

# ISO 11277:1998

Mai 1998

[www.afnor.org](http://www.afnor.org)

Ce document est à usage exclusif et non collectif des clients Normes en ligne. Toute mise en réseau, reproduction et rediffusion, sous quelque forme que ce soit, même partielle, sont strictement interdites.

This document is intended for the exclusive and non collective use of AFNOR Webshop (Standards on line) customers. All network exploitation, reproduction and re-dissemination, even partial, whatever the form (hardcopy or other media), is strictly prohibited.



**DOCUMENT PROTÉGÉ  
PAR LE DROIT D'AUTEUR**

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans accord formel.

Contacteur :  
AFNOR – Norm'Info  
11, rue Francis de Pressensé  
93571 La Plaine Saint-Denis Cedex  
Tél : 01 41 62 76 44  
Fax : 01 49 17 92 02  
E-mail : [norminfo@afnor.org](mailto:norminfo@afnor.org)

Boutique AFNOR

Pour : CEMAGREF

Client 1896102

Commande N-20080505-272238-TA

le 5/5/2008 11:58

Diffusé avec l'autorisation de l'éditeur

Distributed under licence of the publisher

**afnor**

# NORME INTERNATIONALE

# ISO 11277

Première édition  
1998-05-15

---

---

## **Qualité du sol — Détermination de la répartition granulométrique de la matière minérale des sols — Méthode par tamisage et sédimentation**

*Soil quality — Determination of particle size distribution in mineral soil  
material — Method by sieving and sedimentation*



Numéro de référence  
ISO 11277:1998(F)

**ISO 11277:1998(F)****Sommaire**

Page

<b>1</b>	Domaine d'application.....	<b>1</b>
<b>2</b>	Références normatives.....	<b>1</b>
<b>3</b>	Terminologie, symboles et unités .....	<b>2</b>
<b>4</b>	Principe.....	<b>3</b>
<b>5</b>	Échantillonnage sur le terrain .....	<b>4</b>
<b>6</b>	Préparation des échantillons .....	<b>4</b>
<b>7</b>	Tamissage à sec (matériau > 2 mm).....	<b>4</b>
<b>8</b>	Tamissage humide et sédimentation (matériau < 2 mm) .....	<b>6</b>
<b>9</b>	Fidélité .....	<b>19</b>
<b>10</b>	Rapport d'essai.....	<b>20</b>
	<b>Annexe A</b> (normative) Détermination de la distribution granulométrique de la fraction minérale des sols non séchés avant analyse.....	<b>21</b>
	<b>Annexe B</b> (normative) Détermination de la distribution granulométrique de la fraction minérale des sols par la méthode du densimètre après destruction de la matière organique.....	<b>24</b>
	<b>Annexe C</b> (informative) Bibliographie.....	<b>32</b>

© ISO 1998

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation  
Case postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse  
Internet iso@iso.ch

Imprimé en Suisse

## **Avant-propos**

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 11277 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 190, *Qualité du sol*, sous-comité SC 5, *Méthodes physiques*.

Les annexes A et B font partie intégrante de la présente Norme internationale. L'annexe C est donnée uniquement à titre d'information.

## Introduction

Le comportement physique et chimique des sols est contrôlé en partie par les quantités de particules minérales de différentes tailles qui s'y trouvent. L'objet de la présente Norme internationale est la mesure de ces quantités (exprimée en proportion ou en pourcentage de la masse totale du sol minéral), au sein de classes de tailles indiquées.

La détermination de la distribution granulométrique est affectée par la matière organique, les sels solubles, les agents de cémentation (particulièrement les oxydes de fer), les substances relativement insolubles comme les carbonates et les sulfates, ou les combinaisons de ceux-ci. Le comportement de certains sols change dans une telle proportion au séchage que la distribution granulométrique de la matière sèche a peu ou pas de rapport avec celle de la matière que l'on trouve dans des conditions naturelles. Ceci est particulièrement vrai pour les sols riches en matière organique, ceux élaborés à partir de dépôts volcaniques récents, certains sols tropicaux altérés et les sols souvent décrits comme «à forte cohésion» [6]. D'autres sols, comme les sols nommés «sub-plastic» d'Australie, montrent peu ou pas de tendance à se disperser dans le cadre de traitements normaux de laboratoire, en dépit d'une importante teneur en argile mise en évidence sur le terrain.

Les modes opératoires indiqués dans la présente Norme internationale tiennent compte des différences entre les sols provenant d'environnements différents, et la méthodologie présentée est conçue pour les traiter de façon structurée. Ces différences de comportement du sol peuvent être très importantes, mais leur perception dépend généralement de la connaissance locale. Étant donné que le laboratoire est souvent éloigné du site de prélèvement sur le terrain, les informations fournies par l'équipe sur le terrain deviennent cruciales pour le choix d'un mode opératoire approprié de laboratoire. Ce choix ne peut être fait que si le laboratoire est pleinement informé de ces données de base.

Il convient que les modes opératoires de la présente Norme internationale soient tous mis en œuvre par du personnel compétent, formé et convenablement encadré. L'attention est attirée sur certains phénomènes dangereux connus, mais il est néanmoins essentiel que les utilisateurs respectent les consignes de sécurité dans leurs pratiques de travail et, qu'en cas de doute, ils recherchent un avis compétent.

**Il est également essentiel que les utilisateurs de la présente Norme internationale la lisent en entier avant d'entamer une opération quelconque, tout défaut de lecture de certains points pouvant entraîner des erreurs d'analyse et donc des dangers.**

# Qualité du sol — Détermination de la répartition granulométrique de la matière minérale des sols — Méthode par tamisage et sédimentation

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de base de détermination de la distribution granulométrique des matières minérales des sols, y compris la fraction minérale des sols organiques. Elle propose également des procédures permettant de traiter les sols particuliers cités dans l'introduction. La présente Norme internationale a été élaborée pour être largement utilisée dans le domaine de la science de l'environnement, et son utilisation dans des recherches géotechniques est un point pour lequel un avis professionnel peut se révéler nécessaire.

Un objectif majeur de la présente Norme internationale est la détermination d'un nombre suffisant de fractions granulométriques pour permettre la construction d'une courbe de distribution granulométrique significative.

La présente Norme internationale ne s'applique pas à la détermination de la distribution granulométrique des composants organiques du sol, à savoir les restes plus ou moins fragiles, partiellement décomposés, de plantes ou d'animaux. Il convient également de savoir que les traitements chimiques préalables et les étapes de manipulation mécanique dans la présente Norme internationale peuvent entraîner la désintégration de particules à faible cohérence qui, du point de vue d'une inspection sur le terrain, pourraient être considérées comme des particules primaires et mieux décrites en tant qu'agrégats. Si cette désintégration n'est pas souhaitable, il convient de ne pas utiliser la présente Norme internationale pour la détermination de la distribution granulométrique de ces matières à faible cohérence.

## 2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 565:1990, *Tamis de contrôle — Tissus métalliques, tôles métalliques perforées et feuilles électroformées — Dimensions nominales des ouvertures.*

ISO 3310-1:1990, *Tamis de contrôle — Exigences techniques et vérifications — Partie 1: Tamis de contrôle en tissus métalliques.*

ISO 3310-2:1990, *Tamis de contrôle — Exigences techniques et vérifications — Partie 2: Tamis de contrôle en tôles métalliques perforées.*

ISO 3696:1987, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécifications et méthodes d'essai.*

ISO 11464:1994, *Qualité du sol — Prétraitement des échantillons pour analyses physico-chimiques.*

### 3 Terminologie, symboles et unités

#### 3.1 Terminologie

Les particules appartenant à des gammes ou des classes de tailles particulières sont généralement décrites comme des galets, des graviers, du sable grossier, des limons, etc. La signification de ces appellations consacrées par l'usage diffère selon les pays et dans certains cas il n'existe pas de traduction exacte de ces mots d'une langue à l'autre; par exemple, le mot néerlandais «zavel» n'a pas d'équivalent en anglais. La seule fraction pour laquelle il semble y avoir un accord est l'argile qui est définie comme une matière de moins de 0,002 mm de diamètre sphérique équivalent [1, 6]. Ces appellations traditionnelles ne doivent pas être utilisées pour décrire les résultats de la détermination granulométrique conformément à la présente Norme internationale. Des phrases comme «... traversant un tamis à ouverture de 20 mm ...» ou «... inférieur à un diamètre sphérique équivalent de 0,063 mm...» doivent être utilisées à la place. Si les appellations traditionnelles doivent être utilisées, par exemple en référence croisée avec une autre norme (inter)nationale, le nom populaire doit être explicitement défini, de façon à éliminer tout doute sur la signification voulue, par exemple limon (diamètre sphérique équivalent de 0,063 mm à 0,020 mm) (voir l'article 4 et, par exemple, [3]). En outre, il est courant d'utiliser le mot «texture» pour décrire les résultats de mesurage de distribution granulométrique, par exemple «la taille de particule de ce sol est une texture argileuse». Ceci est incorrect car les deux concepts sont différents, et le mot «texture» ne doit pas être utilisé dans le rapport d'essai (article 10) pour décrire les résultats obtenus en utilisant la présente Norme internationale.

Il est courant de dire que les tamis ont un «numéro de vide de maille» ou un «numéro de maille» particulier. Ces termes ne sont pas équivalents du terme «ouverture» et les rapports entre les différents numéros ne sont pas immédiatement évidents. Il est difficile de justifier l'utilisation des numéros de maille comme mesure de la taille de particules et il ne faut donc pas les indiquer dans le rapport donnant les résultats de la présente Norme internationale.

#### 3.2 Symboles et unités

Les symboles qui suivent sont utilisés dans le texte; ils sont accompagnés, le cas échéant, des unités et grandeurs correspondantes (les conventions du système international SI sont respectées pour les unités courantes, par exemple g = gramme; m = mètre; mm = millimètre; s = seconde, etc.).

Mg mégagramme ( $10^6$  g);

mPa millipascal;

$t$  est le temps, en secondes, de décantation d'une particule de diamètre  $d_p$ ;

$\eta$  est la viscosité dynamique de l'eau à la température d'essai (voir tableau B.2), en millipascals par seconde;

$h$  est la profondeur de prélèvement, en centimètres;

$\rho_s$  est la masse volumique moyenne des particules, en mégagrammes par mètre cube (considérée égale à 2,65; voir note à l'article 4);

$\rho_w$  est la masse volumique du liquide contenant la suspension de sol, en mégagrammes par mètre cube (considérée égale à 1,00; voir note à l'article 4);

$g$  est l'accélération due à la pesanteur, en centimètres par seconde carrée (c'est-à-dire 981);

$d_p$  est le diamètre sphérique équivalent de la particule concernée, en millimètres.

## 4 Principe

La distribution granulométrique est déterminée par une combinaison de tamisage et de sédimentation à partir d'un sol séché à l'air [6] (voir note ci-dessous). Une méthode pour un sol non séché est donnée à l'annexe A. Les particules ne traversant pas un tamis à ouverture de 2 mm sont déterminées par tamisage à sec. Les particules traversant un tel tamis, mais retenues sur un tamis à ouverture de 0,063 mm sont déterminées par une combinaison de tamisage par voie humide et par voie sèche, alors que les particules traversant le dernier tamis sont déterminées par sédimentation. Le prélèvement à la pipette constitue la méthode recommandée. Une méthode par mesure de la masse volumique est donnée à l'annexe B. La combinaison du tamisage et de la sédimentation permet l'élaboration d'une courbe continue de granulométrie.

Les points clés de ce mode opératoire sont résumés sous forme d'algorithme à la figure 2. La présente Norme internationale exige que les proportions des fractions séparées par sédimentation et tamisage soient déterminées à partir des masses obtenues par pesée. D'autres méthodes de détermination de la masse des fractions reposent sur des principes tels que l'interaction des particules avec un rayonnement électromagnétique ou des champs électriques [1]. Il est souvent extrêmement difficile de corrélérer les valeurs obtenues par ces différentes méthodes pour un même échantillon. Un des buts visés par la présente Norme internationale est donc d'aider, par un respect strict des détails indiqués, à minimiser la variation de la distribution granulométrique des sols minéraux déterminée par différents laboratoires. Les proportions des différentes fractions ne doivent donc être déterminées que par pesée. Aucune présomption de conformité ne pourra être revendiquée dans le rapport d'essai (article 10) si cette méthode n'est pas utilisée.

Les méthodes de la pipette et du densimètre supposent que la décantation des particules dans le cylindre de sédimentation est conforme à la loi de Stokes [1, 6, 9] avec les contraintes que cela implique, à savoir:

- a) les particules sont des sphères lisses et rigides;
- b) la décantation des particules s'effectue en écoulement laminaire, c'est-à-dire un écoulement dont le nombre de Reynolds est inférieur à 0,2. Cette contrainte fixe un diamètre sphérique équivalent maximal de particule légèrement supérieur à 0,06 mm pour que la décantation se fasse par gravité selon la loi de Stokes [1];
- c) la suspension des particules est suffisamment diluée pour garantir qu'aucune particule n'affecte la décantation d'autres particules;
- d) il n'y a pas d'interaction entre la particule et le fluide;
- e) le diamètre de la colonne de suspension est grand par rapport au diamètre de la particule, c'est-à-dire que le fluide est à «étendue infinie»;
- f) la particule atteint sa vitesse limite;
- g) les particules ont la même densité.

Ainsi, le diamètre d'une particule est défini en termes de diamètre d'une sphère dont le comportement en suspension correspond à celui de la particule. Ceci correspond au concept de *diamètre sphérique équivalent*. C'est le principe sur lequel se fonde dans la présente Norme internationale l'expression du diamètre des particules dérivant de la sédimentation.

La loi de Stokes peut, pour les besoins de la présente Norme internationale, être écrite sous la forme suivante:

$$t = 18\eta h / (\rho_s - \rho_w) g d_p^2$$

où

- $t$  est le temps, en secondes, de décantation d'une particule de diamètre  $d_p$  (voir ci-dessous);
- $\eta$  est la viscosité dynamique de l'eau à la température d'essai (voir tableau B.2), en millipascals par seconde;
- $h$  est la profondeur de prélèvement, en centimètres;
- $\rho_s$  est la masse volumique moyenne des particules, en mégagrammes par mètre cube (considérée égale à 2,65, voir note);



**ISO 11277:1998(F)**

© ISO

$\rho_w$  est la masse volumique du liquide contenant la suspension de sol, en mégagrammes par mètre cube (considérée égale à 1,00, voir note);

$g$  est l'accélération due à la pesanteur, en centimètres par seconde carrée (c'est-à-dire 981);

$d_p$  est le diamètre sphérique équivalent de la particule concernée, en millimètres.

NOTE Il est reconnu qu'il existe des différences considérables entre les masses volumiques des particules du sol, mais dans le cadre de la présente Norme internationale, il est supposé que la masse volumique moyenne des particules est celle du quartz, c'est-à-dire 2,65 Mg/m<sup>3</sup> [10], car c'est le minéral le plus commun dans une très large gamme de sols. La masse volumique de l'eau est de 0,998 2 Mg/m<sup>3</sup> et de 0,995 6 Mg/m<sup>3</sup> à 20 °C et 30 °C respectivement [8]. Étant donné l'effet de l'ajout d'une petite quantité de dispersant (8.3.2.), la masse volumique de l'eau est prise égale à 1,000 0 Mg/m<sup>3</sup> pour la gamme de température autorisée de la présente Norme internationale (8.2.2). En outre, pour l'usage courant, il est recommandé que les temps d'échantillonnage soient convertis en minutes et/ou heures, de manière appropriée, afin de réduire le risque d'erreur (voir tableau 3).

## 5 Échantillonnage sur le terrain

La masse d'échantillon prélevée sur le terrain doit être représentative de la distribution granulométrique, particulièrement si la quantité des particules les plus volumineuses doit être déterminée de façon fiable. Le tableau 1 donne les masses minimales recommandées.

## 6 Préparation des échantillons

Les échantillons doivent être préparés conformément aux méthodes données dans l'ISO 11464.

NOTE Pour de nombreuses applications, la distribution granulométrique n'est déterminée que pour la fraction de sol traversant un tamis de 2 mm d'ouverture de mailles. Dans ce cas, la prise d'essai (8.5) peut être prélevée conformément aux modes opératoires de l'ISO 11464 ou bien à partir de la matière traversant un tamis de 2 mm d'ouverture de mailles conformément à 7.3.

## 7 Tamisage à sec (matériau > 2 mm)

### 7.1 Généralités

Le mode opératoire spécifié dans le présent article s'applique à la matière retenue sur un tamis de 2 mm d'ouverture de mailles. Le tableau 2 donne la masse maximale qui doit être retenue sur des tamis de différents diamètres et de différentes ouvertures. Si la quantité de matériau retenue est supérieure, elle doit être subdivisée de façon appropriée et retamisée.

### 7.2 Appareillage

#### 7.2.1 Tamis de contrôle, conformes à l'ISO 565, avec des couvercles et des réceptacles appropriés.

Il est recommandé d'utiliser toute la gamme des tamis correspondant à la taille maximale de particules présentes (tableau 1, note en 7.2.3). Les ouvertures choisies doivent être indiquées dans le rapport d'essai (article 10). La précision des tamis doit être contrôlée mensuellement par rapport à un jeu de tamis étalons conservés à cet effet et à l'aide d'une méthode reconnue, comme par exemple la comparaison avec des matériaux de référence, l'analyse au microscope, etc. en fonction de l'ouverture du tamis [1]. Les tolérances doivent respecter les prescriptions de l'ISO 3310-1 et de l'ISO 3310-2. Les tamis ne respectant pas ces prescriptions doivent être mis au rebut. Un enregistrement des résultats d'essai doit être conservé.

Les tamis en laiton sont particulièrement sujets aux détériorations et aux déformations. Les tamis en acier sont vivement recommandés pour les ouvertures importantes.

Il convient de s'assurer que les couvercles et réceptacles ne fuient pas. Les tamis doivent être inspectés chaque semaine lorsqu'ils sont utilisés régulièrement, et à chaque utilisation s'ils sont sollicités moins souvent. Un enregistrement de ces inspections doit être conservé. Les tamis à trous ronds ne doivent pas être utilisés.

**7.2.2 Balance**, précise à  $\pm 0,5$  g près.

**7.2.3 Tamiseur mécanique.**

NOTE Il est généralement peu pratique de tamiser mécaniquement à des ouvertures de tamis supérieures à 20 mm, sauf si un équipement à haute capacité est disponible. Le tamiseur de tamis mécanique est essentiel pour tamiser efficacement à des ouvertures plus petites.

**7.2.4 Brosse pour tamis et brosse à poil dur.**

### 7.3 Mode opératoire

Peser l'échantillon à tamiser, préparé selon les instructions de l'ISO 11464, à 0,5 g près ( $m_1$ ). Placer le matériau pesé sur le tamis de 20 mm et, en brossant doucement la matière au-dessus des mailles du tamis avec la brosse à poil dur (pour retirer la terre qui adhère), tamiser l'échantillon. Veiller à ne pas détacher de fragments des particules primaires. Tamiser le refus sur une colonne de tamis d'ouvertures choisies (voir 7.2.1), et enregistrer la quantité retenue sur chaque tamis à 0,5 g près. Ne pas surcharger les tamis (voir tableau 1), mais tamiser par portions, si nécessaire.

Peser la matière traversant le tamis à ouverture de 20 mm ( $m_2$ ), ou une partie convenable de celle-ci ( $m_3$ ) (voir tableau 2) obtenue par une méthode appropriée de sous-échantillonnage (article 6), et la placer sur une colonne de tamis dont le plus bas a une ouverture de 2 mm. Secouer les tamis avec un moyen mécanique jusqu'à ce qu'aucune matière ne les traverse (voir note). Enregistrer la masse de matière retenue sur chaque tamis et la masse traversant le tamis à ouverture de 2 mm.

La masse totale des fractions doit être égale, à moins de 1 % près, à  $m_2$  ou  $m_3$  selon la méthode utilisée. Si elle ne l'est pas, vérifier si un tamis est endommagé et le changer si nécessaire (voir note en 7.2.3).

La performance de l'équipement doit être vérifiée tous les mois par rapport à un échantillon de contrôle approprié, par exemple un échantillon de référence à valeurs certifiées. Les résultats de cette vérification doivent être enregistrés.

NOTE Pour des raisons pratiques, il est courant de choisir une durée standard de tamisage qui donne un niveau acceptable d'efficacité pour une large gamme d'échantillons. La durée minimale recommandée est de 10 min.

**Tableau 1 — Masse d'échantillon de sol à prélever pour le tamisage**

Dimension maximale des particules constituant plus de 10 % du sol (donnée comme ouverture du tamis de contrôle, en mm)	Masse minimale d'échantillon à prélever pour le tamisage (donnée en kg)
63	50
50	35
37,5	15
28	6
20	2
14	1
10	0,5
6, 3	0,5
5	0,2
2 ou plus petit	0,1

**Tableau 2 — Masse maximale de matière pouvant être retenue sur chaque tamis de contrôle à l'achèvement du tamisage**

Dimension de l'ouverture du tamis de contrôle	Masse maximale kg		
	Diamètre du tamis mm		
	450	300	200
mm			
50	10	4,5	
37,5	8	3,5	
28	6	2,5	
20	4	2,0	
14	3	1,5	
10	2	1,0	
6,3	1,5	0,75	
5	1,0	0,5	
3,35			0,3
2			0,2
1,18			0,1
0,6			0,075
0,425			0,075
0,3			0,05
0,212			0,05
0,15			0,04
0,063			0,025

#### 7.4 Calcul et expression des résultats

Pour les matériaux retenus par le tamis de 20 mm et le tamis ayant la plus grande ouverture, calculer la proportion de masse retenue par chaque tamis par rapport à  $m_1$ . Par exemple:

$$\text{proportion retenue sur le tamis de 20 mm} = [m(20 \text{ mm})]/m_1$$

Pour les matériaux traversant le tamis de 20 mm, multiplier la masse de la matière traversant chaque tamis par  $m_2/m_3$  et calculer par rapport à  $m_1$ . Par exemple:

$$\text{proportion retenue sur le tamis de 6,3 mm} = m(6,3 \text{ mm}) \times (m_2/m_3)/m_1$$

Présenter les résultats dans un tableau montrant, à deux chiffres significatifs, la proportion en masse retenue sur chaque tamis, et la proportion traversant le tamis de 2 mm. Utiliser également ces données pour élaborer une courbe de distribution cumulative (voir figure 1).

## 8 Tamisage humide et sédimentation (matériau < 2 mm)

### 8.1 Généralités

Le présent article décrit le mode opératoire (voir figure 2) pour la détermination de la distribution granulométrique de la matière traversant le tamis à ouverture de 2 mm jusqu'à un diamètre sphérique équivalent < 0,002 mm (voir note). Afin de garantir que les particules primaires sont mesurées plutôt que des agrégats faiblement adhérents, la

matière organique et les sels sont éliminés, particulièrement les sels peu solubles comme le gypse, qui empêcheraient la dispersion et/ou entraîneraient la floculation des particules plus fines en suspension (8.7). Un agent dispersant est ajouté (8.8). Ce sont des procédures obligatoires dans la présente Norme internationale et leur omission peut invalider l'application de celle-ci. Parfois, des oxydes de fer et des carbonates, en particulier de calcium et/ou de magnésium, sont également éliminés. Les modes opératoires recommandés pour l'élimination de ces composés sont indiqués à la note en 8.7. L'élimination de tout composé doit être enregistrée dans le rapport d'essai (article 10).

NOTE La sédimentation par gravité peut donner une valeur pour la quantité totale de matériaux ayant un diamètre sphérique équivalent  $< 0,002$  mm. Cependant, la méthode ne peut être utilisée pour diviser davantage cette classe avec fiabilité, car des particules ayant un diamètre sphérique équivalent inférieur à environ  $0,001$  mm peuvent rester en suspension presque indéfiniment à cause du mouvement brownien [1].

## 8.2 Appareillage

L'appareillage décrit ci-après est prévu pour traiter un seul échantillon. En fait, il est plus rentable de travailler avec des lots d'échantillons. L'expérience a montré [9] qu'un opérateur peut traiter simultanément une série de 36 échantillons, avec un appareillage et un espace suffisants, en particulier si les calculs sont effectués par ordinateur.

**8.2.1 Pipette de prélèvement**, d'un modèle similaire à celui de la figure 3 [4], la principale exigence étant que la plus petite zone possible de suspension doit être prélevée. La pipette ne doit pas avoir un volume inférieur à 10 ml et doit être tenue par un châssis afin de pouvoir être abaissée à une profondeur déterminée à l'intérieur du tube de sédimentation (figure 4).

NOTE L'expérience montre qu'un volume maximal de 50 ml est plus que suffisant pour la plupart des objectifs. Une pipette de 25 ml est un compromis convenable pour une analyse de routine mais une pipette de plus petit volume sera suffisante pour des sols dont environ 10 % des fractions ont un diamètre sphérique équivalent  $< 0,063$  mm. Au-dessous de cette quantité, une précision supérieure peut être obtenue avec une pipette de plus grand volume.

**Tableau 3 — Temps de prélèvement à la pipette et diamètres sphériques équivalents,  $d_p$ , (pour une masse volumique de particule de  $2,65 \text{ Mg/m}^3$ ) pour une profondeur de prélèvement de  $100 \text{ mm} \pm 1 \text{ mm}$  et à des températures différentes**

Température °C	Temps de démarrage de l'opération de prélèvement, après mélange								
	1 <sup>er</sup> prélèvement <sup>1)</sup>		2 <sup>ème</sup> prélèvement		3 <sup>ème</sup> prélèvement		4 <sup>ème</sup> prélèvement		
	min	s	min	s	min	s	h	min	s
20	0	56	4	38	51	35	7	44	6
21	0	54	4	32	50	27	7	34	4
22	0	53	4	26	49	19	7	23	53
23	0	52	4	19	48	8	7	13	13
24	0	51	4	13	47	0	7	3	2
25	0	49	4	7	45	52	6	52	50
26	0	48	4	2	44	53	6	44	2
27	0	47	3	57	43	58	6	35	42
28	0	46	3	52	42	59	6	26	53
29	0	45	3	47	42	3	6	18	33
30	0	44	3	41	41	5	6	9	45
$d_p$ (mm)	0,063		0,020		0,006		0,002		
1) Profondeur de prélèvement portée à $200 \text{ mm} \pm 1 \text{ mm}$ pour disposer d'un temps suffisant de stabilisation de la suspension après mélange.									

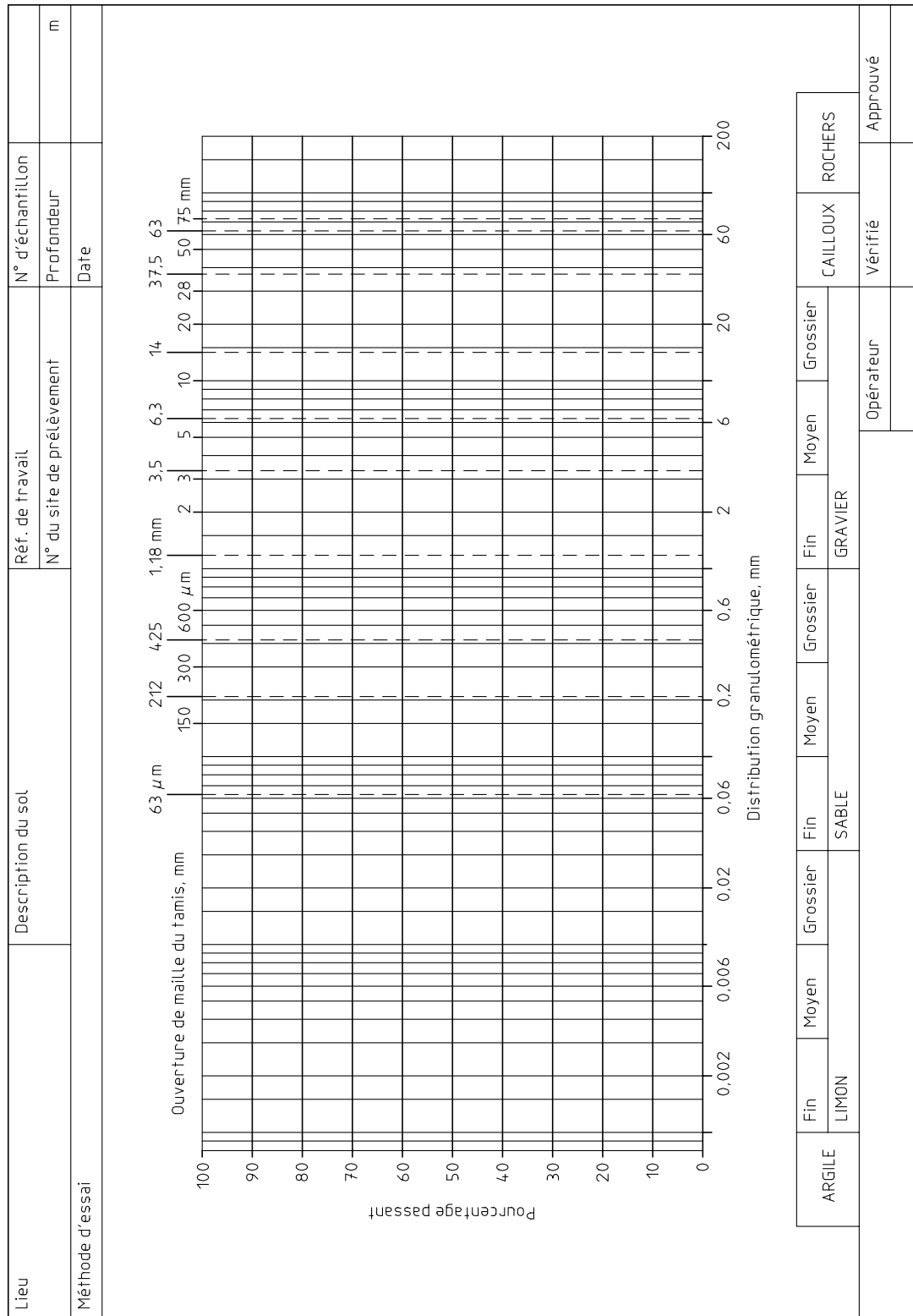


Figure 1 — Diagramme de distribution granulométrique

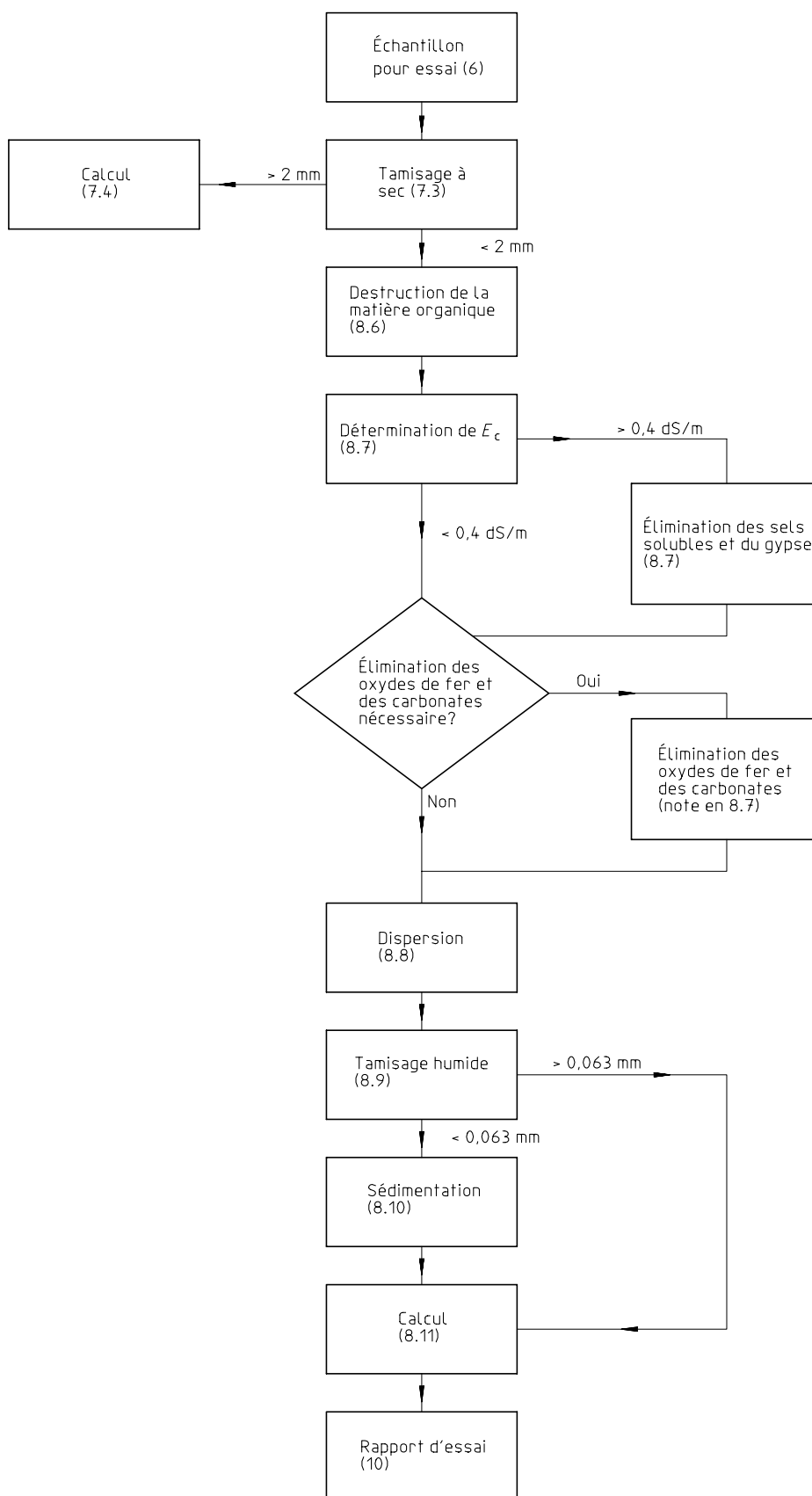
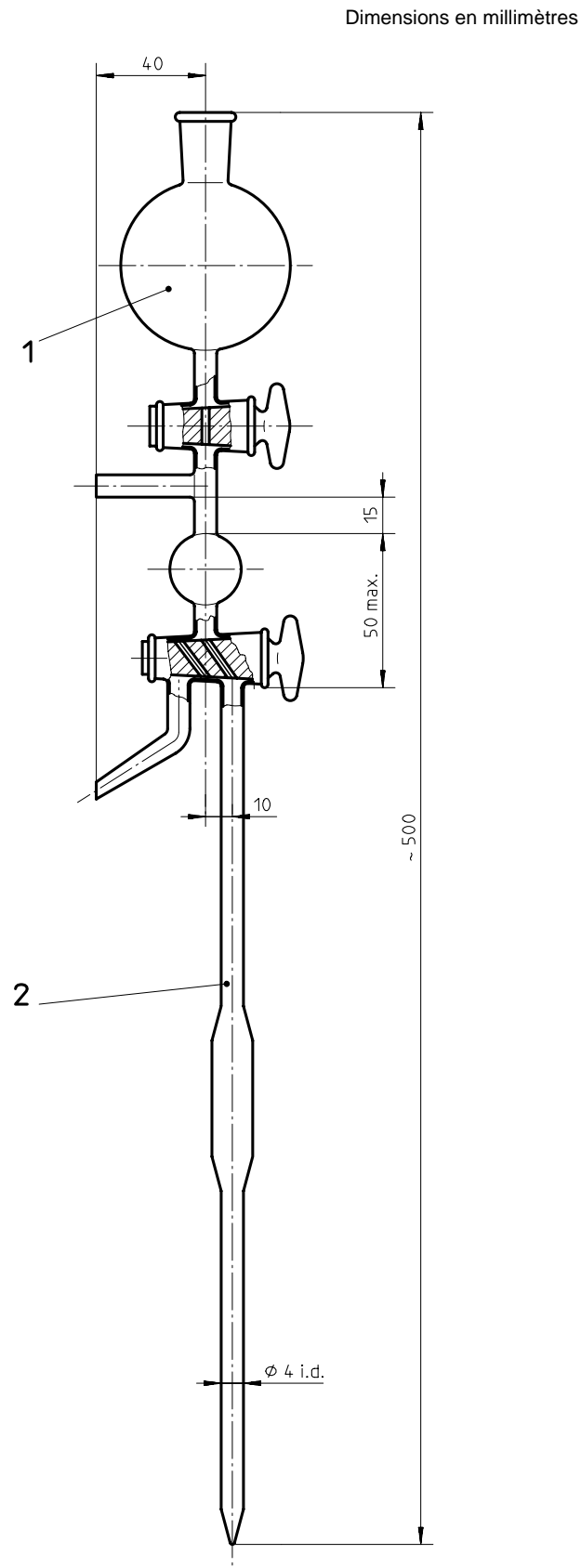


Figure 2 — Diagramme du mode opératoire

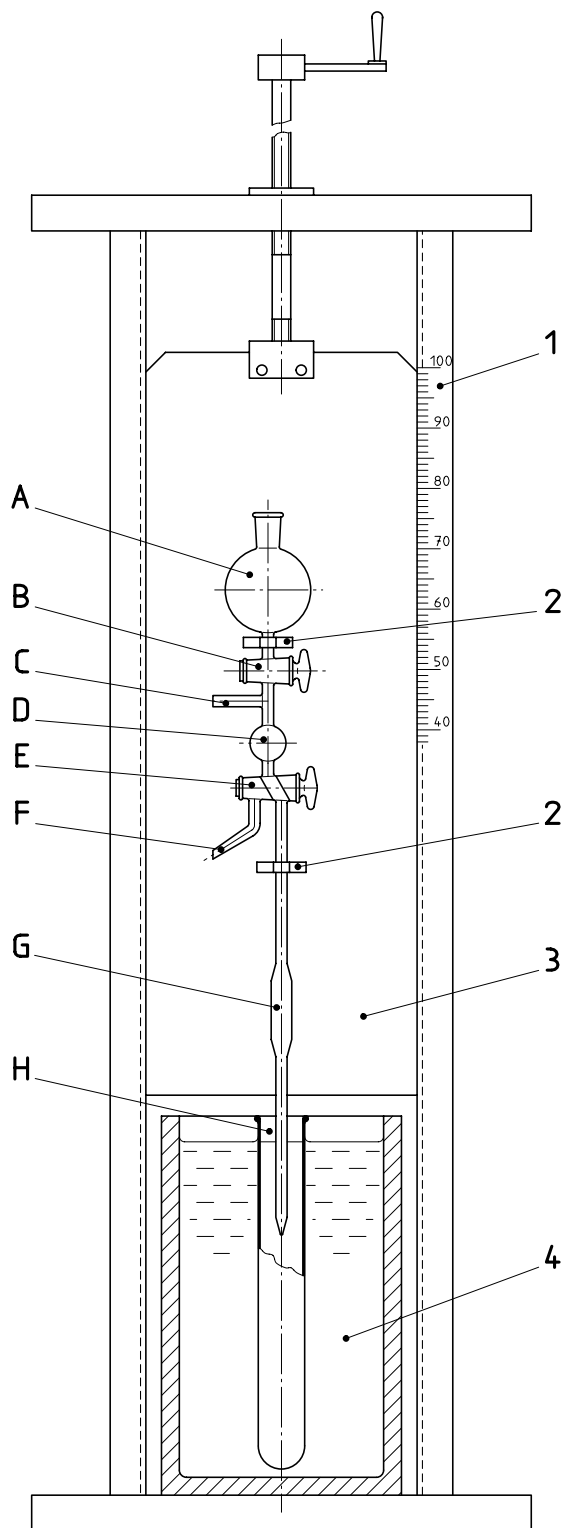


1 Capacité de l'entonnoir cylindrique  $\sim$  125 ml

2 Capacité de la pipette et du robinet  $\sim$  10 ml

NOTE Ce montage donne de bons résultats mais d'autres conceptions peuvent également être utilisées.

**Figure 3 — Pipette de prélèvement pour essai de sédimentation**



A et B Entonnoir cylindrique de 125 ml avec robinet d'arrêt

C Tube d'aspiration de sureté

D Ampoule d'aspiration

F Tube de sortie

1 Échelle graduée en millimètres

2 Colliers

G Pipette de prélèvement

H Tube de sédimentation

D, F et G sont reliés au robinet E à 3 voies

3 Panneau coulissant

4 Bain thermostaté

NOTE Ce montage donne de bons résultats mais d'autres conceptions peuvent également être utilisées.

**Figure 4 — Disposition pour une pipette de prélèvement s'abaissant dans la suspension de sol**



## ISO 11277:1998(F)

© ISO

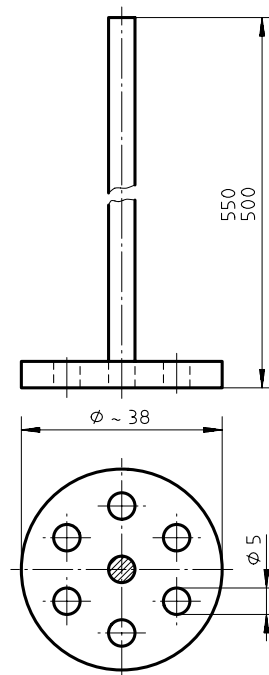
**8.2.2 Pièce à température constante ou bain thermostaté**, dans lesquels la température peut être maintenue constante entre 20 °C et 30 °C ± 0,5 °C. Si un bain est utilisé, il doit accepter un tube de sédimentation immergé jusqu'au trait de jauge de 500 ml et ne doit pas faire vibrer le contenu du tube. De même, si une salle est utilisée, elle et son mobilier doivent être construits de façon à éviter la vibration des tubes et de leur contenu.

NOTE Cet intervalle de température a été choisi pour tenir compte des difficultés à maintenir une température spécifiée dans différentes parties du monde. En outre, la température inférieure donne des durées de sédimentation qui s'adaptent bien à une journée de travail moyenne, alors que la température supérieure permet encore une durée de sédimentation correcte pour la fraction de diamètre sphérique équivalent de 0,063 mm (voir article 4 et tableau 3).

**8.2.3 Deux tubes de sédimentation en verre**, sans bec verseur, d'un diamètre intérieur d'environ 50 mm, et d'une longueur totale de 350 mm, gradués à un volume de 500 ml, avec des bouchons de caoutchouc adaptés, ou bien (si l'on prévoit une agitation par retournement) un système de mise en suspension.

**8.2.4 Système de mise en suspension**, constitué d'un matériau inerte, tel que présenté à la figure 5.

Dimensions en millimètres



Préparer un système tel qu'illustré; des matériaux convenables sont, entre autres:

- a) laiton ou aluminium
- b) Perspex/Plexiglas
- c) section de bouchon en caoutchouc emmanché sur une tige en verre, etc.

**Figure 5 — Système de mise en suspension — Bouclier perforé monté sur une tige en verre, par exemple**

**8.2.5 Cinq cristallisoirs en verre**, de masse connue à 0,000 1 g près.

**8.2.6 Agitateur mécanique**, pouvant maintenir 30 g de terre en suspension dans 150 ml de liquide. Un agitateur rotatif par retournement de 30 r/min à 60 r/min convient. L'agitateur énergétique en va-et-vient et l'agitateur rotatif dans le plan horizontal ne conviennent pas et ne doivent jamais être utilisés (voir également note en 8.9).

**8.2.7 Tamis de contrôle**, conformes à l'ISO 565, l'ISO 3310-1 et l'ISO 3310-2, ayant des ouvertures de 2 mm et de 0,063 mm, plus deux tamis intermédiaires. Le rapport d'essai doit indiquer les ouvertures utilisées. Les tamis à trous ronds ne doivent pas être utilisés.

NOTE Le choix du tamis à ouverture de 0,063 mm donné ici sert d'illustration mais correspond à l'usage courant qui veut que cette taille de particule définisse la limite supérieure de la fraction limon. Les exigences locales peuvent décider d'autres ouvertures. Le choix des ouvertures des tamis intermédiaires est une question de connaissances locales mais l'expérience suggère que des ouvertures voisines de 0,2 mm et 0,1 mm sont utiles pour toute une variété de sols.

**8.2.8 Diviseur d'échantillons approprié** (article 6).

**8.2.9 Balance**, précise à 0,000 1 g près.

**8.2.10 Étuve**, pouvant maintenir une température comprise entre 105 °C et 110 °C.

**8.2.11 Minuterie d'arrêt**, précise à 1 s près.

**8.2.12 Dessiccateur**, contenant du gel de silice anhydre (de préférence indiquant son degré d'humidité), pouvant contenir les cinq cristallisoirs de pesée. Le déshydratant doit être inspecté chaque jour et séché entre 105 °C et 110 °C lorsqu'il n'est plus efficace.

**8.2.13 Bêcher en verre**, de forme haute de 650 ml avec verre de montre adapté à l'ouverture, ou **flacon à centrifuger** de 300 ml muni d'un couvercle étanche.

NOTE Cet appareillage est utilisé pour le traitement chimique préalable. Au cours de celui-ci, un problème constant est l'adhérence de très fines particules au verre. Le problème est très réduit si le traitement est effectué dans un flacon à centrifuger en polycarbonate ou en polysulfone. Ces deux matériaux supportent un chauffage répété à 120 °C et résistent au peroxyde d'hydrogène et aux agents dispersants communs. Leur utilisation peut également faire gagner beaucoup de temps à l'opérateur.

**8.2.14 Centrifugeuse**, pouvant contenir les flacons centrifuges de 300 ml (voir 8.7).

**8.2.15 Éprouvette graduée** de 100 ml.

**8.2.16 Pipette** de 25 ml.

**8.2.17 Entonnoir de filtration en verre**, pouvant contenir le tamis de 0,063 mm.

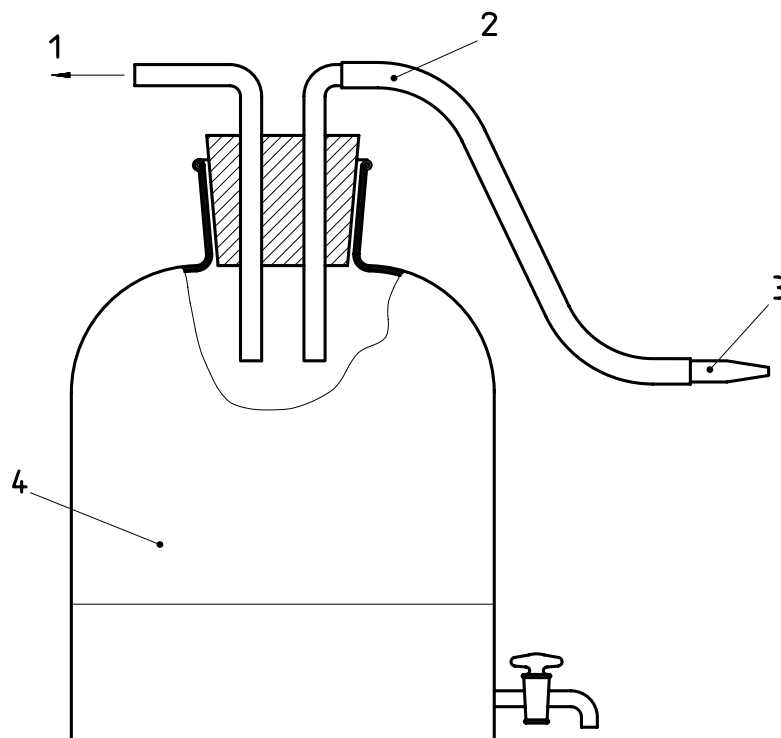
**8.2.18 Pissette** contenant de l'eau (8.3).

**8.2.19 Tige**, de verre ou de plastique rigide, de 150 mm à 200 mm de longueur et de diamètre d'au moins 4 mm, avec un manchon de caoutchouc à une extrémité.

**8.2.20 Plaque chauffante électrique**, pouvant maintenir une température de 105 °C à 110 °C.

NOTE La plaque chauffante est nécessaire si des flacons à centrifuger en polymères sont utilisés pour le traitement chimique préalable, mais un bec Bunsen, une toile métallique et un trépied sont suffisants si l'on utilise des bêchers en verre.

**8.2.21 Dispositif d'aspiration**, similaire à celui montré à la figure 6 (accessoire utile mais non essentiel).



- |   |               |   |                              |
|---|---------------|---|------------------------------|
| 1 | Vers le vide  | 3 | Pipette Pasteur ou similaire |
| 2 | Tube flexible | 4 | Réservoir (5 l ou 10 l)      |

Figure 6 — Schéma d'un dispositif d'aspiration

**ISO 11277:1998(F)**

© ISO

**8.2.22 Pinceau pour tamis.****8.2.23 Conductimètre**, précis à 0,1 dS/m.**8.3 Réactifs**

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue. Utiliser une eau conforme à la classe 2 (ou mieux) conformément à l'ISO 3696, c'est-à-dire dont la conductivité électrique n'est pas supérieure à 0,1 dS/m à 25 °C au moment de l'utilisation.

**8.3.1 Solution de peroxyde d'hydrogène**, à 30 % (fraction volumique).

NOTE Une solution à 30 % (fraction volumique) est une solution qui dégage 30 ml d'oxygène à partir de 100 ml de solution (dans des conditions normales de température et de pression) au moment de la réduction en eau, par des moyens chimiques, ou par ébullition.

**8.3.2 Solution de dispersant.**

La plus répandue est celle préparée en dissolvant 33 g d'hexamétaphosphate de sodium et 7 g de carbonate de sodium anhydre dans de l'eau pour faire 1 litre de solution. Ceci est le dispersant recommandé. Le stocker à l'abri de la lumière et de préférence dans un flacon coloré. Enregistrer la date de préparation sur le flacon. La solution est instable et doit être remplacée au bout de 1 mois.

Dans la documentation, l'hexamétaphosphate de sodium tamponné est généralement nommé «Calgon». Ceci est un nom commercial. La substance vendue sous ce nom commercial n'est généralement pas le réactif décrit dans cette partie, mais d'une composition variable et ne doit pas être utilisée comme agent dispersant dans la présente Norme internationale [11].

Il est possible d'utiliser d'autres agents dispersants (voir note), dont le choix doit être enregistré dans le rapport d'essai (article 10). Quel que soit le dispersant qui s'avère le mieux adapté à un sol particulier, il est essentiel que la suspension soit examinée pour garantir qu'une dispersion effective s'est produite et que la suspension dispersée est stable, c'est-à-dire qu'aucune floculation ne s'est produite ou ne se produit. Cette inspection doit être effectuée pour chaque échantillon.

NOTE Le carbonate de sodium tamponne la solution, et la suspension de terre, à environ pH 9,8. Cet agent dispersant s'est avéré réussir avec une très large gamme de sols. Cependant, si des signes indiquent que la dispersion n'est pas effective, envisager d'abord que des sels provoquant la floculation peuvent être présents (voir 8.7). Si la dispersion ne se produit toujours pas après l'élimination des sels, d'autres agents dispersants doivent être pris en considération. Un agent dispersant très efficace, mais moins largement utilisé, est préparé en remplaçant le carbonate de sodium par une solution ammoniacale à 20 % de fraction volumique, avec un rapport de 5 ml de solution ammoniacale pour 150 ml de solution d'hexamétaphosphate. Il existe de nombreux autres agents dispersants [2]. Quel que soit celui qui est choisi, une recherche considérable est exigée pour établir son efficacité. Il convient de se souvenir que certains sols posent moins de problèmes de dispersion s'ils sont analysés sans séchage (annexe A). Certains sols dérivés de dépôts volcaniques récents se dispersent plus efficacement dans un milieu acide [12].

**8.3.3 Octane-2-ol**, ou un agent antimousse volatil similaire.

NOTE L'octane-2-ol est très efficace et son effet est relativement long. L'éthanol ou le méthanol peuvent également être utilisés, mais l'utilisation de pentane-2-ol (alcool isoamylique) est déconseillée parce qu'il peut créer une accoutumance physiologique.

**8.4 Étallonages****8.4.1 Pipette de prélèvement** (voir figure 4)

Nettoyer et sécher soigneusement la pipette et immerger la pointe dans de l'eau maintenue à la même température que l'enceinte thermostatée (8.2.2). Avec un tube fixé sur C, aspirer l'eau dans la pipette au-dessus de E. Vider l'eau au-dessus de E jusqu'à F. Vider la pipette dans un flacon de pesée préalablement taré et déterminer la nouvelle masse. À partir des masses connues, calculer le volume interne de la pipette. Répéter cette opération trois fois et prendre la moyenne des trois volumes comme volume interne de la pipette, à 0,05 ml près ( $V_C$  ml).

#### 8.4.2 Correction de la masse de dispersant

Suivre ce mode opératoire à chaque fois qu'une nouvelle solution de dispersant est préparée.

Ajouter à la pipette 25 ml de solution de dispersant dans un des tubes de sédimentation en verre, et remplir le tube jusqu'au trait de jauge de 500 ml avec de l'eau. Mélanger soigneusement le contenu du tube. Placer le tube dans l'enceinte thermostatée pendant au moins 1 h. Choisir un temps de prélèvement (voir tableau 3), prélever un échantillon ( $V_C$  ml) de la solution d'agent dispersant dans le tube de sédimentation en utilisant la pipette de prélèvement. Vider la pipette dans un cristalliseur de pesée taré, et sécher le contenu de la cuve entre 105 °C et 110 °C. Laisser refroidir dans un dessiccateur et déterminer la masse du résidu à 0,000 1 g près ( $m_r$ ).

NOTE La durée minimale de mise à température dans le bain-marie est de 1 h, mais si un plus grand nombre de tubes est placé dans un bain, la mise à l'équilibre prendra au moins 4 h. Dans ce cas, il est avantageux d'organiser le travail de façon que la mise à température ait lieu la nuit. Elle sera plus rapide si l'eau utilisée pour remplir les tubes est à la même ou quasi la même température que l'enceinte thermostatée.

#### 8.5 Prise d'essai

La prise d'essai doit être prélevée sur la fraction d'échantillon inférieure à 2 mm (article 6 et 7.3) et pesée à 0,001 g près ( $m_s$ ). La masse de la prise d'essai dépend du type de sol. Environ 30 g pour un sol sableux et 10 g pour un sol argileux conviennent pour une analyse par pipette, avec une prise d'essai adaptée pour les sols se situant entre ces extrêmes. Pour la méthode du densimètre (annexe B), prendre deux fois cette quantité. Placer la prise d'essai dans le bécher en verre de 650 ml ou le flacon à centrifuger de 300 ml (8.2.13 et sa note).

NOTE Les sols très organiques contiennent relativement peu de matière minérale. Il peut être nécessaire de prendre jusqu'à 100 g de sol afin d'obtenir suffisamment de matière minérale pour qu'une analyse soit fiable. Une telle quantité d'échantillon doit être répartie entre plusieurs béchers pour faciliter la destruction de la matière organique, les résidus minéraux étant rassemblés par la suite.

#### 8.6 Destruction de la matière organique

Détruire la matière organique avec la solution de peroxyde d'hydrogène, comme suit. Ajouter environ 30 ml d'eau à la prise d'essai et laisser l'échantillon s'humecter (voir note 1 ci-dessous). Ajouter 30 ml de solution de peroxyde d'hydrogène à 30 % de fraction volumique et mélanger le contenu du bécher très doucement en utilisant la tige de verre ou de plastique. Des réactions vigoureuses peuvent entraîner une effervescence. Ce phénomène peut être contrôlé par l'ajout de quelques millilitres d'octane-2-ol. Laisser ces réactions s'atténuer.

**AVERTISSEMENT — Cette étape doit être effectuée avec précaution. Le peroxyde d'hydrogène peut se décomposer violemment avec certaines formes de matière organique, certains composés de manganèse et les sulfures ferreux à particules fines pouvant être présents dans le sol. En aucune circonstance la réaction dans le bécher ne doit être examinée de dessus, et une réaction apparemment lente ne doit pas non plus être accélérée par chauffage ou ajout de peroxyde d'hydrogène.**

En cas d'utilisation d'un bécher de 650 ml, couvrir ce dernier d'un verre de montre et laisser reposer toute la nuit. Placer le bécher sur la plaque chauffante ou le bec de Bunsen (conformément à 8.2.20) et chauffer doucement. Contrôler toute effervescence avec l'octane-2-ol comme précédemment, et agiter fréquemment le contenu. Ne pas le laisser aller à sec, ajouter de l'eau si nécessaire. Amener la suspension à ébullition modérée et chauffer jusqu'à ce que l'effervescence ait cessé. S'il reste de la matière organique non décomposée, retirer le bécher de la chaleur, le laisser refroidir et répéter le traitement avec du peroxyde d'hydrogène. Les sols très organiques ont besoin de plusieurs traitements de ce type, les produits de la réaction étant éliminés tous les 2 ou 3 traitements avant de rajouter du peroxyde.

Si la destruction de la matière organique a été effectuée dans un flacon à centrifuger, compléter le contenu entre 150 ml et 200 ml par ajout d'eau. Si un bécher en verre a été utilisé, transférer le contenu dans un flacon à centrifuger en prenant soin de retirer toute trace de matière sur les parois du bécher avec le manchon de caoutchouc de la tige de verre ou de plastique. Là également, le volume final doit être de 150 ml à 200 ml. Centrifuger le flacon afin d'obtenir un surnageant clair [15 min à une force centrifuge relative minimale (FCR) de

**ISO 11277:1998(F)**

© ISO

400 g est recommandé ( $g$  étant l'accélération due à la pesanteur)] et éliminer ce dernier par transvasement ou avec un dispositif d'aspiration. Répéter le traitement jusqu'à ce que le surnageant soit incolore ou presque.

NOTE 1 Les matières organiques sèches sont souvent fortement hydrophobes. Il peut être avantageux dans ce cas d'ajouter quelques gouttes d'octane-2-ol.

Si une centrifugeuse n'est pas disponible, les résidus minéraux peuvent être floculés en ajoutant 25 ml de solution de chlorure de calcium à 1 mol/l. Mélanger soigneusement, compléter à environ 250 ml avec de l'eau, laisser reposer jusqu'à ce que le surnageant soit clair, ensuite siphonner ou transvaser pour récupérer le résidu solide. Ajouter 250 ml d'eau supplémentaire et répéter la procédure de lavage jusqu'à ce que les résidus foncés de la matière organique décomposée aient disparu. Vérifier que la conductivité électrique des solutions de lavage est inférieure à 0,4 dS/m avant d'essayer de disperser le résidu (8.8).

Une autre possibilité consiste à filtrer le résidu après la phase d'oxydation sur un papier-filtre à haute résistance à l'état humide (une porosité de 2,7  $\mu\text{m}$  convient), puis à le laver soigneusement avec de l'eau, au moyen d'une pissette. Il est essentiel d'observer le filtrat de près pour voir s'il n'y a pas de perte. Si des particules sont passées à travers le papier-filtre, remettre le filtrat dans le récipient, ajouter une solution de chlorure de calcium à la suspension comme ci-dessus, mélanger et filtrer de nouveau.

Si la floculation avec le chlorure de calcium, ou la filtration sont inefficaces pour empêcher la perte de particules fines de sol, quelques gouttes de solution de sulfate d'aluminium à 60 g/l peuvent être ajoutées à la suspension de terre. Un minimum de sulfate d'aluminium doit être utilisé car un excès peut entraîner des problèmes dans la dispersion ultérieure de la terre.

NOTE 2 Les résidus ligneux de plantes sont extrêmement difficiles à décomposer, et leur destruction complète est souvent impossible. Ces fragments sont généralement considérés comme décomposés lorsqu'ils ont perdu toute trace de couleur foncée.

Transférer le résidu lavé quantitativement dans un flacon à centrifuger. Il n'est pas essentiel que le surnageant soit toujours absolument incolore dans la mesure où il est évident que la majeure partie des produits de décomposition foncés de la matière organique ont été éliminés, mais la solution doit être de couleur claire. L'utilisation d'une solution de chlorure de calcium ou de sulfate d'aluminium, au moment de la filtration, la décantation, à l'aspiration ou au siphonnage, doit être signalée dans le rapport d'essai (article 10).

## 8.7 Élimination des sels solubles et du gypse

Après élimination des résidus à la suite de la destruction de la matière organique, ajouter suffisamment d'eau à la terre dans le flacon à centrifuger de façon que le rapport terre/eau se situe entre 1:4 et 1:6 en volume. Secouer vigoureusement le contenu du flacon de façon que tout le sédiment soit en suspension; agiter ensuite pendant 1 h sur l'agitateur par retournement. Centrifuger pour obtenir un surnageant clair et mesurer sa conductivité électrique ( $E_C$ ). Si celle-ci est  $< 0,4$  dS/m, les sels solubles et le gypse ne sont pas présents en quantités importantes. Si la valeur de  $E_C$  est  $> 0,4$  S/m, éliminer le surnageant dans lequel  $E_C$  a été mesuré. Ajouter 250 ml d'eau déminéralisée ou distillée au résidu de terre, boucher le flacon et agiter sur l'agitateur par retournement pendant une heure. Centrifuger pour obtenir un surnageant clair et mesurer de nouveau  $E_C$ . Si cette valeur est  $< 0,4$  dS/m, les sels solubles et le gypse ont été éliminés suffisamment pour ne pas interférer sur la dispersion (8.8). Si  $E_C$  est  $> 0,4$  dS/m, répéter la procédure de lavage jusqu'à ce que la valeur soit  $< 0,4$  dS/m. Signaler l'élimination de gypse dans le rapport d'essai (article 10).

Alors que l'élimination de sels solubles et de gypse est obligatoire, celle des oxydes de fer (et d'aluminium associé), et celle des carbonates ne le sont pas (voir note ci-dessous). L'élimination de ces composés est une question de décision locale, mais si celle-ci est prise, il convient de suivre de préférence le mode opératoire suivant. Éliminer les oxydes de fer en agitant le sol durant une nuit avec du dithionite de sodium à 40 g/l dans une solution d'acétate de sodium d'environ 0,3 mol/l tamponnée à pH 3,8 avec de l'acide acétique, dans un rapport volumique de 1 part de terre pour 40 parts de solution.

Les sols très riches en fer nécessitent généralement plusieurs traitements. La magnétite n'est pas affectée par ce traitement [7]. Dans certains sols, particulièrement ceux développés sur des dépôts volcaniques récents, ce réactif peut éliminer de grandes quantités d'aluminium ainsi que de fer. Éliminer les carbonates de calcium et de magnésium en traitant le sol avec le minimum d'excès possible d'acide chlorhydrique en solution.

Le mode opératoire suivant s'est avéré applicable à une large gamme de sols et s'applique mieux au sol *après* l'élimination de la matière organique (8.6). Lorsque la teneur en carbonate est supérieure à environ 2 % (fraction massique), ajouter au sol lavé et centrifugé ci-dessus, 4 ml d'acide chlorhydrique de 1 mol/l par pour cent de carbonate plus un excédent de 25 ml. Compléter jusqu'à 250 ml avec de l'eau et placer la suspension au bain-marie à environ 80 °C pendant 15 min, en agitant la suspension de temps en temps. Retirer du bain-marie et laisser la suspension reposer pendant une nuit. Si le sol floccule suffisamment pour laisser un surnageant parfaitement clair, celui-ci peut être siphonné ou transvasé, sinon la centrifugation (8.6) et la décantation seront nécessaires. Répéter les lavages et les décantations avec de l'eau jusqu'à ce que la conductivité électrique du surnageant soit inférieure à 0,4 dS/m. Si la teneur en carbonate est inférieure à environ 2 % (fraction massique), seule une quantité initiale de 25 ml de solution d'acide chlorhydrique de 1 mol/l est nécessaire. Cependant, il existe ensuite un risque pour que le calcium de la solution soit en quantité insuffisante pour donner une bonne floculation. Il est recommandé, par conséquent, d'ajouter 20 ml de solution de chlorure de calcium de 1 mol/l en même temps que l'acide. Le reste du mode opératoire est identique pour les deux situations. Si des carbonates de magnésium sont présents en quantités importantes, le traitement peut être plus long. De l'acide chlorhydrique chaud ne doit pas être utilisé dans des sols contenant des quantités importantes de chlorite car celle-ci peut se dissoudre.

L'élimination d'oxydes de fer/aluminium et/ou de carbonates doit être consignée dans le rapport d'essai (article 10).

NOTE En raison de la lenteur de ce mode opératoire et de la difficulté de récupération quantitative du résidu, l'élimination de carbonates ne constitue pas normalement un mode opératoire de routine dans la détermination de la distribution granulométrique.

## 8.8 Dispersion

Ajouter assez d'eau au flacon à centrifuger pour que le volume total se situe entre 150 ml et 200 ml, agiter le contenu jusqu'à ce que toute la terre soit en suspension et ajouter 25 ml d'agent dispersant avec une pipette. Agiter le flacon pendant 18 h sur l'agitateur à retournement. S'assurer que, si le sol est agité pendant le week-end, la durée totale d'agitation est de 18 h.

NOTE Pour des raisons pratiques, l'agitation durant la nuit est un choix raisonnable.

Si un agitateur par retournement n'est pas disponible, un agitateur à lames vibrantes peut être utilisé. Un agitateur à hélice ne doit pas être utilisé parce qu'il peut pulvériser les particules primaires.

## 8.9 Tamisage humide à 0,063 mm

Placer un tamis de 0,063 mm dans un grand entonnoir de verre et placer l'entonnoir dans un support de façon que la tige de l'entonnoir se trouve à l'intérieur d'un des tubes de sédimentation de 500 ml. Transférer quantitativement la suspension dispersée du flacon à centrifuger sur le tamis et laver la terre en utilisant un jet de pissette jusqu'à ce que l'eau soit claire. Si nécessaire, remuer la suspension sur le tamis, afin d'atténuer le colmatage du tamis, en utilisant la baguette de verre ou de plastique avec le manchon de caoutchouc. Veiller à éviter d'endommager les mailles du tamis lorsque ceci est effectué. Il convient que le volume total après lavages ne dépasse pas 500 ml.

NOTE Certains sols tropicaux fortement altérés peuvent être difficiles à tamiser et il peut être utile de mouiller le tamis en frottant doucement quelques gouttes d'un agent dispersant sur et sous les mailles avant cette étape.

Retirer le tamis de l'entonnoir et transférer la fraction retenue sur le tamis dans une capsule d'évaporation au moyen d'un jet de pissette. Placer cette coupelle dans une étuve entre 105 °C et 110 °C jusqu'à ce que les résidus soient secs. Transférer toutes les particules adhérant à l'intérieur de l'entonnoir dans le tube de sédimentation. Laisser les résidus séchés refroidir, et retamiser sur les tamis < 2 mm jusqu'à 0,063 mm. Remettre toute matière traversant ce dernier dans le tube de sédimentation. Peser les fractions retenues sur chaque tamis et enregistrer leurs masses. Compléter le volume de suspension dans le tube de sédimentation à 500 ml avec de l'eau.

## 8.10 Sédimentation

Placer le tube de sédimentation dans l'enceinte thermostatée. Si un bain est utilisé, immerger le tube jusqu'au trait de jauge de 500 ml. Laisser le tube et son contenu s'équilibrer par rapport à la température du système (voir la note

**ISO 11277:1998(F)**

© ISO

en 8.4.2). Homogénéiser soigneusement le contenu du tube de sédimentation, soit grâce au système de mise en solution qui doit être utilisé avec une action plongeante puissante, soit en bouchant le tube, et en lui imprimant un mouvement de retournement. Dans les deux cas, ne laisser aucune matière adhérer au fond du tube. Le contenu du tube doit être agité au moins 30 fois par minute pendant un minimum de 2 min. Replacer le tube debout dans l'enceinte thermostatée.

Dès que le tube est placé en position verticale, ou que l'homogénéisation au moyen du système de mise en solution est arrêtée, déclencher le chronomètre. Si les tubes ont été bouchés, enlever les bouchons délicatement pour ne pas perturber la suspension. Environ 15 s avant qu'un prélèvement ne soit réalisé (voir tableau 3), descendre la pipette, avec le robinet E fermé, verticalement dans la suspension de terre, au centre du tube de sédimentation, jusqu'à ce que la pointe soit à la profondeur appropriée ( $\pm 1$  mm) au-dessous de la surface de la suspension (tableau 3). Veiller à perturber aussi peu que possible la suspension et réaliser l'opération de descente en environ 10 s. Ouvrir le robinet E et prélever un échantillon de la suspension de façon que la pipette et le canal du boisseau du robinet E soient remplis. Cette opération doit prendre environ 10 s. Sortir la pipette de la suspension jusqu'à ce que la pointe de la pipette soit dégagée du haut du tube de sédimentation.

Pendant le prélèvement, une partie de la suspension peut être aspirée au-dessus du robinet E dans le réservoir D. Faire couler cet excédent dans un petit bécher en dessous du tube de sortie F en ouvrant le robinet E, de façon que E et D soient reliés. Rincer D avec de l'eau du réservoir A, en évacuant par F, jusqu'à ce qu'aucune suspension ne reste dans cette partie du système.

Placer un cristallisoir de pesée d'une masse connue (à 0,000 1 g près) sous la pointe de la pipette et ouvrir le robinet E de façon à récupérer le contenu de la pipette. Récupérer les restes de suspension sur les parois internes de la pipette en rinçant avec de l'eau provenant du réservoir A. Placer le cristallisoir et son contenu dans l'étuve entre 105 °C et 110 °C, et évaporer jusqu'à siccité. Laisser le cristallisoir refroidir dans le dessiccateur, puis le peser avec son contenu à 0,000 1 g près et déterminer la masse du résidu à 0,000 1 g près ( $m_{s1}$ ). Nettoyer l'extérieur de la pipette de toute suspension adhérente, et réaliser les autres prélèvements conformément aux durées données dans le tableau 3, en utilisant le même mode opératoire de pipette donné ci-dessus. Nommer les masses des prélèvements supplémentaires  $m_{s2}$ ,  $m_{s3}$ , etc. Les fractions de 0,063 mm à 0,002 mm, et  $< 0,002$  mm, doivent être considérées comme un minimum. La construction d'une courbe de distribution granulométrique requiert au moins deux autres fractions, intermédiaires entre ces deux points.

NOTE Le choix des deux autres fractions est une question de décision locale. L'expérience suggère qu'il est plus important de déterminer les fractions inférieures au diamètre sphérique équivalent de 0,032 mm que les fractions supérieures à cette taille, pour que la courbe tracée soit représentative.

**8.11 Calcul des résultats pour des fractions  $< 2$  mm**

La méthode de calcul considère que la masse de l'échantillon est la somme des fractions déterminées, et non la masse de la prise d'essai comme cela est spécifié en 8.5.

NOTE Cette approche a ses inconvénients dans la mesure où elle suppose qu'il ne se produit pas d'erreurs importantes aux différentes étapes de prélèvement, du séchage et du pesage de chaque fraction. Cependant, afin que la présente Norme internationale soit applicable à la plus large gamme de sols, on pense que cette hypothèse est préférable au risque d'erreurs induites par une mauvaise dispersion qu'entraînerait un séchage préalable à l'étuve. La méthode donnée dans ce paragraphe est donc la méthode recommandée.

Calculer la masse de solide en suspension dans 500 ml ( $m_{f1}$ ,  $m_{f2}$ ,  $m_{f3}$ , etc.), en grammes, pour chaque prélèvement à partir de l'équation:

$$m_{fx} = m_{sx} (500/V_c)$$

où

$m_{fx}$  est la masse du solide en suspension dans 500 ml, en grammes;

$m_{sx}$  est la masse du matériau correspondant au  $x^{\text{ème}}$  prélèvement de pipette, en grammes;

$V_c$  est le volume étalonné de la pipette, en millilitres.

© ISO

ISO 11277:1998(F)

De même, la masse de matière solide dans 500 ml de solution dispersante,  $m_d$ , en grammes, est donnée par:

$$m_d = m_r (500/V_C)$$

où

$m_r$  est la masse de résidu, en grammes;

$V_C$  est le volume étalonné de la pipette, en millilitres.

On peut nommer, par exemple, les masses des fractions prélevées (rapportées à 500 ml) comme suit:

fraction < 0,063 mm =  $m_{f1}$ ;

fraction < 0,020 mm =  $m_{f2}$ ;

fraction < 0,002 mm =  $m_{f3}$ .

Les fractions contenant des particules de taille plus petite constituent des sous-ensembles des fractions prélevées à des temps plus courts et chaque prélèvement contient la même masse de dispersant,  $m_r$ . Ainsi la masse des différentes fractions (en grammes) peut être calculée comme suit:

masse de fraction < 0,063 mm à 0,020 mm =  $m_{f1} - m_{f2} = m(0,063 \text{ à } 0,020 \text{ mm})$ ;

masse de fraction < 0,020 mm à 0,002 mm =  $m_{f2} - m_{f3} = m(0,020 \text{ à } 0,002 \text{ mm})$ ;

masse de fraction < 0,002 mm =  $m_{f3} - m_d = m(< 0,002 \text{ mm})$ .

Le principe reste valable pour d'autres fractions prélevées. La masse d'échantillon < 2 mm est donc la somme des masses des fractions obtenues après tamisage humide à 0,063 mm et des masses des fractions obtenues par calcul. Dénoter cette masse totale d'échantillon comme  $m_t$ , en grammes.

Calculer la proportion dans chaque fraction < 2 mm comme suit:

proportion = masse de fraction/ $m_t$

Si nécessaire, les proportions de matière < 2 mm peuvent être recalculées comme des proportions de la masse de terre totale comprenant la matière > 2 mm, comme suit:

proportion dans la masse totale de terre =  $P_t (< 2 \text{ mm}) \times P_s (< 2 \text{ mm})$

où

$P_t (< 2 \text{ mm})$  est la proportion de la fraction < 2 mm considérée;

$P_s (< 2 \text{ mm})$  est la proportion de matière < 2 mm dans la terre totale (article 7).

Présenter les résultats sous forme de tableau en donnant la proportion de chaque fraction avec deux chiffres significatifs. Indiquer clairement la base sur laquelle les résultats sont présentés, à savoir, comme une proportion de la matière < 2 mm, ou comme une proportion de la terre totale. Les résultats doivent également être présentés sous forme de courbe de distribution granulométrique cumulative (voir figure 1).

## 9 Fidélité

Les informations suivantes sont basées sur des répétitions d'analyses ( $n = 12$ ) pour des types de sols comprenant des arénosols cambiques et humiques, des gleysols et des fluvisols molliques et calcariques, un leptosol rendzique, un régosol gypsique, un vertisol eutrique, un cambisol dystrique et des podzols hapliques et ferriques. Les écarts-types sont donnés comme le maximum que l'on peut attendre pour la fraction de taille indiquée pour cette gamme



**ISO 11277:1998(F)**

© ISO

de types de sols. Les différents laboratoires sont vivement encouragés à accumuler ces données, comme faisant partie d'un exercice de contrôle de qualité continu.

<b>Fraction de taille</b> mm	<b>Ecart-type</b> %
2,000 à 0,600	< 1
0,600 à 0,212	< 2,5
0,212 à 0,063	< 3
0,063 à 0,002	< 2
< 0,002	< 2

**10 Rapport d'essai**

Le rapport d'essai doit comporter les informations suivantes:

- a) la référence à la présente Norme internationale;
- b) la date de l'analyse en laboratoire;
- c) les méthodes d'essai utilisées, en spécifiant les parties utilisées de la norme lorsque plusieurs possibilités existent, conformément aux instructions données dans la présente Norme internationale;
- d) les résultats des analyses réalisées avec tamis et pipette ou avec le densimètre, selon ce qui a été utilisé;
- e) des informations suffisantes pour identifier l'échantillon sans équivoque dans les enregistrements de laboratoire;
- f) le nom de l'opérateur;
- g) le nom et l'adresse du laboratoire.

## Annexe A (normative)

### Détermination de la distribution granulométrique de la fraction minérale des sols non séchés avant analyse

#### A.1 Introduction

La présente annexe spécifie le mode opératoire à suivre pour des sols qui ne doivent pas être séchés en raison du changement que cela entraîne sur certaines propriétés, particulièrement leurs caractéristiques de dispersion. Il faut s'attendre à une plus grande variabilité des résultats, notamment avec des sols difficiles à émietter et à cause de la difficulté plus grande d'obtenir un échantillon représentatif, en particulier pour la fraction < 2 mm. Cependant, cette perte de fidélité est susceptible d'être inférieure aux erreurs survenant par suite de l'utilisation d'un sol séché. La décision concernant le fait que des sols doivent ou non être analysés à partir de leur état humide, est une question de jugement local. Les sols justifiant le plus une telle approche sont ceux développés à partir de matières volcaniques récentes, certains sols tropicaux hautement oxydés et les sols à forte cohérence. Cette méthode implique le tamisage humide de l'échantillon jusqu'à 2 mm; au-dessous de cette taille, la matière est rejetée. Un échantillon séparé est prélevé pour la détermination de particules inférieures à 2 mm de diamètre. Il est important que les deux prises d'essai soient prélevées à peu près au même moment dans l'échantillon initial, de façon à être soumises au mode opératoire à des teneurs en humidité semblables. Des échantillons de masse égale aux deux prises d'essai sont prélevés pour la détermination des matières sèches qui seront utilisées dans le calcul des proportions des fractions granulométriques présentes dans le sol.

#### A.2 Mode opératoire pour la matière retenue sur un tamis de 2 mm d'ouverture de mailles

##### A.2.1 Appareillage

**A.2.1.1 Ensemble de tamis de contrôle**, conformes à 7.2.1.

**A.2.1.2 Balance**, précise à  $\pm 0,5$  g près.

**A.2.1.3 Étuve**, capable de maintenir la température entre 105 °C et 110 °C.

**A.2.1.4 Plusieurs plateaux résistants à la corrosion.**

Sont convenables des plateaux faits à partir de feuille d'alliage d'aluminium d'environ 2 mm d'épaisseur, avec des bords d'une hauteur d'environ 25 mm et d'environ 300 mm de côté.

**A.2.1.5 Seau en plastique**, ou autre récipient résistant à la corrosion, d'une capacité d'environ 10 l.

**A.2.1.6 Brosse pour tamis**, et **brosse rigide**, telle qu'une brosse métallique.

**A.2.1.7 Solution d'hexamétaphosphate de sodium**, ou autre agent dispersant approprié (8.3.2).

**A.2.1.8 Système de support des tamis de contrôle et dispositif pour laver** l'échantillon sur les tamis.

Un tube de 6 mm de diamètre fixé au robinet d'eau courante, ou un système de lavage à jet fin suffisent.

**ISO 11277:1998(F)**

© ISO

**A.3 Échantillon pour essai**

Prélever une masse d'échantillon pour tamisage (article 6) proportionnelle à la teneur des plus grandes particules présentes (voir tableau 1). Peser l'échantillon à 0,5 g près et enregistrer la masse ( $m_1$ ). Prélever une masse égale d'échantillon en utilisant un mode opératoire exactement similaire et enregistrer la masse. Placer cet échantillon sur un plateau résistant à la corrosion et le sécher dans une étuve entre 105 °C et 110 °C. Enregistrer la masse sèche à 0,5 g près ( $m_2$ ).

**A.4 Dispersion**

Placer l'échantillon pour essai non séché dans le seau en plastique, ajouter environ 5 l d'eau et 350 ml d'agent dispersant. La solution doit recouvrir l'échantillon. Mélanger doucement le contenu du récipient et laisser reposer pendant la nuit.

NOTE Il n'est pas pratique d'essayer de détruire la matière organique dans des échantillons de cette taille. Noter également que les remarques concernant la dispersion, autres que celles relatives aux problèmes de séchage données à la note en 8.3.2, peuvent rester d'actualité.

**A.5 Tamisage à 2 mm**

Mélanger de nouveau doucement l'échantillon dans le seau, et verser ensuite lentement la suspension sur la colonne de tamis (article 7). Le tableau 2 donne la masse d'échantillon à prendre par rapport à la taille du tamis. Il peut être nécessaire de tamiser l'échantillon en plusieurs fois. S'assurer qu'il ne reste pas d'échantillon dans le seau, et brosser doucement le refus sur le tamis de plus grande ouverture avec le pinceau rigide afin d'éliminer toute matière adhérant aux particules primaires. S'assurer qu'aucun fragment de celles-ci n'est perdu pendant ce processus. Laver soigneusement la matière sur les tamis ainsi que celle adhérant au pinceau; à cette fin, on peut utiliser l'eau du robinet. Éliminer l'échantillon traversant le tamis de 2 mm. Tamiser la matière retenue sur la colonne de tamis. Brossette chaque fraction pour la faire passer dans une coupelle pesée et sécher à une température comprise entre 105 °C et 110 °C. Enregistrer la masse retenue sur chaque tamis à 0,5 g près. Il convient de laver soigneusement la matière retenue sur le tamis de 2 mm, tout le reste étant éliminé.

NOTE Il est impossible de se rendre compte visuellement de la quantité d'eau absorbée par les particules grossières. À moins que l'expérience locale ne suggère vivement le contraire, il convient que toutes les fractions soient séchées avant la pesée. En fait, il peut apparaître paradoxal de sécher des fractions séparées par un processus humide, et à consigner des proportions de masse sèche. Cependant, la séparation humide n'est utilisée que pour éviter des difficultés dans la dispersion du sol sec, et pour éviter les changements de distribution granulométrique dus au rétrécissement et à l'agglomération de particules au moment du séchage. La méthode décrite est la méthode recommandée. Les masses des fractions peuvent cependant être consignées sous forme des proportions du sol humide, si cela est souhaité pour une raison quelconque. La teneur en humidité de chaque fraction et celle de l'échantillon d'origine doivent alors être mentionnées dans le rapport d'essai. Les difficultés pratiques de cette approche dans l'analyse de routine sont très réelles, et la comparaison des résultats entre cette procédure et la méthode recommandée sera difficile.

Transférer la matière retenue sur le tamis à ouverture de 2 mm sur un plateau résistant à la corrosion et sécher le contenu dans l'étuve à une température comprise entre 105 °C et 110 °C. Tamiser cette matière sèche sur un tamis à ouverture de 2 mm et enregistrer la masse de matière retenue à 0,5 g près. Rejeter toute matière traversant ce dernier.

**A.6 Calcul et expression des résultats****A.6.1 Calcul**

Calculer la masse de matière retenue sur chaque tamis comme une proportion de la masse d'échantillon séchée à l'étuve,  $m_2$ . Par exemple:

$$\text{fraction retenue sur le tamis de 16 mm} = m(16 \text{ mm})/m_2$$

### A.6.2 Expression des résultats

Présenter les résultats sous forme de tableau donnant la proportion en masse, avec deux chiffres significatifs, des fractions retenues sur chaque tamis. Les résultats doivent également être donnés sous forme d'une courbe de distribution cumulative (voir figure 1).

### A.7 Tamisage humide de la matière de diamètre < 2 mm

Tamiser l'échantillon de terrain humide sur un tamis à ouverture de 2 mm de façon à obtenir environ 300 g de matière < 2 mm. Il est habituellement nécessaire de frotter doucement l'échantillon sur les mailles du tamis pour ce faire. Veiller à ne pas endommager les mailles du tamis, ni à désagréger des particules primaires. Prélever deux sous-échantillons, d'environ 30 g chacun, en partageant la matière tamisée. Les masses des deux sous-échantillons doivent être identiques à 0,5 g près ( $m_3$  et  $m_4$ ).

NOTE Il est pratique de réserver un tamis de 2 mm à cet effet. Il peut également être utile de réserver un jeu complet de tamis pour le tamisage humide si celui-ci doit être effectué souvent. Placer l'un des sous-échantillons sur un plateau résistant à la corrosion et le sécher comme indiqué en A.3. Enregistrer la masse de l'échantillon séché ( $m_5$ ). L'autre sous-échantillon est destiné au tamisage et à la sédimentation conformément aux modes opératoires donnés en 8.9 et en 8.10.

### A.8 Calcul et expression des résultats

Les proportions de la matière dans les fractions ayant un diamètre sphérique équivalent < 2 mm sont calculées et exprimées comme en 8.11 par rapport à la masse séchée dans une étuve ( $m_5$ ).

### A.9 Rapport d'essai

Celui-ci doit être établi conformément aux critères donnés à l'article 10. En outre, le rapport doit indiquer clairement que l'analyse a été effectuée sur de la matière non séchée et les articles et paragraphes concernés de la présente Norme internationale doivent être indiqués.

## Annexe B (normative)

# Détermination de la distribution granulométrique de la fraction minérale des sols par la méthode du densimètre après destruction de la matière organique

### B.1 Introduction

La présente annexe spécifie la méthode à suivre pour la détermination quantitative, au moyen d'un densimètre, de la distribution granulométrique de la fraction minérale des sols qui a été tamisée par voie humide à travers un tamis à ouverture de 0,063 mm. L'analyse exige que la masse volumique des particules soit connue ou puisse être supposée comme telle (article 4), et que la masse de sol prélevée pour analyse et la teneur en carbone organique de l'échantillon soient connues [6]. Les études ont montré que la méthode du densimètre est moins précise que la méthode de la pipette, et que l'erreur majeure réside dans la lecture de l'échelle du densimètre [5]. La méthode du densimètre ne doit pas être utilisée pour des échantillons dans lesquels la matière organique n'a pas été détruite, car la matière organique surnageante amplifie le problème de la lecture.

### B.2 Appareillage

Les articles pour lesquels aucune précision n'est donnée sont identiques à ceux donnés en 8.2.

#### B.2.1 Densimètre, du type illustré à la figure B.1.

Le réservoir et la tige doivent être en verre exempt de défauts visibles, résistant aux produits chimiques et bien recuit. Tout matériau de lestage fixé à la base extérieure du densimètre doit l'être avec un matériau résistant à la chaleur (jusqu'à 80 °C), à l'eau et aux produits chimiques. Le bon état du fixatif doit être vérifié au moins chaque semaine lorsque le densimètre est utilisé, et il doit être réparé s'il n'est pas en bon état. L'échelle et les marquages doivent être faits à l'encre indélébile sur un papier de grande qualité ayant une surface lisse (le papier alfa est une qualité qui convient). Le réservoir et la tige doivent être circulaires en section transversale et symétriques autour de leur axe longitudinal commun. Il ne doit pas y avoir de changements brutaux de forme qui entravent le séchage ou le nettoyage, ou qui permettent de piéger des bulles d'air. Le densimètre doit flotter sur toute sa plage de lecture, la tige graduée doit se maintenir à  $\pm 1,5^\circ$  de la verticale. Les traits de graduation doivent être rectilignes, d'épaisseur uniforme et ne doivent pas montrer d'irrégularités dans l'espacement. L'échelle doit être verticale, sans déformation, et avec les graduations perpendiculaires à l'axe du densimètre. L'intervalle de graduation doit être de 0,000 5 g/ml, dans le format illustré à la figure B.1. Le système d'unité de l'échelle doit être la masse volumique en grammes par millilitre. Le densimètre doit être étalonné de façon que, lorsqu'il est placé dans l'eau à 20 °C, il indique la masse volumique vraie de l'eau à cette température (voir la note ci-dessous). Le densimètre doit être réglé par rapport à un liquide ayant une tension superficielle d'environ 55 mN/m. L'erreur maximale admissible de l'échelle doit être plus ou moins une division d'échelle, soit  $\pm 0,000 5$  g/ml. Ce qui suit doit être marqué de manière lisible et indélébile sur le réservoir du densimètre et d'une façon qui n'obscurcisse aucune partie de l'échelle:

- l'unité de l'échelle, par exemple g/ml à 20 °C (ceci est l'unité habituelle pour des densimètres disponibles dans le commerce);
- le nom ou la marque commerciale du fabricant;
- un numéro de certification;
- le numéro de la présente Norme internationale.

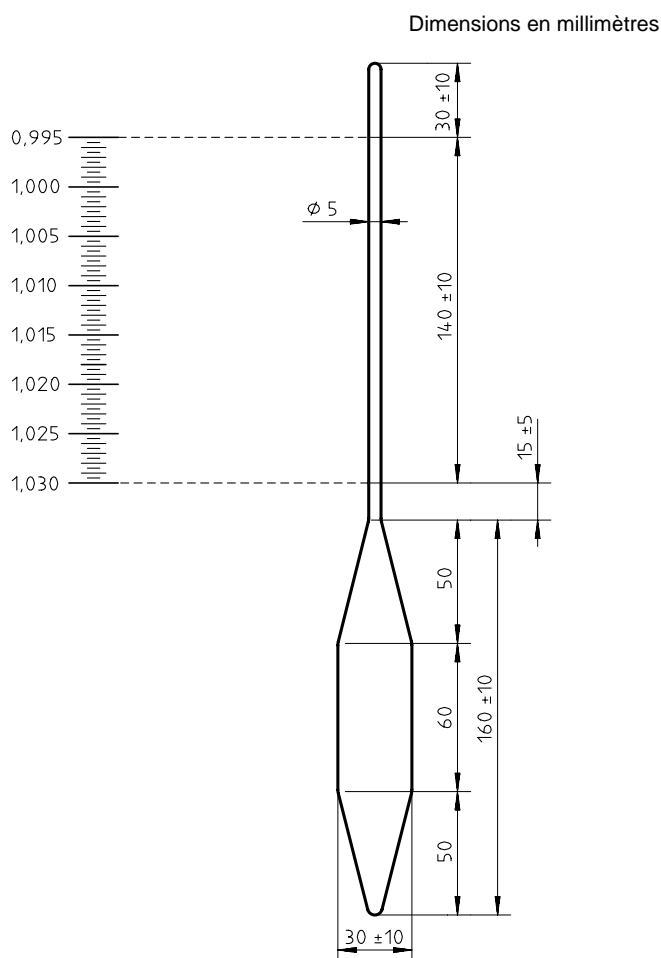
Toute altération ou réparation du densimètre peut modifier sa masse et, par conséquent, il doit être réétalonné. Les masses des densimètres doivent être vérifiées au moins une fois par mois lorsque ceux-ci sont utilisés fréquemment. La masse d'un densimètre doit toujours être vérifiée lorsque l'instrument est réutilisé après un temps

de repos. Les numéros d'identification et les masses des densimètres doivent être consignés dans un registre conservé à cet effet. Les relevés pris sur les densimètres utilisés dans la présente Norme internationale doivent être enregistrés de la façon suivante. Soustraire 1,000 du relevé d'échelle et multiplier le résultat par 1 000 (voir la note ci-dessous). Les relevés d'échelle < 1,000 donnent des valeurs négatives, alors que les relevés d'échelle > 1,000 donnent des valeurs positives.

Par exemple:

Relevé observé	Valeur enregistrée
0,999 5	-0,5
1,000 0	0,0
1,001 5	+1,5

NOTE Les densimètres plus anciens sont généralement étalonnés afin de lire une masse volumique de l'eau de 1,000 0 g/ml à 20 °C, plutôt que la masse volumique vraie de 0,998 2 g/ml [6, 8]. Il est vivement recommandé que d'anciens densimètres de ce type ne soient pas utilisés dans la présente Norme internationale. S'ils doivent l'être, une valeur de 1,8 doit être ajoutée à celle relevée (*d'*) sur le densimètre (articles B.5 et B.6, et tableau B.1).



NOTE Étallonages en g/ml à 20 °C

**Figure B.1 — Densimètre pour la détermination des fractions de particules fines**

**B.2.2 Deux éprouvettes de mesure de 1 litre**, jaugées à 1 litre, d'environ 60 mm de diamètre, 360 mm de hauteur et pourvues de bouchons en verre rodés.

Il est important que toutes les éprouvettes aient des dimensions identiques, car ceci affecte l'étalonnage du densimètre ( B.4.3). Si des bouchons en verre ne sont pas disponibles, des bouchons de caoutchouc bien adaptés peuvent être utilisés. Les éprouvettes ne doivent pas avoir de bec verseur.

**ISO 11277:1998(F)**

© ISO

**B.2.3 Thermomètre**, couvrant la plage de température de 0 °C à 50 °C, lisible à  $\pm 0,5$  °C.

**B.2.4 Agitateur mécanique**, pouvant maintenir en suspension, de façon continue, 75 g de terre et 150 ml d'eau (8.2.6).

**B.2.5 Chronomètre gradué**, lisible à 1 s près.

**B.2.6 Échelle millimétrique**, telle qu'une règle en acier.

**B.2.7 Flacon de lavage et éprouvette graduée** de 100 ml.

**B.2.8** Enceinte thermostatée, pouvant être maintenue entre 20 °C et 30 °C avec une précision de  $\pm 0,5$  °C (8.2.2 et note en 8.2.1). Si un bain-marie est utilisé, il doit pouvoir accepter les tubes de sédimentation immergés jusqu'au trait de jauge de 1 litre.

### **B.3 Réactifs**

Tous les réactifs et l'eau doivent être de la même qualité que celle spécifiée en 8.3.

**B.3.1 Solution de dispersant** (8.3.2).

**B.3.2 Agent antimousse** (8.3.3).

### **B.4 Étalonnages et corrections**

#### **B.4.1 Généralités**

Le densimètre sert à déterminer la différence (généralement faible) de masse volumique entre une suspension de particules et le liquide (en tant qu'échantillon séparé) dans lequel les particules sont en suspension, cette différence étant proportionnelle à la quantité de particules en suspension. Étant donné que la différence de masse volumique est faible, le densimètre doit être lu aussi précisément que possible, et tous les facteurs qui affectent cette lecture doivent être pris en compte dans le calcul de la distribution granulométrique. Ces facteurs sont indiqués ci-après (B.4.2, B.4.3 et B.4.4, et [6]).

#### **B.4.2 Étalonnage volumétrique du densimètre**

Le volume du densimètre doit être connu car il affecte le niveau du liquide dans l'éprouvette, lorsque le densimètre est inséré. Poser une éprouvette de mesure de 1 litre sur une surface lisse et horizontale, verser environ 800 ml d'eau dans l'éprouvette, relever le niveau d'eau. Immerger le densimètre et enregistrer de nouveau le niveau. Consigner la différence entre les deux niveaux comme étant le volume du densimètre,  $V_h$ , en millilitres.

#### **B.4.3 Étalonnage de l'échelle du densimètre**

L'amplitude de cette correction est déterminée à la fois par le volume du densimètre (B.4.2) et par la section de l'éprouvette de sédimentation. Des éprouvettes de dimensions similaires sont donc nécessaires (B.2.2). Pour la suite de ce paragraphe il est fait référence à la figure B.2. Utiliser la règle d'acier pour mesurer la distance entre deux niveaux de volume dans l'éprouvette de sédimentation de 1 l (par exemple, de 100 ml à 900 ml). Nommer cette distance  $L$  (en millimètres), et le volume compris entre les niveaux,  $V_L$  (en millilitres). Mesurer et enregistrer la distance entre la plus basse des graduations sur la tige du densimètre et les autres; on obtient  $d_1, d_2, d_3$ , etc. Mesurer et enregistrer la distance  $d_n$  depuis le col du réservoir jusqu'à la graduation la plus proche. Les distances  $H_1, H_2, H_3$  etc., correspondant aux relevés  $d_1, d_2, d_3, d_n$  etc., sont égales aux sommes  $d_n+d_1, d_n+d_2, d_n+d_3$ , etc. Mesurer et enregistrer la distance,  $h$  (en millimètres), depuis le col jusqu'au bas du réservoir, comme étant la

hauteur du réservoir. Calculer les profondeurs effectives,  $z_1, z_2, z_3$ , etc. correspondant à chacune des graduations correspondant à  $d_1, d_2, d_3$  etc. à partir de la formule:

$$z_1 = H_1 + 1/2 (h - V_h L / V_L)$$

où

$H_1$  est la longueur, en millimètres, depuis le col du réservoir jusqu'à la graduation  $d_1$ ;

$h$  est la hauteur, en millimètres, du réservoir;

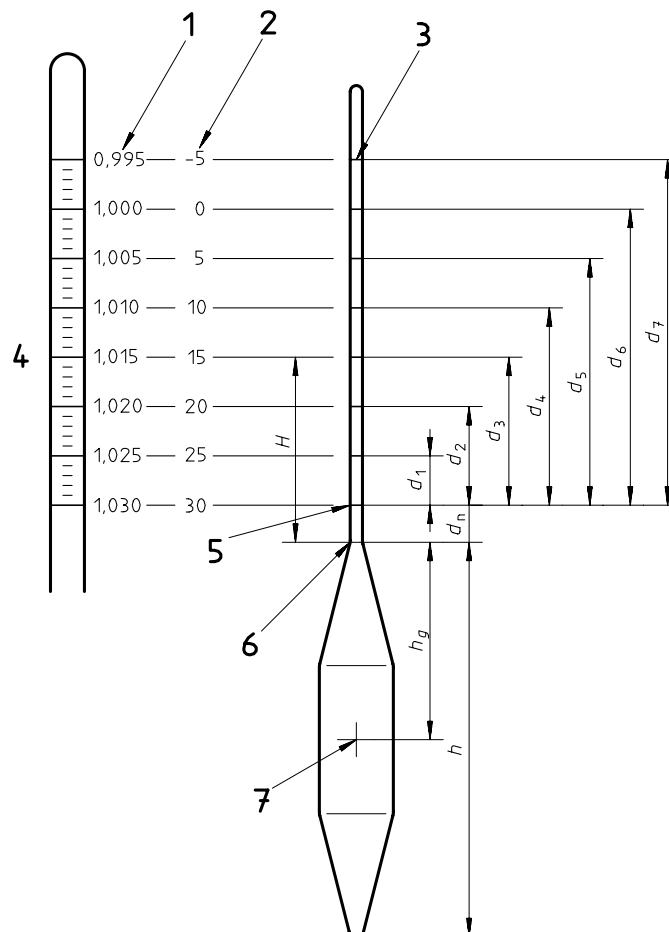
$V_h$  est le volume, en millilitres, du réservoir du densimètre;

$L$  est la distance, en millimètres, mesurée entre deux repères de graduation sur l'éprouvette de mesure;

$V_L$  est le volume, en millilitres, de l'éprouvette de mesure, mesuré entre les graduations utilisées dans la détermination de  $L$ .

Tracer la relation entre  $z$  et  $d$  sous forme d'une courbe lissée. Enregistrer le numéro d'identification du densimètre et la date de l'étalonnage sur les relevés d'étalonnage et le graphique.

NOTE Cette relation donne la profondeur effective de la suspension, dont la masse volumique relative est donnée par le relevé du densimètre.



- |   |  |   |  |
|---|--|---|--|
| 1 | Repères de masse volumique               | 5 | La plus basse des graduations d'étalonnage |
| 2 | Equivalent $V_h$                         | 6 | Col du réservoir                           |
| 3 | Repères principaux d'étalonnage          | 7 | Centre du volume du réservoir              |
| 4 | L'exemple représente $H$ pour $V_h = 15$ |   |  |

NOTE Pour une ampoule symétrique,  $h_g = h/2$

Figure B.2 — Paramètres essentiels pour l'étalonnage du densimètre



**ISO 11277:1998(F)**

© ISO

**B.4.4 Correction de ménisque**

Un densimètre est étalonné de façon à lire la masse volumique à la surface du liquide dans lequel il est immergé. Ceci n'est pas possible avec des suspensions de sols opaques. Il faut alors faire la lecture à la surface supérieure du ménisque. La correction du ménisque tient compte de ceci, mais suppose que le ménisque soit toujours totalement développé. Il est donc essentiel que le densimètre soit toujours parfaitement propre et que la tension superficielle de la suspension soit toujours la même (voir B.2.1 et note 1 ci-dessous).

Des agents tensio-actifs peuvent altérer notablement la tension superficielle des liquides et ceci affecte la correction du ménisque. L'effet de l'agent tensio-actif choisi doit être vérifié à cet égard et, s'il est important, un étalonnage séparé du densimètre doit être effectué.

NOTE 1 Si un agent de surface est utilisé sur la suspension de sol, il convient qu'il soit également utilisé dans l'éprouvette de solution dispersante, de façon à préserver la comparabilité de ses effets. Si l'agent tensio-actif est modifié, il convient de recommencer les étalonnages du densimètre.

Insérer le densimètre dans une éprouvette de mesure de 1 l (contenant environ 800 ml d'eau), placée sur une surface lisse et horizontale. En plaçant l'œil légèrement au-dessous du plan de la surface du liquide et en le levant lentement jusqu'à ce que la surface vue comme une ellipse devienne une ligne droite, déterminer le point d'intersection entre le plan et l'échelle du densimètre. En mettant l'œil légèrement au-dessus du plan de la surface du liquide, et ensuite en l'abaissant lentement, déterminer le point où la limite supérieure du ménisque croise l'échelle du densimètre. Enregistrer la différence entre ces deux relevés comme étant la correction du ménisque,  $z_m$  (note 2 ci-dessous).

NOTE 2 La correction du ménisque ( $z_m$ ) qui doit être ajoutée à  $d'$  (la lecture relevée sur le densimètre) pour obtenir  $d$ , le relevé vrai, est une constante pour chaque densimètre.

**B.5 Sédimentation**

Recueillir la matière traversant le tamis de 0,063 mm dans une éprouvette de mesure de 1 l (8.9). S'assurer que le niveau de la suspension atteint la graduation de 1 l. Insérer le bouchon de verre ou le bouchon de caoutchouc dans l'éprouvette, agiter soigneusement de façon que tout le solide soit en suspension et placer l'éprouvette dans l'enceinte thermostatée (B.2.8). L'expérience a montré qu'il est très fatigant de mélanger parfaitement le contenu des éprouvettes de 1 l en utilisant un dispositif à piston, particulièrement lorsque plusieurs éprouvettes doivent être mélangées successivement. Le risque d'erreur est donc réduit par l'agitation par retournement, et ceci constitue la méthode recommandée. Ajouter 25 ml de solution d'agent dispersant avec une pipette à la seconde éprouvette de mesurage de 1 l, et diluer avec de l'eau exactement jusqu'à la marque de 1 l. Placer cette éprouvette dans l'enceinte thermostatée, à côté de l'autre éprouvette. Il est essentiel de vérifier la qualité de la dispersion de tous les échantillons (voir note en 8.3.2). Après au moins 1 h, ou lorsque les éprouvettes et leur contenu ont atteint la température de l'enceinte, prendre les deux éprouvettes tour à tour et les agiter à fond pour en homogénéiser le contenu. L'éprouvette contenant la suspension de sol doit être agitée par retournement au moins 30 fois par minute pendant 2 min. Replacer les deux éprouvettes dans l'enceinte thermostatée tout de suite après.

Au moment où l'éprouvette contenant la suspension de sol est mise en place, mettre la minuterie en marche et retirer doucement les bouchons des deux éprouvettes. Immerger lentement le densimètre dans la suspension de sol jusqu'à une position légèrement inférieure à sa position de flottement, et le laisser flotter librement (voir note ci-dessous). Le densimètre doit être inséré dans l'éprouvette de façon à flotter au centre. S'il y a de l'écume à la surface de la suspension, il sera difficile de lire l'échelle du densimètre. Ajouter alors une ou deux gouttes d'un agent tensio-actif (voir 8.3.3 et sa note, ainsi que la note 1 de B.4.4). Relever les indications du densimètre au bord supérieur du ménisque après 0,5 min, 1 min, 2 min et 4 min. Noter ces relevés en  $d'$  dans le tableau B.1.

NOTE La loi de Stokes s'applique à des sphères séparées tombant dans une grande quantité de liquide et ne s'applique pas à une suspension concentrée. L'expérience a montré que si la masse de la matière en suspension n'est pas trop grande, une interférence réciproque entre des particules n'est pas un problème sérieux. Cependant, des sols riches en bentonite et autres minéraux gonflants peuvent se gélifier jusqu'à un degré plus ou moins important à des concentrations très inférieures à celles suggérées pour cette analyse. Un relevé de densimètre qui ne change pas avec le temps peut être une indication de ce problème. Il convient alors de répéter l'analyse avec une plus petite quantité de terre. Des changements très marqués dans les relevés du densimètre avec le temps peuvent indiquer des distributions inhabituelles de particules de tailles différentes dans la matière en sédimentation. Dans ce cas le densimètre peut ne pas être une méthode fiable de détermination de la distribution granulométrique, et il convient alors d'utiliser la méthode de la pipette [1].

Tableau B.1 — Données d'essai concernant la méthode au densimètre

Date	Heure	Temps écoulé ( $t$ ) <sup>1)</sup>	Température ( $T$ ) °C	Relevé $d'$	$d' + z_m = d$	$z$ mm	$d_p$ mm	$d' - d'_0 = d_m$	$P$

où

$t$  est le temps écoulé depuis le début de la sédimentation;

$T$  est la température de la suspension au temps ( $t$ ), en degrés Celsius;

$d'$  est le relevé du densimètre à la partie supérieure du ménisque, en ne conservant que la partie décimale avec la virgule déplacée de trois places vers la droite. Par exemple, un relevé de 1,012 5 sera enregistré comme une valeur  $d'$  de 12,5;

$z_m$  est la correction de ménisque, en millimètres;

$z$  est la profondeur effective, en millimètres, correspondant à  $d'$ , obtenue à partir de la courbe d'étalonnage;

$d_p$  est le diamètre sphérique équivalent de la particule, en millimètres;

$d'_0$  est le relevé du densimètre à la partie supérieure du ménisque dans la solution de dispersant;

$P$  est la proportion de matière au-dessous d'une valeur donnée de  $d_p$ .

1) L'équation donnée en B.6 indique ce temps en secondes. Il est vivement recommandé de convertir ces temps en minutes (et en heures, si nécessaire) afin de réduire les possibilités d'erreur dans les relevés de longs intervalles de temps en secondes.

Retirer doucement le densimètre après chaque relevé, le rincer à l'eau, le sécher, et le placer dans l'éprouvette contenant le dispersant, en utilisant la même technique que pour l'autre éprouvette. Noter l'indication sur l'échelle en haut du ménisque ( $d'_0$ ). Réinsérer doucement le densimètre dans la suspension de terre, relever et enregistrer les indications au bout de 8 min, 30 min, 2 h, 8 h et 24 h à partir du début de la sédimentation, et deux fois le jour suivant, si cela est nécessaire. L'essai doit être poursuivi jusqu'à ce que la fraction de particules inférieures à 0,002 mm puisse être déterminée. Dans la plupart des cas, si la quantité correcte de sol a été utilisée, cela doit se faire en 24 h environ. Au moins trois relevés doivent être faits pendant cette période, afin qu'une courbe de distribution fiable puisse être élaborée. Les durées fixes ne sont pas nécessaires à condition que les temps soient enregistrés de façon exacte. Le densimètre doit être inséré dans la suspension environ 15 s avant qu'un relevé ne soit fait, et il convient de veiller à déranger la suspension aussi peu que possible. Enregistrer la température une fois pendant les premières 15 min, et ensuite après chaque relevé ultérieur. Lire avec une précision de  $\pm 0,5$  °C. Si la température de l'environnement varie de plus de 1 °C pendant la période sur laquelle les mesurages sont effectués, prendre un autre relevé du densimètre dans l'éprouvette avec le dispersant.

## B.6 Calcul et expression des résultats

Calculer le relevé vrai du densimètre  $d$  (en millimètres) à partir de l'équation:

$$d = d' + z_m$$

où

$z_m$  est la correction du ménisque;

$d'$  est le relevé observé du densimètre.

Obtenir la profondeur effective  $z$  à partir de la courbe d'étalonnage du densimètre.

La loi de Stokes (article 4) peut être réécrite comme suit:

$$d_p^2 = 18\eta z / (\rho_s - \rho_w)gt$$

## ISO 11277:1998(F)

© ISO

où

$d_p$  est le diamètre de particule, en millimètres;

$\eta$  est la viscosité dynamique de l'eau à la température d'essai, en millipascals par seconde, comme montré dans le tableau B.2;

$z$  est la profondeur effective, en millimètres, à laquelle la masse volumique de la suspension est mesurée;

$\rho_s$  est la masse volumique des particules, supposée être de 2,65 Mg/m<sup>3</sup> (voir note à l'article 4);

$\rho_w$  est la masse volumique du liquide de suspension, considérée égale à 1,000 0 Mg/m<sup>3</sup> (voir note à l'article 4);

$g$  est l'accélération due à la pesanteur, considérée égale à 981 cm/s<sup>2</sup>;

$t$  est le temps écoulé, en secondes.

NOTE 1 Il est recommandé, pour l'utilisation de routine, que ces valeurs soient recalculées en minutes et/ou en heures, de façon à réduire le risque d'une erreur de l'opérateur.

Tableau B.2 — Viscosité ( $\eta$ ) de l'eau

Température °C	$\eta$ mPa/s
20	1,002
21	0,978
22	0,955
23	0,933
24	0,911
25	0,891
26	0,871
27	0,852
28	0,833
29	0,815
30	0,798

Calculer et enregistrer les valeurs de  $d_p$  (voir tableau B.1). Calculer le relevé modifié du densimètre  $d_m$  à partir de l'équation:

$$d_m = d' - d'_o$$

où  $d'_o$  est le relevé du densimètre au rebord supérieur du ménisque dans l'éprouvette de dispersant.

Si la masse volumique de la solution dans l'éprouvette contenant le dispersant est inférieure à 1,000 0 Mg/m<sup>3</sup>, la valeur de  $d'_o$  sera négative, par exemple, une valeur de 0,999 8 Mg/m<sup>3</sup> donne une valeur  $d'_o$  de  $-2$  [6]. Indiquer la valeur de  $d_m$  dans la colonne appropriée du tableau B.1.

Calculer la proportion ( $P$ ) en masse des particules inférieures au diamètre sphérique équivalent  $d_p$  (en millimètres), à partir de l'équation:

$$P = (d_m/m_t) \times [(\rho_s/\rho_s^{-1})]$$

où  $m_t$  est la masse totale de sol sec prétraité, en grammes.

NOTE 2 La masse totale du sol d'origine après le traitement préalable est obtenue en corrigeant la masse du sol ( $m_s$ ; 8.5) pour la teneur en matière organique, déterminée conformément à l'ISO 10694. Cette procédure de correction n'est pas sans erreurs potentielles, mais celles-ci sont considérées comme préférables aux erreurs qui peuvent provenir d'une dispersion inadéquate du sol séché en étuve.

Indiquer la proportion de sol, à deux chiffres significatifs, correspondant à chaque valeur de  $d_p$  dans la partie appropriée du tableau B.1. Exprimer les résultats de cette analyse sous forme de tableau et sous forme de courbe de distribution cumulative, en proportions ou pourcentages, selon le cas.

## B.7 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit être conforme à l'article 10. En outre, il doit indiquer que la méthode du densimètre a été utilisée, le numéro de référence du densimètre utilisé, et la valeur de la masse volumique de particule utilisée (en indiquant s'il s'agit d'un chiffre supposé ou mesuré).

## Annexe C (informative)

### Bibliographie

- [1] ISO 10694:1995, *Qualité du sol — Dosage du carbone organique et du carbone total après combustion sèche (analyse élémentaire)*.
- [2] Allen, T. 1990. Particle Size Measurement (4th Edition). Chapman and Hall, London.
- [3] British Standards Institution. 1984. BS3406, Methods for the determination of particle size distribution, Part 2: Recommendations for gravitational liquid sedimentation methods for powders and suspensions. BSI, London.
- [4] British Standards Institution. 1981. BS5930, Code of practice for site investigation. BSI, London.
- [5] Deutsches Institut für Normung (DIN). 1973. DIN 19683, Blatt 1 und 2, Physikalische Laboruntersuchungen — Bestimmung der Korngrössenzusammensetzung. DIN, Berlin.
- [6] Gee, G.W. and Bauder, J.W. 1986. Particle Size Analysis. In: Methods of Soil Analysis, Part 1 (2nd edition) (ed. A. Klute), pp. 383-411. American Society of Agronomy, Madison, Wisconsin.
- [7] Head, K.H. 1992. Manual of Soil Laboratory Testing: Volume I (2nd edition) — Soil classification and compaction tests. Pentech Press, London.
- [8] Kilmer, V.J. 1960. The estimation of free iron oxides in soils. Proceedings of the Soil Science Society of America, **24**, pp. 420-421.
- [9] Lide, D.R. (ed.). 1990. CRC Handbook of Chemistry and Physics: 71st edition, pp. 6-8. CRC Press, Boca Raton, USA.
- [10] Loveland, P.J. and Whalley, W.R. 1991. Particle Size Analysis. In: Soil Analysis: Physical Methods (eds K.A. Smith and C.E Mullins), pp. 271-328. Marcel Dekker, New York.
- [11] Winchell, A.W. 1951. Elements of Optical Mineralogy, Part 1: Descriptions of Minerals, p. 246. John Wiley and Sons, New York.
- [12] Yaalon, D.H. 1976. "Calgon" no longer suitable. Journal of the Soil Science Society of America, **40**, p. 333.
- [13] Yoshinaga, N. and Aomine, S. 1962. Allophane in some Ando Soils. Soil Science and Plant Nutrition, **8**, pp. 6-13.



**ISO 11277:1998(F)**

© ISO

---

---

**ICS 13.080**

**Descripteurs:** sol, qualité, essai, essai du sol, détermination, classification par taille, analyse au tamis.

Prix basé sur 30 pages

---

---