



Chaire industrielle de Recherche en Exploitation des Infrastructures soumises au Gel *phase II*

CARACTÉRISATION DES PARTICULES FINES D'UN MATÉRIAU GRANULAIRE DE FONDATION PAR L'ESSAI AU BLEU DE MÉTHYLÈNE

Rapport GCT-2008-01

préparé par :

**Jean-Marie Konrad
Fabian Alonso Valencia Gabezas**

**Département de génie civil
Faculté des sciences et de génie**

Présenté au :

Ministère des Transports du Québec

Mars 2008

**CRSNG – Hydro-Québec – SNC-Lavalin – RSW – Technisol – Techmat – Quéformat – BPR
Génivar – CIMA+ – Sintra – DJL – Bitume Québec – PEB – MTQ – Ville de Québec – CEHQ**

**CARACTÉRISATION DES PARTICULES FINES
D'UN MATÉRIAU GRANULAIRE DE FONDATION
PAR L'ESSAI AU BLEU DE MÉTHYLÈNE**

Rapport GCT-2008-01

Préparé par :

**Jean-Marie Konrad
Fabian Alonso Valencia Gabezas**

**Département de génie civil
Faculté des sciences et de génie**

Présenté au :

Ministère des Transports du Québec

Mars 2008

TABLE DES MATIÈRES

Table des matières	1
Liste des tableaux	3
Liste des figures	4
 1. CONTEXTE	 6
2. OBJECTIFS	6
3. REVUE DES CONNAISSANCES	7
3.1 Les argiles	7
3.1.1 Origine	7
3.1.2 Définition	8
3.1.3 Minéraux argileux	8
3.1.4 Identification des minéraux argileux	10
3.2 La surface spécifique	11
3.2.1 Historique	11
3.2.2 Facteurs influençant la valeur de la surface spécifique (S_s)	12
3.2.3 Méthodes de détermination	14
3.3 L'adsorption du bleu de méthylène	16
3.3.1 La molécule de bleu de méthylène	16
3.3.2 Principe d'essai	17
3.3.3 Calcul de la surface spécifique	18
4. MATÉRIAUX GRANULAIRES À L'ÉTUDE ET PROPRIÉTÉS D'INDICE	19
4.1 Provenance des matériaux	19
4.2 Propriétés des matériaux	20
4.2.1 Analyse granulométrique	20
4.2.2 Essai de sédimentation sur les fines	21
4.2.3 Essais de densité et absorptivité	21
4.2.4 Essais de densité relative des fines $< 80 \mu m$	21
5. ÉQUIPEMENTS ET PROCÉDURES EXPÉRIMENTALES	22
5.1 Essai d'adsorption de bleu de méthylène	22
5.1.1 Appareillage	22
5.1.2 Préparation des prises d'essai	22
5.1.3 Préparation de la solution de titrage	23
5.2 Méthode conventionnelle – Norme LC-21-55	23
5.2.1 Principe de dosage	23
5.2.2 Détermination de la valeur au bleu (VB)	24
5.3 Méthode au spectrophotomètre	25
5.3.1 La procédure d'essai	25
5.3.2 Détermination de la courbe d'adsorption	25
5.3.3 Détermination de la valeur au bleu	27
6. ESSAIS SUR LES MATÉRIAUX GRANULAIRES À L'ÉTUDE	28
6.1 Valeur au bleu par la méthode conventionnelle	28
6.1.1 Résultats	28
6.1.2 Problèmes de précision	30

6.2	Valeur au bleu par la méthode du spectrophotomètre	31
6.2.1	<i>Résultats</i>	31
6.3	Comparaison de résultats des méthodes de détermination de la valeur au bleu ..	33
6.4	Détermination de la surface spécifique S_s à partir de la valeur au bleu	35
7.	ANALYSE DES RÉSULTATS	38
7.1	Cas de tills d'origine glaciaire	38
7.1.1	<i>Essais d'adsorption de bleu de méthylène sur des tills glaciaires</i>	38
7.1.2	<i>Essai de diffraction des rayons-X</i>	38
7.1.3	<i>Essai au Microscope à Balayage Électronique</i>	39
7.1.4	<i>Estimation du potentiel de ségrégation (SP_o) des tills</i> <i>en fonction des propriétés d'indice</i>	41
7.1.5	<i>Méthode proposée pour corriger la surestimation</i> <i>de la surface spécifique</i>	45
7.2	Interprétation des résultats d'essai réalisés sur les MG-20 à l'étude	48
7.3	Interprétation selon Konrad (2005)	52
8.	RECOMMANDATIONS	54
9.	CONCLUSIONS	54

Remerciements

Bibliographie

Annexes

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 3.1	Surface spécifique des minéraux argileux les plus courants	13
Tableau 4.1	Matériaux utilisés dans cette étude	19
Tableau 4.2	Synthèse des propriétés physiques des MG-20 utilisés dans l'étude	21
Tableau 5.1	Appareillage nécessaire pour l'essai d'adsorption de bleu de méthylène	22
Tableau 5.2	Prise d'essais	23
Tableau 6.1	Valeur au bleu des MG-20 selon la méthode conventionnelle (VB_{PF})	28
Tableau 6.2	Valeur au bleu des particules inférieures à 400 μm des MG-20 à partir de la méthode conventionnelle et pour deux laboratoires différents	30
Tableau 6.3	Valeur au bleu des particules inférieures à 400 μm ($VB_{PF < 400 \mu m}$) calculées pour deux quantités différentes de bleu de méthylène adsorbé sur un même matériau	31
Tableau 6.4	Valeur au bleu des MG-20 à partir de la méthode spectrophotomètre (VB_s)	33
Tableau 6.5	Surface spécifique des MG-20 à partir de la méthode du spectrophotomètre	36
Tableau 7.1	Matériaux de référence d'après les données de Rieke et al., 1983	42
Tableau 7.2	Synthèse des résultats sur les tills	43
Tableau 7.3	Composition minéralogique des matériaux étudiés	50
Tableau 7.4	Valeur au bleu corrigée des MG-20 à partir de la méthode spectrophotomètre (VB_s)	51
Tableau 7.5	Surface spécifique corrigée des MG-20	52
Tableau 7.6	Résumé des données des MG-20 étudiés	53

LISTE DES FIGURES

Figure 3.1	Altération des silicates (Gourlaouen et al. 1982)	7
Figure 3.2	Schème général de formation et d'évolution de roches (Gourlaouen et al. 1982)	7
Figure 3.3	Représentation d'un cristal de phyllosilicate 2 : 1 (Luckham et Rossi, 1989)	8
Figure 3.4	Structure de base des phyllosilicates (Beauchamp, 2005)	9
Figure 3.5	Types de structure de minéraux argileux (d'après Lambe (2005))	9
Figure 3.6	Organisation et types des espaces poreux dans les minéraux argileux (Touret et Pons. 1989)	11
Figure 3.7	Influence de la taille de la particule sur la surface spécifique	12
Figure 3.8	Influence de la forme de la particule sur la surface spécifique (Santamarina et al. 2001)	13
Figure 3.9	Les différents états de surfaces de grain (Tokunaga et al. 2003)	14
Figure 3.10	Techniques de détermination de la surface spécifique	15
Figure 3.11	Relation entre les méthodes de détermination de la surface spécifique	16
Figure 3.12	Molécule de bleu de méthylène; a) Structure chimique b) Volume rectangulaire	17
Figure 4.1	Courbes granulométriques des différents MG-20 utilisés dans l'étude	20
Figure 5.1	Principe de dosage – Méthode conventionnelle	24
Figure 5.2	Détermination du point de saturation – Méthode du spectrophotomètre	25
Figure 5.3	Obtention de la courbe d'adsorption – Méthode du spectrophotomètre	26
Figure 5.4	Détermination de la valeur au bleu – Méthodes du spectrophotomètre	27
Figure 6.1	Relation entre la valeur au bleu et le pourcentage relatif des fines inférieures à 80 µm pour trois fractions différentes (<400 µm, <160 µm et <80 µm)	29
Figure 6.2	Relation entre la valeur au bleu du papier filtre et le pourcentage relatif des fines inférieures à 80 µm pour trois fractions différentes (<400 µm, <160 µm et <80 µm) des MG-20 étudiées	30
Figure 6.3	Courbes d'adsorption du bleu de méthylène pour trois fractions du MG-20 « 495 003 » - Analyse au spectrophotomètre	32
Figure 6.4	Détermination de la valeur au bleu des trois fractions du MG-20 «495 003» – Analyse au spectrophotomètre	32
Figure 6.5	Relation entre la valeur au bleu au spectrophotomètre et le pourcentage Relatif des fines inférieures à 80 µm pour trois fractions différentes (<400 µm, <160 µm et <80 µm) des MG-20 étudiées	33
Figure 6.6	Relation entre les méthodes de détermination de la valeur au bleu pour les différentes fractions de sol des MG-20	34
Figure 6.7	Comparaison entre les méthodes de détermination de la valeur au bleu pour les différentes fractions des MG-20	35
Figure 6.8	Surface spécifique des MG-20 en fonction du pourcentage passant le tamis 80 µm	37
Figure 6.9	Surface spécifique des MG-20 en fonction du pourcentage des fines inférieures à 80 µm	37
Figure 7.1	Surface spécifique des tills en fonction du pourcentage relatif des fines inférieures à 80 µm	39
Figure 7.2	Image au MEB des grains de tills, fraction <400 et ≥160 µm	40
Figure 7.3	Image au MEB des grains de tills, fraction <80 µm	40
Figure 7.4	Spectre au MEB pour le till Caniapiscou, fraction <400 µm et ≥160 µm	41
Figure 7.5	Spectre au MEB pour le till Péribonka, fraction <400 µm et ≥160 µm	41
Figure 7.6	Relation entre SP _o , d ₅₀ (FF) et S _s pour les sols fins et les tills	42
Figure 7.7	Caractérisation des tills de Caniapiscou et de Péribonka	44

Figure 7.8	Influence de l'état de surface sur la surface spécifique des tills.....	45
Figure 7.9	a) L'état de surface du grain de sol. b) Solution de bleu de méthylène dans altérations. c) Possibles arrangements des molécules de bleu de méthylène.....	45
Figure 7.10	Relations entre la surface spécifique et le pourcentage relatif des particules fines, d'après Konrad (1999).....	46
Figure 7.11	Correction de la surface spécifique pour les deux tills étudiés.....	47
Figure 7.12	Points représentatifs avec valeurs corrigées de l'essai de bleu de méthylène.....	48
Figure 7.13	Image au MEB pour le MG-20 « 433 366 ».....	49
Figure 7.14	Spectre au MEB pour le MG-20 « 433 366 », fraction <400 µm et ≥160 µm.....	49
Figure 7.15	Application de la méthode proposée pour corriger la surestimation de la surface spécifique - Le cas d'un MG-20.....	50
Figure 7.16	Interprétation des données selon l'approche Konrad (2005).....	53

1. CONTEXTE

Les granulats entrant dans la composition des matériaux granulaires de fondation sont peu élaborés comparativement à ceux qui entrent dans la fabrication des enrobés et des bétons. La production d'un matériau granulaire de fondation se situe au tout début de la chaîne de production des granulats, que ce soit dans une carrière ou un banc de gravier naturel. Les sections altérées et moins compétentes de la roche se concentrent dans la fraction fine du matériau. Pour limiter les effets néfastes d'une trop grande présence de particules fines dans les matériaux granulaires, des exigences ont été fixées au niveau de la proportion de particules passant le tamis de 80µm. Pour tenter de quantifier la capacité de rétention en eau des particules fines, l'essai au bleu de méthylène est aussi exigé. À l'aide de l'essai au bleu de méthylène, on évalue la capacité d'adsorption ionique des particules fines des matériaux, mais pas vraiment la quantité de particules argileuses responsables en grande partie de la rétention d'eau dans les matériaux granulaires.

La valeur au bleu reflète en fait simultanément la nature et/ou la quantité des particules dites argileuses d'un matériau, mais ne précise pas la nature réelle des particules; un matériau contenant une faible quantité de particules fines hydrophiles peut présenter une capacité de drainage de beaucoup inférieure à celle d'un matériau contenant une forte proportion de fines hydrophobes. Ainsi, l'exigence sur le pourcentage passant le tamis de 80µm pourrait varier en fonction de la nature des particules fines en présence dans les différents matériaux granulaires de fondation et sous-fondation.

2. OBJECTIFS

L'objectif de ce projet est de caractériser les particules fines de différents matériaux granulaires de fondation et de sous-fondation à l'aide de l'essai au bleu de méthylène. Cet essai est utilisé au ministère des Transports du Québec depuis plusieurs années pour évaluer la capacité d'adsorption ionique des particules fines et ainsi estimer la fraction argileuse en présence dans les matériaux, mais une nouvelle approche dans la réalisation et l'interprétation des résultats pourrait donner davantage d'information sur la nature des particules fines en termes de leur potentiel d'adsorption. Une meilleure caractérisation des particules fines pourrait permettre de fixer des exigences différentes au tamis de 80µm en fonction de la nature de celles-ci, et expliquer davantage les propriétés hydriques et thermiques (en termes de susceptibilité au gel) des matériaux granulaires.

L'exigence du ministère des Transports par rapport à la valeur au bleu de méthylène ne s'applique que pour les matériaux granulaires produits à partir de matériaux meubles des bancs d'emprunt naturels, et non sur ceux provenant des carrières. Un raffinement de la méthode pourrait permettre une meilleure analyse des matériaux de carrières, et la possibilité d'appliquer l'essai de valeur au bleu notamment sur les pierres de calcaire pour lesquelles l'essai au bleu n'a jamais présenté de valeurs cohérentes.

3. REVUE DES CONNAISSANCES

3.1 Les argiles

3.1.1 Origine

L'origine des argiles peut être reliée à différents processus (Velde, 1995; Wilson, 1999), tels que l'altération physique et/ou chimique (i.e. transformation primaire d'autres matériaux), la déposition in situ (i.e. redéposition après le transport de "détritiques") et les processus hydrothermal et/ou diagénèse.

La figure 3.1 présente les degrés d'altération des divers silicates. On remarque que si la plupart des minéraux sont attaqués, le quartz est particulièrement résistant et ne sera que très peu touché par l'altération. Il est également à signaler que les minéraux tels que le quartz, la muscovite, le feldspath, la biotite, l'amphibole et les plagioclases sont les principaux constituants du granite, tandis que le basalte est constitué par le pyroxène, l'olivine et le plagioclase calcique. Voilà pourquoi le granite résiste mieux que le basalte aux différents processus d'altération.

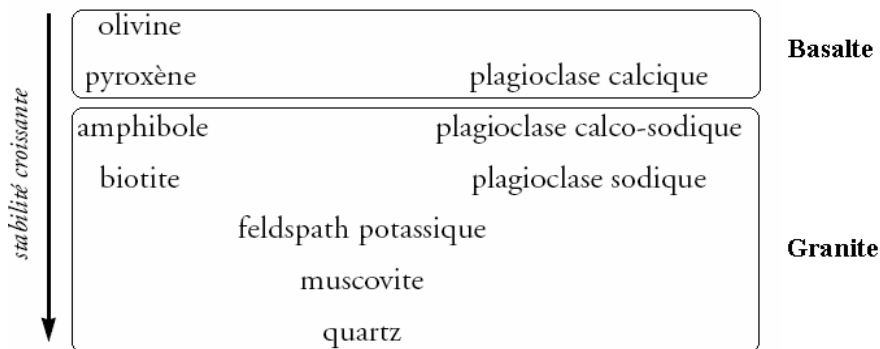


Figure 3.1 Altération des silicates (Gourlaouen et al., 1982).

Un exemple de l'altération du granite est montré sur la figure 3.2. On peut observer que le granite se décompose en un mélange de sable (quartz très peu altérable) et d'argiles. En effet, les minéraux silicatés autres que le quartz sont altérés progressivement en argiles.

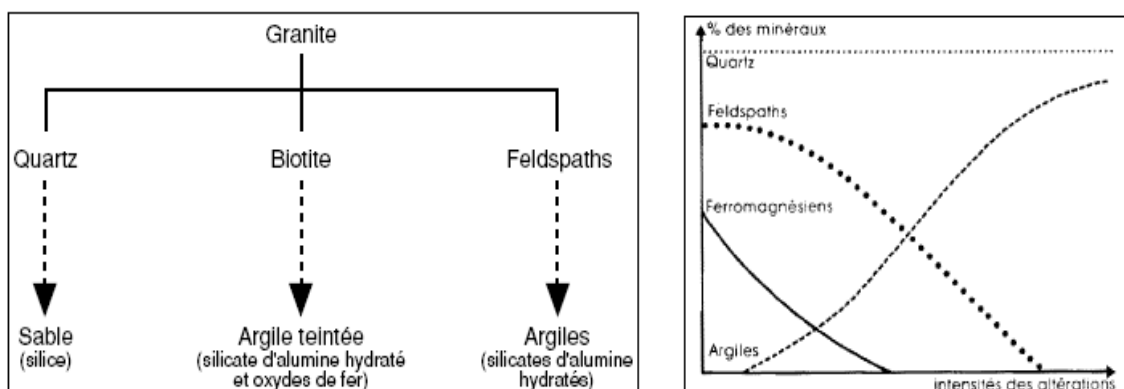


Figure 3.2 Schéma général de formation et d'évolution de roches (Gourlaouen et al., 1982).

3.1.2 Définition

En termes de la taille de grain, le terme argile a deux sens. Il désigne d'abord des minéraux de dimension inférieure à $2\ \mu\text{m}$ ($d < 2\ \mu\text{m}$). Ces minéraux appartiennent surtout au groupe des silicates, formés à base de silice (Si) et d'oxygène (O), tels que le quartz et les feldspaths. Le mot minéral argileux comprend les minéraux qui font partie du groupe des phyllosilicates, appelés aussi silicates de structure lamellaires. Ces minéraux proviennent de l'altération chimique des roches. Cette altération chimique agit de façon que certains minéraux, comme les micas ou les feldspaths sont transformés en d'autres espèces minérales (surtout en argiles), souvent de granulométrie plus fine.

Le terme argile désigne ensuite les débris les plus fins de la désagrégation-altération physique des roches appelés la farine de roche ($d < 2\ \mu\text{m}$). Cette farine peut contenir une proportion de minéraux argileux plus ou moins importante.

Le premier sens est relatif aux minéraux, alors que le second est relatif à la dimension des particules.

3.1.3 Minéraux argileux

Tous les minéraux argileux se présentent sous forme de très petits cristaux colloïdaux de dimension $< 2\ \mu\text{m}$, invisibles à l'œil nu. Les cristaux ressemblent à de minces plaques. Ces plaques sont en empilement de feuillets ou couches. La figure 3.3 illustre un cristal de phyllosilicate 2:1. Du point de vue chimique, les phyllosilicates sont des aluminosilicates hydratées ajoutées à d'autres ions métalliques.

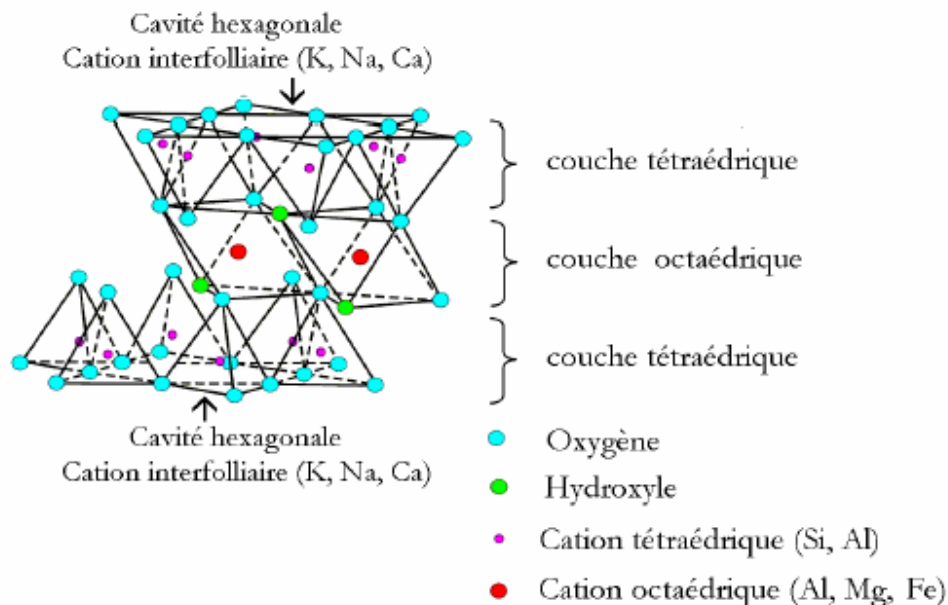


Figure 3.3 Représentation d'un cristal de phyllosilicate 2:1 (Luckham et Rossi, 1999).

Tous les minéraux argileux sont constitués de deux feuillets de base : un feuillet tétraédrique et un feuillet octaédrique (figure 3.4) qui sont empilés d'une façon caractéristique et qui comportent certains cations dans les feuillets en tétraèdre et en octaèdre.

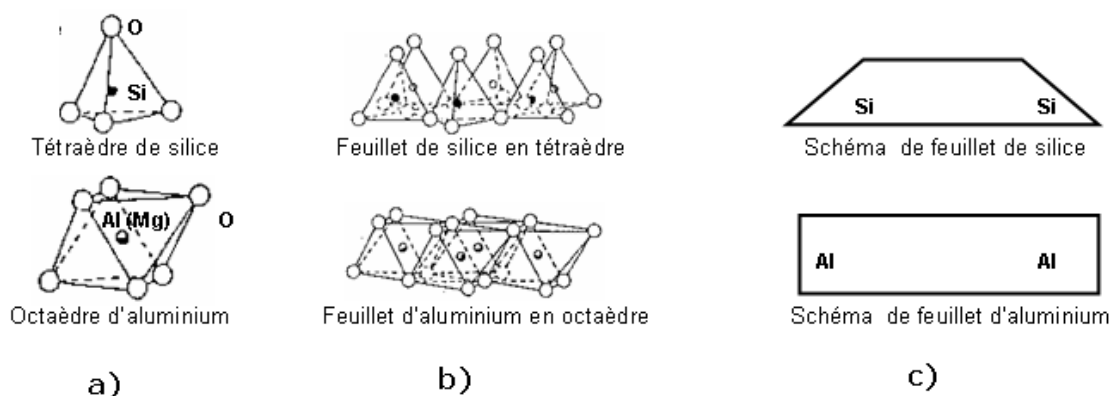


Figure 3.4 Structure de base des phyllosilicates (Beauchamp, 2005).

Les variations de la structure en feuillets de base sont à l'origine d'une douzaine de minéraux argileux identifiés jusqu'à maintenant. Toutefois, dans le domaine de l'ingénierie on relève que les minéraux argileux les plus courants, contenus dans les sols dits argileux, sont les kaolinites, les illites et les montmorillonites. Ces minéraux sont illustrés à la figure 3.5.

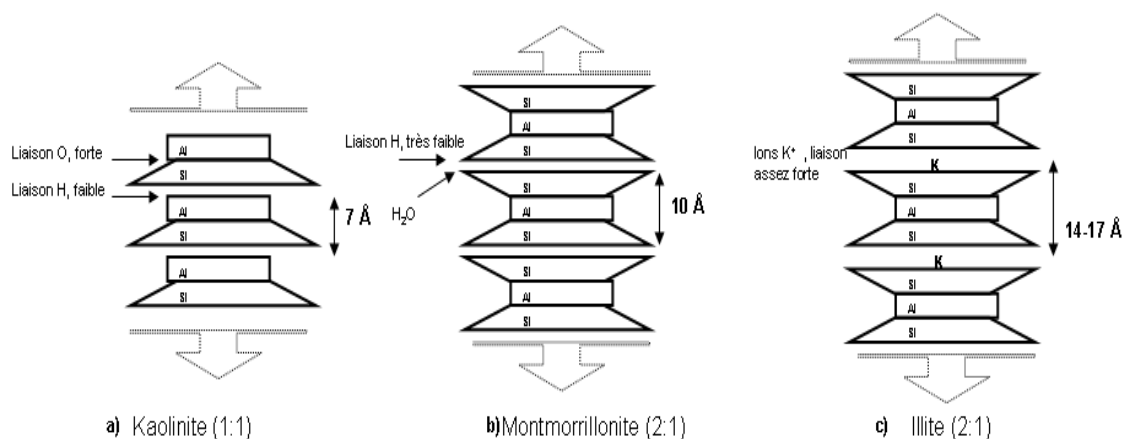


Figure 3.5 Types de structure de minéraux argileux (d'après Lambe (1953)).

La kaolinite est constituée d'une succession de couches alternées de feuillets en tétraèdre (Silice) et de feuillets en octaèdre (Aluminium), qui explique donc que l'on considère la kaolinite comme un minéral argileux 1:1. Les deux feuillets sont liés de telle manière qu'ils forment une seule couche d'épaisseur d'environ 7 Å (0,7 nm) qui s'étend indéfiniment dans les deux autres directions.

Un cristal de kaolinite est donc constitué d'un empilement de quelques couches de base de 7 Å d'épaisseur. Les liens entre les couches sont assez forts pour permettre un empilement relativement important de couches et la formation d'un cristal de grandes dimensions (de l'ordre de 70 à 100 couches). La faible capacité d'échange des kaolinites est due à des sites de surface amphotères (Pedro, 1994)

La montmorillonite, parfois appelée smectite, est un minéral composé de deux feuillets de silice et d'un feuillet d'aluminium. La montmorillonite est désignée comme un minéral 2:1. L'épaisseur de chaque couche 2:1 est d'environ 10 Å (1 nm). Les forces de Van der Waals qui joignent les sommets des feuillets de silice sont faibles: cela se traduit par une déficience en

charge négative nette dans le feuillet en octaèdre. Pour cette raison, les ions échangeables peuvent pénétrer dans la structure et séparer les couches. Cette possibilité de « gonflement » des espaces interfoliaires conduit à désigner ces argiles par le terme d'« argiles gonflantes ». Ainsi, ces argiles ont une capacité d'échange cationique (CEC) élevée.

L'illite, comme la montmorillonite, a une structure 2:1. Cependant, les espaces entre les couches sont reliés par des atomes de potassium (K). Les ions compensateurs de potassium (K) ne sont que très faiblement échangeables : l'illite a une capacité d'échange cationique (CEC) faible.

Les espaces qui se trouvent entre les feuillets (i.e. espaces interfoliaires) peuvent être vides ou remplis. Ils sont vides lorsque les différents feuillets sont neutres, ou ils sont occupés par des cations dès que l'empilement présente un déficit de charge (Pedro, 1994). Les cations les plus fréquents sont le calcium (Ca^{2+}), le magnésium (Mg^{2+}), le potassium (K^+), le sodium (Na^+) et le lithium (Li^+).

3.1.4 Identification des minéraux argileux

À cause de la taille microscopique des minéraux argileux, il s'est avéré impossible de les identifier par les techniques optiques ordinaires. Grâce à l'utilisation de techniques expérimentales telles que la Diffraction aux Rayons-X (DRX), la Microscopie à Transmission Électronique (MET) et la Microscopie Électronique à Balayage (MEB), trois niveaux d'organisation dans les matériaux argileux, ainsi que différents types de porosité ont été mis en évidence par différents auteurs.

Initialement, trois unités structurales composent la phase solide du matériau argileux : le feuillet (15-25 Å), la particule (200-1500 Å), l'agrégat (1,5-16 µm) (Touret et al., 1990).

Les feuillets sont les unités structurales de base définissant la nature minéralogique, ils sont regroupés au sein d'empilements de feuillets identiques qu'on appelle « particules ». Les particules constituent le premier niveau d'organisation. La structure de la particule peut être ordonnée, distance interfoliaire constante, ou désordonnée (Pons, 1980). Ainsi, l'agrégat est un assemblage de particules dont l'arrangement est gouverné par le type de forces résultant des interactions entre particules et du degré de compaction (Tessier, 1975). Le dernier niveau d'organisation est constitué par les « super- agrégats », où se regroupent les agrégats. Cette organisation, allant du feuillet jusqu'à l'assemblage d'agrégats et parfois super-agrégats est caractéristique d'un milieu granulaire. La figure 3.6 montre les trois unités structurales.

Parallèlement, différents types de porosité ont été aussi mis en évidence grâce aux techniques citées ci-dessus. Cette porosité doit être prise en considération si on veut bien interpréter l'organisation des matériaux argileux. La figure 3.6 montre l'existence de trois types d'espaces poreux liés à l'organisation de la phase solide (Touret et Pons, 1989) : a) L'espace interfoliaire, séparant deux feuillets dans un empilement, à une épaisseur moyenne comprise entre 1,5 et 2,5 nm. Il est généralement occupé par les couches d'eau adsorbée et des cations échangeables. b) L'espace interparticulaire séparant les particules argileuses. c) L'espace interagrégat possède une section moyenne comprise entre 1,6 et 16 nm, permettant ainsi la libre circulation de l'eau et limitant les effets électrostatiques.

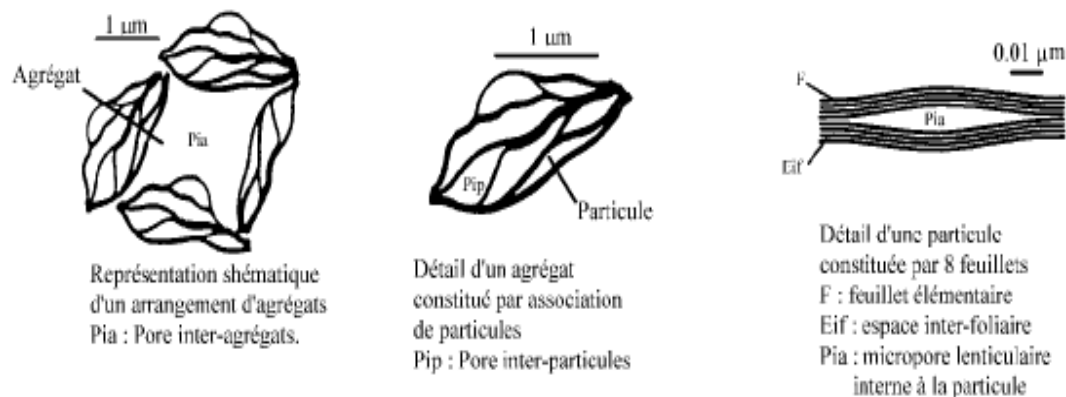


Figure 3.6 Organisation et types des espaces poreux dans les minéraux argileux (Touret et Pons, 1989).

Cependant, les techniques d'identification des minéraux argileux telles que la Diffraction aux Rayons-X (DRX), la Microscopie à Transmission Électronique (MET) et la Microscopie Électronique à Balayage (MEB) sont toutes des procédures qui utilisent des technologies très coûteuses. Voilà pourquoi de nouvelles techniques ont été développées et d'autres ont été améliorées depuis plusieurs années, afin de trouver des méthodes relativement simples, rapides et économiques. La surface spécifique (S_s) est une des propriétés du sol qui permet d'avoir une idée du type de minéraux contenus dans le sol. Les méthodes de détermination de la surface spécifique sont regroupées dans deux catégories. La section suivante décrit brièvement ces méthodes, ainsi que les facteurs qui peuvent avoir une influence sur les valeurs de surface spécifique mesurées.

3.2 La surface spécifique

3.2.1 Historique

Par définition, la surface spécifique (S_s) appelée aussi « Aire massique » représente la surface totale (A_s) par unité de masse (M) et on l'exprime généralement en m^2/g :

$$S_s = \frac{A_s}{M} \left(\frac{m^2}{g} \right) \quad (3.1)$$

On peut éventuellement l'exprimer en surface par unité de volume, soit en ($m^2/m^3 = m^{-1}$) (Hillel, 1992), mais ceci est assez rare.

La surface spécifique est une des caractéristiques les plus importantes des sols et des sédiments. Elle a été liée au type et à la quantité d'argile (Tiller et Smith, 1990), à la teneur en eau (Newman, 1983), à la minéralogie des argiles et à la capacité d'échange cationique (De Kimpe et al., 1979; Petersen et al., 1996), à la limite de liquidité (Farrar et Coleman, 1967; Muhunthan, 1991) et à l'angle de friction interne des sols (Moore, 1991). Également, la surface spécifique a été utilisée pour interpréter des caractéristiques physiques telles que les potentiels de rétrécissement - gonflement (Dasog et al., 1988; Fityus et al., 2000.) et la susceptibilité au gel - soulèvement (Rieke et al., 1983). La surface spécifique déterminée à partir de méthodes

d'adsorption peut aussi être utilisée pour évaluer les propriétés chimiques de surface telles que l'adsorption des éléments chimiques, des métaux et phosphates dans les sols (Peter et Weber, 1985; et autres) et la capacité de rétention d'eau (Yukselen et Kaya, 2006).

3.2.2 Facteurs influençant la valeur de la surface spécifique (S_s)

Plusieurs facteurs peuvent avoir une influence sur les valeurs mesurées de S_s . La taille, la forme, la composition minéralogique et l'état de surface des grains sont identifiés dans la littérature comme les plus importantes (Bigham et al., 1978; Borggaard, 1982, Schulze et Schwertmann, 1984; Schwertmann et Kämpf, 1985; Feller et al., 1992, et autres). Ces facteurs sont détaillés ci- dessous :

Taille: Si on suppose que les grains sont sphériques et possèdent tous le même rayon (r), ils ont tous la même masse volumique ou densité (ρ). L'équation 3.1 se réécrit alors de la façon suivante :

$$S_{s(\text{sphériques})} = \frac{A_s}{M} = \frac{A_s}{V * \rho} = \frac{4\pi r^2}{\frac{4}{3}\pi r^3 * \rho} = \frac{3}{\rho * r}$$

Où : S_s est la surface spécifique; A_s , la surface totale; M , l'unité de masse; V , le volume; ρ , la densité; r , le rayon de particule. On a donc pour la surface spécifique :

$$S_{s(\text{sphériques})} = \frac{3}{\rho * r} \quad (3.2)$$

Par conséquent, l'équation 3.2 montre que la surface spécifique (S_s) dépend de la plus petite dimension de la particule: Celle-là croit inversement avec la plus petite dimension de la particule. De plus, plus le rayon (r) est grand plus la surface spécifique (S_s) tend vers zéro. La figure 3.7 illustre mieux ce comportement.

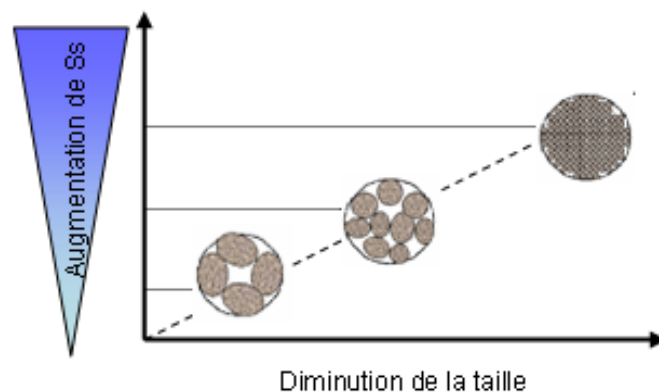


Figure 3.7 Influence de la taille de la particule sur la surface spécifique.

Cependant, ce modèle est bien entendu simpliste puisque les grains sont en général ni sphériques, ni de même taille. Mais, en pratique, il doit être clair qu'un matériau composé de petites particules a en moyenne une surface spécifique (S_s) plus grande que celle d'un même matériau composé de grosses particules.

Forme: La figure 3.8 montre également que la surface spécifique (S_s) dépend de la forme de la particule. On peut remarquer que celle-ci a tendance à s'aplatir quand la surface spécifique (S_s) augmente.

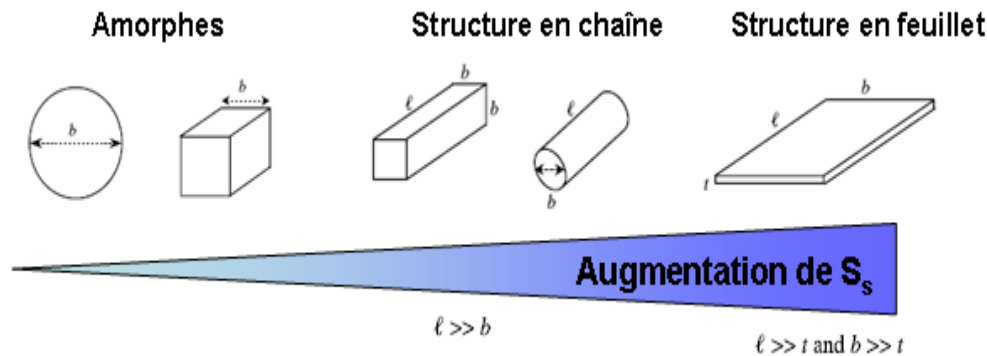


Figure 3.8 Influence de la forme de la particule sur la surface spécifique (Santamarina et al., 2001).

Composition minéralogique: Le tableau 3.1 présente les différentes valeurs de la surface spécifique (S_s) des minéraux les plus courants. Il est à noter que la montmorillonite possède les valeurs les plus importantes de surface spécifique en comparaison avec tous les autres minéraux.

Tableau 3.1 Surface spécifique des minéraux argileux les plus courants.

	Kaolinite	Illite	Montmorillonite
S_s (m^2/g)	10-20	80-100	400-800

Young et Warkentin 1975; Zelazny et Calhoun 1977; Mitchell 1993

L'état de surface: L'inspection microscopique a montré des irrégularités de surface en particulier dues aux pores et autres imperfections. Ces irrégularités donnent une surface réelle toujours supérieure à la surface idéale sans imperfections. Les analyses de Tokunaga, et al. (2003), sur les fractions de graviers comprises entre 2 mm et 6 mm, ont montré que la rétention d'eau est fonction de l'état de surface et de la porosité intragranulaire. Ces auteurs ont proposé des chemins de morphologie possibles pour les grains arrondis. La figure 3.9 montre les différents états de surface d'un grain. Les mêmes variétés de morphologies existent aussi pour les grains angulaires. Sur la figure on peut voir que la représentation la plus simple correspond au grain de surface lisse pour lequel la porosité intragranulaire est négligeable. D'autres possibilités incluent des grains à surfaces rugueuses avec une porosité interne importante, ainsi que des altérations superficielles causées par les agents atmosphériques.

Il est donc évident que la surface spécifique comprend des effets combinés des facteurs mentionnés ci-dessus. De plus, comme il existe diverses méthodes pour déterminer la surface spécifique, la procédure de mesure peut aussi avoir une influence importante sur les valeurs mesurées.

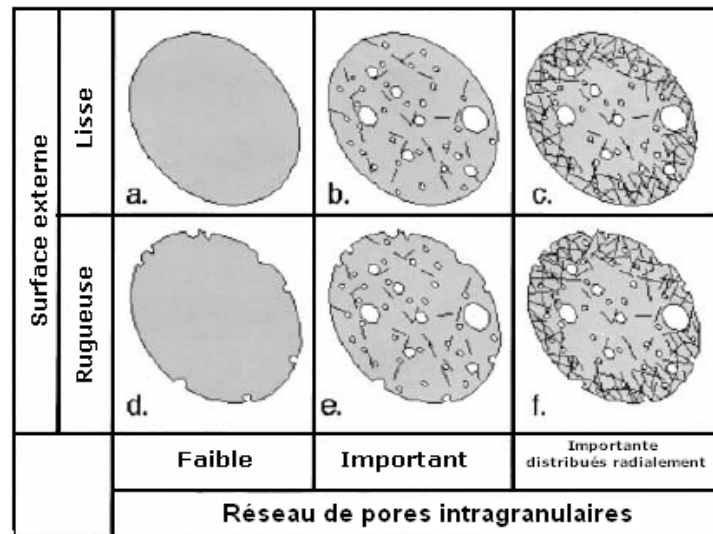


Figure 3.9 Les différents états de surface de grain (Tokunaga et al., 2003).

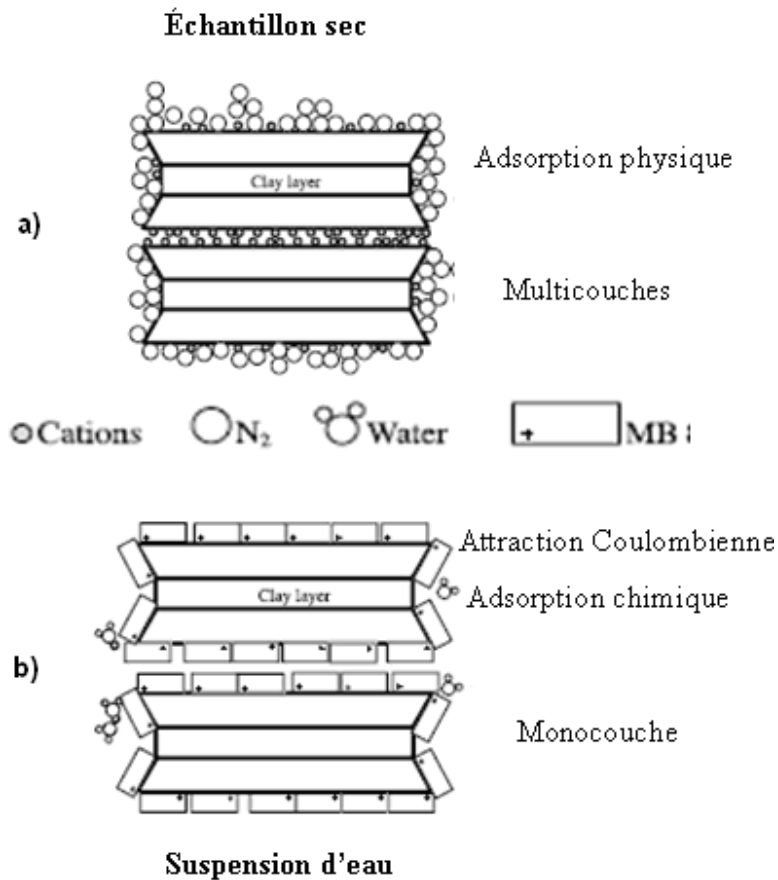
3.2.3 Méthodes de détermination

La surface spécifique d'un sol donné est dépendante de la méthode de mesure. Les méthodes de mesure de la surface spécifique peuvent être groupées dans deux catégories principales (Yukselen et Kaya, 2006), à savoir:

1. L'adsorption de gaz, qui mesure la surface spécifique externe des particules par l'adsorption des molécules simples, telles que l'azote (N_2) à basse température (Brunauer et al., 1938) ou la vapeur d'eau.

2. L'adsorption des molécules, qui mesure la surface spécifique totale des particules par l'adsorption des liquides polaires, tels que l'éthylène glycol (EG), l'éthylène glycol mono éthylique éther (EGME) (Churchman et al., 1991, Carter et al., 1986; Cerato et Luttenegger, 2002), le bleu de méthylène (Chen et al., 1999; Santamarina et al., 2002), et plusieurs autres.

Dans les méthodes d'adsorption de gaz, la surface spécifique est déterminée à partir de relations entre la pression appliquée et le volume d'un gaz forcé à pénétrer à travers l'échantillon, selon la théorie d'adsorption de gaz de Brunauer, Emmett, and Teller (BET). Cette technique est développée sur un échantillon sec. Cependant, l'azote (N_2) qui est un gaz neutre, ne peut pas pénétrer entre les couches des argiles gonflantes (Dyal et Hendricks, 1950). C'est la raison pour laquelle la valeur de la surface spécifique obtenue par cette méthode se réfère seulement à la surface externe de la particule, tel qu'exposé à la figure 3.10.a. Toutefois, pour estimer la surface spécifique externe et interne des silicates gonflants, on utilise la rétention des liquides chargés. De plus, cette technique s'applique en suspension d'eau, ainsi les minéraux gonflants peuvent manifester toute leur surface spécifique disponible, comme présenté à la figure 3.10.b.



(Santamarina, Klein, Wang et Prencke, 2002)

Figure 3.10 Techniques de détermination de la surface spécifique.

La figure 3.11, qui présente plusieurs études, résume la relation entre les surfaces spécifiques déterminées à partir des méthodes d'adsorption de l'azote (N₂) et d'adsorption du bleu de méthylène pour différents types des sols. On peut observer que pour certains types de sol, les méthodes de détermination de la surface spécifique peuvent donner des valeurs semblables, tandis que pour d'autres types de sol la différence est importante. Ainsi, si des minéraux gonflants (type montmorillonites) sont présents dans le sol, les méthodes utilisant l'adsorption de gaz sous-estiment la valeur de la surface spécifique et la méthode des liquides polaires doit être utilisée.

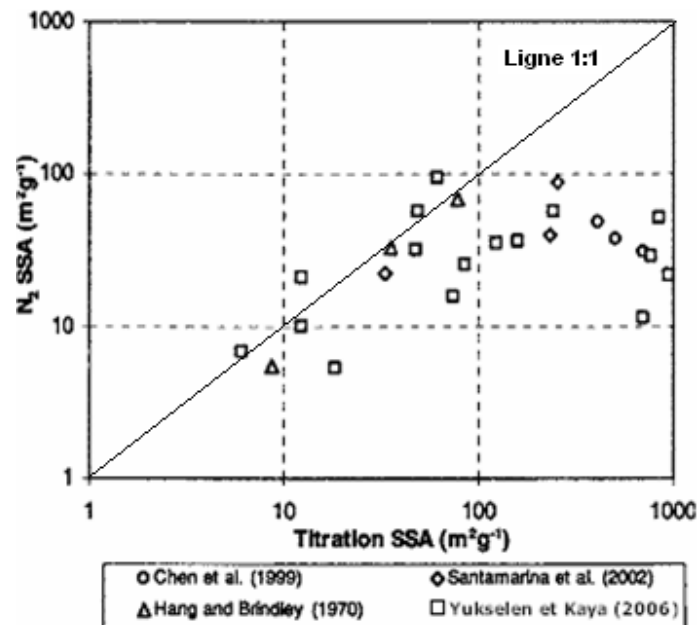


Figure 3.11 Relation entre les méthodes de détermination de la surface spécifique.

Il apparaît donc également que la surface spécifique est influencée par la méthode de mesure. D'autre part, il est à signaler que de nombreuses corrélations qui ont été établies entre la surface spécifique par la méthode utilisant le gaz d'azote (N_2) et d'autres propriétés physiques telles que les limites de liquidité et de plasticité, la capacité d'échange cationique (CEC), etc. sont utilisées pour des sols contenant des proportions importantes de minéraux avec d'importantes surfaces internes, ce qui donne des imprécisions remarquables. Par ailleurs, les essais d'adsorption de bleu de méthylène et la méthode EGME s'appliquent à une grande variété des minéraux.

Finalement, la plupart de ces méthodes de détermination de la surface spécifique sont complexes, requièrent beaucoup de temps, nécessitent des équipements sophistiqués et sont très coûteuses. Tous ces obstacles seront franchis si l'on utilise la méthode d'adsorption de bleu de méthylène. De plus, cette dernière donne des résultats en accord avec ceux issus d'autres méthodes de détermination de la surface spécifique (Yukselen et Kaya, 2006).

3.3 L'adsorption du bleu de méthylène

3.3.1 La molécule de bleu de méthylène

Le colorant de bleu de méthylène a été employé pour déterminer la surface spécifique des minéraux argileux pendant plusieurs décennies. La formule chimique est $C_{16}H_{18}CIN_3S$, avec un poids moléculaire correspondant à 373,91 g/mol. La figure 3.12.a, montre qu'à l'état aqueux, le bleu de méthylène est un colorant cationique, $C_{16}H_{18}CIN_3S^+$, lequel est adsorbé par les surfaces des argiles qui sont chargées négativement. (Hang et Brindley, 1970; Chen et al., 1999).

La molécule de bleu de méthylène peut être considérée comme un volume prismatique de dimensions 17,0 Å x 7,6 Å x 3,25 Å (Santamarina et al., 2002; Yukselen et Kaya, 2006). La surface projetée de la molécule, c'est-à-dire lorsque la molécule de bleu de méthylène se trouve

à plat sur sa plus grande face (figure 3.12.b) a donné 135 Å² (Kipling et Wilson, 1960; Hul, 1966), 132 Å² (Johnson, 1957), et 130 Å² (Kalousek et Blahnik, 1955; Los et Tompkins, 1956; Hang et Brindley, 1970; Chen et al., 1999 ; Santamarina et al., 2002). En général, on admet que la surface couverte par une molécule de bleu de méthylène (A_{BM}) est 130 Å².

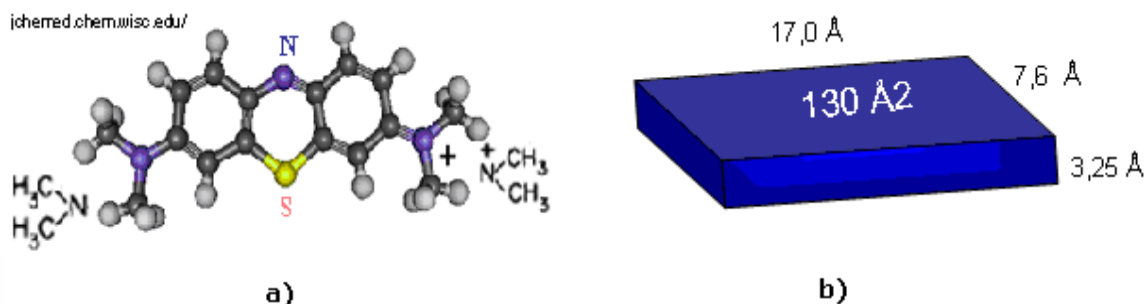


Figure 3.12 Molécule de bleu de méthylène; a) Structure chimique
b) Volume rectangulaire.

D'autre part, des études ont montré que l'aire couverte peut varier de façon suivante: premièrement, si la molécule est inclinée de 65-70 degrés par rapport à la surface d'étude, l'aire couverte est 66 Å² (Hahner et al., 1996); deuxièmement, si l'axe longitudinal est orienté perpendiculaire à la surface, l'aire couverte est égale à 24,7 Å² (Borkovec et al., 1993). Ainsi, on peut observer que l'incertitude dans l'estimation de l'aire couverte peut affecter la valeur de la surface spécifique de plus de 100% (Santamarina et al., 2002).

3.3.2 Principe d'essai

Il consiste à déterminer la capacité d'adsorption ionique d'un sol en mesurant la quantité de colorant de bleu de méthylène nécessaire pour recouvrir la surface totale, externe et interne, de toutes les particules argileuses présentes dans la solution à étudier par une monocouche de bleu de méthylène (figure 3.10.b). On appelle cette quantité, la valeur au bleu, notée VB et exprimée en grammes de bleu par grammes de sol, tel que montre l'équation 3.3 :

$$VB = \frac{V_{BM}}{M_{sol}} \left(\frac{ml}{g} \right) \quad (3.3)$$

Où : V_{BM} est la quantité de bleu de méthylène adsorbé (ml) et M_{sol}, masse sol sec de la prise d'essai (g)

Le principe de cet essai repose sur la base d'échanges ioniques ayant lieu entre les cations d'argile facilement échangeables et les cations de bleu de méthylène libérés lors de sa dissolution dans l'eau. Les particules argileuses ayant une grande surface spécifique ainsi qu'une capacité d'échange ionique importante, la présence de minéraux argileux pourra être mise en évidence par l'emploi de bleu de méthylène.

Sur la base de ce principe, plusieurs méthodes d'essais ont été développées. En général, la méthode conventionnelle, aussi appelée « test de la tache » ou « méthode du papier-filtre » est la méthode la plus ancienne et la plus utilisée. Le test de la tache a été employé pour déterminer la surface spécifique depuis 1957 (Johnson, 1957; Worrall, 1958). L'essai a aussi été utilisé par

Jones (1964), Phelps et Harris (1967); Nevins et Weintritt (1967) lors de l'étude de forages pétroliers et plus tard Chen (1974) a repris cet essai pour l'étude des pâtes céramiques. Cependant, l'utilité de la méthode a souvent été remise en question (Hul, 1966; Faruqi et al., 1967; Bodenheimer et Heller, 1968) et des confusions ont surgi concernant la précision des résultats. La précision peut être améliorée au moyen de techniques analytiques précises pour déterminer la quantité de bleu de méthylène adsorbée. Dans ce cas-ci, un spectrophotomètre est employé (Hang et Brindley, 1970; Lan, 1980), et la valeur de la surface spécifique est dérivée à partir du point de remplacement complet des cations déterminé sur une courbe de titration, ce point devant correspondre au point final dans l'essai de la tache (Hang et Brindley, 1970).

3.3.3 Calcul de la surface spécifique (S_s)

Il faut signaler que la surface spécifique (S_s) peut être calculée à partir de l'équation 3.4 (Santamarina et al., 2002), grâce à la quantité de bleu de méthylène adsorbée. À l'aide d'un facteur de conversion (FC) et des valeurs au bleu (VB), on peut obtenir les surfaces spécifiques des différents échantillons.

$$S_s = VB * FC$$

$$S_s = \left[\frac{V_{BM}}{M_{sol}} \right] \left[m_{BM \text{ sec}} \frac{A_v}{373,91} A_{BM} \right] \left(\frac{m^2}{g} \right) \quad (3.4)$$

Où : VB; est la valeur au bleu du sol exprimée en fonction de : V_{BM} , quantité de bleu de méthylène adsorbé (ml); M_{sol} , masse sec de la prise d'essai (g). FC, est un facteur de conversion exprimé en fonction de : m_{BM} , teneur en bleu de la solution de titrage (g/ml); A_v , nombre d'Avogadro ($6,02 \times 10^{23}$ atomes/mol); A_{BM} , aire couverte par une molécule de bleu de méthylène ($130 \text{ \AA}^2$) et le poids moléculaire du bleu de méthylène (373,91).

4. MATERIAUX GRANULAIRES À L'ETUDE ET PROPRIETES D'INDICE

4.1 Provenance des matériaux

La plupart des matériaux proviennent de bancs de graviers et sont formés d'éléments schisteux. Le tableau 4.1, montre les 8 matériaux utilisés dans cette étude. Des essais de la valeur au bleu (VB) ont également été réalisés par le ministère des Transports du Québec (MTQ) sur les différents matériaux ci-dessous, suivant la norme LC 21-255, « Détermination de la valeur au bleu de méthylène des sols et des granulats » du MTQ. Le tableau 4.1 résume aussi ces résultats.

Tableau 4.1 Matériaux utilisés dans cette étude

Matériau	Source	VB _{<400 µm} (ml/g)
495 003	Gravier	0,60
433 366 ^C	Carrière	0,59
488 898 ^{**}	Gravier	0,33
260 942	Gravier	0,24
380 160	Gravier	0,32
463 437 [*]	Gravier	0,30
433 374 ^G	Carrière	0,14
331 232	Gravier	0,10

Type de roche: C calcaire; G granite Matériaux présentent des problèmes de: * Drainage; ** Dégradation

Le matériau 495 003 est un gravier schisteux provenant d'une gravière localisée près de Percé, dans la région de la Gaspésie où les dépôts présentent des valeurs au bleu élevées.

Le matériau 433 366 est une pierre concassée composée de calcaire, de la formation du Trenton dans les Basses-Terres du St-Laurent. La détermination de la valeur au bleu de matériaux calcaires a toujours été problématique; les résultats présentaient de fortes variations, au point tel que le ministère des Transports du Québec n'exige pas de valeur au bleu pour les matériaux de carrière.

Le matériau 488 898 provient d'un banc de gravier localisé dans la région du Lac-St-Jean dans lequel on peut observer des interlits de silt. Ce matériau a été utilisé pour la réfection d'une section de route et après un hiver, la route présentait des signes de dégradation prématurée.

Le matériau 260 942 est un gravier contenant des éléments schisteux en provenance de la région du Bas-St-Laurent.

Le matériau 463 437 provient d'une gravière située dans la région de l'Abitibi. Ce matériau a été utilisé au niveau de la fondation sur un chantier en 2002, et lors de la mise en œuvre des problèmes de drainage ont été observés. Le tronçon de route en question n'a pas encore présenté de signes précurseurs de mauvaise performance ou de dégradation prématurée.

Le matériau 433 374 provient de la région de Québec. Il est composé de pierre granitique concassée à laquelle on semble avoir ajouté du sable en guise de granulats fins. Il arrive souvent que des producteurs de granulats doivent recourir à cette technique parce que la

production du MG-20 donne un matériau très ouvert avec très peu de particules fines pour combler les pores entre les gros granulats.

Finalement, le matériau 331 232 est un gravier contenant des éléments schisteux des Appalaches en provenance de la région du Lac Mégantic.

4.2 Propriétés des matériaux

4.2.1 Analyse granulométrique

L'analyse granulométrique de tous les matériaux a été réalisée dans le Laboratoire des Matériaux de l'Université Laval, selon la norme BNQ 2501-025. Les tamis suivants ont été utilisés : 31,5 mm, 20 mm, 14 mm, 10 mm, 5 mm, 2,5 mm, 0,630 mm, 0,315 mm, 0,160 mm, 0,080 mm. À noter que les échantillons ont d'abord été séchés à 110°C pour une durée de 24 heures. Les courbes granulométriques obtenues sont illustrées à la figure 4.1. Le fuseau de spécification d'un MG-20, exigé par le ministère des Transports du Québec, est également présenté. On peut remarquer que les MG-20 identifiés comme « 495 003 », « 433 366 » et « 488 898 » sont hors normes, excédant la limite inférieure du fuseau entre les tamis 0,160 mm et 5 mm. À l'annexe 1 sont présentés les résultats des analyses granulométriques sous forme de tableau et la figure 4.1 est également reprise en format agrandi. D'autres caractéristiques telles que le pourcentage des différentes fractions et le coefficient d'uniformité sont montrés au tableau 4.2. On peut remarquer sur la base de critères de l'USCS que tous les matériaux présentent des granulométries bien étalées.

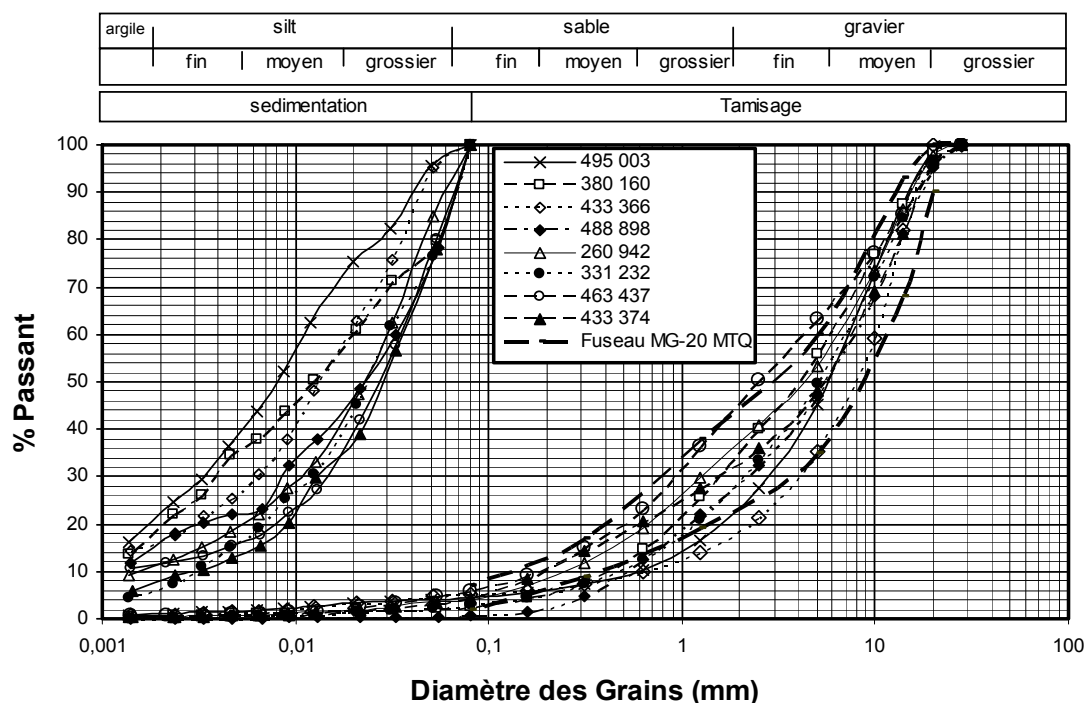


Figure 4.1 Courbes granulométriques des différents MG-20 utilisés dans l'étude.

4.2.2 Essai de sédimentation sur les fines

Des essais de sédimentation, selon la norme BNQ 2501-025, ont été réalisés sur les fines <80 µm de tous les échantillons. Les essais de sédimentation avaient pour but d'évaluer la granulométrie des fines des différents matériaux utilisés lors des essais de valeur au bleu. En outre, ils ont permis de déterminer le diamètre moyen des fines, $d_{50}(FF)$. Ce dernier est présenté sur le tableau 4.2. Le paramètre $d_{50}(FF)$ est un paramètre important pour établir des corrélations entre la surface spécifique des fines ($S_{S<80\text{ }\mu\text{m}}$) et le potentiel de ségrégation (SP_o). La figure 4.1 dans la partie gauche du graphique montre les différentes granulométries obtenues sur les fines.

4.2.3 Essais de densité et absorptivité

Les densités et l'absorption du gros granulat (> 5mm) et du granulat fin (< 5mm ne contenant pas les fines < 80µm) ont été déterminées selon les normes BNQ 2560-067 et BNQ 2560-065 respectivement. Les résultats sont aussi résumés au tableau 4.2. D'après l'analyse de résultats des pourcentages d'absorption des deux dernières fractions grossières, il semble exister une corrélation entre ces derniers et les résultats de valeur au bleu (VB) réalisés sur les mêmes fractions.

4.2.4 Essais de densité relative des fines <80 µm

Également, des essais de densité relative des fines <80 µm ont été réalisés suivant la norme BNQ 2501-070. Les valeurs varient de 2,65 à 2,79 pour tous les MG-20 étudiés. Les résultats sont résumés au tableau 4.2.

Tableau 4.2 Synthèse des propriétés physiques des MG-20 utilisés dans l'étude.

Propriétés	Matériaux							
<u>Analyse granulométrique</u>	495 003	433 366	488 898	260 942	380 160	463 437	433 374	331 232
BNQ 2501-025								
% de gravier	54,7	64,5	53	46,5	44	36,9	52,0	50,2
% de sable	40,9	30,5	46,3	49,4	53,2	57,1	43,7	46,8
% passant 80 µm	4,4	5,0	0,7	4,1	2,8	6,0	4,3	3,0
Coefficient d'uniformité C_u	12,7	15,5	15,4	25,9	14,3	24,4	38,30	15,3
Coefficient de courbure C_c	1,7	2,4	1,2	0,9	1,1	1,1	1,60	1,3
$d_{50}(FF)$ µm	8	14	23	23	12	27	29	24
Densité relative des particules fines BNQ 2501-070	2,76	2,65	2,73	2,72	2,77	2,69	2,72	2,79
Densité brute gros granulat (> 5mm) BNQ 2560-067	2,67	2,68	2,52	2,53	2,67	2,75	2,63	2,54
% Absorption	1,0	0,8	1,9	1,8	1,3	0,5	0,8	2,2
Densité brute granulat fin (< 5mm) BNQ 2560-065	2,66	-	2,54	-	2,67	2,73	-	-
% Absorption	1,1 ± 0,1	-	1,8 ± 0,1	-	1,5 ± 0,0	0,7 ± 0,0	-	-

5. ÉQUIPEMENTS ET PROCÉDURES EXPÉRIMENTALES

5.1 Essai d'adsorption de bleu de méthylène

La présente étude porte essentiellement sur l'essai d'adsorption de bleu de méthylène. Les différents matériaux granulaires de fondation MG-20 ont été analysés à l'aide de l'essai au bleu de méthylène conventionnel (suivant la norme «LC 21-255, *“détermination de la valeur au bleu de méthylène des sols et des granulats”* du MTQ »,) et selon l'approche développée à l'université Laval (à l'aide d'un spectrophotomètre).

5.1.1 Appareillage

La méthode du spectrophotomètre nécessite les mêmes instruments que celle de la méthode conventionnelle, en plus d'un spectrophotomètre et une centrifugeuse. Le tableau 5.1 montre l'appareillage pour les deux méthodes.

Tableau 5.1 Appareillage nécessaire pour l'essai d'adsorption de bleu de méthylène

Conventionnelle (LC 21-55 MTQ)	Spectrophotomètre
Agitateur, 400 rpm	Agitateur, 400 rpm
Béchers, 1000 ml	Béchers, 1000 ml
Tige de verre, D= 8 mm	Tige de verre, D= 8 mm
Burette, 50 ml ou 10 ml	Burette, 50 ml ou 10 ml
Papier filtre	Papier filtre
-	Centrifugeuse
-	Spectrophotomètre

Il faut noter que le papier filtre doit respecter certaines caractéristiques (être à texture moyenne et sans cèdre (moins de 0,01%), avec un grammage de 95 g/m² et une épaisseur de 0,20 mm).

5.1.2 Préparation des prises d'essai

Avant de commencer les essais d'adsorption de bleu de méthylène, tous les échantillons ont été séchés au four à une température de 110°C pendant 24 heures, ensuite les échantillons ont été passés dans des tamis ayant des ouvertures de 400 µm, 160 µm, et 80 µm. La masse de la prise d'essai est fonction de la quantité d'argile ou des particules de moins de 80 µm présentes dans l'échantillon.

Selon le tableau 5.2, pour un échantillon ayant un pourcentage de fines élevé (i.e. fraction <80 µm), il est préférable d'utiliser des petites masses (entre 5 g et 15 g), afin de ne pas avoir à injecter une très grande quantité de solution de bleu de méthylène. Pour les autres types de matériaux, à mesure que le pourcentage des fines diminue, la masse de la prise d'essai augmente (entre 25 g et 200 g). Cette situation nous permet de réaliser le dosage au bleu de méthylène avec une précision de 0,25 ml.

Tableau 5.2 Prises d'essais.

Fraction	Ms (g)
<400 μm	50
<160 μm	25
<80 μm	10

Enfin, chaque fraction de sol doit être mélangée à 100 ml d'eau déminéralisée, et par la suite être laissée dans l'eau pendant 24 h.

5.1.3 Préparation de la solution de titrage

La solution de bleu de méthylène a la même concentration (i.e. 10 g/l) pour les deux méthodes d'adsorption et doit respecter les points suivants: d'abord, il faut peser 10 g de cristaux de bleu de méthylène, lesquels ont été séchés à 110°C pendant 24 heures et laisser refroidir pendant une heure. Ensuite, il est nécessaire de chauffer un litre d'eau déminéralisé pour la préparation de la solution à 40°C afin de faciliter la dissolution des cristaux de bleu de méthylène. Finalement, on doit introduire les cristaux de bleu de méthylène et brasser pendant 30 minutes avec l'agitateur à ailettes (en prenant soin d'obtenir une vitesse d'agitation d'au moins égale à 400 tours/minute), afin que les cristaux se dissolvent bien.

À noter que la solution de bleu de méthylène doit être conservée dans un contenant étanche, afin d'éviter l'évaporation de l'eau. Elle peut être utilisée à plusieurs reprises, mais sur une période maximale d'un mois, après quoi la solution doit être changée.

5.2 Méthode conventionnelle - Norme LC-21-255

Avant de commencer l'essai, l'acidité de la suspension ou prise d'essai doit être évaluée à l'aide du papier pH. Plus l'échantillon est basique ($\text{pH} \geq 8$), plus la valeur au bleu (VB) trouvée risque d'être surestimée par rapport à la réalité. C'est le cas pour un sol peu argileux.

5.2.1 Principe de dosage

À la prise d'essai, on ajoute successivement des doses croissantes de la solution de bleu de méthylène. La figure 5.1 illustre le principe de dosage sur un des MG-20 de cette étude. Tant que le bleu de méthylène est adsorbé, il ne colore pas l'eau. On le vérifie en déposant une goutte sur le papier-filtre (à l'aide de la tige en verre) (figure 5.1.a); plus on ajoute de bleu de méthylène plus le centre de la tache est bleu vif (argile ayant adsorbé le bleu de méthylène) (figure 5.1.b et figure 5.1.c) et l'auréole de la tache reste incolore (figure 5.1.d). À partir d'une certaine dose de bleu de méthylène, l'auréole se colore elle aussi (figure 5.1.e), c'est le signe que toute l'argile a épuisé sa capacité d'adsorption. À ce moment, on actionne le chronomètre et on laisse poursuivre l'adsorption du bleu de méthylène par les particules du sol, tout en effectuant des essais de minute en minute, sans rien ajouter. Si l'auréole bleu clair disparaît dans les deux minutes (figure 5.1.f), on ajoute encore une certaine quantité de bleu de méthylène. Chaque addition doit être suivie d'essais de minute en minute. On renouvelle ces opérations jusqu'à ce que l'essai demeure positif pendant 5 minutes consécutives (figures 5.1.g à 5.1.i).

Il faut noter que pour un sol très argileux, on injecte des doses de 5 ml avec la burette jusqu'à l'apparition de l'auréole. Si l'auréole disparaît entre la deuxième et la cinquième minute, on ne rajoute alors qu'une dose de 2 ou 1 ml pour améliorer la précision du résultat. Par contre, pour un sol très peu argileux, la dose que l'on injecte successivement jusqu'au virage est de 0,5 ml, si l'auréole disparaît entre la deuxième et la cinquième minute, on ajoute 0,2 ml.

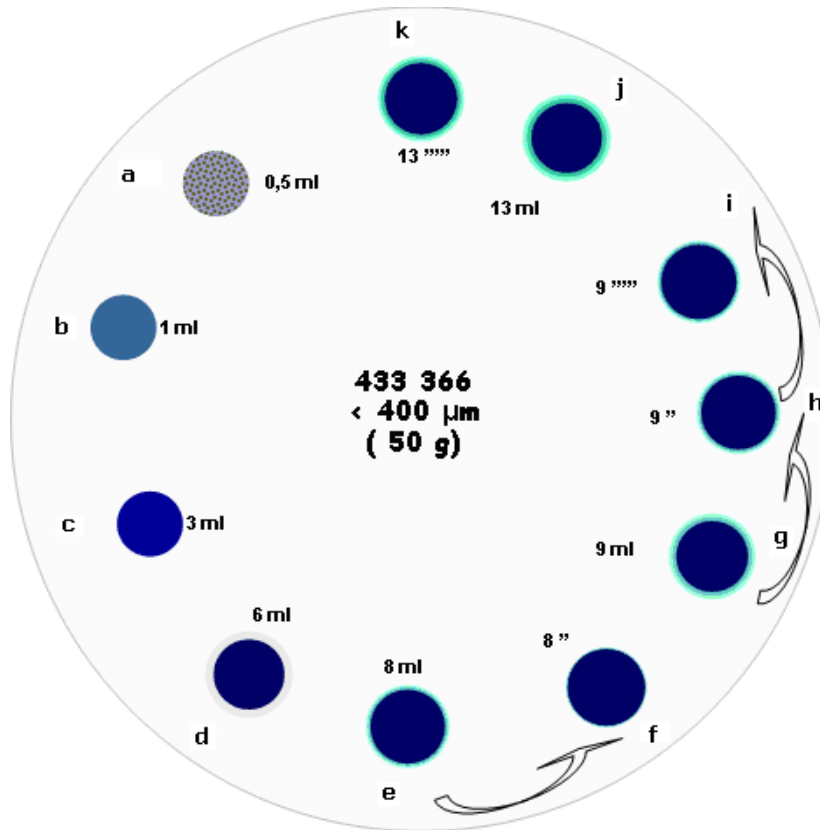


Figure 5.1 Principe de dosage – Méthode conventionnelle.

C'est au moment de la formation de l'auréole et de sa permanence sur le papier-filtre, que la méthode conventionnelle présente un premier facteur d'erreur. Cet aspect sera développé en détail au chapitre 6, section 6.1.2.

5.2.2 Détermination de la valeur au bleu (VB)

Ainsi, pour connaître la valeur au bleu (VB) de la prise d'essai, on utilise l'équation 3.3 du chapitre 3 :

$$VB = \frac{V_{BM}}{M_{sol}} \left(\frac{ml}{g} \right) \quad (3.3)$$

Où : V_{BM} est la quantité de bleu de méthylène adsorbé (ml) et M_{sol} , masse sèche de la prise d'essai (g).

5.3 Méthode au spectrophotomètre

Cette méthode est semblable à la méthode d'essai conventionnel. Dans cette méthode, un spectrophotomètre est employé pour déterminer la quantité de bleu de méthylène en passant par la détermination de l'absorbance. La méthode du spectrophotomètre a été réalisée afin d'éliminer plusieurs facteurs d'erreur que l'on retrouvait avec la méthode conventionnelle, lesquels seront exposés plus tard.

5.3.1 La procédure d'essai

La détermination de la valeur au bleu par la méthode au spectrophotomètre nécessite l'utilisation d'environ 7 béchers par fraction de chaque échantillon avec différentes concentrations de bleu de méthylène. La procédure d'essai par bécher est décrite comme suit: La solution de bleu de méthylène est ajoutée dans la suspension de sol; cette dernière est mélangée continuellement pendant 15 minutes avec un agitateur à ailettes (en prenant soin d'obtenir une vitesse d'agitation d'au moins égale à 400 tours/minute). À la fin de l'agitation, on doit laisser reposer la solution de 1 à 2 minutes pour permettre aux grosses particules de sédimenter. On prélève par la suite le liquide de la surface avec une pipette pour remplir des petits tubes insérés dans la centrifugeuse. On centrifuge pendant 5 minutes à haute vitesse (13 g). Finalement, on prend le liquide surnageant dans les tubes de centrifugeuse (qui conserve la concentration rémanente de bleu de méthylène) et on détermine son absorbance au spectrophotomètre pour une longueur d'onde de 664 nm. On répète la même procédure pour les autres béchers. Ainsi la valeur au bleu au spectrophotomètre (VB_s) sera déduite de la courbe de titration. La méthode pour obtenir cette dernière est décrite à la section 5.3.2 à l'aide de la figure 5.4.

Il faut signaler que pendant les 15 minutes d'agitation de l'ensemble de la prise d'essai et la solution de bleu de méthylène, on a prélevé une goutte de cette suspension aux intervalles de temps de 5, 10 et 15 minutes, ces gouttes ont été déposées sur le papier filtre, afin de comparer les taches ainsi formées, avec la procédure de la méthode conventionnelle.

5.3.2 Détermination de la courbe d'adsorption

La procédure de détermination de la courbe de titration est divisée en deux étapes à savoir :

La première étape est la détermination du point de saturation : Il faut noter que l'essai au spectrophotomètre doit commencer par un point de référence (i.e. point de saturation), afin d'obtenir la courbe de titration. Pour avoir une première approximation de l'adsorption de l'échantillon, on s'est servi du papier filtre. On ajoute à la prise d'essai placée dans un premier bécher, du titrant jusqu'à l'obtention sur le papier filtre d'une auréole visible. La solution obtenue à la fin de cette première étape n'est pas prise en considération dans le traçage de la courbe de titration car le temps de brassage est difficile à estimer. À noter que le temps de brassage est un facteur à considérer lorsque la méthode au spectrophotomètre est utilisée.

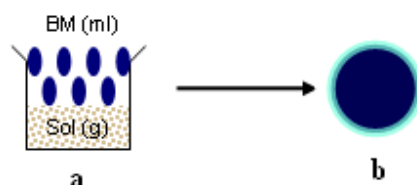


Figure 5.2 Détermination du point de saturation – Méthode du spectrophotomètre.

La deuxième étape porte sur les mesures au spectrophotomètre. On place ensuite un deuxième bécher sur l'agitateur avec la quantité de titrant trouvée à la première étape. Après quelques minutes d'agitation, le titrage peut alors commencer comme il a été décrit précédemment à la section 5.3.1. D'après des études préliminaires effectuées dans le laboratoire de géotechnique de l'Université Laval, l'absorbance obtenue doit être inférieure à 1,0 (figure 5.3.a). Le cas échéant (absorbance >1), il est recommandé de répéter le procédé tout en diminuant la quantité de titrant dans le bécher.

Dans un troisième bécher, on ajoute 0,5 à 1 ml de titrant et on détermine l'absorbance. Le point trouvé sera considéré comme étant un niveau de base (figure 5.3.b).

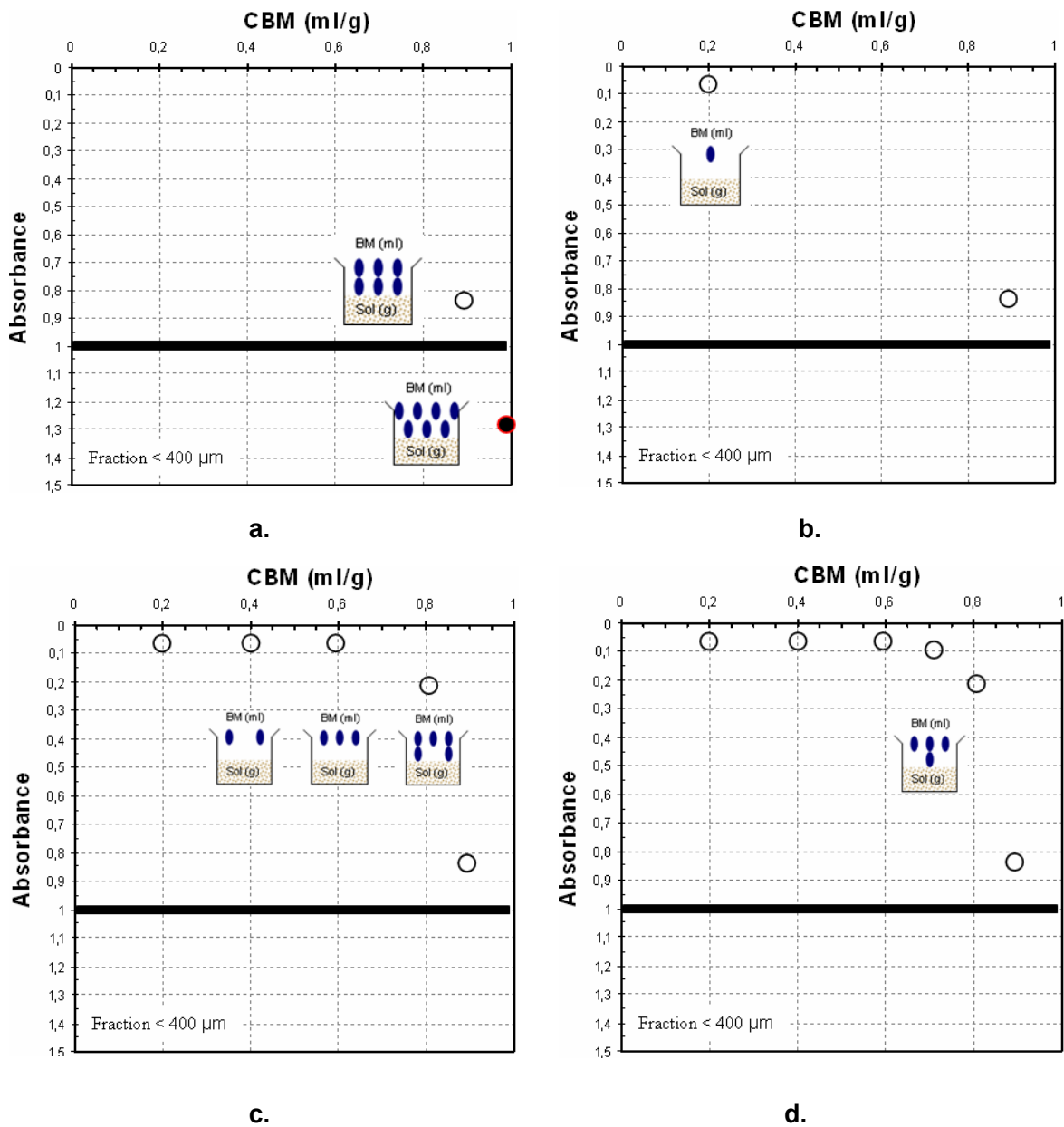


Figure 5.3 Obtention de la courbe d'adsorption – Méthode du spectrophotomètre.

À partir des deux points trouvés, on doit diviser l'intervalle formé par ces deux points en quatre petits intervalles égaux. On utilise trois autres béchers dans lesquels les niveaux de titrant correspondent aux bornes des quatre intervalles trouvés (figure 5.3.c). On répète la même procédure pour ces trois béchers. Finalement, pour mieux définir la courbe entre les deux points où se produit la cassure ou le changement de pente, on peut utiliser le septième bécher (figure 5.3.d).

5.3.3 Détermination de la valeur au bleu (VB_S)

La valeur au bleu à l'aide du spectrophotomètre VB_S , correspond à la concentration de bleu de méthylène (CBM) où se présente le premier changement de la pente dans la courbe de titration, tel que montré à la figure 5.4. Cette CBM correspond au point où tout le sol a épuisé sa capacité d'adsorption du fait que le remplacement entre les cations d'argile facilement échangeables et les cations libérés par le bleu de méthylène pendant sa décomposition dans l'eau a été complété. De plus, ce point devrait correspondre à l'état final de l'essai du papier filtre (Hang et Brindley, 1970).

On a remarqué la présence d'un petit film bleu sur la surface de l'eau même après la centrifugation, pendant les nombreux essais effectués. Il faut faire bien attention de ne pas prélever ce film. Ce film influence les valeurs et la qualité des résultats.

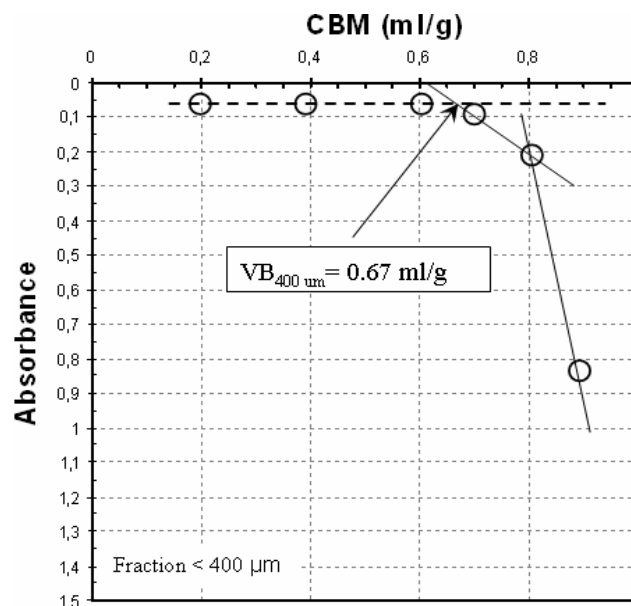


Figure 5.4 Détermination de la valeur au bleu – Méthode du spectrophotomètre.

6. ESSAIS SUR MATÉRIAUX GRANULAIRES À L'ETUDE

Selon la méthode d'essai LC 21-255, l'essai au bleu de méthylène est effectué sur la fraction des matériaux passant le tamis de 400 µm. Dans le cadre du présent projet, l'essai sera effectué sur les trois fractions composant le passant 400 µm, soit sur la fraction passant le tamis de 400 µm, la fraction passant le tamis de 160 µm et sur la fraction passant le tamis de 80 µm.

Parallèlement, l'essai de détermination de la valeur au bleu sera repris pour tous les échantillons selon une nouvelle approche développée à l'Université Laval, qui fait appel à l'utilisation d'un spectrophotomètre, pour valider les valeurs au bleu obtenues à partir de la méthode conventionnelle.

6.1 Valeur au bleu par la méthode conventionnelle

Des essais d'adsorption de bleu de méthylène par la méthode conventionnelle ont été réalisés sur huit MG-20, afin de comparer les déterminations de la valeur au bleu par cette méthode et celle de la méthode du spectrophotomètre. À noter que selon les critères établis par le ministère des Transports du Québec (norme LC 21-255), un MG-20 est acceptable si la valeur au bleu pour les particules passant le tamis 400 µm est inférieure à 0,2 ml/g ($VB_{<400\mu m} < 0,2 \text{ ml/g}$). Également, il faut noter que les MG-20 de cette étude sont des matériaux granulaires de fondation routière contenant de 3 à 7% de fines de différentes origines.

6.1.1 Résultats

Le tableau 6.1 présente les résultats de détermination de la valeur au bleu par la méthode conventionnelle des MG-20 étudiés. On peut voir l'influence de la taille des particules sur la valeur au bleu du papier filtre, VB_{PF} . Plus la taille de particules augmente, plus la valeur VB_{PF} diminue. Ces résultats sont en accord avec la littérature exposée au chapitre 3.

Tableau 6.1 Valeur au bleu des MG-20 selon la méthode conventionnelle (VB_{PF}).

Échantillon	VB_{PF} (ml/g)		
	<80 µm	<160 µm	<400 µm
495 003	0,95	0,88	0,64
433 366	0,70	0,60	0,45
488 898	0,55	0,33	0,20
260 942	0,30	0,22	0,13
380 160	0,35	0,32	0,18
463 437	0,20	0,12	0,07
433 374	0,25	0,14	0,07
331 232	0,15	0,10	0,06

La figure 6.1 illustre la relation entre la valeur au bleu et le pourcentage des fines inférieures à 80 μm pour trois fractions différentes (<400 μm , <160 μm et <80 μm). À noter que les valeurs de l'axe des abscisses correspondent au rapport entre le pourcentage de particules passant le tamis 80 μm et le pourcentage passant le tamis de chaque fraction analysée, tel que montré ci-dessous.

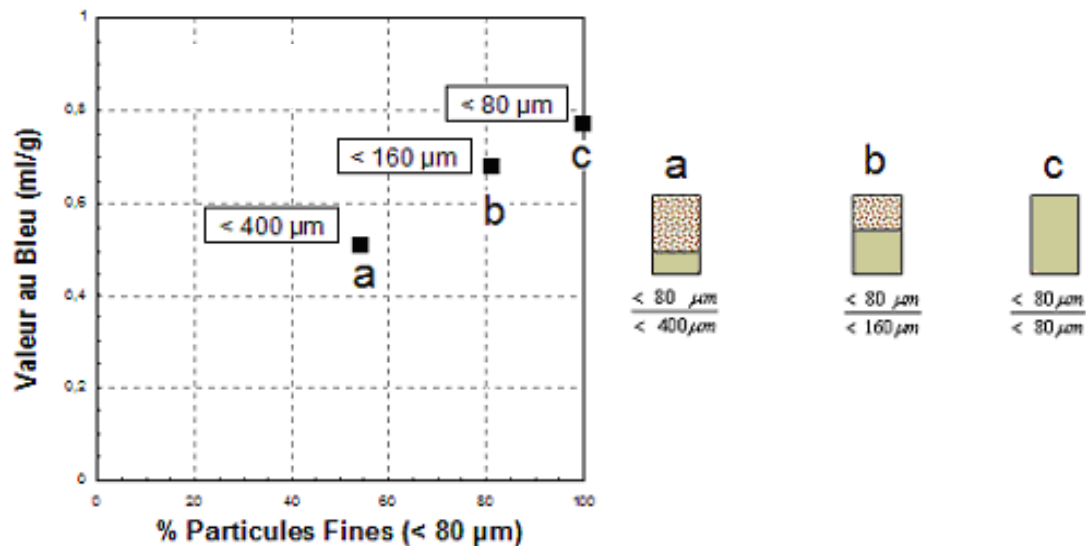


Figure 6.1 Relation entre la valeur au bleu et le pourcentage relatif des fines inférieures à 80 μm pour trois fractions différentes (<400 μm , <160 μm et <80 μm).

Également, la figure 6.2 présente la valeur au bleu par la méthode du papier filtre (VB_{PF}) en fonction du pourcentage de particules fines (<80 μm) pour l'ensemble des MG-20 étudiés. D'abord, on peut observer que la valeur VB_{PF} augmente lorsque le pourcentage relatif de particules fines (<80 μm) augmente. Ensuite, on peut aussi observer que pour un même pourcentage de particules fines (<80 μm) la valeur VB_{PF} des MG-20 varie sur une plage relativement importante.

D'autre part, les résultats de la valeur au bleu pour les particules passant le tamis 400 μm ($VB_{<400 \mu\text{m}}$) des MG-20 pour deux laboratoires différents sont présentés au tableau 6.2. On peut observer que pour tous les matériaux, la valeur au bleu mesurée par le ministère des Transports du Québec (VB_{MTQ}) est différente de celle mesurée dans cette étude. En fait, les valeurs VB_{MTQ} sont plus élevées que celles de $VB_{\text{cette étude}}$ réalisées ici (excepté pour le matériau 495 003). On peut également observer que presque pour tous les matériaux, les valeurs VB_{MTQ} dépassent l'exigence du ministère des Transports du Québec alors que presque toutes les valeurs $VB_{\text{cette étude}}$ se situent dans l'intervalle des valeurs exigées par le ministère des Transports du Québec. Ces différences ne sont pas surprenantes, puisqu'il a été mentionné dans la littérature que le seuil d'apparition de l'auréole est influencé par l'appréciation du laborantin réalisant l'essai. Voilà pourquoi la méthode du papier filtre manque de précision.

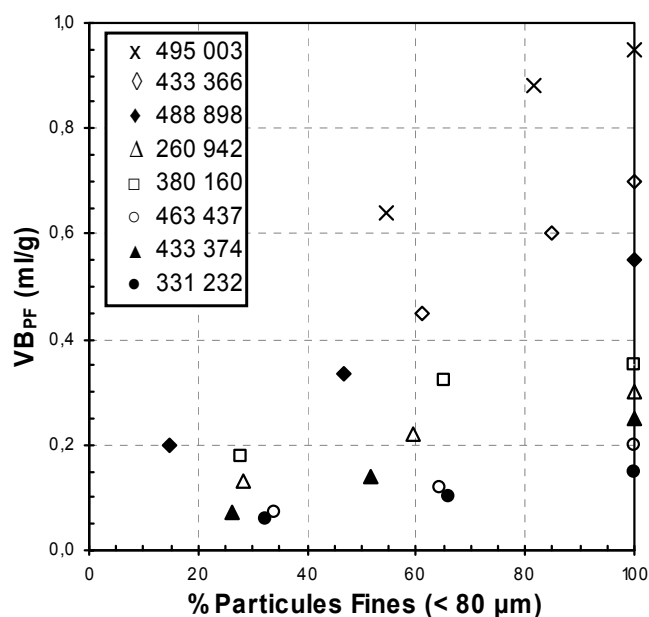


Figure 6.2 Relation entre la valeur au bleu du papier filtre et le pourcentage relatif des fines inférieures à 80 µm pour trois fractions différentes (<400 µm, <160 µm et <80 µm) des MG-20 étudiées.

Tableau 6.2 Valeur au bleu des particules inférieures à 400 µm des MG-20 à partir de la méthode conventionnelle et pour deux laboratoires différents.

Échantillon	VB _{<400 µm} (ml/g)	
	MTQ	cette étude
495 003	0,64	0,64
433 366	0,59	0,45
488 898	0,30	0,20
260 942	0,24	0,13
380 160	0,32	0,18
463 437	0,30	0,07
433 374	0,14	0,07
331 232	0,10	0,06

Norme LC 21-255 (MTQ)

6.1.2 Problèmes de précision

C'est au moment de la formation de l'auréole et de sa permanence sur le papier-filtre, que la méthode conventionnelle présente un premier facteur d'erreur. En fait, l'application de la méthode conventionnelle exige la détermination subjective d'un anneau bleu-clair, laquelle change d'un opérateur à un autre.

À titre d'exemple, le tableau 6.3 présente la valeur au bleu pour les particules passant le tamis 400 μm ($\text{VB}_{<400\ \mu\text{m}}$) calculée pour deux quantités différentes de bleu de méthylène, 9 ml et 11 ml, lorsque des essais par la méthode conventionnelle ont été effectués sur le MG-20 « 380 160 ». À noter que l'auréole de la tache, est visible encore après la cinquième minute dans les deux cas. Ainsi, on peut voir que, pour le premier cas de 9 ml, le MG-20 est acceptable comme matériau de fondation du fait que la valeur $\text{VB}_{<400\ \mu\text{m}}$ est inférieure à 0,2 ml/g, tel que la norme NQ 2560-114 l'exige. Tandis que pour le deuxième cas de 11 ml, le MG-20 est hors de la norme car la valeur $\text{VB}_{<400\ \mu\text{m}}$ est supérieure à 0,2 ml/g. Il peut arriver que le sol soit rejeté. Ce qui précède met en évidence que la valeur au bleu du papier filtre (VB_{PF}) d'un sol donné n'est pas constante. De plus, les variations quant à l'appréciation de l'auréole par un individu peuvent surestimer ou même sous-estimer la capacité d'adsorption d'un matériau.

Tableau 6.3 Valeur au bleu des particules inférieures à 400 μm ($\text{VB}_{\text{PF } <400\ \mu\text{m}}$) calculées pour deux quantités différentes de bleu de méthylène adsorbé sur un même matériau.

M_{sol} (g)	Bleu de Méthylène ajouté (ml)	$\text{VB}_{<400\ \mu\text{m}}$ (ml/g)
50	9	0,18
50	11	0,22

6.2 Valeur au bleu par la méthode du spectrophotomètre

Des essais d'adsorption de bleu de méthylène selon l'approche développée à l'Université Laval à l'aide d'un spectrophotomètre ont également été effectués afin de déterminer la valeur au bleu sur trois fractions différentes des huit matériaux étudiés.

6.2.1 Résultats

Les courbes d'adsorption du bleu de méthylène pour les trois fractions d'un MG-20 identifié comme « 495 003 » sont présentées à la figure 6.3. Celle-ci illustre la variation de l'absorbance à mesure que la concentration de bleu de méthylène (CBM) augmente. Il est facile d'observer que les trois fractions présentent un comportement type décrit à la section 5.3.3. Cependant, il est aussi possible de voir que la courbe d'adsorption se déplace vers la droite lorsque la taille des particules diminue.

L'analyse pour déterminer la valeur au bleu par la méthode du spectrophotomètre (VB_S) sur les trois fractions d'un MG-20 identifié « 495003 » est présentée à la figure 6.4.

Le tableau 6.4 résume la valeur au bleu par la méthode au spectrophotomètre, VB_S , pour les trois fractions différentes de l'ensemble des MG-20 étudiés. On peut remarquer l'influence de la taille des particules sur la valeur VB_S . Plus la taille des particules augmente, plus la valeur VB_S diminue.

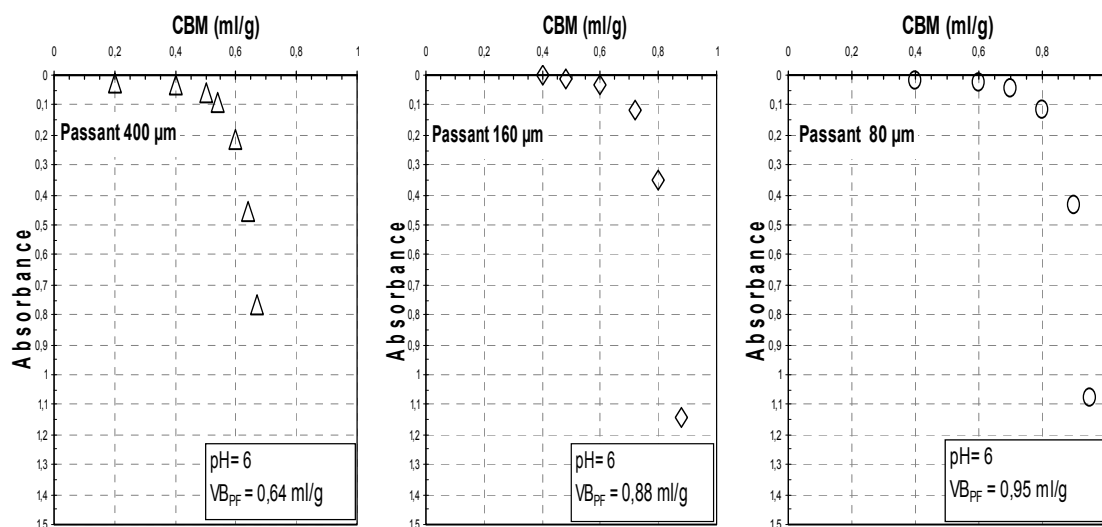


Figure 6.3 Courbes d'adsorption du bleu de méthylène pour trois fractions du MG-20 « 495 003 » - Analyse au spectrophotomètre.

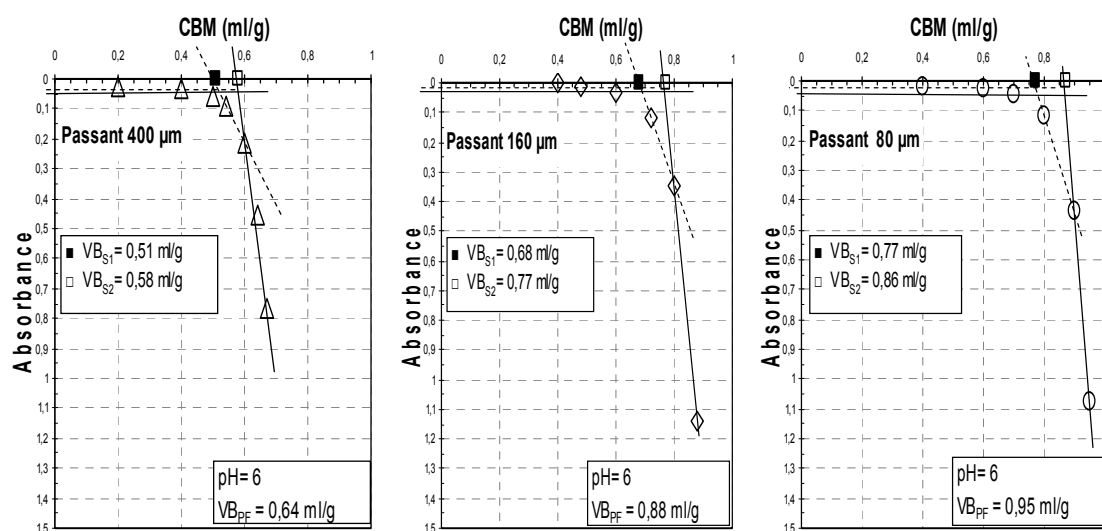


Figure 6.4 Détermination de la valeur au bleu des trois fractions du MG-20 « 495 003 » - Analyse au spectrophotomètre.

Dans le même sens, la figure 6.5 présente la relation entre la valeur au bleu par la méthode au spectrophotomètre (VB_S) et le pourcentage des fines inférieures à 80 µm pour trois fractions différentes (<400 µm, <160 µm et <80 µm). D'abord, on peut observer que la valeur VB_S augmente lorsque le pourcentage de particules fines (<80 µm) augmente. Ensuite, on peut aussi observer que pour un même pourcentage de particules fines (<80 µm) la valeur VB_S des MG-20 varie sur une plage relativement importante. À noter que des observations similaires ont déjà été avancées par la méthode d'adsorption conventionnelle.

Tableau 6.4 Valeur au bleu des MG-20 à partir de la méthode spectrophotomètre (VB_s).

Échantillon	VB_s (ml/g)		
	<80 μ m	<160 μ m	<400 μ m
495 003	0,77	0,68	0,51
433 366	0,68	0,53	0,42
488 898	0,32	0,22	0,11
260 942	0,28	0,21	0,13
380 160	0,24	0,17	0,13
463 437	0,22	0,14	0,12
433 374	0,18	0,11	0,06
331 232	0,09	0,06	0,03

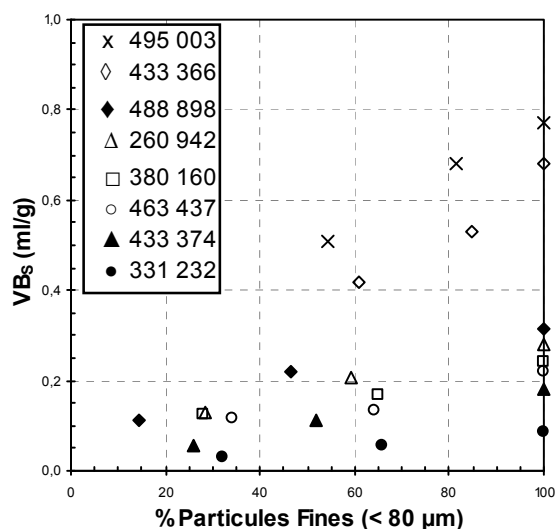


Figure 6.5 Relation entre la valeur au bleu au spectrophotomètre et le pourcentage relatif des fines inférieures à 80 μ m pour trois fractions différentes (<400 μ m, <160 μ m et <80 μ m) des MG-20 étudiées.

6.3 Comparaison de résultats des méthodes de détermination de la valeur au bleu

La figure 6.6 présente la relation entre la valeur au bleu déterminée par la méthode conventionnelle et celle déterminée à l'aide du spectrophotomètre pour les différentes fractions des matériaux étudiés. Sur cette figure on remarque que les deux méthodes présentent des résultats de valeur au bleu semblables puisque les corrélations pour les différentes fractions des sols sont très élevées ($r^2 = 0,91$ ou $r^2 = 0,96$). Ces résultats ne sont pas incohérents, car les deux méthodes emploient le même composé cationique, le bleu de méthylène. Cependant, il est

également remarquable que la valeur au bleu du papier filtre (VB_{PF}) soit généralement supérieure à la valeur au bleu du spectrophotomètre, VB_S .

Également, sur la figure 6.7, on présente les mesures de la valeur au bleu obtenues pour deux échantillons représentatifs de tout l'ensemble des MG-20 étudiés. Les courbes supérieures sont relatives à un matériau provenant d'une roche calcaire, tandis que les courbes inférieures sont relatives à un matériau provenant d'une roche granitique (voir composition minéralogique, tableau 7.3). On retrouve sur cette figure les mêmes résultats que la figure précédente à savoir que les valeurs au bleu du papier filtre (VB_{PF}) sont supérieures aux valeurs au bleu du spectrophotomètre (VB_S).

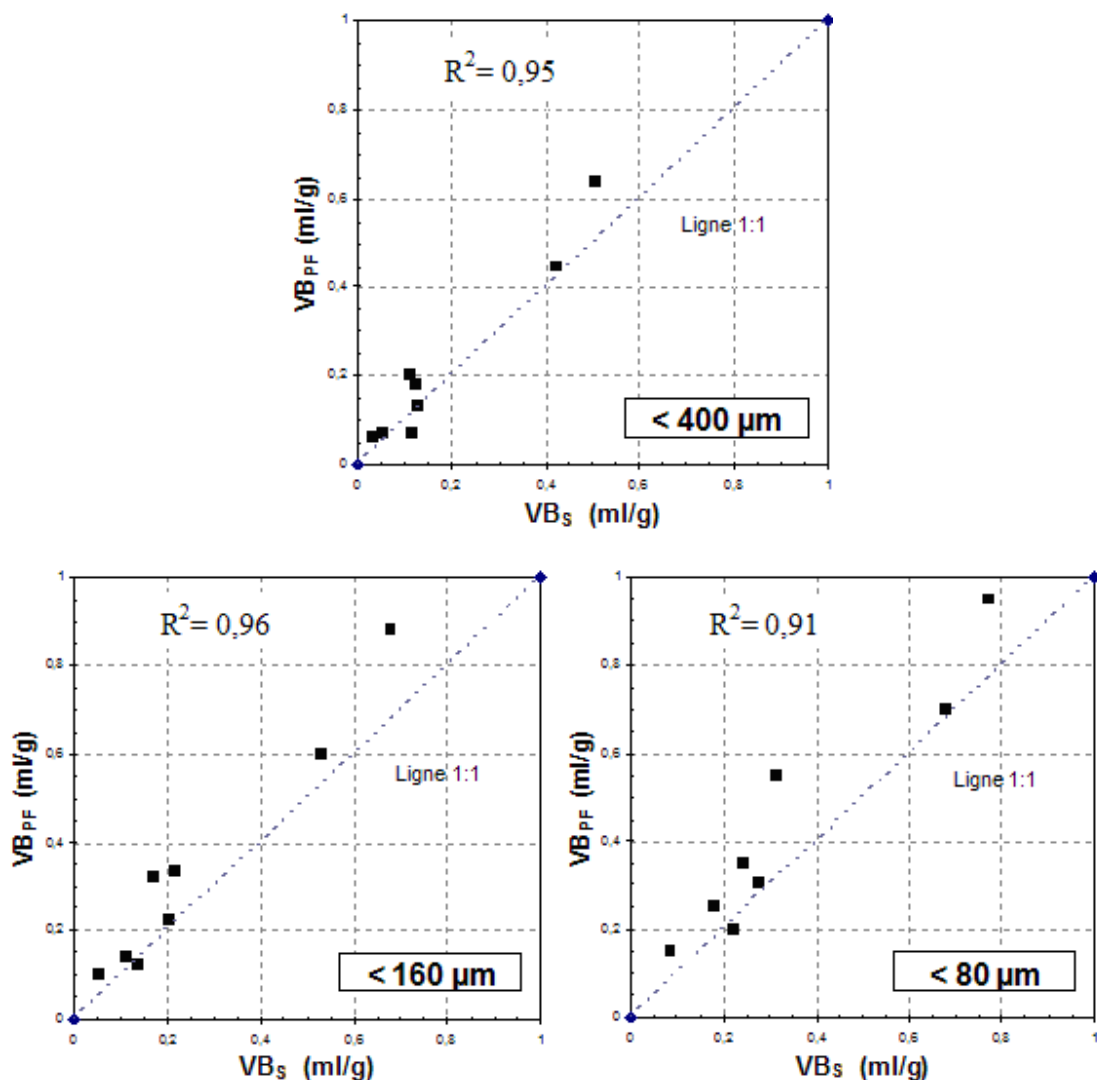


Figure 6.6 Relation entre les méthodes de détermination de la valeur au bleu pour les différentes fractions de sol des MG-20.

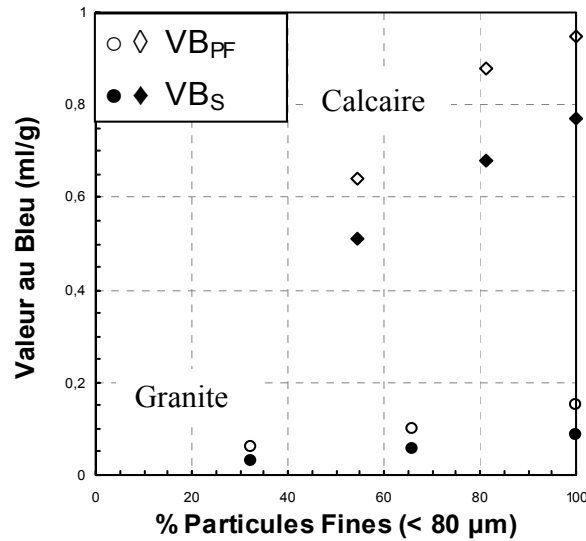


Figure 6.7 Comparaison entre les méthodes de détermination de la valeur au bleu pour les différentes fractions des MG-20.

On considère que les valeurs au bleu du spectrophotomètre **VB_S** sont plus adéquates que les valeurs au bleu du papier-filtre **VB_{PF}** du fait que la procédure utilisée pour l'obtention de ces valeurs est la plus objective.

6.4 Détermination de la surface spécifique **S_s** à partir de la valeur au bleu

Ainsi, à la section 6.2, on a déterminé que les valeurs au bleu du spectrophotomètre **VB_S** sont plus adéquates que les valeurs au bleu du papier-filtre **VB_{PF}** du fait que la procédure utilisée est plus objective, puisque, la méthode du spectrophotomètre permet d'éliminer plusieurs facteurs d'erreur que l'on retrouvait avec la méthode conventionnelle. Les valeurs **VB_S** seront donc à la base des analyses à venir.

Il a également été exposé qu'à l'aide des valeurs au bleu et d'un facteur de conversion (voir équation 3.4, section 3.3.3) il est possible de calculer les surfaces spécifiques. Le tableau 6.5 résume les résultats de surface spécifique des trois fractions obtenus pour les différents MG-20 étudiés. Les valeurs varient de 0,63 à 10,71 m²/g pour les particules <400 µm, de 1,26 à 14,28 m²/g pour les particules <160 µm et de 1,89 à 16,17 m²/g pour les particules plus petites que 80 µm. Il est à signaler que la surface spécifique a également servi à établir des corrélations avec le potentiel de ségrégation, **SP_o** (chapitre 7).

D'après les résultats montrés sur le tableau 6.5, on peut conclure que la grosseur des grains va influencer la surface spécifique. Cette dernière devient plus importante lorsque la dimension des grains est plus petite.

Cependant, non seulement la grosseur des grains influence la surface spécifique, mais également la quantité des particules fines dans le matériau, la composition minéralogique, la forme et l'état de surface de particules, tel qu'avancé par plusieurs auteurs à la section 3.2.

Tableau 6.5 Surface spécifique des MG-20 à partir de la méthode du spectrophotomètre.

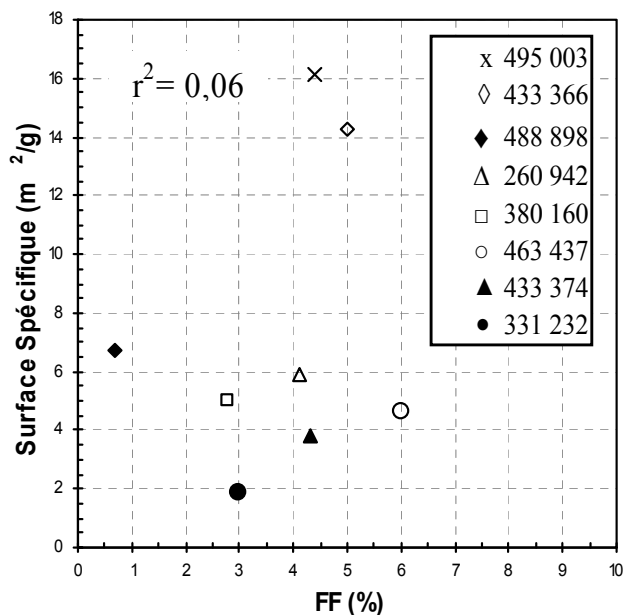
Échantillon	S _s (m ² /g)		
	<80 µm	<160 µm	<400 µm
495 003	16,17	14,28	10,71
433 366	14,28	11,13	8,82
488 898	6,72	4,62	2,31
260 942	5,88	4,41	2,73
380 160	5,04	3,57	2,73
463 437	4,62	2,94	2,52
433 374	3,78	2,31	1,26
331 232	1,89	1,26	0,63

En général, si on compare le pourcentage des particules passant le tamis 80 µm (i.e. la fraction fine, FF) par rapport à la surface spécifique, on devrait espérer que la surface spécifique croît avec le pourcentage de la fraction fine, FF. Néanmoins, les résultats issus de ce travail (figure 6.8), ainsi que ceux présentés par Locat et al. (1984); Peterson et al. (1996); Yukselen (2006) montrent que de telles corrélations ne sont pas valides ($r^2 < 0,06$). Cette faible corrélation entre la surface spécifique et le pourcentage de la fraction fine (FF%) peut être en partie expliquée par l'influence du type de minéral argileux et sa proportion par rapport à la masse totale de chaque matériau. Il a déjà été avancé que ces derniers sont des facteurs qui influencent la surface spécifique des sols. Voilà pourquoi, il n'y a pas de relation unique entre la surface spécifique des particules passant le tamis 80 µm ($S_{s < 80 \mu m}$) et le pourcentage de la fraction fine (FF%) (Yukselen, 2006).

Voyons le cas de l'influence de la proportion des minéraux argileux par rapport à la masse totale : l'évolution de la surface spécifique des différents matériaux étudiés en fonction du pourcentage des fines inférieures à 80 µm, pour trois fractions différentes (<400 µm, <160 µm et <80 µm) est montrée sur la figure 6.9.

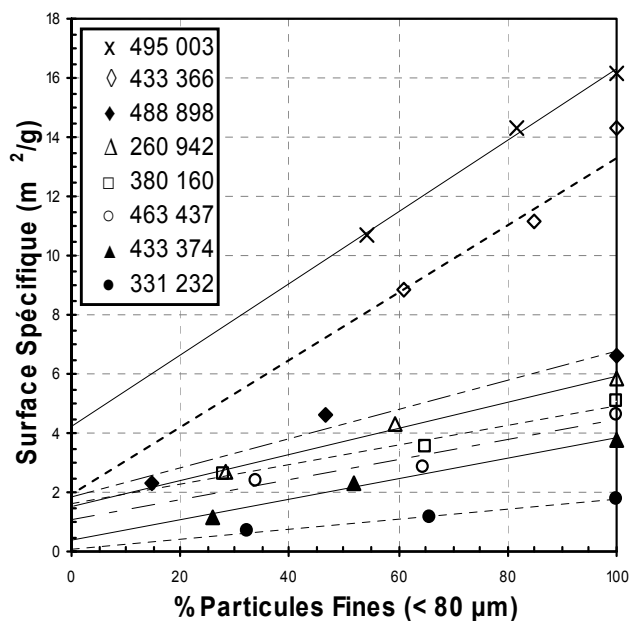
Sur la figure 6.9, on peut observer que plus le pourcentage relatif des particules (<80 µm) est élevé, plus la surface spécifique est élevée. Cette variation est linéaire et présente des coefficients de corrélation très élevés ($r^2 > 0,91$) à l'exception du matériau 433 366 ($r^2 = 0,74$) composé de calcaire et dont la détermination de la valeur au bleu a toujours été problématique (les résultats présentaient de fortes variations, au point que le ministère des Transports du Québec n'exige plus la détermination de la valeur au bleu pour un matériau provenant de carrières (mentionnons que la majorité des carrières au Québec sont des carrières de calcaire). Des observations similaires ont déjà été avancées dans plusieurs études antérieures (Locat et al., 1984; Peterson et al., 1996; Konrad, 1999; Yukselen, 2006).

Ainsi, la composition minéralogique des MG-20 peut également être déduite de manière qualitative avec la figure 6.9. En fait, les matériaux ayant une valeur de surface spécifique élevée (i.e. $S_{s < 80 \mu m} > 12 \text{ m}^2/\text{g}$) correspondent aux matériaux provenant des roches calcaires alors que, les matériaux ayant une valeur de surface spécifique faible (i.e. $S_{s < 80 \mu m} < 7 \text{ m}^2/\text{g}$) correspondent aux matériaux provenant des roches granitiques (tableau 7.3 Composition minéralogique). L'influence du type de minéraux argileux sur la surface spécifique a été également avancée dans diverses études antérieures.



Matériau	FF (%)	$S_s < 80\mu m$ (m ² /g)
495 003	4,4	16,17
433 366	5,0	14,28
488 898	0,7	6,72
260 942	4,1	5,88
380 160	2,8	5,04
463 437	6,0	4,62
433 374	4,3	3,78
331 232	3,0	1,89

Figure 6.8 Surface spécifique des particules fines (<80 μm) en fonction du pourcentage passant le tamis 80 μm .



Matériau	r^2	Ordonnée à l'origine
495 003	0,99	4,2
433 366	0,74	2,0
488 898	0,97	1,9
260 942	0,99	1,55
380 160	0,91	1,6
463 437	0,99	1,1
433 374	0,98	0,5
331 232	0,99	0,0

Figure 6.9 Surface spécifique des MG-20 en fonction du pourcentage relatif des fines inférieures à 80 μm .

Finalement, on peut observer aussi sur la figure 6.9 que les droites caractérisant la relation entre la surface spécifique et le pourcentage relatif de particules fines <80 μm des MG-20 recoupent l'axe des ordonnées en différents points, certaines passant par l'origine alors que d'autres ont des ordonnées à l'origine positives. Le matériau 495 003 est caractérisé par une ordonnée à l'origine de 4,5 m²/g alors que le matériau 433 366 a une valeur de la surface spécifique à l'origine de 2 m²/g, de même que l'échantillon 488 898.

7. ANALYSE DES RESULTATS

D'après les résultats des essais d'adsorption de bleu de méthylène effectués sur les MG-20 à l'étude, il est important de souligner le fait que la relation entre la surface spécifique et le pourcentage relatif de particules fines $<80\mu\text{m}$ des MG-20 est linéaire avec une ordonnée à l'origine qui varie selon le type de matériau granulaire. Deux hypothèses peuvent expliquer de tels comportements : la première hypothèse fait appel au degré «d'argilosité» de chaque matériau, suggérant que plus la quantité de minéraux argileux dans l'échantillon est importante plus la valeur de l'ordonnée à l'origine est élevée. La deuxième hypothèse est reliée à l'état d'altération ou d'endommagement des grains composant les MG-20, suggérant que plus le degré d'altération du matériau est important plus la valeur de l'ordonnée à l'origine est élevée.

Des relations similaires ont été observées pour des tills utilisés pour la construction de noyau de barrages en remblai. L'analyse des données recueillies sur les tills dans le cadre d'une autre étude permet de mieux comprendre les conséquences des résultats obtenus sur les MG-20, surtout en ce qui concerne la gélivité de ces matériaux. Les tills étudiés sont identifiés comme le till de Caniapiscou et le till de Péribonka.

7.1 Cas de tills d'origine glaciaire

7.1.1 Essais d'adsorption de bleu de méthylène sur des tills glaciaires

La figure 7.1 montre la relation entre la surface spécifique et le pourcentage relatif des fines inférieures à $80\mu\text{m}$ pour trois fractions différentes ($<400\mu\text{m}$, $<160\mu\text{m}$ et $<80\mu\text{m}$) des deux tills étudiés. Pour le till de Caniapiscou, l'ordonnée à l'origine est égale à $9\text{ m}^2/\text{g}$ alors que pour le till de Péribonka, l'ordonnée à l'origine est plus faible et vaut $0,6\text{ m}^2/\text{g}$. Les résultats de l'essai au bleu indiquent également que la valeur au bleu de la fraction passant $400\mu\text{m}$ est 0,5 pour le till de Caniapiscou et 0,26 pour le till de Péribonka. Des essais de diffraction des rayons X et des essais au Microscope à Balayage Électronique ont été réalisés afin d'obtenir des informations sur la nature et la quantité de minéraux qui sont présents dans ces deux tills.

7.1.2 Essai de diffraction des rayons-X

L'analyse a été obtenue sur les particules passant le tamis $400\mu\text{m}$. Les matériaux ont été séchés d'avance à 110°C pendant 24 heures. Après séchage et tamisage, les échantillons de till ont été broyés dans un mortier en agate. Les deux échantillons choisis, ont été analysés par diffraction des rayons-X.

L'annexe 2 présente les diffractogrammes pour le till de Caniapiscou et pour le till de Péribonka. Certains pics des spectres ont été identifiés comme minéraux. On note la présence de l'albite et du microcline, de la famille des feldspaths; également, on note la présence du quartz. De plus, on remarque que les minéraux silicatés non argileux (feldspaths, quartz) dominent la composition du sol des deux tills ($\approx 90\%$), ces deux minéraux se trouvant notamment au sein de la famille des tectosilicates. La phlogopite et l'illite, membres du groupe des micas, le clinocllore, membre du groupe des chlorites, ainsi que les amphiboles sont présentes sur les échantillons de Caniapiscou et Péribonka en très faible quantité ($\approx 10\%$). À noter que les micas sont des minéraux importants dans la famille des phyllosilicates (i.e. minéraux sous forme lamellaire) car ceux-ci ont des surfaces spécifiques très élevées.

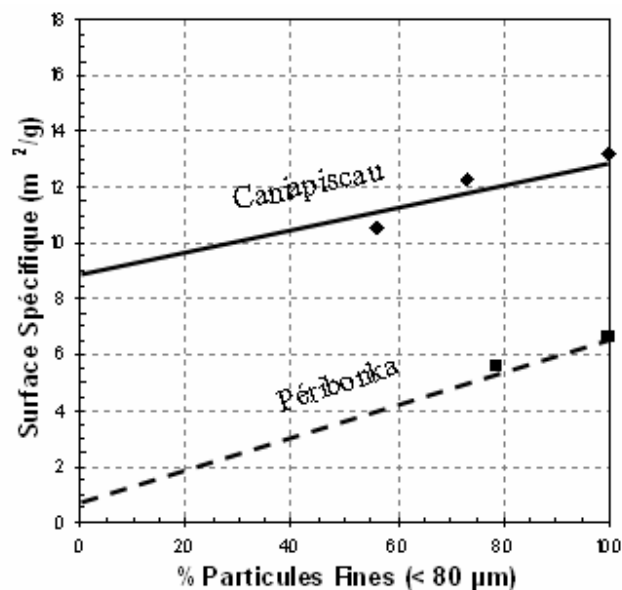


Figure 7.1 Surface spécifique des tills en fonction du pourcentage relatif des fines inférieures à 80 µm.

D'après ces résultats, on peut conclure que les deux échantillons de till proviennent des roches granitiques. L'unique différence consiste en la présence de mica de manière plus accentuée à Caniapiscau qu'à Péribonka. Toutefois, le mica n'est présent dans les deux tills qu'en très faible proportion.

7.1.3 Essai au Microscope à Balayage Électronique (MEB)

Afin d'obtenir des informations sur la forme et l'état de surface des grains, des essais au MEB ont également été effectués. L'évaluation a été obtenue pour chaque till et les fractions analysées correspondent aux particules passant le tamis 400 µm et retenues sur le tamis 160 µm, ainsi que sur les particules passant le tamis 80 µm.

Sur des photos au MEB, on a mis en évidence l'existence de porosité intragranulaire, des surfaces rugueuses et des fissures, qui sont tous des facteurs conduisant à la surestimation de la surface spécifique réelle du sol comme il a été avancé dans la section traitant de la revue des connaissances. Sur la figure 7.2, on peut remarquer que le pourcentage d'endommagement des grains est beaucoup plus important pour le till de Caniapiscau que pour le till de Péribonka. Dans les fractions fines des tills, tel que montré sur la figure 7.3, l'endommagement des particules est moindre mais les surfaces peuvent être rugueuses.

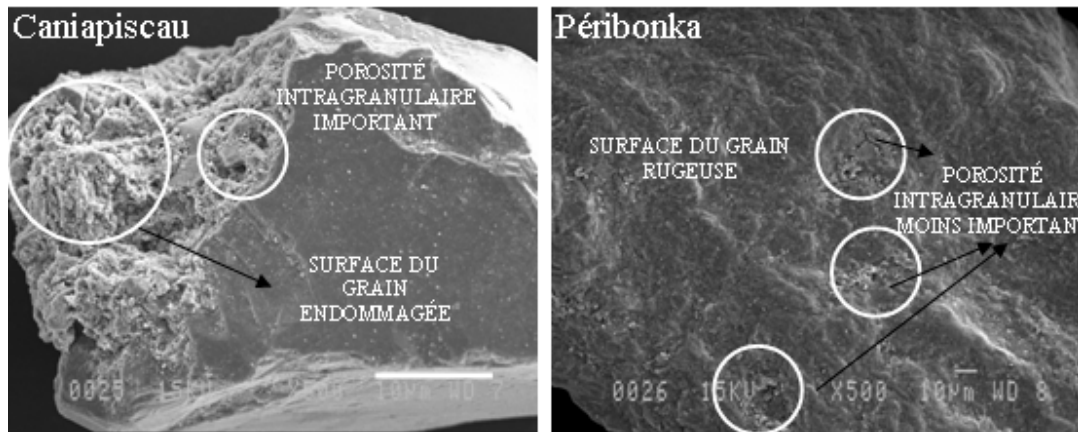


Figure 7.2 Image au MEB des grains de till, fraction <400 et ≥ 160 μm .

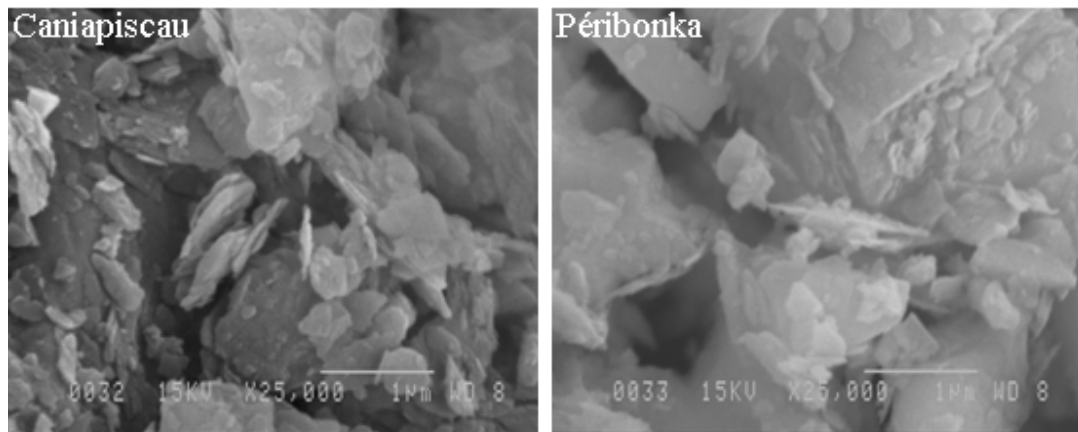


Figure 7.3 Image au MEB des grains de till, fraction <80 μm .

Une analyse chimique qualitative et élémentaire des grains a été obtenue à partir de la microscopie électronique à balayage. Les deux tills à l'étude sont composés principalement de silicium (Si) et d'aluminium (Al), avec des petites traces de magnésium (Mg), sodium (Na) potassium (K) et fer (Fe), ceux-ci sont des éléments chimiques caractéristiques des feldspaths (figures 7.4 et 7.5).

En accord avec les résultats des essais de diffraction des rayons X, on peut conclure que les tills étudiés proviennent des pierres granitiques du fait de la présence des tectosilicates dans les deux échantillons. Il faut noter que des résultats semblables ont également été obtenus pour la fraction $< 80\mu\text{m}$ (annexe 4).

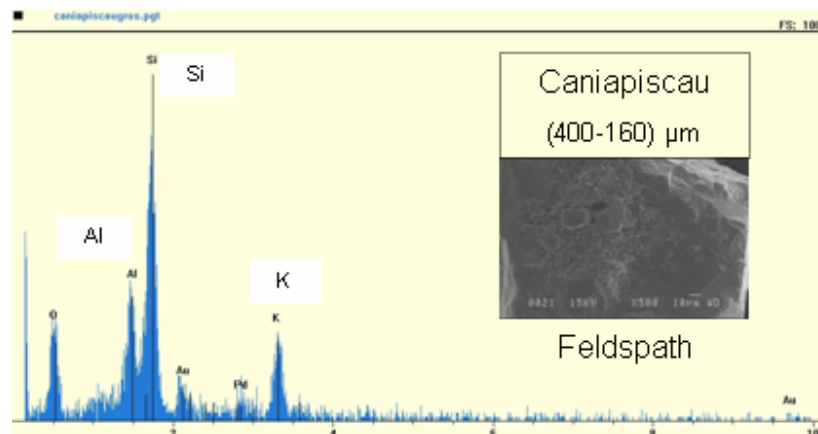


Figure 7.4 Spectre au MEB pour le till Caniapiscou, fraction <400 µm et ≥160 µm.

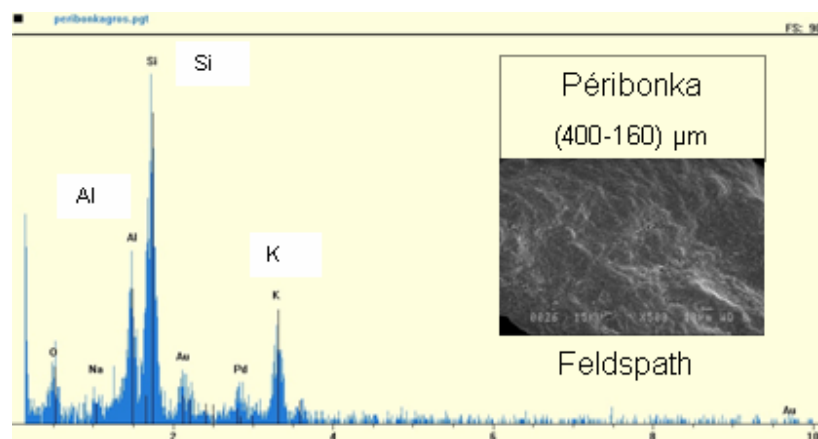


Figure 7.5 Spectre MEB pour le till Péribonka, fraction <400 µm et ≥160 µm.

7.1.4 Estimation du potentiel de ségrégation (SP_d) des tills en fonction des propriétés d'indice

La comparaison des valeurs de potentiel de ségrégation obtenues des essais de congélation en laboratoire avec les propriétés d'indice pour les sols fins ont révélé l'importance d'inclure les effets de la minéralogie de l'argile et du poids des terres sus-jacentes dans n'importe quelle relation empirique de prédiction, spécialement lorsque les fines sont non argileuses. Konrad (2005) présente une nouvelle approche pour estimer les valeurs du potentiel de ségrégation en utilisant la réponse au soulèvement dû au gel de deux sols de référence. Les caractéristiques de la référence consistent en une relation entre le potentiel de ségrégation à une pression sus-jacente nulle, la surface spécifique et la grosseur moyenne de la fraction des particules fines pour deux mélanges de sols artificiels dans lesquels le minéral argileux est un kaolin faiblement cristallisé. La prédiction des valeurs du potentiel de ségrégation en utilisant l'approche des caractéristiques de soulèvement dû au gel de la référence est moins erratique et plus fiable que les autres approches empiriques qui ne distinguent pas spécifiquement entre l'argile et les particules fines non argileuses. De plus, la nouvelle approche a aussi été plus efficace pour l'évaluation de la susceptibilité due au gel de tills glaciaires avec une granulométrie bien étalée. L'approche proposée par Konrad (2005) est illustrée par la figure 7.6.

Le potentiel de ségrégation qui représente la gélivité du matériau pour des conditions saturées est obtenu à partir d'une valeur de référence pour des matériaux de référence contenant des fines argileuses et des fines non argileuses (Rieke et al, 1983 et tableau 7.1).

Tableau 7.1 Matériaux de référence d'après les données de Rieke et al., 1983.

Échantillon	S_s	$d_{50}(FF)$	SP_o
Sable-silt-kaolinite	m^2/g	μm	$\times 10^{-5} mm^2/^\circ C \cdot s$
80-0-20(k)	25	1	474
80-4-16(k)	20	3,2	430
80-10-10(k)	15	8,5	316
80-15-5(k)	9	17	240

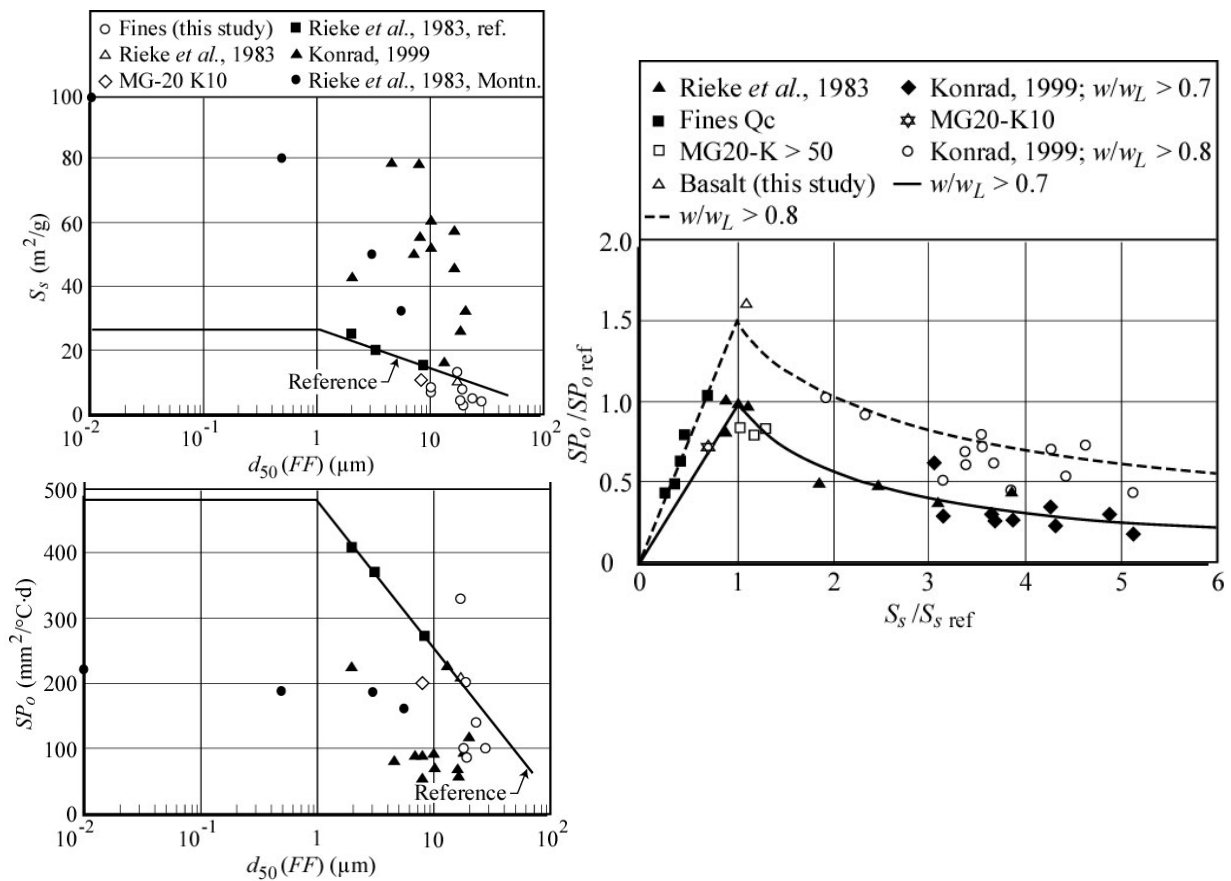


Figure 7.6 Relation entre SP_o , $d_{50}(FF)$ et S_s pour les sols fins et les tills.

La réponse au soulèvement dû au gel des tills de Caniapiscou et de Péribonka a été étudiée en laboratoire au moyen d'essais de gel échelon unidimensionnel avec accès libre à l'eau et les résultats sont présentés au tableau 7.2 alors que les détails des essais sont donnés en annexe 3.

Tableau 7.2 Synthèse des résultats sur les tills.

Échantillon	d_{50} (FF)	S_s	SP_o	$S_{s\text{ ref}}$	$SP_{o\text{ ref}}$	$(S_s / S_{s\text{ ref}})$	$(SP_o / SP_{o\text{ ref}})$
	μm	m^2/g	$\text{mm}^2/^\circ\text{C}\cdot\text{d}$	m^2/g	$\text{mm}^2/^\circ\text{C}\cdot\text{d}$		
Caniapiscou	11	13,5	60	14	240	0,96	0,25
Péribonka	16	6,5	95	12	210	0,54	0,45

Les résultats des essais ont été interprétés selon l'approche de Konrad (2005) tel qu'illustré par la figure 7.7. Pour le till de Caniapiscou représenté par le diamant bleu, la première étape consiste à déterminer la valeur de la surface spécifique de référence qui vaut $14 \text{ m}^2/\text{g}$, ce qui permet d'établir la valeur de la surface spécifique normalisée ($S_s / S_{s\text{ ref}}$), soit $13,5/14 = 0,96$. Ensuite on détermine la valeur du potentiel de ségrégation de référence qui dépend uniquement de la valeur $d_{50}(\text{FF})$. Pour le till de Caniapiscou, $SP_{o\text{ ref}}$ est égal à $240 \text{ mm}^2/^\circ\text{C}\cdot\text{d}$, donc une valeur normalisée ($SP_o / SP_{o\text{ ref}}$) égale à 0,25. Par conséquent, le point représentatif dans le diagramme normalisé (diagramme de droite dans la figure 7.7) est nettement situé sous la courbe empirique obtenue avec plus de 20 échantillons de sols fins. En d'autres termes, la relation empirique utilisant la surface spécifique déduite de l'essai d'absorption du bleu de méthylène suggère que la gélivité du till de Caniapiscou est nettement plus élevée que la réalité.

Pour le till de Péribonka, l'essai de congélation en laboratoire a montré que le potentiel de ségrégation était égal à $95 \text{ mm}^2/^\circ\text{C}\cdot\text{d}$. L'utilisation des sols de référence permet d'établir que la valeur de la surface spécifique normalisée ($S_s / S_{s\text{ ref}}$) est égale à 0,54 et que ($SP_o / SP_{o\text{ ref}}$) est égal à 0,45. Donc, le point représentatif (cercle rouge) dans le diagramme normalisé (diagramme de droite dans la figure 7.7) est situé sur la courbe empirique obtenue avec plus de 20 échantillons de sols fins. En d'autres termes, la relation empirique utilisant la surface spécifique déduite de l'essai d'absorption du bleu de méthylène suggère que la gélivité du till de Péribonka est conforme au comportement observé dans la cellule de gel.

Les résultats des essais au Microscope à Balayage Électronique (MEB) ont permis d'observer la présence d'altérations physiques telles que de petites fissures, des pores intragranulaires et des textures superficielles rugueuses, qui sont tous des facteurs conduisant à la surestimation de la surface spécifique réelle du sol. De plus, les essais au MEB ont permis de remarquer que le pourcentage de dégradation est beaucoup plus important pour le till Caniapiscou que pour le till Péribonka. Bien que ces altérations soient de l'ordre du nanomètre ou du micromètre, les molécules de bleu de méthylène seront adsorbées lors des essais, en occupant l'intérieur des altérations ce qui peut entraîner la surestimation de la surface spécifique associée directement à la présence des particules argileuses. En effet, la figure 7.7 montre la relation entre la surface spécifique et le diamètre moyen $d_{50}(\text{FF})$ des particules fines ($<80 \mu\text{m}$) des deux tills étudiés. Il peut être observé que la droite représentative du till de Caniapiscou possède une ordonnée à l'origine bien supérieure à celle représentant le till de Péribonka. Cette différence vient probablement du fait que le pourcentage d'endommagement des grains est beaucoup plus important pour le till de Caniapiscou que pour celui de Péribonka tel qu'observé sur les photos de la figure 7.8.

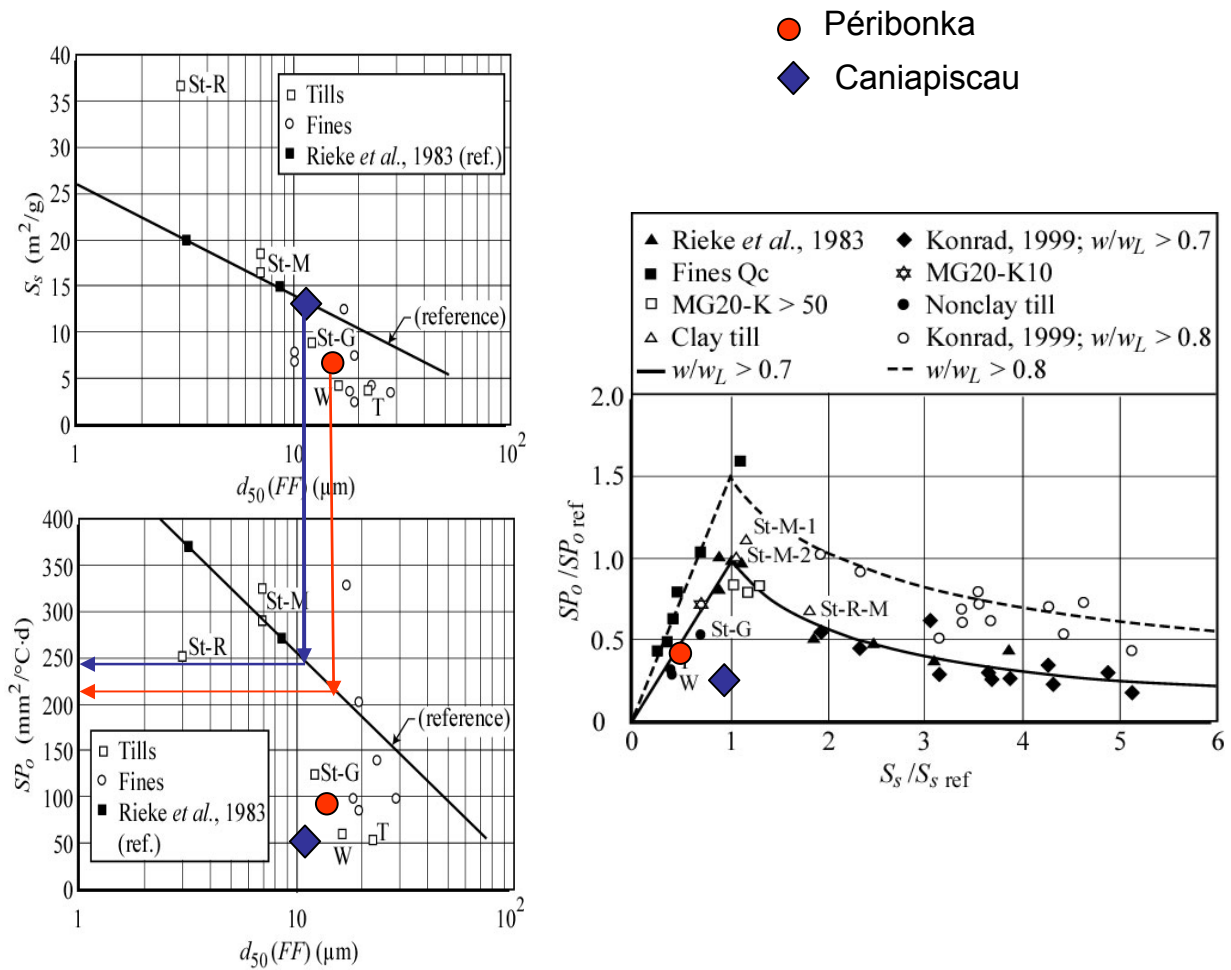


Figure 7.7 Caractérisation des tills de Caniapiscau et de Péribonka.

Sur la figure 7.9.a, on peut observer le schéma d'un grain de sol de diamètre 60 µm, correspondant à un silt grossier selon la classification unifiée des sols (USCS). Le grain présente des surfaces rugueuses et une porosité interne importante, ainsi que des altérations superficielles causées par des agents atmosphériques. Le diamètre et la profondeur de ces irrégularités sont de l'ordre de quelques nanomètres à quelques microns, tel que montré sur la figure 7.9.b. En fait, lorsque l'essai d'adsorption de bleu de méthylène est en cours, les molécules de bleu de méthylène pénètrent dans les irrégularités des grains et peuvent recouvrir leurs surfaces internes en plusieurs couches de bleu de méthylène, ce qui est contraire au principe de l'essai, où la valeur au bleu des sols est déterminée à partir de la formation d'une monocouche de bleu de méthylène autour de chaque particule. De plus, l'arrangement en plusieurs couches peut être ordonné ou désordonné, tel qu'illustré sur la figure 7.9.c. Ainsi, pour les deux cas, la surface spécifique totale (i.e. externe et interne) calculée à partir des résultats de la valeur au bleu serait plus élevée que la surface spécifique réelle (i.e. la surface spécifique recouverte d'une monocouche de bleu de méthylène). Pour une particule fine qui adsorbe du bleu de méthylène, plus l'état de surface du grain est altéré, plus importante sera la surestimation de la surface spécifique.

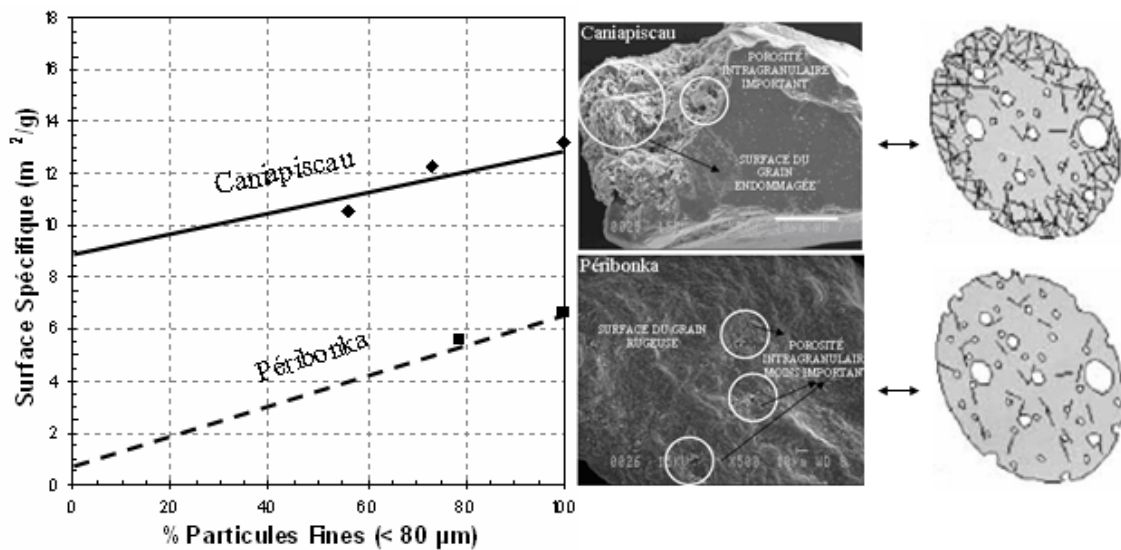


Figure 7.8 Influence de l'état de surface sur la surface spécifique des tills.

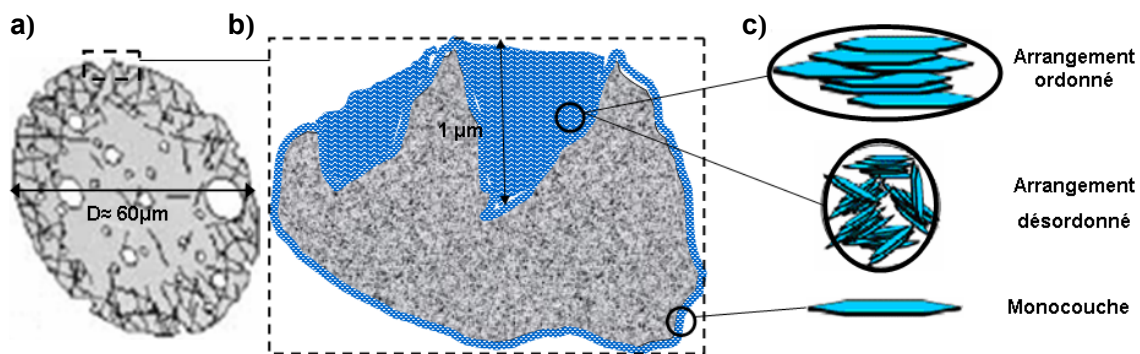


Figure 7.9 a) L'état de surface du grain de sol. b) Solution de bleu de méthylène dans altérations. c) Possibles arrangements des molécules de bleu de méthylène.

7.1.5 Méthode proposée pour corriger la surestimation de la surface spécifique.

La discussion précédente démontre clairement qu'il faut corriger la surface spécifique d'un matériau constitué de grains ayant un état de surface présentant des aspérités importantes et de l'endommagement. En effet, les propriétés telles la gélivité ou même la perméabilité dépendent essentiellement de l'eau libre interstitielle qui peut être reliée à la quantité d'eau adsorbée pour une porosité donnée.

Les travaux réalisés par Konrad (1999) sur des silts argileux et des argiles silteuses ont montré que les relations entre la surface spécifique et le pourcentage des particules fines étaient linéaires passant toutes par l'origine tel que montré sur la figure 7.10. Ces matériaux présentent moins d'endommagement à la surface des particules étant donné qu'ils ont été transportés par l'eau et déposés en milieux lacustre ou fluvial.

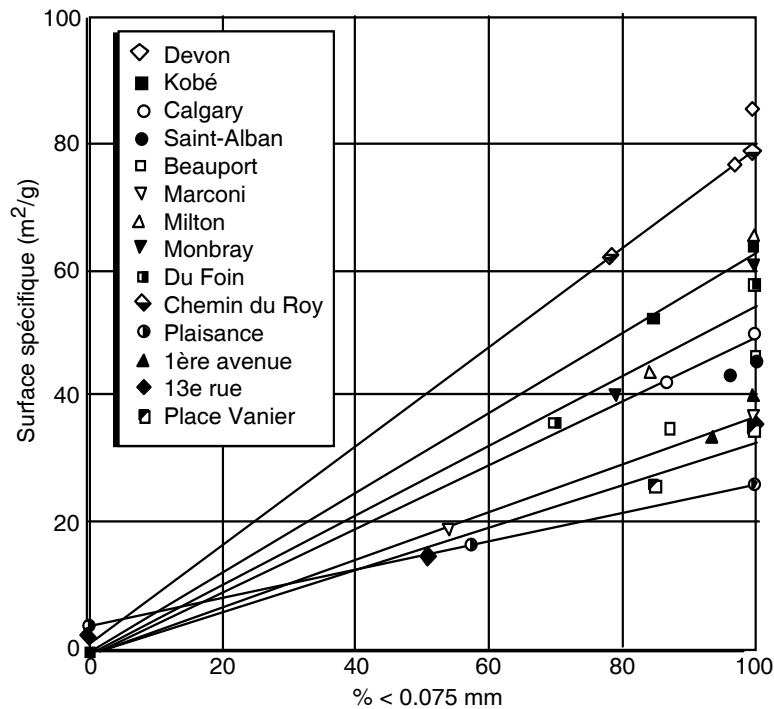


Figure 7.10 Relations entre la surface spécifique et le pourcentage relatif des particules fines, d'après Konrad (1999).

Comme la gélivité est associée aux particules fines de dimension inférieure à 80 μm , il est proposé de corriger la valeur de la surface spécifique de la fraction fine en effectuant une translation vers le bas de la droite caractéristique jusqu'à ce que l'ordonnée à l'origine devienne nulle. En d'autres termes, on élimine l'effet de l'endommagement des grains des particules associé au transport qui agit sur toutes les particules quelque soit leur dimension.

Dans le cas des tills transportés par les glaciers, il est clair que l'endommagement des particules dépend de la distance de transport et du type d'environnement lors de la formation du dépôt.

La figure 7.11 montre sous la forme de lignes pointillées les valeurs de surface spécifique corrigées pour les deux tills étudiés. La surface spécifique corrigée de la fraction fine qui devrait être utilisée dans les relations empiriques pour déterminer la gélivité des tills est donc 4,2 m^2/g pour Caniapiscou et 6,0 m^2/g pour Péribonka.

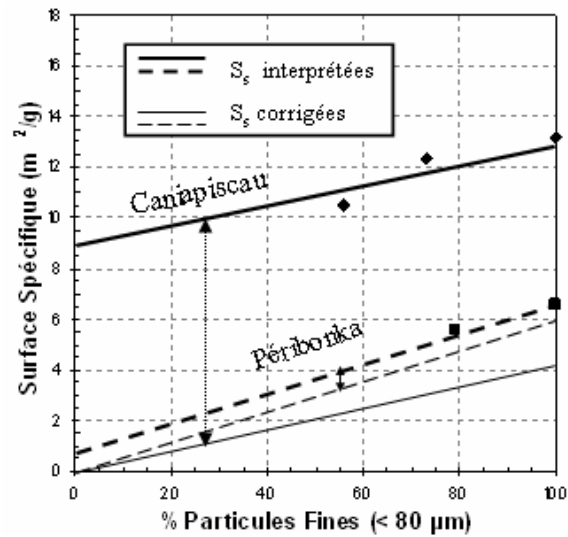


Figure 7.11 Correction de la surface spécifique pour les deux tills étudiés.

Ces valeurs corrigées permettent de définir de nouveaux points représentatifs sur le diagramme normalisé proposé par Konrad (2005) tel qu'illustré par la figure 7.12. En effet, pour Caniapiscou, $(S_s / S_{s \text{ ref}})$ devient égal à 0,3 et pour le till de Pérignonka, la valeur normalisée de la surface spécifique devient égale à 0,5. La valeur du potentiel de ségrégation normalisé reste inchangée pour les deux matériaux. Avec ces corrections, les points représentatifs des deux tills étudiés sont en accord avec les données obtenues sur d'autres tills et sols fins. La correction proposée permet par conséquent de mieux cerner l'influence des particules fines sur les propriétés hydrauliques des matériaux dans les tills présentant un certain endommagement à la surface des particules.

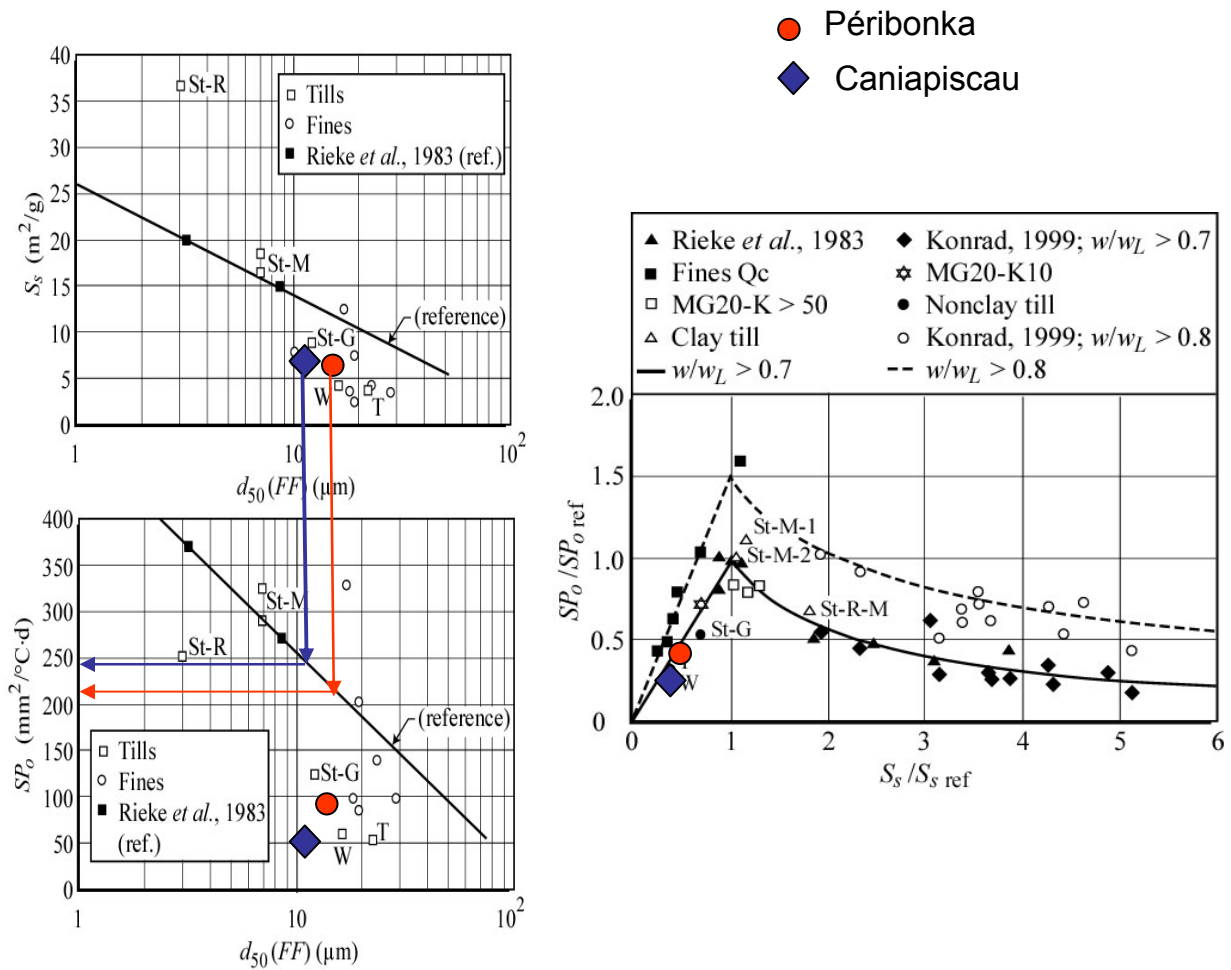


Figure 7.12 Points représentatifs avec valeurs corrigées de l'essai de bleu de méthylène

7.2 Interprétation des résultats d'essai réalisés sur les MG-20 à l'étude

Les études réalisées sur les tills montrent clairement que l'endommagement des grains influence la valeur au bleu et conduit à des valeurs élevées qui ne peuvent être corrélées avec les propriétés hydrauliques ou de gélinivité de la fraction fine. Comme le montre la figure 7.13, on observe également divers degrés d'endommagement dans les échantillons de MG-20. En effet, le MEB met bien en évidence des surfaces lisses et rugueuses des particules ainsi que des fissures et plans de clivage de profondeur et d'épaisseur variables.

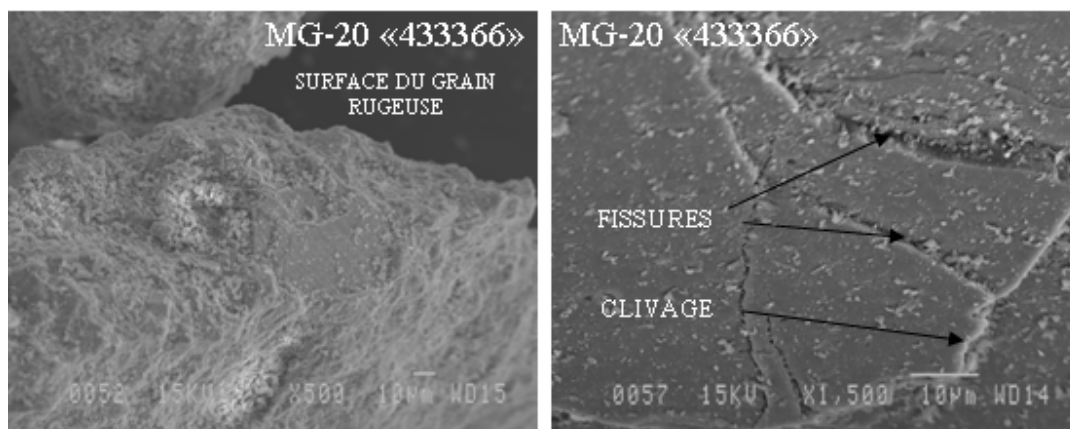


Figure 7.13 Images au MEB pour le MG-20 « 433 366 ».

L'analyse chimique qualitative et élémentaire des grains a également été obtenue à partir de la microscopie électronique à balayage. La composition chimique des matériaux MG-20 étudiés est présentée à l'annexe 4. La variation de la composition chimique du MG-20 « 433 366 » est illustrée par la figure 7.14. Ce matériau est composé de calcite, puisque leur spectre au MEB (figure 7.14) présente des quantités élevées de calcium (Ca) et de silicium (Si), ainsi que des faibles quantités d'éléments tels que l'aluminium (Al) et le carbone (C).

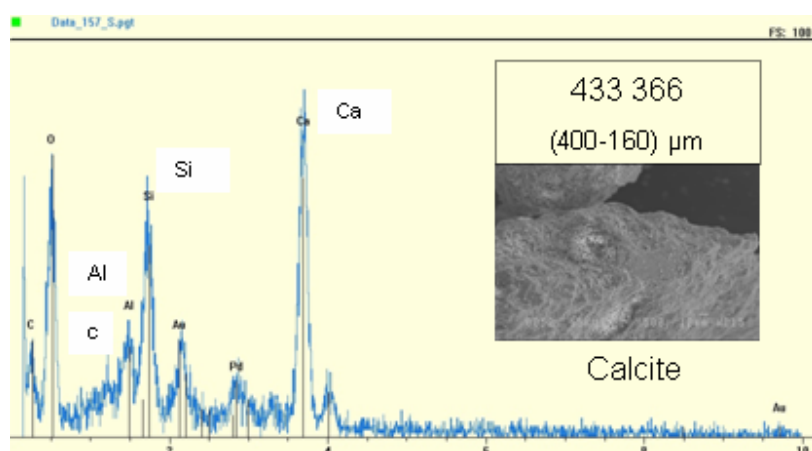


Figure 7.14 Spectre au MEB pour le MG-20 « 433 366 », fraction <400 µm et ≥160 µm.

Les principaux minéraux détectés par diffraction des rayons X et par microscopie à balayage électronique sont résumés dans le tableau 7.3.

Des comportements similaires à ceux observés sur des tills ont été notés sur les matériaux MG-20 lors des essais d'adsorption de bleu de méthylène, ainsi que sur les résultats des analyses chimiques, minéralogiques et au microscope électronique, surtout pour ceux provenant des granites. Par conséquent, il semble approprié de corriger les valeurs au bleu en utilisant la même approche que celle validée par les essais réalisés sur les tills de Caniapiscou et de Péribonka.

Tableau 7.3 Composition minéralogique des matériaux étudiés.

Échantillon	Matériau	Composition minéralogique Phase majeure
495 003	--	--
433 366	Calcaire	Calcite
488 898	--	--
260 942	Granite	Feldspath
380 160	--	--
463 437	Granite	Quartz
433 374	Granite	Feldspath
331 232	*	Feldspath

* Gravier des Appalaches constitué d'éléments schisteux

La figure 7.15 présente la méthode de correction de la surface spécifique en utilisant les données obtenues avec le MG-20 « 495 003 ». Les résultats factuels de la valeur au bleu ou de la surface spécifique pour les trois fractions différentes sont représentés sous forme de carrés noirs. La relation entre la surface spécifique et le pourcentage des particules (<80 µm) est linéaire et affiche un coefficient de corrélation très élevé ($r^2= 0,99$). L'ordonnée à l'origine est égale à de 4,2 m²/g, ce qui correspond à une valeur au bleu à l'origine, VB₀, égale à 0,2. Puisque les grains du matériau ont montré un état de surface altéré lors des essais au MEB (voir photo sur la figure 7.15), la correction proposée correspond à une droite pointillée passant par l'origine et parallèle à la droite caractéristique des résultats bruts. Les carrés vides représentent la valeur corrigée de la surface spécifique pour les trois fractions étudiées.

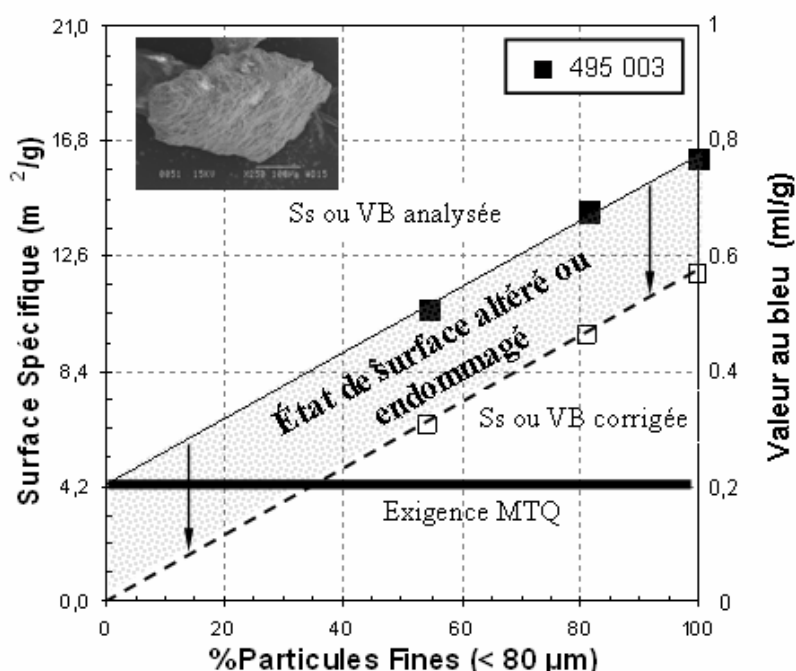


Figure 7.15 Application de la méthode proposée pour corriger la surestimation de la surface spécifique - Le cas d'un MG-20.

Également, à la figure 7.15, l'exigence du ministère des Transports du Québec (MTQ) a été représentée par une droite horizontale noire. On peut observer que la valeur au bleu pour la prise d'essai conventionnelle selon la méthode LC 21-255, soit la fraction des matériaux passant le tamis de 400µm ($VB_{<400\mu m}$) est hors des normes, autant avant qu'après avoir corrigé les valeurs au bleu. Donc, ce MG-20 ne serait pas approprié comme un matériau de fondation routière, et devrait être rejeté.

Le tableau 7.4 présente les valeurs au bleu corrigées pour la fraction passant 400 µm pour les MG-20 étudiés. Selon la norme en vigueur qui considère que la valeur au bleu du passant 400 µm doit être inférieure à 0,2 ml/g, tous les matériaux étudiés sont acceptables exceptés les MG-20 « 495003 » et MG-20 « 433 366 ». De plus, si l'on classe les matériaux selon un ordre croissant de leur valeur au bleu (non corrigée), donc du matériau le moins sensible à l'eau au matériau le plus sensible, l'ordre serait le suivant :

Moins sensible à l'eau =====> plus sensible à l'eau

331 232, 433 374, 488 898, 463 437, 260 942, 380 160, **433 366, 495 003**

Avec les valeurs de bleu corrigé, l'ordre est différent comme l'illustre le tableau 7.4

Moins sensible à l'eau =====> plus sensible à l'eau

488 898, 331 232, 433 374, 380 160, 260 942, 463 437, **495 003, 433 366**

Tableau 7.4 Valeur au bleu corrigée des MG-20 à partir de la méthode spectrophotomètre (VB_s).

Échantillon	VB <400 µm (ml/g)	Ordre	VB_o (ml/g)	VB_{corr} <400 µm (ml/g)	Ordre
495 003	0,51	8	0,2	0,31	7
433 366	0,42	7	0,095	0,325	8
488 898	0,11	3	0,095	0,015	1
260 942	0,13	5	0,076	0,054	5
380 160	0,13	5	0,08	0,05	4
463 437	0,12	4	0,048	0,072	6
433 374	0,06	2	0,023	0,037	3
331 232	0,03	1	0	0,03	2

7.3 Interprétation selon Konrad (2005)

L'analyse des résultats de la présente étude avec l'approche proposée par Konrad (2005) nécessite l'utilisation de la surface spécifique de la fraction fine du matériau ($< 80 \mu\text{m}$). La valeur corrigée de la surface spécifique de la fraction fine est donnée dans le tableau 7.5.

Tableau 7.5 Surface spécifique corrigée des MG-20.

Échantillon	S_s Analysée (m^2/g)	S_s Corrigée (m^2/g)
	$< 80 \mu\text{m}$	$< 80 \mu\text{m}$
495 003	16,17	12,2
433 366	14,28	11,5
488 898	6,72	5,0
260 942	5,88	4,4
380 160	5,04	3,5
463 437	4,62	3,5
433 374	3,78	3,5
331 232	1,89	1,89

Les valeurs de référence sont obtenues à partir des relations suivantes :

Pour $d_{50}(\text{FF}) > 1 \mu\text{m}$:

$$S_{s\text{ref}} = 25.95 - 11.78 \log d_{50}(\text{FF})$$

$$SP_{\text{oref}} = 489 - 232 \log d_{50}(\text{FF})$$

L'analyse des données des MG-20 étudiés est résumée par le tableau 7.6 et illustrée par la figure 7.15.

Rappelons que la valeur SP_o correspond à un sol complètement saturé composé uniquement de fines. Dans un MG-20, il faut considérer que la gélimité sera contrôlée par :

1. la gélimité des fines ;
2. le pourcentage des fines ;
3. le degré de saturation.

Tableau 7.6 Résumé des données des MG-20 étudiés.

	S_s Corrigée (m^2/g)	$d_{50}(FF)$	S_s ref	S_s/S_{sref}	SP_o/SP_{oref}	SP_{oref}	SP_o
Échantillon	< 80 μm	μm					$mm^2/^\circ C \cdot d$
495 003	12,2	8	15,31	0,80	0,82	279,48	230,41
433 366	11,5	14	12,45	0,92	0,93	223,10	208,56
488 898	5	23	9,91	0,50	0,56	173,08	96,77
260 942	4,4	23	9,91	0,44	0,50	173,08	86,81
380 160	3,5	12	13,24	0,26	0,32	238,63	77,03
463 437	3,5	27	9,09	0,39	0,44	156,92	69,73
433 374	3,5	29	8,72	0,40	0,46	149,72	68,89
331 232	1,89	24	9,69	0,20	0,25	168,79	42,07

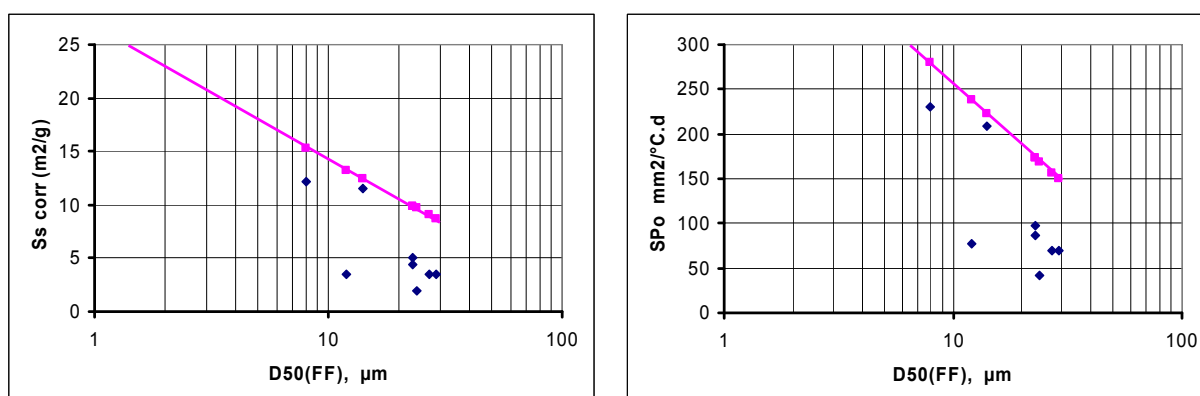


Figure 7.16 Interprétation des données selon l'approche de Konrad (2005).

Afin d'avoir une cohérence entre les différentes approches, il est proposé de considérer les critères suivants :

$$S_{s\text{ corr}} (<80 \mu m) < 5 m^2/g$$

$$SP_o (Sr=1) < 100 mm^2/^\circ C \cdot d$$

Selon ces critères, tous les matériaux MG-20 étudiés sont acceptables, excepté les MG-20 « 495 003 » et MG-20 « 433 366 ». En utilisant la valeur au bleu corrigée de la fraction passant le 400 μm et le critère du MTQ ($VB < 0,2 ml/g$), on arrive aux mêmes conclusions.

8. RECOMMANDATIONS

Cette étude a révélé que pour des matériaux granulaires présentant des surfaces de particules endommagées, l'essai d'adsorption de bleu de méthylène donnait des valeurs au bleu qui ne pouvait être corrélées avec des propriétés comme la sensibilité à l'eau ou la gélivité.

Afin de raffiner les exigences du MTQ par rapport à cet essai dans les matériaux granulaires de type MG-20, il est recommandé de réaliser l'essai d'adsorption au bleu de méthylène sur deux fractions différentes du MG-20 : la fraction $d < 400 \mu\text{m}$ et la fraction $d < 80 \mu\text{m}$. En utilisant les valeurs au bleu $VB_{<400}$ et $VB_{<80}$, on pourra déterminer la valeur VB_o qui représente l'ordonnée à l'origine de la droite $VB - \text{pourcentage relatif } < 80 \mu\text{m}$. La valeur corrigée de la valeur au bleu conventionnelle sera alors calculée par :

$$VB_{c < 400} = VB_{<400} - VB_o$$

Afin que le matériau soit acceptable du point de vue de la gélivité ou de la sensibilité à l'eau, on s'assurera que :

$$VB_{c < 400} < 0,2 \text{ ml/g}$$

Si cette recommandation est acceptée, on pourra également utiliser l'approche proposée par Konrad (2005) qui utilise les caractéristiques de la fraction fine ($d < 80 \mu\text{m}$). Les critères à respecter seraient alors les suivants :

$$S_{s \text{ corr}} (< 80 \mu\text{m}) < 5 \text{ m}^2/\text{g}$$

$$SP_o (Sr=1) < 100 \text{ mm}^2/^\circ\text{C}\cdot\text{d}$$

Il est intéressant de noter qu'une valeur critique de la surface spécifique de $5 \text{ m}^2/\text{g}$ correspond à une valeur au bleu pour la fraction fine de $0,24 \text{ ml/g}$. La valeur seuil en vigueur dans les normes MTQ, soit $0,2 \text{ ml/g}$, pour la fraction $d > 400 \mu\text{m}$, est donc justifiée.

9. CONCLUSIONS

La présente étude a porté sur la détermination de la valeur au bleu (VB) des matériaux granulaires de fondation MG-20 contenant des fines de dimension $< 80 \mu\text{m}$. Afin de rechercher une nouvelle façon d'interpréter les résultats de la valeur au bleu de ces matériaux, des essais d'adsorption de bleu de méthylène selon la méthode conventionnelle (i.e. méthode du papier filtre) et selon une nouvelle approche développée à l'Université Laval qui fait appel à l'utilisation d'un spectrophotomètre ont été réalisés. Des particules fines de trois différentes fractions ($< 400 \mu\text{m}$, $< 160 \mu\text{m}$, $< 80 \mu\text{m}$) des matériaux granulaires de fondation ont été préparées et soumises aux essais d'adsorption de bleu de méthylène. Des essais standards selon les normes BNQ ont également été réalisés pour obtenir la caractérisation des différents matériaux granulaires. L'analyse granulométrique avec sédimentation, la densité et absorption des granulats fins et grossiers et essais de densité relative des fines $< 80 \mu\text{m}$ ont fait partie des ces essais.

Finalement, des essais de diffraction des rayons X (DRX), Microscope à balayage électronique (MEB) ont été aussi effectués sur les différentes fractions des MG-20 afin de mieux comprendre le comportement des certains matériaux.

Les essais d'adsorption de bleu de méthylène ont montré que la détermination de la valeur au bleu (VB) ou de la surface spécifique (S_s) d'un sol granulaire grossier de type MG-20 à l'aide du spectrophotomètre est plus adéquate que la méthode conventionnelle (i.e. la méthode de papier filtre) du fait que la procédure utilisée pour l'obtention de ces valeurs est plus objective. En fait, la procédure au spectrophotomètre élimine l'interprétation de la formation de l'auréole, un facteur d'erreur que l'on retrouvait avec la méthode du papier filtre. De plus, le temps de brassage dans la méthode du spectrophotomètre est la même (15 minutes) pour tous les sols de même type, ce qui permet une adsorption complète des molécules de bleu de méthylène.

La méthode de détermination de la valeur au bleu à l'aide d'un spectrophotomètre est prometteuse, car la méthode est simple et permet une meilleure standardisation de la mesure de la valeur au bleu (VB) ou de la surface spécifique active (S_s) effectuée par différents laboratoires d'analyses de matériaux. De plus, cet essai est rapide et peu coûteux; on peut considérer un investissement d'environ 3 000\$ pour se doter d'un spectrophotomètre et d'une centrifugeuse.

L'analyse des particules fines des trois fractions différentes ($< 400\mu\text{m}$, $< 160\mu\text{m}$, $< 80\mu\text{m}$) des MG-20 soumis aux essais d'adsorption de bleu de méthylène a mis en évidence que la valeur au bleu (VB) ou la surface spécifique (S_s) des fines non argileuses est fortement influencée par l'état de surface du grain (i.e. l'état d'endommagement du grain). Il a également été remarqué que plus l'état de surface des grains est endommagé plus la valeur au bleu sera élevée. De plus, on a pu observer que la valeur au bleu des matériaux provenant des pierres calcaires est plus importante que celle des matériaux provenant des pierres granitiques, du fait que les pierres calcaires sont le plus souvent poreuses en comparaison des granites.

Dans le même sens, la présente étude a montré que la surestimation de la valeur au bleu pour la prise d'essai conventionnelle, soit la fraction des particules inférieures à $400\mu\text{m}$ ($\text{VB}_{<400\mu\text{m}}$), mène dans certains cas à la non-acceptation d'un matériau granulaire MG-20 lorsque l'exigence du Ministère des Transports du Québec doit être appliqué, à savoir que la valeur $\text{VB}_{<400\mu\text{m}}$ doit être inférieure à 0.2 mL/g.

L'analyse de trois différentes fractions d'un matériau granulaire soumis à l'essai de bleu de méthylène a également permis de proposer une méthode de correction pour la valeur au bleu ou de la surface spécifique obtenue lors des essais. La méthode de correction réduit l'influence de l'état de surface des grains et permet d'utiliser les caractéristiques de la fraction fine qui contrôle les propriétés reliées à la gélinivité ou à la sensibilité à l'eau des MG-20.

Afin de réaliser une meilleure interprétation des résultats d'adsorption de bleu de méthylène sur des MG-20 contenant des fines non argileuses, lesquels présentent un état de surface souvent très endommagé, puisqu'ils sont des matériaux ayant subi des dégradations mécaniques importantes pendant leur processus de formation, il est proposé d'effectuer les essais de bleu de méthylène sur deux fractions de sol passant les tamis de $400\mu\text{m}$ et de $80\mu\text{m}$. Ainsi la relation entre la valeur au bleu ou la surface spécifique déterminée pour les deux fractions et le pourcentage de particules inférieures à $80\mu\text{m}$ indiquera la valeur à l'ordonnée de la valeur au bleu ou de la surface spécifique. Les valeurs brutes seront alors corrigées selon la valeur à l'ordonnée.

REMERCIEMENTS

Les auteurs tiennent à remercier monsieur Claude Robert du Laboratoire Central du ministère des Transports du Québec pour sa collaboration scientifique.

BIBLIOGRAPHIE

- Bigham, J.M., Golden, D.C., Buol, S.W., Weed, S.B., Bowen, L.H. 1978. *Iron oxide mineralogy of well-drained Ultisols and Oxisols. II Influence on color, surface area and phosphate retention*. Soil Sci. Soc. Am. J. 42: 825-830.
- Bodenheimer, W., Heller, L. 1968. *Sorption of methylene blue by montmorillonite saturated with different cations*: Israel J. Chem. 6: 307-314.
- Borggaard, O.K. 1982. *The influence of iron oxides on the surface area of soil*. J. Soil Sci. 33: 443-449.
- Borkovec, M., Wu, Q., Degovics, G., Laggner, P., Sticher, H. 1993. *Surface area and size distributions of soil particles*. Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects, 73: 65-76.
- Brunauer, S., Emmett, P.H., Teller, E. 1938. *Adsorption of gases in multimolecular layers*. Journal of the American Chemical Society, 60: 309-319.
- Bureau de Normalisation du Québec, 1989. *Granulats-Détermination de la Densité et de l'Absorptivité du Granulat Fin*. BNQ 2560-065.
- Bureau de Normalisation du Québec, 1989. *Granulats-Détermination de la Densité et de l'Absorptivité du Gros Granulat*. BNQ 2560-067.
- Bureau de Normalisation du Québec, 1986. *Granulats – Essai au Bleu de Méthylène*. BNQ 2560-255.
- Bureau de Normalisation du Québec, 1987. *Sols- Granulométrie des sols inorganiques*. BNQ 2501-25.
- Cerato, A.B., Luttenegger, A.J. 2002. *Determination of surface area of fine-grained soils by the ethylene glycol monoethyl ether (EGME) method*. Geotech. Test. J., 25, 1-7.
- Chapuis, R.P., Aubertin, M. 2003. *On the Use the Kozeny-Carman equation to Predict the Hydraulic Conductivity of Soils*. Canadian Geotechnical Journal, 40:616-628.
- Charpin, J., Rasneur, B. 1982. *Mesure des surfaces spécifiques*. Techniques de l'ingénieur. Analyse et Caractérisation, 2(34) : 1-20.
- Chen, G., Pan, J., Han, B., Yan, H. 1999. *Adsorption of methylene blue on montmorillonite*. Journal of Dispersion Science and Technology, 20(4): 1179-1187.
- Chen, T.J. et al. 1974. *Determinações de capacidade de troca de cations e da área específica de algumas argilas e caulins cerâmicos brasileiros pelo azul de metileno e sua correlação com algumas propriedades tecnológicas*. Cerâmica XX, 79, sept.
- Chiappone, A., Marello, S., Scavia, C., Setti, M. 2004. *Clay Mineral Characterization through the methylene blue test: Comparison with Other Experimental Techniques and Application of the Method*. Canadian Geotechnical Journal, 41: 1168–1178.
- Churchman, G.J., Burke, C.M., Parfitt, R. L. 1991. *Comparison of various methods for the determination of specific surfaces of subsoils*. J. Soil Sci., 42: 449-461.
- Dasog, G.S., Acton, D.F., Mermut, A.R., De Jong, E. 1988. *Shrink-swell potential and cracking in clay soils of Saskatchewan*. Can. J. Soil Sci. 68: 251-260.
- De Kimpe, C.R., Laverdière, M.R., Martel, Y.A. 1979. *Surface area and exchange capacity of clay in relation to the mineralogical composition of gleysolic soils*. Can. J. Soil Sci, 59: 341-347.

- Dyal, R.S., Hendricks, S.B. 1950. *Total surface of clays in polar liquids as a characteristic index*. Soil Sci., 49: 421-432.
- Farrar, D.M., Coleman, J. 1967. *The correlation of surface area with other properties of nineteen British clay soils*. J. Soil. Sci., 18(1): 118-124.
- Faruqi, F.A., Okuda, S., Williamson, W.O. 1967. *Chemisorption of methylene blue by kaolinite*: Clay Minerals, 7: 19-31.
- Feller, C., Schouller, E., Thomas, F., Rouller, J., Herbillon, A.J. 1992. *N₂-BET specific surface areas of some Low Activity Clay soils and their relationships with secondary constituents and organic matter contents*. Soil Sci. 153: 293-299.
- Fityus, S.G., Smith, D.W., Jennar, A.M. 2000. *Surface Area Using Methylene Blue Adsorption As A Measure Of Soil Expansivity*. Proc. Int. Conf. on Geotechnical & geological Engineering.
- Gaudin, S. 1996. *Quelques Éléments de Géologie*. Cours de Formation BTSA Gestion Forestier.
- Gilbert, F.D. 2006. *Détermination de la Surface Spécifique d'un Sol Avec l'aide d'un Spectrophotomètre*. Section géotechnique, génie civil, CREIG, Université Laval, Proposition de Publication.
- Gilbert, F.D. 2004. *Méthode Utilisée Pour la Détermination de la Surface Spécifique d'un Sol, Utilisation d'un Spectrophotomètre*. Section géotechnique, génie civil, Université Laval, Dossier technique 10.
- Hähner, G., Martin, A., Spencer, N.D., Caseri, W.R. 1996. *Orientation and electronic structure of methylene blue on mica: a near edge X-ray adsorption fine structure spectroscopy study*. Journal of Chemical Physics, 104(19): 7749-7757.
- Hang, P.T., Brindley, G.W. 1970. *Methylene Blue Absorption by Clay Minerals. Determination of Surface Areas and Cation Exchange Capacities (Clay-Organic Studies XVII)*. Clays and Clay Minerals, 18: 203-212.
- Holtz, R.D., Kovacs, W.D. 1991. *Introduction À la Géotechnique*. École Polytechnique de Montréal.
- Horowitz, A J. Elrick, A. 1987. *The Relation of Stream Sediment Surface Area, Grain-Size and Composition to Trace Element Chemistry*. Applied Geochemistry, 2(4) : 437-451.
- Hul, H.J. Van Den. 1966. *The specific surface area of silver iodide suspensions*. Thesis, Univ. Utrecht.
- Jacobs, K.Y., Schoonheydt, R.A. 1999. *Spectroscopy of Methylene Blue-Smectite Suspensions*. Journal of Colloid and Interface Science, 220: 103-111.
- Johnson, C.E. Jr. 1957. *Methylene blue adsorption and surface area measurements*. Paper presented at the 131st National Meeting of the American Chemical Society, April 7-12.
- Jones. 1964. *New fast accurate test measures bentonite in drilling mud*. Oil gas, 66(22): 76-78.
- Jozja, N. 2003. *Étude de Matériaux Argileux Albanais. Caractérisation « multi-échelle » d'une Bentonite Magnésienne*. Thèse de doctorat, École doctorale : Sciences et Technologies, Sciences des Matériaux Université d'Orléans.
- Kalousek, M., Blahnik, R. 1955. *Research on monomolecular films. III. Apparatus for the study of monomolecular films adsorbed at the mercury-water interface*. Collection Czech. Chem. Commun. 20: 782-788.
- Kipling, J.J., Wilson, R.B. 1960. *Adsorption of methylene blue in the determination of surface areas*. J. Appl. Chem. London, 10: 109-113.
- Konrad, J.-M. 2005. *Frost Estimation of the Segregation Potential of Fine-Grained Soils using the Frost Heave Response of Two Reference Soils*. Revue Canadienne de Géotechnique, 42(1) : 38-50.
- Konrad, J.-M. 1999. *Frost Susceptibility Related to Soil Index Properties*. Revue Canadienne de Géotechnique, 36(3): 403-417.
- Koptsik, S., Strand, L., Clarke, N. 2003. *On the Calculation of the Surface Area of Different Soil Size Fractions*. Applied Geochemistry, 18: 629-651.

- Lan, T.N. 1980. *L'essai au Bleu de Méthylène Un Progress Dans la Mesure et le Contrôle de la Propreté des Granulats*. Bull. liaison Labo. P. et Ch. 107- Réf. 2455 pp. 130-135.
- Locat, J. 1984. *Mineralogy, Chemistry, and Physical Properties Interrelationships of Some Sensitive Clays From Eastern Canada*. Canadian Geotechnical Journal, 21(3): 530-540.
- Los, J.M., Tompkins, C.K. 1956. *Adsorption of methylene blue on a positively charged mercury surface*. J. Chem. Phys., 24: 630.
- Ministère des Transports du Québec, Laboratoire des Chaussées. *Méthode d'essai LC 21-55. «Détermination de la valeur au bleu des sols et des granulats»*.
- Mitchell, J.K. 1976. *Fundamentals of Soil Behavior*. John Wiley & Sons, Inc. New York.
- Moore, R. 1991. *The chemical and mineralogical controls upon the residual strength of pure and natural clays*. Geotechnique, 41(1): 35-47.
- Muhunthan, B. 1991. *Liquid limit and surface area of clays*. Geotechnique, 41(1): 135-138.
- Nevins, M.J., Weintritt, D.J. 1967. *Determination of Cation Exchange Capacity by Methylene Blue Adsorption*. American Ceramic Society Bulletin, 46: 587-592.
- Newman, A.C.D. 1983. *The specific surface of soils determined by water sorption*. J. Soil Sci, 34: 23-32.
- Norme Nationale du Canada, 1986. *Sols-Détermination de la Densité Relative*. CAN/BNQ 2501-070-M-86.
- Padmanabhan, E., Mermut, A.R. 1995. *The Problem of expressing the specific Surface area of clay fractions*. Clays and Clay Minerals, 43(2):237-245.
- Peter, C.J., Weber, J.B. 1985. *Adsorption, mobility and efficacy of metribuzin as influenced by soil properties*. Weed Sci. 33: 868-873.
- Petersen, L.W., Moldrup, P., Jacobsen, O.H., Rolston, D.E. 1996. *Relations between specific surface area and soil physical and chemical properties*. Soil Sci. 161(1): 9-21.
- Phelps, G.W., Harris, D.L. 1967. *Specific surface and dry strength by methylene blue adsorption*. Am. Ceram. Soc. Bull. 47: 1146-1150.
- Pons, C.H. 1980. *Mise en évidence des relations entre la texture et la structure dans les systèmes eau-sectites par diffusion aux petits angles du rayonnement synchrotron*. Thèse de doctorat de l'Université d'Orléans.
- Rieke, R.D., Vinson, T.S., Mageau, D.W. 1983. *The role of specific surface area and related index properties in the frost heave susceptibility of soils*. In Proceedings of the 4th. International Conference on Permafrost, Fairbanks, Alaska, pp. 1066-1071.
- Santamarina, J.C, Klein, Y.H, Prencke, E. 2002. *Specific Surface: Determination and Relevance*. Canadian Geotechnical Journal, 39: 233-241.
- Schulze, D.G., Schwertmann, U. 1984. *The influence of aluminium on iron oxides: X. Properties of Al-substituted goethites*. Clay Miner. 19: 521-539.
- Schwertmann, U., Kämpf, N. 1985. *Properties of Goethite and hematite in kaolinitic soils of Southern and Central Brazil*. Soil Sci. 139: 344-350.
- Tessier, D. 1975. *Recherches expérimentales sur l'organisation des particules dans les argiles*. Thèse CNAM, Laboratoire de Géologie Appliquée, Paris.
- Tiller, K.G., Smith, L.H. 1990. *Limitations of EGME retention to estimate the surface area of soils*. Aust. J. Soil Res, 28: 1-26.
- Tokunaga, T.K., Olson, K.R., Wan, J. 2003. *Moisture Characteristics of Hanford Gravels: Bulk, Grain-Surface, and Intragranular Components*. Vadose Zone Journal, 2:322-329.
- Touret, O., Pons, C.H., Tessier, D., Tardy, Y. 1990. *Étude de la repartition de l'eau dans les argiles saturées Mg^{2+} aux fortes teneurs en eau*. Clay Minerals, 25: 217-233.
- Touret, O., Pons, C.H. 1989. *Étude de la repartition de l'eau dans les argiles saturées aux fortes teneurs en eau*. Clay Minerals, 25: 217-233.
- Worrall, W. 1958. *Adsorption of basic dyestuffs by clays*. Trans. Brit. Ceram. Soc. 57: 210-217.

- Yu, C.H., Newton, S.Q., Norman, M.A., Miller, D.M., Schäfer, L., Teppen, B.J. 2000. *Molecular Dynamics Simulations of the Adsorption of Methylene at Clay Mineral Surfaces*. *Clays and Clay Minerals*, 48(6):665-681.
- Yukselen, Y., Kaya, A.2006. *Comparison of Methods for Determining Specific Surface Area of soils*. *Journal of Geotechnical and Geoenvironmental Engineering*. 132(7): 931-936

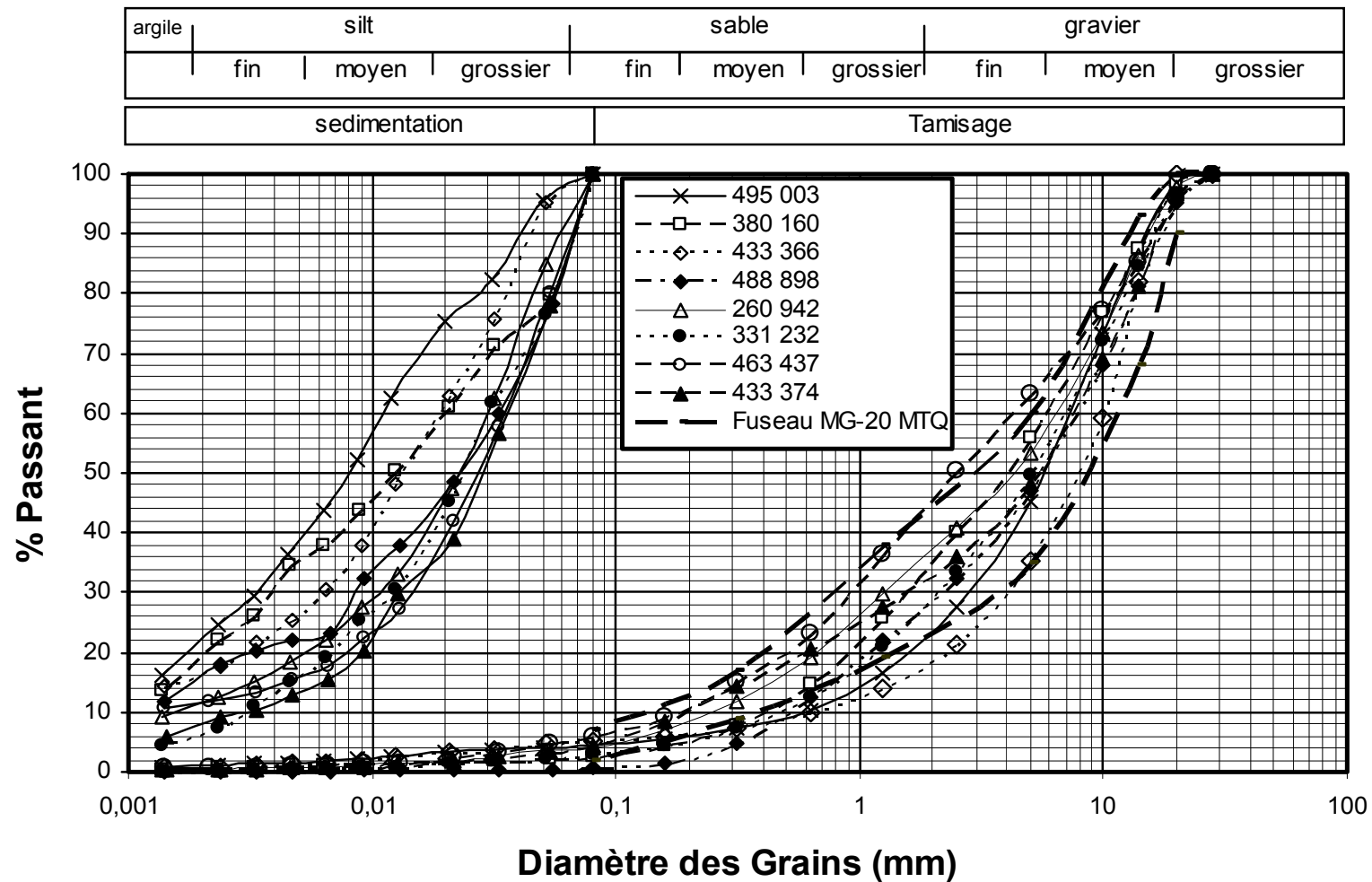
Annexe 1

**Courbes granulométriques,
Données factuelles et interprétées de la valeur au bleu**

Résultats des analyses granulométriques effectuées sur les matériaux utilisés dans l'étude et exigences du MTQ pour les MG-20.

Matériaux	Tamis (mm) / Pourcentage passant										
	31,5	20,0	14,0	10,0	5,0	2,5	1,25	0,630	0,315	0,160	0,080
495 003	100	98,7	87,5	73,3	45,3	27,8	16,5	10,3	7,2	5,4	4,4
433 366	100	100	81,8	59,4	35,5	21,5	13,9	9,8	7,5	5,9	5,1
488 898	100	95,2	81,3	68,1	47,0	32,4	21,9	12,6	4,8	1,5	0,7
260 942	100	97,8	86,5	73,4	53,5	40,9	29,8	19,2	11,9	7,0	4,1
380 160	100	98,5	87,6	77,0	56,0	40,0	25,8	14,7	7,8	4,3	2,8
463 437	100	95,9	85,3	77,2	63,1	50,4	36,5	23,0	15,0	9,3	6,0
433 374	100	96,7	81,4	69,3	48,0	36,2	27,4	20,5	14,2	8,3	4,3
331 232	100	96,8	84,5	72,0	49,8	33,5	21,0	12,6	7,4	4,4	2,9
Exigences MTQ limite sup.	100	100	93	-	60	-	38	-	17	-	7
Exigences MTQ limite inf.	-	90	68	-	35	-	19	-	9	-	2

Courbes granulométriques des différents MG-20 utilisés dans l'étude



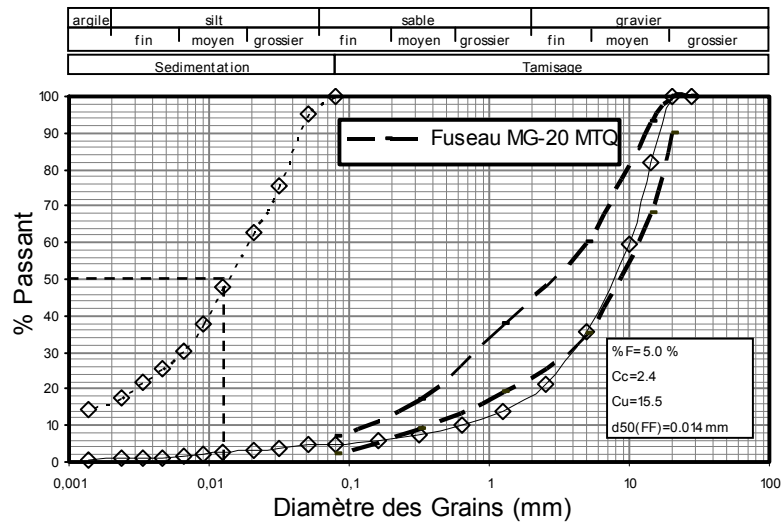


Figure A1.1.a. Courbes granulométriques

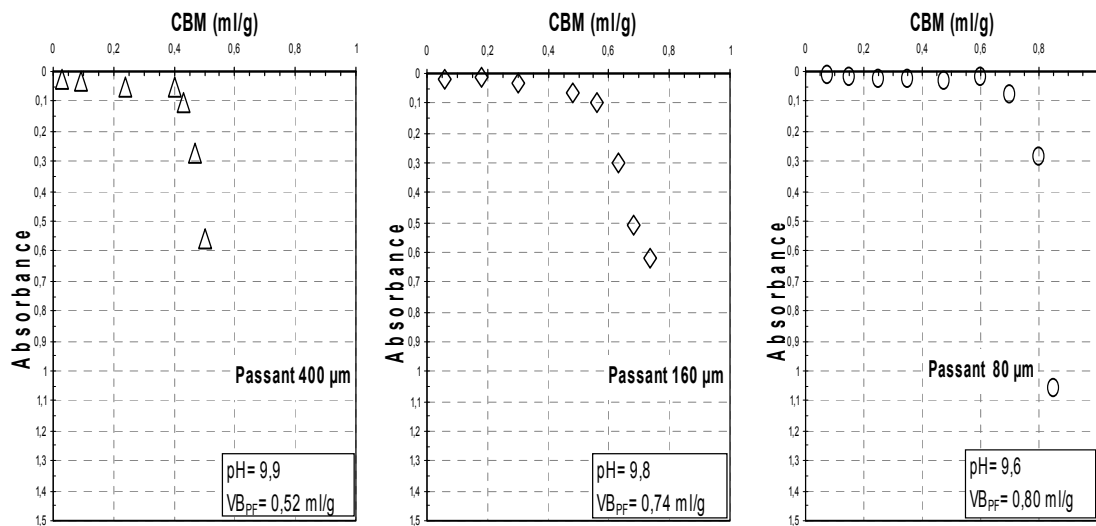


Figure A1.1.b. Analyse au spectrophotomètre

Analyse Granulométrique : Date: 05 -Juin-2006

Analyse au Spectrophotomètre :

Suspension Sol/eau déminéralisé

50g/100 ml 400 µm

25g/100 ml 160 µm

10g/100 ml 80 µm

Densité et Absorptivité: Date:29-Juin-2006

D_{Brute} gros granulat (>5mm) 2,68

% Abs : 0.8±0.0 %

Temps de tremp: 24 h

Bleu de méthylène (C₁₆H₁₈CIN₃S₃H₂O) 373.91 g/mole

Concentration Bleu de Titrage: 10g/L (eau déminéralisée)

Vitesse d'agitation: 400 tours/min

Temps de brassage: 15 min

Densité Relative des fins (20°C): 2.65

Figure A1.1. Données factuelles Échantillon: 433 366

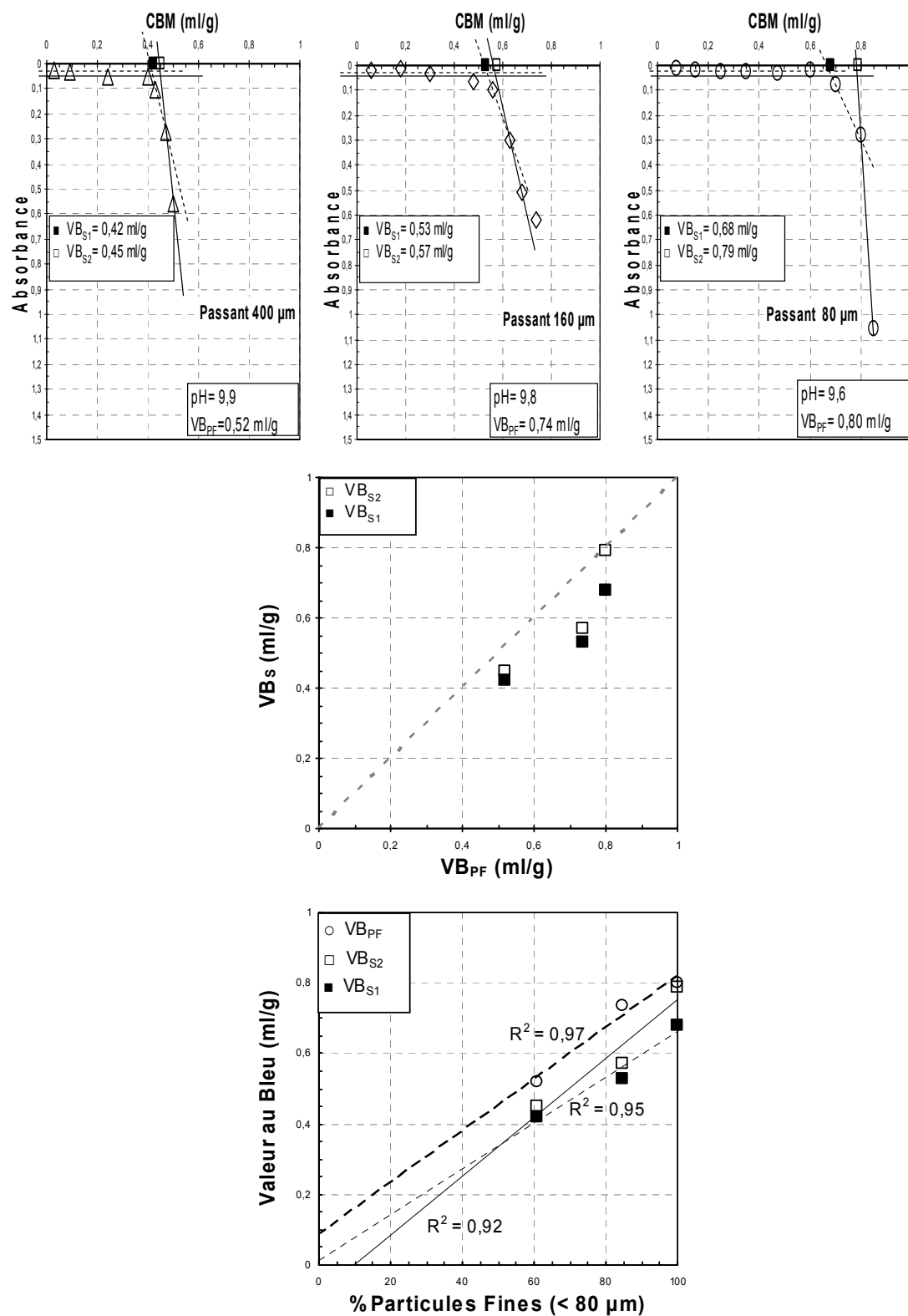


Figure A1.2. Données Interprétées Échantillon: 433 366

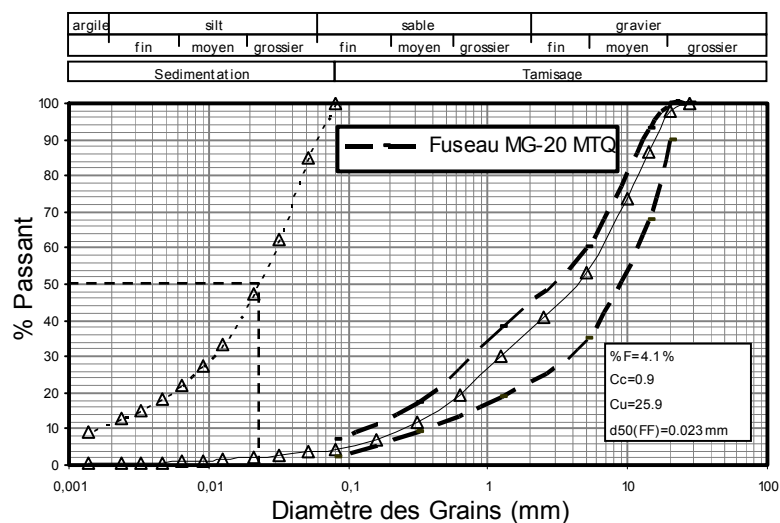


Figure A1.3.a. Courbes granulométriques

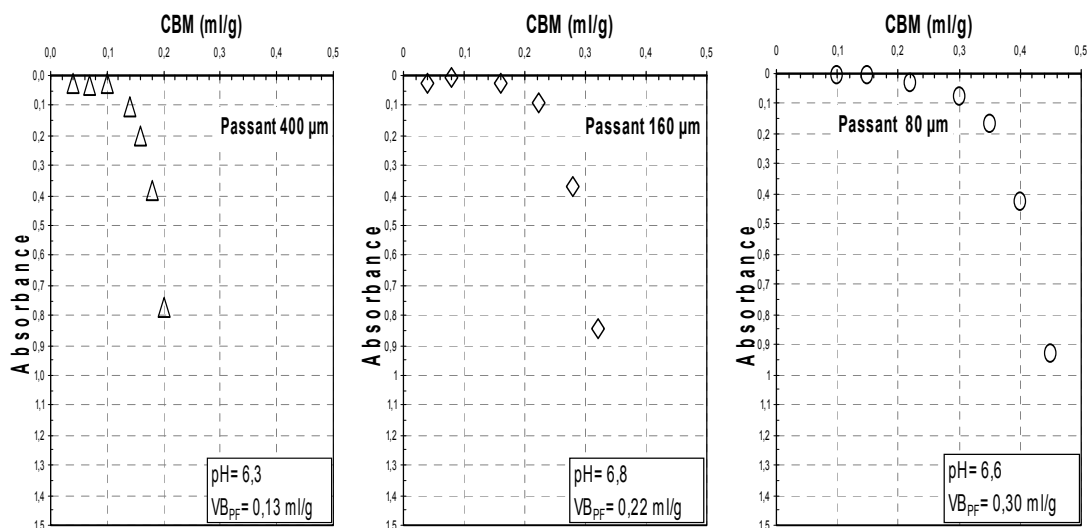


Figure A1.3.b. Analyse au spectrophotomètre

Analyse Granulométrique : Date: 06 -Juillet-2006

Analyse au Spectrophotomètre :

Suspension Sol/eau déminéralisé

50g/100 ml 400 µm

25g/100 ml 160 µm

10g/100 ml 80 µm

Densité et Absorptivité : Date:08-Juillet-2006

D_{Brute} gros granulat (>5mm) : 2,53

%Abs : 1.8±0.0 %

Temps de tremp: 24 h

Bleu de méthylène (C₁₆H₁₈CIN₃S₃H₂O) 373.91 g/mole

Concentration Bleu de Titrage: 10g/L (eau déminéralisée)

Vitesse d'agitation: 400 tours/min

Temps de brassage: 15 min

Densité Relative des fins (20°C): 2.72

Figure A1.3. Données factuelles Échantillon: 260 942

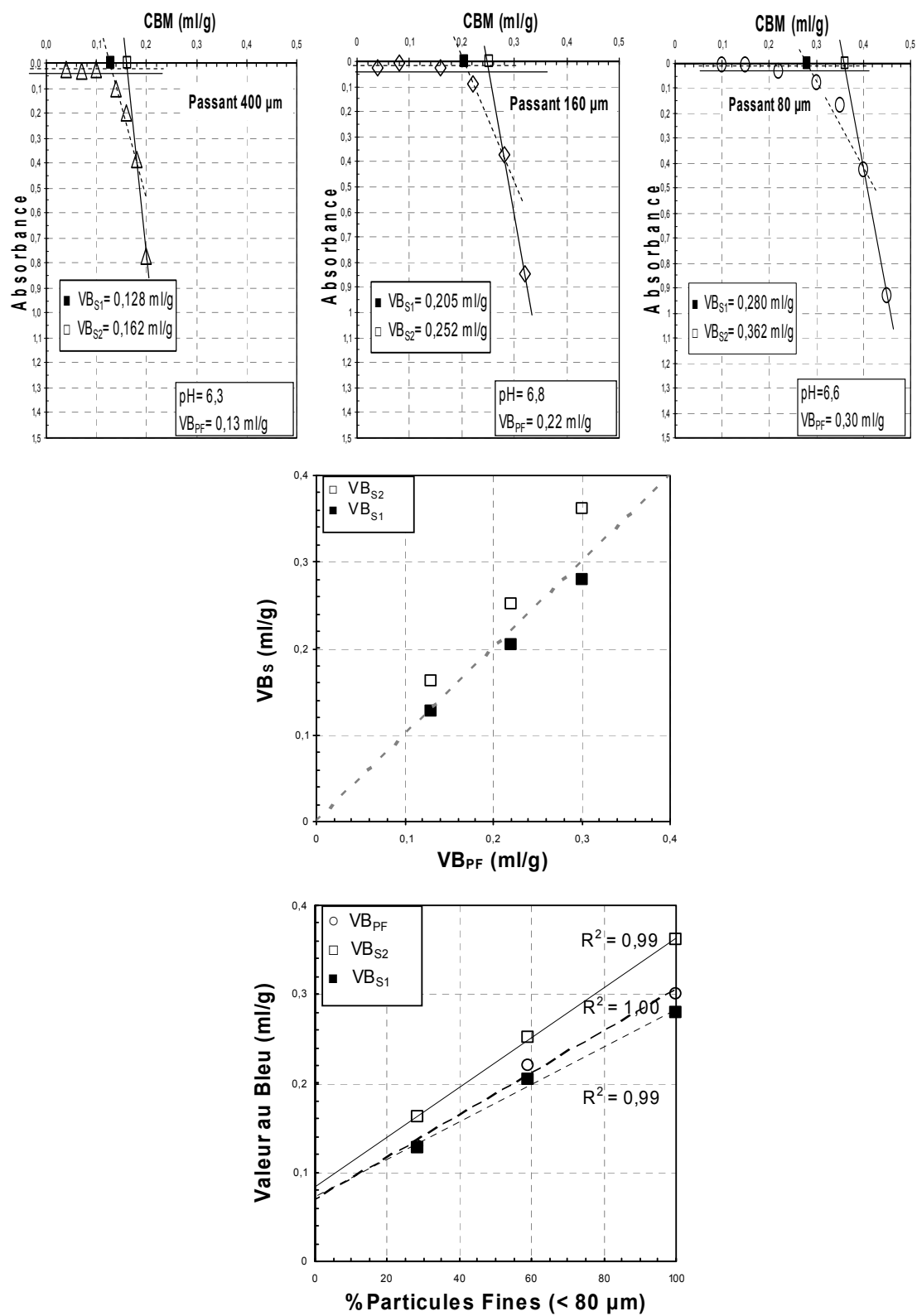


Figure A1.4. Données Interprétées Échantillon: 260 942

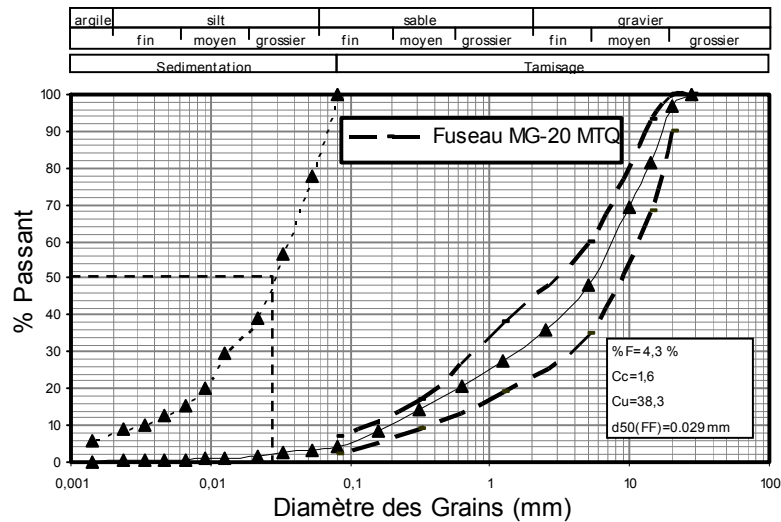


Figure A1.5.a. Courbes granulométriques

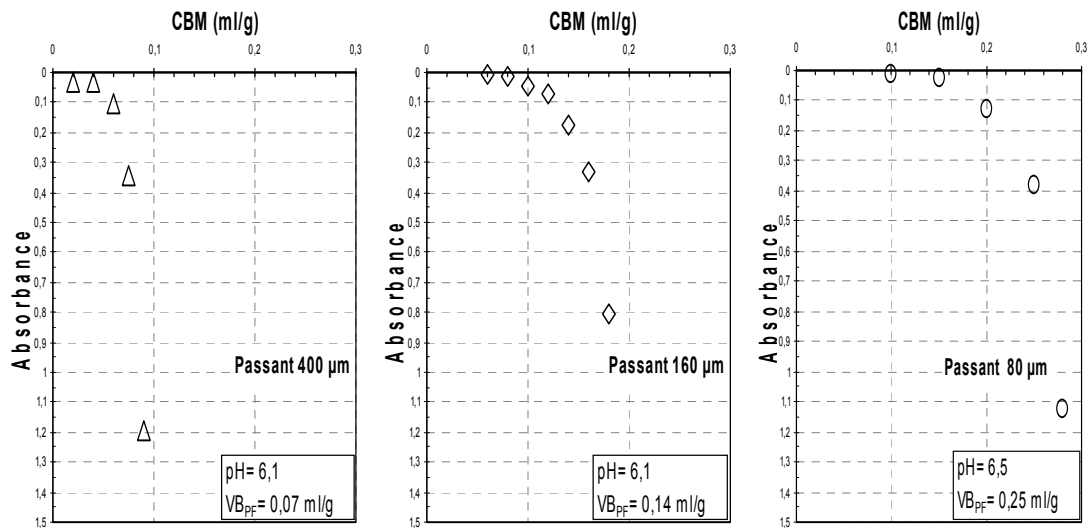


Figure A1.5.b. Analyse au spectrophotomètre

Analyse Granulométrique : Date: 05 -Août-2006

Densité et Absorptivité: Date: 08-Août-2006
 $D_{\text{Brute}} \text{ gros granulat } (>5\text{mm}) : 2,63$
 $\% \text{ Abs} : 0.8 \pm 0.0 \%$

Densité Relative des fins (20°C): 2.72

Analyse au Spectrophotomètre :

Suspension Sol/eau déminéralisé
 50g/100 ml 400 µm
 25g/100 ml 160 µm
 10g/100 ml 80 µm

Temps de trempé: 24 h
 Bleu de méthylène (C₁₆H₁₈CIN₃S₃H₂O) 373.91 g/mole
 Concentration Bleu de Titrage: 10g/L (eau déminéralisée)
 Vitesse d'agitation: 400 tours/min
 Temps de brassage: 15 min

Figure A1.5. Données factuelles Échantillon: 433 374

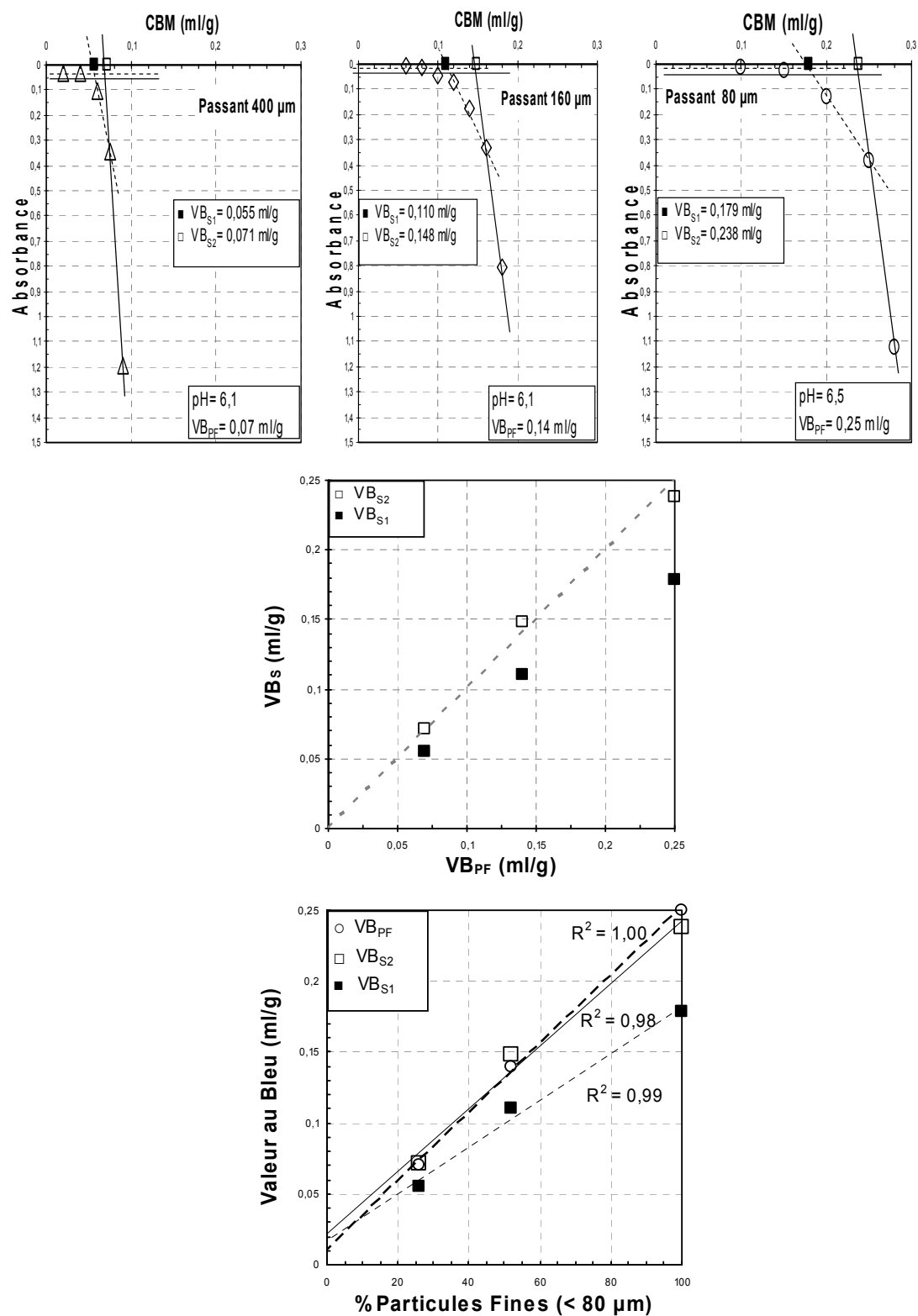


Figure A1.6. Données Interprétées Échantillon: 433 374

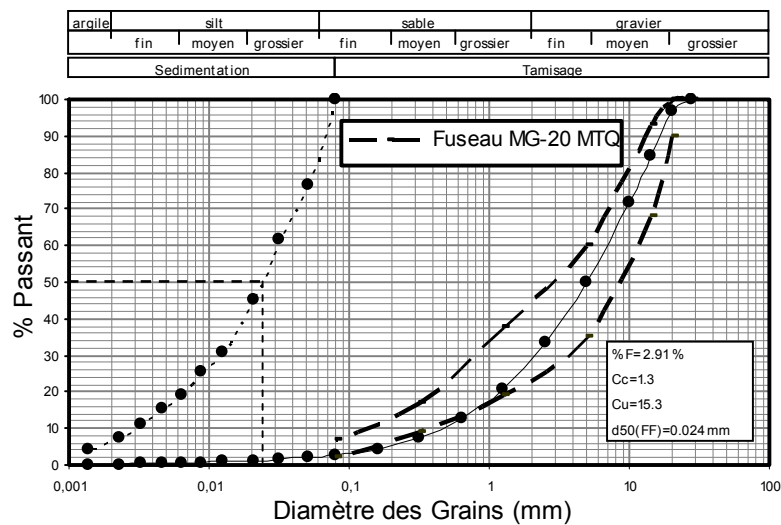


Figure A1.7.a. Courbes granulométriques

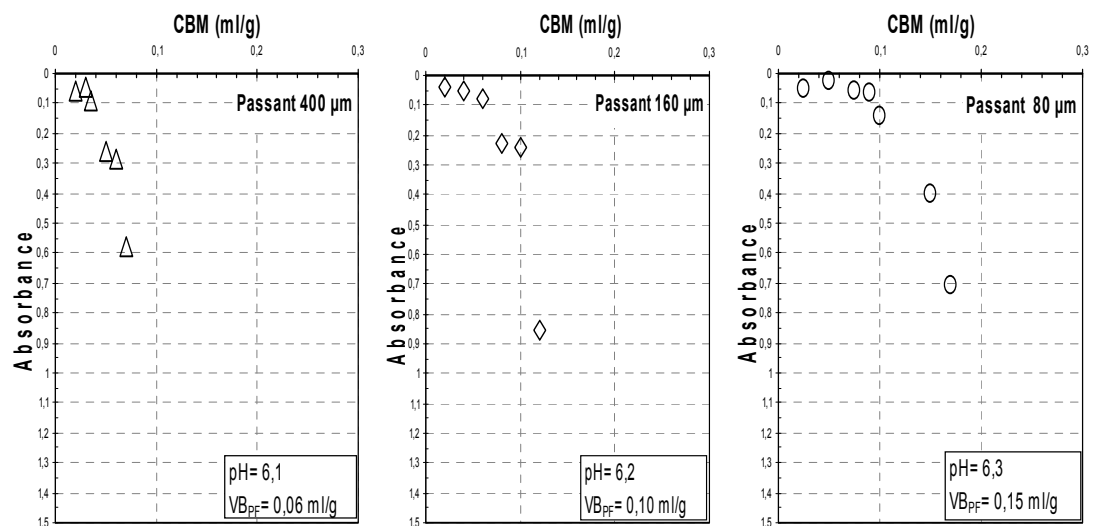


Figure A1.7.b. Analyse au spectrophotomètre

Analyse Granulométrique : Date: 05 -Juillet-2006

Analyse au Spectrophotomètre :

Suspension Sol/eau déminéralisé

50g/100 ml 400 µm

25g/100 ml 160 µm

10g/100 ml 80 µm

Densité et Absorptivité: Date:08-Juillet-2006

D_{Brute} gros granulat (>5mm) : 2,5

% Abs : 2.2±0.0 %

Temps de trempe: 24 h

Bleu de méthylène (C₁₆H₁₈CIN₃S₃H₂O) 373.91 g/mole

Concentration Bleu de Titrage: 10g/L (eau déminéralisée)

Vitesse d'agitation: 400 tours/min

Temps de brassage: 15 min

Densité Relative des fins (20°C): 2.79

Figure A1.7. Données factuelles Échantillon: 331 232

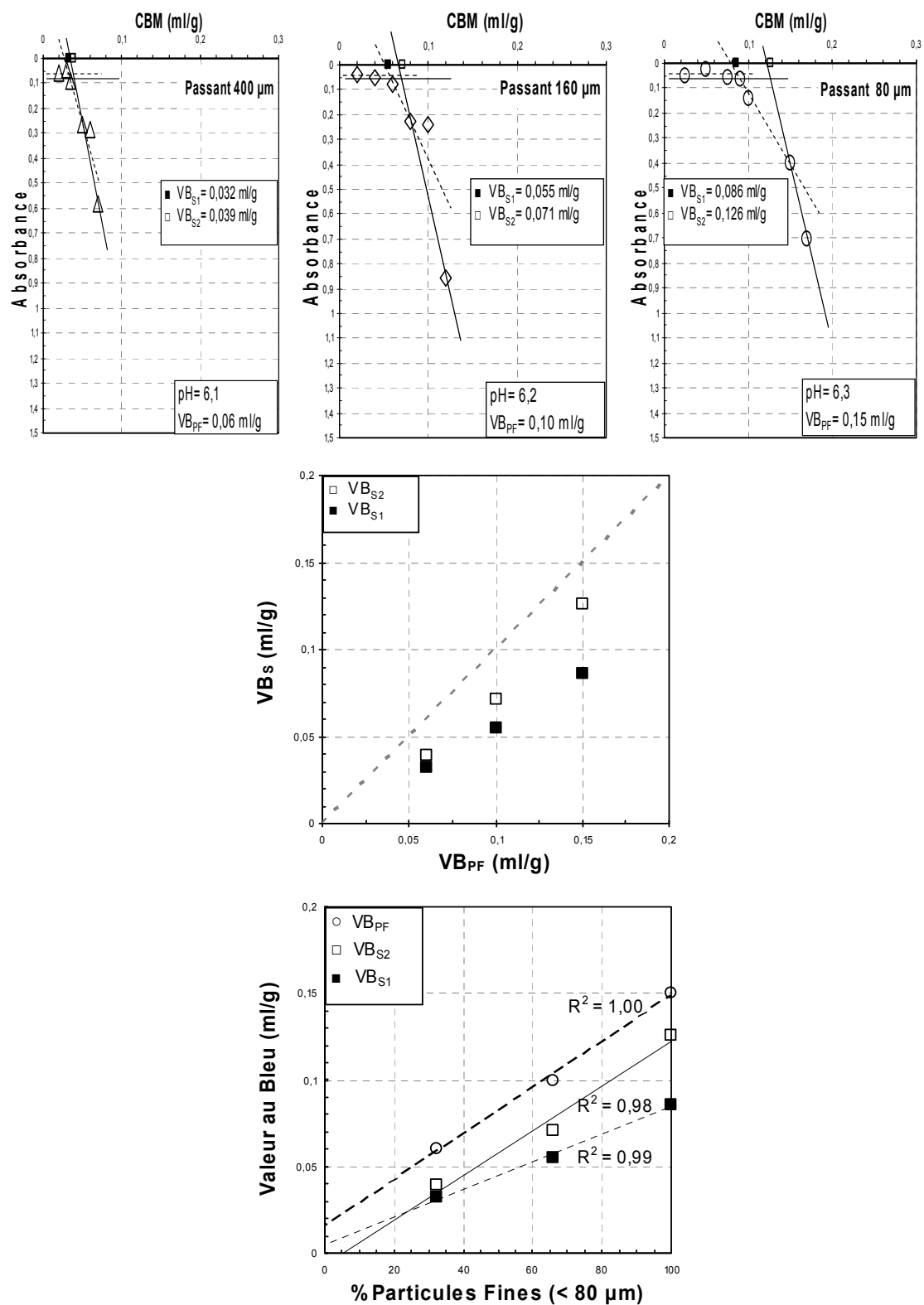


Figure A1.8. Données Interprétées Échantillon: 331 232

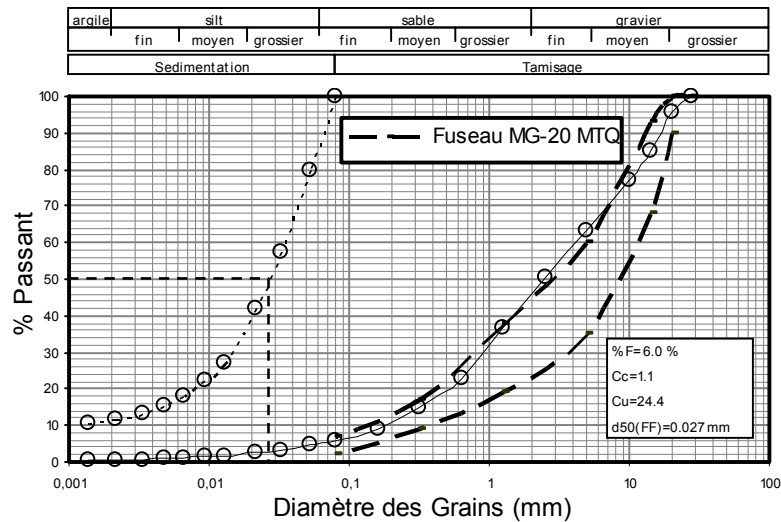


Figure A1.9.a. Courbes granulométriques

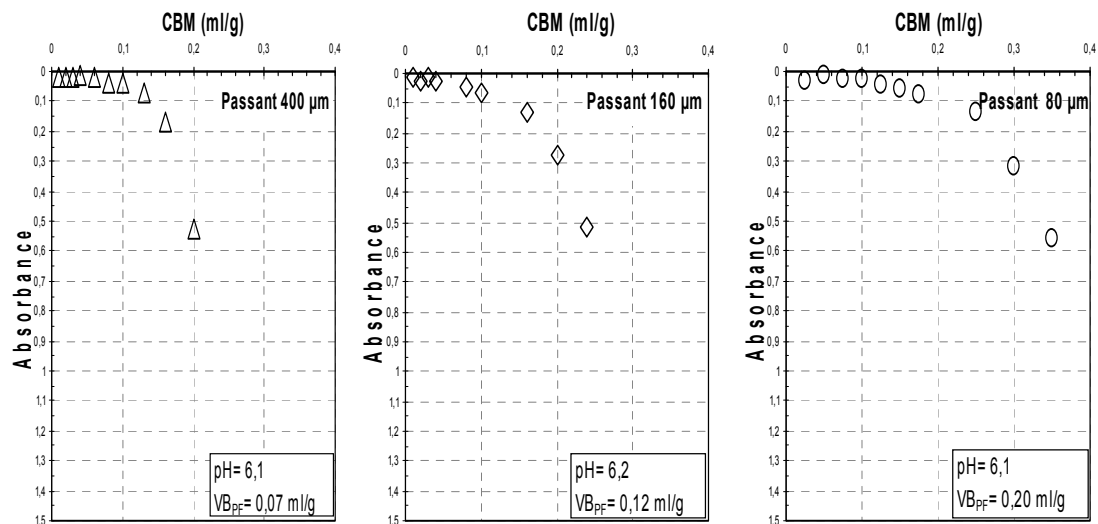


Figure A1.9.b. Analyse au spectrophotomètre

Analyse Granulométrique : Date: 05 -Juin- 2006

Analyse au Spectrophotomètre :

Suspension Sol/eau déminéralisé

50g/100 ml 400 µm

25g/100 ml 160 µm

10g/100 ml 80 µm

Densité et Absorptivité: Date: 09-Juin-2006

D_{Brute} gros granulat (>5mm) : 2,75

% Abs : 0.5 ± 0.0%

Temps de trempé: 24 h

Bleu de méthylène (C₁₆H₁₈ClN₃S₃H₂O) 373.91 g/mole

Concentration Bleu de Titrage: 10g/L (eau déminéralisée)

Vitesse d'agitation: 400 tours/min

Temps de brassage: 15 min

Densité Relative des fins (20°C): 2.69

Figure A1.9. Données factuelles Échantillon: 463 437

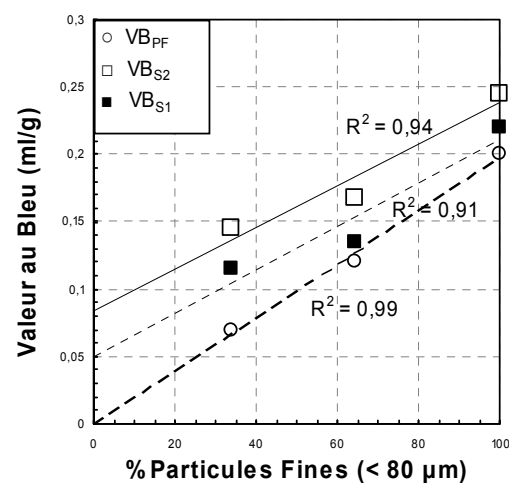
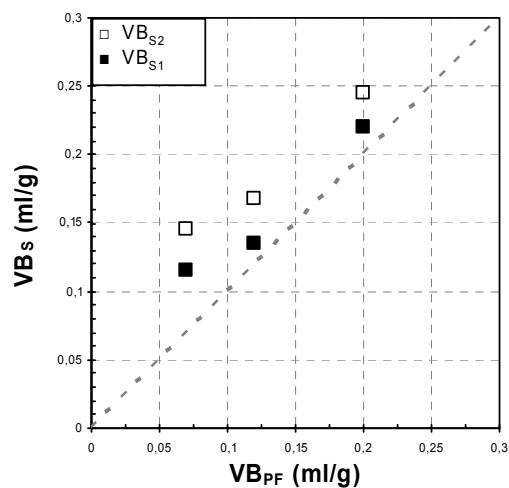
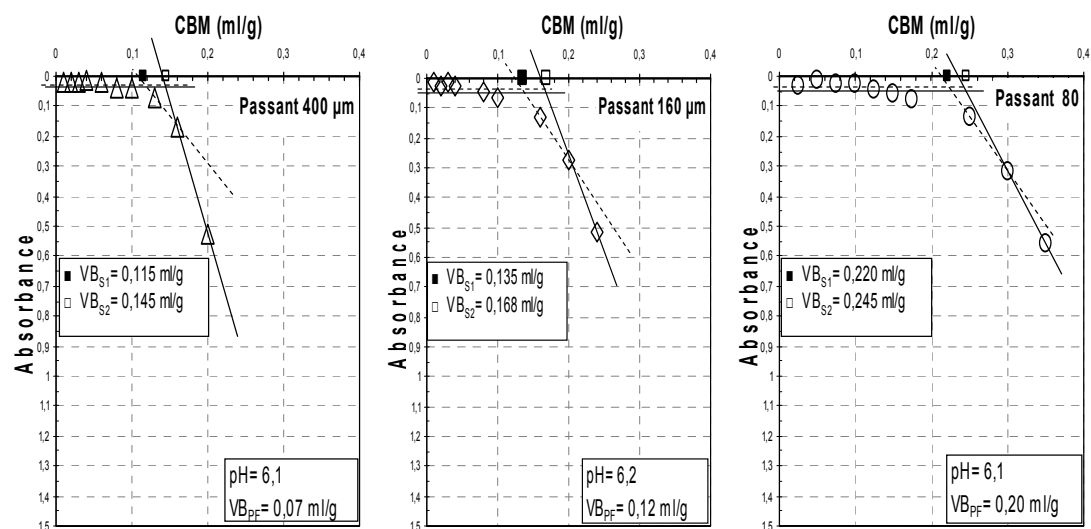


Figure A1.10. Données Interprétées Échantillon: 463 437

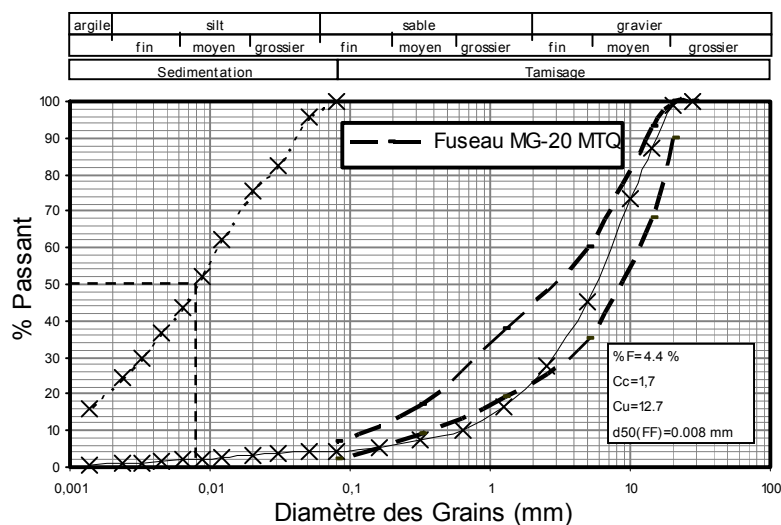


Figure A1.11.a. Courbes granulométriques

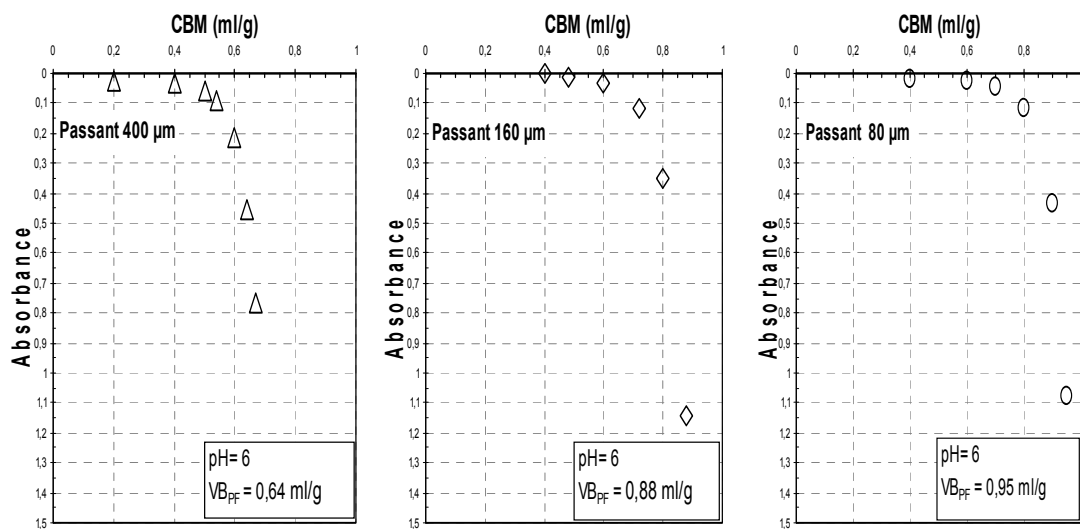


Figure A1.11.b. Analyse au spectrophotomètre

Analyse Granulométrique : Date: 18 -Janvier-2007

Analyse au Spectrophotomètre :

Suspension Sol/eau déminéralisé

50g/100 ml 400 µm

25g/100 ml 160 µm

10g/100 ml 80 µm

Densité et Absorptivité: Date: 12-Fevr-2007

D_{Brute} gros granulat (>5mm) : 2,67

% Abs : 1.0 ± 0.0 %

Temps de trempé: 24 h

Bleu de méthylène ($C_{16}H_{18}N_3S_3H_2O$) 373.91 g/mole

Concentration Bleu de Titrage: 10g/L (eau déminéralisée)

Vitesse d'agitation: 400 tours/min

Temps de brassage: 15 min

Densité Relative des fins (20°C): 2.76

Figure A1.11. Données factuelles Échantillon: 495 003

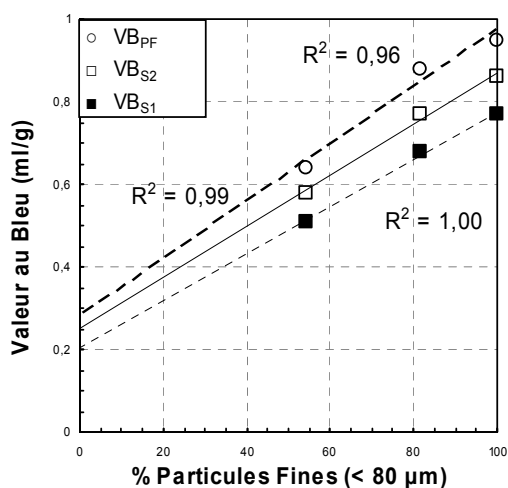
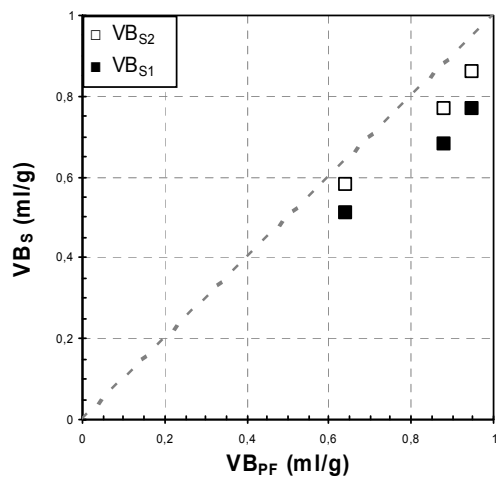
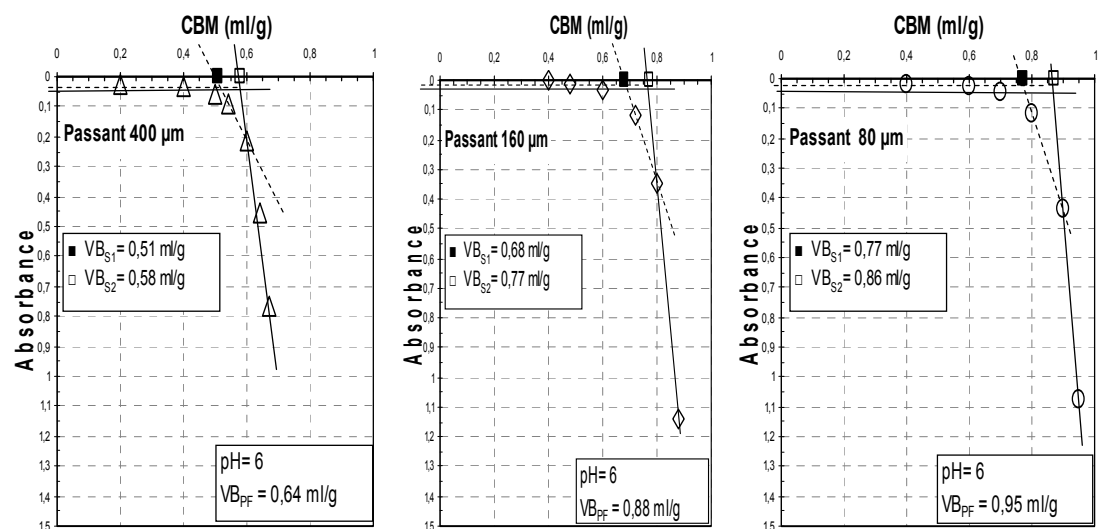
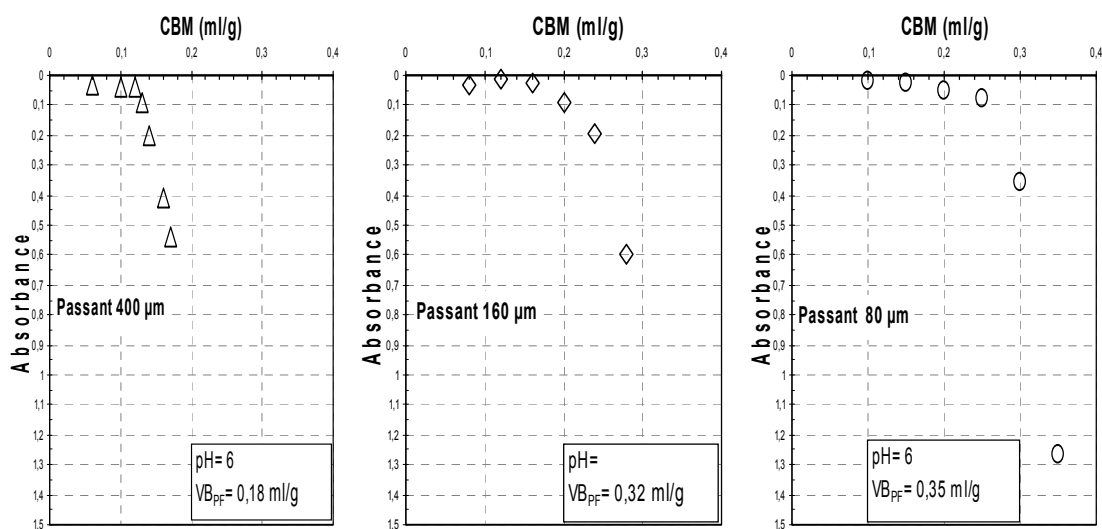
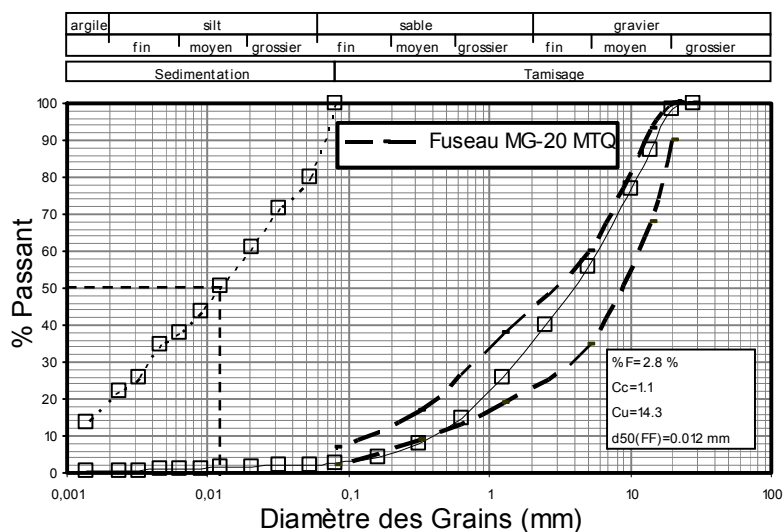


Figure A1.12. Données Interprétées Échantillon: 495 003



Analyse Granulométrique : Date: 22 –Janvier-2007

Densité et Absorptivité: Date: 12-Fevrier-2007
 D_{Brute} gros granulat (>5mm) : 2,67
 % Abs : 1.3±0.0 %

Densité Relative des fins (20°C): 2.77

Analyse au Spectrophotomètre :

Suspension Sol/eau déminéralisé
 50g/100 ml 400 µm
 25g/100 ml 160 µm
 10g/100 ml 80 µm

Temps de trempé: 24 h
 Bleu de méthylène ($C_{16}H_{18}N_3S_3H_2O$) 373.91 g/mole
 Concentration Bleu de Titrage: 10g/L (eau déminéralisée)
 Vitesse d'agitation: 400 tours/min
 Temps de brassage: 15 min

Figure A1.13. Données factuelles Échantillon: 380 160

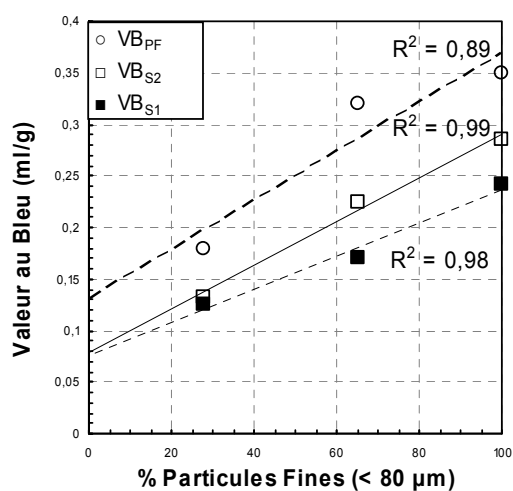
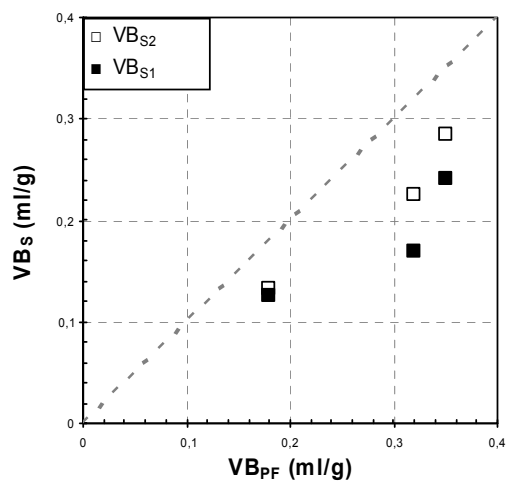
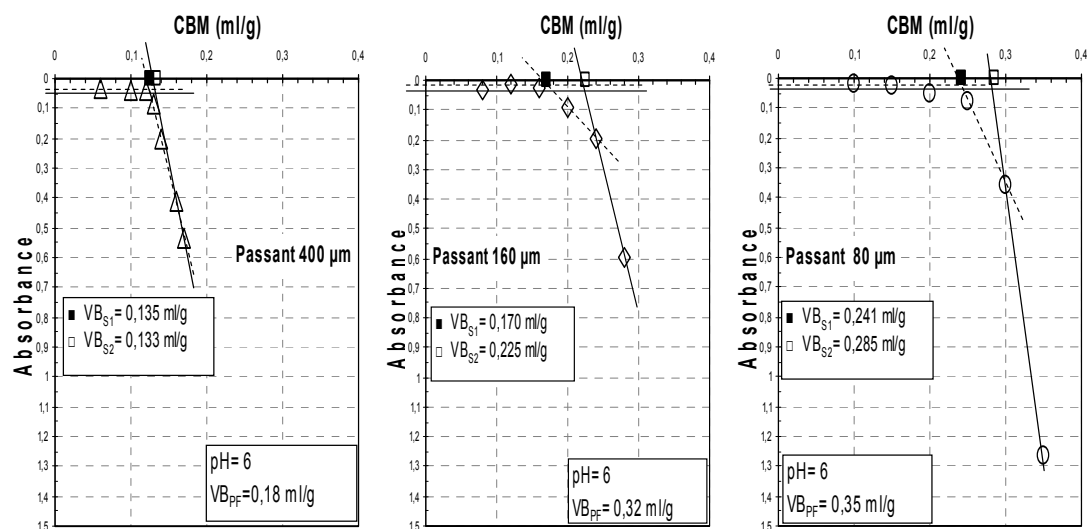


Figure A1.14. Données Interprétées Échantillon: 380 160

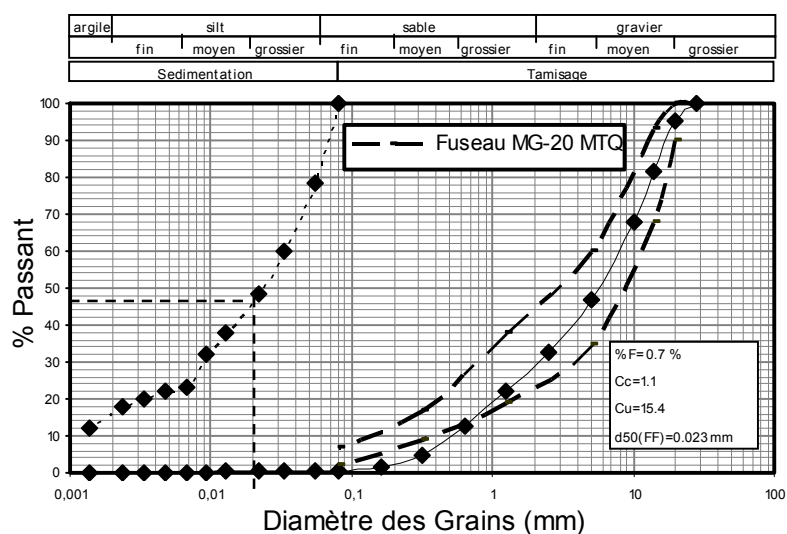


Figure A1.15.a. Courbes granulométriques

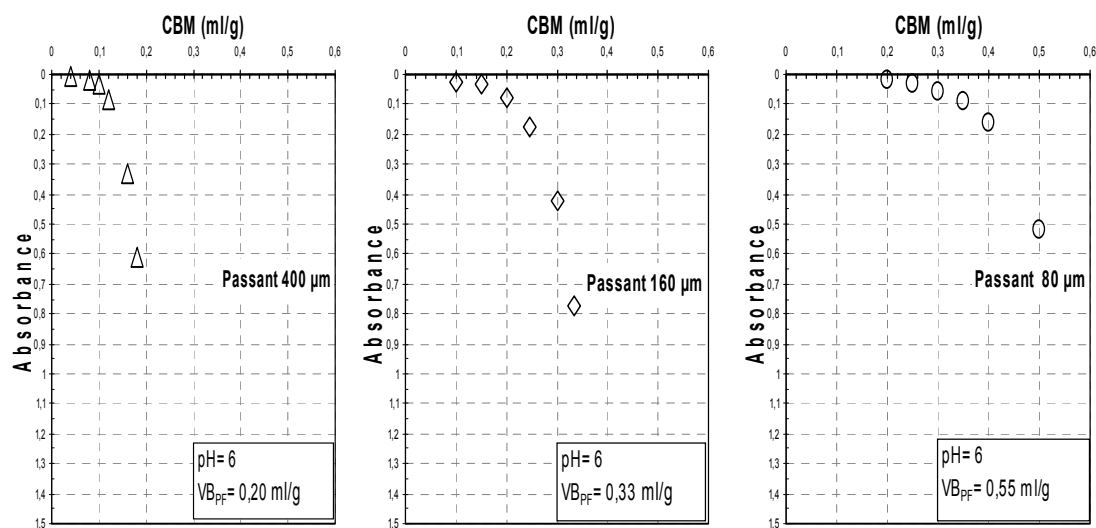


Figure A1.15.b. Analyse au spectrophotomètre

Analyse Granulométrique : Date: 22 -Janvier-2007

Densité et Absorptivité: Date: 12-Fevrier-2007
 D_{Brute} gros granulat (>5mm) : 2,52
 % Abs : 1.9±0.0 %

Densité Relative des fins (20°C): 2.73

Analyse au Spectrophotomètre :

Suspension Sol/eau déminéralisé

25g/100 ml 400 µm

25g/100 ml 160 µm

10g/100 ml 80 µm

Temps de trempé: 24 h

Bleu de méthylène (C₁₆H₁₈CIN₃S₃H₂O) 373.91 g/mole

Concentration Bleu de Titrage: 10g/L (eau déminéralisée)

Vitesse d'agitation: 400 tours/min

Temps de brassage: 15 min

Figure A1.15. Données factuelles Échantillon: 488 898

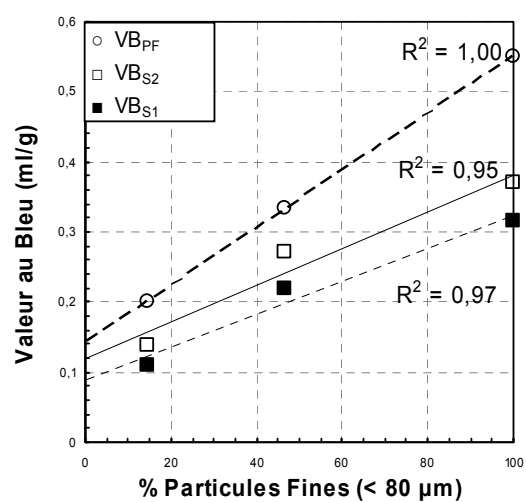
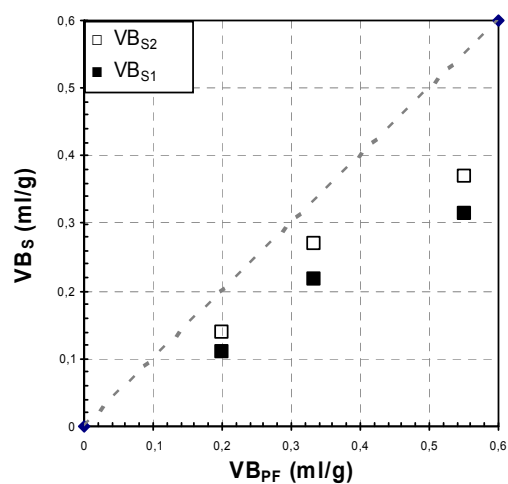
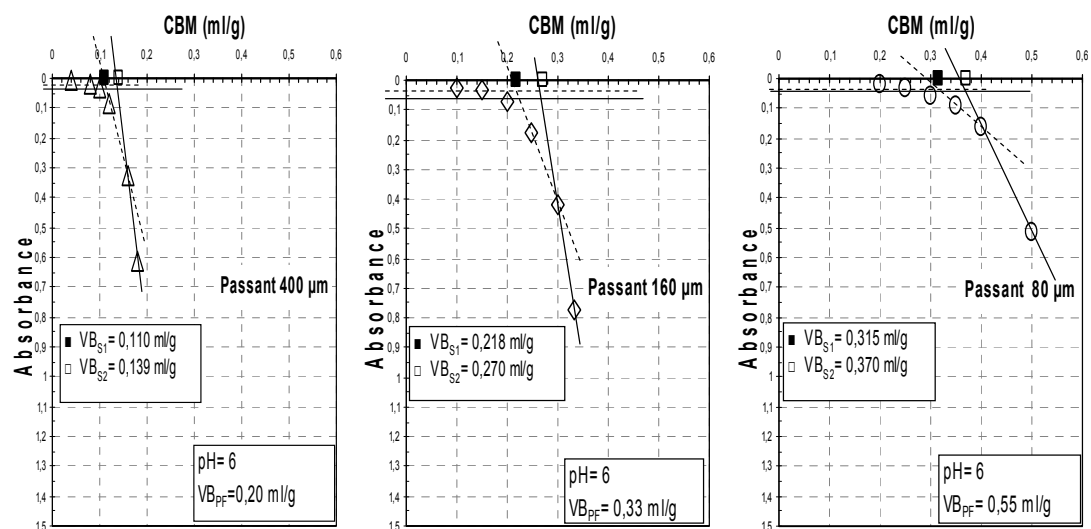


Figure A1.16. Données Interprétées Échantillon: 488 898

Annexe 2

Essai de diffraction des rayons-X

et

Microscopie à balayage électronique

Essai de Diffraction des rayons-X

Des essais de Diffraction des Rayons-X (DRX) ont été effectués, afin de connaître la composition minéralogique des deux tills. Puisqu'il est difficile et coûteux de procéder à une analyse quantitative détaillée, on ne peut se faire qu'une idée très approximative de la nature et de la quantité des minéraux qui sont présents dans les sols. Certains minéraux sont abondants, tandis que d'autres sont à peine détectables aux rayons X.

L'analyse a été obtenue sur les particules passant le tamis 400 μm . Les matériaux ont été séchés d'avance à 110 $^{\circ}\text{C}$ pendant 24 heures. Après séchage et tamisage, les échantillons de till ont été broyés dans un mortier en agate. Les deux échantillons choisis, ont été analysés par diffraction des rayons-X.

Il est montré aux figures A2.1 et A2.2 les diffractogrammes pour le till de Caniapiscou et pour le till de Péribonka. Certains pics des spectres ont été identifiés comme des minéraux spécifiques. On note la présence de l'albite et du microcline, qui sont tous les deux membres des feldspaths; également, on note la présence du quartz. De plus, on remarque que les minéraux silicatés non-argileux (feldspaths, quartz) dominent la composition du sol des deux tills ($\approx 90\%$), ces deux minéraux se trouvant notamment au sein de la famille des tectosilicates. La phlogopite et l'illite, membres du groupe des micas, le clinochlore, membre du groupe des chlorites, ainsi que les amphiboles sont présentes sur les échantillons de Caniapiscou et Péribonka en très faible quantité ($\approx 10\%$). À noter que les micas sont des minéraux importants dans la famille des phyllosilicates (i.e. minéraux sous forme lamellaire) car ceux-ci ont des surfaces spécifiques très élevées.

D'après les résultats, on peut conclure que les deux échantillons de till proviennent des roches granitiques. L'unique différence consiste en la présence de mica de manière plus accentuée à Caniapiscou qu'à Péribonka. Toutefois le mica n'est présent dans les deux tills qu'en très faible proportion.

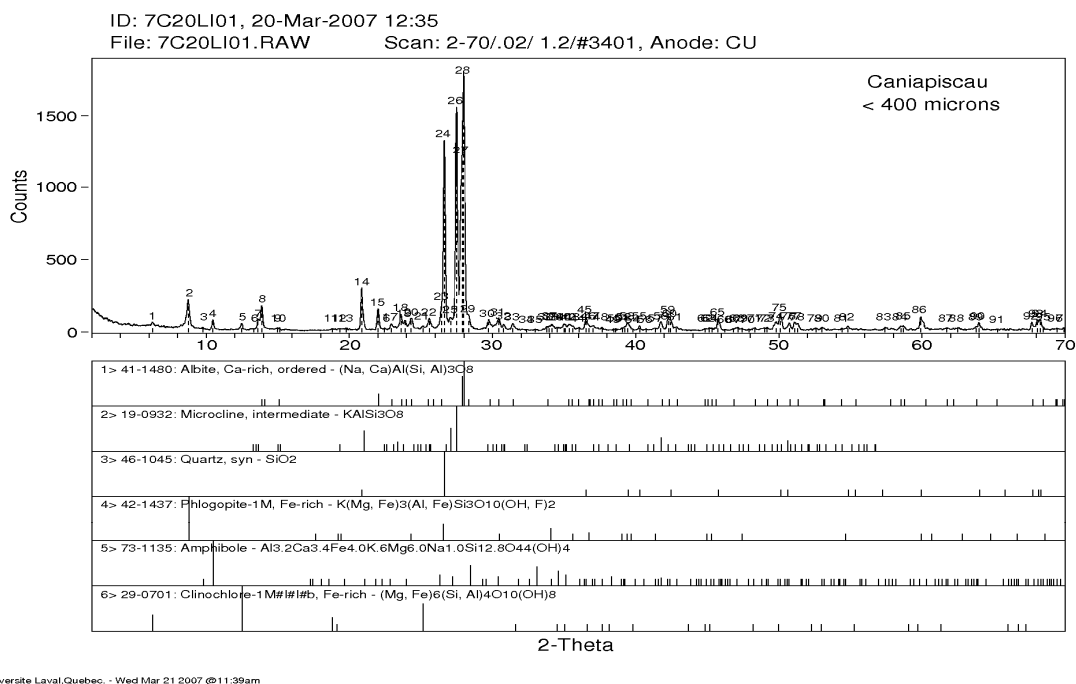


Figure A2.1. Spectre DRX pour le till de Canapiscou de la fraction < 400 µm

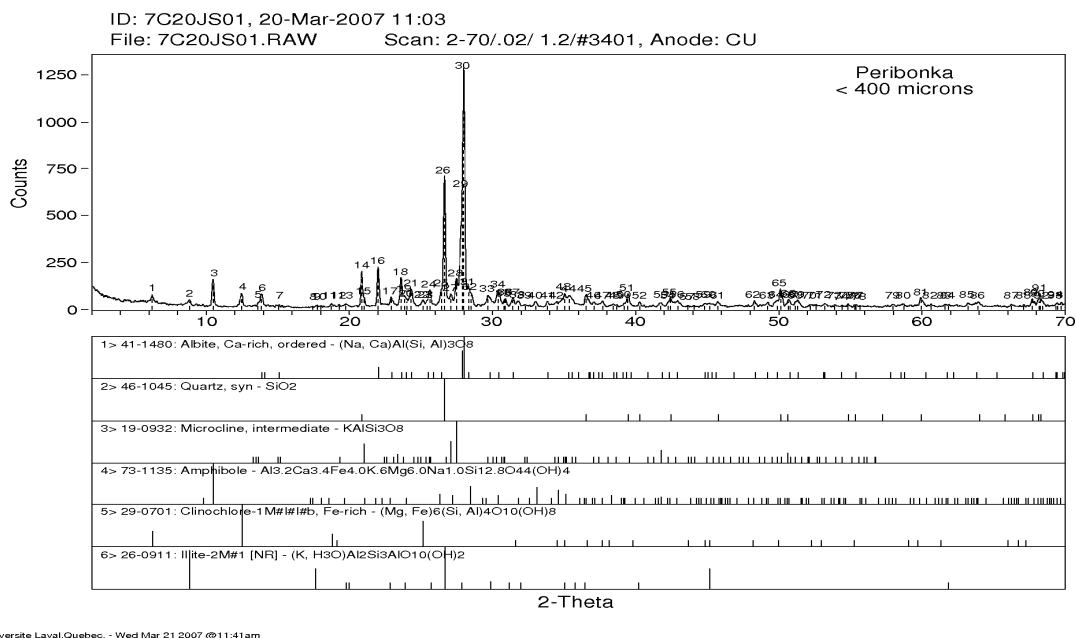


Figure A2.2. Spectre DRX pour le till de Péribonka de la fraction < 400 µm

Essai au Microscope à Balayage Électronique (MEB)

Afin d'obtenir des informations sur la forme et l'état de surface des grains, des essais au MEB ont été effectués. L'évaluation a été obtenue pour les deux tills et les MG-20 étudiés, les fractions analysées correspondent aux particules passant le tamis 400 μm et retenues sur le tamis 160 μm , ainsi que sur les particules passant le tamis 80 μm .

Sur des photos au MEB, on a mis en évidence l'existence de porosité intragranulaire, des surfaces rugueuses et des fissures, qui sont tous des facteurs conduisant à la surestimation de la surface spécifique réelle du sol comme il a été avancé au chapitre 3, section 2.3. Sur la figure A2.3 on peut remarquer que le pourcentage d'endommagement des grains est beaucoup plus important pour le till de Caniapiscau que pour le till de Péribonka. Dans les fractions fines des tills, tel que montré sur la figure A2.4, des surfaces rugueuses ont aussi été observées. Sur la figure A2.5, dans les échantillons du MG-20, des surfaces lisses et rugueuses, ainsi que des fissures, ont également mis en évidence.

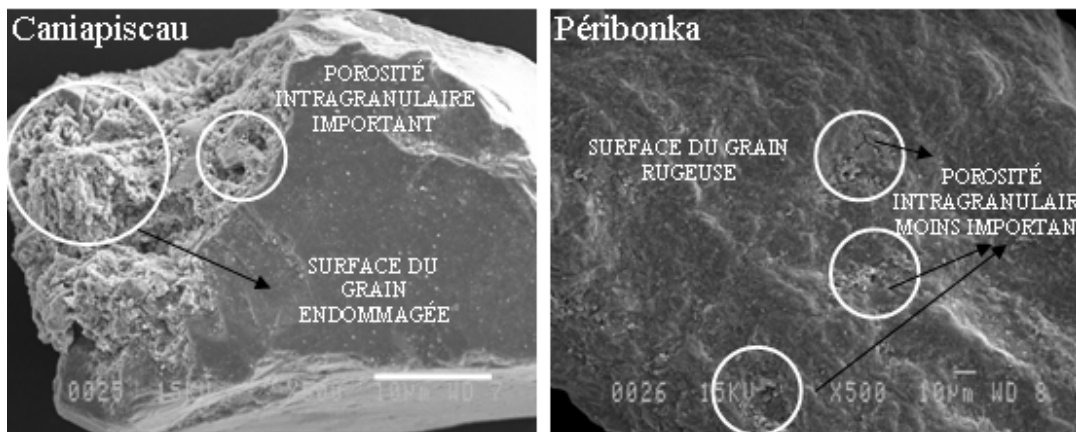


Figure A2.3. Image au MEB des grains de till, fraction $<400 \mu\text{m}$ et $\geq 160 \mu\text{m}$

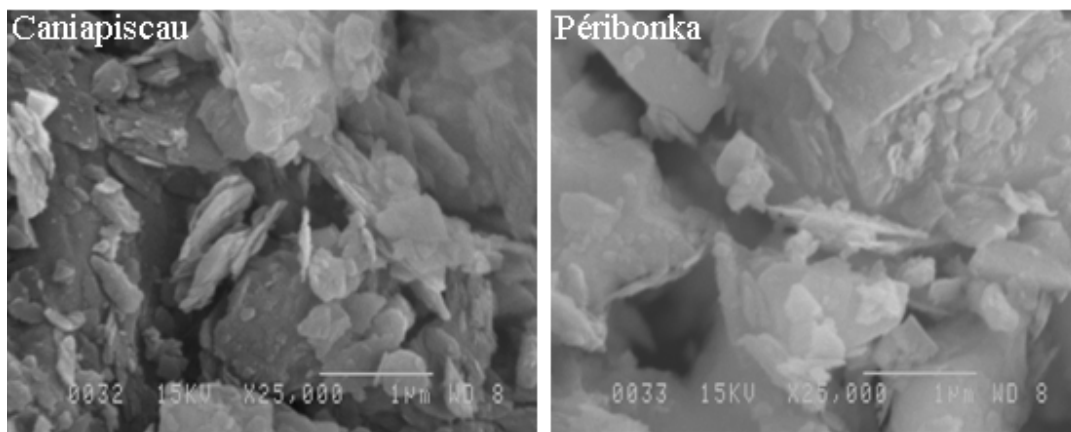


Figure A2.4. Image au MEB des grains de till, fraction $<80\ \mu\text{m}$

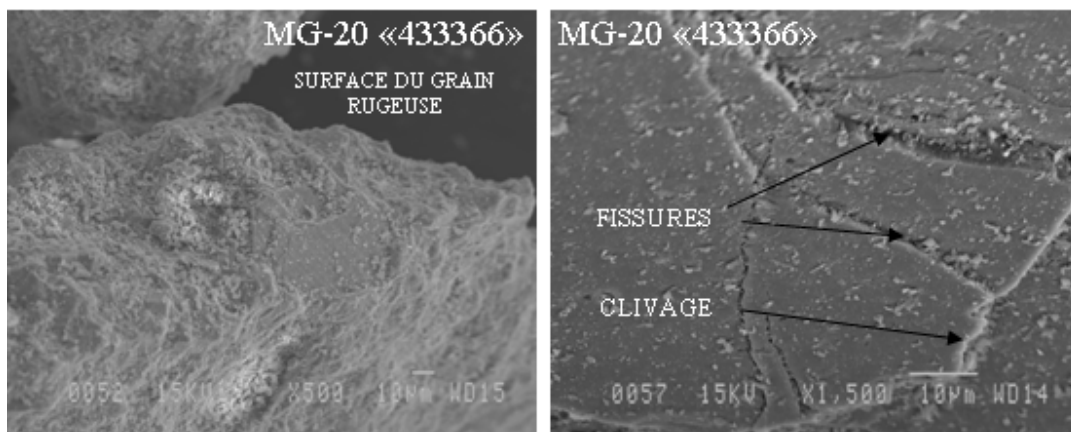


Figure A2.5. Image au MEB pour deux MG-20, fraction $<400\ \mu\text{m}$ et $\geq 160\ \mu\text{m}$

D'autre part, l'analyse chimique qualitative et élémentaire des grains a été obtenue à partir de la microscopie électronique à balayage. La variation de la composition chimique d'un MG-20 et des deux tills étudiés est illustrée aux figures A2.6, A2.7 et A2.8, respectivement. L'analyse chimique des matériaux restants sont présentées à l'annexe 4. En général, il a été conclu que le MG-20 « 433 366 » est un matériau composé de la calcite, puisque leur spectre au MEB (figure A2.6) présente des quantités élevées de calcium (Ca) et de silicium (Si), ainsi que des faibles quantités d'éléments tels que l'aluminium (Al) et le carbone (C). Tandis que, les deux tills sont composés principalement du silicium (Si) et d'aluminium (Al), avec des petites traces de magnésium (Mg), sodium (Na) potassium (K) et fer (Fe), ceux-ci sont des éléments chimiques caractéristiques des feldspaths.

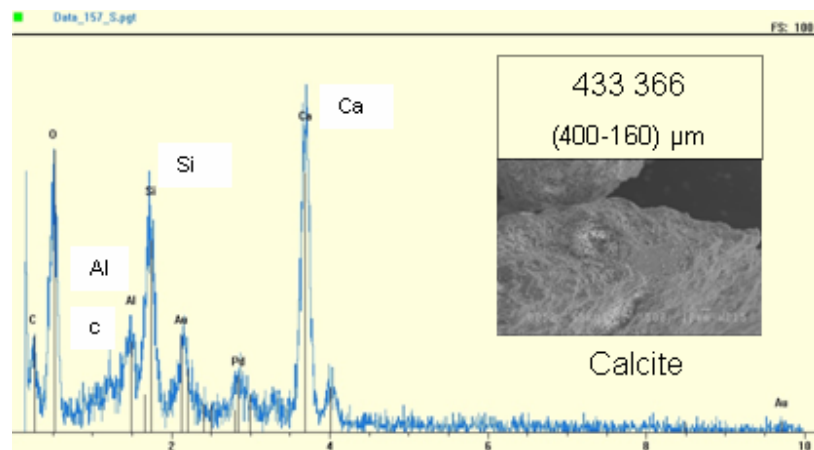


Figure A2.6. Spectre au MEB pour MG-20 « 433 366 », fraction $<400\ \mu\text{m}$ et $\geq 160\ \mu\text{m}$

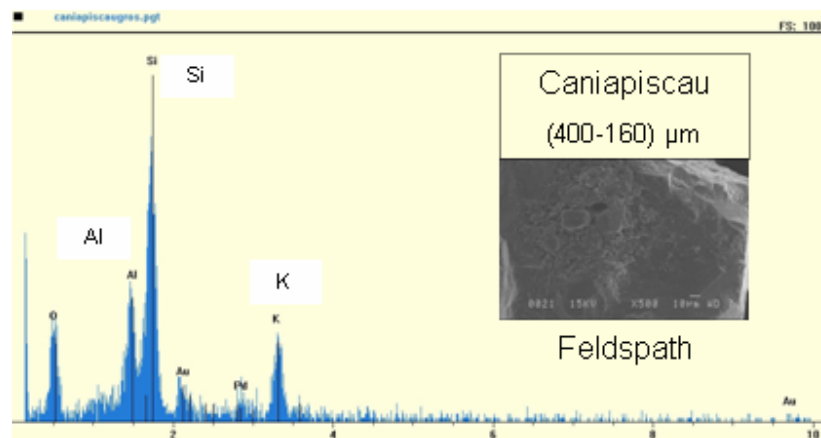


Figure A2.7. Spectre au MEB pour le till Caniapiscou, fraction $<400\ \mu\text{m}$ et $\geq 160\ \mu\text{m}$

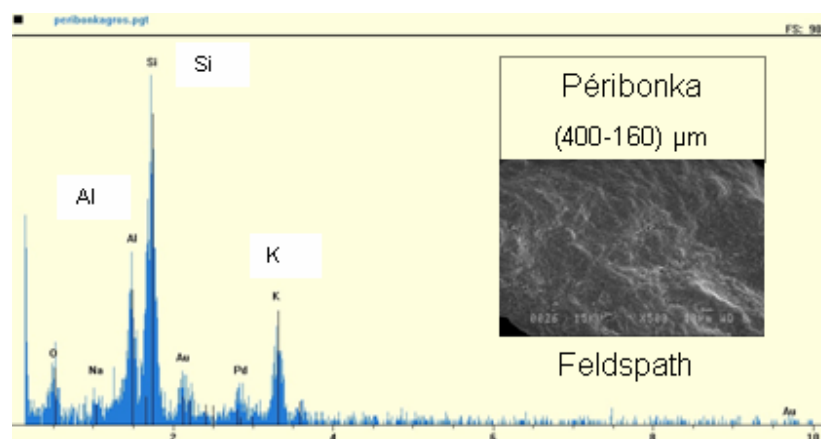


Figure A2.8. Spectre MEB pour le till Péribonka, fraction $<400\ \mu\text{m}$ et $\geq 160\ \mu\text{m}$

En accord avec ce que nous avons obtenu pour les essais de Diffraction des Rayons-X, il n'y a aucun doute que les tills glaciaires étudiés proviennent des pierres granitiques du fait de la présence des tectosilicates dans les deux échantillons. Il est bien connu que les tectosilicates (i.e. feldspaths et quartz) font partie des constituants des pierres granitiques. Il faut noter que des résultats semblables ont également été obtenus pour la fraction < 80 µm (annexe 4).

En résumé, les principaux minéraux détectés par Diffraction des Rayons X et par Microscopie à Balayage Électronique sont les suivants:

Tableau A3.1. Composition minéralogique des matériaux étudiés

Échantillon	Matériau	Composition minéralogique Phase majeure
495 003	--	--
433 366	Calcaire	Calcite
488 898	--	--
260 942	Granite	Feldspath
380 160	--	--
463 437	Granite	Quartz
433 374	Granite	Feldspath
331 232	Granite	Feldspath
Caniapiscou	Granite	Feldspath, Quartz
Péribonka	Granite	Feldspath, Quartz

Annexe 3

Essais de gel

Till de Canaiapiscou

&

Till de Péribonka

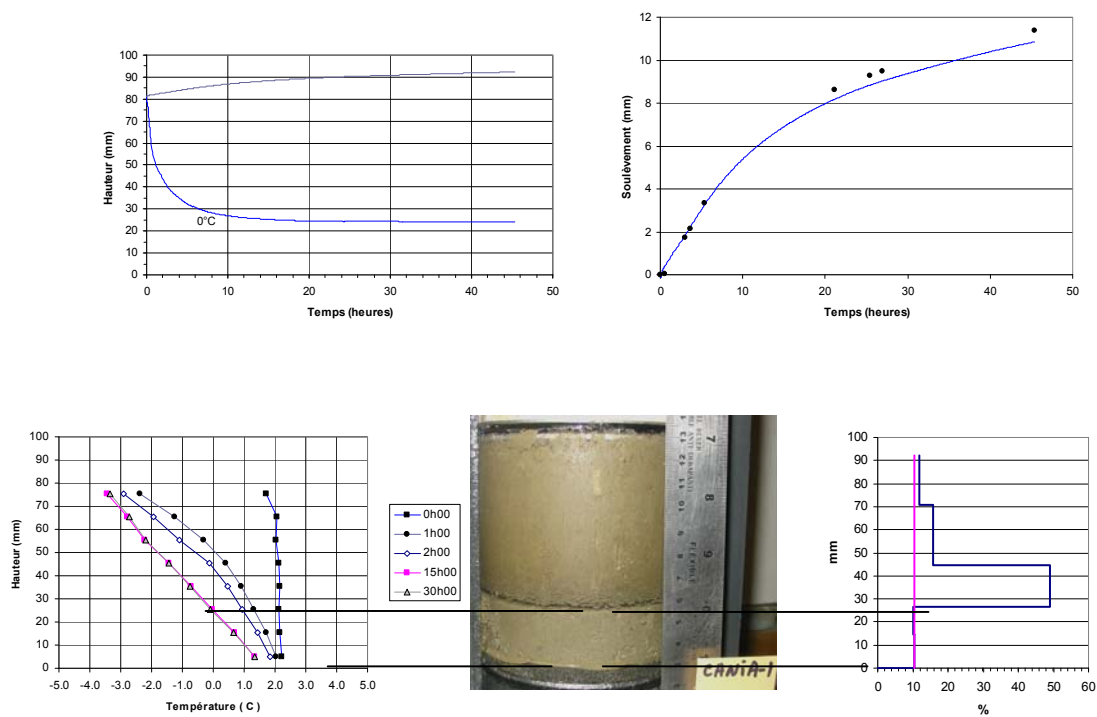


Figure A3.1. Essai de gel sur le till de Caniapiscou

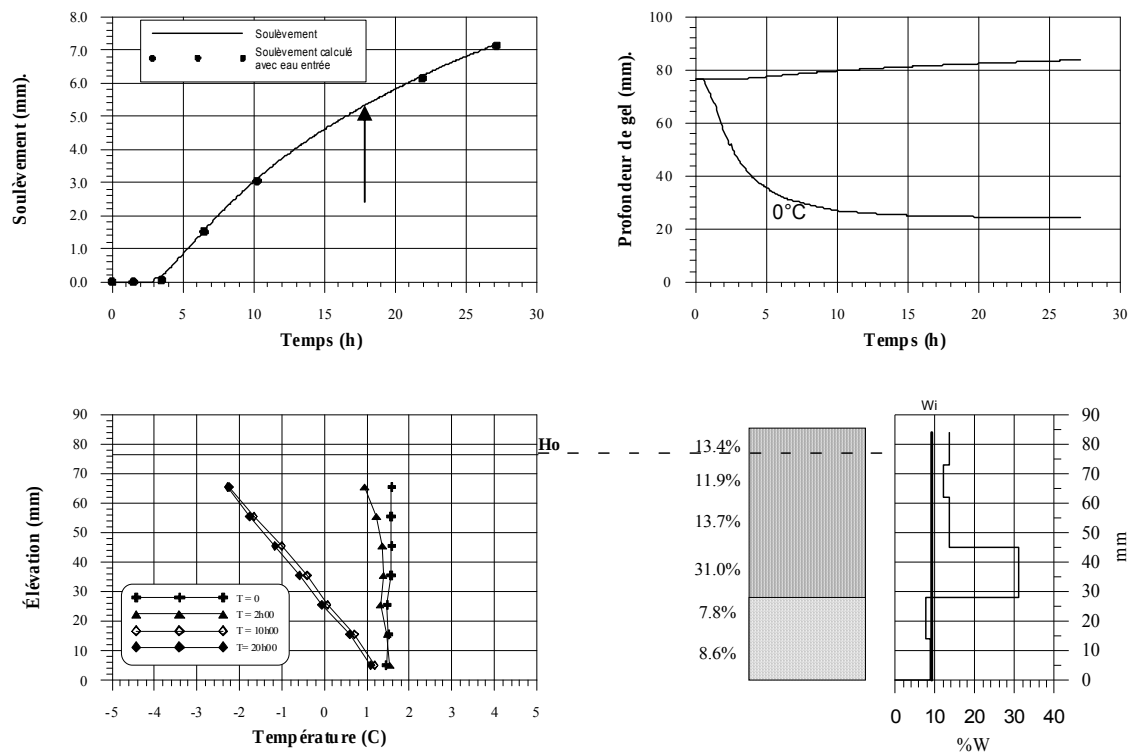
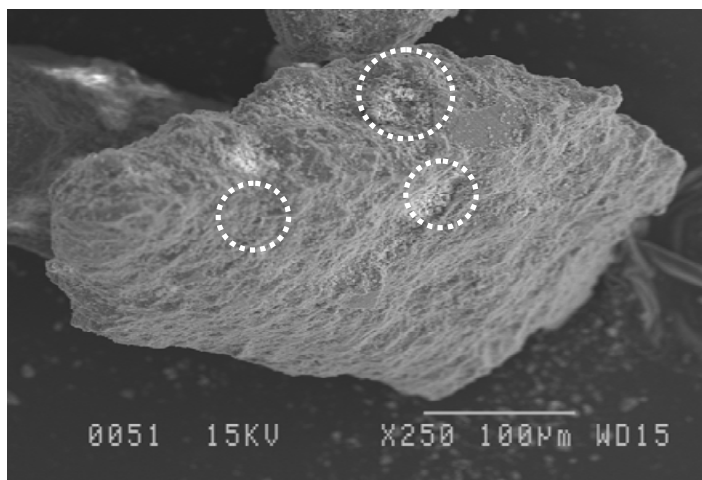
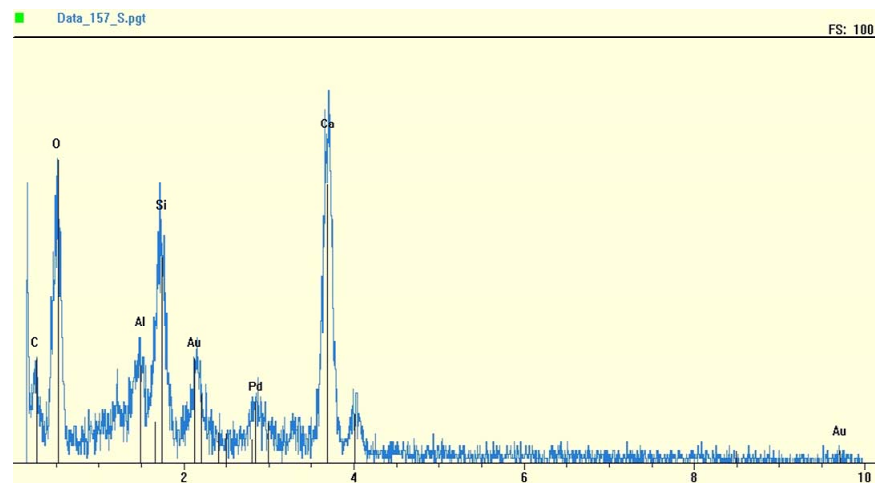
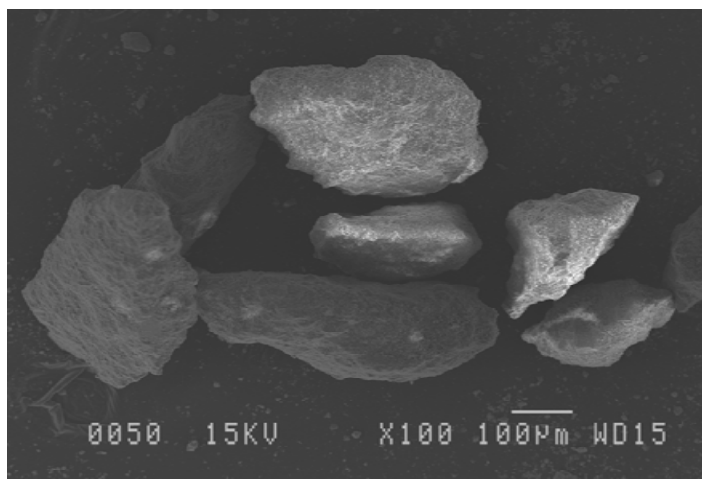


Figure A3.2 Essais de gel sur le till de Péribonka



Annexe 4

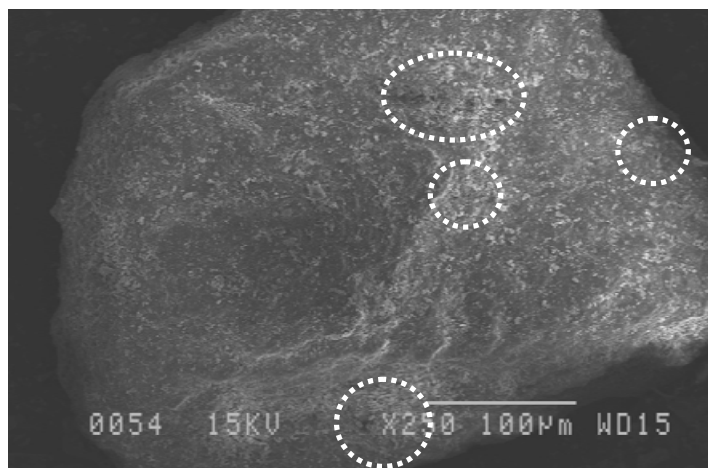
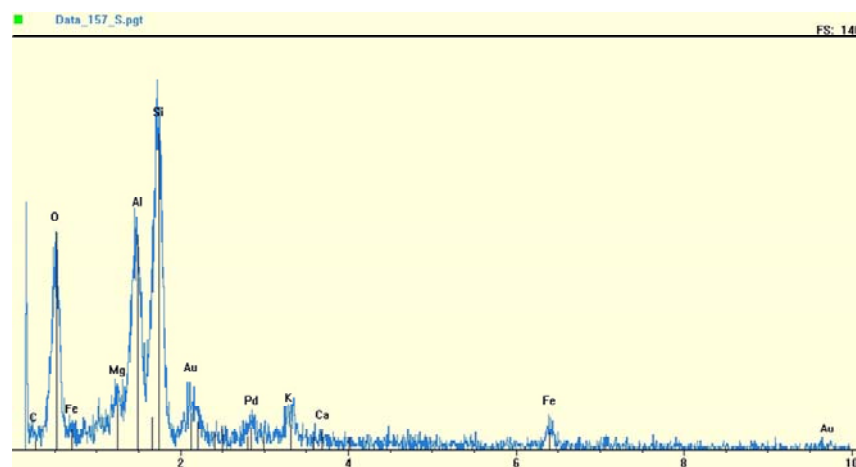
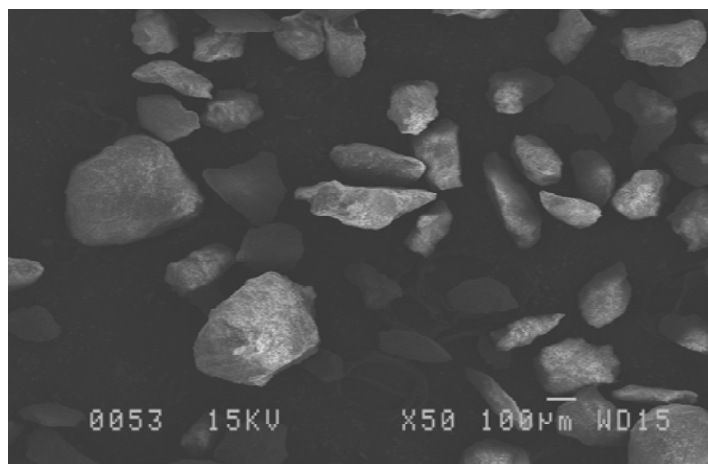
**Analyse au microscope à balayage électronique (MEB)
(complément)**



Microscope à Balayage Électronique

Échantillon :	MG-20 «433 366»
Fraction	< 400µm
État de surface :	Surface très rugueuse Porosité intragranulaire
Composition chimique	Ca, Si, O, Al
Minéral correspondant :	Calcite

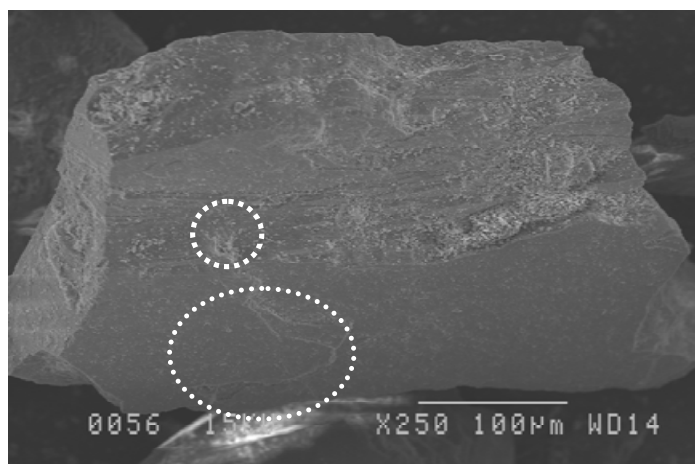
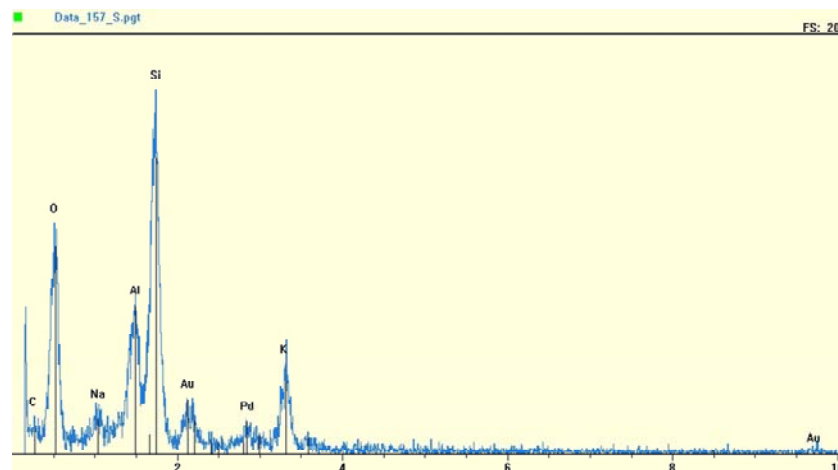
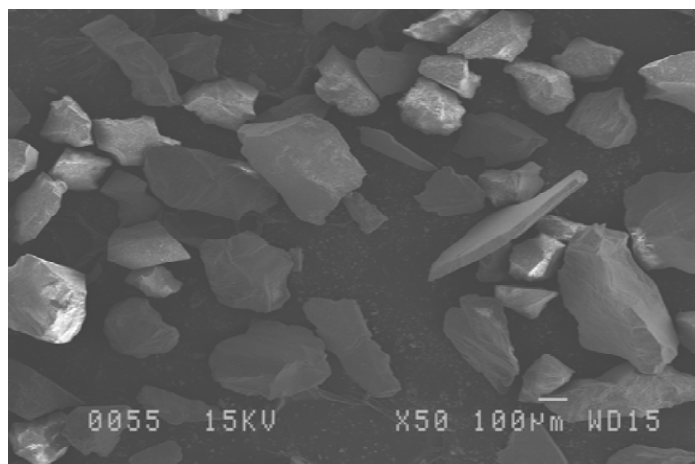
Figure A4.1. Analyses au Microscope à Balayage Électronique



Microscope à Balayage Électronique

Échantillon :	MG-20 «260 942»
Fraction	< 400µm
État de surface :	Surface moins rugueuse Porosité intragranulaire faible
Composition chimique	Si, O, Al, Mg, K
Minéral correspondant :	Feldspath

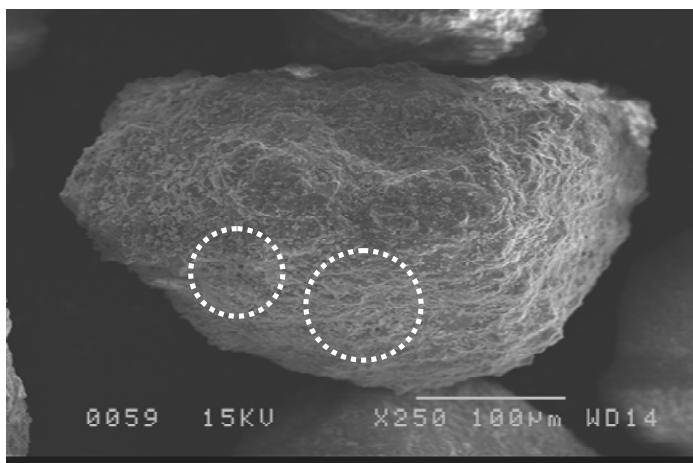
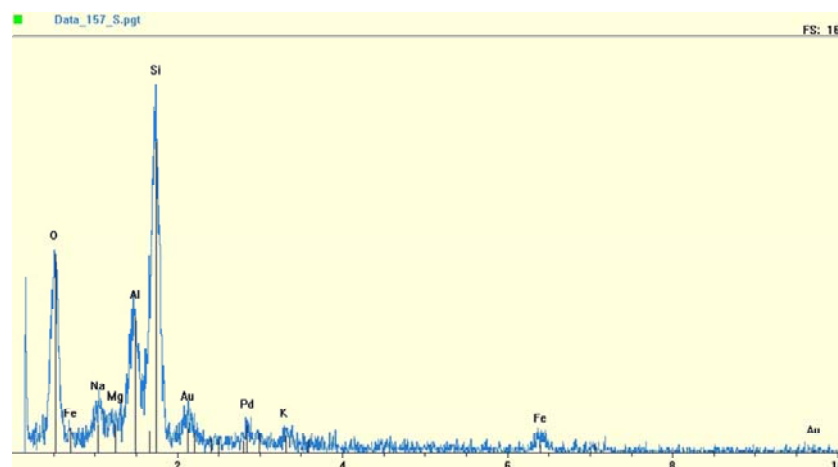
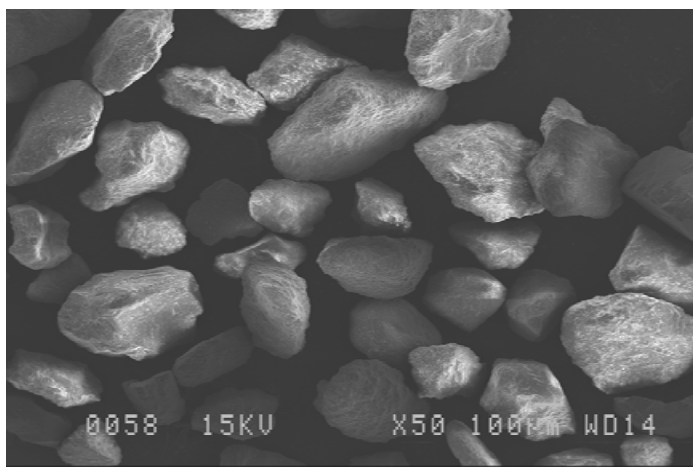
Figure A4.2. Analyses au Microscope à Balayage Électronique



Microscope à Balayage Électronique

Échantillon :	MG-20 «433 374»
Fraction	< 400µm
État de surface :	Surface moins rugueuse Petites fissures Porosité intragranulaire faible
Composition chimique	Si, O, Al, K, Na
Minéral correspondant :	Feldspath

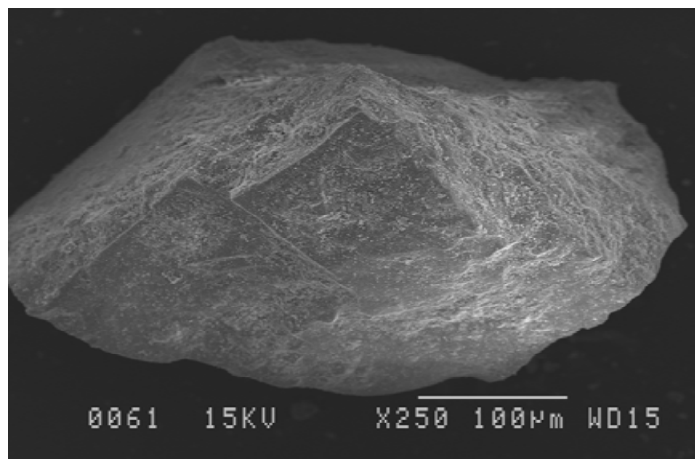
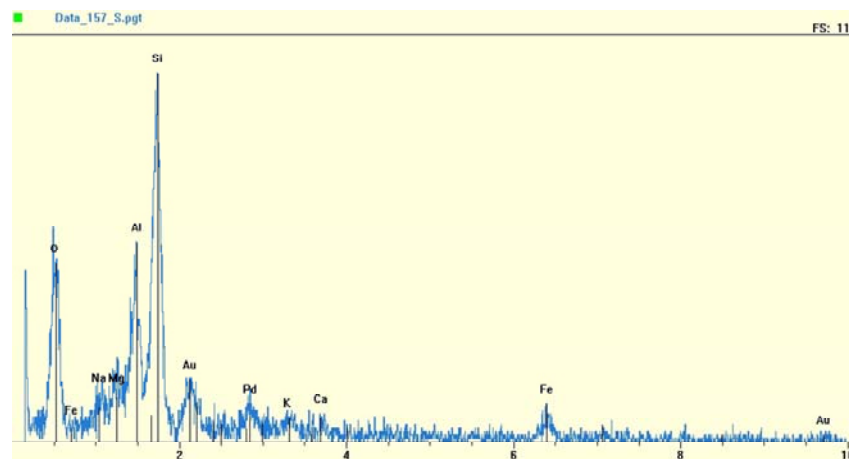
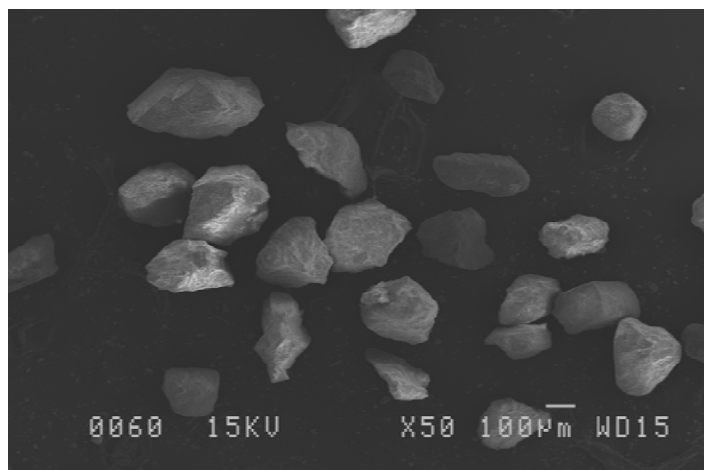
Figure A4.3. Analyses au Microscope à Balayage Électronique



Microscope à Balayage Électronique

Échantillon :	MG-20 «331 232»
Fraction	< 400µm
État de surface :	Surface très rugueuse Porosité intragranulaire faible
Composition chimique	Si, O, Al, Na, Mg
Minéral correspondant :	Feldspath

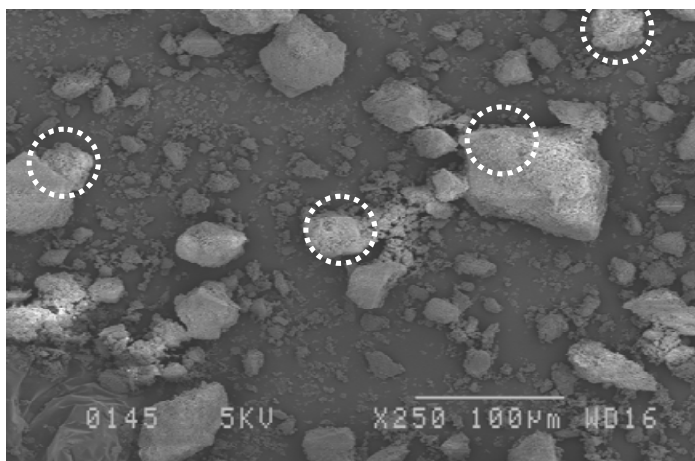
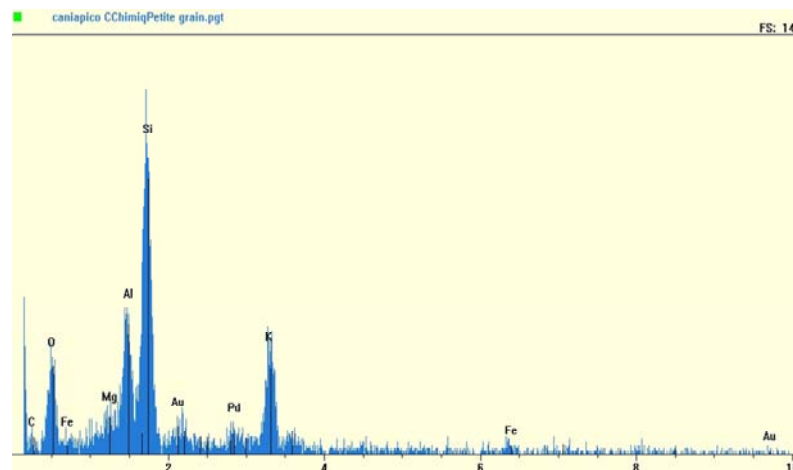
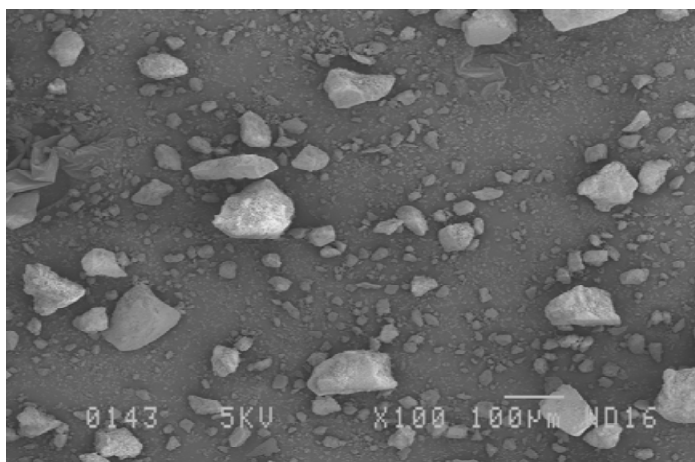
Figure A4.4. Analyses au Microscope à Balayage Électronique



Microscope à Balayage Électronique

Échantillon :	MG-20 «463 437»
Fraction	< 400µm
État de surface :	Surface rugueuse
Composition chimique	Si, O, Al, Mg, Na
Minéral correspondant :	Feldspath

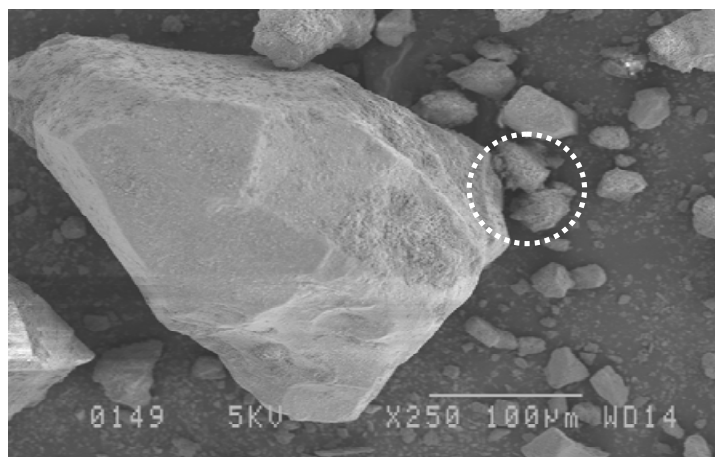
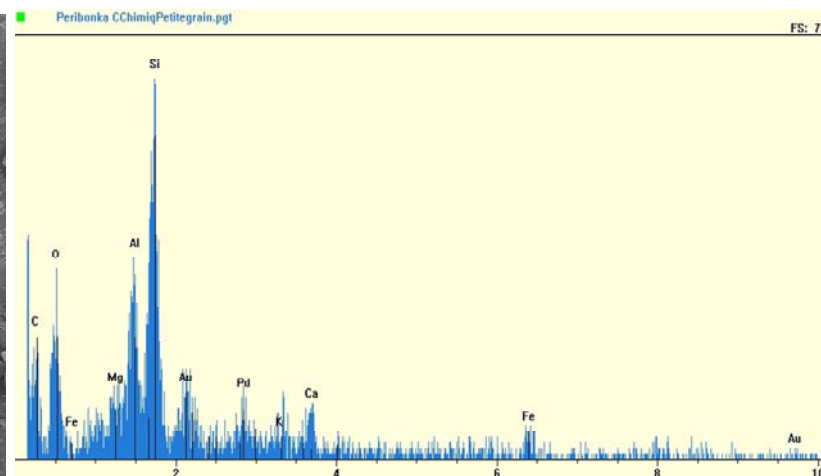
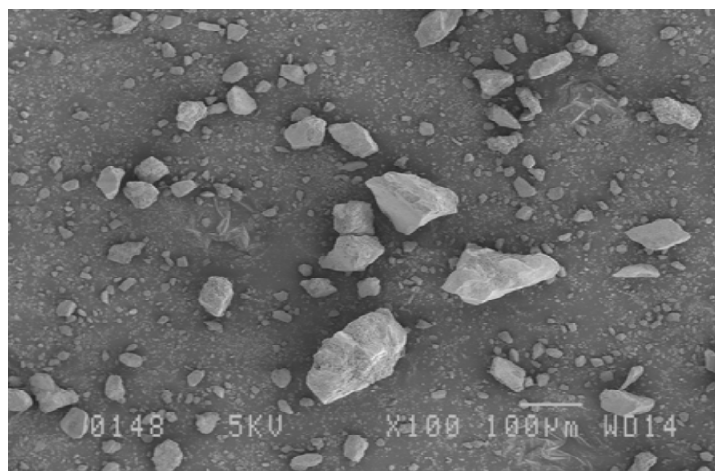
Figure A4.5. Analyses au Microscope à Balayage Électronique



Microscope à Balayage Électronique

Échantillon :	Till «Canapiscau»
Fraction	< 400µm
État de surface :	Surface très rugueuse Porosité intragranulaire important
Composition chimique	Si, O, Al, K, Mg
Minéral correspondant :	Feldspath

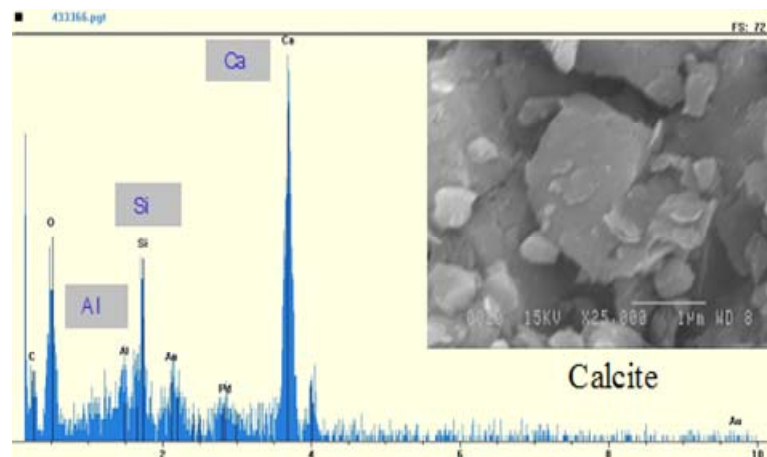
Figure A4.6. Analyses au Microscope à Balayage Électronique



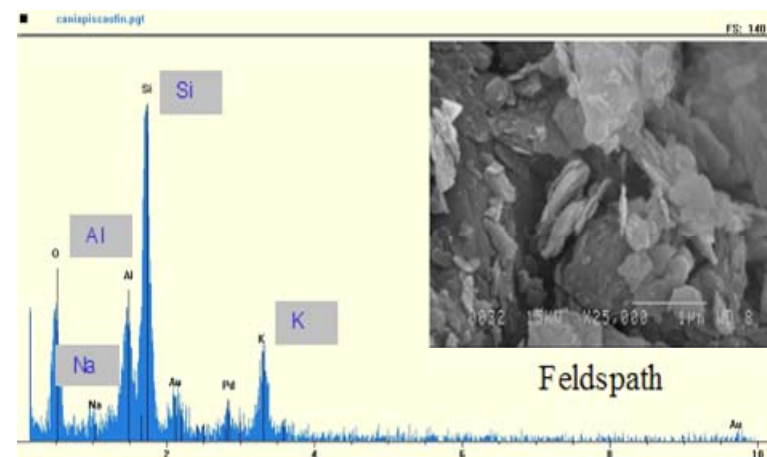
Microscope à Balayage Électronique

Échantillon :	Till «Péribonka»
Fraction	< 400μm
État de surface :	Surface très moins rugueuse Porosité intragranulaire faible
Composition chimique	Si, O, Al, C, K, Ca
Minéral correspondant :	Feldspath calcique

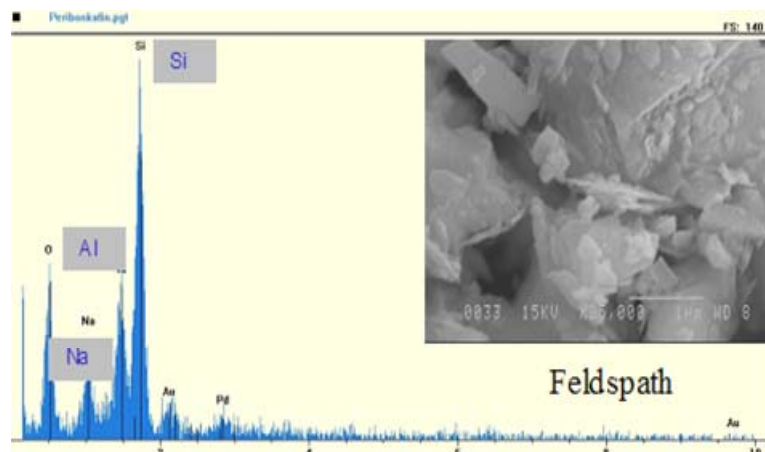
Figure A4.7. Analyses au Microscope à Balayage Électronique



a.



b.



c.

Microscope à Balayage Électronique

	a	b	c
Échantillon :	MG-20 «433 366»	Till «Caniapiscau »	Till «Péribonka»
Fraction	< 80µm	< 80µm	< 80µm
Composition chimique	Ca, Si, O, Al	Si, O, Al, K	Si, O, Al, Na
Minéral correspondant :	Calcite	Feldspath potassique	Feldspath calcique

Figure A4.8. Spectres de la composition chimique au Microscope à Balayage Électronique