

Direction générale DU GENIE		N° de classement RTQ-86-11	
Titre du rapport Pratique et interprétation de l'essai au bleu de méthylène en géotechnique routière			
Auteur du rapport Paul Flon, ing.		Rapport d'étape <input type="checkbox"/> An Mois Jour Rapport final <input type="checkbox"/>	
But de l'étude ou de la recherche Apprécier la teneur en argile d'un sol, élargir les possibilités d'utilisation des matériaux marginaux ou limiter au maximum les refus de bons matériaux.		N° de dossier 84 22 31	
		N° du contrat	

Etude ou recherche financée par (nom et adresse de l'organisme) Ministère des Transports Laboratoire Central 2700, rue Einstein Sainte-Foy, QUEBEC G1P 3W8	Etude ou recherche réalisée par (nom et adresse de l'organisme) Ministère des Transports Laboratoire Central 2700, rue Einstein Sainte-Foy, QUEBEC G1P 3W8
--	--

Renseignements supplémentaires.
 Cette étude a fait l'objet d'un stage effectué par un étudiant de l'Université de Sherbrooke, Youssef Sabeh. Elle s'inscrit dans le cadre d'une recherche globale entreprise depuis quelques années au laboratoire Central du MTQ et devant se poursuivre sur quelques années encore.

Resumé du rapport
 Les travaux réalisés au laboratoire Central du MTQ pendant l'été 1985, sur l'essai au bleu de méthylène visaient à améliorer la procédure d'essai, et connaître davantage l'influence du pH de l'échantillon sur le résultat de l'essai.
 L'augmentation de la précision de l'essai au bleu de méthylène permet maintenant de se fier davantage au résultat de l'essai dans le cas d'échantillons peu argileux. Il est donc possible d'évaluer le degré de pollution des sables et graviers, même si la valeur de bleu ne pourra jamais préciser de quelle sorte de pollution il s'agit, sans faire d'autres analyses plus complexes et plus coûteuses. Mais pour pouvoir répondre au but recherché, il suffit de connaître le seuil (ou les seuils selon la qualité des matériaux utilisés) de la valeur de bleu à partir duquel on pourra décider en meilleure connaissance de causes de rejeter ou d'accepter un matériau donné. Pour ce faire, la valeur de bleu sera mise en relation pour différents cas de figures avec certains indices de stabilité de la chaussée.

MINISTÈRE DES TRANSPORTS.
 CENTRE DE DOCUMENTATION
 200, Rue Dorchester, c.d., 7e
 Québec, (Québec)
 G1K 5Z1

Mots-clés bleu de méthylène - valeur de bleu - précision de l'essai - préparation de la solution de bleu - concentration - dosage - pH - teneur en argile - indices de stabilité d'une chaussée.	<input type="checkbox"/> Diffusion autorisée <input type="checkbox"/> Diffusion interdite	Date
Signature du directeur général.		

RECHERCHES TRANSPORT

Pratique et interprétation de l'essai au bleu de méthylène en géotechnique routière.

1) Introduction

Les travaux de recherche réalisés pendant l'été 1985 au laboratoire Central du MTQ sur l'essai au bleu de méthylène, constituent la suite logique d'études précédentes.

La dernière (Bulletin Coup d'Oeil Volume 9, No 1) avait montré qu'il existe pour les argiles Champlain une relation entre la valeur de bleu trouvée par l'essai et le pourcentage de particules fines donné par l'analyse sédimentométrique. Elle a permis en particulier de limiter quelque peu le nombre d'essais sédimentométriques effectués au laboratoire Central, et d'avoir une idée un peu plus précise de la teneur en argile des échantillons testés.

La présente étude précise les limites d'utilisation de l'essai dans le domaine des sols et des granulats, à l'aide d'une précision et d'une interprétation encore meilleures. Le mode d'emploi de l'essai a ainsi été adapté, et l'influence sur le résultat d'essai de certains facteurs, comme le pH de l'échantillon de sol, est mieux connue.

2) Procédure d'essai

2.1 Préparation de la solution de bleu de méthylène

A partir du processus établi selon la norme BNQ 2560-255, une procédure plus précise a été mise au point au laboratoire Central.

Une grande minutie doit être apportée à la préparation de la solution de bleu de méthylène, car la qualité des cristaux de bleu de méthylène que l'on achète dans le commerce varie d'un endroit à l'autre. La variation la plus importante est due à la différence entre les quantités d'eau adsorbée, mais aussi entre les nombres de molécules d'eau hydratée (eau de cristallisation), et entre les degrés de cristallisation.

La première source d'imprécision (la plus grande) est mise en évidence par analyse thermogravimétrique; on l'élimine en séchant le produit à 110°C pendant 24 heures, juste avant la préparation de la solution. Le nombre de molécules d'eau hydratée est aussi déterminé par analyse thermogravimétrique; ce nombre est 2, 3, 4 ou 5, et on doit choisir le produit qui a le moins de molécules (c'est-à-dire le plus pur). Si ce nombre de molécules est élevé (5 par exemple), il n'est pas conseillé de tenter de le réduire en chauffant le produit à plus de 110°C; une telle procédure risquerait de le dégrader au point qu'il ne puisse plus se solubiliser. Il est donc préférable de se procurer un autre produit plus pur, tout au moins identique à celui dont on s'était servi auparavant. La troisième source d'imprécision s'apprécie par diffraction des rayons X; c'est l'échantillon le mieux cristallisé, avec des pics bien définis et le moins possible de raies satellites autour des pics majeurs, qui est préféré.

Toute cette procédure doit être suivie à la lettre par tout laboratoire qui prépare la solution pour la première fois; il est en effet essentiel que la concentration s'approche le plus possible de 10 g/l, puisque c'est pour cette concentration précise que le calcul de la valeur de bleu s'applique. A titre d'exemple, une perte d'humidité de 10% obtenue par séchage à 110°C (pourcentage qui a déjà été rencontré au laboratoire Central), indique que la concentration faite avec ce produit non séché au préalable, aurait été de 9 g/l au lieu de 10 g/l; cette erreur se serait répercutée sur la valeur de bleu, qui aurait été surestimée de 10%.

Comme il est possible d'atteindre maintenant une meilleure précision sur l'exécution de l'essai (paragraphe suivant), il faut aussi chercher à éliminer les autres sources d'imprécision. En fait, la norme BNQ 2560-255 ne précisait pas le degré de pureté des cristaux de bleu employés; la norme pouvait s'appliquer de la même façon avec un bleu "solide" comprenant par exemple 5% d'eau adsorbée et 4 molécules d'eau de cristallisation, à condition que tous les praticiens utilisent ce même produit, ce qui est impensable. La nouvelle norme proposera donc

de fixer la pureté du bleu: aucune perte d'humidité par séchage à 110°C et deux molécules d'eau de cristallisation (eau faisant partie de la structure du cristal, même à 110°C).

Il n'est pas nécessaire de repasser par toute la procédure décrite plus haut à chaque nouvelle préparation. Si le nouveau produit est de la même marque, on se contentera de le sécher à 110°C pendant 24 h, et on vérifiera sa dilution en la comparant à celle de l'ancien produit. Il suffit pour cela de déterminer la valeur de bleu (VB) d'un échantillon étalon (argile type kaolin par exemple, de composition parfaitement établie), avec la nouvelle solution et avec l'ancienne; l'écart entre les deux valeurs ne devra pas excéder 5%, pour deux opérateurs différents au moins.

Deux autres façons plus complexes ont été développées pour ajuster la nouvelle dilution à l'ancienne:

Figure 1: A l'aide de mesures par spectrophotomètre, tracer les deux droites de l'absorbance (c'est le logarithme du rapport des intensités lumineuses incidente et transmise) des deux dilutions en fonction de la concentration, à partir d'un bleu de méthylène à humidité ambiante; la nouvelle concentration est égale à l'ancienne (10 g) multipliée par le rapport des pentes des deux droites, de l'ancien produit sur le nouveau.

Figure 2: Tracer la relation concentration de bleu (g/l) versus valeur de bleu, pour le nouveau produit. La valeur de bleu d'un échantillon étalon (argile type kaolin), qui avait été trouvée avec l'ancien produit dosé à 10 g/l, permet à l'aide du graphique, de lire la concentration recherchée. La courbe peut quand même être tracée pour l'ancien produit, ce qui précise la bonne valeur de bleu de l'échantillon étalon pour la concentration de 10 g/l.

On insistera en dernier lieu sur l'importance de remélanger la solution de bleu de méthylène avant chaque utilisation, en remuant le flacon ou à l'aide d'un agitateur, si nécessaire.

2.2 Exécution de l'essai

La nouvelle pratique de l'essai au bleu a fait l'objet d'une demande de révision de la norme BNQ 2560-255. Elle portera sur les points suivants: préparation de la solution de bleu de méthylène, préparation de l'échantillon, dosage, mesure du pH.

La différence entre les valeurs de bleu effectuées à partir d'un échantillon humide ou sec, est encore mal connue; les deux méthodes sont envisagées, mais la méthode à sec nécessite une imbibation du sol au préalable d'au moins 24 heures. Pour augmenter la précision de l'essai sur les sols moins argileux, on n'utilise que la fraction passant le tamis 400 μm .

Le principe du dosage reste le même, et la saturation des particules de sol par les molécules de bleu, est toujours détectée par le test de la tache. La dose de bleu injecté a par contre été adaptée au degré d'argilosité de l'échantillon. Pour un sol faiblement argileux, on utilise une petite burette de 10 cm^3 , avec une dose de 0,5 cm^3 ; quand la saturation est proche (cette proximité étant appréciée d'après le temps que l'auréole bleu clair prend pour disparaître), on injecte une dose de 0,2 cm^3 . Si le degré d'argilosité de l'échantillon n'a pas été évalué correctement au départ, et que c'est la grosse burette de 50 cm^3 qui a été employée (avec des doses successives de 5 cm^3 , puis 2 cm^3 ou 1 cm^3), l'essai est repris avec la petite burette, à condition que la valeur de bleu trouvée avec la grosse burette soit égale ou inférieure à 0,3.

Par ailleurs, il est recommandé d'effectuer une mesure de pH de la solution de sol avant essai, pour les raisons mentionnées au paragraphe suivant.

3) Influence du pH

La valeur de bleu peut être surestimée si le pH de l'échantillon est suffisamment élevé. Pour un sol très argileux ($\text{VB} > 2$), l'étude montre (figures

3 et 4) que VB augmente avec le pH à partir de pH = 8 pour un sol à VB = 3,3, à partir de pH = 9 pour un sol à VB = 2,0, et sans doute à partir d'un pH plus fort encore pour un sol à VB moindre. Pour un sol très peu argileux, VB = 0,1 par exemple (figure 5), le pH est supérieur à 12 avant que VB soit influencée. Selon le pH naturel initial de l'échantillon, il est augmenté ou abaissé (ou les deux) en ajoutant une base (NaOH ou KOH), ou un acide (HCl ou H₂SO₄). Le pH est mesuré avec un pH-mètre pour fins d'étude, mais peut être plus simplement déterminé dans le cas de la routine avec un ruban de mesure à changement de couleur.

Avant de pouvoir fixer définitivement des limites précises de pH de l'échantillon, à partir desquelles on devra contester la validité du résultat de l'essai au bleu, d'autres classes de sol devront être étudiées, en particulier celles dont la valeur de bleu se situe entre 0,1 et 2,0. Des analyses devront aussi être réalisées sur des échantillons à phases minérales différentes, et pour différents pH naturels. Notons que le pH dépend de la teneur en matières organiques, et que le résultat de l'essai au bleu sur un sol organique doit donc être interprété avec beaucoup de précautions (cf Boust et Privé, bull. de liaison L.P.C. déc. 1984).

4) Recherche de la qualité et quantité d'argile

En premier lieu, on peut apprécier la qualité de l'argile contenue dans l'échantillon à l'aide de la valeur de bleu VB trouvée par l'essai, puisqu'elle est fonction de l'activité de la partie fine de l'échantillon (c'est-à-dire de sa surface spécifique, de l'état de charge de cette surface, de relations physico-chimiques du milieu faisant intervenir par exemple la nature de l'eau interstitielle ou la plasticité du sol).

On a ensuite une idée de la quantité d'argile en rapportant la valeur de bleu VB au tamis 400 µm utilisé pour la préparation (on multiplie VB par le pourcentage passant 400 µm); cette valeur VB₄₀₀ tient compte de la proportion de la partie fine de l'échantillon (argileuse ou non) par rapport aux autres composantes.

6

La valeur de bleu reflète en fait à la fois la qualité et la quantité de la fraction argileuse d'un sol, mais ne pourra pas préciser si c'est de la kaolinite ou de la montmorillonite que l'échantillon contient, ni la quantité exacte de tel ou tel minéral, argileux, amorphe, ou inerte. Il ne s'agit donc pas de remplacer l'analyse minéralogique par l'essai au bleu. Par contre, si on a d'avance une idée des différentes phases minérales que l'on peut trouver dans une région donnée, ou dans une carrière donnée, la valeur de bleu sera plus significative et plus facilement interprétable.

En d'autres termes, l'essai au bleu ne pourra pas décider parmi trois matériaux qui ont la même valeur de bleu, mais qui contiennent 4% de kaolinite pour le premier, 2% d'illite pour le deuxième, et 1% de montmorillonite pour le dernier, lequel des trois sera le plus nocif, c'est-à-dire le plus préjudiciable à la stabilité de la chaussée. Mais si on associe la valeur de bleu de l'échantillon de sol au comportement même de la chaussée construite avec ce sol, sous forme d'une relation VB versus CBR par exemple, on finira par trouver les trois seuils de valeur de bleu à partir desquels on pourra décider que chacun des trois matériaux précités est trop pollué pour être utilisé en construction routière. Si les trois seuils sont voisins, on en conclura que l'essai au bleu détermine globalement l'ensemble des deux paramètres, qualité et quantité; c'est en fait l'impact de ces deux facteurs sur la stabilité finale de la chaussée, qui permet l'appréciation juste du degré de pollution des sables et graviers.

La stabilité de la route est évaluée pour chacune de ses couches, d'après différents critères de qualité ou différents indices; plusieurs pourront éventuellement être choisis. Les seuils de valeurs de bleu seront sans doute différents selon la qualité des matériaux employés.

Si les matériaux ne contiennent pas de particules fines argileuses, mais beaucoup de particules fines inertes, la valeur de bleu sera faible; pourtant une trop grande quantité de ces fines risque de compromettre le bon comportement de la chaussée; la recherche de cette limite va aussi faire l'objet d'une étude en laboratoire. Ces divers projets de laboratoire pourront d'ailleurs se poursuivre par des expérimentations in situ.

5) L'essai au bleu comme critère de classification

Il est possible de donner des fourchettes de valeurs de bleu VB_{400} correspondantes aux différents symboles de la classification unifiée. Il existe aussi des relations entre la valeur de bleu VB_{400} et les pourcentages de fines passant 5,2 et 1 μm , pour les sables et graviers du Québec; la corrélation est nettement moins bonne que pour celle qui a été établie pour les argiles de la mer Champlain, mais mérite qu'on y prête attention. Une compilation des données disponibles au laboratoire Central sera effectuée dans le courant de l'année 1986.

La connaissance de la valeur de bleu (VB et VB_{400}) s'ajoute aux autres paramètres de classification des sols, symbole de la classification unifiée, limite de liquidité, indice de plasticité, pourcentage passant 80 μm , etc.; VB et VB_{400} permettront de classer le sol selon son activité et selon sa teneur en particules fines.

6) Conclusion

Les possibilités actuelles de l'essai au bleu de méthylène tel que pratiqué au Québec, montrent qu'il est appelé à devenir un outil très efficace dans l'appréciation de la teneur en argile des sols d'une région donnée, et en particulier dans la détermination du degré de pollution des sables et graviers.

Il est donc envisageable dans un avenir rapproché de pouvoir élargir les possibilités d'utilisation des matériaux marginaux, ou de limiter au maximum les refus de bons matériaux. Pour ce faire, un projet de recherche est lancé au laboratoire Central pour définir le seuil (ou les seuils selon le cas) de la valeur de bleu à partir duquel on pourra décider en meilleure connaissance de causes de rejeter ou d'accepter un matériau donné.

Figure 1: Absorbance de la dilution de deux différents produits en fonction de la concentration de la solution de bleu.

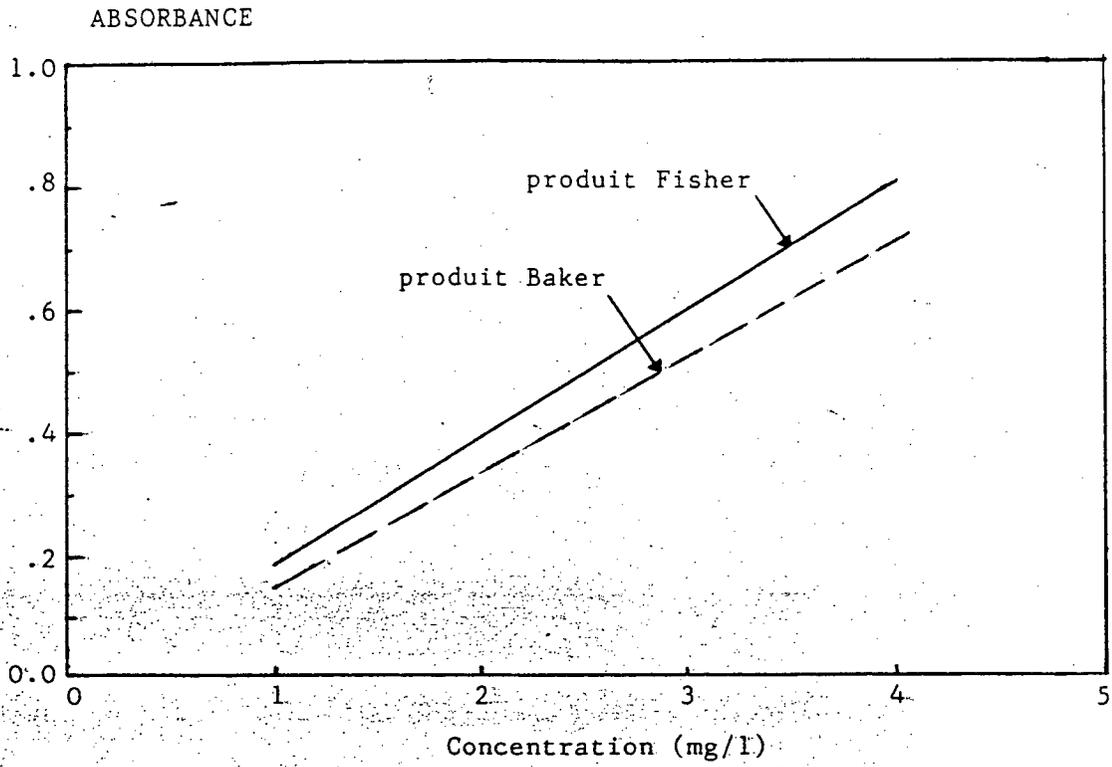


Figure 2: Valeur de Bleu d'une argile type kaolin (argile Darkbell) en fonction de la concentration de la solution de bleu.

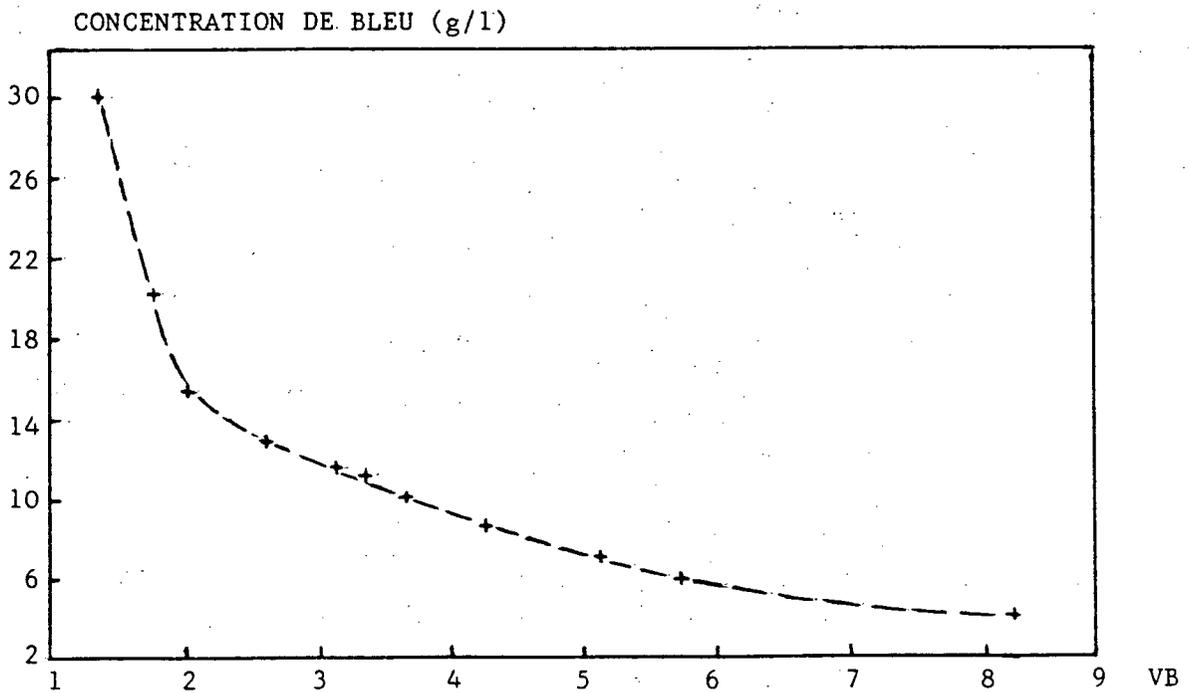


Figure 3: Valeur de Bleu d'un échantillon très argileux en fonction du pH de sa solution.

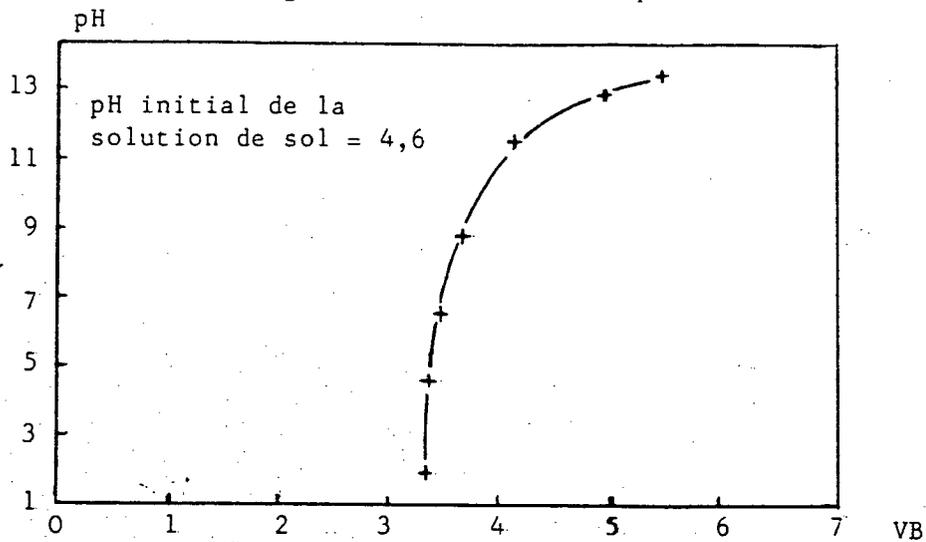


Figure 4: Valeur de Bleu d'un échantillon argileux en fonction du pH de sa solution.

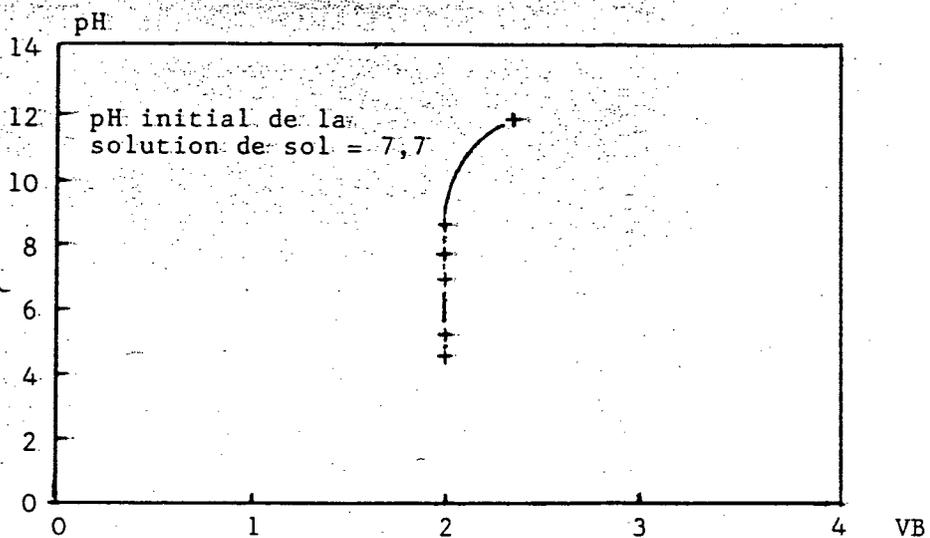


Figure 5: Valeur de Bleu d'un échantillon non argileux en fonction du pH de sa solution.

