum dans les percolats se confirme mais en plus faible quantité en présence de chaux. Le molybdène est également présent en quantités détectables mais inférieures à 1 %. Il fait partie des éléments présents en faible quantité mais avec une mobilité grande (ratio éluat /CT élevé). Plus surprenant, on détecterait la présence de traces de Zn et Cr (on est proche de la limite de détection) dans les percolats en présence de chaux, alors que ces éléments sont absents des percolats des sols non traités.

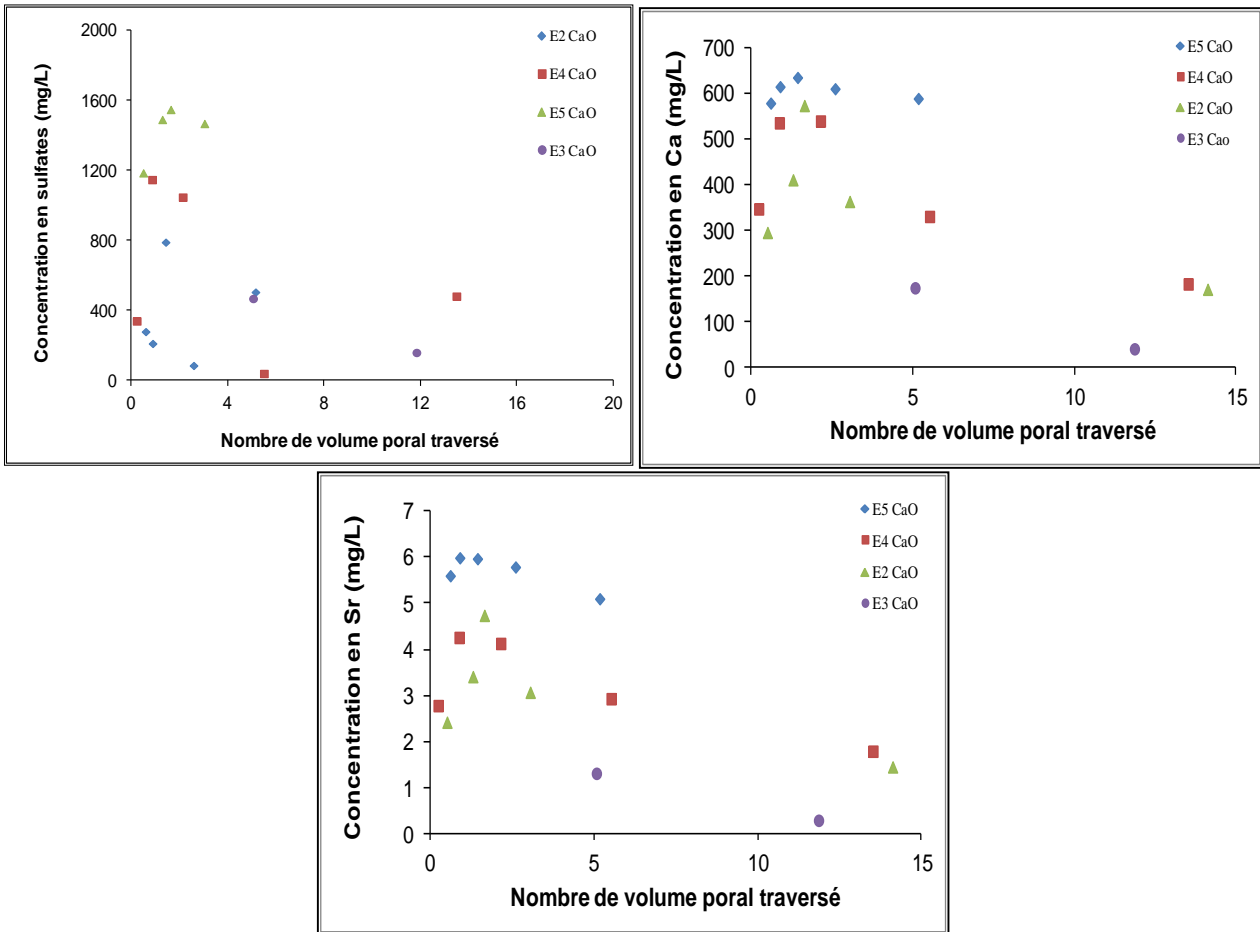
Le Sr semble avoir le même comportement que le Ca et les sulfates (les sauts de concentration d'un prélèvement à un autre pour ces éléments sont cohérents - Figure 119). Globalement, le strontium tout comme les sulfates sont moins concentrés dans les percolats du sol traité à la chaux. Une tendance nette est difficile à discerner sur Sr et  $SO_4$  mais on a sensiblement une baisse des teneurs au cours de la percolation. Cette baisse est par contre assez nette sur le calcium, sauf pour l'éprouvette 5. Les teneurs en Ca dans E5 sont du même ordre de grandeur que celles du sol non traité. Si on ajoute à ces résultats les faibles perméabilités obtenues sur cet échantillon (comparé aux éprouvettes 2 et 4), cela nous amène à conclure que le traitement ne s'est pas déroulé de manière correcte. L'éprouvette adopte le même comportement qu'une éprouvette de sol non traité avec un  $k_{SB,CaO} = 10^{-10}$  m/s, alors que  $k_{SB,OPN} = 10^{-9}$  m/s.

Pour expliquer les concentrations décroissantes en Ca dans les éprouvettes 2 et 4, deux pistes sont proposées. Tout d'abord, le Ca est immobilisé sous la forme de CSH (réaction pouzzolanique) ou par la précipitation de calcite ( $CaCO_3$ ). Cette hypothèse a été émise dans plusieurs études, dont celle de [Bagonza et al. \(1987\)](#) qui ont mis en évidence la carbonatation de la chaux au contact du  $CO_2$  dissout dans l'eau interstitielle.

La seconde hypothèse avance que la dissolution du gypse et des carbonates est impactée par l'augmentation du pH de l'eau interstitielle engendrée par l'hydratation de la chaux. Cela a été abordé notamment par *Wahlström et al. (2000)*. Ces auteurs ont montré dans leur étude sur les déchets de construction et de démolition, qu'une augmentation des pH engendre une diminution du relargage de certains éléments notamment les sulfates. Notre essai de lixiviation à pH 12 n'a pas donné de résultats en accord avec cette hypothèse. On a une certaine stabilité voire une augmentation pour SB ou une légère diminution des  $\text{SO}_4$  lixiviés à pH 12 par rapport au pH neutre. Le Sr suit la même tendance, avec un relargage relativement invariable. Cependant le pH 12 n'est pas maintenu constant au cours de la lixiviation, alors qu'en présence de chaux le pH semble rester alcalin assez longtemps avec localement des pH très élevés lorsque le sol est au contact d'un grain de chaux. Cela pourrait impacter la dissolution du gypse localement.

Si le gypse se dissout facilement, l'apport de calcium dans le milieu via la chaux peut contribuer à la rétention des sulfates dissous par reprécipitation de gypse ( $\text{CaSO}_4$ ) ou bien le blocage de la dissolution. En effet, la précipitation du gypse par piégeage des sulfates avec le cation  $\text{Ca}^{2+}$  (apporté par la matrice et la chaux) est un procédé couramment utilisé pour neutraliser les sulfates dans les eaux usées par exemple (*Bard, 2012*).

Enfin, les sulfates tout comme le calcium pourraient également être mobilisés par la précipitation d'une phase de type ettringite  $\text{Ca}_6\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3(\text{OH})_{12} \cdot 26\text{H}_2\text{O}$  (l'aluminium proviendrait de la dissolution des argiles).



**Figure 119: Teneurs en sulfates en Ca et en Sr (mg/L), mesurées sur les percolats de 4 éprouvettes du sol de Boulogne traitées à 1% de chaux et compacté à l'OPN**

**Tableau 55: Composition chimique des percolats du sol SBB traité à 1% de chaux et compacté à l'OPN (mg/L).**

	E5					E4					E2					E3	
<b>Volume poral traversé</b>	0,62	0,91	1,45	2,61	5,18	0,25	0,89	2,16	5,53	13,52	0,52	1,31	1,66	3,06	14,12	5,08	11,86
<b>Ca</b>	576,92	612,92	632,98	608,35	587,00	345,53	533,71	537,76	329,11	181,47	294,07	409,30	571,65	361,90	169,86	173,08	39,67
<b>Al</b>	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	0,16	<LQ	<LQ
<b>Fe</b>	0,02	0,06	0,05	0,04	0,02	0,01	0,01	0,01	<LQ	<LQ	0,01	0,01	0,02	0,01	<LQ	0,03	0,01
<b>K</b>	150,35	141,53	136,05	106,56	67,95	66,62	96,27	80,35	27,62	11,94	54,93	70,57	92,19	57,85	15,69	24,76	4,85
<b>SO<sub>4</sub></b>	280,71	212,90	791,31	87,27	506,53	341,5	1148,53	1048,56	41,56	483,07	1187,11	1491,92	1548,88	1468,92	3819,1	469,61	161,52
<b>Mg</b>	0,06	0,05	0,04	0,03	0,03	0,09	0,05	0,22	0,03	0,02	0,12	0,05	0,04	0,04	0,02	0,32	0,07
<b>Na</b>	140,91	126,68	110,92	52,02	20,10	53,66	73,92	54,28	6,47	2,00	46,58	64,49	81,11	40,40	4,45	21,04	3,20
<b>Ti</b>	<LQ	<LQ	0,00	0,00	<LQ	0,00	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	0,00	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
<b>P</b>	0,31	0,47	0,31	<LQ	<LQ	0,24	0,10	<LQ	<LQ	<LQ	0,41	<LQ	0,12	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
<b>Mn</b>	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	0,01	<LQ	0,01	0,00	<LQ	0,06	0,02	<LQ	0,01	0,00	0,01	0,00
<b>Zn</b>	<LQ	<LQ	0,00	<LQ	0,00	0,00	<LQ	0,00	<LQ	<LQ	0,01	0,01	<LQ	0,01	0,01	0,00	0,00
<b>Cr</b>	0,05	0,05	0,05	<LQ	<LQ	0,02	0,03	0,02	<LQ	<LQ	0,02	0,03	0,03	0,02	<LQ	0,01	<LQ
<b>Sr</b>	5,60	5,99	5,97	5,79	5,10	2,78	4,26	4,13	2,93	1,79	2,42	3,41	4,74	3,07	1,45	1,31	0,29
<b>Ba</b>	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,08	0,07	0,09	0,05	0,05	0,05	0,08	0,08	0,11	0,09	0,07	0,02
<b>Cu</b>	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
<b>Pb</b>	<LQ	<LQ	0,00	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	0,00	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
<b>Ni</b>	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
<b>V</b>	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
<b>Mo</b>	0,34	0,36	0,32	0,14	0,05	0,13	0,17	0,13	0,02	0,01	0,11	0,16	0,23	0,11	0,02	0,06	0,01
<b>As</b>	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
<b>Co</b>	0,00	0,00	0,00	0,00	<LQ	0,00	0,01	0,00	<LQ	<LQ	0,00	0,01	0,01	0,00	<LQ	0,00	<LQ
<b>Cd</b>	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ

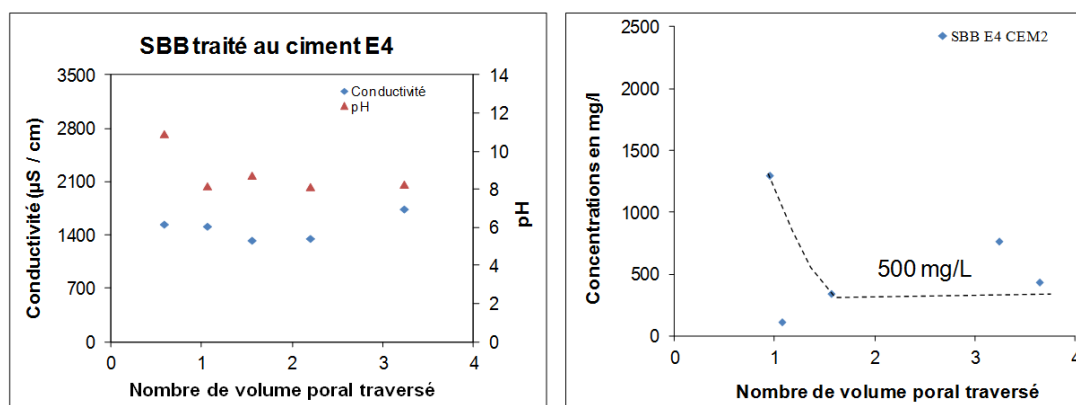
## Sol traité au ciment et compacté à l'OPN

Les essais de perméabilité sur le sol traité au ciment sont toujours en cours. En effet, les éprouvettes présentent de très faibles perméabilités, ce qui allonge le durée des essais. Nous n'avons pas pu obtenir les 3 litres de percolats requis pour toutes les éprouvettes (rappelons que la condition d'arrêt de l'essai est d'avoir atteint le rapport S/L = 2 L/kg). Cependant, quelques solutions récupérées de l'éprouvette 4 traitée au ciment ont été analysées et permettent de discuter les premiers résultats de relargage des sulfates, de conductivité et de pH.

Comparés aux autres prélèvements sur le sol de Boulogne non traités (Tableau 56), on constate comme avec la chaux que les percolats présentent des quantités de sulfates relargués plus faibles, ce qui laisse entendre que le traitement au ciment impacte la mobilité de cet anion. Si la conductivité reste quasi constante au cours de la percolation, les fluctuations de la teneur en sulfates ne permettent pas clairement de donner une tendance. Une teneur autour de 500 mg/L peut cependant être proposée comme valeur en régime permanent (Figure 120). Les explications données dans le cas d'un traitement à la chaux pour cette diminution de la teneur en sulfates sont de mise également dans le traitement au ciment.

**Tableau 56: Teneurs en SO<sub>4</sub> des percolats d'une éprouvette du sol SB traité à 5% de ciment et compacté à l'OPN comparées aux mesures sur une éprouvette non traitée et traitée à la chaux**

Volume poral traversé	Concentration en sulfates (mg/L) SBB E4 OPN	Volume poral traversé	Concentration en sulfates (mg/L) SBB E4 CaO	Volume poral traversé	Concentration en sulfates (mg/L) SBB E4 CEM2
0,17	225	0,25	341,5	0,94	1303,29
1,25	1174	0,89	1148,53	1,07	119,33
1,56	1573	2,16	1048,56	1,56	348,01
9,60	1168	5,53	41,56	3,23	771,47
14,78	1475	13,52	483,07	3,64	440,75



**Figure 120: Évolution de la conductivité et des teneurs en sulfates mesurées sur les percolats d'une éprouvette du sol de Boulogne traité à 5% de ciment et compacté à l'OPN**

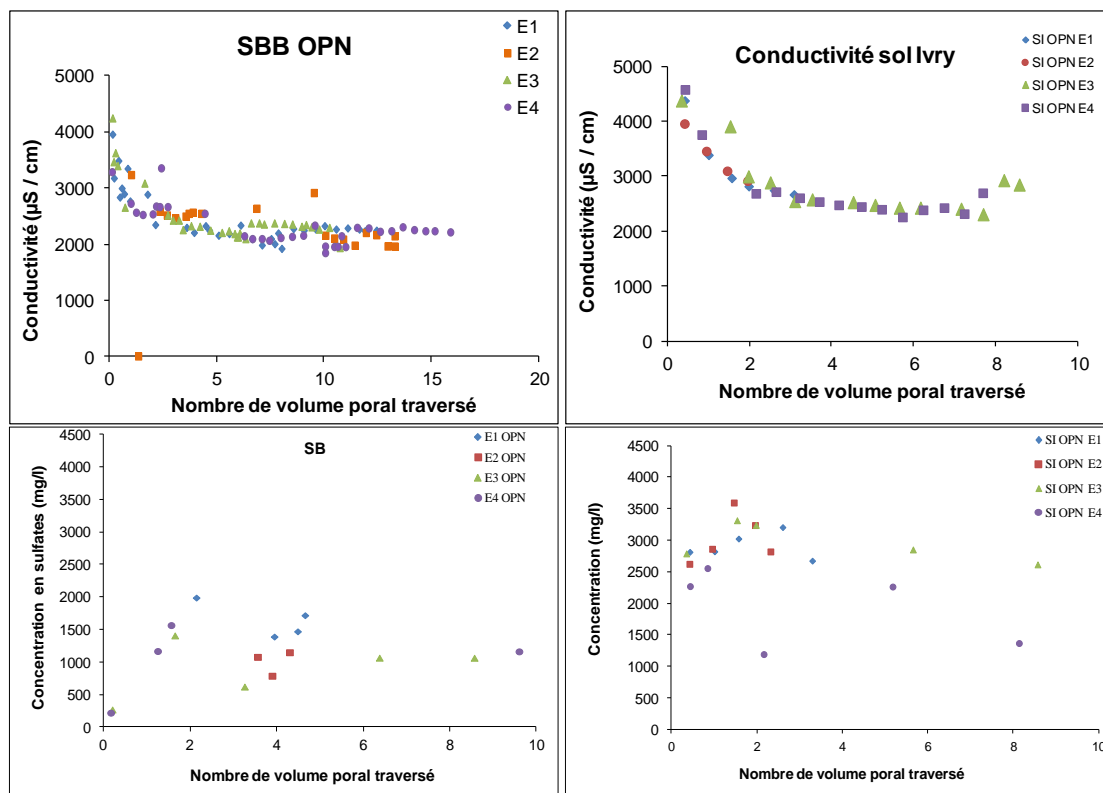


## Relargage en sulfates du sol Ivry

Bien que l'évolution des conductivités des percolats de SB et SI compactés à l'OPN soit équivalente, la teneur en sulfates des percolats issus des éprouvettes du sol d'Ivry est plus élevée que celles mesurées sur le sol de Boulogne (la teneur en gypse des deux sols étant comparable). Même après une percolation de 8 fois le volume poral, on obtient des concentrations toujours élevées (environ 1400 mg/L pour l'éprouvette 1 et 2600 mg/L pour l'éprouvette 3). C'est cohérent avec la teneur en gypse du sol soit environ 120 g dans une éprouvette, la concentration maximale des sulfates en solution soit 2,5 g/L et le volume poral moyen pour les éprouvettes du sol Ivry qui est 482,7 cm<sup>3</sup>.

**Tableau 57: Teneurs en sulfates (mg/L) mesurées sur les percolats de 4 éprouvettes du sol Ivry non traité et compacté à l'OPN**

Ivry E1		Ivry E2		Ivry E3		Ivry E4	
Vp	SO <sub>4</sub> (mg/L)	Vp	SO <sub>4</sub> (mg/L)	Vp	SO <sub>4</sub> (mg/L)	Vp	SO <sub>4</sub> (mg/L)
0,43	2273	0,41	2627	0,34	2792	0,42	2816
0,84	2559	0,95	2865	1,53	3318	1,00	2824
2,15	1196	1,45	3598	1,97	3244	1,56	3027
5,17	2266	1,95	3241	5,65	2854	2,59	3209
8,13	1371	2,31	2823	8,56	2618	3,29	2677



**Figure 121: Teneurs en sulfates (mg/L) mesurées sur les percolats d'éprouvettes du sol d'Ivry non traité et compacté à l'OPN. Comparaison avec le sol de Boulogne compacté à l'OPN**

#### 4.3.5 Comparaison entre lixiviation et percolation sur le sol de Boulogne

Le Tableau 58 présente les résultats des pH et conductivités mesurés sur les éluats des sols de Boulogne et d'Ivry récupérés à l'issue des essais de lixiviation et de percolation suivant différentes conditions expérimentales. Cette comparaison est purement indicative car les mesures n'ont pas été réalisées sur les mêmes volumes de solutions, d'un côté en dynamique avec une eau renouvelée et de l'autre en statique à l'équilibre.

**Tableau 58: Comparaison des pH et conductivités des solutions récupérées au cours des essais de lixiviation et des essais de percolation sur les matrices totales des deux sols.**

	Boulogne		Ivry	
	pH	Conductivité (µS/cm)	pH	Conductivité (µS/cm)
Lixiviation à 24h (norme)	9,5	2164	8,3	2263
Lixiviation à 2h	9,5	1983	8,2	2216
Lixiviation à 3 jours	9,5	2203	8,4	2291
Lixiviation à pH 12	9,7	2297	9,7	2397
Percolation OPN	5,5 - 8,5	1841 - 4240	7 - 8,6	2000 - 4600
Percolation OPM	5,5 - 8,5	2670 - 4120	-	-
Percolation CEM2	8,2 - 11	1338 - 2140	-	-
Percolation CaO	8 - 11,5	1000 - 3000	-	-

Pour savoir si les quantités d'éléments lixiviés en statique (lixiviation) et en dynamique (percolation) sont identiques ou non, nous avons tenté de comparer lixiviation et percolation au niveau des quantités des quantités de sulfates relargués. On compare les SO<sub>4</sub> relargués au cours d'un essai de lixiviation avec un rapport liquide/solide de 2 l/kg et les quantités de sulfates relargués cumulées dans les percolats pour atteindre ce même rapport (soit dans les 3 premiers litres d'eau percolée). Pour le calcul des quantités de sulfates relarguées par l'essai de percolation, nous nous sommes inspirés des travaux de *Wahlström et al. (2000)*. La méthode de calcul comporte trois étapes :

- Étape 1

Les concentrations en sulfates mesurées sont rapportées aux volumes de percolats sur lesquels les mesures ont été réalisées. On trace ensuite l'évolution des concentrations en fonction du volume percolé (Figure 122). Les aires  $A_n$  ont été calculées pour chaque volume percolé analysé et elles correspondent à la quantité moyenne de sulfates relargués pour ce volume.

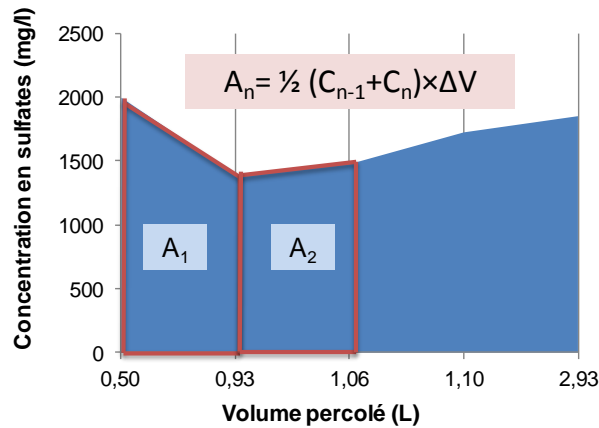


Figure 122: Concentration en éléments chimiques relargués dans les percolats en fonction du volume percolé (exemple des sulfates)

- Étape 2

L'évolution en fonction du temps de percolation des quantités de sulfates relargués ( $A_n$ ) est calculée par sommation. On réalise ensuite un fittage des données pour prédire l'évolution tout au long de l'essai. Le cas présenté sur la Figure 123 concerne le sol de Boulogne compacté à l'OPN et non traité.

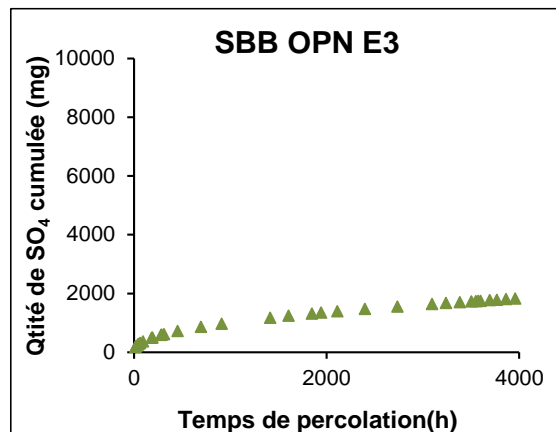


Figure 123: Quantités cumulées de sulfates relargués dans l'éprouvette 3 de sol de Boulogne non traité et compacté à l'OPN

- Étape 3

On compare les quantités lixiviées en termes de masse de sulfates pour un même rapport liquide/solide (= 2L/kg) à celles obtenues par calcul à partir de l'essai de percolation.

Cette méthode a été testée pour le sol de Boulogne non traité et compacté à l'OPN et les résultats sont synthétisés dans le Tableau 59.

Les valeurs données pour l'essai de lixiviation représentent des mesures moyennes sur 3 sous-échantillons testés et les valeurs en percolation sont une moyenne des mesures sur 4 éprouvettes. On note une importante variation des résultats de concentration en sulfates des éluats issus des 4 éprouvettes en percolation (avec un coefficient de variation de 53,03%) et sur les échantillons en lixiviation (avec un coefficient de variation de 48,85 %). Cette variabilité des résultats d'une éprouvette à une autre s'explique en partie par l'hétérogénéité des matrices testées et sans doute également par l'incertitude liée à la mesure des sulfates par néphélométrie. Compte tenu des écarts types, il est difficile de dire si la percolation permet de relarguer plus ou moins de sulfates. Le relargage semble du même ordre de grandeur, ce qui est cohérent avec l'hypothèse d'une dissolution rapide du gypse entraînant à tout moment une saturation de la solution (que l'eau percole ou qu'elle soit mise d'un coup tout entière au contact du matériau).

Un travail similaire devra être réalisé par exemple avec le calcium et le strontium (marqueur de la dissolution du gypse).

**Tableau 59: Concentration en sulfates des éluats du sol de Boulogne des lixiviations et des percolations.**

	Sol SB		
	Moyenne (mg/L)	Écart type	CV (%)
Lixiviation avec un L/S = 2 L/kg	2209,43	1079,39	48,85
Percolation OPN avec un L/S = 2 L/kg	2889,16	1532,14	53,03

#### 4.3.6 Conclusions sur les essais de percolation

Les éprouvettes ont été soumises à une circulation d'eau sous une pression de 5 KPa équivalant à une tranche d'eau de 50 cm d'eau. Les essais ont duré plus de 6 mois voire plus d'un an. Or, dans la réalité, une couche de forme inondée sous 50 cm d'eau avec un contact direct avec l'eau (sans le corps de la chaussée) et durant une période aussi longue est une situation très rare, voire impossible. Ce sont des conditions très défavorables mais sans doute moins agressives que les conditions de l'essai de lixiviation.

Les essais de percolation réalisés sur les sols d'Ivry et de Boulogne compactés à différentes énergies Proctor (OPM et OPN) et traités au ciment ou à la chaux, révèlent que :

- compte tenu des faibles perméabilités mesurées, on estime avoir atteint les limites du dispositif expérimental de percolation utilisé au cours de cette étude. Un nouvel

équipement doit être envisagé ou bien l'application d'un autre essai tel que l'essai d'immersion développé dans le chapitre qui suit ;

- les sols d'Ivry ( $k = 8.10^{-9}$  et  $6.10^{-10}$  m/s) et de Boulogne ( $k = 10^{-9}$ - $10^{-10}$  m/s) ont des comportements en termes de perméabilités assez similaires, étant donné leur texture granulométrique similaire et ce malgré les différences de nature des artefacts qu'ils contiennent. Si la perméabilité diminue initialement pour se stabiliser dans le cas de Boulogne, la perméabilité semble augmenter avant de se stabiliser après la phase initiale de diminution. Ce phénomène est également observé sur les éprouvettes traitées au ciment mais pas lors du traitement à la chaux ;
- des perméabilités intermédiaires de l'ordre de  $10^{-9}$  à  $10^{-10}$  m.s<sup>-1</sup> ont été obtenues sur les sols de Boulogne compactés non traités à l'OPN. Le compactage semble avoir un impact sur la perméabilité du sol puisqu'une différence de perméabilité d'un ordre de grandeur a été observée ( $k$  en régime permanent =  $10^{-10}$ - $10^{-11}$  m/s pour les éprouvettes compactées OPM) ;
- les éprouvettes de sol traité à la chaux présentent des perméabilités de  $10^{-8}$  à  $10^{-9}$  m.s<sup>-1</sup>. Le traitement à la chaux semble augmenter la perméabilité des sols d'un ordre de grandeur après une réorganisation des particules induite par leur floculation/agrégation. Cette diminution n'est pas observée sur les éprouvettes de sols traité au ciment, dont la perméabilité est de  $10^{-9}$  à  $10^{-10}$  m.s<sup>-1</sup> ;
- le maintien d'un pH alcalin dans les eaux percolées montre que la chaux a un effet qui perdure même après plusieurs volumes poraux percolés et l'évolution des concentrations des éléments dans les percolats au cours du temps ou de la conductivité renseignent sur l'impact du traitement. En effet, les conductivités dans les percolats d'un sol traité à la chaux (ou au ciment) sont plus faibles que les conductivités dans les percolats du sol non traité compacté. Le traitement à la chaux tout comme le traitement au ciment semble diminuer les éléments lixiviés. Une recapture des éléments via la précipitation de calcite (carbonatation), le développement de CSH par réaction pouzzolanique ou la précipitation de phase cimentaire secondaire telles que l'ettringite est avancée. Une autre hypothèse est liée au pH des solutions inertielles. Certaines études, dont celle de [Wahlström et al. \(2000\)](#), montrent que l'augmentation du pH engendrée par le traitement des sols provoquerait une diminution du relargage en ions sulfates. Cependant cet effet du pH est discutable, compte tenu de l'absence d'effet au cours de la lixiviation à pH 12 ;
- quoique similaire sur certains points, le traitement au ciment est sensiblement différent du traitement à la chaux. Les éprouvettes de sol traité au ciment présentent des perméabilités

de  $10^{-9}$  à  $10^{-10}$  m.s<sup>-1</sup>, qui sont des valeurs proches de celles obtenues sur les éprouvettes non traitées et le pH des percolats diminue rapidement au cours de la percolation. Le développement des composés cimentaires va plutôt avoir tendance à remplir les pores sans effet de « floculation » décrit pour la chaux dans la littérature ;

- La comparaison des quantités de sulfates relargués au niveau des percolats et des lixiviats ne permet pas de révéler une différence notable entre le processus statique de relargage (lixiviation) et le processus dynamique avec renouvellement d'eau (percolation)

#### **4.4.Essai d'immersion**

Après la lixiviation (normalisée) et les essais de percolation (montrant une faible perméabilité des éprouvettes de sols urbains compactés et/ou traités), des essais d'immersion ont été réalisés sur des éprouvettes de sol compacté à l'OPN avec ou sans un traitement à 5% de ciment ou à 1% de chaux. Une cure de 28 jours fermée hermétiquement a été appliquée avant le début du test d'immersion.

Le but de l'essai d'immersion de déterminer le relargage de substances inorganiques (voire organiques solubles) par dissolution des phases ou par lessivage des surfaces puis diffusion depuis l'intérieur d'une éprouvette massive de sol vers l'extérieur où se trouve la solution lixivante. Le protocole expérimental de cet essai est présenté dans le chapitre 2.

Les éprouvettes compactées (traitées et non traitées) n'ont été soumises à aucune contrainte (pas de fluide poussé pour passer à travers l'éprouvette), afin de privilégier un relargage dominé par la diffusion comme principal processus de relargage. Un tel processus se produit généralement dans un remblai ou une couche de forme, qui sont rarement mis en charge hydraulique sauf en période d'inondation et sont soumis généralement au phénomène de remontées capillaires lors des battements de nappe.

Des prélèvements ont été effectués au fur et à mesure de l'essai, qui a duré au total 7 jours. Un suivi du pH et de la conductivité a été réalisé tout au long de l'essai sur des prélèvements réguliers et des analyses de sulfates par néphélométrie ont été faites sur les éluats (les analyses par ICP/OES sont prévues ultérieurement). Les résultats de ces analyses sont présentés dans le Tableau 60.

Les résultats des essais d'immersion montrent que les éluats des sols non traités et compactés à l'OPN présentent des pH neutres entre 6,5 et 8. Il n'y a par ailleurs pas de tendance notable particulière dans l'évolution des pH de ces éluats, puisqu'on observe une certaine stabilité des

valeurs tout au long de l'essai. Concernant les sols traités à la chaux, nous observons des pH autour de 8 pour le sol de Boulogne et entre 6 et 8 pour le sol Ivry. Lors des essais de percolation, ces pH restaient alcalins autour de 10 – 11. On peut supposer que les OH sont présents dans l'eau de pore de l'éprouvette mais ils diffusent peu hors de l'éprouvette (ils sont mobilisés pour la dissolution des phases argileuses, par exemple) alors que, lorsque l'eau est poussée, ils sont susceptibles de sortir de l'éprouvette. Les eaux prélevées au niveau des sols traités au ciment mis en immersion sont plus alcalins avec des pH entre 9 et 11. Lors des essais de percolation, les pH des percolats de leur côté restaient proches de la neutralité. Ce comportement est donc différent de celui rencontré dans les éprouvettes chaulées. Un comportement inverse est observé en immersion. Ces valeurs de pH alcalins sont observées généralement dans les sols traités. Elles sont dues à la libération des ions OH<sup>-</sup> lors de la dissolution de la portlandite Ca(OH)<sub>2</sub>.

Les conductivités observées sur les éluats des deux sols non traités montrent des différences de relargage. En effet, les conductivités sont comprises 300 et 460 μS/cm pour le sol de Boulogne et entre 600 μS/cm et 700 μS/cm pour le sol d'Ivry. Cette différence suggère un relargage plus important dans le sol d'Ivry. Les sols deux SB et SI présentaient pourtant des perméabilités similaires mais avec des quantités de gypse exprimées en termes de contenu total en SO<sub>4</sub> de 19800 et 42900 mg/kg respectivement. L'évolution de la conductivité des éluats au cours du temps montre une augmentation du relargage en éléments au cours du temps. Cette augmentation est progressive dans la plupart des éprouvettes des deux sols, sauf pour l'éprouvette 2 du sol Ivry où nous avons relevé des valeurs fortes dès le premier jour de prélèvement et ensuite aucune tendance particulière n'est enregistrée tout au long de l'essai. Ces résultats tendent à montrer que le phénomène de diffusion se produit au cours des 7 jours de test.

Les résultats des mesures de conductivité sur les éluats des deux sols traités (au ciment ou à la chaux) montrent un comportement assez similaire avec une augmentation des conductivités de l'eau d'immersion au cours du temps. On note cependant des valeurs de conductivité plus basses dans les éluats des sols traités en comparaison des valeurs mesurées dans les sols non traités. Ce comportement est cohérent avec les mesures réalisées en percolation. Les explications données quant à l'origine de cette baisse de conductivité ont été données précédemment dans le chapitre percolation.

La baisse de conductivité est plus importante dans le cas du traitement au ciment. Le traitement au ciment semble avoir donc un impact plus important sur le relargage par rapport

au traitement à la chaux. Cette observation est plus nette en ce qui concerne le sol de Boulogne puisque les conductivités diminuent de moitié avec un traitement au ciment (autour de 400  $\mu\text{S}/\text{cm}$  pour le sol non traité et 200  $\mu\text{S}/\text{cm}$  pour le sol traité au ciment) et seulement d'un quart avec un traitement à la chaux.



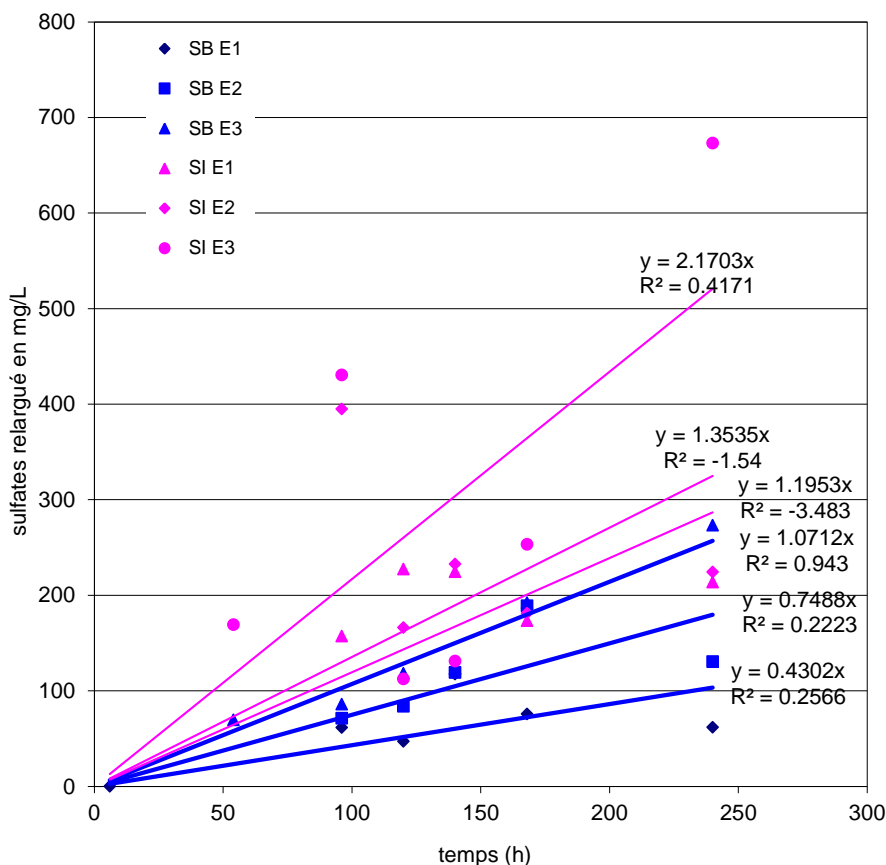
**Tableau 60: Résultats des analyses chimiques (sulfates, pH et conductivité) des éluats des essais d'immersion sur les sols non traités compactés à l'OPN et traités (à la chaux et au ciment). Ld : limite de détection.**

	SO <sub>4</sub> SBB OPN (mg/L)			pH SBB OPN			σ SBB OPN (μS/cm)			SO <sub>4</sub> SI OPN (mg/L)			pH SI OPN			σ SI OPN (μS/cm)		
	E1	E2	E3	E1	E2	E3	E1	E2	E3	E1	E2	E3	E1	E2	E3	E1	E2	E3
T1	< ld	< ld	< ld	6,6	6,7	6,95	3,7	6,8	4,4	< ld	< ld	< ld	6,3	6,5	7,55	60,0	280	13
T2	< ld	< ld	< ld	6,3	6,7	6,95	10,2	14,2	5,6	< ld	< ld	< ld	7,35	6,7	8,2	17,1	354,1	60
T3	< ld	< ld	69,7	6,4	6,3	7	23,5	35,2	10,1	< ld	< ld	169,2	6,7	6,8	6,9	53	467,0	59,6
T4	61,6	71,2	86,1	6,8	7,6	6,8	176,3	171,1	174,0	157,3	394,8	430,4	6,7	6,7	8,6	262,5	242,8	270,5
T5	46,9	83,7	118,3	7,1	7	6,95	229,7	191,7	204,4	227,3	166,1	112,5	6,75	7	6,8	301,0	269,0	288,1
T6	117,4	119,2	123,2	6,9	6,9	6,8	212,2	224,9	243,3	224,6	232,7	131,0	6,75	7,45	7,75	383,0	370,0	390,2
T7	75,7	188,9	192,3	7,4	7,0	6,95	287,0	290,0	304,0	173,4	181,2	253,1	6,75	7,3	8,3	504,0	341,0	407,0
TF(7j)	61,8	130,5	273,2	8	6,9	6,95	462,0	421,0	300,0	213,7	224,2	673,2	7,1	7,55	7	648,0	615,0	708,0

	SO <sub>4</sub> SBB ciment (mg/L)			pH SBB ciment			σ SBB ciment (μS/cm)			SO <sub>4</sub> SI ciment (mg/L)			pH SI ciment			σ SI ciment (μS/cm)		
	E1	E2	E3	E1	E2	E3	E1	E2	E3	E1	E2	E3	E1	E2	E3	E1	E2	E3
T1	38,5	49,8	38,4	7	7,5	7,9	47,00	7,49	6,36	53,9	54,8	42,8	8,1	7,5	8,	60,80	68,00	25,77
T2	43	56,2	39,4	7,45	7,1	7,8	19,67	80,20	39,20	61,3	55,2	64,2	9,7	10,4	8,15	107,00	299,00	46,40
T3	43,4	56,9	42,1	9,75	10	9,35	36,70	42,20	41,50	60,è	54,8	55,1	9,65	9,5	9,55	94,20	85,00	85,10
T4	55,2	55,3	53,6	9,8	8,75	9,4	58,40	40,50	57,90	52,ç	53,1	54,7	10	9,1	9,15	259,00	90,08	74,37
T7	58	58,9	59,1	10,7	9,6	10,8	223,7	132,20	222,80	90,3	97,1	124,7	9,2	10,8	10,75	475	512,00	100,75

	SO <sub>4</sub> SBB chaux (mg/L)			pH SBB chaux			σ SBB chaux (μS/cm)			SO <sub>4</sub> SI chaux (mg/L)			pH SI chaux			σ SI chaux (μS/cm)		
	E1	E2	E3	E1	E2	E3	E1	E2	E3	E1	E2	E3	E1	E2	E3	E1	E2	E3
T1	60,1	58,4	60,3	8,6	8,9	8,4	210,30	239,70	203,50	113,1	66	55,1	7,7	8,6	8,4	76,30	234,00	239,70
T4	87	85,5	83	7,55	7,75	7,5	330,00	274,40	307,00	369,4	160,2	193,8	7,2	7,5	7,6	556,00	603,00	491,00
T7	162,8	156,2	150,4	8,8	8	8,25	328,00	317,00	326,00	387,3	253,5	249,2	7,8	7,8	8	540,00	632,00	520,00

Les résultats obtenus pour les sulfates sur les éprouvettes non traitées et compactées à l'OPN sont présentés dans le Tableau 60. Les faibles teneurs en sulfates dans les premières solutions prélevées dans les 30 litres d'eau dans lesquels l'éprouvette est immergée n'ont pas pu être détectées. Les résultats montrent des relargages différents au niveau des deux sols, mais des tendances d'évolution similaires (Figure 124).



**Figure 124: Cinétique de relargage des sulfates par diffusion dans l'essai d'immersion, sols (SB et SI) compactés et non traités**

Les éluats du sol d'Ivry semblent être plus concentrés en sulfates par rapport aux éluats du sol de Boulogne, ce qui est cohérent avec le contenu total en sulfates plus élevé dans SI par rapport à SB. Dans les deux sols, le relargage semble progressif tout au long de l'essai, ce qui suggère un relargage contrôlé par la diffusion (la diffusion est le paramètre limitant). Un contrôle par la cinétique de dissolution ne peut pas être exclu. Le relargage contrôlé par la diffusion a une relation linéaire avec le temps selon la norme CEN/TS 16637-2, ce qui est notre cas. La dissolution quant à elle conduit à un relargage continu et uniforme dans le temps, d'éléments dans l'eau du réseau poreux (la réaction s'arrête lorsque l'équilibre est atteint c'est-à-dire lorsque l'eau de pore est saturée en sulfates). Ensuite ces espèces sont soumises à la diffusion pour sortir de l'éprouvette. Dans notre cas, la dissolution est suffisamment rapide pour que l'eau de pore reste saturée en sulfates malgré la diffusion.

Le lessivage des surfaces est un mécanisme secondaire qui peut se produire lorsque la diffusion est identifiée comme mécanisme de relargage principal. Le lessivage des surfaces est une forme de dissolution donnant un relargage initial relativement élevé dans les premiers éluats, suivi de concentrations nettement plus faibles dans les éluats suivants. On observe ce phénomène sur les éprouvettes traitées au ciment ou à la chaux, alors que les sols non traités présentent des concentrations très faibles en sulfates en début d'immersion.

Comme pour la conductivité, les teneurs en sulfates sur les sols traités montrent que les traitements à la chaux et au ciment ont des actions différentes. En effet, le traitement au ciment semble abaisser considérablement les teneurs en sulfates des éluats. On note toujours des concentrations plus élevées dans les éluats du sol d'Ivry traité. Concernant l'action de la chaux, on note de légère diminution de la teneur en sulfates en comparaison des teneurs relevées sur les sols non traités. Plusieurs pistes ont été proposées précédemment pour expliquer cette baisse (de la conductivité) ou des concentrations en sulfates. Un traitement au ciment peut par exemple diminuer la porosité dans l'éprouvette et resserrer la microstructure du sol ainsi les pores sont moins accessibles aux flux d'eau et donc le phénomène de diffusion est plus lent sur ces éprouvettes car la vitesse de diffusion dépend de la porosité et de la structure des pores (tortuosité) de la matrice (CEN/TS 16637-2). La deuxième piste est un piégeage par co-précipitation de phases cimentaires secondaires comme l'ettringite.

### **Comparaison des essais de percolation et de lixiviation.**

Nous avons noté des différences au niveau des concentrations en sulfates obtenues sur les éluats en immersion, les percolats et les lixiviats obtenus sous différentes conditions expérimentales (Tableau 61). Les modes de contact lixiviant/matrice sont différents d'un essai à un autre. Lors de la lixiviation, nous avons mis un sol foisonné au contact d'eau et la dissolution des phases est dans ce cas le phénomène principal qui contrôle le relargage des éléments (la taille des grains permet de négliger la diffusion et le temps de contact de 24h est hypothétiquement suffisant pour que le système atteigne l'équilibre). Dans l'essai de percolation, on soumet le sol (compacté et/ou traité) à une circulation d'eau sous pression et dans ce cas, dissolution et diffusion contrôlent le relargage, qui est accéléré grâce à la pression hydraulique appliquée. Dans ce cas, si le temps de contact n'est pas suffisamment long (dans le cas de faible perméabilité), les processus aux interfaces peuvent ne pas atteindre l'équilibre. Le dernier essai, où les éprouvettes de sol traitées ou non sont mises en immersion dans l'eau sans contraintes, met en avant la diffusion, qui devient le processus principal de contrôle du relargage des polluants.

**Tableau 61: Comparaison entre les teneurs en sulfates (mg/Kg), pH et conductivités (µS/cm) des solutions récupérées par des essais de lixiviations et des essais de percolation sur les matrices totales des deux sols.**

	Boulogne			Ivry		
	pH	Conductivité (µS/cm)	Sulfates (mg/kg)	pH	Conductivité (µS /cm)	Sulfates (mg/kg)
Quantité totale CT	-	-	19800	-	-	42900
Lixiviation 2h	9,5	1983	23300	8,2	2216	15860
Lixiviation 24h (norme)	9,5	2164	12916	8,3	2263	10657
Lixiviation 3 jours	9,5	2203	22540	8,4	2291	25120
Lixiviation pH 12	9,7	2297	26530	9,7	2397	13470
Lixiviation L/S = 2 l/kg	--	--	22090 (+/-)10790	--	--	--
Percolation OPN	5,5 - 8,5*	1841 – 4240*	28890** (+/-)15320	7 – 8,6*	2000 – 4600*	--
Immersion OPN (à 7j)	6,9 – 8	300- 462	618- 2730	7 – 7,55	615-708	2137-6730
Percolation OPM	5,5– 8,5*	2670 – 4120*	-	-	-	-
Percolation CEM2	8,2 – 11*	1338 – 2140*	5965,7 mg/L***	-	-	-
Immersion CEM2 (à 7j)	9,6- 10,8	132 - 223	580-600	9,2 – 10,8	100 - 512	903-1250
Percolation CaO	8 –11,5*	1000 – 3000*	4048,8 mg/L***	-	-	-
Immersion CaO (à 7j)	8,25– 8,8	3170- 3280	1504-1628	7,8– 8	520-632	2490- 3873

\* valeur mesurée sur un volume percolé (non cumulé, non moyenné), \*\* valeur cumulée de sulfates provenant des différents percolats, \*\*\* valeur moyenne des sulfates sur les différents percolats.

Une autre différence entre les essais est la surface de sol mise en contact avec l'eau. Dans le cas de la lixiviation, on met en contact une quantité de 90 g de sol dans un litre d'eau. Avec un sol contenant environ 4% de gypse, on a donc 3,5 g de gypse potentiellement soluble dans 1 litre d'eau (on est dans ce cas au-dessus de la limite de solubilité de 2,5 g de gypse /L). Tout le gypse n'est pas dissout dans le lixiviat, mais le milieu atteint la saturation en sulfates. De petits dépassements (sursaturation) peuvent être observés. Ils sont associés comme nous l'avons vu dans la partie bibliographie à la présence de certains cations qui favorisent (ou inhibent) la dissolution du gypse. Dans le cas de l'essai d'immersion, la quantité de sol mise en contact avec l'eau est de 3 kg pour 30L d'eau, ce qui suggère un même rapport liquide/solide que pour la lixiviation. La solution d'immersion va donc se concentrer progressivement en sulfates pour atteindre la saturation en sulfates. Les résultats des essais d'immersion montrent une progressivité du relargage mais également une atténuation des teneurs en sulfates dans l'eau environnante. À la différence de l'essai

de lixiviation, le sol mis en immersion est compacté et/ou traité, aussi les polluants sont moins accessibles à l'eau. Les transferts par diffusion du cœur de l'éprouvette à la solution environnante prennent plus de temps qu'avec une lixiviation. Une cartographie de l'éprouvette à la fin de l'essai est envisagée pour visualiser le gradient des concentrations en sulfates du cœur de l'éprouvette vers les bords.

La modélisation des transferts de polluants (notamment  $\text{SO}_4$ ) est l'étape suivante de ce travail. Nous avons jusque là effectué les premières étapes vers cette modélisation.

**Etape 1:** Identification des polluants en présence dans la matrice et des phases qui les portent → caractérisation chimique et minéralogique des sols

**Etape 2:** Comportement de la source des polluants → Evaluation du relargage avec différents essais (lixiviation, percolation et immersion) et dans différentes conditions (lixiviations à différents pH, temps de contact et L/S)

**Etape 3:** Spéciation des éléments → Une tentative de simulation a été effectuée sous Hydra Medusa. Mais l'utilisation de ce logiciel n'est pas concluante vu la complexité du système sol urbain et la présence de plusieurs phases.

**Etape 4:** modélisation du transport des polluants par diffusion/dispersion → étape en perspective

Le transfert de polluants dans les sols urbains compactés et/ou traité s'avère cependant très complexe à modéliser compte tenu du nombre élevé de phases minérales voire organiques en présence, du nombre élevé d'éléments chimiques (majeurs et polluants), ce qui augmente les interactions possibles entre éléments, du nombre élevé de processus de dissolution ou aux interfaces, qui peuvent se produire (nécessite de connaître les constantes de réaction pour chaque processus), et compte tenu de la structure multimodale du réseau poreux (non seulement la matrice fine a une certaine porosité mais également chaque grain de la fraction grossière). Une modélisation qui couple le transport et les réactions géochimiques entre phases du sol et polluants requerra de faire des simplifications et des approximations (hiérarchisation des processus).

## Conclusion générale

Les objectifs de cette recherche étaient de définir une démarche expérimentale de caractérisation des sols urbains, de tester leurs performances mécaniques en vue de leur réutilisation dans le domaine routier et d'évaluer l'impact environnemental de la réutilisation de ce type de matériaux. Pour répondre à ces objectifs, nous avons choisi de travailler sur deux matériaux excavés dans la région Parisienne. Le sol de Boulogne (SB) a été prélevé dans un ancien site industriel tandis que le sol d'Ivry (SI) provient d'un remblai jouxtant le boulevard périphérique de Paris.

Ces sols sont des sols urbains d'origine géologique assez proche. Cependant l'historique des activités sur les deux sites montre une différence en termes d'apport anthropique. Malgré leur différence d'origine, ces matériaux présentent des caractéristiques communes.

### **Caractéristiques communes aux sols urbains : vers une nouvelle classe de sol GTR**

Ils montrent la présence de scories riches en carbone organique (carbone technogène alors que la présence de matière organique dite « active ou dégradable » a été écartée), de gypse (naturel ou anthropique) et de déchets de démolition (béton, briques...), peu de fines et une distribution de tailles des grains du squelette granulaire étalée avec une faible activité argileuse. L'identification des sols a été complétée à l'aide d'un essai de tri manuel et visuel importé du domaine des granulats et appliqué sur la fraction 4-20 mm du sol. Cet essai révèle que les deux matériaux sont composés d'éléments naturels et d'artefacts (briques, scories, agrégats de bétons...). Cette identification a été détaillée à l'aide de la diffraction de rayons X permettant d'identifier et de quantifier les phases minérales dans les fractions totales des sols, différentes fractions granulométriques (0-80, 80-400 et > 400  $\mu\text{m}$ ) et les artefacts triés. Parmi les composantes anthropiques, les éléments de déconstruction de type béton apparaissent avec des quantités variables d'un sol à l'autre (17% dans SB et 2.1% dans SI). Cette variation pourrait expliquer la différence de performance mécanique entre ces deux sols due à un phénomène d'auto-cimentation. En effet, les agrégats de bétons dans les sols urbains peuvent générer des fines lors de leur compactage à l'origine d'une « prise hydraulique » supplémentaire lors du traitement (ce phénomène doit être validé par des observations ultérieures).

Concernant la classification des sols urbains excavés, force est de constater que les sols (tels que ceux étudiés) n'entrent pas dans les différents guides de recommandation soit environnementaux (« Guide de caractérisation des terres excavées dans le cadre de leur réutilisation hors site en technique

routière et dans des projets d'aménagement » (BRGM/RP-62856-FR) paru en décembre 2013 et actuellement en cours de modification), soit géotechnique (Guide de Terrassement Routier ou GTR dédié aux sols naturels ou aux matériaux alternatifs « purs » regroupés dans la classe F) si on considère les définitions des matériaux auxquels ces guides se rapportent.

Si les éléments anthropiques d'apport sont considérés comme des granulats naturels, les propriétés géotechniques de ces sols s'avèrent satisfaisantes (limite Atterberg, valeur de bleu  $V_{bs}$ ). L'identification géotechnique montre que les deux matériaux sont de classes GTR assez proches soit  $C_1B_5$  pour le sol SI et  $C_1A_1$  pour le sol SB. Selon les entreprises de terrassement qui opèrent en région Parisienne, ce profil est commun à la plupart des sols de la région issus des excavations superficielles (en dessous du premier mètre riche en terre végétale et matière organique, et hors friches industrielles). Afin de tenir compte pleinement des spécificités des sols urbains, ce travail devra contribuer à établir une nouvelle sous-classe de matériau dans la classe F. Il s'agit de décrire une classe de sols mixtes, c'est-à-dire un mélange de matériaux naturels et anthropiques. Au vue des résultats d'aptitude au traitement et des performances mécaniques obtenus sur les deux sols urbains testés dans ce travail de thèse, la présence des artefacts ne semblent pas géotechniquement préjudiciables. Pour illustrer l'impact potentiel des artefacts sur les performances, le test d'une série de mélange est nécessaire. Ces tests permettraient de déterminer des seuils à ne pas dépasser (seuil à partir duquel les artefacts entraînent une dégradation des propriétés du mélange ou bien une mauvaise tenue dans le temps compte tenu par exemple de leur dégradabilité plus grande par rapport au granulat naturel).

L'essai de tri semble particulièrement approprié pour classer les sols selon la teneur et le type d'artefacts. L'approche mathématique basée sur la chimie des composantes donnée par fluorescence X et celle de la fraction totale du sol confirme dans cette étude que le tri sur la fraction 4-20 représente globalement le sol 0-20 mm. Ce résultat est cohérent avec le fait que les sols urbains sont jeunes et que la fragmentation sélective des phases minérales en fonction de leur nature (pédogénèse) sous l'effet des processus naturels ou anthropiques (remaniement successif) dans les sols ne sont pas encore très avancés. On observe une répartition assez homogène des éléments chimiques ou des phases minéralogiques dans les différentes fractions granulométriques. Ce comportement est différent de celui d'un sol naturel ou des sédiments pas exemple où les polluants sous formes ioniques sont libérés progressivement et se concentrent dans la fraction la plus fine qui présentent les surfaces spécifiques les plus grandes notamment avec les colloïdes de type oxyhydroxydes et les argiles).

La teneur en scories (porteuses de polluants ou de carbone organique technogène), la teneur en béton/brique (potentiellement bénéfique au sol en terme de traitement), la teneur en gypse (potentiellement néfaste) devront être observées avec attention. Les sols urbains en revanche vont devoir être caractérisés chimiquement et environnementalement de manière plus précise : la nature de la « matière organique » doit être précisée. Les mesures de teneur en matière volatile (calcination à 550°C- norme NF P 94 047) ne sont pas adaptées pour estimer la matière organique des sols urbains compte tenu de la présence de gypse. Les mesures par la méthode chimique (NF P94 055) peut rencontrer des difficultés en présence des scories métalliques qui peuvent subir des réactions d'oxydation parallèlement à la matière organique. On recommande la mesure de la teneur en carbone organique par analyseur carbone soufre pour déterminer le  $C_{org}$  (sous réserve d'une absence de pollution de type HAP...) tel que demandé par les études environnementales. Une grande quantité de  $C_{org}$  (comme observé dans SB avec 92g/kg) n'est cependant pas la preuve de la présence de matière organique « active » telle que rencontrée dans les sols agricoles (et à l'origine de dégradation des performances en terrassement – max de MO admissible = 5%). Une mesure par analyse thermique différentielle (ATD) met en général en évidence la présence de MO active par la présence d'un pic exothermique. La quantité de  $C_{org}$  lixiviée (mobilisable lors des traitements à la chaux ou au ciment) doit être mesurée pour vérifier son faible niveau. On recommande une étude sur les scories quantifiées à partir de l'essai de tri. Dans leur cas on va se référer aux essais relatifs aux laitiers ou aux MINDN. A partir de la caractérisation chimique et minéralogique, nous avons montré que les éléments qui contiennent le plus de polluants sont les scories. Or ces matériaux présentent des densités remarquables, soit très élevées pour les scories magnétiques, soit plutôt faibles pour les scories non magnétiques. On pourrait alors imaginer un système de ségrégation et de nettoyage des matrices basé sur cette propriété remarquable. Par ailleurs, la mise en contact du gypse avec l'eau au cours de cette phase de nettoyage devraient libérer les sulfates de manière rapide et en quantité (compte tenu de la forte solubilité de la phase), conduisant à un abaissement significatif de la concentration en sulfates dans le sol.

Suivant les recommandations du GTR, les deux sols testés présentent une aptitude au traitement à la chaux (à 1%) et des performances mécaniques acceptables avec un traitement aux liants hydrauliques (CEM II à 5%) avec une position en zone 4 pour SB et en zone 5 pour SI dès 28j (pas de changement de zone à 90j mais une augmentation de la résistance à la traction indirecte). Ces sols peuvent donc être utilisés en technique routière (utilisation en couche de forme ou en remblais) en l'état ou améliorés par traitement et/ou compactage. Leur aptitude aux traitements a été confirmée malgré la présence de sulfates (0.1-0.13 %) avec des teneurs supérieures au seuil des ISDI mais inférieure au guide SETRA sur la valorisation des matériaux alternatifs. Notez que les



seuils environnementaux ne sont pas reliés aux seuils de performances géotechniques (aucune valeur n'est fixée quant à la quantité maximale de sulfates admissibles dans un sol et plusieurs seuils apparaissent dans la littérature entre 0.03 et 1%). Il serait bon de s'inspirer des techniques de terrassement par amélioration et traitement des sols qui sont pratiquées dans les sols sulfatés naturels.

### **Evaluer l'impact environnemental des sols urbains en technique routière**

La caractérisation environnementale des deux sols testés par essai de lixiviation a mis en évidence de fortes teneurs en sulfates ce qui est cohérent avec la présence de gypse (naturel ou anthropique) dans chacun de ces sols. Une pollution importante en strontium Sr (corrélée au relargage en sulfates) est observée. Cet élément peut être considéré dans ce cas comme un marqueur du gypse Parisien. Il se substitue en effet au calcium dans la structure du gypse  $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ . Le gypse montre par ailleurs une dissolution rapide et une sursaturation des lixiviats peut apparaître (variation de la teneur en sulfates solubles en fonction de la composition des lixiviats mais pas ou peu en fonction du pH). Cela signifie que lors d'un essai de lixiviation, la majorité des polluants lixiviables se retrouvent en solution alors que dans le cas des sulfates lorsque présents en quantité, un seul essai de lixiviation ne permet pas d'évaluer la quantité totale des sulfates solubles. En effet, une fois la solution saturée (à 1.38 g  $\text{SO}_4/\text{L}$ ), le relargage en sulfates s'arrête. Une nouvelle lixiviation permet donc de relarguer une fraction supplémentaire de sulfates et ce jusqu'à épuisement du gypse présent. Enfin, nous avons observé que le dosage des sulfates avec la norme NF T 090 40 utilisant le sulfate de baryum comme réactif n'est pas toujours très fiable (une meilleure fiabilité devrait être fournie par des mesures par chromatographie ionique).

Outre les sulfates  $\text{SO}_4$ , l'antimoine Sb, les fluorures F (pour SI) et le carbone organique  $\text{C}_{\text{org}}$  (en contenu total) sont problématiques vis-à-vis de la réglementation environnementale. Ces terres ne peuvent être considérées comme inertes à cause du dépassement des seuils fixés pour ces éléments (les pollutions organiques n'ont pas été considérées compte tenu des pré-tests de caractérisation environnementale fournis par les entreprises à l'origine des terres). Si on se réfère aux guides environnementaux en vigueur (notamment le guide d'acceptabilité des matériaux alternatifs en technique routière édité par le CEREMA), l'utilisation du sol prélevé à Boulogne-Billancourt doit être limitée compte tenu des résultats des essais de lixiviation (mais elle reste possible sous conditions c'est-à-dire revêtue ou recouvert). Avec une forte teneur en carbone organique en

contenu total, le sol prélevé à Ivry se positionne au-delà des limites des déchets non dangereux. Ce statut doit être confirmé après une mesure de la teneur en matière organique  $C_{org}$  sur les éluats. Cette teneur en carbone organique (comme la teneur en sulfates) ne semble cependant pas affecter de manière importante les propriétés géotechniques (tests d'aptitude au traitement et performances mécaniques), qui restent tout à fait acceptables.

Si le gypse est clairement le porteur du strontium, aucune phase minéralogique n'a été clairement observée par diffraction de rayons X avec des polluants explicitement identifiés ce qui suggère que ces polluants sont soit sous forme particulaire en faible quantité (ou spots) ou adsorbés en surface des phases majeurs qui composent les sols comme les oxydes de fer, la calcite, le quartz...ou à l'état de trace dans la structure cristalline de ces minéraux. Or, pour tenter une modélisation géochimique du comportement des sols, il est nécessaire de connaître non seulement les phases présentes dans le sol et leur comportement mais également les porteurs des polluants et leur état.

Afin de mieux appréhender les origines des polluants (notamment les métaux lourds qui sont pratiquement tous représentés dans la matrice des sols), le contenu total des composants (artefacts) des deux sols et de plusieurs fractions granulométriques des sols ont été étudiés. Les scories (magnétiques et non magnétiques) concentrent la majeure partie des polluants dans leur squelette (les scories non magnétiques renferment jusqu'à 50-60% d'amorphes qui pourraient être assimilés au carbone organique). Ces scories ne relarguent cependant pas plus de polluants que les autres composantes du squelette granulaire si on se réfère aux taux de relargage calculé en faisant le rapport quantité lixiviée sur contenu total. Les pollutions métalliques qu'elles renferment sont relativement stables à courte échéance (échelle du laboratoire). Néanmoins, on peut imaginer que les processus naturels d'altération des matériaux dans leur environnement (dissolution, oxydo-réduction, attaque par des microorganismes...) peuvent à long terme entraîner un certain relargage des polluants.

Les éléments les plus mobiles au cours de la lixiviation des sols SI et SBB sont le Ca (3,5-7%), le K (1,5-3%) le Na (4-8,5%), le Sr lié au gypse très soluble (0,5- 9,5%), le Mo (0,5 -3,9%), Mg (0,5 – 2%) et Sb (0,1 – 6%). Le molybdène s'il se trouve présente en faible quantité en contenu total dans les deux sols (9 mg/kg dans SI et 25 mg/kg dans SB), cet élément s'avère particulièrement mobile ce qui fait de lui un élément à problème dans de nombreuses terres excavées en région parisienne. On trouve ensuite avec des rapports entre 0,1 et 1%, Ba, V et As puis tous les autres éléments ont des mobilités ou taux de relargage  $< 0,1\%$ .

Pour aller plus loin et discuter de la représentativité de l'essai de lixiviation, nous avons réalisé des essais à plus court ou plus long terme (lixiviation à 3h ou 3 jours contrairement à l'essai normé à

24h). L'allongement du temps de lixiviation montre que les éléments sont globalement relargués en plus grande quantité (ce qui met en évidence des phénomènes lents de dissolution des phases). Le cas des sulfates discuté précédemment montre que tous les éléments lixiviables peuvent ne pas être relargués lors de l'essai normalisé. Le croisement des différentes normes d'essais de lixiviation (essai à 20°C et 24h et essai de 15 min à 60°C) seraient à envisager pour observer l'impact des conditions opératoires (de nombreuses discussions ont d'ores et déjà eu lieu concernant ces protocoles). Enfin, un changement de pH, peut conduire à libérer ou bien au contraire à stabiliser (fixer) certains polluants. Ce point est particulièrement important dans le cas d'un traitement de sol à la chaux ou aux liants hydrauliques. Ces traitements entraînent une alcalinisation du sol et nous avons remarqué sur les deux sols testés que Ba, Sb, Ni, Mo et (As) sont stabilisés (moins lixiviés) à pH12 alors que V, Cu et (As) sont plus relargués. L'arsenic (à l'état de trace) semble tantôt dans un cas stabilisé, tantôt plus relargués ce qui pourrait s'interpréter par la présence de différents composés arséniés dans les deux sols. De tels comportements lors de la lixiviation doivent être validés par l'étude d'autres sols urbains avec des fonds géologiques différents afin d'aboutir à une généralisation. Néanmoins, nous avons montré que les opérations de terrassement en présence de chaux ou de ciment pourraient entraîner une modification de la mobilité des éléments polluants dans les sols. Cependant nous nous sommes contentés d'observer des comportements en solution dilués qui ne permettent pas de prendre en compte la microstructure des sols et l'effet des phases néoformées lors du traitement notamment la précipitation de portlandite ou de CSH.

### **Evaluer l'impact environnemental des sols urbains en technique routière**

Un essai de perméabilité a été mis en place pour suivre la cinétique de relargage des polluants par les matériaux compactés à différents taux de compactage (OPN ou OPM) et/ou traités (à la chaux ou au ciment). Les éprouvettes ont été soumises à une circulation d'eau sous une pression de 5 KPa ce qui équivaut à une tranche d'eau de 50 cm d'eau au dessus du sol. Les essais ont duré plus de 6 mois voire plus d'un an. Or, dans la réalité, une couche de forme inondée sous 50 cm d'eau avec un contact direct avec l'eau (sans le corps de la chaussée) et durant une période aussi longue est une situation très rare, voire impossible. Ce sont des conditions très défavorables mais moins agressives que les conditions de l'essai de lixiviation.

Nous avons essayé au cours de ces essais d'atteindre (si possible) 2 litres de percolats par kilogramme d'éprouvette testée (condition d'arrêt de l'essai). Pour rappel, un essai de lixiviation est réalisé à 10 L/ kg et des essais à 2/kg ont été réalisés pour pouvoir comparer avec la percolation (relargage statique en lixiviation et relargage dynamique en quantité cumulée en percolation).

Les faibles perméabilités obtenues ainsi que les temps de percolation relativement longs révèlent les limites du dispositif expérimental utilisé dans ces travaux de recherche. Un nouvel équipement doit être envisagé ou bien l'application d'un autre essai tel que l'essai d'immersion présenté dans ce travail de thèse. L'application d'une charge hydraulique supérieure pourrait sans doute raccourcir les temps de percolation cependant les processus chimiques de relargage ont eux aussi leur cinétique propre (souvent lente) et une charge supérieure risque d'endommager voire de modifier la microstructure (porosité) des sols testés. Les essais réalisés à 28 jours de maturation des éprouvettes entraînent à la fois le lessivage des polluants mais également celui des phases cimentaires néoformées ce qui peut impacter sur le comportement global du sol. Enfin, 5 éprouvettes sont testées systématiquement mais sans doute un nombre plus grand serait nécessaire pour réellement estimer statistiquement le comportement des sols. Si les éprouvettes compactées montrent une certaine reproductibilité dans leur comportement de même que les éprouvettes traitées à la chaux, les éprouvettes traitées au ciment montrent par contre des comportements assez disparates. On met ainsi en évidence des défauts de compactage (qui peuvent entraîner la formation de chemin préférentiels) ou des défauts d'homogénéité dans les éprouvettes traitées (inhomogénéité de réparation du ciment ce qui pourrait expliquer que certaines éprouvettes se comportent comme des éprouvettes simplement compactées et non traitées). Compte tenu des temps de percolation et du nombre limité de poste de percolation, seuls le sol de Boulogne a pu être étudié globalement. Les résultats obtenus notamment après traitement devront être validés par comparaison avec les résultats obtenus sur le sol d'Ivry.

Après ces premières considérations, les résultats obtenus montrent que les sols d'Ivry ( $k = 8 \cdot 10^{-9}$  et  $6 \cdot 10^{-10}$  m/s) et de Boulogne ( $k = 10^{-9}$ - $10^{-10}$  m/s) ont des comportements en termes de **perméabilités assez similaires**, étant donné leur texture granulométrique similaire et ce malgré les différences de nature des artefacts qu'ils contiennent. Ces perméabilités montrent que les deux sols urbains testés peuvent être considérés comme « imperméable ». Une estimation de la quantité d'eau présente dans un remblai ou dans une couche de forme (remontée capillaire, battement du niveau de la nappe, eaux météoriques infiltrées, mise en charge hydraulique par inondation...) et susceptible de véhiculer les polluants permettraient d'évaluer la possibilité réelle pour un polluant d'atteindre les nappes (où il subira une dilution et une dispersion).

Contre toute attente, le **compactage** (passage de l'OPN à l'OPM avec une densité sèche variant de 1.77 à 1.84 g/cm<sup>3</sup> pour SB) n'a pas mis en évidence un fort impact tel que l'arrêt de la percolation. Le compactage semble cependant entraîner une diminution de la perméabilité du sol puisqu'une différence de perméabilité d'un ordre de grandeur a été observée ( $k$  en régime permanent =  $10^{-10}$ - $10^{-11}$  m/s pour les éprouvettes compactées OPM contre  $10^{-9}$ - $10^{-10}$  m/s à l'OPN). Si les courbes de

percolation sont exprimées en fonction du temps lorsque la perméabilité est discutée, nous avons choisi de représenter les courbes de percolation en fonction de la quantité d'eau percolée qui est quantifiée en nombre de volume poral. Cette représentation permet de comparer l'effet du lessivage des éprouvettes traitées ou non à quantité de solution percolée équivalente (dans un cas cela peut prendre 1 an alors que dans l'autre seulement 6 mois cependant l'effet peut être le même). La variation du taux de compactage n'a a priori pas d'effet sur le relargage des espèces au cours de la percolation (le lessivage est similaire mais il prend plus de temps).

Les éprouvettes de sol de Boulogne **traité à la chaux** présentent des perméabilités de l'ordre de  $10^{-8}$  à  $10^{-9}$  m.s<sup>-1</sup>. Le traitement à la chaux augmente donc la perméabilité des sols d'un ordre de grandeur par rapport aux éprouvettes compactées à l'OPN. Ce phénomène s'explique par une réorganisation des particules induite par leur floculation/agrégation (une étude plus précise de la microstructure des sols notamment leur porosité doit permettre de valider cette hypothèse d'ores et déjà admise en présence d'un sol argileux). Le traitement à la chaux affecte également le relargage en ions car on constate des conductivités plus faibles dans les lixiviats d'un sol traité par rapport au sol compacté à l'OPN. Si les percolats sur les éprouvettes compactées ne permettent pas de détecter d'éléments polluants notamment des métaux lourds (comme observés lors de la lixiviation), la percolation sur les éprouvettes traitées à la chaux montrent la présence de Zn, Cr et de Mo (quantité proche de la limite de détection de l'appareil de mesure). Une contamination par les matériaux constitutifs de la cellule soumis à un pH alcalin n'est pas exclue.

Le maintien d'un pH alcalin dans les eaux percolées montre que la chaux a un effet qui perdure même après plusieurs volumes poraux percolés et l'évolution des concentrations des éléments dans les percolats au cours du temps ou de la conductivité renseignent sur l'impact du traitement. En effet, les conductivités dans les percolats d'un sol traité à la chaux (ou au ciment) sont plus faibles que les conductivités dans les percolats du sol non traité compacté. Le traitement à la chaux tout comme le traitement au ciment semble diminuer les éléments lixiviés. Une recapture des éléments via la précipitation de calcite (carbonatation), le développement de CSH par réaction pouzzolanique ou la précipitation de phase cimentaire secondaire telles que l'ettringite est avancée. Une autre hypothèse est liée au pH des solutions interstitielles. Certaines études, dont celle de *Wahlström et al. (2000)*, montrent que l'augmentation du pH engendrée par le traitement des sols provoquerait une diminution du relargage en ions sulfates. Cependant cet effet du pH est discutable, compte tenu de l'absence d'effet au cours de la lixiviation à pH 12.

Quoique similaire sur certains points, **le traitement au ciment** entraînent un comportement très différent des éprouvette par rapport au traitement à la chaux. Les éprouvettes de sol traité au ciment

présentent des comportements très disparates cependant sur 5 éprouvettes testées une n'a pas permis de récupérer suffisamment de solution pour commencer les analyses (perméabilité  $< 10^{-11}$  m/s), une éprouvette montre une perméabilité à  $10^{-10}$  m/s et deux autres montrent un comportement similaire à celui d'un sol compacté l'OPN soit avec une perméabilité de  $10^{-9}$  m.s<sup>-1</sup>. L'effet plus aléatoire du traitement au ciment doit être mieux compris notamment sur les éprouvettes de sol d'Ivry. Le pH des percolats des éprouvettes traitées au ciment diminue rapidement au cours de la percolation pour atteindre la neutralité contrairement au maintien d'un pH alcalin tout au long de l'essai de percolation en présence de chaux qui montre que l'effet de la chaux perdure dans le temps (contrairement au ciment). Le développement des composés cimentaires va semble-t-il plutôt avoir tendance à remplir les pores sans effet de « floculation » décrit pour la chaux dans la littérature ce qui explique la tendance à diminuer la perméabilité des sols traités au CEM II. Enfin, le traitement à la chaux ou au ciment semble avoir un effet stabilisant sur le relargage des ions puisque les valeurs de conductivités diminuent par rapport à celles obtenues sur un sol non traité. Le suivi sur quelques points de mesure du relargage des différentes espèces ne permet pas de conclure quant à l'évolution des concentrations en éléments relargués au cours de la percolation (d'autant que l'on se trouve à la limite de détection de l'appareil).

Enfin, un essai d'immersion sur monolithe (c'est-à-dire un essai de lixiviation statique sur une éprouvette compactée et/ou traitée) a été mis en place afin de tester dans des conditions plus proches de la réalité le relargage des polluants. Ce mode de relargage met en avant les processus de diffusion des espèces au sein du matériau. Cet essai est également influencé par la surface des éprouvettes en contact avec le fluide où se produit un lessivage. Cet essai montre qu'en une semaine aucun élément polluant hormis les sulfates n'est détecté.

## **Perspectives**

Poursuivre le croisement des résultats des essais de lixiviation et percolation (à L/S = 2 L/kg) pour clairement établir le lien entre relargage dynamique et statique. Développer un essai de percolation plus robuste pour des mesures à faibles perméabilités sur des temps plus courts (chargement hydraulique plus important avec confinement et vérification de la saturation des éprouvettes en début d'essai).

- Confirmation de l'effet stabilisant du traitement à la chaux ou aux liants hydrauliques : les polluants peuvent-ils être piégés durablement (effet sur le long terme) dans les phases hydratées de type CSH formées lors de l'hydratation du ciment ou par réaction pouzzolanique. Analyse plus fine de la minéralogie et des caractéristiques microstructurales (porosité et organisation des particules) des éprouvettes traitées/compactées. Si le gypse (4-6%) se dissout, il doit laisser des vides. Évolution de la porosité et de la perméabilité sur le très long terme avec la dissolution des phases ?
- Durabilité sur le très long terme – stabilité du traitement et donc également des polluants. Performances mécaniques et environnementales à très long terme (mécanisme de dégradation dans l'ouvrage... microstructure et porosité voie de circulation des agents agressifs air CO<sub>2</sub> ou eau voir température et gel).

Exploitation des essais sur monolithe par une approche numérique par le logiciel PhreeQC (modélisation du relargage des sulfates par diffusion – prise en compte de la cinétique et de la structure poreuse du sol). Tenter d'appliquer des modèles « simples » de transport réactif pour simuler le relargage de polluants (en particulier les sulfates) observés au cours des percolations (tentative après simplification du système « sol urbain ») (couplage PHREEQC et HYDRUS 1D par ex).

## Références bibliographiques

- Abel S., Nehls T., Mekiffer B., Mathes M., Thieme J., Wessolek G. (2015).** Pools of sulfur in urban rubble soils. *Journal of soils and sediments*, 15(3), 532-540.
- Al-Barrak K., Rowell D. L. (2006).** The solubility of gypsum in calcareous soils. *Geoderma*. 136(3). 830-837.
- Alekseenko V., Alekseenko A. (2014).** The abundances of chemical elements in urban soils. *Journal of Geochemical Exploration*, 147, 245-249.
- Aquilano D., Otálora F., Pastero L., García-Ruiz J. M. (2016).** Three study cases of growth morphology in minerals: Halite, calcite and gypsum. *Progress in Crystal Growth and Characterization of Materials*. 62(2). 227-251.
- Argeles A., Delaby M. (date).** Transport et valorisation des terres excavées en région Wallonne – Enjeux et Perspectives.
- Arulrajah A., Piratheepan J., Aatheesan T., Bo M. W. (2011).** Geotechnical properties of recycled crushed brick in pavement applications. *Journal of Materials in Civil Engineering*, 23(10), 1444-1452.
- Arulrajah A., Piratheepan J., Disfani M. M., Bo M. W. (2013).** Geotechnical and geoenvironmental properties of recycled construction and demolition materials in pavement subbase applications. *Journal of Materials in Civil Engineering*, 25(8), 1077-1088.
- Asakura H., Yamada M., Inoue Y., Watanabe Y., Ono Y. (2010).** Investigation on the components removed in loss on ignition test of sandy crushed construction and demolition waste. *Waste Management & Research*, 28(1), 11-19.
- Astilleros J. M., Godelitsas A., Rodríguez-Blanco J. D., Fernández-Díaz L., Prieto M., Lagoyannis A., Harissopulos S. (2010).** Interaction of gypsum with lead in aqueous solutions. *Applied geochemistry*. 25(7). 1008-1016.
- Azimi G., Papangelakis V. G. (2010).** The solubility of gypsum and anhydrite in simulated laterite pressure acid leach solutions up to 250 C. *Hydrometallurgy*. 102(1). 1-13.
- Bagonza S., Peete J. M., Freer-Hewish R., Newill D. (1987).** Carbonation of stabilised soil-cement and soil-lime mixtures. --Developing countries: highway construction. Proc. of seminar held at the ptrc transport & planning summer annual meeting, Bath Univ. England 7-11 september 1987, volume p.295.
- Baize D. (1997).** Teneurs totales en éléments traces métalliques dans les sols (France) : Références et stratégies d'interprétation. Programme ASPITET. Éditions Quae.
- Barbudo A., Galvín A. P., Agrela F., Ayuso J., Jiménez J. R. (2012).** Correlation analysis between sulphate content and leaching of sulphates in recycled aggregates from construction and demolition wastes. *Waste management*. 32(6). 1229-1235.
- Bard F. (2012).** Étude expérimentale et modélisation d'un procédé semi-continu de neutralisation d'une solution d'acide sulfurique par une suspension de calcite conduisant à la formation de gypse par conversion et par précipitation. Saint Étienne. France : École Nationale des mines de Saint Etienne..
- Barna R., Bae H. R., Méhu J., van der Sloot H., Moszkowicz P., Desnoyers C. (2000).** Assessment of chemical sensitivity of Waelz slag. *Waste Management* 20. 115–124.
- Bartlett R. J., Kimble J. M. (1976).** Behavior of chromium in soils: II. Hexavalent forms. *Journal of Environmental Quality*. 5(4). 383-386.
- Bech J., Reverter F., Tume P., Sanchez P., Longan L., Oliver T. (2011).** Pedogeochemical mapping of Al, Ba, Pb, Ti and V in surface soils of Barcelona Province (Catalonia, NE Spain): Relationships with soil physicochemical properties. *Journal of Geochemical Exploration*, 109(1), 26-37.
- Bellmann F., Möser B., Stark J. (2006).** Influence of sulfate solution concentration on the formation of gypsum in sulfate resistance test specimen. *Cement and Concrete Research*. 36(2). 358-363.
- Bennert T., Papp Jr. W., Maher A., Gucunski N. (2000).** Utilization of construction and demolition debris under traffic-type loading in base and subbase applications. Washington. DC. Transportation research record: Journal of the Transportation Research Board, (1714), 33-39.
- Beyer L., Kahle P., Kretschmer H., Wu Q. (2001).** Soil organic matter composition of man-impacted urban sites in North Germany. *Journal of plant nutrition and soil science*. 164(4). 359-364.
- Blanco-Canqui H., Lal R., Post W. M. (2006).** Organic carbon influences on soil particle density and rheological properties. *Soil Science Society of America Journal*, 2006, vol. 70, no 4, p. 1407-1414.
- Bockheim J. G. (1974).** Nature and properties of highly disturbed urban soils. *Phi* : s.n.. 1974.



- Bonde T. A., Christensen B. T., Cerri C. C. (1992).** Dynamics of soil organic matter as reflected by natural <sup>13</sup>C abundance in particle size fractions of forested and cultivated oxisols. *Soil Biology and Biochemistry*, 24(3), 275-277.
- Brandl H. (1981).** Alteration of soil parameters by stabilization with lime. Stockholm: Proceedings of the 10th International Conference on Soil Mechanics and Foundation Engineering. 1981. 587-594. 00370162.
- BRGM (2013).** Guide de caractérisation des terres excavées dans le cadre de leur réutilisation hors site en technique routière et dans des projets d'aménagement. BRGM/RP-62856-FR. Décembre 2013
- BRGM (2012).** Guide d'utilisation de l'outil HYDROTEX. Réutilisation des terres excavées en techniques routières et dans des projets d'aménagement. BRGM/RP-60227-FR. Février 2012 complété par HYDROTEX. Feuille de calcul à utiliser dans le cadre de la réutilisation des terres excavées en techniques routière et dans des projets d'aménagement. BRGM. Avril 2013.
- BRGM (1973).** Geological map Paris n°183. Bureau de Recherches Géologiques et Minières Editions.
- Brooks R. R. (1977).** Pollution through trace elements. In *Environmental chemistry*. Springer US, pp. 429-476.
- Burghardt W. (1994).** Soils in urban and industrial environments. Weinheim : *Journal of Plant Nutrition and Soil Science*. 1994. Vol. 157. 205-214. 0306-0205.
- Burlakovs J., Kaczala F., Vincevica-Gaile Z., Rudovica V., Orupõld K., Stapkevica M., Hogland W. (2016).** Mobility of metals and valorization of sorted fine fraction of waste after landfill excavation. *Waste and Biomass Valorization*, 7(3), 593-602.
- Carrero J. A., Goienaga N., Olivares M., Martinez-Arkarazo I., Arana G., Madariaga J. M. (2012).** Raman spectroscopy assisted with XRF and chemical simulation to assess the synergic impacts of guardrails and traffic pollutants on urban soils. *Journal of Raman Spectroscopy*, 43(10), 1498-1503.
- Carter M. R., Angers D. A., Gregorich E. G., Bolinder M. A. (2003).** Characterizing organic matter retention for surface soils in eastern Canada using density and particle size fractions. *Canadian Journal of Soil Science*, 83(1), 11-24.
- Cau-Coumes C., Frizon F., Moulin N., Ranc G., Bouniol G., Gallée C. (date).** Les conditionnements actuels pour les déchets de faible et moyenne activité. Les ciments comme matériaux de confinement, rapport du CEA, 71-103. (<http://www.cea.fr/Documents/monographies/Conditionnement-déchets-nucléaires-conditionnement.pdf>).
- Chaurand P., Rose J., Briois V., Olivi L., Hazemann J. L., Proux O., Bottero J. Y. (2007).** Environmental impacts of steel slag reused in road construction: A crystallographic and molecular (XANES) approach. *Journal of Hazardous Materials*, 139(3), 537-542.
- Chindaprasirt P., Boonserm K., Chairuangsi T., Vichit-Vadakan W., Eaimsin T., Sato T., Pimraksa K. (2011).** Plaster materials from waste calcium sulfate containing chemicals, organic fibers and inorganic additives. *Construction and Building Materials*, 25(8), 3193-3203.
- Cordon W. A. (1962).** Resistance of soil-cement exposed to sulfates. *Highway Research Board Bulletin*. (309).
- Cornu S., Lucas Y., Lebon E., Ambrosi J. P., Luizão F., Rouiller J., Neal C. (1999).** Evidence of titanium mobility in soil profiles, Manaus, central Amazonia. *Geoderma*, 91(3), 281-295.
- Courard L. Michel F., Delhez P. (2010).** Use of concrete road recycled aggregates for Roller Compacted Concrete. s.l. : Constr. Build. Mater. 2010. Vol. 24. 3.
- Craul P.J. (1985).** A description of urban soils and their desired characteristics. Milwaukee : *Journal of Arboriculture*. 1985. Vol. 11. 11.
- Craul P.J. (1992).** Urban soil in *Landscape Design*. 1992.
- Currie L. A., Benner Jr. B. A., Kessler J. D., Klinedinst D. B., Klouda G. A., Marolf J. V., Chow J. C. (2002).** A critical evaluation of interlaboratory data on total, elemental, and isotopic carbon in the carbonaceous particle reference material, NIST SRM 1649a. *Journal of Research of the National Institute of Standards and Technology*, 107(3), 279.
- Davis J. A., Leckie J. O. (1980).** Surface ionization and complexation at the oxide/water interface. 3. Adsorption of anions. *Journal of Colloid and Interface Science*. 74(1). 32-43.

- Sánchez de Juan M., Alaejos Gutiérrez P. (2009).** Study on the influence of attached mortar content on the properties of recycled concrete aggregate. *Construction and Building Materials*, 2009, vol. 23, no 2, p. 872-877.
- Descotes M., Mercier F., Thromat N., Beaucaire C., Gautier-Soyer M. (2000).** Use of XPS in the determination of chemical environment and oxidation state of iron and sulfur samples. *Applied Surface Science*, 2000. Vol. 165. 4. 10.1016/S0169-4332(00)00443-8.
- Dosho Y. (2007).** Development of a sustainable concrete waste recycling system. *Journal of Advanced Concrete Technology*. 5(1). 27-42.
- Dudley L. M., McLean J. E., Furst T. H., Jurinak J. J. (1991).** Sorption of cadmium and copper from an acid mine waste extract by two calcareous soils: column studies. *Soil Science*. 151(2). 121-135.
- Dultz S., Kühn P. (2005).** Occurrence, formation, and micromorphology of gypsum in soils from the Central-German Chernozem region. *Geoderma*. 129(3). 230-250.
- Eighmy T. T., Eusden J. D., Marsella K., Hogan J., Domingo D., Krzanowski J. E., Stämpfli D. (1994).** Particle petrogenesis and speciation of elements in MSW incineration bottom ashes. In *Environmental Aspects of Construction with Waste Materials*. Amsterdam : Elsevier Science . 1994. 10.1016/S0166-1116(08)71452-3.
- El Khalil H., Schwartz C., El Hamiani O., Kubiniok J., Morel J. L., Boularbah. A. (2008).** Contribution of technic materials to the mobile fraction of metals in urban soils in Marrakech (Morocco). *Journal of Soils and Sediments*, 8(1), 17-22.
- El Khalil H., Schwartz C., El Hamiani O., Kubiniok J., Morel J. L., Boularbah A. (2013).** Distribution of major elements and trace metals as indicators of technosolisation of urban and suburban soils. *Journal of Soils and Sediments*, 13(3), 519-530.
- Folgueras M. B., Alonso M., Fernández F. J. (2017).** Coal and sewage sludge ashes as sources of rare earth elements. *Fuel*, 192, 128-139.
- Fontes J. C., Matray J. M. (1993).** Geochemistry and origin of formation brines from the Paris Basin, France: 1. Brines associated with Triassic salts. *Chemical Geology*, 109(1-4), 149-175.
- Freyssinet P., Piantone P., Azaroual M., Itard Y., Clozel-Leloup B., Guyonnet D., Baubron J. C. (2002).** Chemical changes and leachate mass balance of municipal solid waste bottom ash submitted to weathering. *Waste Management*. 22(2). 159-172.
- Galvin Adela P., Ayuso J., García I., Jiménez J. R., Gutiérrez F. (2014).** The effect of compaction on the leaching and pollutant emission time of recycled aggregates from construction and demolition waste. *Journal of cleaner production*, 2014. Vol. 83, p. 294-304.
- Gineys N., Aouad G., Damidot D. (2010).** Managing trace elements in Portland cement—Part I: Interactions between cement paste and heavy metals added during mixing as soluble salts. *Cement and Concrete Composites*, 32(8), 563-570.
- Gorbov S. N., Bezuglova O. S. (2013).** Specific features of organic matter in urban soils of Rostov-on-Don. *Eurasian soil science*, 2013, vol. 47, no 8, p. 792-800.
- Gougar M.L.D., Scheetz B.E., Roy D.M. (1996).** Ettringite and CSH Portland cement phases for waste ion immobilization, *Waste Management*, 16, 4, 295-303.
- Gray J. E., Luan B. (2002).** Protective coatings on magnesium and its alloys—a critical review. *Journal of alloys and compounds*, 336(1), 88-113.
- Gregory R. J., Hughes T. G., Kwan A. S. K. (2004).** Brick recycling and reuse. s.l. : Eng.Sustain. 2004. Vol. 157. 3.
- GTR. (2000).** Guide technique Réalisation des remblais et des couches de forme. s.l. : Ministère de l'équipement, du logement et des transports. 2000.
- PREDIS.** Guide technique régional relatif à la valorisation des déchets et coproduits industriels : [http://www.cd2e.com/sites/default/files/Cd2eStatic\\_contenu/predis/classeurCompleN1.pdf](http://www.cd2e.com/sites/default/files/Cd2eStatic_contenu/predis/classeurCompleN1.pdf).
- Haecker C. J., Garboczi E. J., Bullard J. W., Bohn R. B., Sun Z., Shah S. P., Voigt T. (2005).** Modeling the linear elastic properties of Portland cement paste. *Cement and Concrete Research*, 35(10), 1948-1960.
- Hammond C.R. (2003).** Handbook of chemistry and Physics. 84th edition, David R. Lide Ed. CRC Press. 2003, 2620 p, ISBN 978-0-849-30484-2.
- Hanna K., Lassabatère L., Bechet B. (2009).** Zinc and lead transfer in a contaminated roadside soil: experimental study and modeling. *Journal of hazardous materials*, 161(2), 1499-1505.

- Herselman J. E., Steyn C. E., Fey M. V. (2005).** Baseline concentration of Cd, Co, Cr, Cu, Pb, Ni and Zn in surface soils of South Africa: research in action. *South African journal of science*, 101(11-12), 509-512.
- Heurckmans A. (2009).** Règlementation relative au déplacement des terres dans la Région Flamande. Référence
- Hickey M. G., Kittrick J. A. (1984).** Chemical partitioning of cadmium, copper, nickel and zinc in soils and sediments containing high levels of heavy metals. *Journal of environmental quality*. 13(3). 372-376.
- Hillel D. (2004).** *Encyclopedia of soils in the environment*, First Edition. Academic Press.
- Hiller D. A., Meuser H. (1998).** Contaminated Urban soils. Germany: Springer, 1998. 978-90-481-9327-1.
- Holzheid. A. (2016).** Dissolution kinetics of selected natural minerals relevant to potential CO<sub>2</sub>-injection sites—Part 2: Dissolution and alteration of carbonates and feldspars in CO<sub>2</sub>-bearing brines. *Chemie der Erde-Geochemistry*. 76(4). 643-657.
- Huot H., Faure P., Biache C., Lorgeoux C., Simonnot M. O., Morel J. L. (2014).** A Technosol as archives of organic matter related to past industrial activities. *Science of the Total Environment*, 487, 389-398.
- Huot H., Simonnot M. O., Watteau F., Marion P., Yvon J., De Donato P., Morel J. L. (2014).** Early transformation and transfer processes in a Technosol developing on iron industry deposits. *European journal of soil science*, 65(4), 470-484.
- INERIS (2006).** Recommandation pour la modélisation des transferts des éléments traces métalliques dans les sols et les eaux souterraines. Référence
- INERIS (2012).** Guide Réutilisation des terres excavées sur des projets d'aménagement : élaboration de seuils vis-à-vis des risques sanitaires INERIS - DRC-11-115719-09274C Février 2012.
- Ingles O.G. (1970).** Mechanism of stabilization with inorganic acid and alkalis. s.l. : Australian Journal of Soil Research. 1970. Vol. 8. 1. 10.1071/SR9700081.
- Jain P., Kim H., Townsend T. G. (2005).** Heavy metal content in soil reclaimed from a municipal solid waste landfill. *Waste management*, 25(1), 25-35.
- Jang Y. C., Townsend T. (2001).** Sulfate leaching from recovered construction and demolition debris fines. *Advances in Environmental Research*. 5(3). 203-217.
- Jani Y., Kaczala F., Marchand C., Hogland M., Kriipsalu M., Hogland W., Kihl A. (2016).** Characterisation of excavated fine fraction and waste composition from a Swedish landfill. *Waste Management & Research*, 34(12), 1292-1299.
- Jean-Soro L., Le Guern C., Bechet B., Lebeau T., Ringard M. F. (2014).** Qualité des sols urbains et risques sanitaires - Étude des anomalies en métaux traces dans un jardin familial de la ville de Nantes. *Techniques Sciences Méthodes*. (4). 72-79.
- Jiménez-Rivero A., García-Navarro J. (2017).** Exploring factors influencing post-consumer gypsum recycling and landfilling in the European Union. *Resources, Conservation and Recycling*, 116, 116-123.
- Jobbágy E. G., Jackson R. B. (2000).** The vertical distribution of soil organic carbon and its relation to climate and vegetation. *Ecological applications*, 10(2), 423-436.
- Kabata-Pendias A., Pendias H. (1984).** Trace elements in soils and plants (Vol. 315). Boca Raton: CRC press.
- Kordlaghari M. P., Rowell D. L. (2006).** The role of gypsum in the reactions of phosphate with soils. *Geoderma*. 132(1). 105-115.
- Kushnir J. (1980).** The coprecipitation of strontium, magnesium, sodium, potassium and chloride ions with gypsum. An experimental study. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 44(10), 1471-1482.
- Le Borgne T. (2010).** Caractérisation et quantification des éléments perturbateurs de prise lors du traitement des sols. 2010. tel-00477768.
- Le Cloarec M. F., Bonte P. H., Lestel L., Lefèvre I., Ayrault S. (2011).** Sedimentary record of metal contamination in the Seine River during the last century. *Physics and Chemistry of the Earth, Parts A/B/C*, 36(12), 515-529.
- Le Gouellec Y. A., Elimelech M. (2002).** Calcium sulfate (gypsum) scaling in nanofiltration of agricultural drainage water. *Journal of Membrane Science*. 205(1). 279-291.
- Le Roux A., Orsetti S. (2000).** Les réactions sulfatiques: conditions de formation. structure et expansion des minéraux secondaires sulfatés. s.l. : Bulletin des Laboratoires des Ponts et Chaussées. 2000. Vol. 225. 41-50. 4316.

- Le Runigo B. (2008).** Durabilité du limon de Jossigny traité à la chaux et soumis à différentes sollicitations hydriques: comportement hydraulique, microstructurale et mécanique. Nantes : s.n.. 2008.
- Lee S., Xu Q., Booth M., Townsend T. G., Chadik P., Bitton G. (2006).** Reduced sulfur compounds in gas from construction and demolition debris landfills. *Waste Management*, 26(5), 526-533.
- Lehmann A. (2006).** Technosols and other proposals on urban soils for WRB (World Reference Base for soil Resources). Germany : International Agrophysics. 2006. Vol. 20. 129-134.
- Lemaire K. (2012).** Évolution des caractéristiques physico-chimiques, microstructurales et hydromécaniques de limons traités aux liants lors d'une circulation d'eau. Nantes : s.n.. 2012.
- Lemière B., Seguin J. J., Le Guern C., Guyonnet D., Baranger P., Saada A., Hubé D. (2001).** Guide sur le comportement des polluants dans les sols et les nappes. Orléans: Editions du BRGM.
- Leroy P. (2004).** Rapport pour l'association Record sur le devenir des terres polluées et dépolluées excavées et éliminées hors site ([www.record-net.org/storage/etudes/02-0508-1A/rapport/Rapport\\_record02-0508\\_1A.pdf](http://www.record-net.org/storage/etudes/02-0508-1A/rapport/Rapport_record02-0508_1A.pdf)).
- Little A.D. (1971).** Water quality criteria data book. Vol. 2. Inorganic chemical pollution of freshwater. *Water Pollut. Control Res. Ser. No. DPV18010*. U. S. Environmental Protection Agency. Washington. DC. cité par <http://canadiensensante.gc.ca/publications/healthy-living-vie-saine/water-sulphate-sulfate-eau/index-fra.php>.
- López-García I., Arnau-Jerez I., Campillo N., Hernández-Córdoba M. (2004).** Determination of tin and titanium in soils, sediments and sludges using electrothermal atomic absorption spectrometry with slurry sample introduction. *Talanta*, 62(2), 413-419.
- Lorenz K., Kandeler E. (2005).** Biochemical characterization of urban soil profiles from Stuttgart, Germany. *Soil Biology and Biochemistry*, 2005, vol. 37, no 7, p. 1373-1385.
- Lu Y., Gong Z., Zhang G., Burghardt W. (2003).** Concentrations and chemical speciations of Cu, Zn, Pb and Cr of urban soils in Nanjing, China. *Geoderma*, 115(1), 101-111.
- Manceau A., Lanson B., Schlegel M. L., Harge J. C., Musso M., Eybert-Berard L., Lamble G. M. (2000).** Quantitative Zn speciation in smelter-contaminated soils by EXAFS spectroscopy. *American Journal of Science*, 300(4), 289-343.
- Markgraf S. A., Reeder R. J. (1985).** High-temperature structure refinements of calcite and magnesite. *American Mineralogist*, 70(5-6), 590-600.
- McCallister L.D. (1990).** The effects of leaching on lime-treated expansive clays. Texas : s.n.. 1990.
- McKelvey D., Sivakumar V., Bell A., McLaverty G. (2002).** Shear strength of recycled construction materials intended for use in vibroground improvement. s.l. : Ground Improv. 2002. Vol. 6. 2.
- Meuser H. (2010).** Contaminated Urban Soils. s.l. : Springer Science et usiness Media. 2010. 10.1007/978-90-481-9328-8\_4.
- Meuser H., Blume H.-P. (2004).** Anthropogenic soils. In H.-P Blume (Ed.). *Handbuch des Bodenschutzes*. Landsberg: ecomed (in German).
- Meybeck M., Lestel L., Bonté P., Moilleron R., Colin J. L., Rousselot O., Thévenot D. R. (2007).** Historical perspective of heavy metals contamination (Cd, Cr, Cu, Hg, Pb, Zn) in the Seine River basin (France) following a DPSIR approach (1950–2005). *Science of the Total Environment*, 375(1), 204-231.
- Moore A.E., Taylor H.F.W. (1970).** Crystal structure of ettringite. s.l. : Acta Crystal. 1970. Vol. 26. 386.
- Moudilou E. (2000).** Cinétiques et mécanismes de relargages des métaux lourds présents en traces dans les matrices cimentaires. Orléans : s.n.. 2000.
- Musson S. E., Xu Q., Townsend T. G. (2008).** Measuring the gypsum content of C&D debris fines. *Waste management*, 28(11), 2091-2096.
- Nazzari Y., Rosen M. A., Al-Rawabdeh A. M. (2013).** Assessment of metal pollution in urban road dusts from selected highways of the Greater Toronto Area in Canada. *Environmental monitoring and assessment*, 185(2), 1847-1858.
- Nishide H., Toyota K., Kimura M. (1999).** Effects of soil temperature and anaerobiosis on degradation of biodegradable plastics in soil and their degrading microorganisms. *Soil science and plant nutrition*. 45(4). 963-972.
- Norra S., Lanka-Panditha M., Kramar U., Stüben D. (2006).** Mineralogical and geochemical patterns of urban surface soils, the example of Pforzheim, Germany. *Applied Geochemistry*, 21(12), 2064-2081.

- Ollila H. J., Moilanen A., Tiainen M. S., Laitinen R. S. (2006).** SEM–EDS characterization of inorganic material in refuse-derived fuels. *Fuel*, 85(17), 2586-2592.
- Osula D. O. A. (1996).** A comparative evaluation of cement and lime modification of laterite. s.l. : Engineering Geology. 1996. Vol. 42. 71-81. 10.1016/0013-7952(95)00067-4.
- Pachon-Rodriguez E. A. (2011).** Étude de l'influence de la dissolution sous contrainte sur les propriétés mécaniques des solides : fluage du plâtre (Thèse de Doctorat. Université Claude Bernard-Lyon I).
- Pansu M., Gautheyrou J. (2003).** L'analyse du sol: minéralogie. organique et minérale. Paris : Springer. 2003. 2-287-59774-3.
- Pepin G., Bartet B. (1999).** Évolution de la solubilité des sulfates dans les mâchefers. Lyon, France : Congrès International sur la Stabilisation des Déchets et l'environnement. 1999.
- Pérez P., Agrela F., Herrador R., Ordoñez J. (2013).** Application of cement-treated recycled materials in the construction. Malaga, Spain: Construction and Building Materials. 2013.
- Poon C.S., Chan D. (2006).** Feasible use of recycled concrete aggregates and crushed clay brick as unbound road subbase. s.l. : Constr.Build. Mater. 2006. Vol. 20. 8.
- Puppala A.J., Hoyos L.R., Potturi A.K. (2011).** Resilient moduli response of moderately cement-treated reclaimed asphalt pavement aggregates. s.l. : J. Mater. Civ. Eng. 2011. Vol. 23. 7.
- Reimann C., de Caritat P. (1998).** Chemical elements in the environment: factsheets for the geochemist and environmental scientist. Berlin : Springer. 1998. 978-3-642-72018-5.
- Rigo C., Zamengo L., Rampazzo G., Argese E. (2009).** Characterization of a former dump site in the Lagoon of Venice contaminated by municipal solid waste incinerator bottom ash, and estimation of possible environmental risk. *Chemosphere*, 77(4), 510-517.
- Robinson W. O., Whetstone R. R., Edgington G. (1950).** The occurrence of barium in soils and plants (Technical bulletin No. 1013). US Department of Agriculture.
- Roca-Perez L., Gil C., Cervera M. L., González A., Ramos-Miras J., Pons V., Boluda R. (2010).** Selenium and heavy metals content in some Mediterranean soils. *Journal of Geochemical Exploration*, 107(2), 110-116.
- Rosell L., Orti F., Kasprzyk A., Playa E., Peryt T. M. (1998).** Strontium geochemistry of Miocene primary gypsum: Messinian of southeastern Spain and Sicily and Badenian of Poland. *Journal of Sedimentary Research*, 68(1).
- Martínez P. S., Cortina M. G., Martínez F. F., Sánchez A. R. (2016).** Comparative study of three types of fine recycled aggregates from construction and demolition waste (CDW), and their use in masonry mortar fabrication. *Journal of Cleaner Production*, 118, 162-169.
- Saussaye L (2012).** Traitement des sols aux liants hydrauliques : aspects géotechniques et physico-chimiques des perturbations de la solidification, Thèse de doctorat, université de Caen. 2012.
- Schroeder H. A. (1970).** Barium (Air Quality Monograph No. 70–12). Washington, DC: American Petroleum Institute.
- SETRA/LCPC (2000).** RTR – Recommandations Techniques pour la Réalisation des remblais et des couches de forme, Fascicule I. Bulletin du laboratoire central des Ponts et chaussées, 2000.
- SETRA/LCPC (2000).** GTS - Guide Technique pour le traitement des sols pour la réutilisation en remblai ou en couche de forme, Bulletin du laboratoire central des Ponts et chaussées, 2000.
- SETRA (2011).** Acceptabilité des matériaux alternatifs en technique routière: Evaluation environnementale. Sétra, 2011.
- SETRA (2005).** Éléments techniques pour la conception et la réalisation de planches d'essai de compactage dans les chantiers de terrassements. 2005.
- Silva R. V., De Brito J., Dhir R. K. (2014).** Properties and composition of recycled aggregates from construction and demolition waste suitable for concrete production. *Construction and Building Materials*, 2014, vol. 65, p. 201-217.
- Sposito G. (1986).** The polymer model of thermochemical clay mineral stability. *Clays and Clay Minerals*. 34. 198-203
- Stroganova M., Myagkova A., Prokof'ieva T., Skvortsova I. (1998).** Soils of Moscow and urban environment. Moscow : s.n.. 1998.

- Sun X. L., Wu S. C., Wang H. L., Zhao Y. G., Zhang G. L., Man Y. B., Wong M. H. (2013).** Dealing with spatial outliers and mapping uncertainty for evaluating the effects of urbanization on soil: A case study of soil pH and particle fractions in Hong Kong. *Geoderma*, 195, 220-233.
- Swaine D. J. (1955).** The trace-element content of soil. Commonwealth Agricultural Bureaux.
- Tait S., Clarke W. P., Keller J., Batstone D. J. (2009).** Removal of sulphate from high strength wastewater by crystallisation. *s.l. : Water Research*. 2009. Vol. 43. 10.1016/j.watres.2008.11.008.
- Tossavainen M., Engstrom F., Yang Q., Menad N., Larsson M. L., Bjorkman B. (2007).** Characteristics of steel slag under different cooling conditions. *Waste management*, 27(10), 1335-1344.
- Townsend T., Tolaymat T., Leo K., Jambeck J. (2004).** Heavy metals in recovered fines from construction and demolition debris recycling facilities in Florida. *Science of the total environment*. 332(1). 1-11.
- van den Ende J. (1991).** Supersaturation of soil solutions with respect to gypsum. *Plant and Soil*. 133(1). 65-74.
- van der Sloot H. A., Comans R. N. J., Hjelmar O. (1996).** Similarities in the leaching behaviour of trace contaminants from waste, stabilized waste, construction materials and soils. *Science of the Total Environment*. 178(1). 111-126.
- van Loon J. C. (1985).** Selected methods of trace metal analysis: biological and environmental samples. John Wiley and Sons.
- Vassilev S. V., Vassileva C. G. (2009).** A new approach for the combined chemical and mineral classification of the inorganic matter in coal. 1. Chemical and mineral classification systems. *Fuel*, 88(2), 235-245.
- Vassilev S. V., Baxter D., Andersen L. K., Vassileva C. G. (2013).** An overview of the composition and application of biomass ash. Part 1. Phase–mineral and chemical composition and classification. *Fuel*, 105, 40-76.
- Vegas I., Ibañez J. A., San José J. T., Urzelai A. (2008).** Construction demolition wastes. Waelz slag and MSWI bottom ash: A comparative technical analysis as material for road construction. *Waste management*. 28(3). 565-574.
- Verástegui-Flores R. D., Di Emidio G. (2014).** Impact of sulfate attack on mechanical properties and hydraulic conductivity of a cement-admixed clay. *Applied Clay Science*. 101. 490-496.
- Vespa M., Dähn R., Wieland E. (2014).** Competition behaviour of metal uptake in cementitious systems: An XRD and EXAFS investigation of Nd- and Zn-loaded 11 Å tobermorite, *Physics and Chemistry of the Earth, Parts A/B/C*, 70–71, 32-38.
- Vodyanitskii Y. N., Savichev A. T., Vasil'ev A. A., Lobanova E. S., Chashchin A. N., Prokopovich E. V. (2010).** Contents of heavy alkaline-earth (Sr, Ba) and rare-earth (Y, La, Ce) metals in technogenically contaminated soils. *Eurasian Soil Science*, 43(7), 822-832.
- Wahlström M. J. L. Y., Laine-Ylijoki J., Määttänen A., Luotojärvi T., Kivekäs. L. (2000).** Environmental quality assurance system for use of crushed mineral demolition wastes in road constructions. *Waste Management*. 20(2). 225-232.
- Wang L. (2002).** Cementitious stabilization of soils in the presence of sulfate (Doctoral dissertation. Wuhan University of Technology).
- Wessolek G., Kluge B., Toland A., Nehls T., Klingelmann E., Rim Y. N., Trinks S. (2011).** Urban soil in the vadose zone. Berlin : Perspectives in Urban Ecology. 2011. 10.1007/978-3-642-17731-6\_4.
- Wetshondo Osomba D. (2012).** Caractérisation et valorisation des matériaux argileux de la Province de Kinshasa (RD Congo). 2012. Thèse de doctorat. Université de Liège, Liège, Belgique.
- World Health Organization. WHO. (2004).** Sulfate in Drinking-water. *s.l. : World Health Organization*. 2004. WHO/SDE/WSH/03.04/114.
- Wu J., Ren Y., Wang X., Wang X., Chen L., Liu G. (2015).** Nitrogen and phosphorus associating with different size suspended solids in roof and road runoff in Beijing, China. *Environmental Science and Pollution Research*, 22(20), 15788-15795.
- Xing H., Yang X., Xu C., Ye G. (2009).** Strength characteristics and mechanisms of salt-rich soil–cement. *Engineering Geology*. 103(1). 33-38.
- Yang Y et Aplin A. C. (1998).** Influence of lithology and compaction on the pore size distribution and modelled permeability of some mudstones from the Norwegian margin. *Newcastle : Marine and Petroleum Geology*, 15(2), 163-175. 1998.

**Žak R et Deja J. (2015).** Spectroscopy study of Zn, Cd, Pb and Cr ions immobilization on C-S-H phase. Spectrochim Acta A Mol Biomol Spectrosc, 134, 614-620.

**Wei Z. Q., Wu S. H., Zhou S. L., Li J. T., Zhao Q. G. (2013).** Soil organic carbon transformation and related properties in urban soil under impervious surfaces. Pedosphere, 24(1), 56-64.

**Les normes utilisées :**

NF P 11-300. 1992 Exécution des terrassements Classification des matériaux utilisables dans la construction des remblais et des couches de forme d'infrastructures routières.

NF P94-052-1. 1995 Détermination des limites d'Atterberg - Partie 1 : limite de liquidité - Méthode du cône de pénétration.

NF P94-068. 1998 Mesure de la capacité d'adsorption de bleu de méthylène d'un sol ou d'un matériau rocheux - Détermination de la valeur de bleu de méthylène d'un sol ou d'un matériau rocheux par l'essai à la tâche.

NF EN 1097-6. 2014 Essais pour déterminer les caractéristiques mécaniques et physiques des granulats - Partie 6 : Détermination de la masse volumique réelle et du coefficient d'absorption d'eau

NF P94-054. 1991. Détermination de la masse volumique des particules solides des sols - Méthode du pycnomètre à eau.

NF EN 15169. 2007. Caractérisation des déchets - Détermination de la perte au feu des déchets, des boues et des sédiments

NF P94-093. 2014. Détermination des références de compactage d'un matériau - Essai Proctor Normal - Essai Proctor modifié - Sols : reconnaissance et essais - Détermination des références de compactage d'un matériau - Essai Proctor Normal - Essai Proctor modifié

NF P94-078 Mai 1997. Sols : reconnaissance et essais - Indice CBR après immersion. Indice CBR immédiat. Indice Portant Immédiat - Mesure sur échantillon compacté dans le moule CBR.

NF EN 933-11. 2009 Essais pour déterminer les caractéristiques géométriques des granulats - Partie 11 : essai de classification des constituants de gravillons recyclés.

NF EN 1744-8 Novembre 2012 Essais pour déterminer les propriétés chimiques des granulats - Partie 8 : essai de comptage des particules métalliques contenues dans les granulats provenant de mâchefer d'incinération de déchets non dangereux (MIDND) - Essai de tri pour déterminer la teneur en métaux des granulats de mâchefer d'usines d'incinération

NF P94-100 Août 2015 Sols : reconnaissance et essais - Matériaux traités à la chaux et/ou aux liants hydrauliques - Essais d'évaluation de l'aptitude d'un sol au traitement

NF EN ISO 11885. 2009 Qualité de l'eau - Dosage d'éléments choisis par spectroscopie d'émission optique avec plasma induit par haute fréquence (ICP-OES).

NF EN 12457-2. 2002 Caractérisation des déchets - Lixiviation - Essai de conformité pour lixiviation des déchets fragmentés et des boues - Partie 2 : essai en bûchée unique avec un rapport liquide-solide de 10 l/kg et une granularité inférieure à 4 mm

NF CEN/TS 14405. 2005. Caractérisation des déchets - Essai de comportement à la lixiviation - Essai de percolation à écoulement ascendant (dans des conditions spécifiées).

NF EN 197-1. 2001. Ciment Partie 1 : Composition, spécifications et critères de conformité des ciments courants

NF EN 197-2. 2014. Ciment - Partie 2 : évaluation de la conformité.

XP P94-047. 1998 Sols : reconnaissance et essais - Détermination de la teneur pondérale en matières organiques d'un matériau - Méthode par calcination.

NF P 94-056. 1996 Sols : reconnaissance et essais - Analyse granulométrique - Méthode par tamisage à sec après lavage.

NF CEN/TS 14405. 2005 Caractérisation des déchets –essai de comportement à la lixiviation – essai de percolation à écoulement ascendant (dans des conditions spécifiées)

NF P 94-051. 1993 sols : Reconnaissance et essais – Détermination des limites d'Atterberg limites de liquidité à la coupelle et limite de plasticité au rouleau

NF T 90-040. 1986 Essai des eaux – Dosage des ions sulfates – Méthode néphélométrique.

NF EN 197-1. 2001 Ciment ; composition. Spécifications et critères de conformités des ciments courants.

## 5 Annexe : Analyses thermiques par ATD ATG couplées à un analyseur de gaz

Tableau 62. Décomposition thermique de la pyrite et du gypse naturel avec suivi des gaz émis (selon leur poids moléculaire)

Décomposition thermique	Pyrite	Gypse naturel	SBB tot (et toute fraction granulométrique)	SI tot (et toute fraction granulométrique)
Perte d'H <sub>2</sub> O	0-400°C	0-300°C	Plusieurs types d'eau se désorbent jusqu'à 800°C  L'eau adsorbée en surface et les eaux de structure (type OH) dans le gypse, les argiles et les CSH.	
Perte de CO <sub>2</sub>	600 et 1000°C (pic à 803°C)  Faible quantité liée au CO <sub>2</sub> adsorbé en surface	600 - 820°C (pic à 803°C)  Quantité moyenne (possible présente en faible quantité de carbonates avec le gypse)	600-950°C  Deux pics sont présents soit deux populations (dolomite et calcite ?)	
Perte de SO <sub>2</sub>	450 et 650 °C (pic à 543 et 597°C)  Faible pic entre 1000 et 1100°C	Rien  Légère émission	Émission d'un composé de poids moléculaire correspondant à SO <sub>2</sub> entre 25 à 950 °C (à discuter en fonction de la ligne de base)  Pic à 836°C  Pic à 166-169°C	Émission d'un composé de poids moléculaire correspondant à SO <sub>2</sub> entre à partir de 800°C avec un pic à 878 et 1000°C  --  Pic à 166-169°C
Perte de SO <sub>3</sub>	Faible quantité (?)	Rien	Rien	Rien



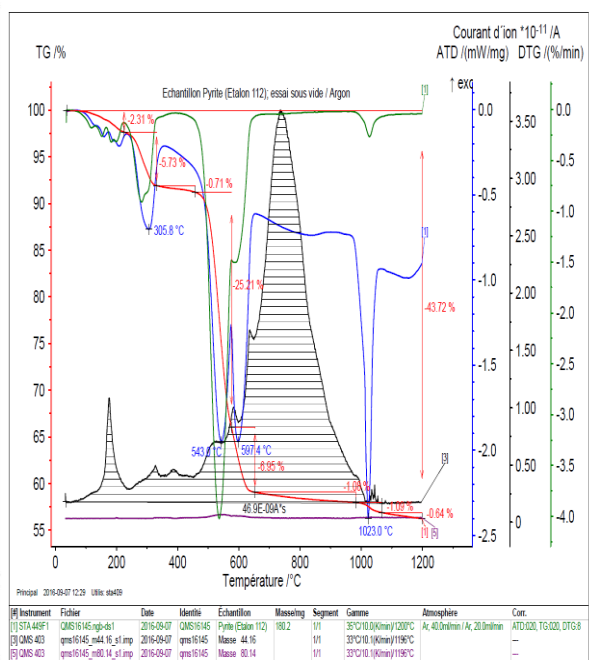
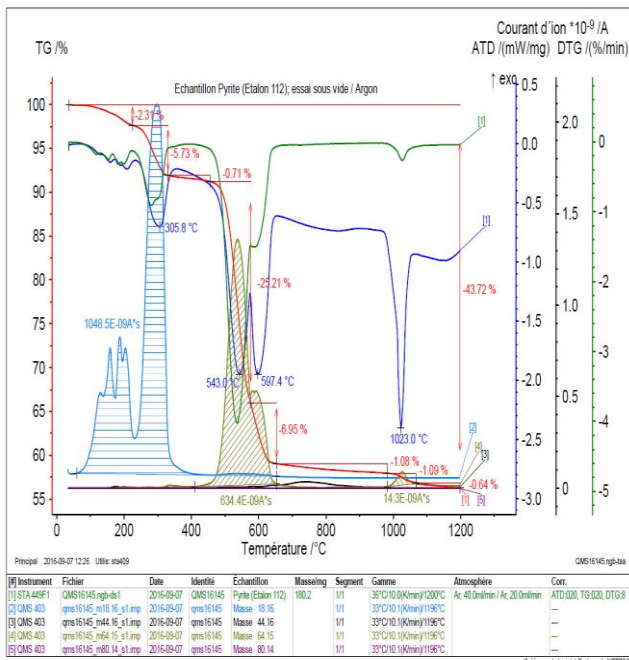


Figure 125 : Analyses thermiques de la pyrite (pleine échelle et zoom sur SO3 et SO2). En rouge perte de masse, en vert dérivée de la courbe rouge et en bleu analyse thermique différentielle (les pics vers le bas sont reliés à des réactions endothermiques et les pics vers le haut à des réactions exothermiques)

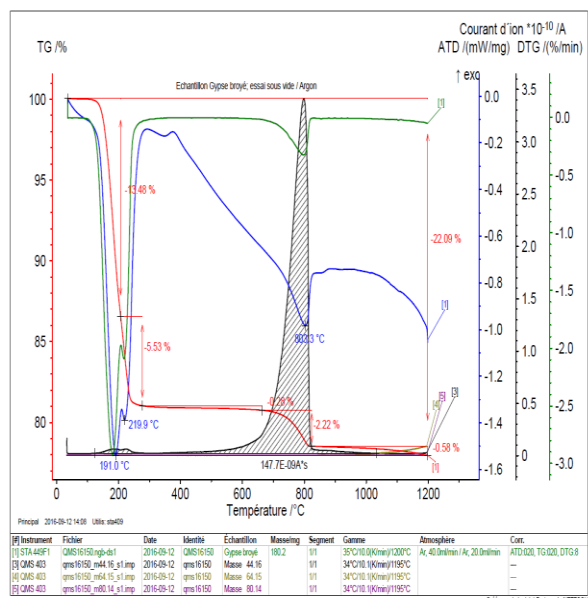
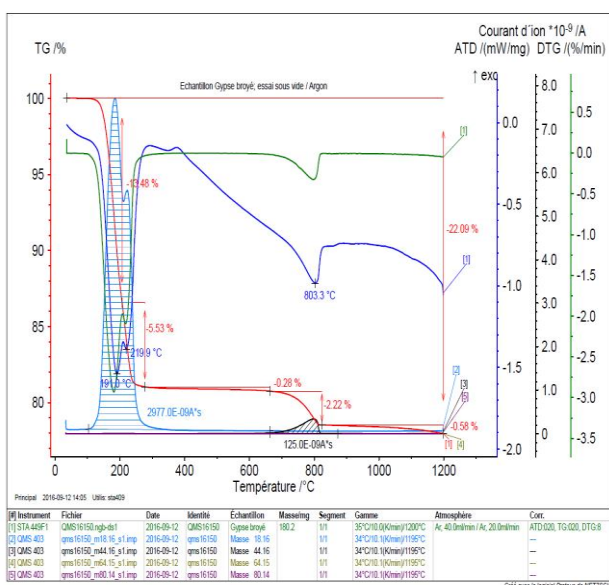


Figure 126 : Analyses thermiques du gypse naturel (pleine échelle et zoom sur SO3 et SO2). En rouge perte de masse, en vert dérivée de la courbe rouge et en bleu analyse thermique différentielle (les pics vers le bas sont reliés à des réactions endothermiques et les pics vers le haut à des réactions exothermiques)

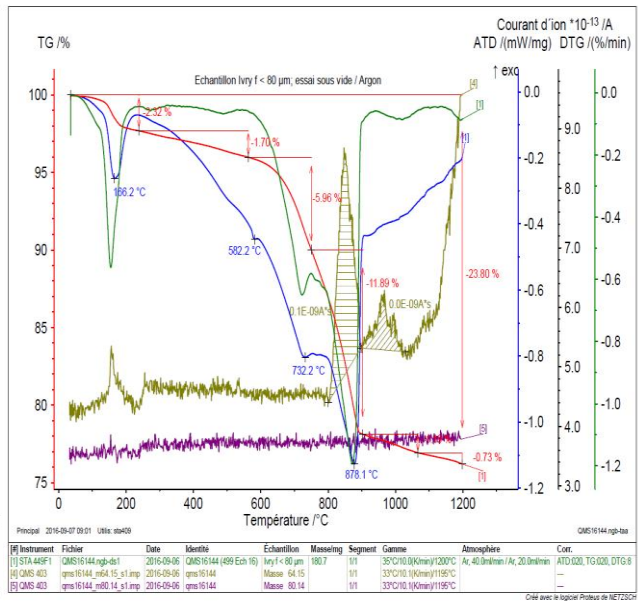
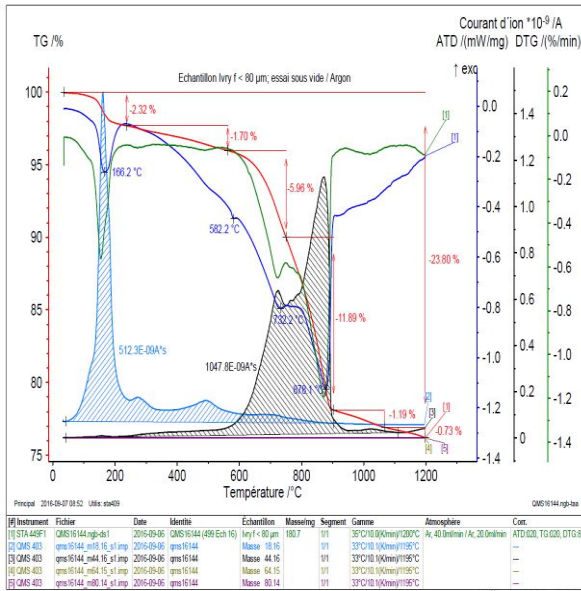


Figure 127 : Analyse thermique de l'échantillon de sol SI f < 80 μm

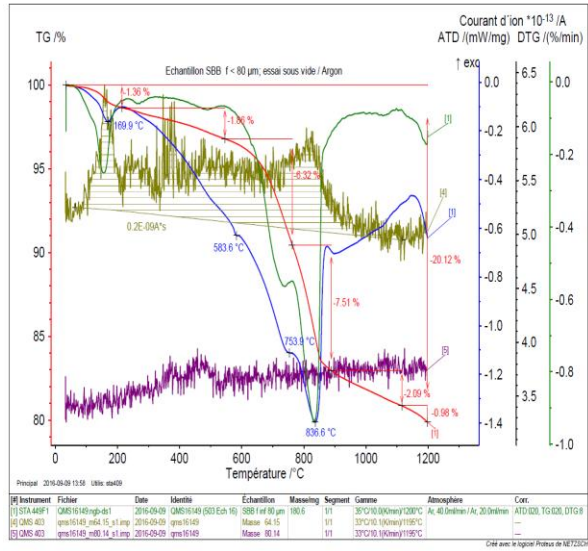
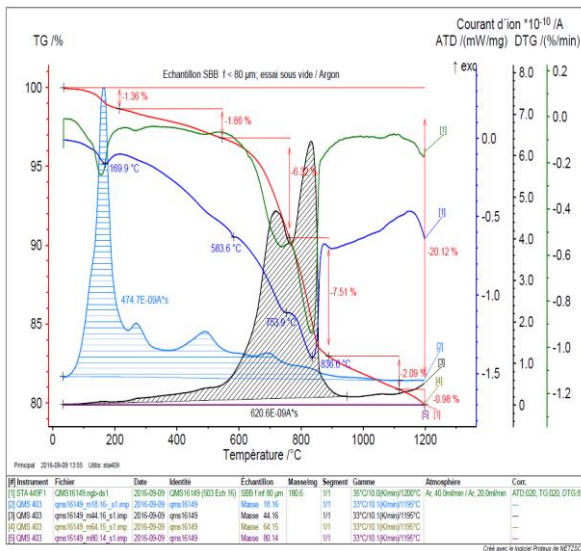


Figure 128 : Analyse thermique de l'échantillon de sol SBB f < 80 μm