



HAL
open science

Dosage rapide sur site des sulfates dans les granulats recyclés issus du BTP

Hélène Paulus, Myriam Jagueneau, Romain Lafon, Olivier Waterblez

► **To cite this version:**

Hélène Paulus, Myriam Jagueneau, Romain Lafon, Olivier Waterblez. Dosage rapide sur site des sulfates dans les granulats recyclés issus du BTP. *Environnement, Ingénierie & Développement*, 2016, N°71 - octobre 2016, pp.17-24. 10.4267/dechets-sciences-techniques.3401 . hal-03160174

HAL Id: hal-03160174

<https://hal.science/hal-03160174v1>

Submitted on 5 Mar 2021

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.



Distributed under a Creative Commons Attribution 4.0 International License

Dosage rapide sur site des sulfates dans les granulats recyclés issus du BTP

Hélène Paulus¹, Myriam Jagueneau², Romain Lafon³, Olivier Waterblez⁴

(1) ESITC de CACHAN, 28 avenue du Président Wilson, 94234 Cachan Cedex, paulus@esitc-cachan.fr

(2) Établissements Piketty Frères, 17 rue Georges Villette, 77250 Orvanne

(3) EUROVIA Centre de Recherche, 22 Rue Thierry Sabine, 33700 Mérignac

(4) EUROVIA Délégation Technique Ile-de-France Haute-Normandie, 6 Rue René Razel, 91400 Saclay

RÉSUMÉ

En 2012, le secteur du bâtiment et des travaux publics aura généré près de 250 millions de tonnes de déchets minéraux. La réutilisation de ces matériaux de déconstruction en technique routière est subordonnée au respect de prescriptions géotechniques et environnementales. Ces dernières imposent la réalisation de contrôles réguliers de la qualité des matériaux produits, en particulier de leur teneur en sulfates solubles, ces substances étant susceptibles de provoquer des gonflements préjudiciables pour les structures en béton. Afin de simplifier les opérations de contrôle et gagner en réactivité sur les plateformes de production, l'objectif de cette étude a été de développer une méthode de dosage rapide, sur site, des sulfates solubles dans les granulats recyclés issus du BTP. La méthode a été mise en œuvre en laboratoire puis sur une plateforme de recyclage. Elle repose sur un échantillonnage adapté aux conditions de terrain et permet d'estimer de façon semi-quantitative la concentration en sulfates par une méthode visuelle à l'aide du kit Visicolor®. Ce travail a permis en outre de proposer une valeur d'alerte pour les matériaux susceptibles de présenter une teneur en sulfates supérieure au seuil de conformité de 0,7 %. Cette valeur reste à consolider sur un plus grand nombre d'échantillons.

MOTS-CLÉS : béton concassé, qualité, sulfate, kit terrain, validation

ABSTRACT

In 2012, the sector of building and public works generated nearly 250 million tons of mineral waste. Reuse of these deconstruction materials in roads is subject to compliance with geotechnical and environmental requirements. The latter impose to carry out regular controls of the quality of the material produced, in particular with respect to their content of water soluble sulphate, which may promote detrimental expansions in concrete structures. To simplify these control operations and improve responsiveness on production platforms, the aim of this study was to develop a field method to measure soluble sulphate content in recycled aggregates. The method was performed in laboratory and then on a recycling platform. It is based on a sampling adapted to field conditions and provides an estimate of the sulphate concentration by a visual method using the Visicolor® kit. This work also helped to provide a warning value for materials having a sulphate content higher than the 0.7 % compliance level. But more field data are needed to make this warning value more reliable.

KEYWORDS : concrete aggregates, quality, sulphate, field testing, validation

Dosage rapide sur site des sulfates dans les granulats recyclés issus du BTP

Hélène Paulus, Myriam Jagueneau, Romain Lafon, Olivier Waterblez

Introduction

En 2012, le secteur du bâtiment et des travaux publics avait généré près de 250 millions de tonnes de déchets minéraux (ADEME, 2015). Dans une logique de développement durable, la valorisation des déchets issus du BTP est devenue nécessaire afin de réduire les incidences globales liées à l'élimination des déchets et à l'utilisation de ressources naturelles non renouvelables. La directive européenne n° 2008/98/CE du 19 Novembre 2008 relatives aux déchets, cadre des politiques communautaires dans ce domaine, prévoit que le réemploi, le recyclage et la valorisation matière des déchets de construction et de démolition atteignent un minimum de 70 % en poids d'ici à 2020.

La réutilisation de ces déchets est subordonnée au respect notamment de prescriptions environnementales, conformément à la réglementation européenne n° 305/2011 sur les produits de construction (RPC) du 9 Mars 2011. Pour des applications en technique routière (SETRA, 2011), le guide méthodologique **Acceptabilité de matériaux alternatifs en technique routière** et son guide d'application aux matériaux de déconstruction du BTP (CEREMA, 2016) s'appliquent. Leur mise en œuvre nécessite de maîtriser la qualité des déchets admis sur les plateformes de recyclage et de réaliser des contrôles réguliers sur les matériaux produits. Cette procédure fait appel à des techniques analytiques complexes et sa mise en œuvre est le plus souvent sous-traitée à des laboratoires d'analyses extérieurs. Il en résulte des coûts et des délais d'acheminement des échantillons, de réalisation des essais et de transmission des résultats incompatibles avec ceux liés à l'exploitation des matériaux recyclés à destination des chantiers routiers.

Afin de simplifier ces opérations de contrôle, il convient d'identifier des techniques simples, rapides, adaptées à une mise en œuvre sur site et dont les résultats soient fiables (*i.e.* en accord avec les résultats des méthodes de référence en laboratoire).

Dans les granulats recyclés issus du BTP, les sulfates solubles sont un paramètre important. Leur teneur doit y être limitée d'abord pour préserver la qualité des ressources en eau. En effet, la porosité des granulats recyclés est deux fois supérieure à celle des

granulats naturels (Agrela *et al.*, 2011). La pénétration d'eau y est donc facilitée, ce qui augmente le risque de relargage dans l'eau d'espèces solubles.

Mais les sulfates sont aussi problématiques d'un point de vue géotechnique. En présence d'eau, certains éléments des granulats à base de béton tels que la portlandite, le mono-sulfoaluminate et les sulfates, vont réagir ensemble et former de l'ettringite de manière différée, phénomène expansif délétère pour le matériau et remettant en cause sa durabilité (Leklou 2008, Metha 1973, Barbarulo 2002). La norme NF P 18-545 (AFNOR, 2001) et la note 22 de l'IDRRIM (IDRRIM, 2011) spécifient une valeur limite de 0,7 % en sulfates solubles (en % massique d'ion sulfate) à respecter pour les granulats recyclés utilisés en technique routière, pour se prémunir du risque géotechnique.

Or il s'avère que les teneurs en sulfates solubles sont fréquemment en limite de spécification, ce qui est à l'origine de nombreuses non-conformités des matériaux recyclés (ESITC Cachant, 2012). Cela s'explique non seulement par la composition chimique des liants hydrauliques utilisés dans la fabrication des bétons, mais aussi par la présence d'éléments extérieurs tels que le gypse et le plâtre mélangés au béton lors de la démolition des infrastructures.

L'objectif de cette étude a donc été de développer une méthode de dosage rapide des sulfates solubles dans les granulats recyclés issus du BTP, capable de mettre en évidence les matériaux présentant une teneur en sulfates supérieure au seuil de conformité de 0,7 %. Deux catégories de méthodes se distinguent : celles permettant l'analyse directe et non destructive des granulats et celles réalisées en solution aqueuse sur des lixiviats de granulats recyclés.

Dans le premier cas, de multiples appareils portatifs existent (ESITC Cachant, 2014). Ils peuvent détecter les phases cristallines contenant du sulfate (diffraction de rayon X), estimer la teneur en sulfates (spectroscopie infra-rouge à transformée de Fourier; spectroscopie Raman) ou simplement quantifier la teneur totale en soufre de l'échantillon (fluorescence X). De toutes ces techniques, la fluorescence X est celle qui apparaît

comme la plus adaptée pour analyser de faibles quantités de soufre dans les matrices solides (Harris *et al.* 2011, ESITC Cachan 2014, AFNOR 2015a). Pour la présente application, la difficulté réside toutefois dans l'établissement d'une relation entre la valeur en soufre totale mesurée et la teneur en sulfates solubles de l'échantillon.

L'analyse du sulfate dans les lixiviats est quant à elle possible grâce à l'utilisation de colorimètres portables (méthode quantitative) ou de kits (méthodes semi-quantitatives) exploitant le plus souvent la précipitation du sulfate avec le baryum comme principe de mesure (ESITC Cachan, 2014).

De tous les dispositifs testés, le kit Visocolor® est le seul à avoir été retenu (ESITC Cachan, 2014). Cet article en présente les principales caractéristiques, la mise en œuvre et démontre le potentiel de cette technique sur la base d'évaluations réalisées en laboratoire puis sur une plateforme de recyclage.

I. Caractéristiques et mise en œuvre du kit

L'entreprise Macherey-Nagel propose des kits Visocolor®, reposant sur une analyse semi-quantitative de solutions, développés pour le contrôle qualité des eaux. Le kit Visocolor® pour l'analyse des sulfates, est conditionné dans une boîte en plastique qui comprend une éprouvette graduée, une cuve de mesure graduée, deux flacons de réactifs pour 100 tests, une spatule ainsi qu'une cuillère de mesure (Figure 1). Chaque kit se conserve pendant trois ans à des températures comprises entre 15 et 25°C.

Le kit Visocolor® exploite la turbidité du précipité créé par le sulfate en présence de chlorure de baryum pour déterminer la concentration en sulfate en solution. Cette réaction se fait en milieu



Figure 1 : Kit Visocolor® pour l'analyse des sulfates en solution

chlorhydrique dilué afin de limiter la solubilité du sulfate de baryum.

Du point de vue de sa mise en œuvre, le kit Visocolor® ne s'appliquant qu'aux solutions, une étape de solubilisation des sulfates présents dans les matériaux recyclés doit donc être préalablement effectuée. Pour ce faire, une procédure adaptée de la méthode de référence NF EN 1744-1 (§ 10.2) (AFNOR, 2014) a été développée pour une mise en œuvre facilitée sur le terrain. La principale adaptation concerne la préparation de l'échantillon. Le recours à un simple tamisage à 4 mm plutôt qu'un concassage plus fastidieux à 4 mm est en effet proposé, malgré le biais que cela induit, comme cela est discuté plus loin. La figure 2 reprend les principales étapes de détermination des sulfates solubles dans les matériaux de construction, depuis la phase d'échantillonnage jusqu'à la lecture de la concentration en sulfates.

En bref, un échantillon composite de 2 kg est prélevé sur site par pelletés aléatoires sur un tas de bétons concassés fraîchement foisonné, conformément aux recommandations de la norme NF EN 15002 (AFNOR, 2015b). Après tamisage de l'échantillon à 4 mm, la fraction passante est divisée à plusieurs reprises à l'aide d'un diviseur à couloirs jusqu'à obtenir des sous-échantillons de 200 g environ. Un des lots de 200 g est séché à l'étuve ou au four micro-ondes jusqu'à masse constante, puis est de nouveau sous-échantillonné pour obtenir des prises d'essais de 25 ± 2 g. Cette étape d'échantillonnage dure 30 min environ.

Une prise d'essai de 25 g environ est ensuite extraite dans des conditions similaires à celles de la procédure normalisée NF EN 1744-1 (§ 10.2), soit dans un litre d'eau maintenue à 60°C pendant 15 ± 1 minutes, tout en agitant. La solution est filtrée sur un filtre standard afin d'éliminer les matières en suspension susceptibles de fausser la mesure de turbidité ultérieure. Un volume de 200 mL de filtrat est conservé pour analyse.

La détermination des sulfates solubles dans le filtrat est réalisée en 5 minutes sur une prise d'essai de 20 mL introduite dans l'éprouvette graduée du kit. Dix gouttes d'acide chlorhydrique dilué sont versées (réactif $\text{SO}_4\text{-1}$ du kit) et la solution est homogénéisée à l'aide de la spatule fournie. Une cuillerée de chlorure de baryum (réactif $\text{SO}_4\text{-2}$ du kit) est ajoutée et le mélange est homogénéisé jusqu'à dissolution complète de la poudre. La solution blanchâtre de sulfate de baryum obtenue est doucement versée dans le tube gradué entre 25 et 200 mg/L, au fond duquel est gravée une croix noire. Celle-ci tend petit à petit à disparaître. La concentration en sulfates dans le filtrat est obtenue lorsque la croix noire n'est plus visible. La lecture de la concentration (en mg/L) se fait directement sur le tube gradué, à hauteur du niveau d'eau. Elle est ensuite convertie en pourcentage massique.

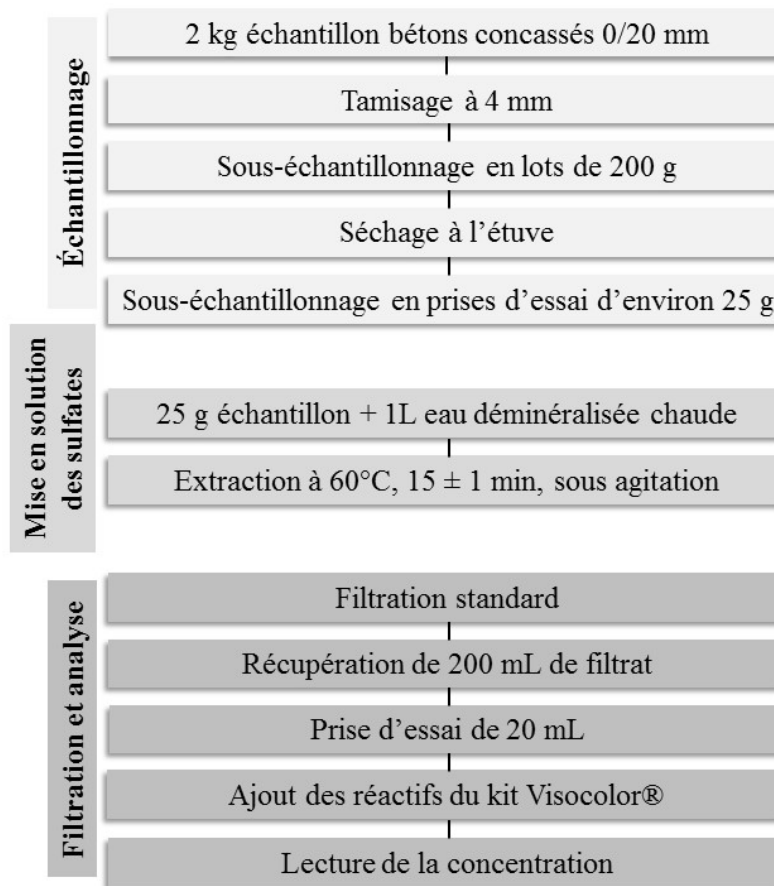


Figure 2 : Étapes de détermination des sulfates solubles dans les matériaux de construction

2. Évaluation du kit

Afin d'estimer la fiabilité du kit Visocolor®, une évaluation de performances a d'abord été réalisée en laboratoire sur des solutions étalons de sulfate, puis sur des granulats de béton concassé dopés ou non en sulfate. Dans une seconde étape, son adéquation avec une mise en œuvre sur le terrain a été testée lors de mesures effectuées sur une plateforme de recyclage.

2.1. Évaluation en laboratoire

L'évaluation des performances du kit a reposé sur l'analyse de trois gammes préparées indépendamment et analysées dans des conditions de répétabilité afin d'évaluer son exactitude et sa sensibilité à partir de solutions étalons. Chaque gamme comportait 7 niveaux de concentration en sulfate de calcium également répartis entre 0 (blanc) et 300 mg/L (soit une teneur de 1,2 % dans le matériau), ce qui représente la gamme de linéarité du kit Visocolor® imposée par le fournisseur. Les résultats montrent une sous-évaluation systématique des concentrations attendues (Tableau 1). Cette différence est marquée (environ 30 %) sur les faibles concentrations (≤ 50 mg/L), car on

est proche de la limite de quantification de la méthode, estimée à 40 mg/L. En revanche, sur les concentrations les plus élevées (> 50 mg/L), le biais reste très limité (environ 10 %).

La détermination de la concentration en sulfate est dépendante du jugement visuel de l'opérateur (disparition ou non de la croix). Néanmoins, la répétabilité s'est avérée très bonne, avec des coefficients de variation inférieurs à 10 % sur toute la gamme.

L'évaluation a ensuite été menée sur des échantillons réels. Deux matériaux issus de plateformes de recyclage situées en Ile de France (MRF-DLB) ont été utilisés. Le premier, dénommé GR2 (grave recyclée de catégorie 2), est le matériau qui représente le mieux la production « courante » de bétons concassés. Il est composé à 85 % de produits à base de béton et de granulats non liés, de granularité comprise entre 0 et 31,5 mm. Le second, dénommé GR3 (grave recyclé de catégorie 3), est issu du concassage sélectif de blocs de bétons et qui a vocation à être utilisé dans du béton. Ce matériau est composé à 94 % de produits à base de béton et de granulats non liés, de granularité comprise entre 0 et 20 mm.

Tableau 1 : Validation à l'aide de solutions étalons de sulfate de calcium du kit Visocolor®

Concentration (mg/L)	blanc	25	50	80	130	200	300
Lecture gamme 1	<25	<25	32	68	120	170	260
Lecture gamme 2	<25	<25	33	70	118	180	300
Lecture gamme 3	<25	<25	32	78	122	170	270
Coefficient de variation (CV)	-	-	1,8 %	7,4 %	1,7 %	3,3 %	7,5 %

n représente le nombre d'extractions effectué pour chaque échantillon

Afin d'étendre le niveau de contamination en sulfates solubles des échantillons de l'étude, deux matériaux dopés ont été créés à partir de la grave GR2 avec une concentration en sulfate fixe. Le matériau choisi pour le dopage était du plâtre provenant d'une plaque de plâtre achetée dans le commerce. Les pourcentages visés s'élevaient respectivement à 0,5 % et 0,7 % en sulfate.

Une partie de chaque échantillon a été séché, divisé à de multiples reprises puis concassé à 4 mm de façon à obtenir des prises d'essai de $25,0 \pm 3,8$ g. Dans une perspective de sim-

plification de la préparation des échantillons pour analyse sur le terrain, d'autres prises d'essai ont été obtenues par simple tamisage à 4 mm des matériaux et non par concassage.

Afin de déterminer la teneur en sulfates solubles des échantillons, les différentes prises d'essai ont été extraites selon la méthode de référence NF EN 1744-1 (§ 10.2). Les extraits ont ensuite été analysés soit selon la norme NFTA90-040 (AFNOR, 1986), basée sur la précipitation des sulfates par du $BaCl_2$ en milieu acide puis mesure de la turbidité par néphélométrie à

Tableau 2 : Pourcentage massique moyen en sulfates solubles dans les échantillons de GR2, GR3 et GR2 dopée, déterminé par la méthode de référence et le kit Visocolor®

Échantillon		Pourcentage massique en sulfates solubles			
		Référence		Visocolor®	
Mode de préparation		0/4 mm conc.	0/4 mm tam.	0/4 mm conc.	0/4 mm tam.
GR2	Moyenne	0,212 (n = 13)	0,246 (n = 3)	0,084 (n = 3)	0,220 (n = 3)
	CV	16,0 %	6,9 %	1,6 %	16,5 %
GR3	Moyenne	0,190 (n = 6)	0,215 (n = 3)	0,095 (n = 3)	0,125 (n = 3)
	CV	6,5 %	11,7 %	-	16,6 %
GR2 dopée 0,5 %	Moyenne	0,390 (n = 6)	0,631 (n = 3)	0,295 (n = 3)	0,543 (n = 3)
	CV	8,3 %	4,7 %	10,9 %	10,7 %
GR2 dopée 0,7 %	Moyenne	0,518 (n = 6)	0,974 (n = 3)	0,419 (n = 3)	0,718 (n = 3)
	CV	10,9 %	10,4 %	9,8 %	10,5 %

540 nm, soit à l'aide du kit Visocolor®. Les résultats obtenus sont rassemblés dans le tableau 2.

Les niveaux de concentration obtenus dans les différents échantillons sont conformes à ceux escomptés. Les teneurs en sulfates sont globalement les plus basses dans l'échantillon de GR3, mais l'échantillon de GR2 s'avère également peu contaminé. Ces observations sont à mettre en relation avec le résultat d'un essai de tri effectué selon la norme NF EN 933-11 (AFNOR, 2009) sur ces deux types d'échantillons. Il a en effet été montré la très faible proportion voire l'absence de particules de plâtre dans ces matériaux. Dans les échantillons dopés à 0,5 et 0,7 % en plâtre, on note logiquement une progression importante des concentrations en sulfates. Toutefois, cette augmentation n'est pas proportionnelle à la quantité de sulfates ajoutée. Cela peut s'expliquer par des éventuelles pertes en fines de plâtre lors du dopage et par une solubilisation non totale du plâtre.

L'usage du kit Visocolor® reste limité sur les basses valeurs en sulfates ($\leq 0,2$ %). En effet, sur les échantillons de GR2 et GR3, les concentrations ne sont pas toujours quantifiables ou s'avèrent être nettement inférieures (jusqu'à 60 %) à celles obtenues par la méthode normalisée. Cela confirme les observations faites sur les solutions étalons. Sur les valeurs en sulfates plus élevées (supérieures à 0,4 %), le biais est moins important. Néanmoins, le kit Visocolor® sous-estime toujours de 15 à 25 % les résultats obtenus avec la méthode de référence.

En conditions de laboratoire, la méthode de référence et le kit Visocolor® donnent des résultats globalement très reproductibles (coefficient de variation moyen de 10 %). Les dispersions les plus élevées (16 %) sont logiquement observées sur les basses valeurs lues par le kit Visocolor®. Le soin apporté à l'étape d'échantillonnage explique en partie la qualité des résultats obtenus.

Concernant le mode de préparation des échantillons, les concentrations en sulfates solubles sont significativement supérieures dans les échantillons tamisés à 4 mm par rapport à ceux concassés à 4 mm, et ce quelle que soit la méthode considérée. Pour les analyses faites selon la méthode de référence, la surestimation est d'environ 15 % pour les échantillons de GR2 et GR3. Mais le biais s'accroît nettement avec le niveau de contamination en plâtre du matériau. Ainsi, il est de respectivement +62 % et +88 % sur les échantillons de GR2 dopés à 0,5 et 0,7 %. Avec le kit Visocolor®, la surestimation par rapport aux conditions normalisées est de seulement 4 % pour la GR2 et au plus de 40 % pour les autres échantillons, car elle est en partie compensée par la sous-évaluation inhérente à l'usage de ce kit. Pour expliquer ce phénomène, nous avons étudié l'évolution du pourcentage massique en sulfates solubles dans l'échantillon de GR2 en fonction de la coupure granulométrique (0/2, 2/4, 4/6, 6/10 et 10/20 mm). Nous avons observé une nette décroissance de

la teneur en sulfates solubles avec l'augmentation de la taille des granulats. La fraction tamisée à 4 mm concentre donc une part plus importante de la pollution en sulfates qu'une fraction concassée à 4 mm. De plus, la littérature montre que dans les bétons concassés, la pâte cimentaire résiduelle 222 d'où provient la plupart des substances retrouvées dans l'eau (dont les sulfates), s'accumule dans les fractions granulométriques les plus fines (Engelsen *et al.*, 2009). Sur les plateformes de tri, les étapes de concassage primaire et secondaire des matériaux recyclés favorisent également la formation de fines particules de plâtre, celui-ci étant très friable. Ainsi, pour une mise en œuvre facilitée sur le terrain, le recours à un tamisage à 4 mm de l'échantillon peut se concevoir. Toutefois, cette opération crée un biais positif dans les résultats, biais partiellement compensé par la sous-évaluation propre au kit Visocolor®.

Rappelons que l'objectif visé par l'utilisation du kit Visocolor® n'est pas tant de quantifier la teneur en sulfates solubles avec la même exactitude que les méthodes de laboratoire, mais davantage d'identifier – à réception ou en production sur les plateformes de recyclage – les lots de bétons concassés présentant une contamination sulfates supérieure à 0,7 %. Aussi il serait plus opportun de proposer une valeur minimale lue par le kit Visocolor® pour engager une action de contrôle en laboratoire. Sur la base des données du tableau 2, un seuil d'intervention de 0,6 % (soit une valeur de 150 mg/L lue sur le kit Visocolor® pour un extrait non dilué) paraît raisonnable. Cette valeur reste à valider par des essais sur le terrain.

2.2. Évaluation en plateforme de recyclage

L'évaluation s'est faite sur une période de 18 semaines. Entre un et cinq échantillons de béton concassé (granulométrie 0/20 mm) ont été prélevés chaque semaine sur la plateforme de recyclage de Gonesse (MRF-DLB). Les teneurs en sulfates solubles y ont été déterminées à l'aide du kit Visocolor®. Durant cette phase, une attention particulière a été portée sur la capacité du personnel de production de la plateforme à appliquer la procédure indiquée en figure 2.

Pour chaque échantillon, un contrôle a également été effectué en laboratoire selon la méthode de référence. Les résultats obtenus sont présentés dans la figure 3 ci-dessous.

Sur la base des 48 échantillons collectés, la concentration moyenne en sulfates solubles relevée dans les bétons concassés est de 0,33 % (selon la méthode de référence de laboratoire). La valeur minimale est de 0,12 %. La valeur maximale enregistrée est de 0,95 %.

Les résultats de laboratoire sont corrélés de façon positive aux données obtenues sur le terrain comme en atteste le coefficient de corrélation de rang de Spearman d'une valeur de +0,61. En revanche, l'existence d'une relation linéaire entre ces données n'est pas avérée (le coefficient de

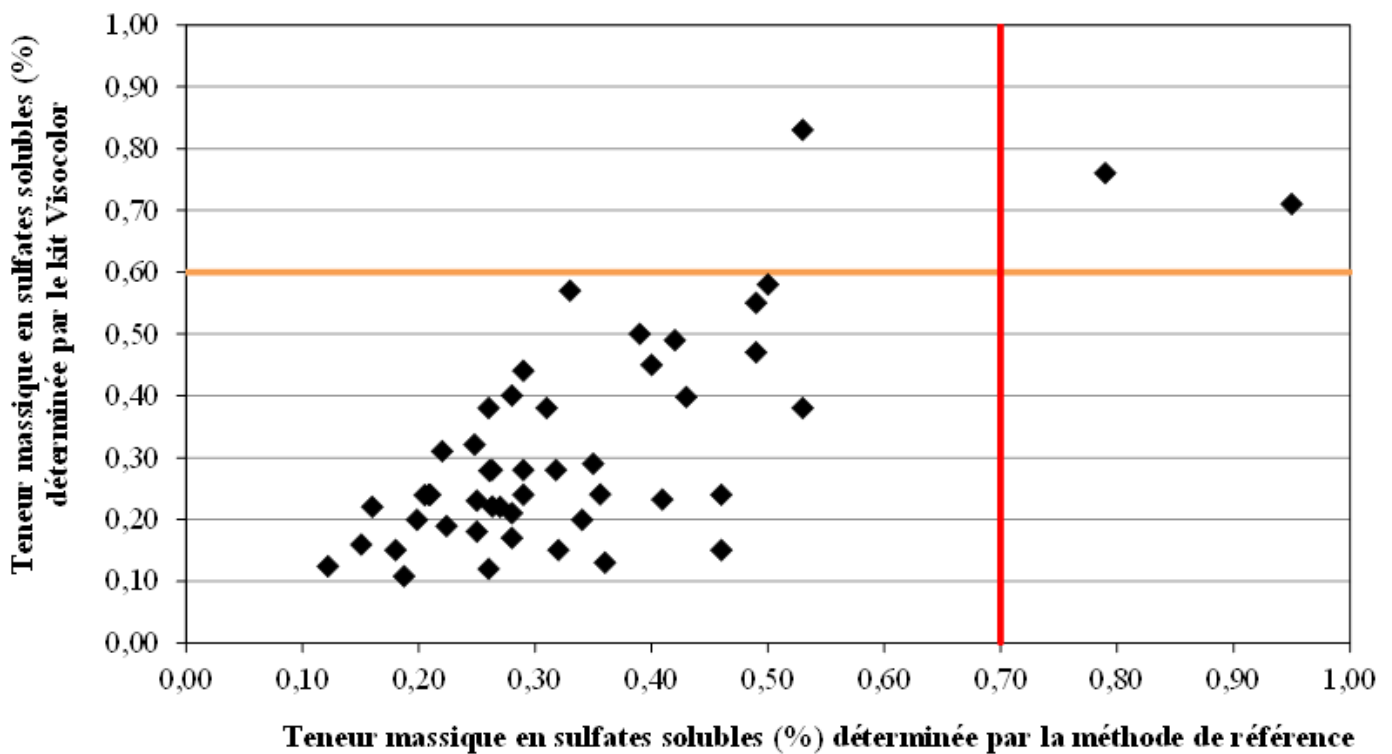


Figure 3 : Corrélation des teneurs en sulfates solubles obtenues par la méthode de référence et par le kit Visocolor® dans des échantillons de bétons concassés

détermination de la droite est de seulement de 0,54). La majeure partie des échantillons est relativement peu contaminée (75^e percentile à 0,4 % pour les deux méthodes). Dans cette gamme de concentration, le kit Visocolor® ne permet pas une quantification fiable des sulfates solubles. Mais ce n'est pas non plus l'objectif recherché. Il est surtout intéressant de noter que le kit Visocolor® a permis de mettre en évidence un dépassement de la valeur d'intervention proposée à 0,6 % à 3 reprises (points au-dessus de la ligne orange sur la figure 3). Les contrôles effectués en laboratoire ont permis de confirmer que pour deux de ces échantillons, la valeur maximale admissible de 0,7 % en sulfates solubles était effectivement dépassée (points à droite de la ligne rouge sur la figure 3) et qu'il s'agissait bien d'échantillons non conformes. Le troisième point s'est avéré être un faux positif.

Au vu de ces résultats, le kit Visocolor® se présente donc comme une technique prometteuse car tous les échantillons présentant une teneur en sulfates solubles supérieure au seuil normatif de 0,7 % ont bien été identifiés. Toutefois, la valeur d'intervention de 0,6 % serait à valider sur un plus grand nombre d'échantillons. Cette consolidation est en cours car le kit Visocolor® est utilisé quasi quotidiennement pour réaliser le contrôle de la teneur en sulfates des productions de matériaux recyclés sur les sites MRF-DLB.

Conclusion

Ce travail a permis de mettre au point et de valider une méthode d'essai alternative à la norme utilisée en laboratoire et applicable sur les sites de production, pour identifier les granulats issus du BTP présentant une teneur en sulfates supérieure au seuil de conformité de 0,7 %. Simple et rapide, cette méthode repose d'une part sur un échantillonnage adapté de terrain. En effet, l'impact d'un tamisage à 4 mm sur les résultats en sulfates solubles a entre autres été évalué et a permis de proposer une méthode simplifiée sans concassage. Elle permet d'autre part d'estimer de façon semi-quantitative la concentration en sulfates par une méthode visuelle à l'aide du kit Visocolor®.

Une évaluation sur plateforme de recyclage a été menée pendant près de cinq mois. Durant cette phase, une attention particulière a été portée sur la capacité du personnel de production à appliquer la méthode de terrain. Ne nécessitant pas de connaissance chimique particulière, elle peut être effectuée par n'importe quel opérateur rigoureux, après formation et initiation de celui-ci aux dangers et aux mesures de protection liés à la manipulation de substances dangereuses.

De plus, l'évaluation de terrain a permis d'identifier les quelques échantillons à risque de formation d'ettringite diffrée. La mise en place d'une valeur d'intervention de 0,6 %

en sulfates solubles lue avec le kit Visocolor® semble pertinente mais reste à consolider sur un plus grand nombre d'échantillons.

Malgré les limites que comporte la mise en place de cette méthode terrain (échantillonnage, lixiviation, détermination semi-quantitative des concentrations en sulfates solubles, manipulation de chlorure de baryum), elle offre un rapport qualité/prix intéressant par rapport à d'autres méthodes testées, telles que la colorimétrie ou la fluorescence X. Cette dernière présente l'avantage d'une analyse directe de la production avec des résultats très prometteurs. Mais elle suppose aussi un investissement initial beaucoup plus important car le dispositif de fluorescence X coûte environ 30 000 €. De plus, elle nécessite d'avoir sur site du personnel habilité à la manipulation d'appareils à rayonnements ionisants.

Références bibliographiques

- ADEME. (2015), Les Chiffres-Clés, Déchets édition, réf. 8500, ISSN 2275-5691, 96 p.
- AFNOR (1986), Essais des eaux. Dosage des ions sulfate – Méthode néphélogométrique. NFT 90-040. Paris,
- AFNOR. (2001) Granulats - Éléments de définition, conformité et codification. NF P 18-545. Paris :AFNOR.
- AFNOR. (2014) Essais visant à déterminer les propriétés chimiques des granulats – Partie I : analyse chimique. NF EN 1744-1. Paris,
- AFNOR. (2015a) Qualité du sol - Analyse rapide d'une sélection d'éléments dans les sols à l'aide d'un spectromètre de fluorescence X à dispersion d'énergie portable ou portatif. NF EN ISO 13196. Paris,
- AFNOR. (2015b) Caractérisation des déchets - Préparation de prises d'essai à partir de l'échantillon pour laboratoire. NF EN 15002. Paris,
- AFNOR (2009) Essais pour déterminer les caractéristiques géométriques des granulats - Partie II : essai de classification des constituants de gravillons recyclés. NF EN 933-11. Paris
- Agrela F., Sanchez De Juan M., Ayuso J., Geraldés V.L., Jiménez J.R., (2011) Limiting properties in the characterization of mixed recycled aggregates for use in the manufacture of concrete. *Construction and Building Materials*, Volume 25, Issue 10, pp : 3950-3955.
- Barbarulo R. (2002) Comportement des matériaux cimentaires : action des sulfates et de la température. Thèse de l'École Normale Supérieure de Caen, 300 p.
- CEREMA. (2016), Acceptabilité environnementale des matériaux alternatifs en technique routière, les matériaux de déconstruction issus du BTP, Janvier.
- Engelsen C.J., Van Der Sloot H.A., Wibetoe G., Petkovic G., Stoltenberg-Hansson E., Lund W., (2009) Release of major elements from recycled concrete aggregates and geochemical modeling. *Cement and Concrete Research*, 39, pp : 446-459.
- ESITC Cachan, FNTP, ADEME (2012) Étude de caractérisation des matériaux alternatifs en technique routière. Convention I106C0014. 46 p.
- ESITC Cachan, EUROVIA MANAGEMENT, MRF agence DLB, ADEME (2014) Diagnostic rapide et environnemental appliqué aux matériaux recyclés issus du BTP (DREAM). Rapport bibliographique. Convention I206C0068. 62 p.
- ESITC Cachan, EUROVIA MANAGEMENT, MRF agence DLB, ADEME, (2014) Diagnostic rapide et environnemental appliqué aux matériaux recyclés issus du BTP (DREAM). Rapport final. Convention I206C0068. 238 p.
- Harris P., Harvey O., Sebesta S., (2011). Rapid field detection of sulfate and organic content in soils: technical report. Texas, Transportation Institute, 96 p.
- IDRRIM. (2011) Note d'information n° 22 : Classification et aide au choix des matériaux granulaires recyclés pour leurs usages routiers hors agrégats d'enrobés. Février, 12 p.
- Leklou N. (2008) Contribution à la connaissance de la réaction sulfatique interne. Thèse de l'Université de Toulouse, 224 p.
- Metha P.-K., (1973). Mechanism of expansion associated with ettringite formation. *Cement and Concrete Research*. Volume 3, Issue 1, pp : 1-6.
- SETRA. (2011) Acceptabilité de matériaux alternatifs en technique routière. Évaluation environnementale, 32 p.