



Schweizerische Eidgenossenschaft
Confédération suisse
Confederazione Svizzera
Confederaziun svizra

Eidgenössisches Departement für Umwelt, Verkehr, Energie und Kommunikation UVEK
Département fédéral de l'environnement, des transports, de l'énergie et de la
communication DETEC
Dipartimento federale dell'ambiente, dei trasporti, dell'energia e delle
comunicazioni DATEC

Bundesamt für Strassen
Office fédéral des routes
Ufficio federale delle Strade

Filler – Influence des phyllosilicates pour l'utilisation dans la construction routière

**Füller – Einfluss von Schichtsilikaten für die Verwendung
im Strassenbau**

**Filler – Influence of phyllosilicates for the use in road
construction**

**Bureau d'expertises minéralogiques et pétrographiques
F. Röthlisberger, Dr. rer. nat. minéralogiste – pétrographe**

**EMPA, Dübendorf - Abteilung Strassenbau / Abdichtungen
R. Gubler, Dr. phil. nat., Chemiker**

**ERTEC S.A., Le Mont-sur-Lausanne
J.-L. Cuénoud, ing. dipl. EPFL en génie civil
L. Chastan, ing. Matériaux dipl. Polytech'Grenoble**

**GEA, Université de Neuchâtel
T. Adatte, Prof. Dr. phil. nat., géologue**

**HOLCIM, Eclépens
J.-G. Hammerschlag, Dr. phil. nat. pétrographe**

**Mandat de recherche VSS 1999/276 sur demande de
l'Association Suisse des Professionnels de la route (VSS)**

Septembre 2008

.....

TABLE DES MATIERES

Liste des abbréviations utilisées	9
Résumé	10
Zusammenfassung	11
Abstract	12
1 INTRODUCTION GÉNÉRALE.....	13
1.1 Organisation du projet.....	13
1.2 Situation initiale.....	13
1.2.1 Normalisation nationale jusqu'au 31.12.2004	13
1.2.2 Normalisation nationale	14
1.2.3 Normalisation CEN	14
1.3 Rétrospective des travaux de recherche principaux	15
1.4 Données du problème	15
1.4.1 Méthode d'analyse obsolète.....	15
1.4.2 Standard inadéquat	16
1.4.3 Méthode limitée.....	16
1.4.4 Définitions obsolètes	17
1.4.5 Adaptation à la normalisation CEN.....	17
1.4.6 Effets des différents types de minéraux argileux.....	17
1.5 Mandat	17
1.6 Buts du projet	18
1.7 Méthodologie.....	18
1.7.1 La méthodologie finale comprend les aspects suivants:.....	19
1.7.2 Répartition finale des travaux de recherche	19
2 RÉSUMÉ DE L'ÉTAT DES CONNAISSANCES TECHNIQUES.....	20
2.1 Filler pour enrobé bitumineux	20
2.2 Filler pour béton hydraulique	20
2.3 Géologie de la Suisse.....	21
2.4 Principes de la systématique des silicates	22
2.5 Systématique simplifiée des phyllosilicates	23
2.5.1 - Groupe de la kaolinite – serpentine (structure T-O)	26
2.5.2 - Groupe du talc – pyrophyllite (structure T-O-T)	26
2.5.3 - Groupe des micas: (structure T-O-T avec cations intercalaires).....	26
2.5.4 Groupe des smectites.....	26
2.5.5 Groupe des chlorites (structure T-O-T-O).....	27
2.5.6 Groupe des interstratifiés.....	27
2.5.7 Illite	28
2.6 Phyllosilicates traités dans le cadre de cette étude	29

2.7	Argiles.....	29
2.8	Méthodes d'études	30
3	CHOIX DE LA MÉTHODE D'ANALYSE	31
3.1	Méthodes de dosage.....	31
3.1.1	Autres méthodes de dosage	31
3.2	Préparation des échantillons	32
3.3	Appareillage utilisé.....	33
3.4	Reconnaissance des phases minérales.....	34
3.5	Préparation des échantillons	34
4	CARACTÉRISATION DES MATÉRIAUX AYANT SERVI AUX ESSAIS.....	34
4.1	Filler de référence.....	34
4.1.1	Composition minéralogique globale du filler	34
4.1.2	Composition minéralogique des fractions argileuses	35
4.1.3	Granulométrie par Laser ORIEL du filler tamisé à 63 µm	35
4.1.4	Interprétation	36
4.2	Kaolinite	36
4.2.1	Kaolinite d'Allemagne (AKW – TEC FF840)	36
4.2.2	Kaolinite Goonvean "Fine Pharma"	37
4.2.3	Kaolinite Goonvean "Opal Beta"	37
4.2.4	Interprétation des résultats.....	38
4.3	Talc	38
4.4	Pyrophyllite IDWALA	38
4.5	Phlogopite.....	39
4.6	Muscovites.....	40
4.6.1	Muscovites USA , ZEMEX	40
4.6.2	Muscovites Inde	42
4.7	Chlorite.....	44
4.8	Smectite Ca Texas	44
4.9	Bentonite d'Allemagne – IKO - Mineralien	45
4.10	Quartz.....	46
4.11	Calcite - marbre.....	46
5	CARACTÉRISATION DES MÉLANGES NEKAFILL – MINÉRAUX PURS.....	47
5.1	Minéraux gonflants	47
5.1.1	Filler NEKAFILL dopé avec 10% de smectite STx-1	47
5.1.2	Filler NEKAFILL dopé avec 2 % smectite	48
5.1.3	Filler NEKAFILL dopé avec 10 % de talc	48

5.1.4	Filler NEKAFILL dopé avec 10 % de pyrophyllite	49
5.1.5	Filler NEKAFILL dopé avec 10 % de chlorite	50
5.1.6	Filler NEKAFILL dopé avec 10 % de muscovite Inde	52
5.1.7	Filler NEKAFILL dopé avec 10 % de muscovite USA – Zemex C1000.....	53
5.1.8	Filler NEKAFILL dopé avec 10 % de phlogopite 200 HK.....	55
5.1.9	Filler NEKAFILL dopé avec 10 % de phlogopite 400 HK.....	56
5.1.10	Filler NEKAFILL dopé avec 10 % de kaolinite AKW – TEC FF840	57
5.1.11	Mélange de 50 % de Filler NEKAFILL avec 50 % de quartz.....	59
5.1.12	Mélanges de fillers de marbre et de quartz (100-80-60-40-20-0).....	59
6	CARACTÉRISATION DE FILLERS PROVENANT DE ROUTES DÉGRADÉES	60
6.1	Filler VD04.131 (St Ursanne-les Rangiers)	61
6.2	Filler VD04.133 (Soyhières).....	61
6.3	Filler VD04.132 (Glovelier-Saulcy).....	61
6.4	Fillers (Simplon)	62
6.5	Route d'Avully (GE).....	62
6.5.1	Minéraux majeurs	62
6.5.2	Fraction 2 à 16 µm.....	62
6.5.3	Fraction < 2 µm	62
6.6	Giratoire - route de Chancy (GE)	63
6.6.1	Minéraux majeurs.....	63
6.6.2	Fraction 2 à 16 µm.....	63
6.6.3	Fraction < 2 µm	63
6.7	Route de la Cibourg (BE)	63
6.7.1	Minéraux majeurs.....	63
6.7.2	Fraction 2 à 16 µm.....	63
6.7.3	Fraction < 2 µm	63
6.8	Sonceboz (BE).....	64
6.8.1	Minéraux majeurs.....	64
6.8.2	Fraction 2 à 16 µm.....	64
6.8.3	Fraction < 2 µm	64
6.9	La Chaux d'Abel (BE).....	64
6.9.1	Minéraux majeurs.....	64
6.9.2	Fraction 2 à 16 µm.....	64
6.9.3	Fraction < 2 µm	64
6.10	Tavannes (BE).....	65
6.10.1	Minéraux majeurs	65
6.10.2	Fraction 2 à 16 µm.....	65
6.10.3	Fraction < 2 µm	65
6.11	Conclusions	65
7	MINÉRALOGIE DES FILLERS EN SUISSE	66
7.1	Fillers des carrières	66
7.1.1	Calcaires siliceux.....	66
7.1.2	Grès alpins (flysch)	66

7.1.3	Grès du Plateau suisse.....	66
7.1.4	Cristallin.....	67
7.1.5	Calcaires alpins.....	67
7.1.6	Calcaires jurassiens.....	67
7.2	Fillers des gravières.....	68
8	MICROSCOPIE.....	69
8.1	Stéréomicroscopie.....	69
8.2	Microscopie en lumière polarisée.....	69
8.3	Microscopie électronique à balayage.....	73
9	EINFLUSS AUF DIE MECHANISCHE EIGENSCHAFTEN	76
9.1	Evaluation der angewandten Methoden.....	76
9.1.1	Ermüdungsprüfung mit dem Koaxialen Schubtest.....	77
9.1.2	Wasserempfindlichkeit mit dem koaxialen Schubtest, Dauerbelastung.....	79
9.1.3	Wasserempfindlichkeit mit dem Koaxialen Schubtest, ohne Belastung.....	80
9.1.4	Scherempfindlichkeit mit dem DSR.....	82
9.1.5	"Recovery" mit dem DSR.....	83
9.1.6	Wasserempfindlichkeit mit dem DSR.....	83
9.2	Materialien.....	85
9.2.1	Mineralstoffe.....	85
9.2.2	Bindemittel.....	86
9.3	Ergebnisse	89
9.3.1	Wasserempfindlichkeitsprüfung mit dem Koaxialen Schubtest.....	89
9.3.2	Wasserempfindlichkeitsprüfung mit dem koaxialen Schubtest ohne Belastung.....	91
9.3.3	Scherempfindlichkeit mit dem DSR.....	93
9.3.4	"Recovery" mit dem DSR.....	93
9.3.5	Wasserempfindlichkeit mit dem DSR.....	93
9.4	Folgerungen	94
9.4.1	Wasserempfindlichkeitsprüfung mit dem Koaxialen Schubtest.....	94
9.4.2	Wasserempfindlichkeitsprüfung mit dem Koaxialen Schubtest ohne Belastung.....	94
9.4.3	Scherempfindlichkeit mit dem DSR.....	94
9.4.4	"Recovery" mit dem DSR.....	94
9.4.5	Wasserempfindlichkeit mit dem DSR.....	95
9.5	Zusammenfassende Folgerungen.....	95
10	SUSCEPTIBILITÉ À L'EAU	96
10.1	Essais Duriez.....	96
10.1.1	Principe de l'essai Duriez.....	96
10.1.2	Formulation.....	96
10.1.3	Fabrication.....	96
10.1.4	Résultats pour le filler Netstal.....	97
10.1.5	Résultats pour le filler Netstal dopé avec 10 % de smectite "Cheto".....	97
10.1.6	Interprétation des résultats.....	97
10.2	Sensibilité à l'eau des éprouvettes bitumineuses - EN 12697-12	98
10.2.1	Filler Netstal – éprouvettes à faible teneur en vides.....	98

10.2.2	Filler Netstal – éprouvettes avec teneur en vides relativement élevée	100
10.2.3	Filler Netstal dopé avec 10 % de smectites	101
10.2.4	Interprétation des résultats.....	103
10.2.5	Conclusions	104
10.3	Essais de modification du volume par immersion dans l'eau	105
10.3.1	Filler de référence (Nekafill).....	105
10.3.2	Filler de quartz.....	106
10.3.3	Filler de référence mélangé avec 50 % de filler de quartz	107
10.3.4	Filler de référence mélangé avec 75 % de filler de quartz	107
10.3.5	Filler de référence mélangé avec 85 % de filler de quartz	107
10.3.6	Filler de référence dopé avec 10% de talc.....	108
10.3.7	Filler de référence dopé avec 10 % de pyrophyllite	108
10.3.8	Filler de référence dopé avec 10 % de kaolinite.....	108
10.3.9	Filler de référence dopé avec 10 % de muscovite d'Inde	110
10.3.10	Filler de référence dopé avec 10 % de muscovite C 1000.....	110
10.3.11	Filler de référence dopé avec 10 % de phlogopite Suzorite HK 200.....	110
10.3.12	Filler de référence dopé avec 10% de phlogopite Suzorite HK 400.....	111
10.3.13	Filler de référence dopé avec 10 % de chlorite	111
10.3.14	Filler de référence dopé avec 2 % de smectite	111
10.3.15	Filler de référence dopé avec 10 % de smectites.....	112
10.4	Influence des dopes d'adhésivité dans le bitume	113
10.4.1	Essai témoin avec bitume exempt de dope d'adhésivité	113
10.4.2	Mélange dopé avec de la chaux.....	114
10.4.3	Bitume dopé avec 0.3 % de TPH.....	115
10.4.4	Bitume dopé avec 0.3 % d'acide stéarique	116
10.4.5	Bitume dopé avec 0.7 % de TPH.....	117
10.4.6	Bitume dopé avec 0.7 % de silane.....	117
10.4.7	Résumé des résultats des essais selon SN 670 845 b	118
10.5	Interprétation des résultats	118
11	EXAMENS IN SITU	123
11.1	Canton d'Argovie	124
11.2	Canton de Berne	125
11.3	Canton de Genève.....	126
11.4	Canton du Jura.....	126
11.5	Canton de Lucerne	127
11.6	Canton du Valais	128
12	ESSAIS SUR BÉTON HYDRAULIQUE	130
12.1	Choix des paramètres et des essais.....	130
12.1.1	Constituants des bétons	130
12.2	La formulation des bétons	130
12.3	Les propriétés mesurées et les essais.....	131
12.4	Résultats	131

12.5	Interprétation des résultats	136
12.5.1	Effets produits par l'ajout de filler calcaire	136
12.5.2	Effets produits par les argiles gonflantes (bentonites).....	136
12.5.3	Effets produits par les argiles non gonflantes (kaolinites)	139
13	SYNTHÈSE DE LA RECHERCHE.....	139
13.1	Influence sur les propriétés mécaniques de mélanges bitumineux	139
13.1.1	Influence sur le mastic bitumineux.....	139
13.1.2	Influence sur l'enrobé bitumineux	140
13.2	Influence sur la durabilité et la stabilité des mastics.....	140
13.3	Influence sur la modification du volume par immersion dans l'eau.....	140
13.3.1	Variation du volume en fonction de la concentration en phyllosilicates	140
13.3.2	Variation du volume en fonction du type de phyllosilicate.....	140
13.3.3	Phénoménologie de l'augmentation du volume par immersion dans l'eau	141
13.3.4	Influence de la granulométrie	142
13.4	Pertinence des différents essais de sensibilité à l'eau	143
13.5	Phénoménologie des dégradations des mastics bitumineux.....	143
13.5.1	Efficacité des dopes d'adhésivité	144
13.6	Conclusion fondamentale.....	144
13.7	Fillers composés de carbonates	144
13.8	Bétons hydrauliques	144
13.9	Degré de nocivité des phyllosilicates.....	145
13.9.1	Minéraux gonflants.....	145
13.9.2	Micas	145
13.9.3	Chlorites	145
13.9.4	Kaolinite	145
13.9.5	Talc et pyrophyllite	146
13.9.6	Serpentine	146
13.9.7	Application systématique de dopes d'adhésivité	146
13.9.8	Fillers de carrières de roches dures utilisés en Suisse	146
13.9.9	Observations in situ	146
14	RECOMMANDATIONS.....	147
14.1	Méthodes d'analyses.....	147
14.2	Méthode de dosage de référence	147
14.3	Méthode de dosage alternative.....	147
14.4	Méthodes d'analyses complémentaires.....	147
14.4.1	Teneur en carbonates.....	147
14.4.2	Analyse granulométrique	147
14.4.3	Analyse par microscopie en lumière polarisée	147
14.5	Nécessité d'un nouvel essai macroscopique.....	147
14.6	Définitions	148

14.6.1	Phyllosilicates libres.....	148
14.6.2	Fraction argileuse	148
14.6.3	Phases minérales.....	148
14.7	Méthodes d'essais	148
14.7.1	Essais de sensibilité à l'eau.....	148
14.7.2	Essai de modification du volume par immersion dans l'eau.....	148
14.8	Valeurs limites pour la normalisation	149
14.8.1	Fillers pour enrobés bitumineux.....	149
14.8.2	Fines dans les bétons hydrauliques.....	151
15	NÉCESSITÉ D'AUTRES RECHERCHES.....	151
16	REMERCIEMENTS.....	152
 BIBLIOGRAPHIE		 153
 ANNEXES		 156
 DIFFRACTOGRAMMES		 189

LISTE DES ABBREVIATIONS UTILISEES

ATG	Analyse thermogravimétrique
ATD	Analyse thermique différentielle
BRGM	Bureau de recherches géologiques et minières
CEN	Comité européen de normalisation
DRX	Diffractométrie aux rayons X
DTA	Differential thermoanalysis
IS	Interstratifié de typellite-Smectite
MEB	Microscopie électronique à balayage
EDAX	Energy Dispersive X-Ray
HRTEM	High Resolution Transmission Electron Microscopy
RDA	Röntgen-Diffraktionsanalyse
XRD	X-Ray Diffraction

Résumé

Les normes européennes n'ont pas retenu d'essai concernant la pétrographie quantitative. Il n'existe pas non plus d'essai européen qui permette d'identifier les phyllosilicates. Au niveau européen, la problématique des argiles est traitée globalement par l'essai au bleu de méthylène lequel manque à notre sens de précision.

Les argiles et les phyllosilicates dans les fillers ont fait l'objet d'une normalisation en Suisse depuis plus de 30 ans. Les normes suisses nécessitaient une adaptation aux techniques modernes d'analyses des minéraux ainsi qu'une évaluation des essais européens.

Cette recherche a montré que les essais européens ne sont pas pertinents par rapport à la situation géologique en Suisse. Cette recherche a révélé que les essais européens sont trop peu sensibles à l'influence des phyllosilicates et ne permettent pas de déterminer la durabilité des mélanges hydrocarbonés ou de détecter des risques de dégradations prématurées des mortiers bitumeux. Elle a aussi mis en évidence des lacunes et des artefacts dans les essais suisses.

Une méthode de référence par diffractométrie des rayons X est proposée pour l'analyse des phyllosilicates et des argiles dans les fillers. La méthode de quantification utilisée est celle des standards externes. La méthode de Rietveld est proposée comme méthode alternative.

Il existe très peu de standards de phyllosilicates qui répondent aux exigences des fillers industriels. Les matériaux provenant de productions industrielles et qui ont servi de référence dans cette recherche ont été analysés et caractérisés spécifiquement pour cette recherche.

Plusieurs fillers produits en Suisse ont été analysés en fonction de leur utilisation et de leur provenance géologique pour établir un modèle de répartition des risques pour la Suisse.

Des fillers provenant d'enrobés dégradés ont été analysés. Les analyses qui ont révélé la présence de phyllosilicates gonflants ont étayé les essais de laboratoire.

Les essais macroscopiques ont été réalisés avec des fillers industriels dopés avec des teneurs variées en différents types de phyllosilicates.

Les essais mécaniques de fatigue ont montré que les phyllosilicates n'ont que peu, voire pas d'influence négative ou que les méthodes d'essais actuellement utilisées ne sont pas suffisamment sensibles.

L'essai européen (EN 12-697-12) ne permet pas d'obtenir d'informations significatives sur la durabilité des mortiers bitumineux, même ceux dopés avec des argiles gonflants. Les essais proposés par les normes européennes ne sont pas adéquats pour les fillers utilisés en Suisse.

Les essais réalisés selon l'ancienne norme suisse (SN 670 845b) de modification du volume d'éprouvettes après immersion dans l'eau ont révélé que ce sont les argiles gonflantes et les micas qui représentent le plus de risques concernant la durabilité des mortiers bitumineux.

Les argiles gonflants dans les bétons hydrauliques affectent déjà laouvrabilité du béton frais dès que des teneurs critiques sont atteintes dans les sables.

Cette recherche donne des recommandations pour l'adaptation des normes suisses et propose des valeurs limites pour différents types d'argiles et de phyllosilicates pour les fillers pour enrobés bitumineux ainsi que pour les fines dans les bétons.

Zusammenfassung

Die quantitative Petrografie wird in der europäischen Normierung nicht angewendet. Es gibt auch kein europäisches Prüfverfahren, mit welchem die Schichtsilikate identifiziert werden können. Auf der europäischen Ebene wird die Problematik der Tonminerale generell mit dem Methylenblau-Verfahren behandelt. Unserer Ansicht nach, mangelt dieses Verfahren an Präzision.

Die Tonminerale und die Schichtsilikate in Füllern sind Gegenstand einer Normierung seit mehr als 30 Jahren in der Schweiz. Diese Schweizer Normen erfordern eine Anpassung an die gegenwärtigen Untersuchungstechniken von Mineralen sowie eine Evaluierung der europäischen Testmethoden.

Diese Forschung hat gezeigt, dass die europäischen Prüfverfahren für die geologischen Verhältnisse in der Schweiz nicht geeignet sind. Die europäischen Prüfverfahren sind zu wenig aussagekräftig, um den Einfluss der Schichtsilikate zu testen, die Dauerhaftigkeit von Asphalten zu bestimmen sowie die Risiken einer frühzeitigen Alterung des bituminösen Mörtels zu erkennen. Die Forschung hat auch Lücken und Artefakte (= künstlich hervorgerufene Effekte) in den schweizerischen Prüfverfahren aufgezeigt.

Als Referenzverfahren für die Analyse der Schichtsilikate und der Tonminerale in den Füllern wird Röntgen-Diffraktometrie vorgeschlagen. Für die Quantifizierung wird die Methode mit den externen Standards verwendet. Als Alternativmethode wird das Rietveld-Verfahren vorgeschlagen.

Es gibt sehr wenige Standards für Schichtsilikate, die den Anforderungen der industriellen Füller entsprechen. Die Referenzprodukte für diese Forschung wurden aus industrieller Aufbereitung ausgewählt und spezifisch für diese Forschung analysiert und charakterisiert.

Mehrere in der Schweiz hergestellte Füller wurden nach ihrer Anwendung und nach ihrer geologischen Herkunft analysiert, um ein Modell der Risikenverteilung für die Schweiz festzulegen.

Füller aus Asphalten mit frühzeitigen Alterungserscheinungen wurden analysiert. Die Analysen, welche die Anwesenheit von quellfähigen Schichtsilikaten nachgewiesen haben, stützen die Laboruntersuchungen.

Makroskopische Versuche wurden mit industriellen Füllern durchgeführt, die mit unterschiedlichen Anteilen an verschiedenen Typen von Schichtsilikaten gedopt wurden.

Die mechanischen Ermüdungsversuche haben gezeigt, dass die Schichtsilikate nur wenig, oder sogar keinen negativen Einfluss haben bzw. dass die angewandten Prüfverfahren nicht aussagekräftig genug sind.

Das europäische Prüfverfahren EN 12697-12 ermöglicht nicht, aussagekräftige Informationen über die Dauerhaftigkeit der Asphalte zu erhalten, selbst wenn quellfähige Tonminerale auftreten. Die vorgeschlagenen Prüfverfahren der europäischen Normierung sind aus diesem Grunde nicht für Füller geeignet, welche in der Schweiz verwendet werden.

Die durchgeführten Versuche nach der alten Schweizernorm SN 670 845b für die Bestimmung der Volumenänderung von Prüfkörpern nach Wasserlagerung haben gezeigt, dass die quellfähigen Tonminerale und die Glimmer, ein erhöhtes Risiko für die Dauerhaftigkeit von bituminösen Mörteln darstellen.

Quellfähige Tonminerale im Beton beeinträchtigen die Verarbeitbarkeit des Frischbetons, sobald kritische Gehalte überschritten sind.

Diese Forschung gibt Empfehlungen für die Anpassung der Schweizernormen und schlägt Grenzwerte für unterschiedliche Arten von Tonmineralen und Schichtsilikaten in den Füllern für Asphalte sowie für die Feinanteile im Beton vor.

Abstract

European standards do not apply quantitative Petrography. There is also no European test to identify the phyllosilicates. At European level, the problem of clays is globally handled using the Methylene blue test, which lacks of preciseness in our opinion.

Clays and phyllosilicates in filler aggregates have been the object of standardization in Switzerland for more than 30 years. Swiss standards required an adaptation to the modern techniques of analyses of minerals and must be compared with the European testing methods.

The present research shows that the European standards are not significant enough in relation to the geologic situation in Switzerland. This research has moreover shown that the European tests are not enough sensitive to the influence of phyllosilicates and do not allow to determine the durability of bituminous mixtures or detect risks of premature damages for bituminous mortars, revealing therefore gaps and artefacts in the Swiss testing methods.

A reference method using X-ray diffraction is proposed for the analysis of phyllosilicates and clays in filler aggregates. The quantification is calibrated with external standards. The Rietveld-procedure is proposed as alternative method.

There are very few standards of phyllosilicates which fulfil the requirements for industrial filler aggregates. Filler aggregates from industrial productions were used as standards for this research. They have been analysed and characterized specifically for this research.

Filler aggregates produced in Switzerland have been analyzed according to their use and to their geologic origin to establish a model of distribution of risks in Switzerland.

Filler aggregates from degraded asphalt have been also analyzed. The analyses that revealed significant amounts of swelling phyllosilicates support the laboratory experiments.

Macroscopic experiments were realized with industrial filler aggregates doped with various contents of different types of phyllosilicates and clays.

The mechanical test of fatigue has shown that phyllosilicates have only little and probably even no negative influence or that the methods currently used are not sensitive enough.

The results of this research have shown that the European standard EN 12697-12 is not suitable to get significant information on the durability of bituminous mixtures, particularly when the filler aggregate was doped with relatively high amounts of swelling clays. For this reason, the test proposed by European standards is really not appropriate for filler aggregates used in Switzerland.

The results of the tests which were carried out according to the former Swiss standard (SN 670 845 b) "Volume modifications of samples after water immersion" revealed that swelling clays and micas are potentially very damaging for the durability of bituminous mixtures.

In concrete, swelling clays affect already the concrete workability as soon as critical contents are reached.

Proposals for upgrading the Swiss standards and for maximum contents for various types of clays and phyllosilicates in filler aggregates for bituminous mixtures as well as for fines in concretes have been achieved.

1 Introduction générale

1.1 Organisation du projet

Cette recherche est un travail interdisciplinaire réunissant les intervenants suivants:

Participants	Sujets principaux respectifs
Bureau d'expertises minéralogiques Dr. François Röthlisberger	Responsable du projet – gestion du mandat
EMPA, Abteilung Strassenbau/Abdichtungen Dr. Rémy Gubler	Einfluss auf mechanische Eigenschaften
ERTEC S.A. Jean-Louis Cuénoud, Laure Chastan, ing. dipl.	Susceptibilité à l'eau
Holcim – Eclépens Dr. Jean-Gabriel Hammerschlag	Béton hydraulique
Université de Neuchâtel, Institut de Géologie Prof. Dr. Thierry Adatte	Méthodes et analyses

1.2 Situation initiale

1.2.1 Normalisation nationale jusqu'au 31.12.2004

Les normes SN concernant les argiles dans les fillers pour enrobés bitumineux ont été introduites dans la normalisation nationale entre 1976 et 1978. La problématique des argiles dans les fillers pour enrobés bitumineux était traitée directement dans les deux normes suivantes:

1. SN 670 135 [1]: "Filler pour enrobés bitumineux – prescriptions de qualité" adoptée en mai 1988 en remplacement de la SN 670 760 introduite en novembre 1976. Les prescriptions de qualité de la SN 670 135 admettaient une teneur [en %-massique] maximale en minéraux argileux de 2 % pour les couches de surface et de 4 % pour les couches de support sur un total en éléments impropres à l'usage (tels que mica, chlorite, grains très poreux ou altérés) de 5 % pour les couches de surface et respectivement de 10 % pour les couches de support.
2. SN 670 850 [2]: "Filler pour enrobés hydrocarbonés – Teneur en minéraux argileux" introduite en avril 1978. La SN 670 850 décrit la méthode pour déterminer la teneur en minéraux argileux au moyen de la DTA (Differential Thermal Analysis) ainsi que le mode opératoire pour la détermination des minéraux argileux de type illitique uniquement.

Indirectement, la présence éventuelle d'argiles dans le filler pouvait être indiquée par la norme:

3. SN 670 845b [3]: "Filler pour enrobés bitumineux - Modification du volume d'éprouvettes après immersion dans l'eau". SN 670 845b a remplacé en juin 2003 la version précédente de mai 1999, la SN 870 845 ayant été introduite en 1977. Cette norme décrit le mode opératoire pour déterminer la modification du volume d'éprouvettes de mélange filler-bitume immergées dans l'eau.

La norme pour béton SIA 162/1 [4] ne traitait pas des minéraux argileux. Des essais complémentaires non spécifiés étaient simplement recommandés pour déterminer d'éventuels effets négatifs si un excès de fines était observé lors de l'essai n° 12 de la norme SIA 162/1.

Ces trois normes ont été retirées au profit de la normalisation européenne à fin décembre 2004.

1.2.2 Normalisation nationale

La norme SN 670 116 (2005) [5]: "Fillers - Minéralogie et pétrographie qualitative et quantitative" traite des argiles dans les fillers pour enrobés bitumineux ainsi que dans les fines des bétons et mortiers. Cette norme résulte de la fusion des chapitres concernant les argiles de [1], [2] et [4].

Cette norme fixe la méthode de détermination et de quantification des argiles dans les fillers par diffractométrie aux rayons X. Les méthodes d'analyses minéralogiques et pétrographiques selon DIN 52 500 «Pierres naturelles et granulats minéraux; examens pétrographiques – Partie 2: Généralités et liste des méthodes d'essai» [6] y sont aussi admises. Les minéraux et les roches impropres à la fabrication de filler sont indiqués ainsi que les teneurs maximales admissibles en éléments impropres à l'usage. Pour les fillers pour enrobés bitumineux les valeurs de [1] ont été maintenues. Pour les fines (< 63 µm) des granulats pour béton et mortier, la teneur maximale admissible en minéraux argileux a été fixée à ≤ 5 % massique et pour les bétons pour couches de roulement à ≤ 3 % massique. Les valeurs limites pour mortier et béton sont essentiellement basées sur ASTM C 33 "Standard specification for Concrete Aggregates – Limits for Deleterious Substances" [7].

1.2.3 Normalisation CEN

Actuellement, la normalisation CEN ne comprend pas de procédure d'analyse minéralogique ou pétrographique qualitative ou quantitative pour les argiles dans les fillers, les granulats ou les roches. Le projet de norme d'essai prEN 932-4 - N 358 E [8] Tests for General Properties of Aggregates, Part 4: Methods for Description and Petrography – Quantitative and Qualitative Procedures" a été rejeté en juin 1994. Ce projet de norme aurait pu couvrir la partie méthode d'essai de cette recherche.

La seule EN qui traite actuellement de la thématique des argiles dans les fillers est:

1. EN 933-9 (1998) [9]: "Essais pour déterminer les caractéristiques géométriques des granulats - Partie 9: Qualification des fines – Essai au bleu de méthylène" correspond à la capacité d'adsorption du filler en bleu de méthylène par les argiles. La valeur de bleu de méthylène "MB" est indiquée en grammes de colorant par kilogramme de fraction 0/2 mm. Le principe de cet essai correspond à l'absorption par les argiles d'une quantité de bleu de méthylène théoriquement proportionnelle à la surface globale des argiles contenues dans l'éprouvette. Dans l'essai au bleu de méthylène, la nature de la fraction argileuse est exprimée par la surface spécifique globale que les argiles sont théoriquement susceptible de développer. C'est la raison pour laquelle cet essai est rangé dans les propriétés géométriques des granulats.

Trois normes européennes permettent théoriquement d'obtenir indirectement des informations concernant la présence éventuelle d'argiles dans le filler, il s'agit des normes suivantes:

1. EN 933-8 (1999) [10]: "Essais pour déterminer les caractéristiques géométriques des granulats - Partie 8: Évaluation des fines – Équivalent de sable". L'équivalent de sable correspond à une hauteur de sédiment exprimée en pourcentage de la hauteur totale de matériaux floclé dans un cylindre de référence. La présence de matériaux floclés peut indiquer la présence éventuelle d'argiles. Cet essai présente des similarités avec l'essai n° 12 de l'ancienne norme SIA 162/1 [4].
2. EN 1744-4 (2005) [11]: "Essais pour déterminer les propriétés chimiques des granulats – Partie 4: Détermination de la sensibilité à l'eau des fillers pour mélanges bitumineux". Cette norme spécifie deux méthodes pour mesurer l'influence des fillers sur la durabilité d'un béton bitumineux en présence d'eau. Une méthode par séparation du filler d'un mélange bitumineux et une méthode par détermination de l'augmentation de volume et de la perte de stabilité d'une éprouvette Marshall.
3. EN 12697-12 (2003) [12]: "Mélanges bitumineux – Méthodes d'essai pour enrobés à chaud – Partie 12: Détermination de la sensibilité à l'eau des éprouvettes bitumineuses". Cette norme a pour but la détermination de l'effet d'une immersion accélérée dans l'eau sur la résistance à la traction indirecte des éprouvettes cylindriques de mélanges bitumineux.

1.3 Rétrospective des travaux de recherche principaux

Ce sont surtout les deux projets de recherche de Junker, J., Weber, J. et Fritz, H. (1973): FA 10/68 "Untersuchung von Steinmehlen zur Erarbeitung von Prüf- und Qualitätsvorschriften" Teil 1 [13] et FA 6/71 Teil 2 [14] qui ont servi de base aux normes suisses touchant les minéraux argileux dans les fillers. Ces normes peuvent être considérées comme d'avant-garde à l'époque.

Un historique de la recherche dans ce domaine est donné par Angst, Ch. et Gubler, R. (1998): dans "Wasserempfindlichkeit von Filler in bituminösem Mischgut" [15]. La recherche [15] propose une méthode rapide pour l'essai de modification du volume dans l'eau d'éprouvettes bitumineuses de filler. Cette nouvelle méthode d'essai a été adoptée pour la norme [3].

D'autre part, des effets négatifs sur les propriétés mécaniques de mélanges bitumineux exercés par la présence de micas enrichis dans les fractions fines du sable (surtout entre 0.125 à 0.5 mm) de granulats concassés, ont été observés par Miskovski, K. (2004): Enrichment of Fine Mica Originating From Rock Aggregate Production and its Influence on the Mechanical Properties of Bituminous Mixtures [16].

1.4 Données du problème

Les normes [1] et [2] nécessitent une révision fondamentale pour les raisons suivantes:

1. La problématique des phyllosilicates dans les fillers pour enrobés bitumineux n'est pas traitée de façon systématique dans la normalisation CEN et il n'existe pas d'équivalents aux SN [1] et [2] dans la normalisation européenne. Seul le problème des argiles est abordé par la normalisation européenne dans [9] sous forme d'une mesure de surface d'adsorption qui ne permet pas de déterminer les types de minéraux.
2. L'essai au bleu de méthylène ne permet pas d'identifier les argiles de manière spécifique. Le dosage d'une argile spécifique par essai au bleu de méthylène n'est théoriquement possible que pour les cas où un seul type d'argile est mesuré, dont l'absorption en bleu de méthylène est connue et où les interférences de la matrice avec le bleu de méthylène sont aussi connues. Les mélanges de minéraux argileux, comme c'est le cas pour quasiment tous les fillers utilisés en Suisse, ne peuvent pas être dosés de manière fiable à l'aide de [9]. La méthode par le bleu de méthylène n'est en outre pas suffisamment précise et ne saurait donc pas constituer une alternative.
3. Il n'y a pas de valeurs limites validées dans [9] ni dans [10], raison pour laquelle ces normes n'ont pas été retenues par la préface nationale suisse de la norme des granulats pour béton EN 12620 (2002) [17].
4. Aucune méthode n'est indiquée dans la normalisation suisse ou européenne pour l'identification des phyllosilicates en général et pour les argiles en particulier.
5. Selon [12], aucune méthode satisfaisante pour mesurer la sensibilité à l'eau des éprouvettes bitumineuses n'a été produite pour mesurer cette caractéristique directement. Des méthodes de remplacement sont en cours d'investigation au comité Technique CEN/TC227.
6. L'absence de procédure d'analyse minéralogique et pétrographique quantitative a laissé une lacune dans la normalisation CEN qui n'a toujours pas été comblée.

1.4.1 Méthode d'analyse obsolète

La DTA (Differential Thermal Analysis) était une des méthodes utilisées pour le dosage de certains minéraux argileux au moment de la parution de [2] en 1978. Mais ce n'est pas une méthode qui permet l'identification systématique des minéraux. Actuellement cette méthode d'analyse est totalement obsolète en ce qui concerne les argiles. Au vu des connaissances actuelles, les mélanges de minéraux argileux (ce qui est le cas pour la plupart des fillers utilisés en Suisse) ne peuvent plus être examinés de manière fiable par DTA. Un appareil DTA performant est en outre très coûteux.

1.4.2 Standard inadéquat

La méthode par DTA selon [2] est inapplicable actuellement faute de standard adéquat. Le matériel de référence spécifié est l'Opalit pour lequel il avait été admis [2] qu'il était essentiellement composé de minéraux argileux illitiques. Or il n'en est rien, car l'Opalit ne contient que 10 à 15 % d'Illite au maximum (tableau 1). L'Opalit est composé d'environ $\frac{1}{3}$ de minéraux qui peuvent être considérés comme inertes (quartz et calcite) et d'environ $\frac{2}{3}$ de phyllosilicates qui sont susceptibles d'influencer négativement les propriétés du mastic.

Les phyllosilicates qui se trouvent dans l'opalite sont essentiellement la kaolinite et les micas ainsi que l'illite et la chlorite. Il y a environ 2 % de smectite et entre 4 et 6 % d'interstratifiés qui par leurs propriétés de gonflement en présence d'eau, sont particulièrement susceptibles d'influencer négativement les propriétés des mastics bitumineux et du béton hydraulique.

	Phases minérales	Teneur [% de la masse]
Minéraux inertes		28 ± 2
	Feldspaths	≅ 2
	Calcite	7 - 9
	Dolomite, sidérite	≅ 3
	Quartz	14 - 16
Minéraux argileux		50 ± 8
	Kaolinite < 0.002 mm	15 - 20
	Kaolinite 0.002 – 0.020 mm	≅ 5
	Chlorite	5 - 10
	Illite	10 - 15
	Interstratifié	4 - 6
	Smectite	< 2
Autres Phyllosilicates		18 ± 2
	Micas	15 - 20
Minéraux accessoires		< 5
	Pyrite, talc	< 5

Tableau 1.1: composition minéralogique du produit OPALIT (selon fiche technique du producteur) obtenue par diffractométrie aux rayons X.

1.4.3 Méthode limitée

La mode opératoire défini dans [2] ne s'applique qu'à une seule argile. Lorsqu'il y a d'autres minéraux argileux, ce qui est le cas pour presque tous les fillers utilisés en Suisse, il est nécessaire de définir de nouveaux standards et d'adapter le mode opératoire pour chaque type de minéral à mesurer. A chaque minéral du filler correspond une mesure DTA séparée, ce qui peut devenir problématique.

Un problème supplémentaire réside dans le fait que la DTA ne permet pas d'identifier systématiquement les argiles. L'identification des minéraux devrait se faire au préalable par une autre méthode, typiquement par diffractométrie aux rayons X.

Des valeurs limites sont fixées dans [2] pour le mica et pour la chlorite alors qu'aucune méthode n'est indiquée pour les analyses.

1.4.4 Définitions obsolètes

La définition "argile illitique" dans [2] ne correspond plus à la systématique actuelle des argiles.

Il en va de même pour la définition de la fraction argileuse < 0.005 mm de [2], qui ne correspond plus aux définitions des fractions argileuses en sédimentologie. Les fractions argileuses sont aujourd'hui généralement comprises comme étant les fractions < 0.002 mm et 0.002 à 0.016 mm.

1.4.5 Adaptation à la normalisation CEN

Le filler était défini dans la normalisation suisse comme étant la fraction < 0.09 mm. La normalisation CEN définit le filler ou les fines comme étant la fraction < 0.063 mm. Une adéquation avec la normalisation CEN est donc nécessaire.

1.4.6 Effets des différents types de minéraux argileux

Les phyllosilicates et les minéraux argileux présentent de nombreuses propriétés telles que la thixotropie, la capacité d'absorption, le pouvoir d'adsorption, le gonflement, la dessiccation, la surface spécifique très variable selon le type, etc. qui peuvent jouer un rôle déterminant dans les propriétés des fillers et des mélanges bitumineux ainsi que des bétons hydrauliques.

Ces propriétés peuvent jouer un rôle très négatif quant à la durabilité des mastics, tel que par exemple le gonflement ou avoir des effets bénéfiques sur le comportement des mastics. Actuellement, l'état des recherches ainsi que les normes actuelles ne permettent pas de différenciation entre phyllosilicates «à effets positifs» et phyllosilicates «à effets négatifs».

Des traitements appropriés des fillers ainsi que des minéraux permettraient peut-être d'annihiler certains effets négatifs et permettre l'utilisation de fillers actuellement rejetés ou d'améliorer les performances des fillers. Les possibilités de traitement ou de palliatifs aux phyllosilicates contenus dans certains fillers ne sont pas pris en compte par la normalisation actuelle.

De nombreuses questions restent ouvertes quant aux effets des phyllosilicates sur les propriétés des fillers ainsi que les relations qui existent entre la composition minéralogique, les phyllosilicates, les minéraux argileux et les effets sur le vieillissement et sur les dégradations des enrobés.

Les phyllosilicates et les minéraux argileux sont utilisés depuis longtemps dans de nombreux domaines tels que la céramique, l'industrie chimique (raffinerie, catalyseurs), l'industrie du papier, etc. Il n'existe par contre que très peu, voire pratiquement pas de données concernant les minéraux argileux dans les fillers utilisés en construction routière et leur influence sur la qualité des mastics.

Les types de minéraux argileux, la composition minéralogique ainsi que la concentration des phases jouent certainement un rôle majeur et ne correspondent probablement pas au modèle actuellement proposé par la normalisation.

1.5 Mandat

La requête pour cette recherche a été déposée le 10 juin 2002. L'office fédéral des routes a chargé par mandat du 16 décembre 2002 le bureau d'expertises minéralogiques et pétrographiques Dr. F. Röthlisberger de l'exécution du projet VSS 1999/276 et subséquemment "die Abteilung Strassenbau/Abdichtungen" de l'EMPA, le bureau ERTEC S.A. et le laboratoire HOLCIM à Eclépens.

Lors de la requête pour le projet de recherche, le but principal était de fournir des bases pour l'actualisation de [1] et [2]. Ces deux normes ont été retirées en décembre 2004 et remplacées par [3] en ce qui concerne les minéraux argileux.

Par analogie, c'est donc à la norme SN 670 116 que s'applique le mandat de recherche.

La normalisation européenne concernée par ce sujet, soit le TC 154 tirerait volontiers profit d'une étude mettant en évidence les propriétés des phyllosilicates gonflants et non gonflants.

1.6 Buts du projet

Le remplacement des normes [1] et [2] par [3] au cours du projet n'a pas changé les objectifs de la recherche. Le but fondamental du projet de recherche reste d'établir les bases nécessaires à l'actualisation de [3], qui sont:

- a. de proposer une méthode moderne d'identification et de caractérisation non seulement des minéraux argileux, mais aussi de tous les types de phyllosilicates dans les fillers
- b. de proposer une méthode pour la quantification des minéraux composants les fillers (teneurs respectives)
- c. de déterminer les causes et les mécanismes des dégradations du mastic ou du mortier bitumeux qui pourraient être dues à la présence de phyllosilicates dans les fillers
- d. de caractériser les effets que peuvent exercer les types et les teneurs en phyllosilicates et en minéraux argileux sur les propriétés des mastics
- e. de spécifier les types de phyllosilicates impropres à l'usage
- f. de déterminer des valeurs limites pour les phyllosilicates potentiellement impropres à l'usage
- g. de proposer un modèle qui tient compte des trois grandes entités géologiques classiques de la Suisse, Molasse du plateau, Jura et Alpes

1.7 Méthodologie

Pour aborder la problématique concernant les bases pour la révision de [3], la méthodologie doit tenir compte aussi bien des aspects fondamentaux que des applications pratiques. L'identification et la quantification des phases minérales argileuses dans les fillers est un problème purement analytique. La méthode analytique existe, mais elle doit être adaptée et modifiée pour répondre aux spécificités des fillers. La question des teneurs maximales admissibles dans les fillers pour enrobés bitumineux et pour les bétons hydrauliques se rapporte au domaine des exigences de qualité en fonction des applications.

Du fait qu'il n'existait que très peu de données ayant pu servir de point de départ à cette recherche, elle a dû être conduite de façon flexible. Des essais d'orientation ont été effectués au préalable. De nombreuses réorientations ont été nécessaires au cours du projet en fonction des résultats intermédiaires obtenus.

Cette recherche est ciblée sur quatre volets fondamentaux, soit:

1. la mise au point des méthodes d'analyses
2. la répartition des phyllosilicates en fonction de la géologie en Suisse et dans les régions avoisinantes qui fournissent des granulats en Suisse
3. les investigations in situ d'objets présentant des dégradations prématurées qui sont liées à la présence de phyllosilicates et de minéraux argileux
4. l'expérimentation en laboratoire

1.7.1 La méthodologie finale comprend les aspects suivants:

- a. état des connaissances
1. Méthode d'analyse:
 - b. choix de la méthode d'analyse qualitative et quantitative
 - c. adaptation des méthodes d'analyse aux spécificités des fillers
2. Géologie:
 - d. prélèvements d'échantillons de filler provenant des zones géologiques principales et analyse de leur composition minéralogique pour caractériser la composition des fillers utilisés en Suisse
 - e. modèle de répartition géologique des phyllosilicates pour la Suisse
3. Investigations d'enrobés in situ:
 - f. recherche et examens d'enrobés présentant des dégradations prématurées probablement dues à la présence de phyllosilicates ou d'argiles, prélèvements in situ et analyses pour essayer de déterminer les causes et les mécanismes des dégradations
4. Travaux expérimentaux
 - g. choix et caractérisation de fillers de référence pour la partie expérimentale du projet
 - h. détermination expérimentale des effets positifs ou négatifs des différents types de phyllosilicates et de la teneur sur les propriétés mécaniques de mélanges bitumineux.
 - i. détermination expérimentale des effets positifs ou négatifs des différents types de phyllosilicates et de la teneur sur la sensibilité à l'eau de mélanges bitumineux
 - j. phénoménologie, recherche expérimentale des corrélations possibles entre les propriétés des phyllosilicates et les effets sur les mélanges bitumineux
 - k. détermination expérimentale des effets positifs ou négatifs des minéraux argileux et de la teneur sur les propriétés des bétons hydrauliques
 - l. interprétation des résultats
 - m. spécification des phyllosilicates impropres à l'usage et des teneurs critiques
 - n. conclusions
 - o. propositions pour l'adaptation de [3]

1.7.2 Répartition finale des travaux de recherche

Les intervenants suivants se sont occupés

- L'institut de géologie (GEA) de l'université de Neuchâtel a conduit la partie analytique et proposé un modèle de répartition des argiles en Suisse en fonction des données géologiques.
- Le laboratoire ERTEC a fait les travaux de désenrobage des prélèvements in situ et réalisé les essais sur fillers relatifs aux normes de sensibilité à l'eau et de gonflement.
- L'EMPA a traité les aspects concernant les essais de vieillissement mécanique sur enrobés.
- Le laboratoire HOLCIM a abordé la problématique des applications aux bétons hydrauliques et les perspectives normatives.
- Le bureau d'expertise F. Röthlisberger s'est occupé des investigations in situ comprenant les enrobés dégradés prématurément ainsi que des prélèvements de filler provenant de gravières et de carrières, de la recherche et du choix des phyllosilicates examinés au cours du projet ainsi que de la préparation des mélanges composés de filler et de phyllosilicates ainsi que de la coordination du projet.
- La rédaction du rapport final a été réalisée en commun.

2 Résumé de l'état des connaissances techniques

2.1 Filler pour enrobé bitumineux

Les problèmes que pouvaient engendrer la présence de minéraux argileux dans les fillers pour enrobés bitumineux a été reconnue très tôt en Suisse par les travaux de recherche [13] et [14] qui font encore aujourd'hui figure de précurseurs. Ces travaux ont montré les effets négatifs de l'adjonction de phyllosilicates "opalit" dans le filler qui sont de diminuer systématiquement la résistance aux contraintes mécaniques ainsi que la résistance au gel/dégel des mastics alors que la sensibilité à l'eau est augmentée. Ces travaux ont aussi montré que la modification du volume par immersion dans l'eau des mastics est une fonction linéaire dépendant de la teneur en argiles de type "opalit".

Les effets négatifs du mica dans la fraction fine sont indiqués dans [16]. La présence de mica libre dans la fraction fine amène une détérioration considérable des propriétés mécaniques des mélanges bitumineux. L'influence négative du mica dans la fraction fine sur les propriétés mécaniques des mélanges bitumineux est attribuée à la capacité du mica d'adsorber le bitume. Ce phénomène semble être dû selon [16] à une orientation préférentielle des particules de mica durant la phase de compactage. Le seuil de tolérance du mica dans le sable doit être compris, au maximum entre 30 et 35 % du volume [16].

2.2 Filler pour béton hydraulique

La détermination de la nature et de la teneur en argiles n'a jamais été requise dans les normes suisses relatives au béton. La norme SIA 162/1: "Ouvrages en béton, Essais des matériaux, Propriété des granulats, essai n°12", valable jusqu'en 2002, citait les argiles comme pouvant participer à un excès de la fraction des fines dans le granulat, mais sans rien spécifier quant aux argiles. Elle recommandait des essais complémentaires non précisés pour rechercher les éventuels effets d'un relatif excès de fines dont les argiles.

La norme SN 670 130: "Sables, graviers, gravillons et pierres concassées pour revêtements – exigences de qualité", valable jusqu'à fin 2004, ne considérait pas les argiles comme étant des impuretés dans le béton pour revêtement routier.

Les normes suisses, comme d'autres normes étrangères (par exemple BS 882 (1992): Specification for aggregates from natural sources for concrete. [18], NF XP P18-540 (1997): Granulats – définitions; conformité; spécifications [19], ASTM C 117-90 Standard Test Method for Materials Finer than 75- μm (No. 200) Sieve in Mineral Aggregates by Washing [20]), ont toujours mis en garde sur les éventuels effets négatifs des argiles et ont contourné le problème en recourant systématiquement au lavage énergétique des granulats à la production, et en limitant la teneur totale en fines du granulat. Cette procédure a permis depuis des dizaines d'années de réduire, voire d'éliminer pratiquement toute trace d'argiles dans les granulats pour béton.

Les phyllosilicates se comportent dans les bétons comme des fines inertes: elles sont cependant, pour les variétés ferrifères, par exemple susceptibles de libérer du fer et induire des taches en surface des bétons apparents (Hammerschlag, J.-G.).

Les bétons soumis à des contraintes mécaniques élevées, tels les revêtements routiers, sont affectés par la présence en excès de phyllosilicates (micas libres) en induisant lors de la fabrication une demande en eau supplémentaire (en particulier pour un excès des fractions les plus grossières) selon Thalmann C. (1996): Beurteilung und Möglichkeiten der Wiederverwertung von Ausbruchmaterial aus dem maschinellen Tunnelvortrieb zu Betonzuschlagstoffen. Beiträge zur Geologie der Schweiz. Schweizerische Geotechnische Kommission. Lieferung 91, 1996) [21]. Cela occasionne une augmentation de la quantité d'eau de gâchage pour une même ouvrabilité, et donc par conséquent une diminution des performances et des propriétés de durabilité selon Neville, Adam, M. (2000: Propriétés des bétons. Editions Eyrolles, Paris (traduction autorisée de l'édition originale en anglais par le CRIB). Ces bétons présentent également une tendance accrue au ressuage [22] et donc à l'instabilité. Selon [22] la pâte de ciment présente une plus faible adhérence sur les micas et de façon plus prononcée pour la muscovite que pour la biotite.

Les argiles gonflantes présentent la particularité dans le béton frais de fixer rapidement de l'eau, réduisant d'autant l'ouvrabilité du mélange. Il s'ensuit suivant l'intensité du phénomène une perte plus ou moins significative de propriétés du béton à l'état durci. Par contre, pour des raisons d'aspects la présence de phyllosilicates fins peut-être parfois considérée comme un avantage (Lee-mann, A. and Holzer, L. (2001): Influence of mica on the properties of mortar and concrete. 8th Euroseminar on microscopy applied to buildings materials, Athen, September 4.–7, 2001, pp. 199–204 [23]).

2.3 Géologie de la Suisse

Classiquement, le territoire suisse est subdivisé en trois grandes unités géologiques. Il s'agit du nord au sud, du Jura, du bassin molassique ainsi que des alpes. Cette subdivision correspond dans les grandes lignes aux grandes unités tectoniques principales. Weber, J. dans Anforderungen und Prüfungen an Gesteinsmaterialien für Strassenbauzwecke in der Schweiz [24] a proposé une subdivision plus précise qui a souvent été adoptée lors de travaux de recherche antécédents concernant les matériaux utilisés en génie civil. Cette subdivision comporte les unités suivantes: 1. le plateau molassique, 2. la molasse subalpine, 3. le jura plissé, 4. le jura tabulaire, 5. la zone helvétique (calcaires nord-alpins), 6. la zone romane (calcaires nord-alpins), 7. le massif de l'Aar, 8. le massif du Gotthard, 9. les massifs du Mont-Blanc et des Aiguilles Rouges, 10. les nappes penniques, 11. la région des nappes austroalpines, 12. les alpes du sud, 13. le massif du Bergell ainsi que 14. les régions à conglomérats. Cette subdivision nécessite quelques précisions. Elle est dépassée du point de vue géologique mais garde une certaine validité dans les grandes lignes pour les matériaux utilisés en génie civil. Elle ne tient par contre pas du tout compte des régions limitrophes de la Suisse fournissant des matériaux rocheux utilisés dans le génie civil.

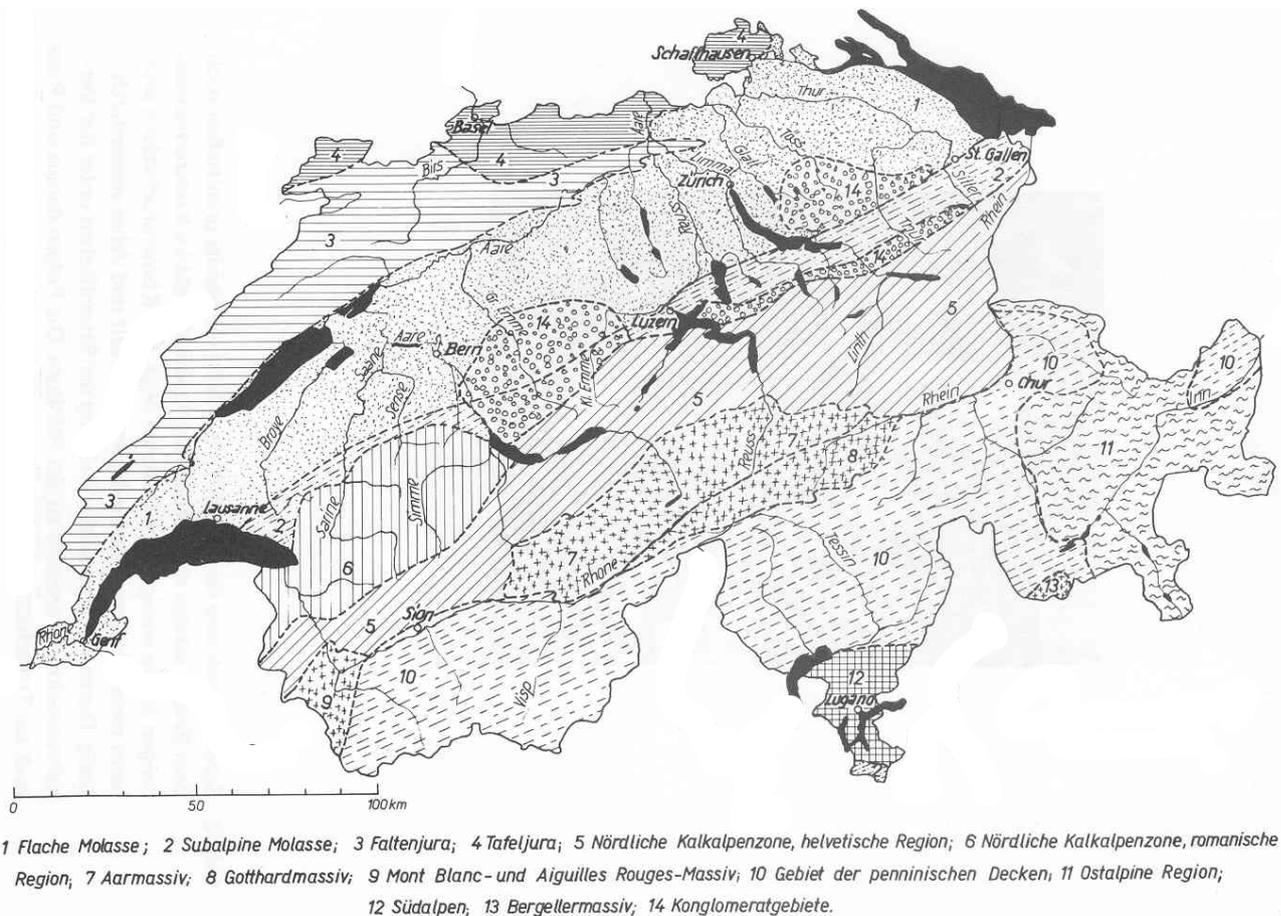


Fig. 2.1: aperçu des zones géologiques de la Suisse selon [24].

2.4 Principes de la systématique des silicates

Les silicates sont principalement composés des atomes de silicium et d'oxygène qui forment le groupe anionique $[\text{SiO}_4]^{4-}$. Ce groupe anionique est très stable et difficile à dissocier.

Dans une structure cristalline, les anions de charge négative tendent à entourer les cations de charge opposée en définissant un polyèdre de coordination. Le polyèdre de coordination est un concept fondamental en cristallographie et en cristallographie chimie. Le polyèdre de coordination du cation Si^{4+} dans les silicates est typiquement un tétraèdre dont les sommets sont occupés par quatre anions d'oxygène (fig. 2.2). Ce tétraèdre de coordination $[\text{SiO}_4]^{4-}$ est l'élément chimico-structural élémentaire des silicates.

Représentation du polyèdre de coordination du cation de silicium

Cation Si^{4+} central entouré par 4 anions d'oxygène O^{2-}

Tétraèdre défini par les 4 anions

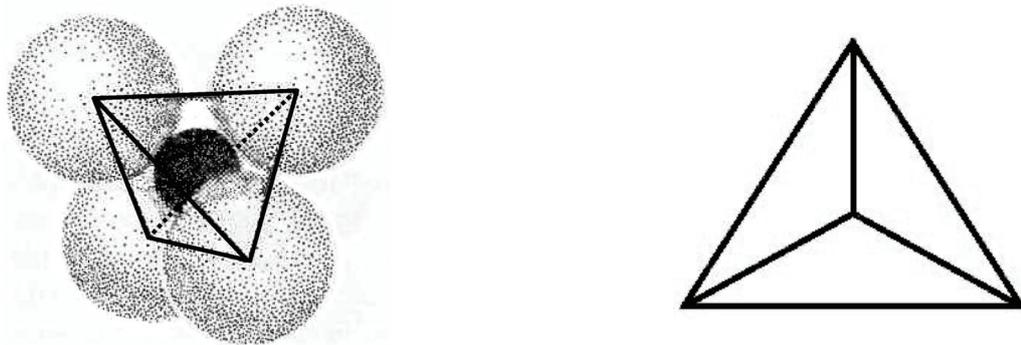


Fig. 2.2: Le groupe anionique $[\text{SiO}_4]^{4-}$ est constitué d'un cation de silicium $[\text{Si}^{4+}]$ entouré de quatre anions d'oxygène $[\text{O}]^{2-}$ qui occupent les sommets d'un tétraèdre imaginaire représenté dans la figure de droite.

Le groupe anionique $[\text{SiO}_4]^{4-}$ ou plus généralement les silicates ont la faculté de polymériser (Liebau, F., (1985): Structural Chemistry of Silicates. Springer Verlag [25]), respectivement de condenser (Lima-de-Faria, J. (1994): Structural Mineralogy. An Introduction. Kluwer Academic Publishers [26]) en mettant en commun certains atomes d'oxygène. Des groupes de 2 tétraèdres (sorosilicates $[\text{Si}_2\text{O}_7]^{6-}$), des chaînes infinies (inosilicates $[\text{Si}_2\text{O}_6]^{4-\infty}$), des doubles chaînes (inosilicates $[\text{Si}_4\text{O}_{11}]^{6-\infty}$), des feuillets (phyllosilicates $[\text{Si}_4\text{O}_{10}]^{4-}$) ou des charpentes tridimensionnelles (tectosilicates) peuvent être formés par polymérisation (fig. 2.3).

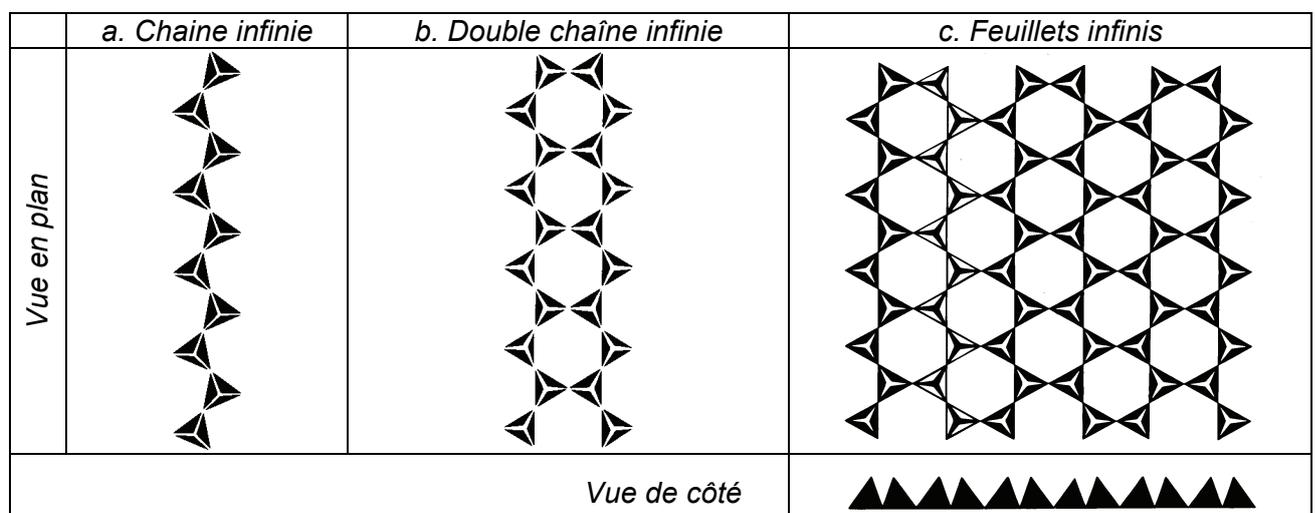


Fig. 2.3: exemples de polymérisations sous forme de chaîne (pyroxènes) ou de double chaîne (amphiboles) ainsi que bidirectionnel (dans un plan) sous forme des feuillets (fig. selon [25], légèrement modifiée).

La classification chimico-structurale des silicates est basée sur le degré de polymérisation des tétraèdres (Strunz, H. & Nickel, E. (2001): Tables Minéralogiques de Strunz, 9^{ème} édition [27]; Richard V. Gaines, H. Catherine Skinner, Eugene E. Foord, Brian Mason, and Abraham Rosenzweig (1997): Dana's New Mineralogy, Eighth Edition. John Wiley & Sons, Inc. [28], Zoltai, Tibor (1960): Classification of silicates and other minerals with tetrahedral structures, Am. Mineral. 45 [29]). Les phyllosilicates sont caractérisés par une polymérisation dans deux directions de l'espace (bidirectionnelle) sous forme de couches ou feuillets où tous les tétraèdres pointent dans la même direction (fig. 2.3 c).

2.5 Systématique simplifiée des phyllosilicates

Les phyllosilicates représentent un groupe de minéraux comptant approximativement 180 espèces et variétés qui fait partie de la classe des silicates [27], [28]. La systématique cristalline des phyllosilicates peut être décrite par deux unités structurales basiques qui se composent de modules:

- le feuillet tétraédrique T (fig. 2.3c)
- les feuillets octaédriques O (fig. 2.4)

Les feuillets octaédriques comportent deux types qui sont définis par deux minéraux, il s'agit de l'hydroxyde de magnésium ou brucite $Mg(OH)_2$ et de l'hydroxyde d'aluminium ou gibbsite $Al(OH)_3$. La structure de la brucite est formée par des cations Mg^{2+} qui présentent une coordination octaédrique avec des anions $(OH)^-$ aux sommets de l'octaèdre $[Mg(OH)_6]^{4+}$. Les octaèdres sont liés par les bords pour former un feuillet. Du fait que le magnésium a une charge de 2+, chaque site octaédrique dans le feuillet est occupé. Du fait que chaque $(OH)^-$ est partagé entre 3 octaèdres, les charges sont neutralisées à l'intérieur même du feuillet. De ce fait, les feuillets ou modules adjacents sont liés très faiblement.

La gibbsite $Al(OH)_3$ présente la même structure que la brucite mis à part le fait que l'aluminium ayant une charge 3+, seuls les 2/3 des sites octaédriques sont occupés. Ce type de feuillet octaédrique est aussi neutre du point de vue des charges, les feuillets ou modules adjacents restent aussi très faiblement liés.

La définition de feuillet dioctaédrique (de type gibbsite) est appliquée pour les types de structures où 2 positions cationiques (octaèdres) sur 3 sont occupés alors que la définition de feuillet trioctaédrique se rapporte à la structure où 3 positions cationiques (octaèdres) sur trois (de type brucite) sont occupés.

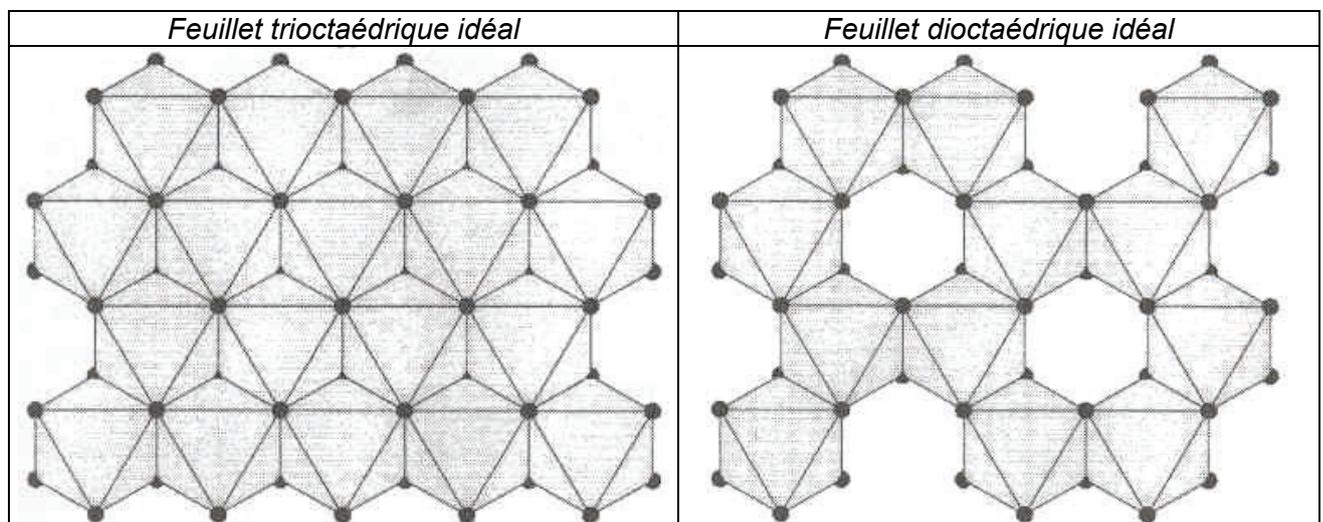
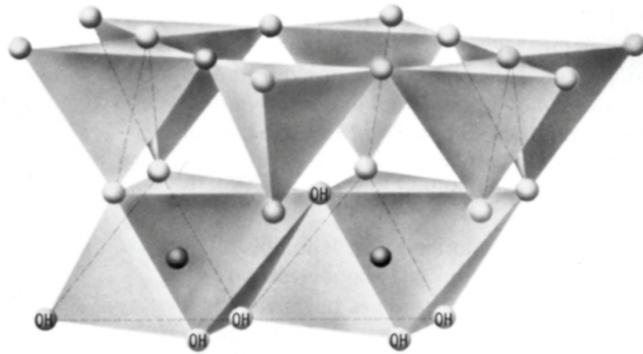


Fig. 2.4: schéma des feuillets octaédriques. Les octaèdres sont liés par les bords et couchés sur une des faces dans un plan pour former des feuillets. Le centre des octaèdres est occupé par un cation, Mg^{2+} pour la brucite et Al^{3+} pour la gibbsite.

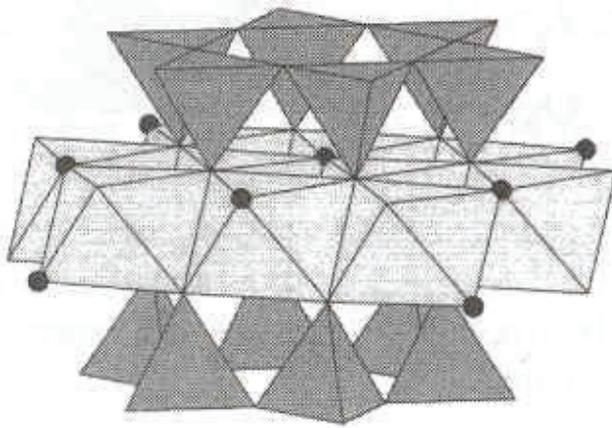
Dans les phyllosilicates, les feuillets tétraédriques s'agencent avec les feuillets octaédriques pour constituer des couches Tétrahédres-Octaédres (T-O) ou Tétrahédres-Octaédres-Tétrahédres (T-O-T).



T Feuillet "tétraédrique" composé de tétraèdres de silicates étendus de manière illimitée dans deux directions de l'espace. Les atomes sont situés dans des plans.

O Feuillet octaédrique composé d'atomes en coordination octaédrique. Les atomes et molécules qui composent les feuillets octaédriques sont situés dans des plans.

Fig. 2.5: couche idéale T-O composée d'un feuillet tétraédrique et d'un feuillet octaédrique.



T Feuillet tétraédrique "inversé" composé de tétraèdres de silicates étendus de manière illimitée dans deux directions de l'espace

O Feuillet octaédrique

T Feuillet "tétraédrique" composé de tétraèdres de silicates étendus de manière illimitée dans deux directions de l'espace

Fig. 2.6: couche idéale T-O-T composée de deux feuillets tétraédriques et d'un feuillet octaédrique. Figure adaptée de Ferraris, Giovanni and Ivaldi, Gabriella (2002): Structural Features of Micah. Reviews in Mineralogy and Geochemistry. Mineralogical Society of America, Accademia Nazionale dei Lincei, Geochemical Society [30].

La systématique des phyllosilicates est basée principalement sur la structure cristalline et la composition chimique. On distingue 5 niveaux principaux d'organisation dans la structure:

- les plans sont constitués par les atomes
- les feuillets tétraédriques et octaédriques
- les couches correspondent à des combinaison de feuillets
- les cations ou les molécules entre les couches
- le cristal résulte de l'empilement de plusieurs couches

D'autres critères secondaires sont le polytypisme (ou mode d'empilement) et le type d'empilement pour les interstratifiés (modes et séquences d'empilement).

Les liaisons entre les couches sans cations intercalaires sont de type Van der Waals et donc très faibles, ce qui donne des minéraux très tendres. Les liaisons sont plus fortes pour les phyllosilicates présentant des cations entre les couches comme c'est le cas pour les micas.

Ces structures en plans, délimitées par les feuillets et les couches présentent toutes un excellent clivage basal très parfait.

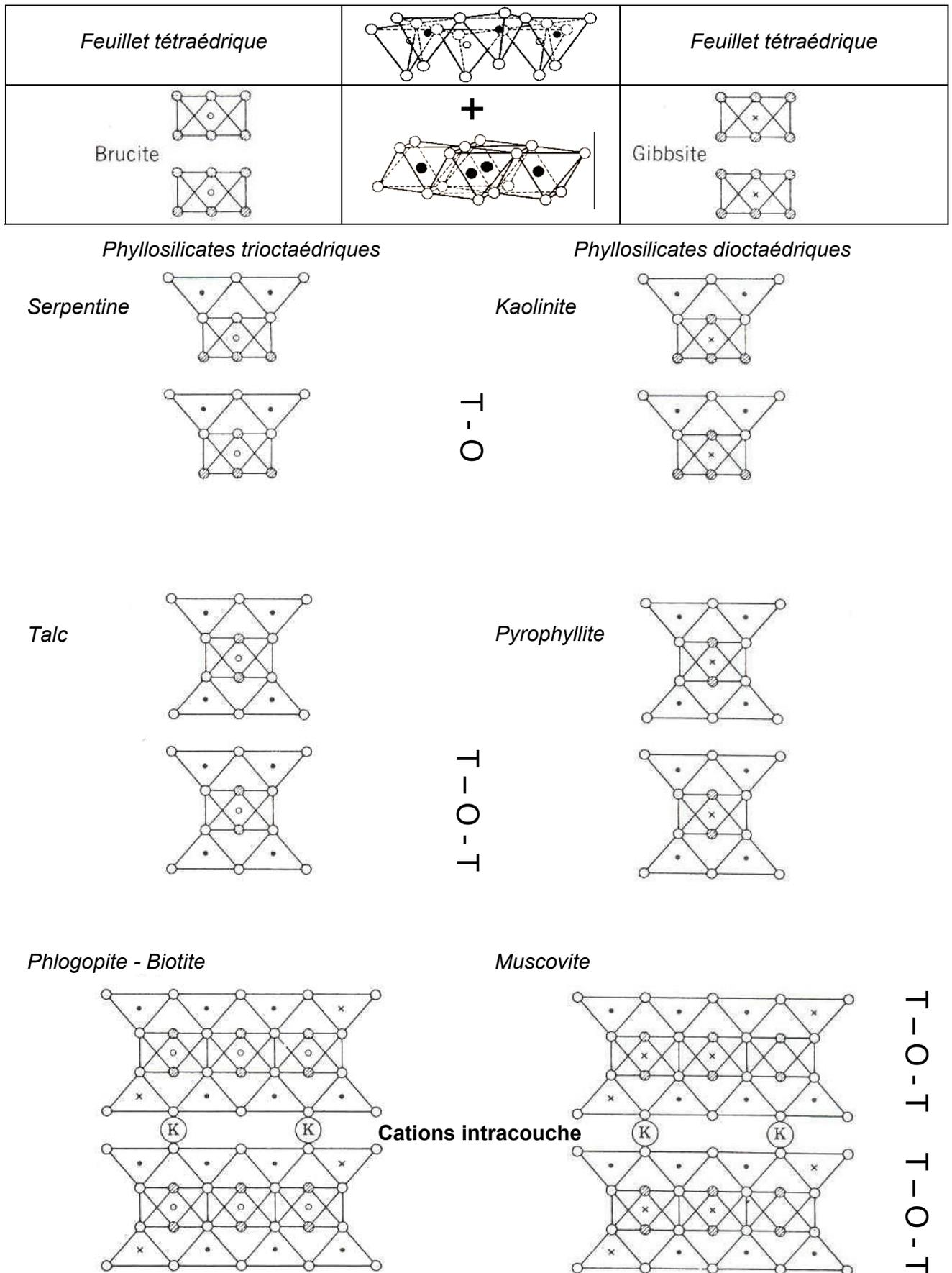


Fig. 2.7: schéma simplifié de la systématique des phyllosilicates. La combinaison de feuillets tétraédriques avec les feuillets di- et trioctaédriques permet de définir deux séries de phyllosilicates. Il existe des phyllosilicates à maille élémentaire de 2 couches T-O (serpentine et kaolinite) et à 3 couches T-O-T (talc et pyrophyllite) ainsi que le groupe des micas avec cation intracouche.

2.5.1 - Groupe de la kaolinite – serpentine (structure T-O)

Ce groupe de minéraux dont la structure est faite d'un feuillet T et d'un feuillet O (minéraux T-O) se caractérise par peu de substitutions cationiques.

2.5.2 - Groupe du talc – pyrophyllite (structure T-O-T)

La structure est composée de 2 couches tétraédriques et d'une couche octaédrique, avec une couche T inversée.

2.5.3 - Groupe des micas: (structure T-O-T avec cations intercalaires)

Le degré de coordination d'un cation dépend principalement de sa taille. L'aluminium trivalent $[Al^{3+}]$ a une taille qui lui permet d'avoir une coordination tétraédrique ou tétraédrique. Dans les micas, le cation $[Si^{4+}]$ peut être remplacé par le cation $[Al^{3+}]$. Il en résulte un déficit de charge qui est compensé par un cation (par exemple de potassium $[K^+]$) dans l'intercouche. Dans les micas, d'autres anions et cations peuvent se substituer tels que le fluor ou le chlore ainsi que le fer, le manganèse, le chrome etc..

Le groupe des micas comprend donc toute une série de minéraux présentant des compositions chimiques différentes. Les trois minéraux principaux sont la muscovite $KAl_2[(OH,F)_2 | AlSi_3O_{10}]$ ainsi que la phlogopite $KMg_3[(OH,F)_2 | AlSi_3O_{10}]$ et la biotite $K(Mg, Fe^{2+})_3[(OH,F)_2 | AlSi_3O_{10}]$. La structure "type" en couches de composition $[(OH,F)_2 | AlSi_3O_{10}]$ est la même pour tous les micas.

Ce sont les cations entre les couches qui varient. L'aluminium pour la muscovite, le magnésium pour la phlogopite et le fer pour la biotite. Ces éléments n'ont pas la même valence Al^{3+} et Mg^{2+} : - 2 atomes Al^{3+} sont équivalents à trois atomes Mg^{2+} . La muscovite est un mica dioctaédrique et la phlogopite comme la biotite sont des micas trioctaédriques. Pour les micas dioctaédriques, seule une partie des sites est occupée (fig. 2.4 et 2.7). Mais il existe de nombreux autres micas tels que la margarite, la fuchsite ou la manganophyllite.

L'occupation des "sites" de la structure cristallographique par des cations induit une "charge électrostatique" entre les couches. Cette charge électrostatique est responsable de la capacité de rétention et d'adsorption de l'eau ainsi que l'absorption de molécules organiques polaires.

2.5.4 Groupe des smectites

Le groupe des smectites se rattache aux phyllosilicates de type T-O-T. Le groupe des smectites est le seul à être uniquement présent dans la fraction fine des roches. Les smectites se caractérisent par la présence d'eau interfoliaire. Les smectites qui sont importantes dans le cadre de ce projet sont reliées à la pyrophyllite par leur structure et leur composition. Il s'agit des smectites dioctaédriques ou montmorillonites sensu lato, ou encore bentonites. Le terme de bentonite est utilisé en géologie économique pour désigner un dépôt de montmorillonite exploitable commercialement. C'est le cas de la Smectite Cheto utilisée dans nos essais. En géologie sédimentaire, les bentonites désignent un niveau particulier formé par altération de cendres volcaniques, constitué d'un assemblage de montmorillonite, kaolinite et minéraux interstratifiés et parfois de zéolites. Une des propriétés des montmorillonites est leur capacité de gonflement résultant de l'absorption d'eau dans l'espace interfoliaire. En effet, les smectites ont la capacité d'incorporer dans leur structure des molécules d'eau. Cette eau modifie la dimension de la couche en provoquant son gonflement. Ces argiles sont appelées argiles gonflantes ("swelling clays"). Les smectites, vermiculites et minéraux interstratifiés offrent des capacités d'expansion beaucoup plus importantes que celles des autres espèces argileuses. L'incorporation d'eau est réversible à la pression atmosphérique et dépend de la température et de la pression de vapeur. Plus l'air est humide, plus l'argile pourra incorporer de l'eau.

Cette hydratation conduit à une augmentation de volume pouvant atteindre 95%. Notons qu'il existe des minéraux comprenant de l'eau adsorbée mais qui n'ont pas pour autant de propriétés de gonflement

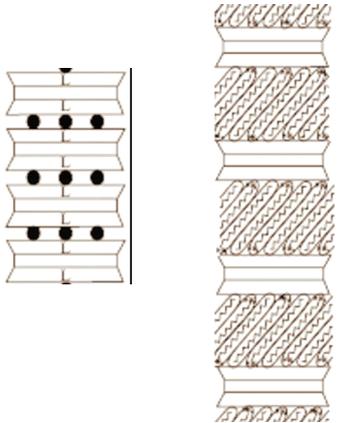


Fig. 2.8: schéma simplifié de la structure des montmorillonites. La structure est composée de feuillets de tétraèdres - gibbsite - tétraèdre (T-O-T) entre lesquelles de l'eau ainsi que divers cations peuvent prendre place.

La capacité de gonflement résulte de l'absorption d'eau entre les couches.

2.5.5 Groupe des chlorites (structure T-O-T-O)

Les chlorites sont un groupe très variable au niveau de la composition chimique. Elles présentent des chimies complexes suite aux nombreuses substitutions qui sont possibles dans les différentes couches. Ce sont des phyllosilicates relativement stables à haute température. Leur stabilité thermique s'explique par la liaison forte existant entre les hydroxyles.

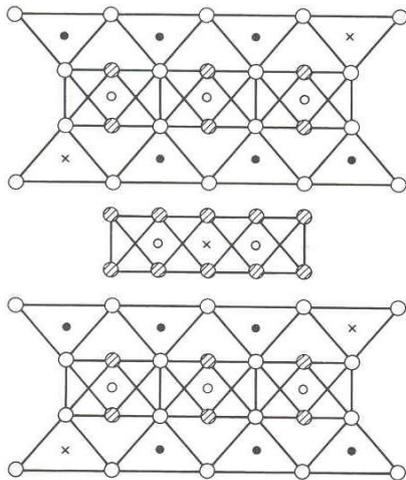


Fig. 2.9: schéma simplifié (T-O-T-O) de la structure des chlorites. L'espace interfoliaire des chlorites est occupé par un feuillet d'hydroxydes chargé positivement, généralement à structure de brucite et rarement de gibbsite.

2.5.6 Groupe des interstratifiés

Les minéraux interstratifiés (en abrégé IS) présentent un empilement vertical par superposition de 2 (ou plusieurs) types de couches. Il ne s'agit pas d'un simple mélange de différentes couches, mais de minéraux à part entière. L'interstratification est due d'une part aux liaisons fortes dans les couches individuelles et d'autre part aux liaisons faibles entre les couches. Il s'agit de minéraux fréquents en milieu nature. Les critères de classification sont fonction du type de couches et du pourcentage de chaque couche ainsi que de la séquence verticale d'empilement. Les interstratifiés sont composés d'unités fondamentales avec des espaces gonflants.

L'analyse des interstratifiés implique la détection des interstratifiés, la détermination des composés, le degré d'ordre ou de désordre et l'abondance relative des différents composés. L'identification des composés est basée sur le comportement observé selon les différents traitements. La majorité des minéraux interstratifiés ont des couches de type 2/1. Il existe quatre types

principaux de feuillets (smectite, chlorite, illite et vermiculite) qui combinés deux à deux donnent des interstratifiés illite-smectite, illite-vermiculite, illite-chlorite, chlorite-smectite ou chlorite-vermiculite. Lors du chauffage, les feuillets smectitiques dans les interstratifiés I-S ou les feuillets vermiculitiques dans les I-V s'effondrent à 10 Å. Le minéral produit n'apparaît donc plus comme un interstratifié et se comporte comme une illite. La plupart des interstratifiés traités dans le cadre de cette étude (fillers suisses) sont de type illite-smectite (IS) à faible taux de gonflants ordonnés irrégulièrement (degré d'ordre R0) ou plus régulièrement (R1-R2, fig 2.10). La méthode utilisée pour quantifier de taux de gonflants dans les IS est celle de Reynolds. Les interstratifiés IS sont produits lors de la transformation de la smectite (100 % de couches gonflantes en illite avec l'augmentation de la diagenèse. Cette réaction ne devient effective qu'à partir de 60° et au-delà de 210° seule l'illite est présente. Cependant la température n'est pas le seul facteur contrôlant cette transformation. On observe généralement une transition de la smectite pure vers des empilements désordonnés (contenant 50-100 % de feuillets smectite (S) correspondant à des interstratifiés désordonnés notés R0 (=degré d'ordre); puis à partir de 50 % et jusqu'à 30 % de feuillets S on commence à observer des structures interstratifiées ordonnées aux premiers feuillets voisins, notées R1. De 35 % à 0 % de feuillets S, le degré d'ordre augmente encore aux seconds et aux troisièmes feuillets voisins (R2 et R3).

Par rapport aux séquences de pics d'une phase pure, les minéraux interstratifiés réguliers se caractérisent par une réflexion supplémentaire ou surstructure correspondant à la somme des réflexions basales des 2 composés. Les minéraux irréguliers présentent des réflexions élargies, de moindre intensité avec une périodicité inégale.

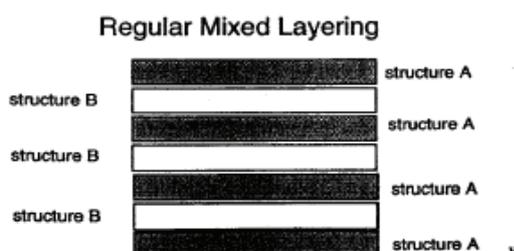


Fig. 2.10a: exemple schématique d'un phyllosilicate interstratifié régulier composé d'un agencement régulier d'une structure A et d'une structure B.

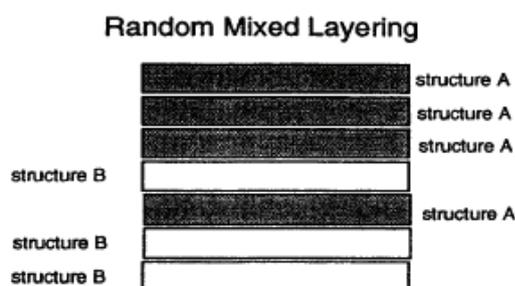


Fig. 2.10b: exemple schématique d'un phyllosilicate interstratifié irrégulier composé d'un agencement aléatoire d'une structure A et d'une structure B.

Tout comme les smectites, les interstratifiés de type illite-smectite et chlorite-smectite ont la capacité d'incorporer dans leur structure des molécules d'eau

2.5.7 Illite

Les illites (synonyme = hydromuscovites) correspondent à un groupe de minéraux dioctaédriques appartenant au groupe des argiles et possédant une structure en feuillets se rapprochant de celle des micas. Les illites ont toutefois une structure moins bien cristallisée que celles des vrais micas. L'illite contient plus d'eau et moins de potassium que les micas. Le groupe des illites forme une série chimique entre la muscovite et la montmorillonite. L'illite est un produit d'altération de la muscovite (d'où le nom hydromuscovite) se transformant progressivement en montmorillonite. Chimiquement, l'illite comporte un peu plus de Si, Mg, Fe et d'eau que la muscovite mais moins d'Al et de K. La glauconite est le membre riche en fer de ce groupe de minéraux.

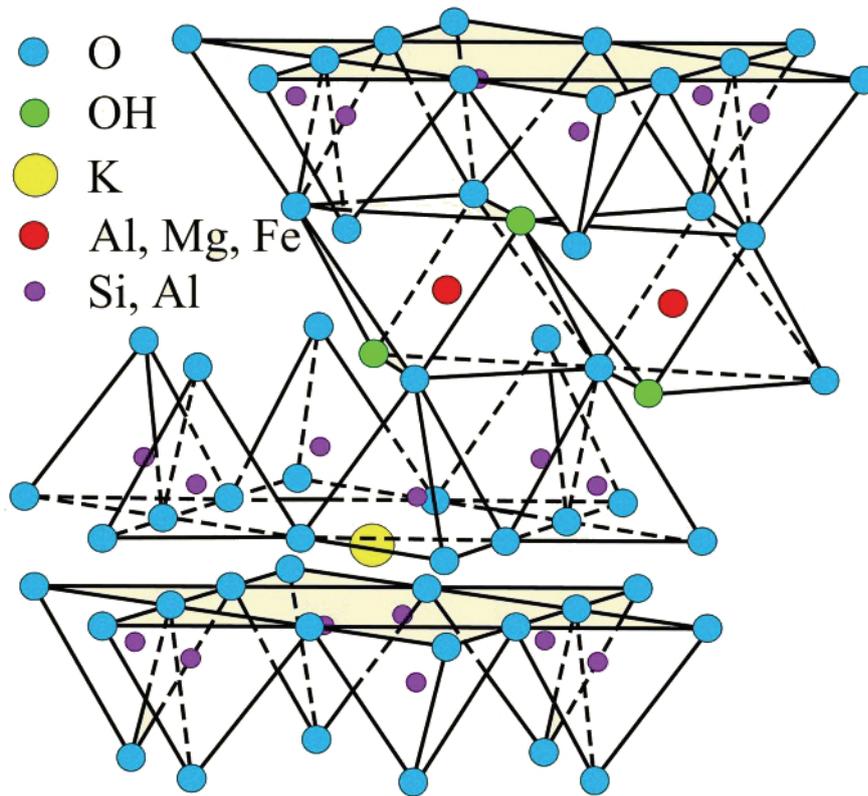


Fig. 2.11: structure idéale de l'illite d'après Grimm (1960).

2.6 Phyllosilicates traités dans le cadre de cette étude

Les phyllosilicates traités dans les essais de la présente étude sont:

- les micas
- les chlorites
- le talc
- la pyrophyllite
- la kaolinite
- les smectites (montmorillonites sensu lato)
- les interstratifiés de type illite-smectite (IS).

L'appellation « minéraux argileux » est réservée généralement aux minéraux du groupe des smectites et de la kaolinite. Dans notre cas, le groupe des micas comprend la muscovite, la biotite et l'illite (en fait un interstratifié de type IS avec moins de 2 % de couches gonflantes. Le groupe des chlorites est assez complexe et peut être séparé en deux : les chlorites enrichies en fer (sols, roches sédimentaires et basiques) et les chlorites enrichies en Al et Mg typiques des roches ignées acides et métamorphiques.

2.7 Argiles

Il n'existe pas de définition unique du terme " argile ", car la notion " argile " englobe deux concepts, un qui est lié à la taille des grains et l'autre à la minéralogie. La définition dépend principalement de la discipline concernée. Le géologue ou le pédologue considèrent comme " argile " tout minéral de faible granulométrie, la limite étant fixée à 2 ou 4 microns selon les cas. Généralement, les minéraux argileux sont des phyllosilicates hydratés de petite taille.

De très nombreuses classifications granulométriques ont été proposées. Les limites entre les catégories distinguées correspondent en général à des changements des propriétés mécaniques et physiques des grains. En géologie la limite granulométrique pour les argiles est généralement de 0.002 mm (2 μ m) alors qu'elle est de 0.004 mm (4 μ m) en sédimentologie.

En géotechnique, au sein des roches pélitiques meubles, la limite de 4 μm correspond à l'apparition de la plasticité.

Taille des particules	sédiments meubles	
> 2 mm	gravier	
2 mm à 0.062 mm	sable	
< 0.062 mm (< 62 μm)	0.062 à 0.004 mm (62 à 4 μm)	silt
	< 0.004 mm (< 4 μm)	argile

Tableau 2.1: classification des sédiments selon la taille des particules en sédimentologie.

2.8 Méthodes d'études

Les méthodes suivantes sont utilisées pour étudier les phyllosilicates:

- Diffraction par rayons X (DRX) [X-ray diffraction en anglais (XRD)]
- Microscopie électronique à transmission (MET ou TEM en anglais)
- Microscopie électronique à balayage (MEB)
- Analyse thermo-gravimétrique (ATG)
- Analyse thermique différentielle (ATD ou DTA en anglais)
- Spectroscopie Infrarouge (IR), etc.

La diffraction par rayons X (DRX; XRD) ou analyse par interférence aux rayons X (AIX) est la méthode d'analyse classique permettant d'analyser systématiquement les minéraux et en particulier des argiles. C'est en outre la seule méthode qui permet d'analyser des assemblages argileux ou plus généralement des assemblages de phases cristallines tels que des assemblages de minéraux (par exemple dans une roche ou un filler). Cette méthode permet de combiner les avantages de l'identification des minéraux argileux et du dosage semi-quantitatif, même dans un mélange comprenant une grande quantité de minéraux. Le seuil de détection est en outre relativement bas.

La diffraction aux rayons X consiste à appliquer un rayonnement de la longueur d'onde des rayons X (entre 0.1 et 10 nm) sur un échantillon argileux. Le rayonnement pénètre la préparation, il y a absorption d'une partie de l'énergie et excitation des atomes avec émissions de radiations dans toutes les directions. Les radiations émises par les plans atomiques spécifiques aux cristaux et qui sont en phases vont engendrer un faisceau cohérent qui pourra être détecté et interprété.

Toutes les autres méthodes d'analyses ne s'appliquent généralement que sur des phases argileuses pures ou simples. Les résultats sur des assemblages de minéraux ou des assemblages argileux de roches ou de fillers ne sont pas interprétables et ne peuvent pas être quantifiés.

La microscopie électronique à transmission (MET, TEM) permet d'étudier la morphologie des particules et la microscopie électronique à balayage (MEB) permet de caractériser la surface, la forme ou l'agencement des particules d'argiles. Ces techniques donnent des informations sur le relief des échantillons, la morphologie des grains et leur agencement, mais ne permettent pas d'identifier systématiquement les minéraux. Si le microscope est équipé d'un système (EDAX), le spectre de dispersion en énergie (EDAX) donne une information semi-quantitative sur le contenu chimique des échantillons. La microscopie électronique en transmission à haute résolution (HRTEM) permet d'observer des couches très minces de matériaux (par exemple argileux) et de déduire par exemple les modes d'empilement des feuillets.

L'analyse thermo-gravimétrique (ATG) est une caractérisation des changements de masse d'un échantillon en fonction de la température. Cette méthode est essentiellement utilisée pour mesurer le degré d'hydratation des assemblages argileux. Elle consiste à suivre la perte de masse d'un minéral argileux en fonction de la température. Cette méthode d'analyse nécessite un haut degré de précision pour trois types de mesures : la masse, la température et la variation de température.

Un grand nombre de transitions (fusion, cristallisation, transition de phase, transition vitreuse, etc.) ne s'accompagnent toutefois d'aucune variation de masse, ce qui limite les possibilités d'identifications des minéraux.

L'analyse thermique différentielle (ATD) est une technique d'analyse permettant de mesurer la différence de température entre un échantillon et une substance de référence lorsqu'ils sont soumis à une variation de température. L'analyse thermique différentielle est basée sur les réactions thermiques qui se produisent lorsqu'un minéral est chauffé. Les variations de températures correspondent aux pertes d'eau (réactions endothermiques) et les transformations de phases telles que les recristallisations ou les recombinaisons (réactions exothermiques).

Les méthodes d'analyses par spectroscopie fournissent des informations à l'échelle atomique ou moléculaire sur la structure locale des minéraux, c'est-à-dire sur l'environnement atomique, telles que la structure électronique, les propriétés magnétiques, les spectres de vibrations, etc.. Ces méthodes ne dépendent pas de la cristallinité (périodicité à grande échelle dans un minéral) et ne sont pas appropriées pour l'identification systématique des minéraux argileux. Par exemple, la méthode de spectroscopie infrarouge consiste à soumettre une suspension argileuse à une variation de rayonnements dans les infrarouges. Les argiles absorbent le rayonnement selon les fréquences de vibrations de leurs composés cristallins. Les fréquences d'absorptions sont caractéristiques des liaisons atomiques qui peuvent apparaître dans différents minéraux, mais pas nécessairement des phases cristallines.

3 Choix de la méthode d'analyse

Le choix de la méthode par diffractométrie aux rayons X s'impose pour les raisons évoquées dans le chapitre 2.8 et du fait que toutes les autres méthodes d'analyses ne s'appliquent généralement que sur des phases argileuses pures ou des assemblages simples. Il ne serait pas possible de répondre aux exigences fixées dans cette recherche avec d'autres méthodes.

3.1 Méthodes de dosage

La méthode mise au point par Ferrero, J. (1966) - Nouvelle méthode empirique pour le dosage des minéraux par diffraction R.X. Rapport C.F.P. (Bordeaux), inédit [31] et Ferrero, J. (1965) - Dosage des principaux minéraux des roches par diffraction de Rayon X. Rapport C.F.P. (Bordeaux), inédit [32] et Kübler, B., (1983): Dosage quantitatif des minéraux majeurs des roches sédimentaires par diffraction X. Cahier de l'Institut de Géologie de Neuchâtel, Série AX N° 1.1 et 1.2. [33] permet de quantifier les minéraux majeurs par standard externe (calcite de référence pour les séries carbonatées). Elle est basée sur le fait que, dans un assemblage minéralogique, les intensités des réflexes principaux reflètent les proportions de chaque composant de l'assemblage. La concentration du minéral dans l'échantillon est déterminée par les relations des intensités mesurées par rapport aux intensités des standards externes utilisés.

3.1.1 Autres méthodes de dosage

Il existe bien évidemment d'autres méthodes de dosage des minéraux majeurs de la roche totale, mais chaque méthode a ses problèmes. Citons Moore, D. and Reynolds, R., 1989. X-Ray diffraction and the identification and analysis of clay minerals. Oxford University Press, 332 p. [34], 2 des meilleures spécialistes de la diffraction-X : « l'analyse quantitative de phyllosilicates (minéraux plats) et d'autres minéraux en grains dans un même échantillon ne peut être parfaite du fait des orientations préférentielles très différentes des uns et des autres ». D'autre part les caractéristiques et les performances des diffractomètres utilisés sont très variables. Une méthode de dosage diffractométrique est surtout valable dans le laboratoire où elle a été mise au point.

La méthode du standard interne est souvent utilisée pour l'analyse quantitative des mélanges par DRX. Un standard S est ajouté au mélange à analyser dans une proportion massique connue ; les raies diffractées par S et par les composants P, Q, R... sont comparées dans deux mélanges : l'un (a) où S est dans un mélange inconnu à analyser et l'autre (b) où S est en mélange connu. Mais les mélanges doivent être très homogènes et avoir une granulométrie très fine. Le standard interne S doit avoir un coefficient d'absorption massique proche de celui du matériau étudié. En outre sa raie prise en compte pour les dosages (en général la plus intense) doit se situer dans le même domaine angulaire que les raies des phases cristallines à déterminer, sans qu'il n'y ait de superposition. La composition « multiphase » des fillers rend l'application de cette méthode assez difficile.

La méthode Rietveld consiste, à partir de la structure cristallographique des phases (on connaît les "coefficients de réflexion" des atomes pour les rayons X ainsi que l'emplacement de chaque atome dans la maille cristalline), à simuler le diffractogramme que l'on aurait pour des concentrations données. On ajuste alors les concentrations pour se rapprocher du diffractogramme mesuré. La méthode Rietveld permet de simuler les superpositions de pics, et dans une moindre mesure les variations de hauteur relative (orientation préférentielle). Le raffinement qui consiste à calculer un spectre théorique le plus proche possible du spectre observé, est effectué en utilisant des programmes actuellement disponibles sur le marché mais restant toutefois très coûteux.

Cette méthode a aussi des limitations car il faut disposer d'un spectre entièrement identifié et d'un bon modèle de la structure cristallographique; ce qui n'est pas évident dans un échantillon composé de nombreux minéraux et dans le cas des solutions solides.

Les deux dernières méthodes sont probablement performantes, mais prennent beaucoup plus de temps que la méthode du standard externe qui est à nos yeux la plus facile à utiliser dans les analyses de routine.

3.2 Préparation des échantillons

Environ 20 g de roche sont séchés 12 hrs à 40 °C et sont ensuite concassés jusqu'à obtention de petits chips de taille allant de 1 mm à 5 mm. Environ 5 g sont ensuite broyés dans un mortier en agate pendant une minute dans le but d'obtenir une poudre homogène de taille < 40 µm. 0.8 g de poudre sont ensuite pressés par un compresseur hydraulique sur un porte-objet couvert d'un papier buvard, ceci dans le but d'obtenir une désorientation maximale des particules. Ces préparations sont par la suite soumises aux rayonnements X.

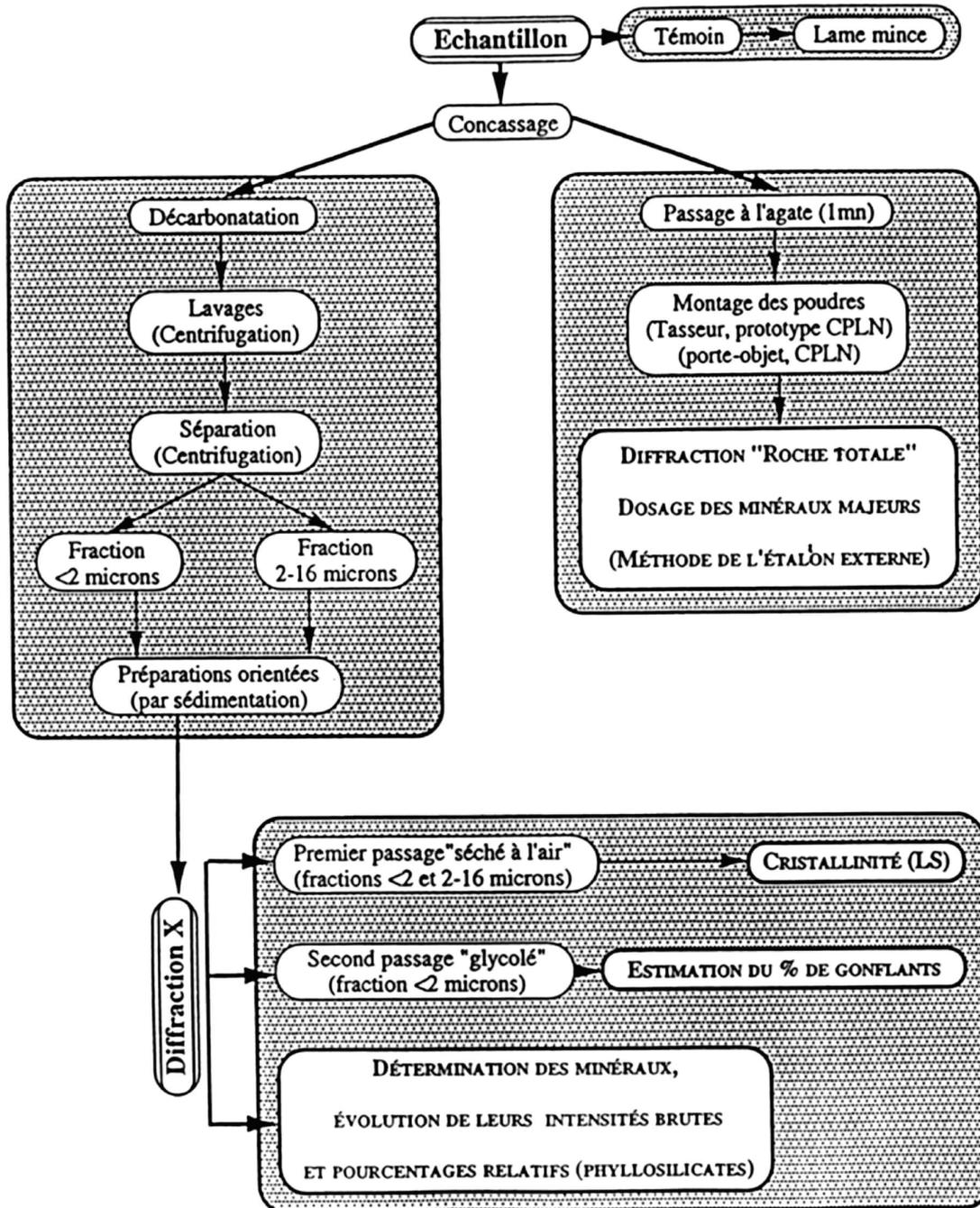


Fig. 3.1: schéma préparatoire des échantillons pour analyse aux rayons X.

3.3 Appareillage utilisé

L'appareil RX utilisé dans cette étude est de type SCINTAG XDS 2000 (fabriqué actuellement par ARL-Thermo à Ecublens. Il est équipé d'un détecteur de type THERMO ARL water cooled silicon detector qui élimine, les émissions parasites Cu K_{β} , et Fe. Le tube RX utilisé est de type Seifert, Focus normale, au Cuivre. Les paramètres d'analyse en routine sont les suivantes :

Un standard de calcite (micrite du Kimméridgien de St-Germain de Joux, AIN, France) est passé 2 fois par jour dans le but de vérifier l'alignement de l'appareil et d'évaluer le vieillissement du tube-RX (dont on doit tenir compte dans le dosage semi-quantitatif).

3.4 Reconnaissance des phases minérales

Les minéraux majeurs de la roche totale reconnus dans le cas des analyses des fillers de ce projet sont, le quartz, la calcite, les feldspaths potassiques (orthose, microcline), les plagioclases (albite), la dolomite, l'ankérite (dolomite enrichie en fer), les phyllosilicates, la goethite, la pyrite.

L'analyse en roche totale ne permet pas de bien différencier les phyllosilicates présents, mais il s'agit, en général, de mica, chlorite, kaolinite, smectite, interstratifiés de type IS (illite-smectite).

3.5 Préparation des échantillons

Le mode opératoire standard établi par Kübler [33] a pour but de séparer les fractions fines (<16 µm) de la masse de l'échantillon. Un résidu insoluble est obtenu par décarbonatation progressive de l'échantillon, par adjonction d'acide chlorhydrique (10%) pendant 20 minutes. Cette décarbonatation est ménagée dans le but de préserver les couches gonflantes. La solution obtenue est ensuite centrifugée et lavée plusieurs fois avec de l'eau déionisée, jusqu'à ce que la suspension obtenue ait un pH neutre (7-8). La séparation des fractions < 2 et 2-16 microns a été effectuée par centrifugation, selon [35]. Les temps de centrifugation ont été calculés à partir de la Loi de Stokes. Les deux fractions obtenues sont ensuite coulées sur une plaque circulaire de verre et séchées à température ambiante, de façon à obtenir des préparations orientées. Les échantillons sont alors passés sous rayonnement X de la même manière que lors de l'analyse roche totale. De plus, la fraction inférieure à 2 µm est traitée par la suite à l'éthylène-glycol, de façon à identifier les couches gonflantes.

4 Caractérisation des matériaux ayant servi aux essais

4.1 Filler de référence

Le choix du filler de référence s'est posé sur un filler industriel calcaire qui a aussi servi de base aux essais de laboratoire. Il s'agit du "Nekafill" qui est commercialisé par l'entreprise Netstal AG (extrait de la fiche technique en annexe). Ce filler est produit à partir des "Troskalke" qui sont des calcaires coralligènes très purs des nappes de l'helvétique des alpes glaronnaises.

4.1.1 Composition minéralogique globale du filler

L'homogénéité du filler de référence a été testée sur 8 prises d'essai d'environ 20 g chacune pour les analyses par diffraction aux rayons X (XRD) et les analyses granulométriques. Les analyses ont montré que le filler de référence était minéralogiquement très homogène (teneurs moyennes indiquées dans le tableau 3). Ce filler est homogène avec des écarts types très faibles (tableaux A1 à A8) et il est essentiellement composé de carbonates (> 96.5 %). Les indosés correspondent en toute vraisemblance aux phyllosilicates. Les feldspaths potassiques se situent au-dessous du seuil de détection.

Minéraux	Calcite	Phyllosilicates	Dolomite	Ankérite	Quartz	Indosés
Teneur [%]	94.13	2.61	2.20	0.24	0.29	0.53
Écart type	0.57	0.42	0.18	0.06	0.0035	0.31

Tableau 4.1: composition minéralogique globale du filler de référence (statistique, voir tableau A6).

4.1.2 Composition minéralogique des fractions argileuses

Fraction 2-16 μm

Cette fraction est, pour ce qui est des phyllosilicates, composée que de mica (83.73 %, écart type 4.74, tableau A2) et de chlorite (16.2 %, écart type 4.74, tableau A2). Les autres minéraux en grains sont le quartz et le plagioclase. Notons que les écarts types des phyllosilicates et surtout des minéraux en grains sont plus élevés que dans le cas de la roche totale et de la fraction < 2 μm . Il s'agit probablement d'un effet « pépite » lié à la plus grande taille et à la disparité cristallo-graphique existant entre ces minéraux. Cette fraction reste néanmoins relativement homogène, surtout au niveau des phyllosilicates.

Fraction < 2 μm

Cette fraction est dominée par le mica (86 %, écart type 1.82, tableau A3), suivi par la chlorite (8.43 %, écart type 1.45, tableau A3) et les interstratifiés de type Illite-smectite R1 (2.07 %, écart type 0.53, tableau A3) à très faible taux de gonflants (0.004 %, écart type 0.0021 en admettant que tous les indosés correspondent aux phyllosilicates). Les intensités des pics 001, 002 et 005 des micas (méthode des diagrammes ternaires, Rey et Kübler (1983): Identification des micas des séries sédimentaires par diffraction-X à partir de la série harmonique (001) des préparations orientées. Schweiz. Mineral. Petrograph. Mitt. 63, 13-36 1983 [36] indiquent qu'il s'agit de mica de type illite phengite (beaucoup plus résistant à l'altération que les biotites). Ici encore, on constate que ce filler est très homogène.

4.1.3 Granulométrie par Laser ORIEL du filler tamisé à 63 μm

L'analyse granulométrique du filler tamisé pour les essais montre aussi une grande homogénéité. La fraction silteuse (2-63 μm) est largement dominante sur les argiles (< 2 μm), alors que la fraction sableuse est peu présente (> 63 μm , 1.81 %). Les écarts types pour les classes granulométriques ne sont pas importants et montrent que ce filler est très homogène (Annexe: tableaux A9 et A10).

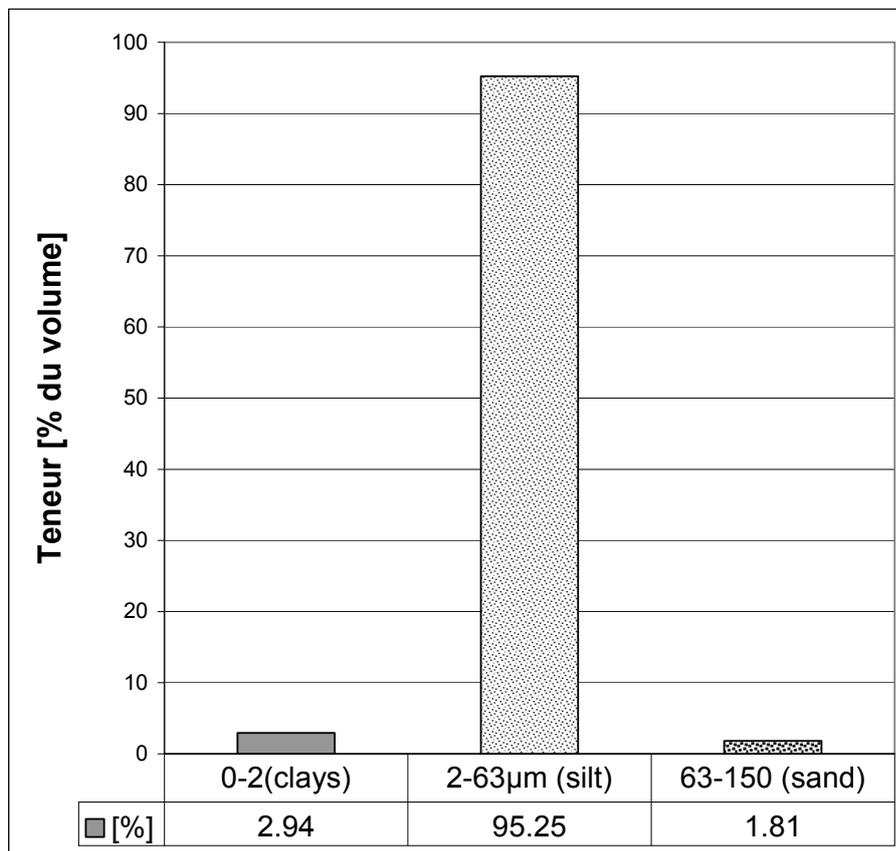


Fig. 4.1: représentation graphique de la composition granulométrique du filler de référence Nekafil après le tamisage à 63 μm . La fraction argileuse, d'un point de vue minéralogique est indiquée en gris.

Producteur	Kalkfabrik Netstal AG, CH-8754 Netstal/Suisse	
-------------------	--	--

Tableau 4.2:*fiche technique du filler de référence.*

Analyse chimique	CaCO ₃ (corresp. à env. 38 % Ca)	95.5 %
	MgCO ₃ (corresp. à env. 0,8 % Mg)	1.7 %
	CaO	53.7 %
	MgO	0.8 %
	Al ₂ O ₃	0.2 %
	Fe ₂ O ₃	0.1 %
	SiO ₂	0.5 %
	HCl-insoluble	1.6 %
Données physiques	Densité apparente	1.1 g/cm ³
	Humidité	0.1 %
	Analyse au tamis	
	Résidus	
	Tamis 0.5 mm	0.0 %
	Tamis 0.125 mm	3.8 %
Tamis 0.09 mm	10.5 %	
Tamis 0.063 mm	20.6 %	

4.1.4 Interprétation

Les résultats des analyses minéralogiques et granulométriques montrent que le choix du filler Ne-kafill comme filler de référence pour les essais est judicieux. Ce filler est issu de calcaires alpins très purs et légèrement métamorphiques (anchizone, selon la cristallinité de l'illite), ce qui explique la quasi absence des minéraux gonflants.

4.2 Kaolinite

Trois types de kaolinite étaient au choix pour les essais. Il s'agit:

- kaolinite d'Allemagne (AKW – Amberger Kaolinwerke, D-92242 Hirschau)
- kaolinite Fine pharmaceutical (Goonvean Ltd., St. Austell, Cornwall, United Kingdom)
- Kaolinite Opal-beta (Goonvean Ltd., St. Austell, Cornwall, United Kingdom)

4.2.1 Kaolinite d'Allemagne (AKW – TEC FF840)

D'après la fiche technique cette kaolinite (AKW-TEC FF840) semble être assez pure et de granulométrie fine (1-6 µm). Sa surface spécifique est faible (12 m²/g selon la fiche technique). L'analyse de la roche totale montre que ce standard est composé à 82.45 % de phyllosilicates, 2.01 % de quartz et 4.21% de Feldspath-K; les indosés s'élevant à 11.32 %, la majeure partie de ces derniers doivent être rapportés aux phyllosilicates. Cette composition est en accord avec l'analyse géochimique figurant sur la fiche technique (le taux de Potassium (K) assez important pouvant s'expliquer par la présence du Feldspath potassique). L'élément Ti pouvant se rapporter à l'anatase ou/et au

rutile, qui sont des minéraux assez communs des kaolins, mais qui n'ont pas été détectés dans l'analyse XRD (indosés). Les phyllosilicates sont composés de plus de 80 % de kaolinite (92 % si on considère les indosés) et de 1.6 % de mica de type illite mal cristallisée (1.8 %, en considérant les indosés).

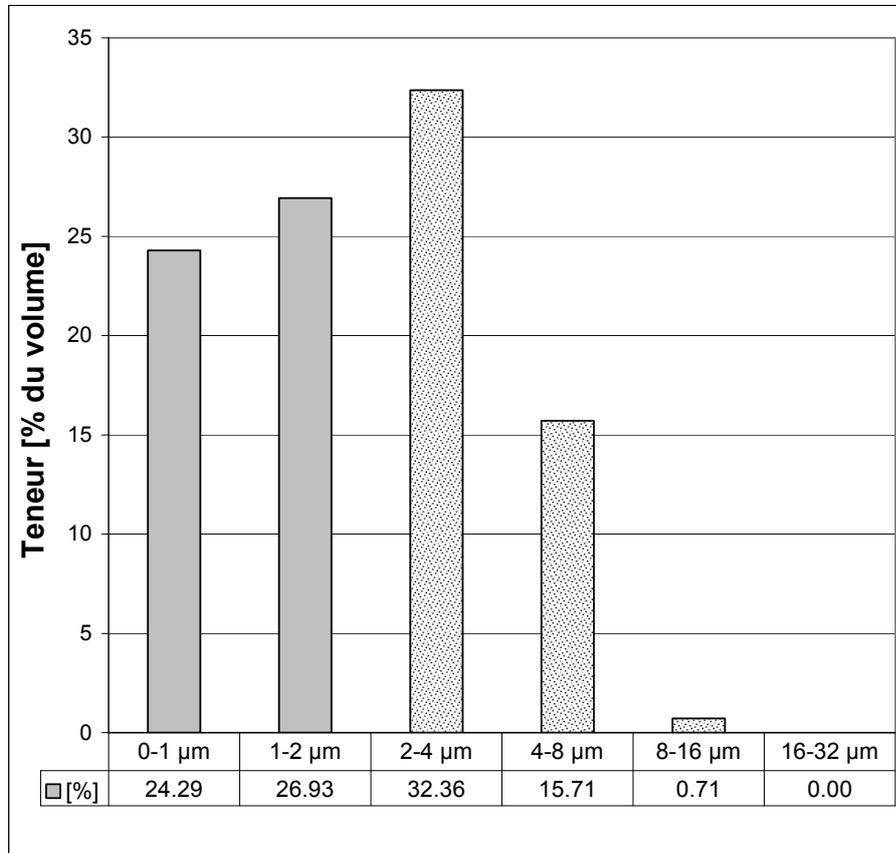


Fig. 4.2: représentation graphique de l'analyse granulométrique de la kaolinite AKW-TEC FF 840. La fraction argileuse est indiquée en gris.

4.2.2 Kaolinite Goonvean "Fine Pharma"

L'analyse de la roche totale montre que ce standard est composé à 94.76 % de phyllosilicates, 2.10 % de quartz ; les feldspaths-potassiques sont absents et les indosés s'élevaient à 3.14 %. Les phyllosilicates sont composés de 90.72 % de kaolinite (93.73% si on considère les indosés) et de 4.04 % de mica de type illite mal cristallisée (4.17 %, en considérant les indosés).

Ce standard est donc plus riche en kaolinite que la kaolinite AKW, mais la proportion de mica est un peu plus élevée.

4.2.3 Kaolinite Goonvean "Opal Beta"

L'analyse de la roche totale montre que ce standard est composé à 90.43 % de phyllosilicates, 6.61 % de quartz et de 1.96 % de feldspaths. Le taux d'indosés est plus faible que dans la qualité Fine Pharma (1.01 %). Les phyllosilicates sont composés de 82.33 % de kaolinite (83.25 %, si on considère les indosés) et de 8.10 % de mica de type illite mal cristallisée (8.19 %, en considérant les indosés). Ce standard est donc aussi riche en kaolinite que la kaolinite AKW, mais la proportion de mica et de quartz est un peu plus élevée.

4.2.4 Interprétation des résultats

Il semble donc que le standard kaolinite "Fine Pharma" est le plus enrichi en kaolinite. Les trois échantillons présentent des taux de kaolinite assez comparables et sont utilisables pour les essais.

4.3 Talc

Le talc n'étant pas disponible dans le "Source Clay repository", nous avons utilisé un échantillon provenant de Luzenac, Ariège, France.

Ce gisement est hydrothermal (altération-transformation de dolomie). Selon la fiche technique (MISTRON 754), il s'agit d'un échantillon certifié (ISO 787/2_11_12) dont la granulométrie moyenne est de 7.2 μm (sedigraph 5100) et qui contient 96.5 % de talc et 3.5 % de carbonates (calcite et dolomite). Sa surface spécifique est faible (7 m^2/g). Notre analyse XRD de la roche totale est assez similaire à la composition indiquée dans la fiche technique avec 93.58 % de phyllosilicates (94.75 % si l'on considère que les indosés se rapportent dans leur totalité aux phyllosilicates), 2.15 % de calcite et 3.09 % de dolomite.

Les phyllosilicates sont composés de 93.89 % de talc et de 0.86 % de chlorite.

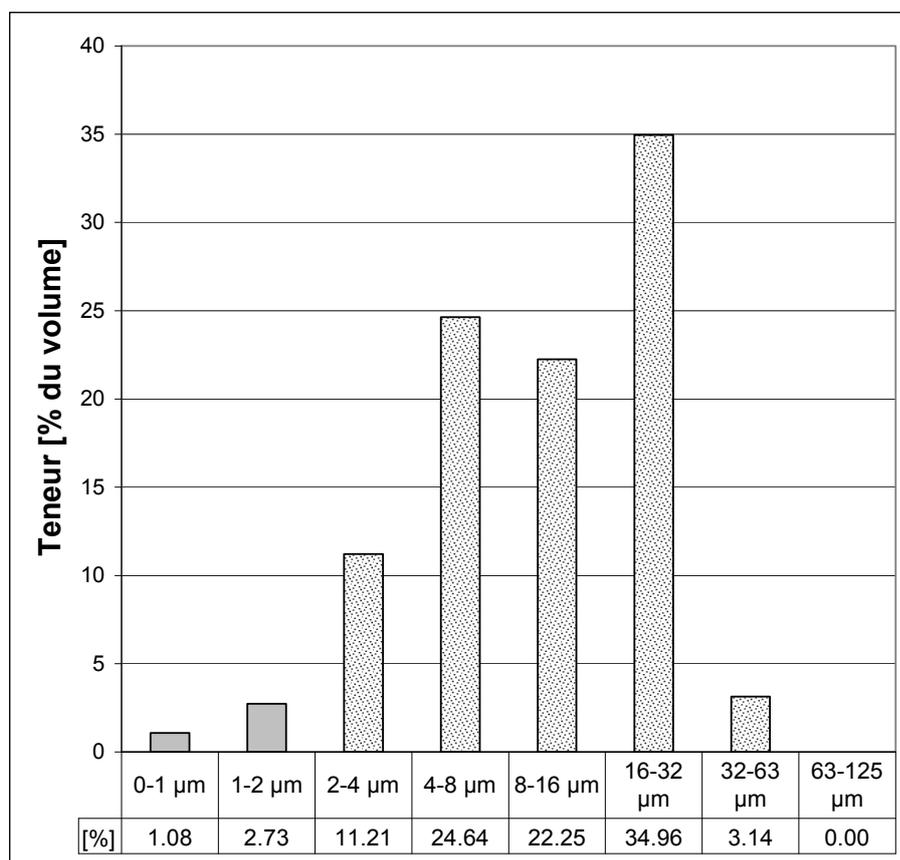


Fig. 4.3: représentation graphique de l'analyse granulométrique de l'échantillon de talc de Luzenac – MISTRON 754.

La fraction argileuse est indiquée en gris.

4.4 Pyrophyllite IDWALA

La Pyrophyllite n'étant pas disponible dans le « Source Clay repository », nous avons utilisé un échantillon provenant d'Afrique du Sud de la firme IDWALA Industrial Minerals Holdings Ltd. Ce phyllosilicate fait partie du groupe des micas dioctaédriques sans substitutions. Elle est le produit de la transformation de la kaolinite avec l'augmentation de la température (début de la zone anchimétamorphique). L'analyse de la roche totale montre que cet échantillon est certes très riche en pyrophyllite, mais n'est pas uniquement composé de phyllosilicates; Il contient en effet du Feldspath postassique de type Microcline (4.58 %), du quartz (2.2 %) et de la calcite (< 1 %). Les

indosés correspondent aux phyllosilicates. Ces derniers sont la pyrophyllite, le mica (type muscovite-phengite) et la chlorite (clinocllore). En tenant comptes des abondances relatives (moyenne entre les fractions < 2 μm et 2-16 μm), on constate que la pyrophyllite constitue plus de 70 % des phyllosilicates présents (73 % en tenant compte des indosés) suivie par le mica (12 %) et la chlorite (4-5 %). Selon la fiche technique, la taille moyenne des particules est de 2.5 μm et 85 % présente une taille inférieure à 10 μm .

4.5 Phlogopite

Trois échantillons de phlogopites "pures" ont été analysés:

- Suzorite 200-HK, 45 μm (taille médiane)
- Suzorite 325-HK, 21 μm (taille médiane)
- Suzorite 400-HK, 15 μm (taille médiane)

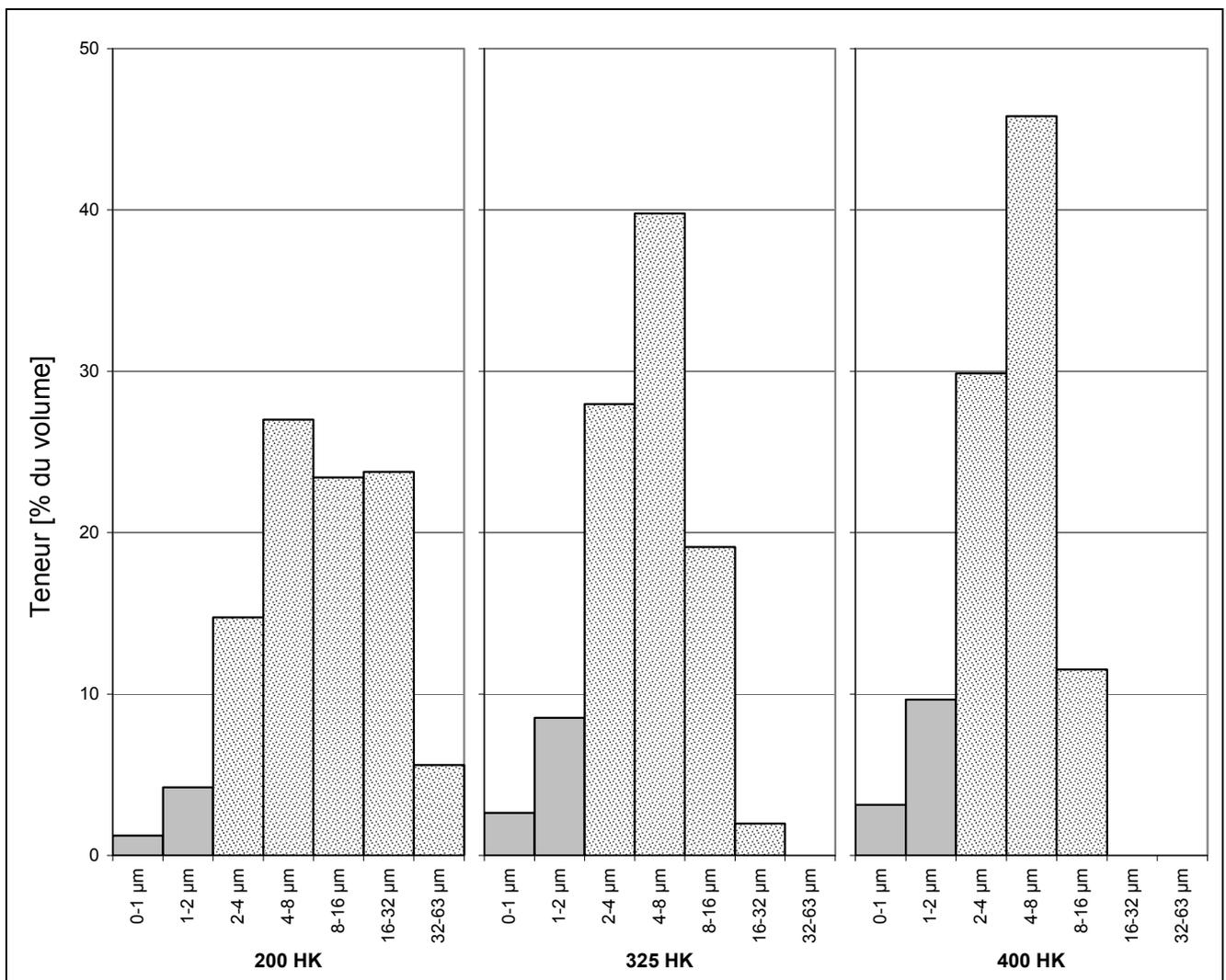


Fig. 4.4: représentation graphique des résultats de l'analyse granulométrique des fillers de phlogopite exprimés en % du volume. La fraction argileuse est indiquée en gris. Le standard de phlogopite 400 HK comporte une granulométrie plus fine que les standards 325 et 200 HK.

Ces échantillons proviennent d'une roche ultramafique appelée Suzorite, Quebec, Canada. Cette roche est composée de 80 à 85 % de phlogopite, de diopside, de trémolite, d'hornblende, d'apatite, de traces de feldspaths- K et de plagioclases (Marçot N., Gonzalez G., Fournel S., Simplet L.

(2004) - Cartographie de l'aléa retrait-gonflement des argiles dans le département de Vaucluse. Rapport BRGM/RP-53187-FR, 221 p., 49 illustrations, 7 annexes et 4 planches hors-texte [37]; Lee, S. B. and Luner, P. (1972): The wetting and interfacial properties of lignins: Tappi 55, p. 116-121 [38]. Il s'agit d'un mica appartenant au groupe des biotites dont la formule est $\text{KMg}_3(\text{OH},\text{F})_2\text{AlSi}_3\text{O}_{10}$.

Les 3 échantillons montrent une composition très semblable. L'analyse de la roche totale montre qu'ils sont presque exclusivement composés de phyllosilicates (97-98 %) et d'indosés (2-3 %). Ces derniers sont probablement liés en partie aux phyllosilicates mais aussi à la hornblende (non dosée, en l'absence de standard externe). Les intensités très faibles caractérisant ce minéral indiquent que ce dernier est présent à l'état de traces et ne dépassent probablement pas 0.5 % de la roche totale. Les variations des taux de phyllosilicates sont dans la marge d'erreur. Les phyllosilicates sont exclusivement composés de phlogopite, il s'agit donc de standards très purs. Il semble que la fraction la plus fine (400-HK) est caractérisée par des pics moins intenses que ceux des fractions plus grossières. Ces variations, au demeurant très ténues, pourraient être liées à la taille des flakes de phlogopite. On constate d'ailleurs que les effets d'orientations (pics 001 plus développés) dans les diagrammes de poudre (roche totale) sont plus importants dans les phlogopites 200HK et 325-HK. Ceci pourrait avoir une incidence sur la réactivité de ces échantillons lors des essais (surface spécifique). Les réflexes 001 sont beaucoup plus élevés que les 002 et 005, ce qui rend ces spectres très semblables aux biotites et implique un taux significatif de substitutions de Al, K pour Fe et Mg. Ceci pourrait aussi avoir une incidence sur la réactivité de ces échantillons lors des essais.

4.6 Muscovites

Cinq standards ont fait l'objet d'analyses XRD :

- Muscovite, L140 origine : USA (Zemex)
- Muscovite WG 325, origine : USA (Zemex)
- Muscovite C-1000, origine : USA (Zemex)
- Muscovite 60 Mesh, origine : Inde (60 mesh correspondent au tamis de 0.25 mm)
- Muscovite 325 Mesh, origine : Inde (325 mesh correspondent au tamis de 45 µm)

4.6.1 Muscovites USA , ZEMEX

Ces trois échantillons ont des tailles moyennes et des surfaces spécifiques différentes:

- L 140 avec une surface spécifique de 2.7 m²/g et une taille moyenne 60 µm
- WG 325 avec une surface spécifique de 4.7 m²/g et une taille moyenne 33 µm
- C-1000 avec une surface spécifique de 5.3 m²/g, et une taille moyenne 26 µm.

Les muscovites C-1000 et WG 325 ont des tailles et des surfaces spécifiques assez similaires. Les analyses granulométriques (fig. 4.4) effectuées par laser ORIEL confirment ces résultats, quoique la moyenne des tailles pour C-1000 et WG325 se situe plutôt entre 2 et 16 µm avec un maximum de fréquence entre 4 et 8 µm. L140 est caractérisé par une taille beaucoup plus grossière avec un maximum de fréquence dans la gamme 32-63 µm.

L'analyse de la roche totale montre que ces échantillons sont presque exclusivement composés de muscovites de type 2M1 (97.9 à 98.6%). Le quartz (0.3-0.75 %) et le feldspath potassique (0.8-1.3 % microcline intermédiaire) sont les seuls minéraux en grains détectés.

Les fractions fines sont également dominées par de la muscovite de type 2M1 (96-99 %) ; la chlorite étant très peu abondante (1-3 %). La représentation triangulaire qui inclut les pics 001-002-005 (Diagramme 1) indique bien qu'il s'agit d'une muscovite très pure (points groupés dans la partie basse de l'aire muscovite) sans substitution importante de Al pour Fe (au contraire des phlogopite-biotite). Les 3 standards analysés montrent un trend de composition très similaire.

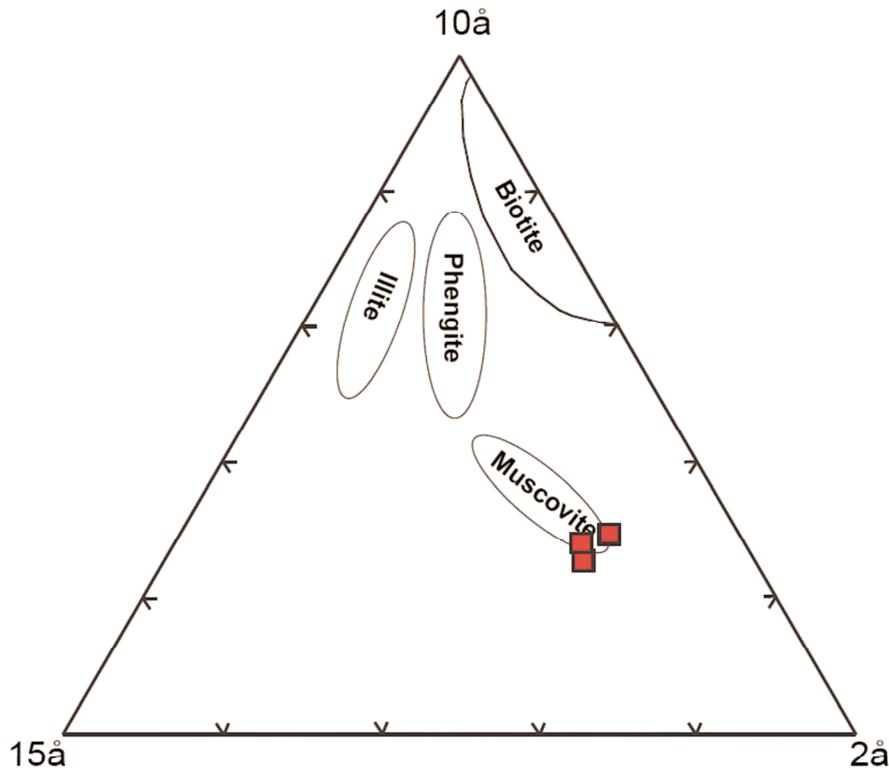


Diagramme 4.1: composition chimique du mica des standards Muscovites USA Zemex en fonction des pics 001 (10 Å) 002 (5 Å) et 005 (2Å) dans la représentation triangulaire selon Rey & Kübler, 1983 [36]

Ternary diagram for Micas, based on peaks 001 (10Å), 002 (5Å) et 005 (2Å). From Rey and Kübler, 1983.

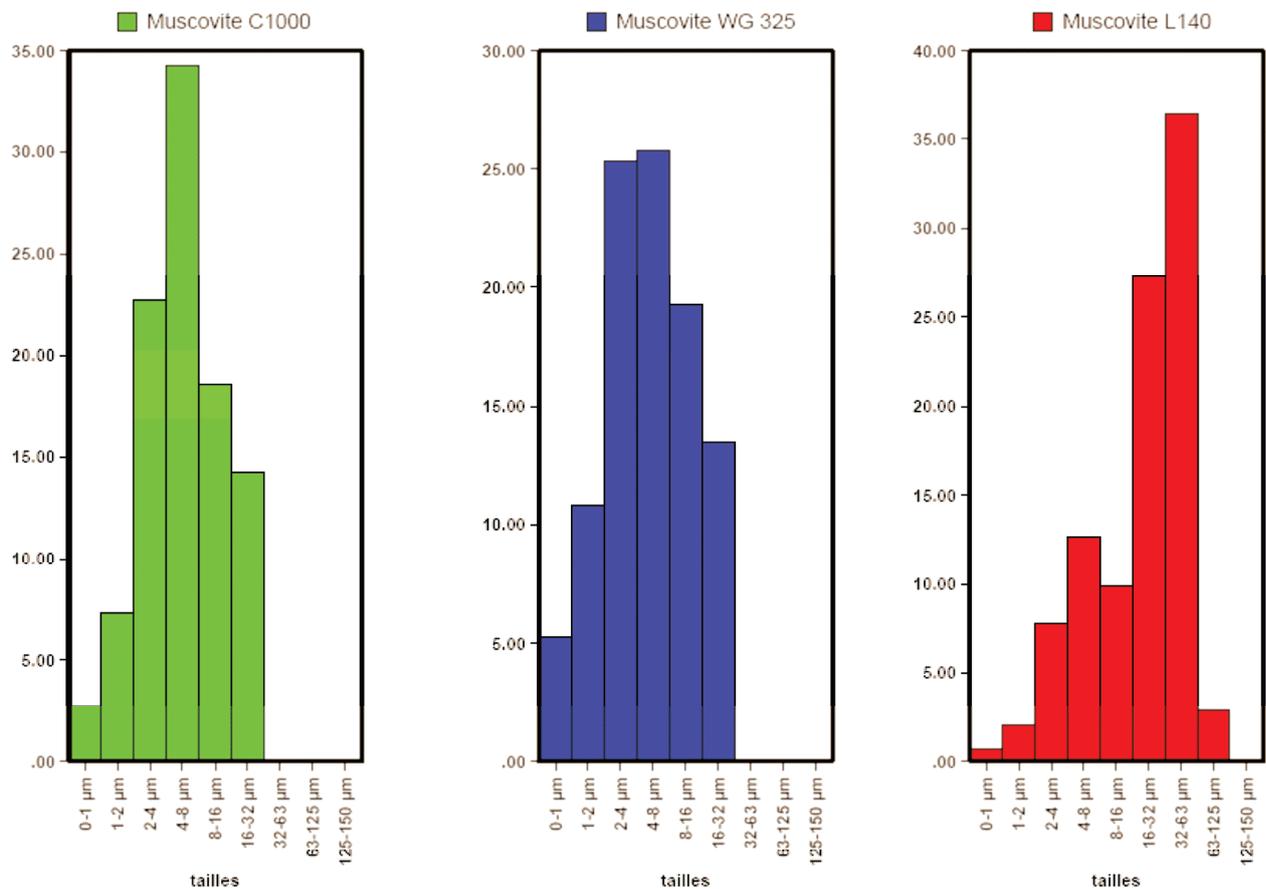


Fig. 4.5: répartition granulométrique des fillers de muscovite Zemex USA (en % du volume).

4.6.2 Muscovites Inde

Deux échantillons ont été analysés : muscovite mesh 325 et muscovite mesh 60

L'analyse granulométrique de la muscovite mesh 325 (fig. 4.6) révèle une distribution surprenante puisque près de 90 % des particules sont de taille < 1µm et les plus grandes particules sont de la classe 1-2 µm. Cette granulométrie très fine implique aussi la très forte réactivité observée lors des essais.

L'analyse de la roche totale montre que ces muscovites sont encore plus pures que celles des USA, puisque les muscovites constituent plus de 98-99 % des minéraux présents, avec des traces de quartz (< 0.5 %) et d'amphiboles (Cummingtonite ?) qui sont à rapporter en partie aux indosés (0.3-1.2 %). L'échantillon 325 mesh est un peu plus riche en muscovite. Les muscovites des deux échantillons sont du type 2M1.

Les fractions fines < 2 µm et 2-16 µm sont exclusivement constituées de muscovite. La représentation ternaire des pics 001-002-005 indique qu'il s'agit de vraies muscovites. Leurs réflexions 005 sont encore plus intenses que dans le cas des muscovites USA ZEMEX, ce qui indiquerait un taux de substitution de Al pour FEN presque inexistant (Rey & Kübler, 1983). Vu le comportement particulier de la muscovite 325 (forte réactivité lors des essais), la fraction < 2 µm a été glycolée pendant 12 hrs à 20 C° dans le but d'identifier la présence éventuelle de couches gonflantes. Ce test s'est révélé totalement négatif.

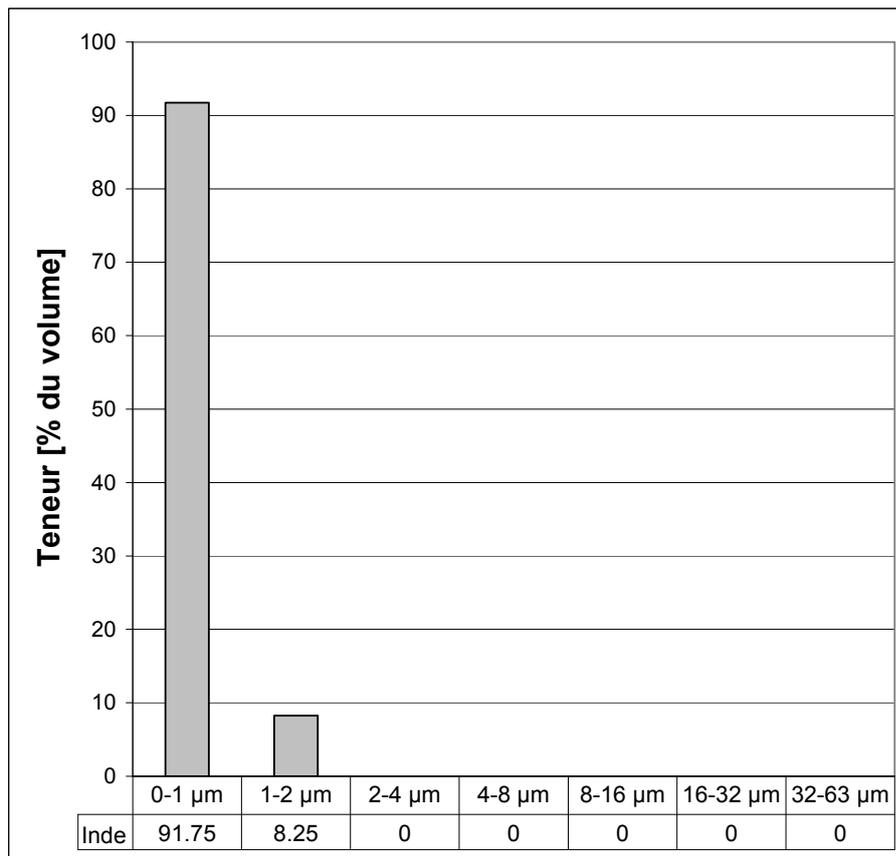


Fig. 4.6: représentation graphique de l'analyse granulométrique de la muscovite d'Inde 325 mesh.

La fraction argileuse est indiquée en gris.

Les unités définies en mesh (nombre mesh ou aussi nombre tamis aux USA) correspondent au nombre d'ouvertures ou espaces par pouce linéaire (2.54 cm). 325 mesh correspondent au tamis de 45 µm.

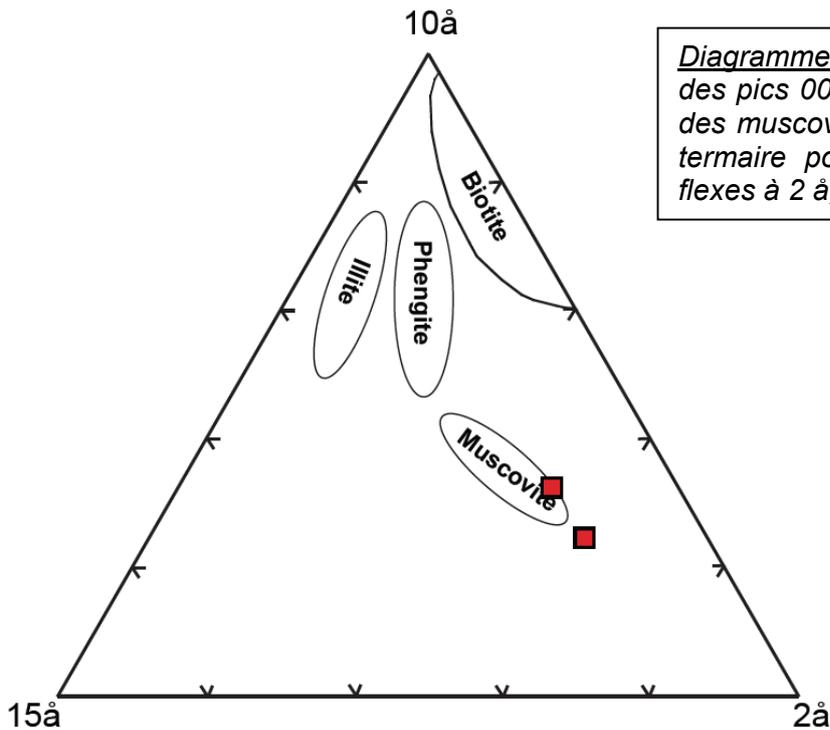
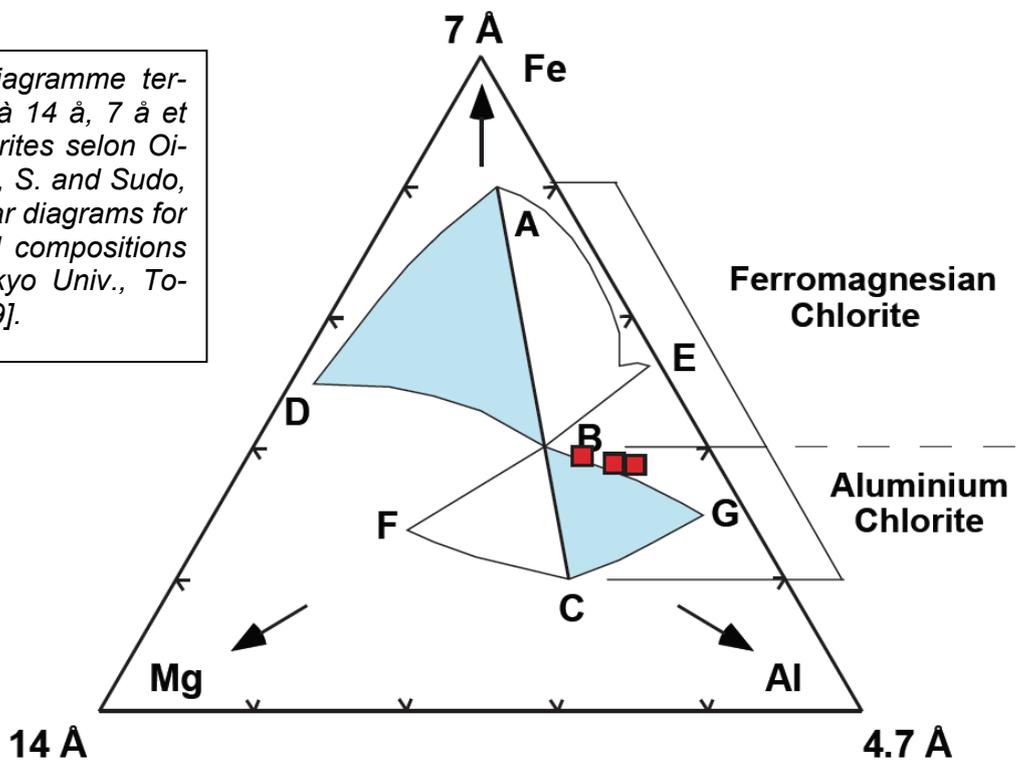


Diagramme 4.2: représentation graphique des pics 001 (10 Å) 002 (5 Å) et 005 (2Å) des muscovites d'Inde dans le diagramme ternaire pour les micas d'après les réflexes à 2 Å, 10 Å et 15 Å d'après [36].

Ternary diagram for Micas, based on peaks 001 (10Å), 002 (5Å) et 005 (2Å). From Rey and Kübler, 1983.

Diagramme 4.3: diagramme ternaire des réflexes à 14 Å, 7 Å et 4.7 Å pour les chlorites selon Oinuma, K., Shimoda, S. and Sudo, T. (1972): Triangular diagrams for surveying chemical compositions of chlorites. J. Tokyo Univ., Tokyo, 15, p. 1-13 [39].



Ternary diagram 001 (14Å), 002 (7Å) and 003 (4.7Å) after OINUMA, SHIMODA & SUDO (1972)

4.7 Chlorite

Il s'agit d'une chlorite magnésienne de France produite par l'entreprise Luzenac. Selon la fiche technique (MISTROFIL HS40), il s'agit d'un échantillon certifié (ISO 787/2_11_12) dont la granulométrie moyenne est de 8.2 μm (sedigraph 5100). La composition minéralogique déterminée par analyse thermogravimétrique est de 95 % de chlorite, 3 % de talc et 2 % de magnésite.

L'analyse de la roche totale par XRD montre que cet échantillon n'est composé que de phyllosilicates (98.43 %) et d'indosés (1.57 %) ; ces derniers correspondent très certainement à des phyllosilicates (le dosage des serpentines reste problématique). La fraction < 2 μm est composée de 86.73 % de chlorite, 12.06 % de talc et 1.21 % de serpentine (lizardite ?). La fraction 2-16 μm est caractérisée par une composition identique avec 90 % de chlorite, 9.07 % de talc et 1.04 % de serpentine. Aucun minéral en grains n'a été détecté. La comparaison des réflexes 001, 002 et 003 des chlorites permet d'en approximer la composition chimique (diagramme ternaire 3). En effet, l'augmentation du taux de fer dans les sites octaédriques et dans la couche hydroxyde se traduit par une diminution des réflexes 001 et 003 par rapport aux pics 002 et 004 d'après [34]. Notre échantillon présente des réflexes 003 et 004 assez développés, ce qui implique une composition où les taux de fer ne sont pas très élevés par rapport au Mg et à Al. Cette tendance est confirmée par la représentation ternaire dans le diagramme 4.3 selon [39], où l'on constate que ces chlorites sont localisées dans la partie supérieure de l'aire FBGC caractéristique des chlorites alumineuses et plus particulièrement dans l'aire BGC, ce qui indique un excès d'Al dans les couches octaédriques. Ceci implique que cette chlorite est issue de processus métamorphiques ou hydrothermaux de relativement haute température qui vont lui conférer une stabilité plus importante que dans le cas des chlorites enrichies en fer. Elle devrait donc être peu réactive dans les essais.

4.8 Smectite Ca Texas

La smectite utilisée est de type Ca- Montmorillonite STx-1 STANDARD, 100 % "gonflant", Texas USA, certifiée par la Clay-Mineral Society. Origine : E-central Texas, provenant de l'altération de matériel volcanique (bentonite). L'analyse diffractométrique de l'échantillon pur montre que cette smectite certifiée contient plus de 70% de smectite, 25% d'opale CT et des traces de talc, kaolinite et quartz (Chipera and Bish (2001): Baseline Studies of the clay minerals SOCIETY Source Clays: Powder X-Ray Diffraction Analyses. Clays and Clay Minerals; 49, 5, 398-40 [40]) ont obtenu à peu près la même composition.

Cette smectite se caractérise aussi par une capacité d'échange cationique élevée (STx-1, CEC =89, Borden & Giese, (2001): Baseline studies of the Clay Mineral Society Source Clays: Cation exchange capacity measurements by the Ammonia-Electrod method. Clays and Clay Minerals, 49, 5, 444-445 [41], voir tableau ci-dessous) surtout comparée à celle de la kaolinite (3-4). Cela est évidemment lié aux couches d'eaux (= couches gonflantes de la smectite).

Il en va de même pour la surface spécifique (specific surface area: SSA) qui est de 800 m^2/g pour la smectite, alors qu'elle est de 15 m^2/g pour la kaolinite ou une chlorite, 30 m^2/g pour une illite et 7 m^2/g pour le talc selon Ratner-Zohar, Y., A. Banin, and Y. Chen. (1983): Oven drying as a pre-treatment for surface area determination of soils and clays. Soil Sci. Soc. Am. J. 47:1056–1058 [42] ainsi que Holtz and Kovacs, (1981): An Introduction to Geotechnical Engineering, Prentice-Hall, Inc., Englewood Cliffs, N.J., 733 pp. [43]). Ces valeurs à elles seules, pourraient expliquer le comportement très réactif de la smectite lors des essais. Les smectites ont donc les surfaces totales maximales:

surface Smectites > Vermiculites >>> Illites > Chlorites = Kaolinites >Talc

Table 1. Summary of the CEC measurements (meq/100 g) of the Source Clay minerals, along with Laponite and Mineral Colloid BP samples.

Type	Identity	CEC	Standard deviation
Laponite	RD	47	4
	RDS	91	4
Kaolinite	KG a-1 b	3.0	0.1
	KG a-2	3.7	0.1
Palygorskite	PF1-1	17.5	0.2
Montmorillonite	SHCa-1	66	4
	SWy-2	85	3
	BP	84	3
	STx-1	89	2
	SAz-1	123	3

Tableau 4.3: capacité d'échange cationique de quelques minéraux argileux

Minéral	Surface interne (m ² /g)	Surface externe (m ² /g)	Surface totale (m ² /g)
kaolinite	0	10-30	10-30
illite	20-55	80-120	100-175
smectites	600-700	80	700-800
vermicullite	700	40-70	760
chlorite	-	100-175	100-175

Tableau 4.4: exemples de surfaces spécifiques de quelques minéraux argileux (Morel 1996) [44].

4.9 Bentonite d'Allemagne – IKO - Mineralien

L'analyse granulométrique (fig. 4.7) indique que la moitié des particules présente des tailles inférieures à 8 µm, le reste se situant dans les classes 8-16 µm (22 %), 16-32 µm (27.20 %) et 32-63 µm (0.84 %). Ce spectre granulométrique centré vers les classes 4-32 µm confirme bien que cette bentonite (probablement une smectite Ca assez similaire au standard Stx 1) n'est pas pure et contient aussi des micas, du quartz et des feldspaths.

L'analyse de la roche totale indique la présence de plus de 70 % de phyllosilicates, 8-9 % de quartz, 7 % de plagioclase, 2 % de calcite et 1.8 % de dolomite. Les indosés sont probablement à rapporter aux phyllosilicates et peut-être à de l'opale amorphe ou mal cristallisée (présence d'une "bosse" entre $2\theta = 20$ et 21°). On voit donc qu'il ne s'agit pas d'une bentonite pure. L'analyse des fractions fines confirme cette tendance. La fraction < 2µm est en effet composée de 60 % de smectite, de 38 % de mica (muscovite) et moins de 2 % de chlorite. La position des pics 002 et 003 de la smectite indique la présence d'un peu d'interstratifié (IS) irrégulier dans la smectite (méthode Reynolds, 7 %). La fraction 2-16 µm montre qualitativement la même composition avec 62 % de smectite, 31 % de mica (muscovite) et 6 % de chlorite. Le fort taux de smectite observé dans cette fraction est probablement un artefact lié à l'aggrégation des particules. La smectite est dominante puisqu'elle constitue donc presque 45 % (49 % en tenant compte des indosés) des phyllosilicates présents, suivie par le mica avec 25 % (27-28 % en tenant compte des indosés) et la chlorite 3%. Rapporté à la roche totale, le taux de gonflant s'élève à 41 % (45 % en tenant compte des indosés).

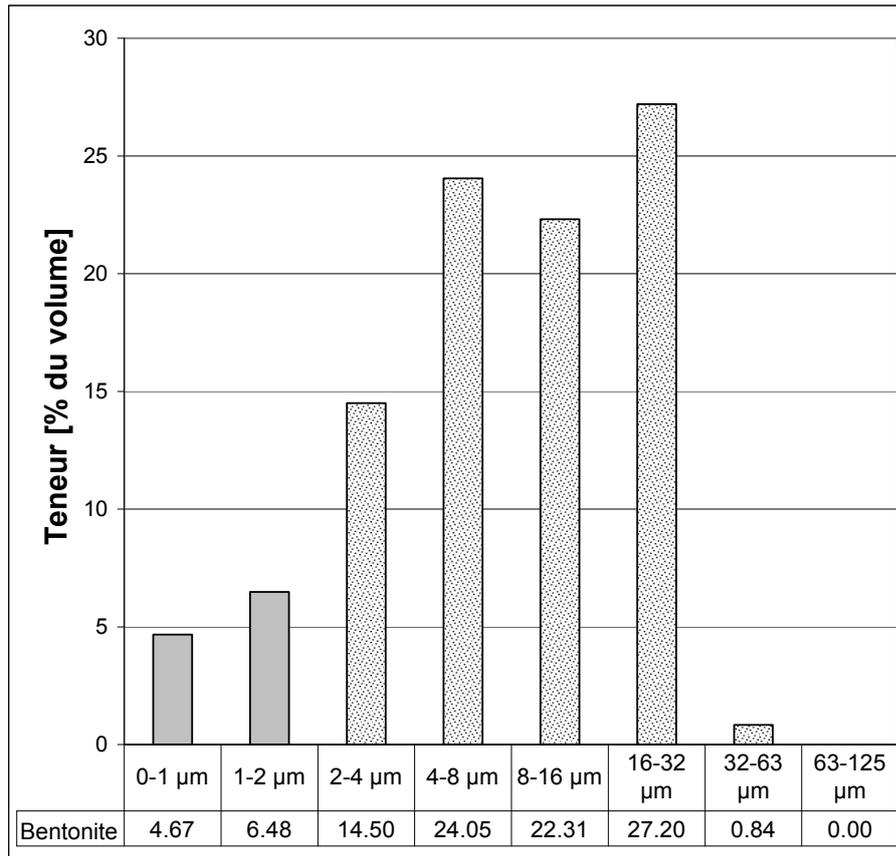


Fig. 4.7: représentation graphique de l'analyse granulométrique de la bentonite d'Allemagne. La fraction argileuse est indiquée en gris.

4.10 Quartz

La fiche technique du produit indique une surface spécifique de 0.89 m²/g. L'analyse en roche totale montre que ce standard de quartz n'est pas pur, puisqu'il contient 1 % de phyllosilicates (essentiellement de la muscovite et un peu de chlorite) et plus de 7% de feldspath-K ; le quartz étant présent à raison de 91.34 % (indosés : 0.44 %, correspondant certainement aux phyllosilicates).

Echant.	Teneur [%]					
	Phyllosilicates	Quartz	Feldspath-K	Plagioclase-Na	Calcite	Indosés
Quartz	1.03	91.34	7.19	0.00	0.00	0.44
Marbre	0.00	0.36	0.00	0.00	98.89	0.75

Tableau 4.5: composition minéralogique des fillers de quartz et de marbre de calcite.

4.11 Calcite - marbre

Ce standard est presque pur, puisqu'il contient 98.89 % de calcite, 0.36 % de quartz et 0.75 % d'indosés (tableau 7). Ces derniers sont probablement liés à des phénomènes d'orientation préférentielle de la calcite.

5 Caractérisation des mélanges Nekafill – minéraux purs

Ce chapitre est consacré à la caractérisation minéralogiques des fillers « dopés » pour les essais, de sensibilité à l'eau avec les minéraux purs. Il s'agit ici surtout de tester l'homogénéité de ces mélanges qualitativement et quantitativement.

5.1 Minéraux gonflants

5.1.1 Filler NEKAFILL dopé avec 10% de smectite STx-1

L'analyse granulométrique de 7 prises d'essai (voir tableaux A19 et A20) montre que presque 18 % des particules sont de taille $< 4 \mu\text{m}$ (clay) et 82 % sont à ranger dans les tailles allant de 4 à 63 μm (silt), la fraction sableuse étant presque inexistante. Cette répartition granulométrique correspond aux exigences de l'ancienne norme suisse SN 670 135 en ce qui concerne les valeurs admissibles pour de la granulométrie pour les fillers.

L'analyse de la roche totale (tableaux A11 à A18) montre la composition suivante (moyenne de 5 prises d'essai):

- 9.76 % de phyllosilicates
- 86.6 % de calcite
- 2.06 % de dolomite
- 0.44 % de quartz
- des traces d'ankérite

On constate donc une augmentation de 7 % des phyllosilicates par rapport au filler pur (voir chapitre 4.1.1, phyllosilicates = 2.61 %) au détriment de la calcite (94.13 %) et dans une moindre mesure de la dolomite. Le quartz est lui par contre en très légère augmentation (0.30 %, dans le filler pur). Ce qui peut s'expliquer par la présence d'un peu de quartz dans le standard de smectite. Les déviations standards observées pour les minéraux majeurs du filler dopé (tableau A16) sont un peu plus élevées que dans le cas du filler pur, mais restent tout à fait acceptables (+ 0.5 pour les phyllosilicates, + 0.2 pour la calcite. et + 0.14 pour les indosés). On constate donc qu'en tenant compte des indosés, on obtient presque 11 % de phyllosilicates (3 % dans le filler pur), ce qui rend bien compte de l'adjonction de 10 % de smectite pure, même si cette dernière est peut-être un peu sous-dosée. Les écarts types observés montrent que le filler est remarquablement homogène.

L'adjonction de 10 % de smectites est aussi bien visible dans les fractions argileuses. La smectite représente presque 80 % des phyllosilicates de la fraction $< 2 \mu\text{m}$; 15.5 % de mica, 2.95 % d'interstratifiés (IS) et 2.44 % de chlorite complètent le cortège des phyllosilicates. Ces proportions correspondent tout à fait à la composition du filler pur + 10 % de smectite. Il faut aussi ajouter que le talc, mis en évidence dans le standard n'apparaît pas dans les mélanges. La fraction 2-16 μm contient 84 % de mica et 16 % de chlorite. La smectite également présente dans cette fraction n'a pas été prise en compte dans le calcul des abondances relatives, car il s'agit d'un artefact lié à l'agrégation de particules $< 2 \mu\text{m}$, difficilement évitable avec les smectites. Les taux de gonflants obtenus sont aussi logiques avec 8-9 %. Il faut souligner que la smectite n'est pas constituée de 100 % de gonflants (indiqué par l'étalement des pics 002 (10.2-10.3°) et 002 (15.7°-15.8°, échantillon glycolé), comme dans le cas du standard STx Ca. Cette observation et sa position vers 16.6-8 Å après traitement à l'éthylène-Glycol (au-delà de 17 Å pour le standard) indique que la smectite a subi une transformation très légère de sa structure lors du chauffage effectué lors de la préparation des échantillons des essais. Rapportée aux phyllosilicates de la roche totale, la smectite constitue 7.73 % (moyenne sur 5 échantillons) des phyllosilicates présents (8.5 % en incorporant les indosés aux phyllosilicates). Les statistiques indiquent que le mélange est homogène (tableaux A13 à A18) et donc représentatif. Pour ce qui est des abondances relatives, l'écart type n'est que de 2.89 pour les smectites, 2.21 pour les micas et 0.59 pour les chlorites. L'écart type pour le taux de gonflants est aussi tout à fait acceptable.

5.1.2 Filler NEKAFILL dopé avec 2 % smectite

L'analyse granulométrique de 3 prises d'essai montre que presque 19 % des particules sont de taille $< 4 \mu\text{m}$ (clay), 79.5 % sont à ranger dans les tailles allant de 4 à $63 \mu\text{m}$ (silt), la fraction sableuse étant faiblement représentée (1.77 %). Par rapport au standard filler pur, le filler dopé est donc très légèrement plus riche en argile (+ 0.44 %) au détriment de la fraction silteuse (-0.39 %) et sableuse (-0.4 %). Rappelons ici que la smectite Cheto pure ne contient pas de fraction sableuse et est beaucoup plus riche en argile (42-45 %). L'adjonction de 2 % de cette dernière au filler pur ne suffit donc pas à modifier de manière significative la composition du filler. L'analyse de la roche totale traduit assez bien cette tendance. Les phyllosilicates augmentent de 1.21 % par rapport au filler pur (voir chapitre 4.1.1, phyllosilicates = 2.61 %) (au détriment de la calcite (94.13 % => 92.57 %) et dans une moindre mesure de la dolomite. Le quartz (0.40 %) est en très légère augmentation (0.30 %, dans le filler pur). Ce qui peut s'expliquer par la présence d'un peu de quartz dans le standard de smectite. Les écarts types observés pour les minéraux majeurs du filler dopé sont un peu plus élevés que dans le cas du filler pur, mais restent tout à fait acceptable (+ 0.19 pour les phyllosilicates, + 1.05 pour la calcite. et + 0.35 pour les indosés.). On constate donc qu'en tenant compte des indosés, on obtient 4.71 % de phyllosilicates (3.15 % dans le filler pur), ce qui rend à peu près compte de l'adjonction de 2 % de smectite pure. Les écarts types montrent que le filler est remarquablement homogène.

L'adjonction de 2 % de smectites est plus visible dans les fractions argileuses. La smectite représente presque 65 % des phyllosilicates de la fraction $< 2 \mu\text{m}$; 27.5 % de mica, 2.09 % d'IS et 2.09 % de chlorite complète le cortège des phyllosilicates. Ces proportions correspondent à la composition du filler pur + 2 % de smectite. Il faut aussi ajouter que le talc, mis en évidence dans le standard n'apparaît pas dans les mélanges. La fraction 2-16 μm contient 83 % de mica et 17 % de chlorite. Les taux de gonflants obtenus sont légèrement surdosés avec 2.84 % (2.99 % en tenant compte des indosés), car on devrait s'attendre au maximum à 2 % de smectite ajouté à des traces de gonflants liés aux Interstratifiés. L'écart type étant de plus de 3 % pour la smectite, ceci pourrait expliquer cela.

Rapportées aux phyllosilicates de la roche totale, la smectite constitue 2.36 % des phyllosilicates présents (2.73 % en incorporant les indosés aux phyllosilicates). Ce léger surdosage est supérieur à l'écart type (0.23) et peut expliquer le surdosage des taux de gonflants.

5.1.3 Filler NEKAFILL dopé avec 10 % de talc

L'analyse granulométrique du filler dopé (fig. 5.1) montre une légère augmentation de la fraction silteuse (4-63 μm) par rapport au filler pur et cela au détriment de la fraction argileuse $< 4 \mu\text{m}$. La fraction sableuse ne montre pas de fluctuation importante entre le filler pur et le filler dopé. Ceci correspond bien à l'adjonction de 10 % de talc pur caractérisé par un taux de silt plus important et l'absence d'une fraction sableuse dans le talc pur.

On constate donc une augmentation de 9 % des phyllosilicates (tableau A26) par rapport au filler pur au détriment de la calcite (94.13 % => 84.4 %), la dolomite restant stable. Le quartz est lui par contre resté stable (0.30 %, dans le filler pur, 0.30 % dans le filler dopé). Ce qui peut s'expliquer par l'absence de quartz dans le standard de talc. La calcite et la dolomite sont certes présentes dans le standard de Luzenac, mais leur quantité est trop faible pour influencer sur les taux de ces dernières dans le filler dopé. Les écarts types observés pour les minéraux majeurs du filler dopé sont plus élevés que dans le cas du filler pur, mais restent tout à fait acceptables (0.55 pour les phyllosilicates, 0.7 pour la calcite et 0.5 pour les indosés). On constate donc qu'en tenant compte des indosés, on obtient presque 11.6 % de phyllosilicates (3 % dans le filler pur), ce qui rend à peu près compte de l'adjonction de 10 % de talc pur, même si ce dernier est peut-être un peu sous-dosé. Les écarts types observés montrent que le filler est très homogène.

L'adjonction de 10 % de talc est très visible dans les fractions argileuses. Le talc représente presque 86 % (écart type : 1.49) des phyllosilicates de la fraction $< 2 \mu\text{m}$; 8 % (Écart type : 1.0) de mica, 3 % (Écart type : 0.89) d'interstratifiés et 3 % (Écart type : 1.32) de chlorite complètent le cortège des phyllosilicates. Ces proportions correspondent tout à fait à la composition du filler pur + 10 % de talc. Il faut aussi ajouter que le talc, mis en évidence dans le standard n'apparaît pas

dans les mélanges. La fraction 2-16 μm contient encore plus de talc (96 %, Écart type : 0.46) et 3 % (Écart type : 0.49) de mica et 1 % (Écart type : 0.05) de chlorite. Ceci s'explique par le fait que la fraction 2-16 μm du talc pur (voir la granulométrie) est plus riche que les fractions inférieures. Les taux de gonflants obtenus sont aussi logiques avec 0.03-0.04 %, vu que l'échantillon de talc pur n'en contient pas. Rapporté aux phyllosilicates de la roche totale, le talc constitue 7.73 % (Écart type : 0.53, moyenne sur 3 échantillons) des phyllosilicates présents (8.5 %, Écart type : 1.39), en incorporant les indosés aux phyllosilicates). Les statistiques indiquent que le mélange est homogène et donc représentatif.

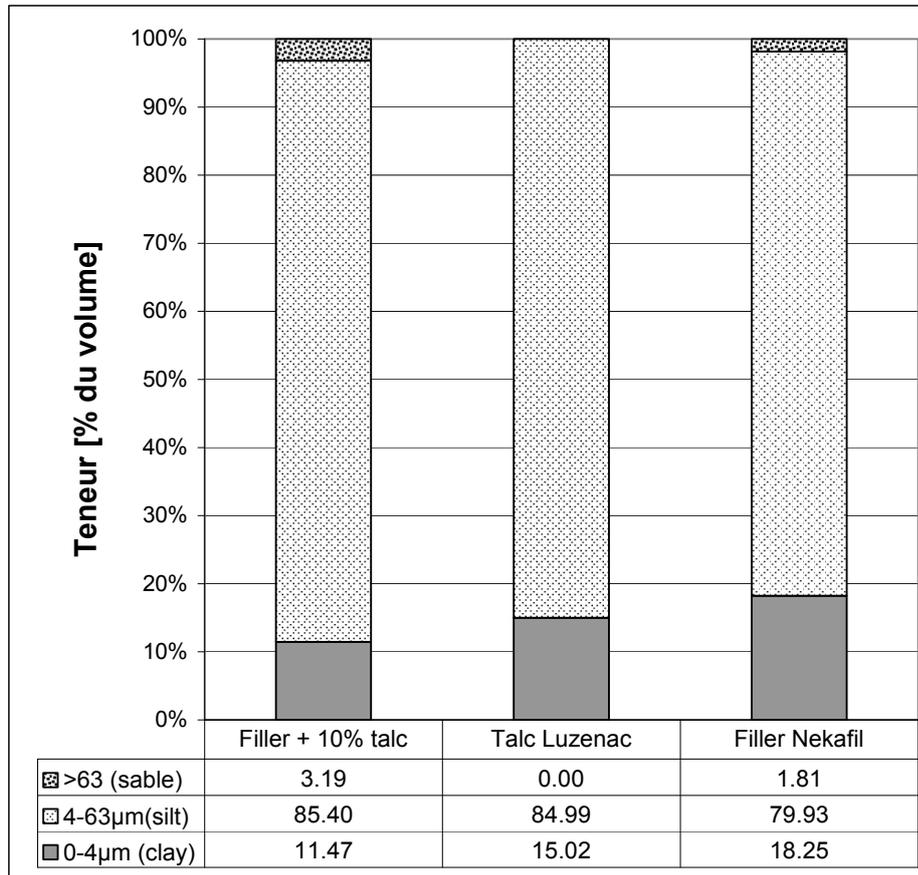


Fig. 5.1: représentation graphique de l'analyse granulométrique du filler de référence dopé avec 10 % de talc, comparée avec la granulométrie du filler de référence Nekafil ainsi que du standard de talc.

La fraction argileuse est indiquée en gris.

5.1.4 Filler NEKAFILL dopé avec 10 % de pyrophyllite

L'analyse granulométrique du filler dopé (fig. 5.2) montre une augmentation significative de la fraction silteuse (4-63 μm) par rapport au filler pur et cela au détriment de la fraction argileuse < 4 μm . La fraction sableuse montre aussi une augmentation, mais moins significative entre le filler pur et le filler dopé. Ceci correspond bien à l'adjonction de 10 % de pyrophyllite pure caractérisée par un taux de particules de la fraction 4-63 μm .

En moyenne (analyse de 3 mélanges), on constate une augmentation de 8 à 9 % (11 % en tenant compte des indosés) des phyllosilicates (tableaux A31 à A35) par rapport au filler pur (voir chapitre 4.4.1, phyllos = 2.61 %, 3 % en tenant compte des indosés) au détriment de la calcite (94.13 % => 82.20 %), la dolomite restant stable. Le quartz est lui par contre en légère augmentation (0.30 %, dans le filler pur, 0.76 % dans le filler dopé). Ce qui peut s'expliquer par la présence de 2.2 % de quartz dans le standard de pyrophyllite. La calcite et la dolomite ne sont pas présentes dans le standard et leurs taux restent par conséquent assez stables. Il faut encore noter la présence de Felspath-K (0.55 %) et de plagioclase (0.20 %), qui n'apparaissent pas dans le filler pur mais sont présents dans le standard. Les écarts types observés pour les minéraux majeurs du filler dopé sont plus élevés que dans le cas du filler pur, surtout dans le cas des phyllosilicates (2.03) qui sont les minéraux les plus difficiles à quantifier. On constate donc qu'en tenant compte des indosés, on obtient presque 13% de phyllosilicates (3 % dans le filler pur), ce qui rend parfaitement compte de

l'adjonction de 10 % de pyrophyllite pure. Les écarts types observés montrent que le filler dopé est homogène.

L'adjonction de 10 % de pyrophyllite est évidemment très claire dans les fractions argileuses. La pyrophyllite représente presque 69 % (Écart type :3.19) des phyllosilicates de la fraction < 2µm ; 25 % (Écart type :2.94) de mica, 1.6 % (Écart type :0.34) d'interstratifiés et 4% de chlorite (Écart type : 0.16) complètent le cortège des phyllosilicates. Ces proportions correspondent tout à fait à la composition du filler pur + 10 % de pyrophyllite. L'augmentation significative du taux de mica (25 %, muscovite) s'explique par le fait que le standard pyrophyllite en contient presque 15 %. La chlorite reste assez proche des teneurs du filler pur avec 5 %. La fraction 2-16 µm contient encore un peu plus de pyrophyllite (78 %, Écart type : 1.03) avec 19 % (Écart type :2.13) de mica et 2.41% (Écart type :0.35) de chlorite. Il faut encore noter la présence de Feldspath-K (traces) et de plagioclase (intensités plus significatives), qui n'apparaissent pas dans le filler pur mais sont présents dans le standard. Les taux de gonflants obtenus ne varient guère par rapport au filler pur avec 0.07-0.09 %, ce qui s'explique par le fait que l'échantillon de pyrophyllite pure n'en contient pas. Rapportées aux phyllosilicates de la roche totale, la pyrophyllite constitue 8.16 % (Écart type : 1.54, moyenne sur 3 échantillons) des phyllosilicates présents (9.63 %, Écart type : 0.83), en incorporant les indosés aux phyllosilicates). Ce chiffre reflète relativement bien l'adjonction de 10 % de pyrophyllite dans le filler pur. Les statistiques indiquent que le mélange est homogène et donc représentatif.

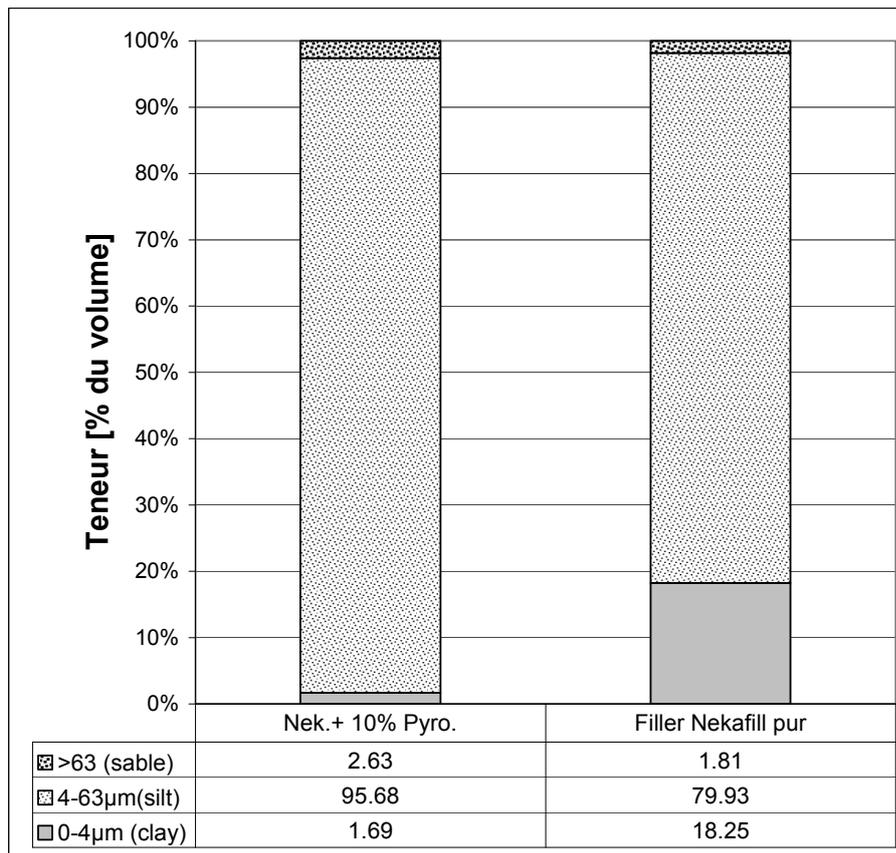


Fig. 5.2: représentation graphique de l'analyse granulométrique du filler de référence dopé avec 10 % de pyrophyllite, comparée avec la granulométrie du filler de référence Neka-fill. La fraction argileuse est indiquée en gris.

5.1.5 Filler NEKAFILL dopé avec 10 % de chlorite

L'analyse granulométrique (fig. 5.3) montre une diminution significative de la fraction argileuse (moyenne < 4 µm, 18.25 => 9.76 %) par rapport au filler pur et cela au profit de la fraction sableuse > 63 µm (moyenne, 1.81 => 8.41 %). La fraction silteuse montre aussi une augmentation du filler pur au filler dopé, mais cette dernière est nettement moins significative (79.93 => 81.4 %), vu que les écarts types pour ces fractions varient entre 1.7 et 11. Ceci correspond bien à

l'adjonction de 10 % de chlorite pure caractérisée par un taux de particules des fractions silteuses (89 %) et sableuses (10 %) très élevé, la fraction argileuse étant presque absente (< 1 %).

Pour ce qui est de la roche totale, on constate, en moyenne (analyse de 3 mélanges), une augmentation de 9 % (9.5-10 % en tenant compte des indosés) des phyllosilicates (tableaux en annexe) par rapport au filler pur (voir chapitre 2, phyllos=2.61%, 3% en tenant compte des indosés), au détriment de la calcite (94.13 % => 86.44 %), le taux de dolomite étant légèrement supérieur dans le mélange (2.2 => 2.9 %). Le quartz est lui par contre stable compte de la marge d'erreur (0.30 % dans le filler pur, 0.40 % dans le filler dopé). La faible variation des teneurs des minéraux en grains du filler dopé en regard du filler pur n'est guère surprenante, vu que le standard de chlorite ne contient que des phyllosilicates. Les écarts types observés pour les minéraux majeurs du filler dopé sont mineurs et témoignent de l'homogénéité du mélange.

La méthode de dosage utilisée ici donne des résultats similaires à ceux obtenus par la méthode Rietveld effectuée à l'EPFZ sur le même mélange. Soulignons que l'analyse effectuée à l'EPFZ n'a pas mis en évidence la présence d'ankérite, alors que nous l'avons reconnu dans tous les mélanges et dans le filler pur (par déconvolution du pic 30.8°-30.9°, en utilisant une fonction asymétrique de type Pearson 7).

On constate donc qu'en tenant compte des indosés, on obtient que 9.9 % de phyllosilicates (3 % dans le filler pur), ce qui ne rend pas tout à fait compte de l'adjonction de 10 % de chlorite pure ; le total des phyllosilicates présents devant s'élever à 12-13 %. Cette différence pourrait s'expliquer par la taille élevée des particules de la chlorite standard (Fig. 4.10) qui peut poser problème lors du dosage quantitatif.

L'adjonction de 10 % de chlorite est très visible dans les fractions argileuses. La chlorite représente presque 83 % (Écart type :0.88) des phyllosilicates de la fraction < 2µm suivie de 10 % (Écart type :0.46) de talc, 6 % de muscovite (Écart type :0.35), 1% d'interstratifiés (Écart type : 0.15). Ces proportions correspondent donc assez bien à l'adjonction de 10 % de filler composé de 83 % de chlorite et 10 % de talc. Il faut aussi ajouter que la serpentine (1.21%), mis en évidence dans le standard n'apparaît pas dans les mélanges. Comme dans le cas des mélanges incluant le talc et la pyrophyllite, le taux de gonflants est presque nul, ce qui s'explique par l'absence d'interstratifiés dans les standards purs. La fraction 2-16 µm contient encore plus de chlorite (91 %, Écart type : 0.49), 8 % de talc (Écart type :0.42) et moins de 1 % (Écart type :0.18) de mica. Ceci pourrait s'expliquer à nouveau par le fait que la fraction 2-16 µm du standard de chlorite (fig. 4.10) est plus importante que les fractions inférieures. Rapportés à la roche totale et tenant compte des indosés, la chlorite constitue 8.62 % des phyllosilicates, les teneurs en talc (0.9 %), muscovite (0.33 et interstratifiés (0.11) étant largement inférieurs. Ces teneurs sont très proches de celles obtenues à l'EPFZ, par la méthode Rietveld (chlorite : 8.5 %, muscovite : 0.3 % ; talc : 0.9 %).

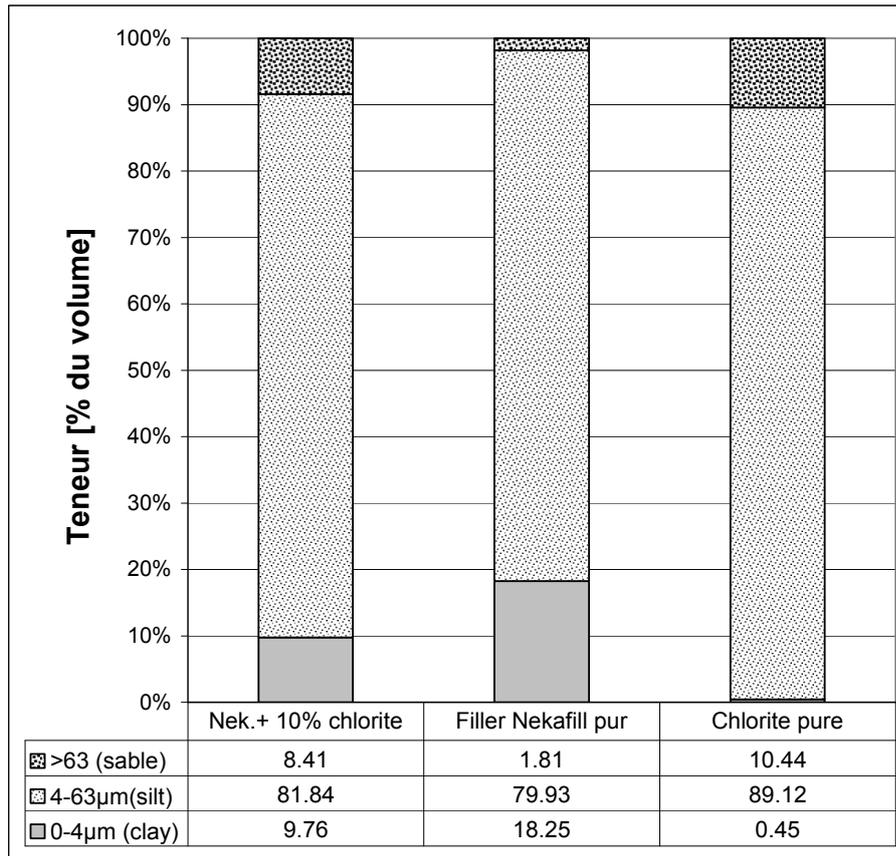


Fig. 5.3: représentation graphique de l'analyse granulométrique du filler de référence dopé avec 10 % de chlorite, comparée avec la granulométrie du filler de référence Nekafill ainsi que du standard de chlorite. La fraction argileuse est indiquée en gris.

5.1.6 Filler NEKAFILL dopé avec 10 % de muscovite Inde

L'analyse granulométrique du filler dopé (fig. 5.4) montre une augmentation très importante de la fraction argileuse (moyenne $< 4 \mu\text{m}$, 18.25 \Rightarrow 32 %) par rapport au filler pur et cela au détriment de la fraction silteuse 4-63 μm (moyenne, 79.93 \Rightarrow 67.86 %) et de la fraction sableuse (1.81 \Rightarrow 0.0 %). Cette modification du spectre granulométrique est tout à fait attendue, étant donné que le standard de muscovite pure comporte 100 % de particules $< 4 \mu\text{m}$. Cela explique le comportement catastrophique de ce filler lors des essais de modification du volume par immersion dans l'eau.

L'analyse de la roche totale (moyenne de 3 mélanges) montre que les phyllosilicates sont présents avec 8.56 %, (10.76 % en tenant compte des indosés), ceci au détriment de la calcite (94.13 % \Rightarrow 87.74 %). Le feldspath-K (0.5 %) présent dans le standard n'apparaît plus dans le filler dopé. Les teneurs en dolomite sont en légère diminution et le quartz en augmentation; Ce qui est normal si on considère que le quartz est un peu plus abondant dans le standard pur (0.63 %), même compte tenu de la marge d'erreur (0.15 %). Les indosés (0.54 \Rightarrow 1.1 %) sont aussi un peu plus abondants, ce qui est étonnant vu la plus faible proportion de ces derniers dans le standard pur (0.14) que dans le filler pur (0.54 %). Les écarts types observés pour les minéraux majeurs du filler dopé sont mineurs (< 1 %) et témoignent de l'homogénéité du mélange. En tenant compte des indosés, on obtient presque 9.7 % de phyllosilicates (3 % dans le filler pur), ce qui ne rend pas tout à fait compte de l'adjonction de 10 % de muscovite pure dans le filler. Cette différence est probablement liée aux effets d'orientation préférentielle.

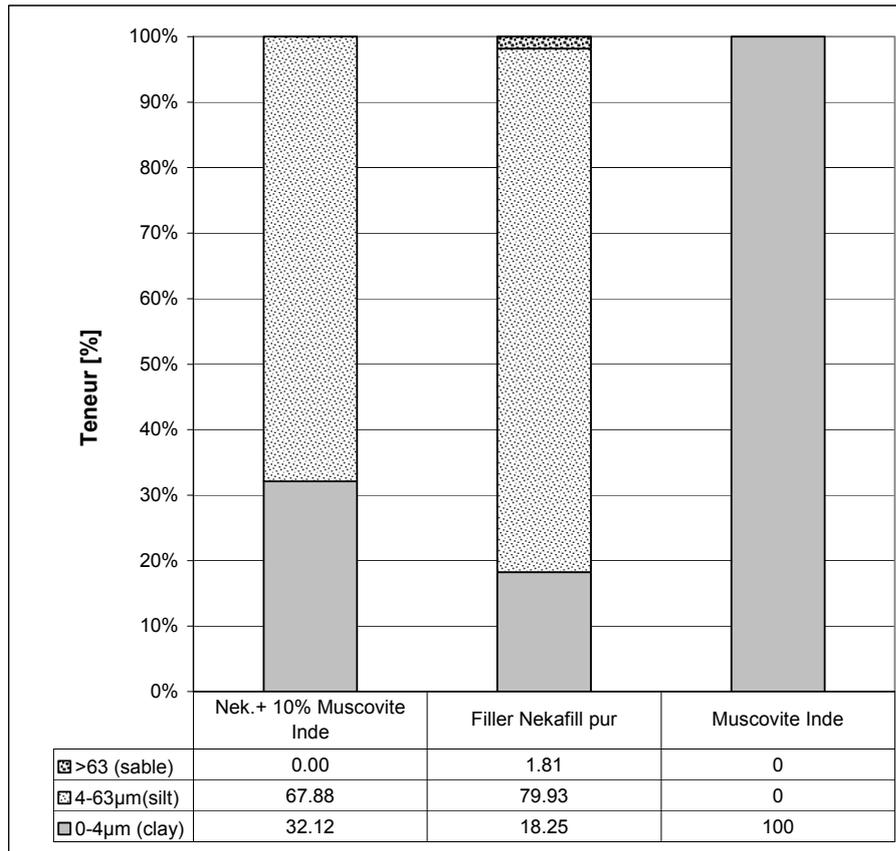


Fig. 5.4: représentation graphique de l'analyse granulométrique du filler de référence dopé avec 10 % de muscovite d'Inde, comparée avec la granulométrie du filler de référence Nekafill ainsi que du standard de muscovite d'Inde. La fraction argileuse est indiquée en gris.

L'adjonction de 10 % de muscovite ressort clairement de l'analyse des fractions argileuses. La muscovite représente 92-94 % (Écart type: 0.61) des phyllosilicates de la fraction < 2 µm suivie de 2.54 % d'interstratifiés (Écart type : 0.38) et de 4.4 % de chlorite (Écart type : 0.39). Le mica du filler pur étant aussi de type phengite-muscovite, il est impossible de le détecter dans le mélange dopé. L'augmentation des taux d'interstratifiés est minime et inférieure à l'écart type (0.69). La diminution de la chlorite est essentiellement liée à un artefact dû au calcul des abondances relatives, son intensité (CPS) restant stable. Le taux de gonflants est presque nul (< 0.03 %) et s'explique par l'absence de ces derniers dans le standard de muscovite pure. La fraction 2-16 µm montre des taux relatifs de muscovite identiques à ceux de la fraction < 2µm (92.5 %, Écart type : 0.61) ; 6.3 % (Écart type :0.61) de chlorite venant compléter cet assemblage. Rapportée à la roche totale et tenant compte des indosés, la muscovite constitue près de 8 % des phyllosilicates (9 % en tenant compte des indosés, les autres phyllosilicates montrant des plus faibles taux (interstratifiés: 0.22-0.24 % ; chlorite : 0.50 - 0.55 %).

5.1.7 Filler NEKAFILL dopé avec 10 % de muscovite USA – Zemex C1000

L'analyse granulométrique du filler dopé (fig. 5.5) montre que l'adjonction de 10 % de ce type de muscovite (au contraire de celle de l'Inde) ne modifie pas significativement le spectre granulométrique du filler. Les taux d'argile, de silt et de sable restent assez identiques à ceux observés dans le cas du filler pur. Cela explique le comportement totalement différent (comparé à celui contenant 10 % de muscovite d'Inde) de cette muscovite lors des essais sur les mélanges.

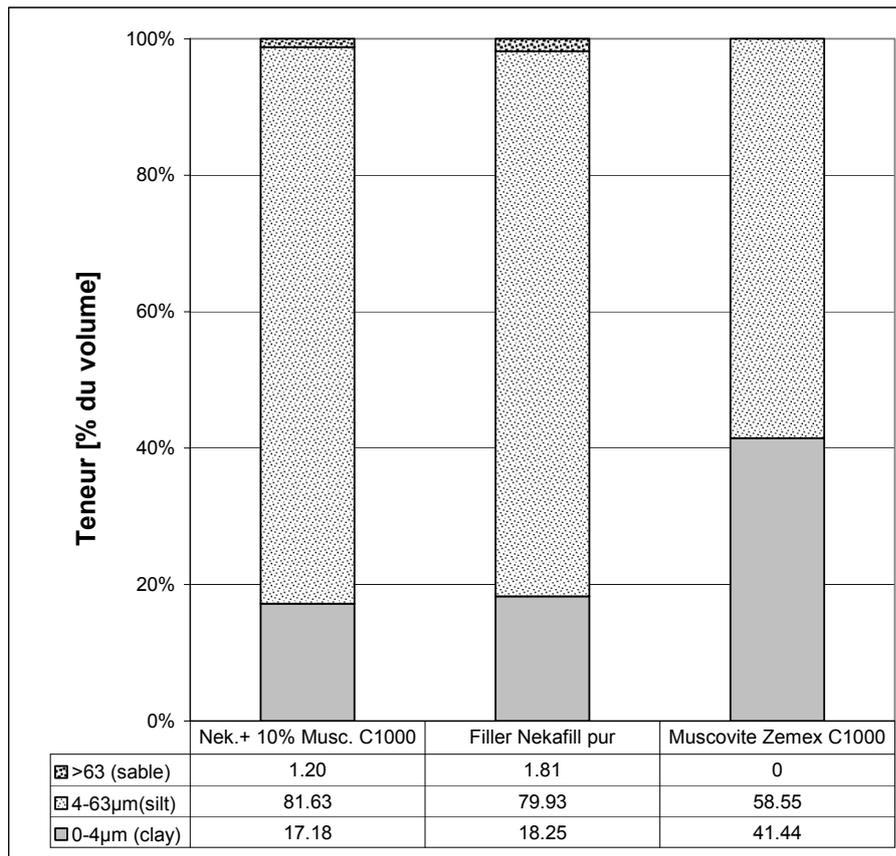


Fig. 5.5: représentation graphique de l'analyse granulométrique du filler de référence dopé avec 10 % de muscovite Zemex C1000, comparée avec la granulométrie du filler de référence Nekafill ainsi que du standard de muscovite C1000. La fraction argileuse est indiquée en gris.

L'analyse de la roche totale (moyenne de 3 mélanges) montre que les phyllosilicates sont présents avec presque 9 %, (10 % en tenant compte des indosés), ceci comme dans le cas précédent, au détriment de la calcite (94.13 % => 87.24 %). Les teneurs en dolomite sont en légère diminution et le quartz en augmentation; une fois encore, ceci est normal si on considère que le quartz est un peu plus abondant dans le standard pur (0.41 %), même compte tenu de la marge d'erreur (0.11 %). Les indosés (0.54 => 1.33 %) sont aussi un peu plus abondant, ce qui est normal vu la plus faible proportion de ces derniers dans le standard pur (0.14) que dans le filler pur (0.54 %). Les écarts types observés pour les minéraux majeurs du filler dopé sont mineures (< 0.5 %) et témoignent de l'homogénéité du mélange. En tenant compte des indosés, on obtient presque 10 % de phyllosilicates (3 % dans le filler pur), ce qui rend tout à fait compte de l'adjonction de 10 % de muscovite pure dans le filler.

L'adjonction de 10 % de muscovite ressort aussi clairement de l'analyse des fractions argileuses. La muscovite représente 90 % (Écart type: 0.20) des phyllosilicates de la fraction < 2 µm suivie de 2.37 % d'interstratifiés (Écart type : 0.54) et de 6.33 % de chlorite (Écart type : 0.45). Le mica du filler pur étant aussi de type phengite-muscovite, il est impossible de le détecter dans le mélange dopé. L'augmentation des taux d'interstratifiés est minime et comme dans le cas de la muscovite d'Inde, inférieure à l'écart type (0.54). La diminution de la chlorite est, une fois encore, essentiellement liée à un artefact dû au calcul des abondances relatives, son intensité (CPS) restant stable. Le taux de gonflants est presque nul (< 0.03 %) et s'explique par l'absence de ces derniers dans le standard de muscovite pure. La fraction 2-16 µm montre des taux relatifs de muscovite identiques à ceux de la fraction < 2µm (92.5 %, Écart type : 0.28) ; 6.3 % (Écart type : 0.28) de chlorite venant compléter cet assemblage. Rapportés à la roche totale et tenant compte des indosés, la muscovite constitue près de 10 % des phyllosilicates, les autres phyllosilicates montrant des plus faibles taux (interstratifiés : 0.26-0.29 % ; chlorite : 0.73 - 0.81 %). On constate donc que ce filler ne diffère de celui dopé à la muscovite d'Inde que par la granulométrie, ces caractéristiques minéralogiques étant qualitativement et quantitativement très similaires.

5.1.8 Filler NEKAFILL dopé avec 10 % de phlogopite 200 HK

L'analyse granulométrique du filler dopé (voir fichier Excel en annexe) montre une légère augmentation de la fraction argileuse (mean < 4 μm , 18.25 => 23.60 %) par rapport au filler pur et cela au profit de la fraction silteuse 4-63 μm (mean, 79.93 => 74.2 %), la fraction sableuse restant assez stable. Ceci correspond bien à l'adjonction de 10% de phlogopite pure caractérisée par des taux de particules < 4 μm (20.60 %) et 2-63 μm (79.8 %) élevés ; la fraction sableuse étant absente dans le standard pur.

L'analyse de la roche totale (moyenne de 3 mélanges) montre que les phyllosilicates n'atteignent que 8.31 %, (8.97 % en tenant compte des indosés), ceci au détriment de la calcite (94.13 % => 88.07 %), de la dolomite (2.2 => 1.37 %). Le quartz est en légère augmentation, compte de la marge d'erreur (0.30% dans le filler pur, 0.68% dans le filler dopé), de même que les indosés (0.54 => 1.13 %). On peut encore souligner la présence de traces de hornblende. Les déviations standard observées pour les minéraux majeurs du filler dopé sont mineures et témoignent de l'homogénéité du mélange.

La méthode de dosage utilisée ici donne des résultats qualitativement différents de ceux de l'EPFL, obtenus par la méthode Rietveld effectuée à l'EPFZ sur le même mélange. L'analyse effectuée à l'EPFZ a mis en évidence la présence de biotite, alors qu'il s'agit ici de phlogopite et de muscovite (présente dans le filler pur). Par contre, quantitativement, le total de phyllosilicates obtenu (7.6 %) est assez identique à nos données. On constate donc qu'en tenant compte des indosés, on obtient que 8.97 % de phyllosilicates (3 % dans le filler pur), ce qui ne rend pas tout à fait compte de l'adjonction de 10% de phlogopite pure ; le total des phyllosilicates présents devant s'élever à 12-13 %. Comme dans le cas de la chlorite, la taille des particules (fraction silteuse dominante) peut poser des problèmes d'orientation préférentielle et rend difficile le dosage quantitatif quelle que soit la méthode utilisée.

L'adjonction de 10 % de phlogopite est très évidente dans les fractions argileuses. La phlogopite représente presque 69 % (Écart type: 2.94) des phyllosilicates de la fraction < 2 μm suivie de 22 % de muscovite (Écart type : 1.37), 3 % d'IS (Écart type : 1.0) et de 7% de chlorite (Écart type : 1.11). Ces proportions correspondent donc pas tout fait à l'adjonction de 10 % de filler composé de 100 % de phlogopite (on devrait s'attendre à une augmentation plus importante). Le taux de gonflants est presque nul, identique à celui observé dans le filler pur; ce qui s'explique par l'absence d'IS dans le standard pur. La fraction 2-16 μm contient encore plus de phlogopite (79 %, Écart type : 3.62), 14 % de mica (Écart type :2.28) et 6 % (Écart type :1.36) de chlorite. Ceci pourrait s'expliquer à nouveau par le fait que la fraction 2-16 du standard de phlogopite (voir la granulométrie) est plus abondante que les fractions inférieures. Rapportés à la roche totale et tenant compte des indosés, la phlogopite 200 constitue presque 7 % des phyllosilicates, les autres phyllosilicates montrant des plus faibles (IS : 0.15 % ; muscovite : 1.69 % ; chlorite :0.61 %). On constate donc que ces valeurs ne reflètent pas exactement l'adjonction de 10 % de phlogopite 200HK dans le mélange. Il faut ici rappeler que la discrimination de la phlogopite et de la muscovite ne peut se faire que par déconvolution, leurs pics 001 étant très proches l'un de l'autre ; ce qui peut expliquer cette différence.

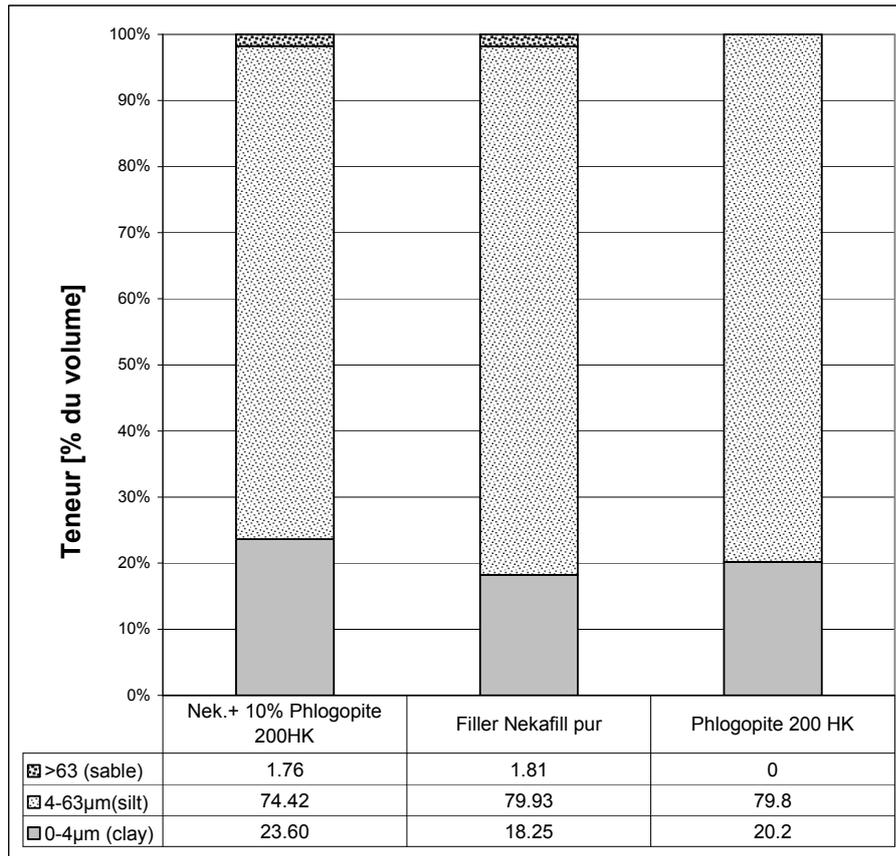


Fig. 5.6: représentation graphique de l'analyse granulométrique du filler de référence dopé avec 10 % de phlogopite HK 200, comparée avec la granulométrie du filler de référence Nekafill ainsi que du standard de phlogopite HK200. La fraction argileuse est indiquée en gris.

5.1.9 Filler NEKAFILL dopé avec 10 % de phlogopite 400 HK

Comme dans le cas de la phlogopite 200HK, l'analyse granulométrique du filler dopé (fig. 5.7) montre une augmentation de la fraction argileuse (mean < 4 μm, 18.25 => 21.76 %) par rapport au filler pur et cela au profit de la fraction silteuse 4-63 μm (mean, 79.93 => 77.86 %) et de la fraction sableuse (1.81 => 0.39 %). Pour ce type de phlogopite, l'adjonction de 10 % de phlogopite pure est certes visible, mais on aurait pu s'attendre à une augmentation un peu plus significative des particules < 4 μm, puisque le standard 400 est caractérisé par des taux plus importants de particules < 4 μm (42 %) que la phlogopite 200HK (20.6 %). L'analyse de la roche totale (moyenne de 3 mélanges) montre que les phyllosilicates sont un peu plus abondants que dans le cas du mélange 200HK avec 8.74 %, (10.75 % en tenant compte des indosés), ceci au détriment de la calcite (94.13 % => 85.90 %). Les teneurs en dolomite et quartz restent assez stables, compte tenu de la marge d'erreur (0.25-0.5 %). Les indosés (0.54 => 2 %) sont en augmentation, ce qui s'explique par une plus forte proportion de ces derniers dans le standard pur (1.96 %) que dans le filler pur (0.54 %). La hornblende n'a pas été reconnue. Les déviations standard observées pour les minéraux majeurs du filler dopé sont mineures (< 1 %) et témoignent de l'homogénéité du mélange. En tenant compte des indosés, on obtient presque 11 % de phyllosilicates (3 % dans le filler pur), ce qui rend mieux compte de l'adjonction de 10 % de phlogopite pure dans le filler. Il semble donc que les effets d'orientation préférentielle sont moins importants que dans le cas de la phlogopite 200HK caractérisée par des particules de taille plus grossière.

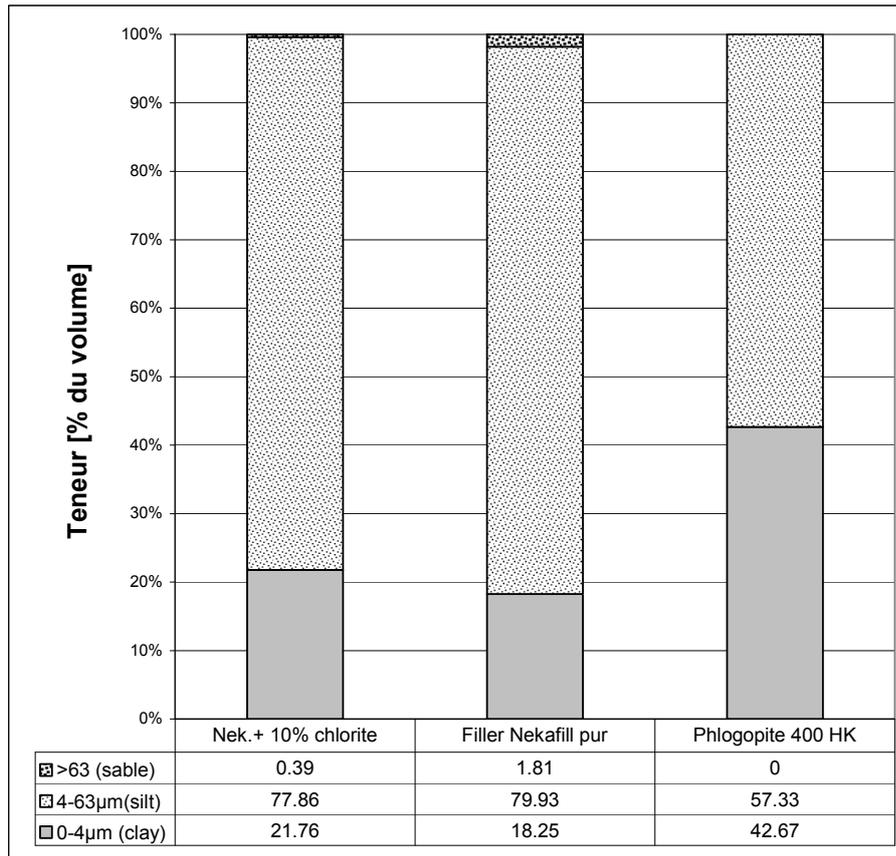


Fig. 5.7: représentation graphique de l'analyse granulométrique du filler de référence dopé avec 10 % de phlogopite HK 400, comparée avec la granulométrie du filler de référence Nekafill ainsi que du standard de phlogopite HK400. La fraction argileuse est indiquée en gris.

L'adjonction de 10 % de phlogopite est très claire dans les fractions argileuses. La phlogopite représente presque 62% (Écart type: 0.64) des phyllosilicates de la fraction < 2 µm suivie de 20 % de muscovite (Écart type : 2.37), 6 % d'IS (Écart type : 0.87) et de 12 % de chlorite (Écart type : 2.21). Ces proportions correspondent donc pas tout fait à l'adjonction de 10 % d'un standard composé de 100% de phlogopite (on devrait s'attendre à une augmentation plus importante de la phlogopite). Les déviations standards sont assez élevées pour la chlorite et le mica (plus que dans le cas de la Phlogopite 200HK) peuvent expliquer cette observation. Le taux de gonflants est un peu plus élevé que dans le cas précédent, mais reste assez négligeable; Comme dans le cas de de la phlogopite 200HK, la fraction 2-16 µm contient encore plus de phlogopite (82 %, Écart type : 1.43), 13 % de mica (Écart type :1.80) et 5 % (Écart type :0.37) de chlorite. Ceci pourrait s'expliquer à nouveau par le fait que la fraction 2-16 µm du standard de phlogopite (voir la granulométrie) est plus abondante que les fractions inférieures. Rapportés à la roche totale et tenant compte des indosés, la phlogopite 400 constitue presque 8% des phyllosilicates, les autres phyllosilicates montrant des taux plus faibles (IS : 0.67 % ; muscovite : 1.81 % ; chlorite : 0.90 %). On constate donc que ces valeurs ne reflètent pas exactement l'adjonction de 10 % de phlogopite 400HK dans le mélange, mais que ces taux sont un peu plus proches de la réalité que dans le cas de phlogopite 200HK.

5.1.10 Filler NEKAFILL dopé avec 10 % de kaolinite AKW – TEC FF840

L'analyse granulométrique du filler dopé (fig. 5.8) montre une augmentation assez significative de la fraction argileuse (moyenne < 4 µm, 18.25 => 24.69 %) par rapport au filler pur et cela au détriment de la fraction silteuse 4-63 µm (moyenne, 79.93 => 74.53 %) et de la fraction sableuse (1.81 => 0.078 %). Cette modification du spectre granulométrique est tout à fait normale, étant donné que le standard de kaolinite pure comporte plus 83% de particules < 4 µm.

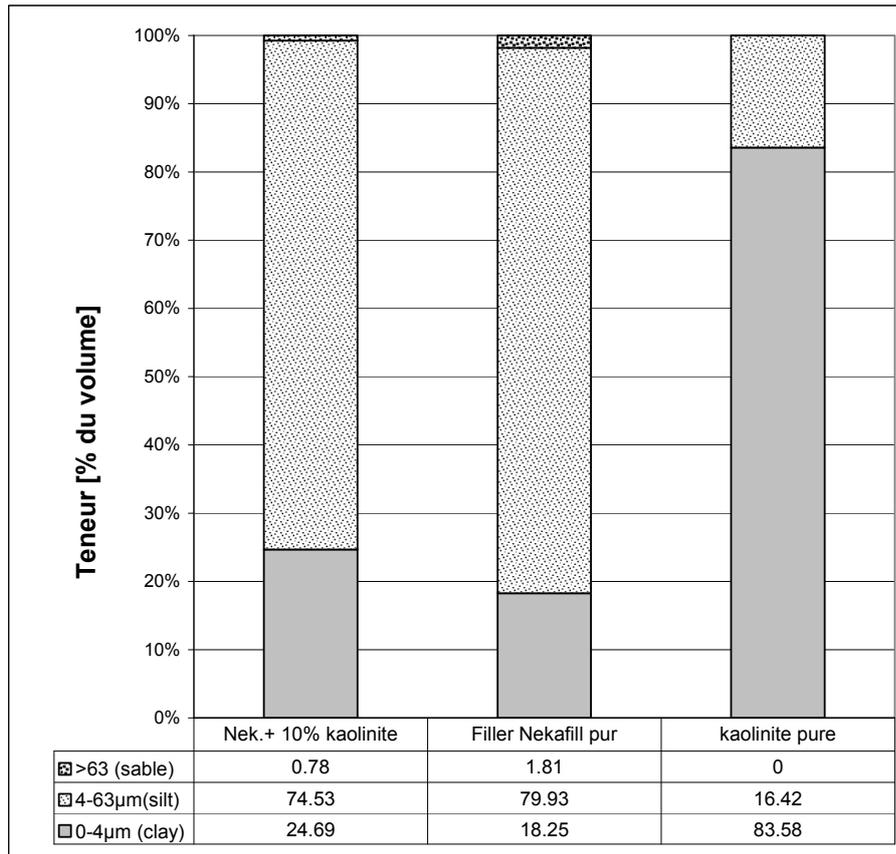


Fig. 5.8: représentation graphique de l'analyse granulométrique du filler de référence dopé avec 10 % de kaolinite AKW – TEC FF840, comparée avec la granulométrie du filler de référence Nekafill ainsi que du standard de kaolinite AKW – TEC FF840. La fraction argileuse est indiquée en gris.

L'analyse de la roche totale (moyenne de 3 mélanges) montre une augmentation des phyllosilicates avec 8.38 %, (10.75 % en tenant compte des indosés), ceci au détriment de la calcite (94.13% => 85.88 %). Les teneurs en dolomite et ankérite restent assez stables, compte tenu de la marge d'erreur. Le quartz est en augmentation (0.29 => 0.91 %), ce qui peut s'expliquer par le fait que le standard pur en contient 2 %. La même constatation peut être faite pour le feldspath qui apparaît dans le mélange (1.17 %), alors qu'il est absent dans le filler pur. Les indosés (0.54 => 1.54 %) sont en augmentation, ce qui s'explique aussi par une plus forte proportion de ces derniers dans le standard pur (11.32 %) que dans le filler pur (0.54 %). Il faut rappeler ici que la forte proportion d'indosés dans le standard pur est certainement liée à la présence d'opale mal cristallisée. Les déviations standard observées pour les minéraux majeurs du filler dopé sont mineures (< 0.4 %) et témoignent de l'homogénéité du mélange. En tenant compte des indosés, on obtient presque 10 % de phyllosilicates (3 % dans le filler pur), ce qui ne rend pas tout à fait compte de l'adjonction de 10 % de kaolinite pure dans le filler. Les effets d'orientation préférentielle sont donc probablement assez importants dans le cas de la kaolinite. L'adjonction de 10 % de kaolinite est évidente dans les fractions argileuses. La kaolinite représente 94-95 % (Écart type: 0.38) des phyllosilicates de la fraction < 2 µm suivie de 2-3 % de muscovite (Écart type : 0.51), 0.5 % d'IS (Écart type : 0.06) et de 2.7 % de chlorite (Écart type : 0.39). Ces proportions correspondent donc pas tout fait à l'adjonction de 10 % d'un standard de kaolinite contenant environ 82 % de kaolinite. Le taux de gonflants est presque nul; et s'explique par l'absence de ces derniers dans le standard de kaolinite pure. La fraction 2-16 µm montre des taux relatifs de kaolinite identiques à ceux de la fraction <2 µm (94 %, Écart type : 0.61) ; 4 % de mica (Écart type : 0.3) et 2 % (Écart type : 0.3) de chlorite venant compléter cet assemblage. Rapportés à la roche totale et tenant compte des indosés, la kaolinite-DE constitue près de 8% des phyllosilicates, les autres phyllosilicates montrant des plus faibles taux (IS : 0.04 % ; muscovite : 0.27 % ; chlorite : 0.20 %). On constate donc que ces valeurs ne reflètent pas exactement l'adjonction de 10 % de kaolinite-DE dans le mélange. Les écarts types observés (<0.22) indiquent toutefois que le mélange a été parfaitement homogénéisé.

5.1.11 Mélange de 50 % de Filler NEKAFILL avec 50 % de quartz

L'analyse de la roche totale montre que ce filler dopé est très homogène (tableaux en annexe). Il est composé (moyenne sur 3 échantillons) de 49.36 % de quartz, 42.23 % de calcite, 3.32 % de phyllosilicates et de la dolomite et de l'ankérite en traces. Les écarts types sont inférieurs à 5 % et impliquent que le mélange est homogène. La présence de feldspath potassique n'est guère étonnante vu que le standard quartz pur en contient plus de 7 %. Les analyses sur les fractions fines montrent une dominance de la muscovite sur la chlorite, liée à la présence de muscovite dans le standard de quartz pur.

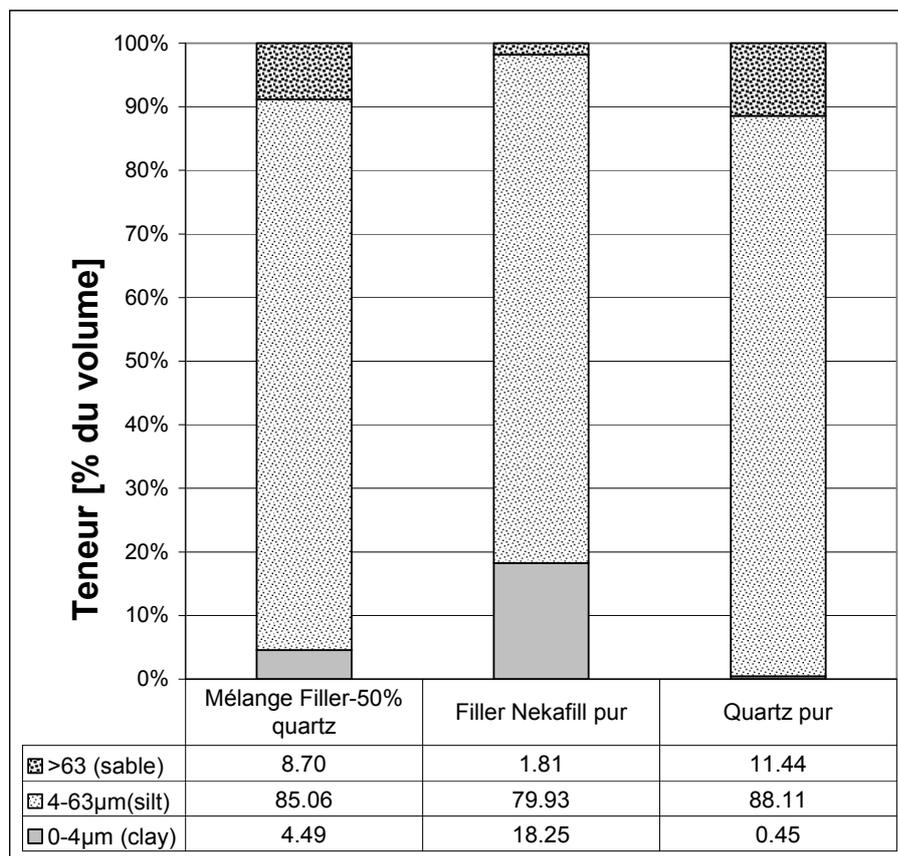


Fig. 5.9: représentation graphique de l'analyse granulométrique du filler de référence dopé avec 10 % de kaolinite AKW – TEC FF840, comparée avec la granulométrie du filler de référence Nekafill ainsi que du standard de kaolinite AKW – TEC FF840. La fraction argileuse est indiquée en gris.

L'analyse granulométrique montre que l'adjonction de quartz au filler provoque une augmentation des phases silteuses (79 % => 85 %) et sableuses (1.8 % => 8.7 %) au détriment de la phase argileuse (18.25 % => 4.49 %). Ceci s'explique par le spectre granulométrique du standard de quartz pur, caractérisé par une très faible abondance de la classe argileuse par rapport aux silt et sable. Ce fait dit en diminuer la réactivité lors des essais.

5.1.12 Mélanges de fillers de marbre et de quartz (100-80-60-40-20-0)

L'analyse de la roche totale de cette série montre que la méthode de dosage utilisée est correcte, surtout dans le cas de dosage de minéraux en grains. Il faut noter toutefois que les 2 end-membres (quartz et marbre) ne sont pas tout à fait purs (chapters 4.10 et 4.11). Le quartz contient en effet 1% de phyllosilicates et 6-7 % de feldspath-K, les indosés s'élevant à moins de 1 %. Le marbre est lui plus pur, puisqu'il ne contient pas de phyllosilicates et 0.36 % de quartz. On soulignera que l'augmentation graduelle de la proportion de marbre correspond à une diminution des feldspaths-K et des phyllosilicates, ce qui n'est guère étonnant vu que le marbre pur ne contient ni feldspath-K, ni phyllosilicate. On constate donc une très bonne corrélation ($R^2 > 0.9$) entre les taux des mélanges et les taux obtenus par dosage avec 2 exceptions toutefois, les mélanges Q50/M50 et Q40/M60 que ne montrent pas de variations réelles et les 32 % de calcite observée dans le mélange Q60/M40. On remarque aussi que la marge d'erreur est presque toujours < à 5%, le mélange 50/50 excepté. La méthode de dosage est donc tout à fait acceptable. L'analyse des frac-

tions fines de ces mélanges a été effectuée. La fraction < 2 µm ne contient pas de phyllosilicates. La fraction 2-16 µm montre de la muscovite, des traces de chlorite et du feldspath-K , surtout dans le cas des mélanges où le quartz domine.

Échantillon	Teneur [% massiques]				
	Quartz	Calcite	Phyllosilicates	Feldspath-K	Indosés
QM 100	91.34	0.00	1.03	6.79	0.84
QM 80	78.54	17.87	0.67	2.30	0.62
QM 60	64.77	31.98	0.56	1.87	0.82
QM 50	43.88	53.71	0.43	1.55	0.43
QM 40	43.32	55.12	0.45	0.45	0.66
QM 20	22.01	77.43	0.23	0.00	0.33
QM 0	0.36	98.67	0.00	0.00	0.97

Tableau 5.1: composition minéralogique des mélanges de fillers de quartz et de marbre déterminée par diffractométrie aux rayons x.

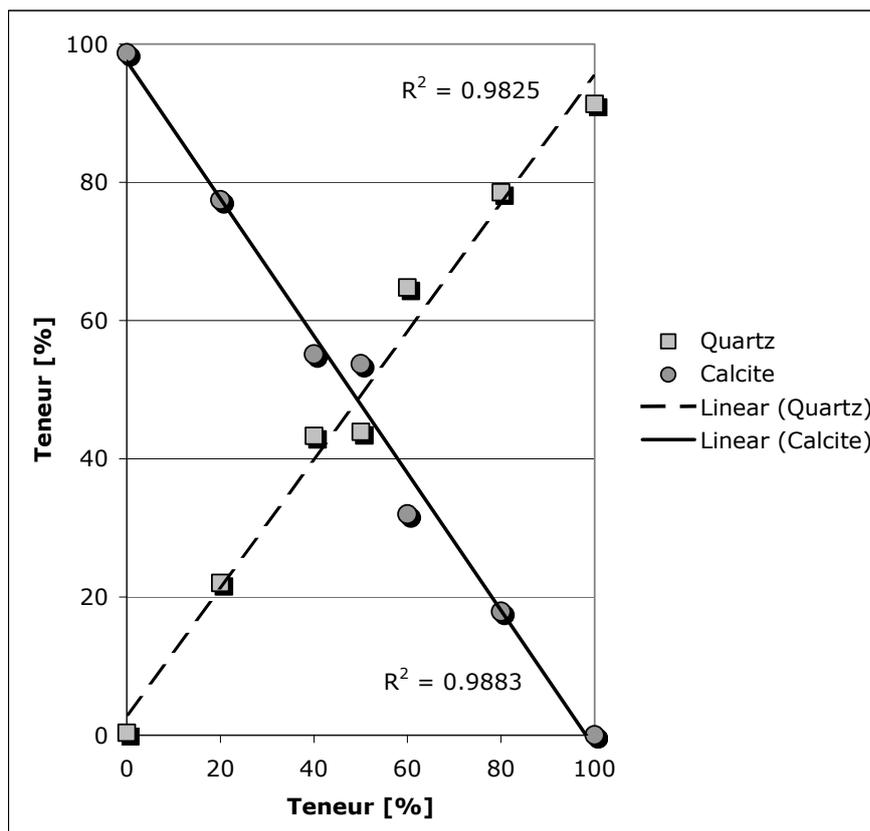


Fig. 5.10: représentation graphique des teneurs en quartz et en calcite des mélanges de fillers de quartz et de marbre. Ces résultats montrent que la méthode de dosage utilisée est au point.

6 Caractérisation de fillers provenant de routes dégradées

Ce chapitre est consacré à la caractérisation minéralogique des fillers récupérés sur des revêtements routiers endommagés et plus particulièrement aux problèmes de dosages liés aux fillers récupérés d'enrobés bitumineux.

6.1 Filler VD04.131 (St Ursanne-les Rangiers)

La composition de la roche totale et des fractions fines figurent dans les tableaux en annexe. Les analyses ont porté sur 2 échantillons caractérisés par des tailles différentes (< 0.063 et $0.063-0.09$ mm). Ce filler est caractérisé par un fort taux d'indosés (24.32 % pour 0.063 et 33.72 % pour $0.063-0.09$ mm). La calcite (40 et 32 %), le quartz (23 et 26 %) et les phyllosilicates (5.04 et 3.16 %) sont systématiquement présents alors que le feldspath-K et la dolomite ont été reconnues que dans la taille 0.063 mm. Parmi les phyllosilicates ont été reconnus les IS (0 et 5 %), le mica (45 et 39 %), la chlorite (25 et 37 %) et la kaolinite (31 et 19 %). Les IS ne sont présents que dans la fraction 0.063 et sont caractérisés par un très faible taux de gonflant (10 %).

On constate donc que les taux d'indosés sont anormalement élevés. Des analyses du carbone minéral et du carbone organique ont été effectuées au moyen d'un appareil Rock-Eval pour voir si de la matière organique était encore présente (résidus de bitume et/ou de solvant, échantillon mal décontaminé) et si les taux de calcite étaient corrects. L'analyse à l'aide de l'appareil Rock-Eval se divise en deux étapes :

(1) l'échantillon est placé dans un four à pyrolyse. Il est chauffé à des températures avoisinant les 400 °C. On obtient une courbe des hydrocarbures issue du craquage de la matière organique et de la vaporisation ainsi qu'une autre de CO et CO_2 . Ces effluents sont analysés en permanence par un détecteur à ionisation de flamme (FID). Le four pyrolyse détecte le Corg, en tant qu'hydrocarbure liquide et gazeux et la matière organique immature.

(2) dans le four à oxydation l'échantillon subit une oxydation. La machine injecte de l'hydrogène et de l'oxygène. Le CO_2 formé provient de l'oxydation de la décomposition des carbonates. Une cellule infrarouge (IF) analyse l'échantillon et mesure les taux de carbone minéral (Cmin). Le four à oxydation détecte le Corg résiduel mature, charbons, etc. et le Cminéral.

Les taux de Cmin obtenus et recalibrés indiquent que la calcite est sous-dosée (d'environ 10 %) lors de la quantification par XRD. Et cela diminue d'autant les indosés. De plus, cette analyse montre la présence de quantité significative de Corg qui doivent aussi être soustraits des indosés.

Le mauvais dosage de la calcite pourrait aussi être lié à la dégradation de cette dernière par les acides organiques et l'altération (ce qui sera plus difficile pour le quartz qui est beaucoup plus stable chimiquement). La mesure de largeur à mi-hauteur du pic principal de la calcite (= cristallinité de la calcite) est plus grande (0.22°) que dans les cas des fillers purs (0.12°) (Nekafill, par exemple). Cela indique donc une cristallinité dégradée qui correspond à une altération de la calcite qui peut provoquer une mauvaise réponse aux Rayons X et par conséquent un dosage incorrect.

6.2 Filler VD04.133 (Soyhières)

L'analyse XRD a aussi porté sur 2 tailles granulométriques différentes. La composition de la roche totale est qualitativement comparable à celle de l'échantillon des Rangiers (tableaux en annexe). Quantitativement, il contient plus de phyllosilicates et un peu moins d'indosés, 11% pour la taille 0.063 et 26 % pour 0.09 . Ces derniers sont toutefois anormalement élevés. L'analyse du Cmin et du Corg indique que le taux de carbonate obtenu par dosage par XRD est à peu près correct dans le cas de la taille 0.063 ($46.73 \Rightarrow 49.34$ %). Par contre, le Corg est présent à raison de 2.65 %, de ce fait les indosés passent de 11 % à 6 %. Pour la taille supérieure, la calcite a été encore plus sous-dosée ($32.11 \Rightarrow 45.29$ %). Ici encore, la cristallinité de la calcite est plus mauvaise dans le filler récupéré que dans les filler « standards ».

6.3 Filler VD04.132 (Glovelier-Saulcy)

Un taux d'indosés trop élevé (20.20 %) a été détecté dans la fraction plus grossière. Le Cmin obtenu par Rock-Eval et recalibré indique, une fois encore, un sous-dosage de la calcite (43.61-55 %). De ce fait, les indosés ne s'élèvent plus qu'à 8.81 %. Dans l'échantillon de taille granulométrique

que plus fine, on constate une bonne correspondance du taux de calcite (56.78 %) et du Cmin recalibré (55 %), la MO étant toutefois significativement présente.

6.4 Fillers (Simplon)

Les 4 échantillons analysés ont été prélevés sur la route du Simplon (tableaux en annexe). L'analyse de la roche totale montre que seul un des échantillons présente un taux d'indosés trop élevé (39.78 % A9, Col du Simplon voie descendante). Ces échantillons ont aussi tous fait l'objet d'une analyse du Corg et Cmin par Rock-Eval. On constate que les taux de calcite calibrés sont assez identiques quelle que soit l'analyse effectuée, sauf dans l'échantillon caractérisé par un fort taux d'indosés, où la calcite recalibrée atteint les 40 %.

Ces données illustrent bien que les % de carbonates obtenus sont souvent comparables lorsque les indosés ne sont pas dominants. Autre fait intéressant, la cristallinité de la calcite est plus mauvaise dans l'échantillon à taux élevé d'indosés (0.27°) que dans les 3 autres (0.16°), en moyenne. Qualitativement, ces 4 échantillons sont assez similaires avec la présence de quartz, plagioclase, calcite, phyllosilicates. La dolomite et le feldspath potassique n'ont pas été systématiquement détectés. Quantitativement, l'échantillon A9 Col du Simplon voie descendante est nettement plus riche en phyllosilicates (24.33 %) et l'échantillon A9 Col du Simplon voie montante est composé de plus de 31 % de plagioclase. Il faut aussi souligner la présence de traces d'amphiboles et de serpentines et peut-être de talc.

L'analyse des fractions fines confirme la présence de serpentine (12-23 %, fraction < 2 µm ; 16-28 % pour la fraction 2-16 µm), dans un assemblage de phyllosilicates au sein duquel, la chlorite (30-38 %, fraction < 2 µm ; 21-53 % pour la fraction 2-16 µm) et le mica dominant (40-52 %, fraction < 2 µm ; 30-35 % pour la fraction 2-16 µm). L'amphibole et le talc sont présents sous forme de traces. Les interstratifiés ne sont pas abondants (0-5 %) et sont caractérisés par un taux négligeable de couches gonflantes.

6.5 Route d'Avully (GE)

La faible teneur en minéraux argileux ne permet pas de leur attribuer la cause principale des dégradations observées qui sont plutôt à chercher dans la composition du bitume ou de l'enrobé.

6.5.1 Minéraux majeurs

Avully	Phyllosilicates	Quartz	Feldspath K	Plagioclases	Calcite	Dolomite	Ankérite	Indosés
Teneur [%]	3.08	21.01	1.88	1.66	69.30	0.49	0.70	0.19

6.5.2 Fraction 2 à 16 µm

Minéraux	Mica	Chlorite
Teneur [%] relatifs	44	56

6.5.3 Fraction < 2 µm

Minéraux	Illite-Smectite	Mica	Chlorite
Teneur [%] relatifs	14	43	43

6.6 Giratoire - route de Chancy (GE)

La faible teneur en minéraux argileux ne permet pas de leur attribuer la cause principale des dégradations observées. Ces dégradations sont probablement à rechercher dans la composition du bitume ou de l'enrobé ainsi que dans la conception ou la mise en œuvre de l'ouvrage.

6.6.1 Minéraux majeurs

Chancy	Phyllo-silicates	Quartz	Feldspath K	Plagio-clases	Calcite	Dolomite	Ankérite	Indosés
Teneur [%]	3.18	6.98	0.00	0.00	88.65	0.57	0.34	0.28

6.6.2 Fraction 2 à 16 µm

Minéraux	Mica	Chlorite	Kaolinite
Teneur [%] relatifs	55	40	5

6.6.3 Fraction < 2 µm

Minéraux	Illite-Smectite	Mica	Chlorite	Kaolinite
Teneur [%] relatifs	11	51	20	18

6.7 Route de la Cibourg (BE)

La cause des dégradations observées dans la route de la Cibourg est très vraisemblablement liée à la présence de phyllosilicates dans le filler. La forte teneur en silicates (quartz, plagioclase) a très certainement renforcé les effets des phyllosilicates. Les indosés sont très probablement en grande partie des phyllosilicates.

6.7.1 Minéraux majeurs

Filler Cibourg	Phyllo-silicates	Quartz	Feldspath K	Plagio-clases	Calcite	Dolomite	Ankérite	Indosés
Teneur [%]	7.42	31.20	0.00	6.15	26.92	4.73	0.00	21.58

6.7.2 Fraction 2 à 16 µm

Minéraux	Mica	Chlorite
Teneur [%] relatifs	44	56

6.7.3 Fraction < 2 µm

Minéraux	Illite-Smectite	Mica	Chlorite	Kaolinite
Teneur [%] relatifs	3	31	61	5

6.8 Sonceboz (BE)

La faible teneur en minéraux argileux ne permet pas de leur attribuer la cause des dégradations observées qui sont probablement à rechercher dans la composition du bitume ou de l'enrobé.

6.8.1 Minéraux majeurs

Sonceboz	Phyllo-silicates	Quartz	Feldspath K	Plagio-clases	Calcite	Dolomite	Ankéríte	Indosés
Teneur [%]	2.53	19.40	0.54	1.32	76.15	0.00	0.00	0.06

6.8.2 Fraction 2 à 16 µm

Minéraux	Mica	Chlorite	Kaolinite
Teneur [%] relatifs	55	20	25

6.8.3 Fraction < 2 µm

Minéraux	Illite-Smectite	Mica	Chlorite	Kaolinite
Teneur [%] relatifs	18	43	16	23

6.9 La Chaux d'Abel (BE)

La cause des dégradations observées dans la route de la Chaux d'Abel est très vraisemblablement liée à la présence de phyllosilicates dans le filler. La teneur en silicates (quartz, plagioclase, feldspath-K) a très certainement renforcé les effets des phyllosilicates. Les indosés sont probablement en grande partie des phyllosilicates ainsi que des silicates.

6.9.1 Minéraux majeurs

Chaux d'Abel	Phyllo-silicates	Quartz	Feldspath K	Plagio-clases	Calcite	Dolomite	Ankéríte	Indosés
Teneur [%]	5.59	14.95	4.02	3.37	37.57	0.00	0.45	34.05

6.9.2 Fraction 2 à 16 µm

Minéraux	Mica	Chlorite	Kaolinite
Teneur [%] relatifs	29	59	12

6.9.3 Fraction < 2 µm

Minéraux	Illite-Smectite	Mica	Chlorite
Teneur [%] relatifs	3	34	63

6.10 Tavannes (BE)

Il a été établi que les causes des dégradations résident dans la pétrographie des granulats, la présence de minéraux argileux dans le filler ainsi que dans les propriétés du bitume.

6.10.1 Minéraux majeurs

Tavannes	Phyllo-silicates	Quartz	Feldspath K	Plagio-clases	Calcite	Dolomite	Ankérite	Indosés
Teneur [%]	6.93	18.22	2.74	5.06	15.86	2.26	0.53	48.41

6.10.2 Fraction 2 à 16 µm

Minéraux	Mica	Chlorite
Teneur [%] relatifs	47	53

6.10.3 Fraction < 2 µm

Minéraux	Illite-Smectite	Mica	Chlorite
Teneur [%] relatifs	12	24	65

6.11 Conclusions

L'analyse de fillers récupérés d'enrobés bitumineux pose plusieurs problèmes:

- la présence de résidus de matière organique (bitume, solvant) provoque des erreurs dues à la masse de la matière organique encore présente.
- les échantillons insuffisamment décontaminés contiennent des molécules d'hydrocarbures qui produisent des interférences avec les rayons X. Ces interférences induisent des réflexes parasites diffus (bosse) qui interfèrent avec les réflexes des substances cristallines.
- la calcite présente dans les fillers récupérés a tendance à montrer des signes de dégradation de la structure cristalline.
- pour certains minéraux argileux, tels que les phyllosilicates gonflants (smectites, interstratifiés), le traitement thermique lors du chauffage des granulats peut provoquer la déshydratation partielle des couches gonflantes qui commence vers 100 °C, devient importante à partir de 200 °C pour être totale à 350 °C (après 2 heures de chauffage). La transformation irréversible des gonflants se déroule seulement à partir de 450 °C.

Les phénomènes de dégradation de la structure cristalline de la calcite détectés par l'analyse aux rayons X peuvent avoir une origine mécanique (circulation routière) ou de dissolution due par exemple à la présence d'acides organiques.

L'analyse de fillers récupérés de routes dégradées doit donc être interprétée avec prudence. Ce type d'analyse reste valable pour détecter la présence de silicates, carbonates, phyllosilicates et de minéraux argileux et peut être indicatif. La précision dans le dosage quantitatif peut s'avérer toutefois problématique. La méthode est surtout applicable du point de vue qualitatif, mais peut poser problème au niveau quantitatif.

7 Minéralogie des fillers en Suisse

Ce chapitre résume succinctement les analyses par diffractométrie aux rayons X d'environ 60 à 70 fillers qui entrent dans la composition d'enrobés bitumineux fabriqués en Suisse, d'échantillons de roches ainsi que de travaux scientifiques concernant les argiles et les phyllosilicates en Suisse. Les analyses spécifiques ne sont pas traitées en détail pour raisons de confidentialité. Ce volet ne tient toutefois pas compte des fillers spéciaux tels que ceux contenant des zéolithes (par exemple phonolite d'Allemagne).

7.1 Fillers des carrières

7.1.1 Calcaires siliceux

Cette lithologie reste la principale roche de carrière utilisée en Suisse (en partie en provenance de France) pour fabriquer des granulats durs (près des $\frac{3}{4}$ de la production indigène).

Les fillers qui en résultent sont peu problématique. Cette roche peut toutefois et parfois être très abondante en phyllosilicates pour atteindre des maximums d'environ 10% ou plus dans certains bancs. La nature du quartz peut poser aussi des problèmes, s'il s'agit d'opale, silex ou d'un chert mal cristallisés qui auront une mauvaise réponse aux RX (trop amorphe) et augmenter le taux d'indosés. Une trop forte concentration en quartz (ce qui n'est pas le cas des filler analysés ici) peut aussi poser des problèmes de broyage (dureté) et provoquer des hétérogénéités granulométriques. Comme la plupart de ces fillers sont produits dans la zone dite helvétique ou les Préalpes, ces derniers ont été soumis à une forte diagenèse voire un métamorphisme de faible gradient. Les smectites et les interstratifiés à forts taux de gonflants seront donc absents et les phyllosilicates seront pour l'essentiel constitués de mica, chlorite et d'interstratifiés de type illite-smectite dont le taux de gonflants ne dépasse pas les 15%.

Les calcaires siliceux sont essentiellement présents dans l'Helvétique (voir fig. 7.1) et dans une moindre mesure dans la zone des Préalpes (voir fig. 7.1).

7.1.2 Grès alpins (flysch)

Cette lithologie, dans les cas étudiés, a aussi été la plupart du temps soumise à une diagenèse intense ou un métamorphisme de faible gradient qui a fait disparaître les smectites et les interstratifiés à forts taux de gonflants. Elle ne devrait donc pas poser de problèmes majeurs, sauf s'il s'agit de flyschs distaux à grès fins et caractérisés par des intervalles pélagiques fréquents qui seront enrichis en phyllosilicates de granulométrie fine (chlorites et micas).

7.1.3 Grès du Plateau suisse.

Ce type de lithologie est impropre à la production de filler du fait de la forte proportion de gonflants de type illite-smectite (par exemple la molasse rouge avec des teneurs en gonflants > 30 %) et de smectite (par exemple la molasse d'Eclepens).

Il faut aussi noter qu'une forte proportion de smectite (> 50 % de la fraction < 2 μm) peut-être présente dans les intervalles gréseux de toutes les molasses suisses. Pour cette raison, l'incorporation de grès molassiques dans la production de granulats des gravières suisses peut avoir des effets extrêmement négatifs sur les propriétés des fillers. Il en va de même pour les produits d'altération des grès molassiques, que ce soit des sables, des silt ou des argiles. Il est donc absolument impératif de laver les granulats des gravières suisses avant l'introduction du matériel dans la production. Ceci touche les régions du bassin molassique suisse, de dépôts molassiques du fond de certaines vallées jurassiennes, du fossé rhénan (y compris les bassins de Laufon et de Delémont) et du bassin du Pô au Sud (voir fig. 7.1).

La présence de ces argiles rend une quantification des phyllosilicates assez problématique et augmente considérablement le taux d'indosés (> 40 %).

7.1.4 Cristallin

Ces lithologies comportent un spectre extrêmement varié, allant des quartzites, gneiss, granites aux amphibolites, métagrabbros et serpentinites. Elles se rencontrent en Suisse dans les massifs cristallins du Mont Blanc et des Aiguilles rouges, de l'Aar et du Gothard, des alpes cristallines du sud, dans le cristallin du Pennique, les noyaux de certaines nappes austroalpines ainsi que dans les ophiolites et les granites alpins du Bregaglia (Bergell). En ce qui concerne les régions avoisinantes, ce sont essentiellement les massifs cristallins des Vosges et de la Forêt Noire et dans une moindre mesure du massif central et du cristallin des alpes du sud où ces roches sont susceptibles d'être importées en Suisse. Ces roches présentent des compositions minéralogiques très variées qui rendent leur quantification parfois assez difficile. Une trop forte concentration en quartz (> 70% de quartz) peut aussi poser des problèmes de broyage (liés à la très grande dureté du quartz) et provoquer des hétérogénéités granulométriques si des minéraux tendres accompagnent les minéraux durs. Les minéraux gonflants sont généralement absents (sauf dans le cas d'activité hydrothermale). Mica et chlorite sont les phyllosilicates dominants dans les gneiss et granites. Leur taille est généralement assez grossière (surface spécifique faible).

Les roches basiques peuvent contenir de grandes quantités de minéraux ferro-magnésiens (amphiboles, pyroxènes) qui peuvent être transformés en talc, serpentine, smectite lors d'altération de la roche ou de transformation hydrothermale. En règle générale, les minéraux ferro-magnésiens sont susceptibles de s'altérer relativement rapidement à l'échelle géologique, surtout comparé au quartz qui est très résistant. Toutefois, dans le cadre de l'utilisation dans la construction routière, ces minéraux peuvent être adéquats.

Certaines de ces lithologies peuvent donc constituer théoriquement de bons fillers (par exemple les quartzites pauvres en phyllosilicates).

7.1.5 Calcaires alpins

Lorsque ces calcaires sont très purs (> 95 % de carbonates), ils constituent probablement le filler le plus homogène du point de vue minéralogique que l'on puisse trouver en Suisse. Le filler de référence en est un bon exemple (chap. 4.1). Les calcaires alpins sont légèrement métamorphiques (anchizone-épizone, selon la cristallinité de l'illite), ce qui explique la quasi-absence des minéraux gonflants (< 0.004 %). Toutefois tous les calcaires alpins ne sont pas parfaits, car certains calcaires très riches en débris d'échinodermes mal triés peuvent présenter des anomalies de porosité liées à des phénomènes de dissolution qui peut les rendre plus sensibles à l'altération.

7.1.6 Calcaires jurassiens.

Les roches sédimentaires du Jura n'ont subi qu'une diagenèse d'enfouissement mineure et sont par conséquent parfois riche en phyllosilicates gonflants, surtout dans le cas de lithologies marneuses qui ne doivent en aucun cas faire l'objet d'une production de filler pour enrobés bitumineux ou pour bétons hydrauliques. Les calcaires francs du Crétacé Inférieur ne sont pas trop riches en phyllosilicates (< 4 %), mais contiennent tout de même déjà jusqu'à 30 % de smectite à 90-100% de gonflants (1-2% de la roche totale). Ces derniers ne devraient pas être utilisés en tant que filler ou devraient subir un traitement thermique approprié. Les calcaires jurassiques (Malm) contiennent, par contre, moins de gonflants et pourraient être à la rigueur utilisés en tant que filler puisqu'ils ne contiennent généralement pas de smectites, mais des interstratifiés (< 30 %) dont le taux de gonflants ne dépasse pas les 20 %, ce qui, rapporté à la roche totale, ne représente plus que 0.1-0.2 %.

8 Microscopie

8.1 Stéréomicroscopie

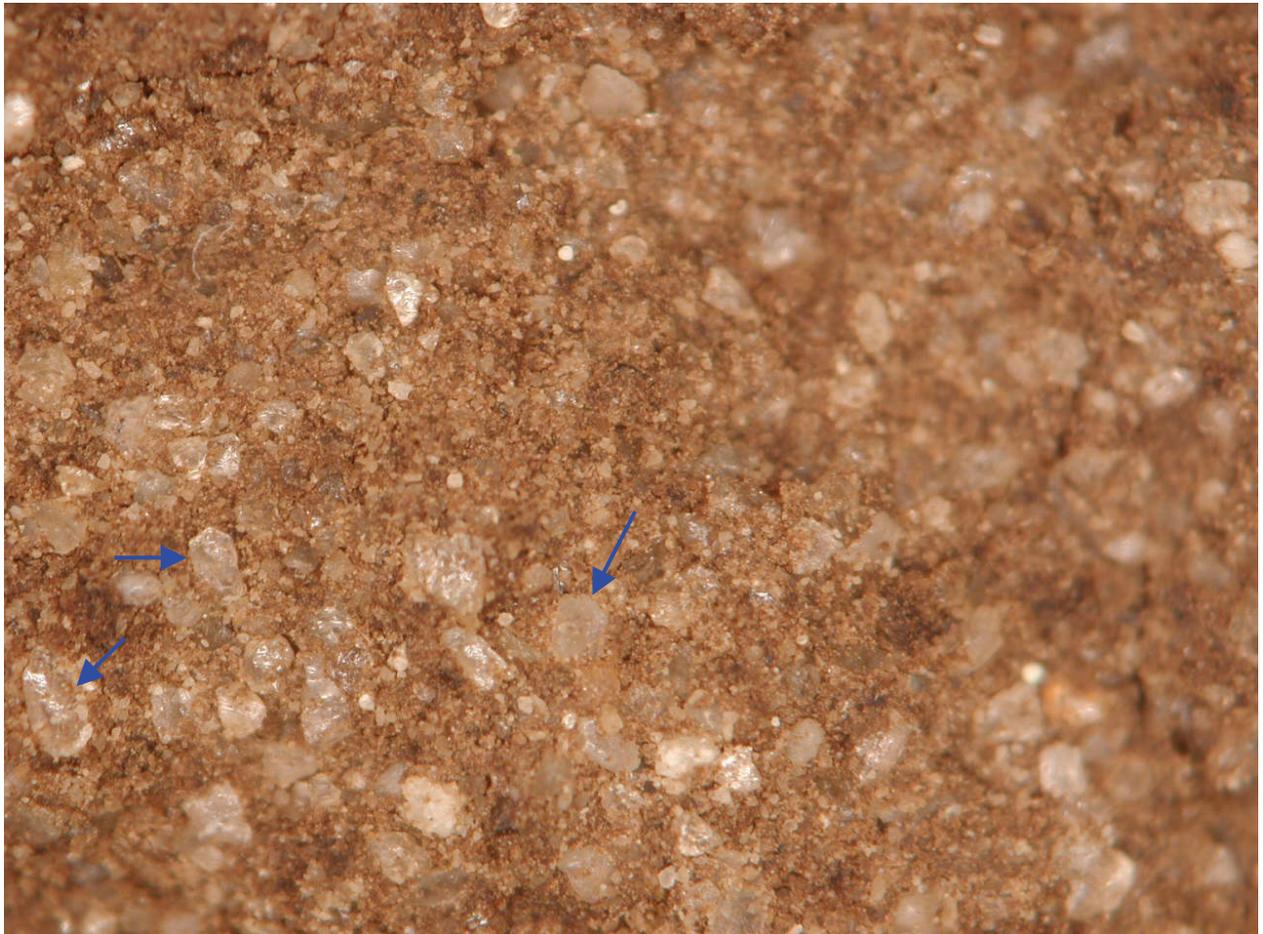
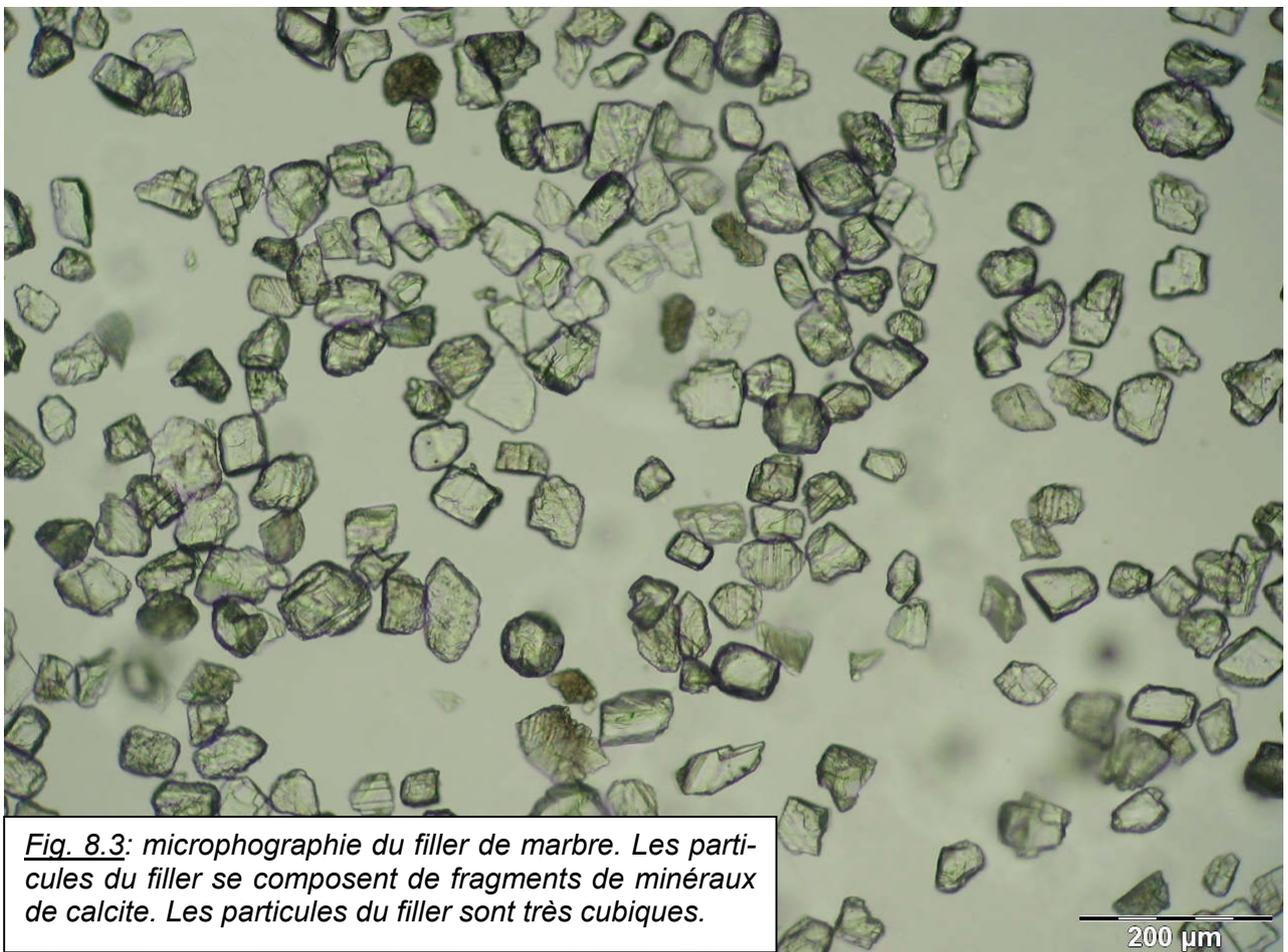
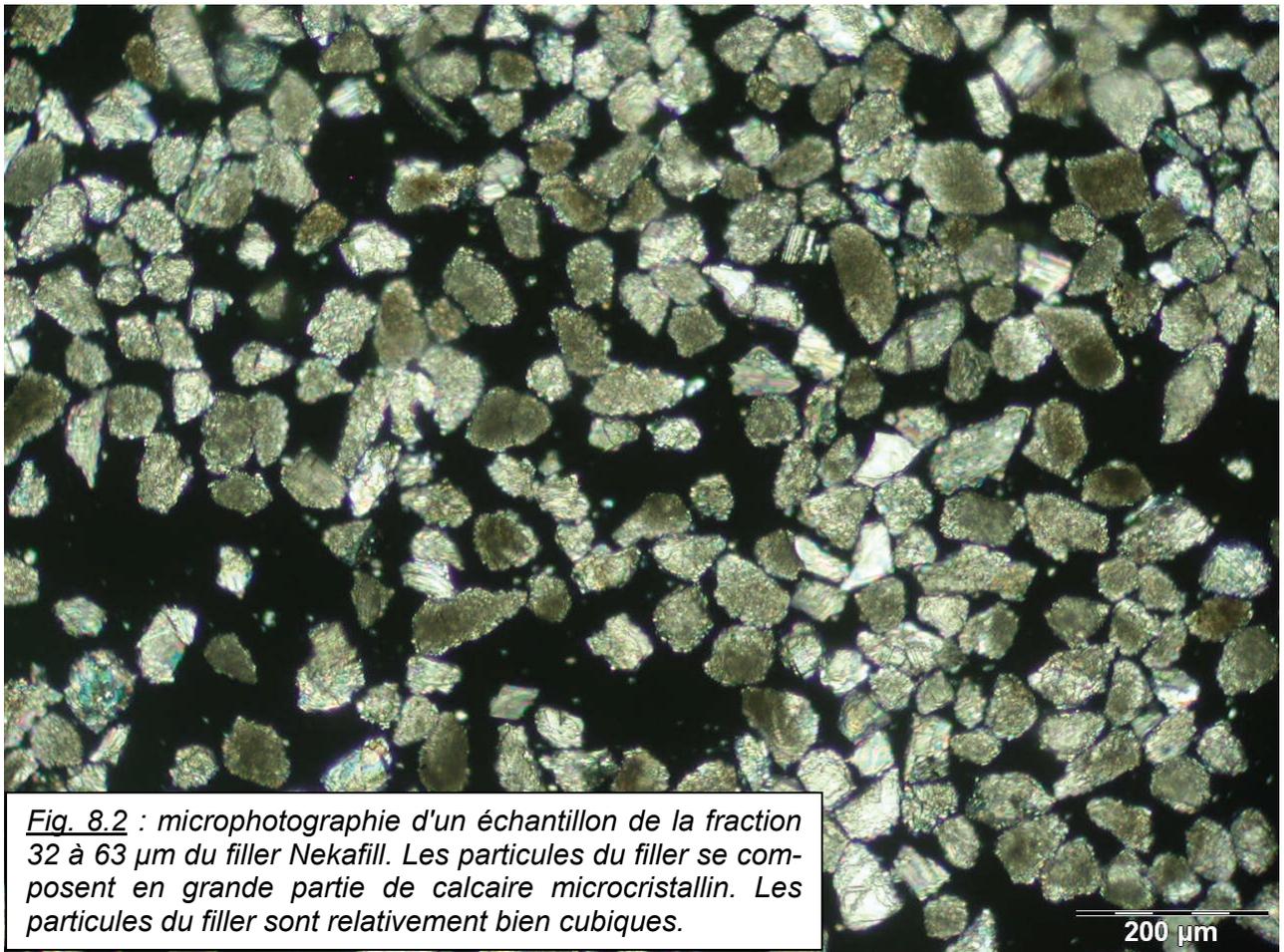
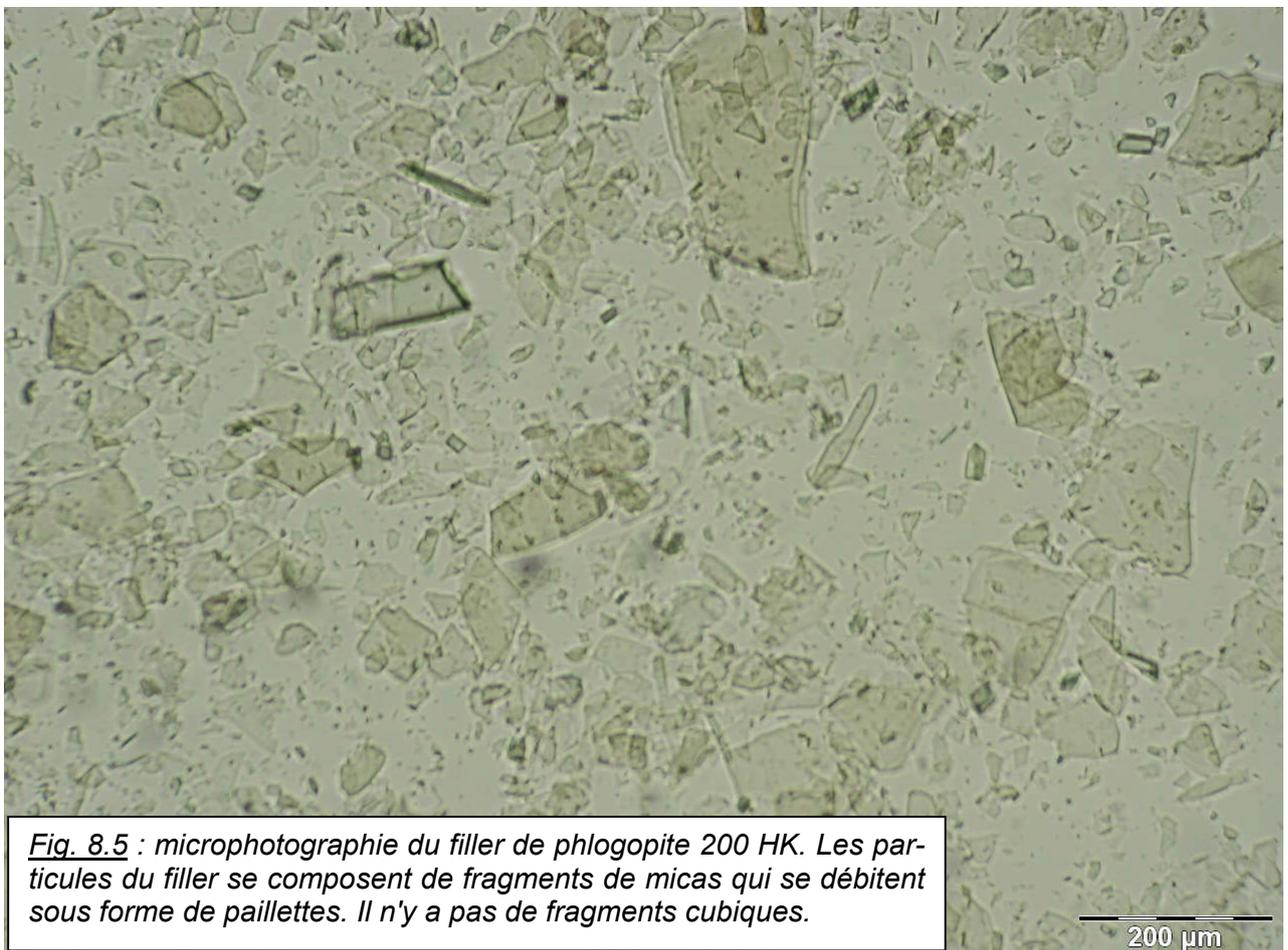
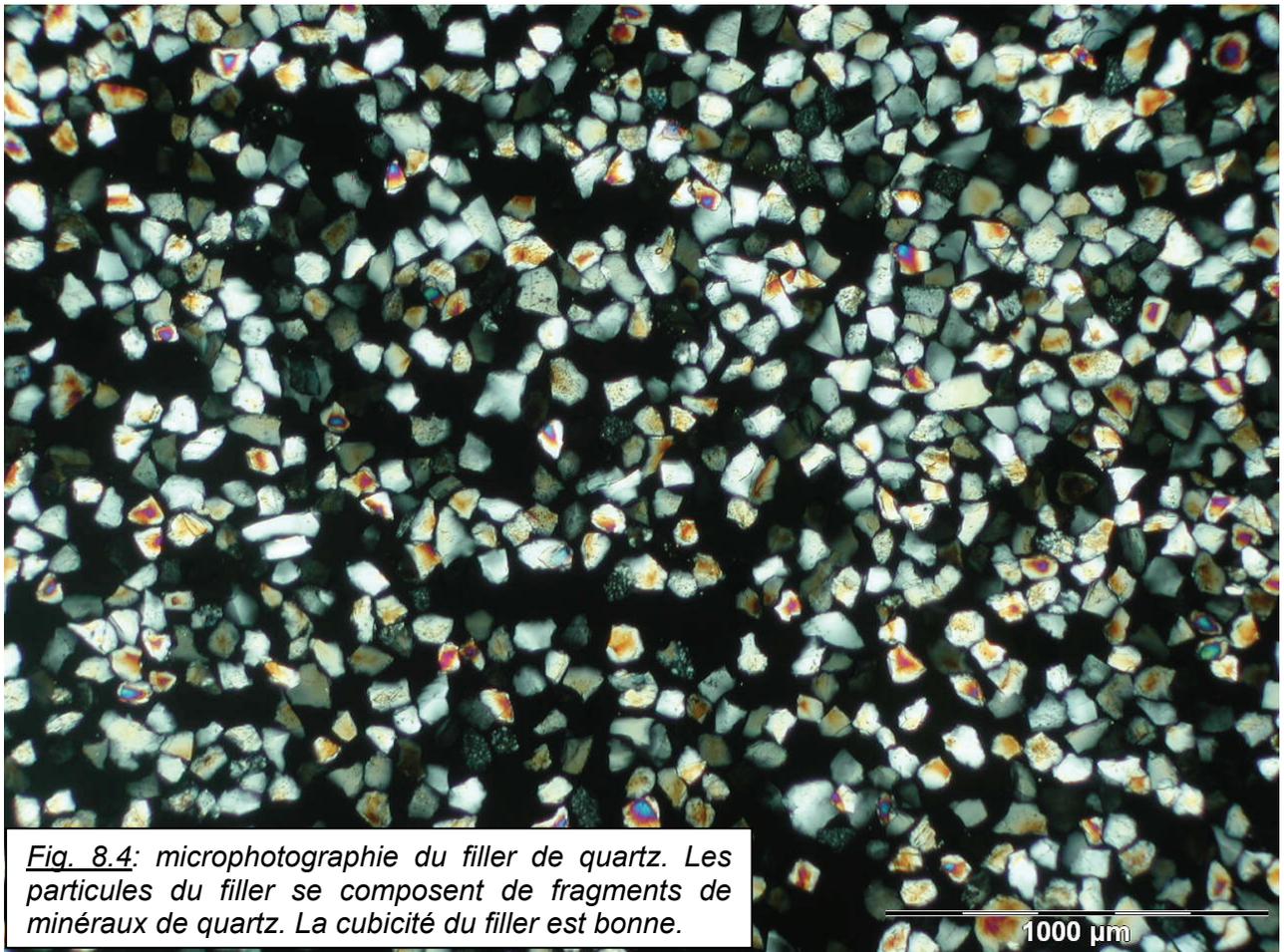


Fig. 8.1 : microphotographie sous le microscope stéréoscopique, agrandissement 20x. Section de la carotte n° 1 de la fig. 10.5. Il s'agit d'un fragment d'éprouvette composée de filler de quartz et de bitume après immersion dans l'eau à 40°C. Le grains de quartz présentent systématiquement un phénomène de désenrobage (exemples marqués par des flèches).

8.2 Microscopie en lumière polarisée





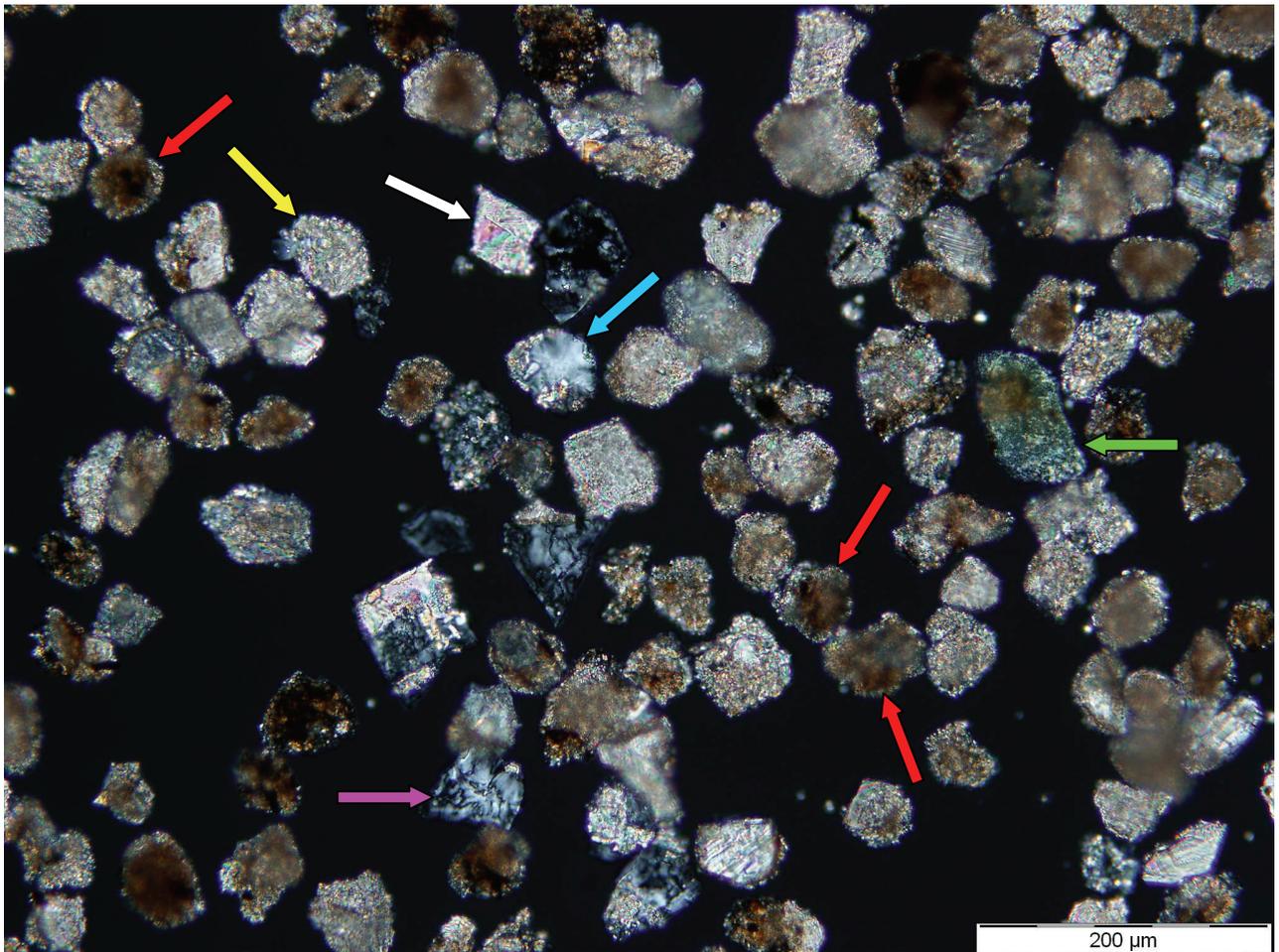


Fig. 8.6: microphotographie de la fraction 32 à 63 µm d'un filler industriel suisse composé de calcaires siliceux. Agrandissement 200x avec polariseurs croisés (les couleurs ne correspondent pas à la couleur des minéraux, mais à des couleurs d'interférences).

Cette microphotographie illustre bien la problématique liée à la présence de phyllosilicates dans le filler et la notion de phyllosilicate libre. Ces types de filler peuvent comporter entre 7 et 15 % de phyllosilicates qui sont essentiellement présents sous forme de très petites inclusions dans les fragments de calcaires siliceux. Les phyllosilicates libres sont par contre totalement absents de cette fraction. Sous forme d'inclusions, les phyllosilicates ne sont pas nocifs, exception faite des phyllosilicates gonflants. Des essais avec ce filler industriel selon [3] ont montré des modifications du volume de 1.4 %, ce qui correspond aux exigences de la norme avec de bonnes réserves. Les fillers composés de calcaires siliceux n'ont pas révélé de problème in situ.

De manière simplifiée, six types de fragments de roches se rencontrent dans ce filler:

- 1. des fragments de calcite (exemple marqué par une flèche blanche)*
- 2. des fragments de calcaire à cristaux fins (exemple marqué par une flèche jaune)*
- 3. des fragments de quartz (exemple marqué par une flèche bleue)*
- 4. des fragments de calcaires siliceux composés de fins cristaux de quartz et de carbonates (exemple marqué par une flèche verte)*
- 5. des fragments de spicules composés d'opale recristallisée en quartz à cristaux très fins (exemple marqué par une flèche rose)*
- 6. des fragments de calcaires siliceux comprenant des inclusions de phyllosilicates. Ces fragments présentent généralement une couleur brunâtre (exemples indiqués par des flèches de couleur rouge).*

L'examen par microscopie en lumière polarisée des fractions > 20 µm est généralement d'importance primordiale dans l'analyse d'un filler.

8.3 Microscopie électronique à balayage

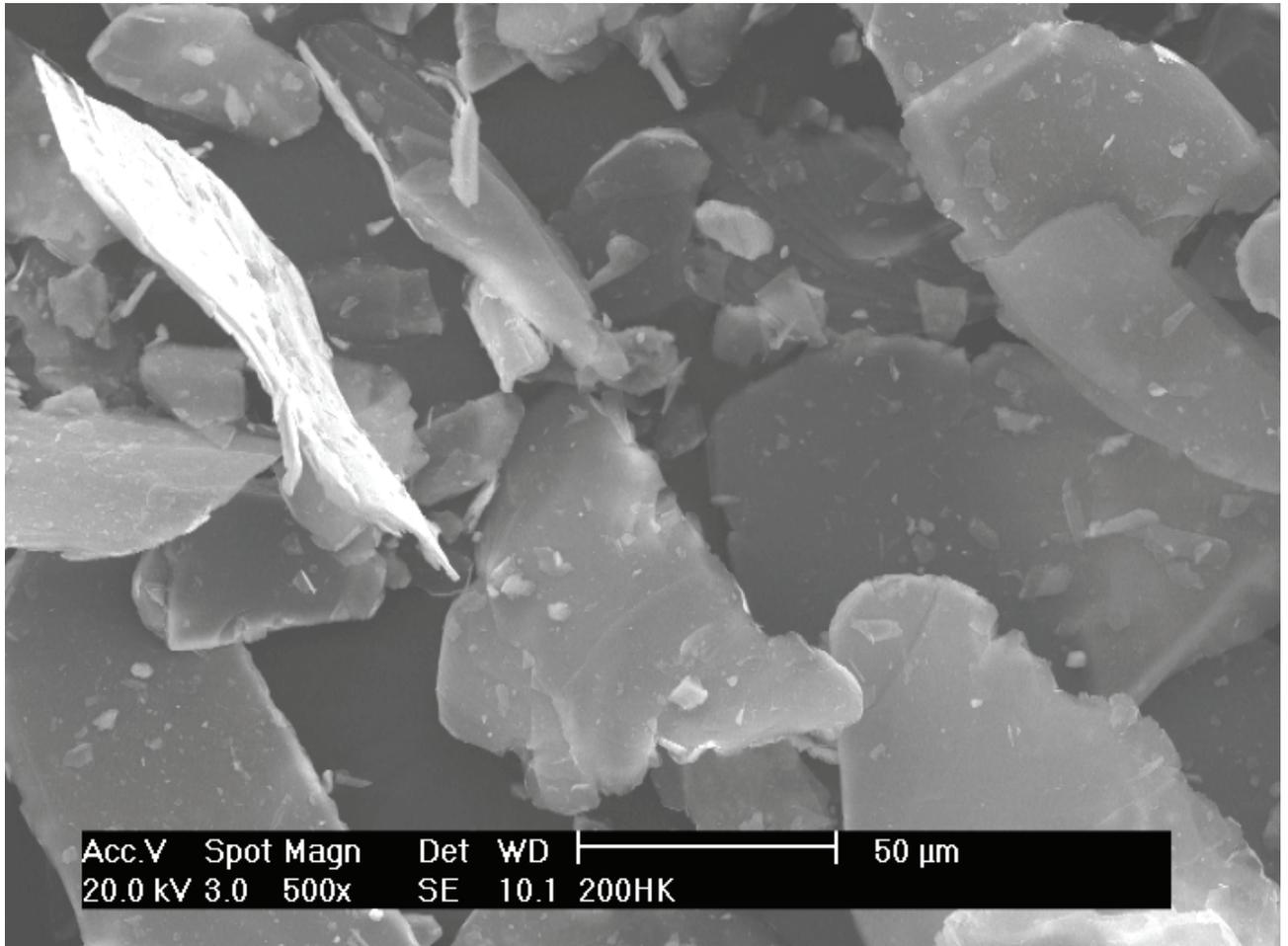


Fig. 8.7: microphotographie de l'échantillon 200HK agrandis 500x. Il s'agit de fragments de phlogopite relativement grossiers. La forme en minces feuillets relativement rigides des micas est bien reconnaissable dans cette microphotographie.

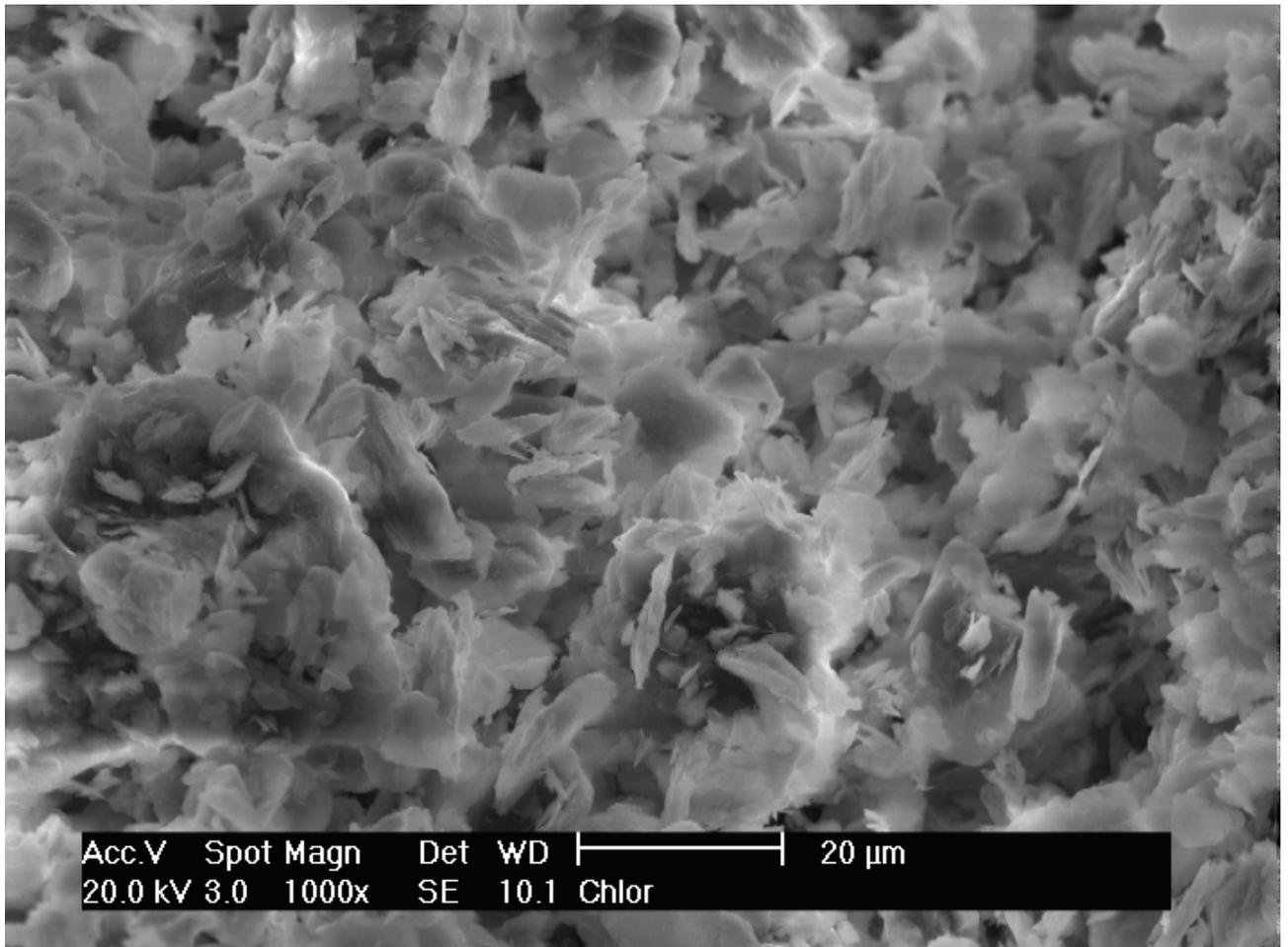


Fig. 8.8 : photomicroscopie sous le microscope électronique à balayage de l'échantillon de chlorite. Agrandissement 1000x. Les particules de chlorite se présentent sous forme de minces feuillets de taille relativement fine.

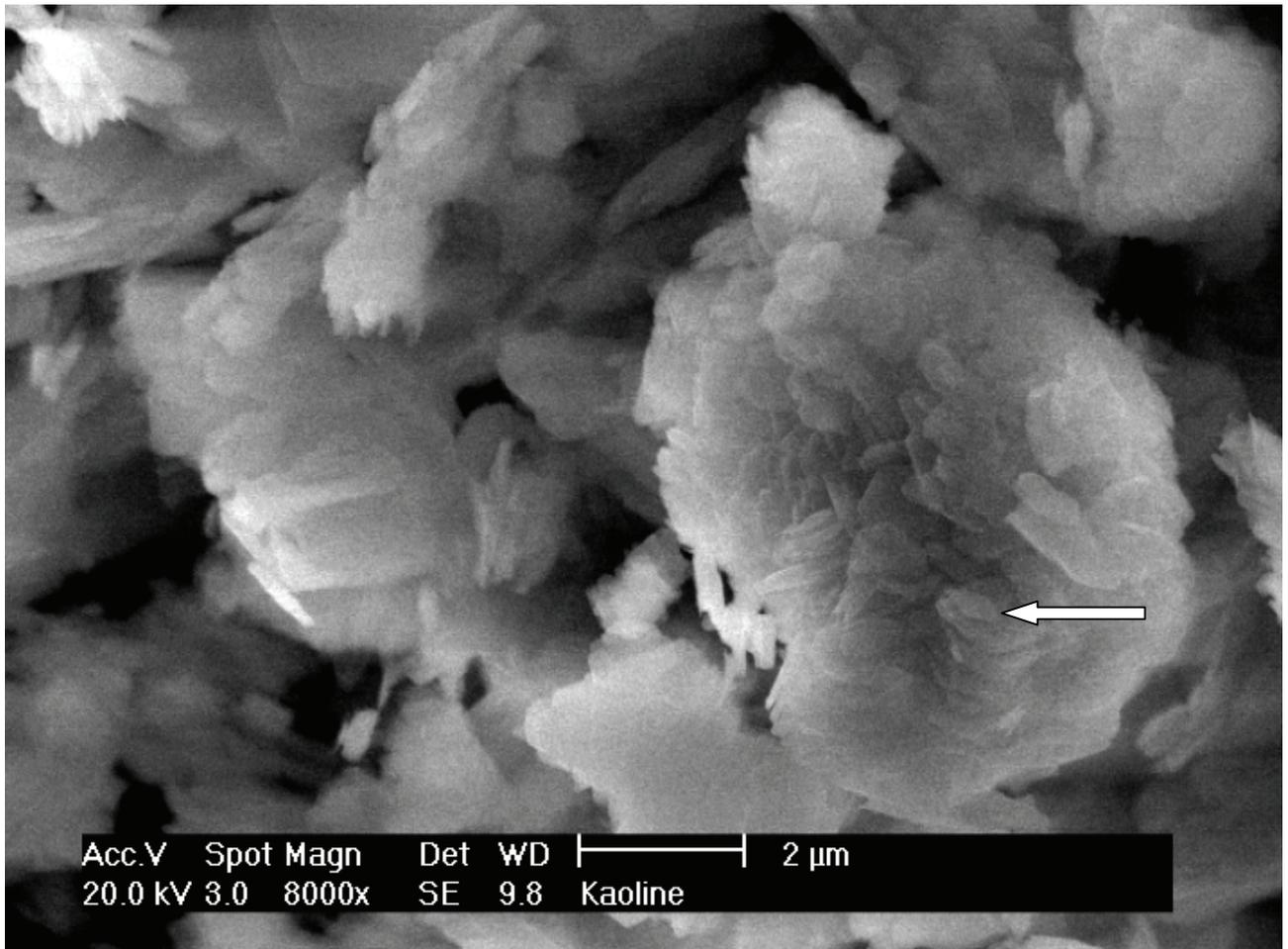


Fig. 8.9: photomicroscopie sous le microscope électronique à balayage d'un échantillon de kaolinite AKW FF 840. Agrandissement 8000x. Cette microphotographie montre que les particules qui composent le filler de kaoline sont composées d'agrégats de très petits cristaux en forme de paillettes de taille inférieure à 2 μm voire même inférieure à 1 μm (exemple marqué par une flèche).

9 Einfluss auf die mechanische Eigenschaften

Füller können unter Einfluss von Wasser quellen oder es kann die Adhäsion zwischen Füllern und Bindemitteln reduziert werden. Diese Faktoren sind von praktischer Relevanz, da mit solchen Füllern verbundene Schäden auf Strassen immer wieder zu beobachten waren. Dieser Problemstellung widmete sich umfassend der Forschungsauftrag FA VSS 1998/070 „Bases pour une normalisation des normes suisse SN 670 135 (fillers pour enrobés bitumineux) et SN 670 850 (teneur en minéraux argileux)“.

Im Rahmen dieses Auftrags interessiert auch die Frage der Auswirkung dieser Veränderung der Füllerkörner und ihrer Adhäsion auf die mechanischen Eigenschaften der mit ihnen realisierten bitumenhaltigen Schichten. Eine Änderung der mechanischen Eigenschaften, also ein Verlust an Steifigkeit, vielleicht gar verbunden mit einer Zunahme der Sprödigkeit würde die Schicht anfälliger auf mechanische Schädigungen machen. Der physikalisch-chemische Zerstörungsprozess würde damit beschleunigt werden.

Dabei ist der Zusammenwirkung von Wasser und mechanischer Belastung Beachtung zu schenken. Eine dynamische, mechanische Belastung führt auch zu einer entsprechenden dynamischen Verformung der Mikrorisse und Poren im Prüfkörper und fördert den Zutritt von Wasser.

Die Zielsetzung des Unterauftrages der Empa ist somit das Erfassen der Auswirkung der Füller auf das mechanische Verhalten einer bitumenhaltigen Modellschicht in Gegenwart von Wasser. Untersucht wurde auch der Mastix, also die Mischung von Bindemittel und Füller. Die Untersuchung des mechanischen Verhaltens in Abwesenheit sollte dabei die Grundlage schaffen, auf der die Auswirkung des Wassers auf den Mastix bewertet werden kann. Die Forschung soll somit Methoden entwickeln und bewerten, mit denen das Schadenspotential von Wasser bei empfindlichen Füller abgeklärt werden kann.

Der Auftrag bestand im Erfassen des Einflusses von Wasser auf die mechanischen Eigenschaften von bitumenhaltigen Mischungen. Die Ergebnisse sollen zum Validieren von Prüfverfahren des Forschungsauftrages beitragen.

9.1 Evaluation der angewandten Methoden

In einer ersten Phase wurden Ermüdungsprüfungen und Spurbildungsprüfungen an verdichtetem bitumenhaltigen Mischgut ins Auge gefasst. Da sich bei der Spurbildungsprüfung schon in der Evaluation grosse Probleme abzeichneten, wurde das Prüfprogramm durch die Prüfungen an Mastix und durch Verfolgen des Landzeitverhaltens unter Wassereinfluss erweitert. Somit stehen folgende Prüfverfahren zur Auswahl:

- Ermüdungsprüfung unter Wassereinwirkung
- Spurbildungstest zur Abklärung der Wassereinwirkung auf den Materialverlust durch Schubbeanspruchung zum Erzeugen von Abrieb
- Wassereinfluss bei erhöhter Temperatur 40 °C auf die mechanischen Eigenschaften
- Scher- und Wasserempfindlichkeitsprüfungen an Mastix, dem bezüglich Materialverlust von bitumenhaltigen Deckschichten besonders empfindlichen Anteil des Mischgutes.

Tabelle 9.1 Zusammenstellung der in die Evaluation einbezogenen Prüfverfahren

Prüfverfahren	Zielsetzung	Bezug zu Schaden	Machbarkeit
Ermüdungsprüfung mit Wassereinwirkung	Erfassen der kombinierten Einwirkung von dynamischer Verformung und Wasser	Kohäsionsverlust	Entwickeltes Verfahren, für Splitte erprobt
Spurbildungstest mit Schubbeanspruchung	Erfassen des Abriebes durch Schubbeanspruchung der Oberfläche	Materialverlust der Oberfläche	nicht realisierbar mit vorhandenem Gerät
Wassereinfluss bei 40 °C	Erfassen des Wassereinflusses auf die mechanischen Eigenschaften	Kohäsionsverlust	abgewandeltes Verfahren
Scher- und Wasserempfindlichkeitsprüfungen an Mastix mit dem DSR	Erfassen der Scherempfindlichkeit, des Regenerationsvermögens und der Wasserempfindlichkeit von Mastix	Materialverlust der Oberfläche wegen Versagen des Mastix	Bei Schwerempfindlichkeit abgewandeltes Verfahrens, bei Wasserempfindlichkeit neues Verfahren.

Tabelle 9.1: zeigt die Zusammenstellung der in die Evaluation einbezogenen Prüfverfahren mit Zielsetzung, Bezug zu Schäden und Angaben zur Machbarkeit. Die Tabelle zeigt, dass Bezüge zu zwei Schäden bestehen. Ermüdungsprüfung und Wassereinfluss simulieren Vorgänge, die einen Kohäsionsverlust im verdichteten Mischgut zur Folge haben. Der Einsatz des Spurbildungstesters sollte eine praxisnahe Oberflächenbeanspruchung simulieren und zielt daher auf Schädigungen der Oberfläche wie Ausmagerung oder Absanden. Die Untersuchungen des DSR weisen einen komplexeren Bezug zu Schäden auf. Sie erfassen Veränderungen im Mastix nach. Weil aber der Mastix als das eigentliche Bindemittel in Deckschichten zu betrachten ist, erfassen diese Prüfungen einen wesentlichen Faktor für den Materialverlust der Oberfläche. Diese Verfahren dienen somit als Ersatz für die ursprünglich vorgesehenen Untersuchungen mit dem Spurbildungsgerät.

9.1.1 Ermüdungsprüfung mit dem Koaxialen Schubtest

Der Koaxiale Schubtest ist in Sokolov, K., Gubler, R., Partl, M.N.: Extended Numerical Modeling and Application of the Coaxial Shear Test for Asphalt Pavements, Materials & Structures, Nr. 279, pp 515-522, June (2005) [45] im Detail beschrieben. Die Abbildung 2.1 zeigt das Prinzip des Prüfaufbaus. Der Stahlmantel wird dabei auf einem Prüftisch befestigt, der mit dem Rahmen der Prüfmaschine verbunden ist. Die sinusförmige Last wird mittels eines servohydraulischen Ventils aufgebracht und über eine Stange und den zentralen Stahlkern in den Prüfkörper eingeleitet. Die Last und die Verformung werden gemessen, daraus können wie in [45] beschrieben die Phase und der elastische Modul berechnet werden.

Weil der Prüfkörper im Versuchsaufbau gemäss Abbildung 2.1 besonders gut gegen Schädigung durch die mechanische Einwirkung des Prüfvorganges geschützt ist, erlaubt das Prüfverfahren Vorgänge in einem höheren Temperaturbereich zu bestimmen, als das mit anderen Verfahren (Zweipunkt-Biegung, Vierpunktbiegung, Spaltzug, uniaxialer Druck-Zug-Versuch) möglich ist. Ermüdungsprüfungen können somit in einem erhöhtem Temperaturbereich und mit Temperaturrampen durchgeführt werden. Die Abbildung 2.2 zeigt das Temperaturregime.

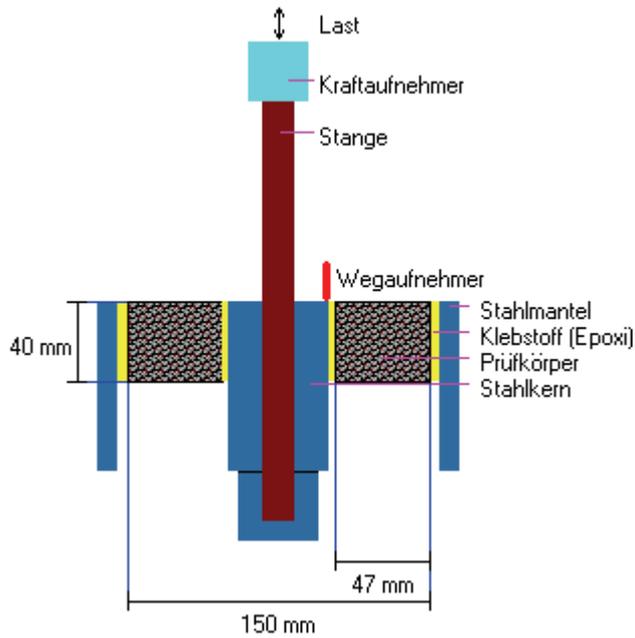


Abbildung 2.1: Prinzip des Prüfaufbaus für die Modulbestimmung mit dem coaxialen Schubtest

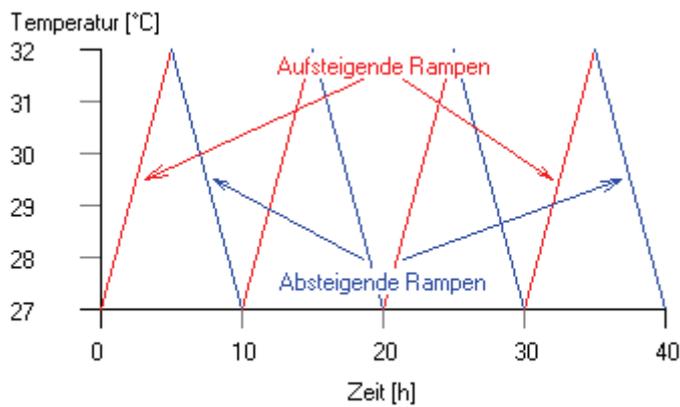


Abbildung 2.2: Temperaturregime bei der Bestimmung der Wasserempfindlichkeit unter zyklischer Belastung mittels KAST

Die Abbildung 2.3 zeigt ein typisches Ergebnis. Man erkennt die Temperaturrampen, die Abhängigkeit der Module von der Temperatur und eine anfangs deutliche Abnahme mit der Zeit (gut erkennbar an den einzelnen Maxima der Module) gefolgt von einer nur noch geringen Abnahme.

Im Forschungsauftrag wurde diese Prüfung als Vergleichsprüfung an einem Prüfkörper mit einem wasserempfindlichen Füller durchgeführt.

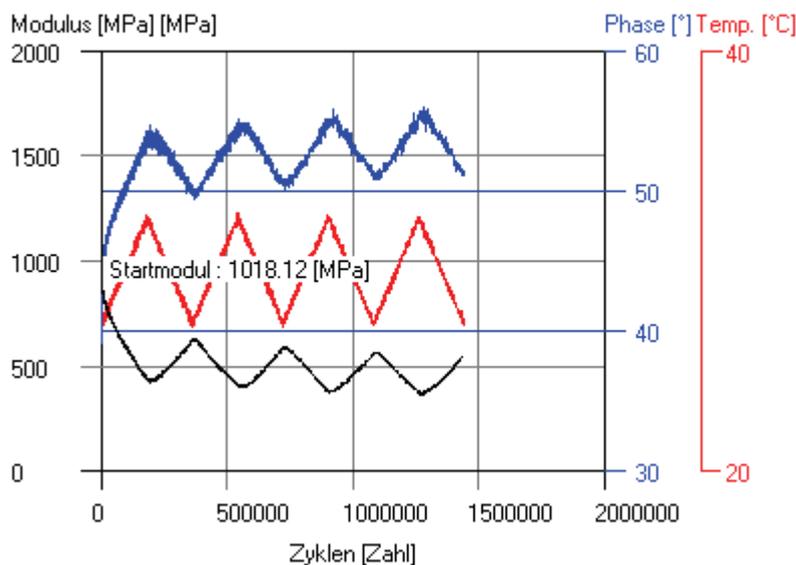


Abbildung 2.3: Beispiel einer Ermüdungsprüfung mit Temperaturrampen

9.1.2 Wasserempfindlichkeit mit dem koaxialen Schubtest, Dauerbelastung

Indem zwischen Prüfkörper und ein Wasserbad montiert wird, kann die Prüfung unter Wasser durchgeführt werden. Es werden, abgesehen vom Versuchsaufbau, die gleichen Versuchsbedingungen angewendet wie für die Ermüdungsprüfung gemäss Kapitel 2.1. Da die Prüfungen den Prüfkörper zerstören, muss mit zwei verschiedenen Prüfkörpern gearbeitet werden. Die Prüfung ist in Gubler, R., Baida, L.G., Partl, M.N.: A New Method to Determine the Influence of Water on Mechanical Properties. International Journal of Road Materials and Pavement Design, Hermes Science Publications, Special Issue EATA 2004, pp 259-279, (2004) [46] beschrieben.

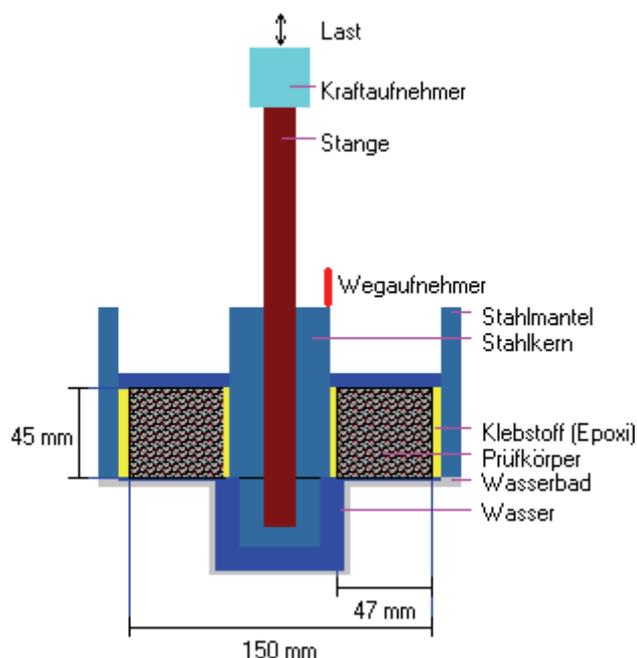


Abbildung 2.4: Prinzip des Prüfaufbaus für die Bestimmung der Wasserempfindlichkeit unter zyklischer Belastung

Im Forschungsauftrag wurde diese Prüfung zur Bestimmung der Wasserempfindlichkeit durchgeführt.

9.1.3 Wasserempfindlichkeit mit dem Koaxialen Schubtest, ohne Belastung

Diese alternative Methode der Bestimmung der Wasserempfindlichkeit wurde für diese Forschung entworfen. Das Verwenden einer höheren Temperatur von 40 °C und das nur kurze Belasten für das Bestimmen der mechanischen Eigenschaften reduziert deren Einfluss auf ein Minimum.

Es werden die Versuchsbauteile der Kapitel 2.1 und 2.2 verwendet. Das Prüfprogramm beginnt mit einer Temperierung und einer Bestimmung der mechanischen Eigenschaften nach Erreichen des Temperaturgleichgewichtes. Dem folgen 15 identische Abschnitte mit 10800 s (3 Stunden) der Konditionierung und anschließender Bestimmung der mechanischen Eigenschaften. Die Prüfbedingungen sind in Tabelle 9.1 zusammengestellt. Die mechanischen Eigenschaften werden bei 3 Frequenzen und dabei je bei drei Amplituden bestimmt. Die Amplituden sind bewusst so klein gewählt, dass keine Zerstörung durch die Verformung auftreten kann. Die Variation der Amplituden erlaubt es aber, das mechanische Verhalten detailliert zu erfassen. Es kann so festgestellt werden, ob die Prüfung wirklich im linear elastischen Bereich stattfindet und auch die Reaktion des Materials auf die Belastung genau erfasst werden.

Tabelle 9.2: Prüfbedingungen für die Bestimmung der Wasserempfindlichkeit ohne Dauerbelastung

Zeitangaben	
Wartezeit am Anfang [s]	4000
Temperierzeit zwischen Temperaturen [s]	10800
Prüfparameter	
Temperaturliste, 16 Werte	immer 40 °C
Frequenzliste [Hz], 3 Werte	2, 5, 10
Regelungsart	verformungsgeregelt
Amplitudenliste [mm], 3 Werte	0.005, 0.01, 0.015
Anzahl Messungen pro Prüfbedingung	6

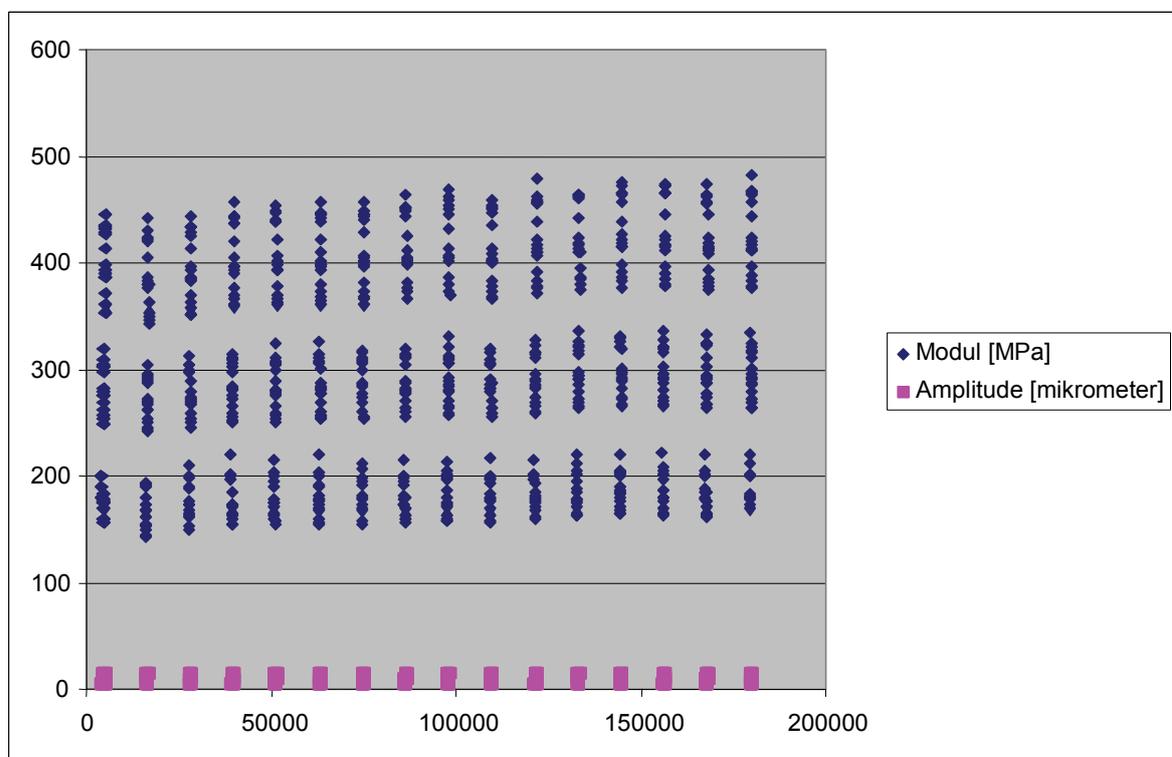


Abbildung 2.5: Entwicklung der Module als Funktion der Zeit bei Konditionierung in der Luft bei 40 °C, Zeitachse in Sekunden

Dieses Ziel wurde erreicht, wie die Abbildung 2.5 zeigt. Es können drei Bänder mit Modulwerten beobachtet werden, wobei das tiefste einer Frequenz von 2, das mittlere einer Frequenz von 5 und das höchste einer Frequenz von 10 Herz entspricht. Innerhalb eines Bandes besteht eine geringe Abhängigkeit der Modulwerte von der Verformungsamplitude, wobei die grösste Verformung den kleinsten Modul liefert (Abbildung 2.6). Das Material ist somit nicht völlig, aber doch weitgehend linearelastisch. Eine vergleichbar grosse Abnahme des Moduls findet während den sechs Messungen zu jedem Paar Frequenz / Amplitude statt. Der Modul der letzten der sechs Messungen ist meistens praktisch gleich wie der Erste bei der nächsthöheren Amplitude, wie die mehrheitlich horizontale Linie während der Ruhezeit zwischen den Amplituden zeigt. Es besteht also auch eine gewisse Scherempfindlichkeit. Die beobachtete Abnahme ist komplet reversibel, wie die Abbildung 2.5 zeigt. Von einem Kumulieren der Abnahme ist keine Rede, sondern es ist im Gegenteil eine leichte Zunahme der Module festzustellen. Diese kann als Folge einer leichten Verhärtung des Bindemittels durch die Konditionierung interpretiert werden.

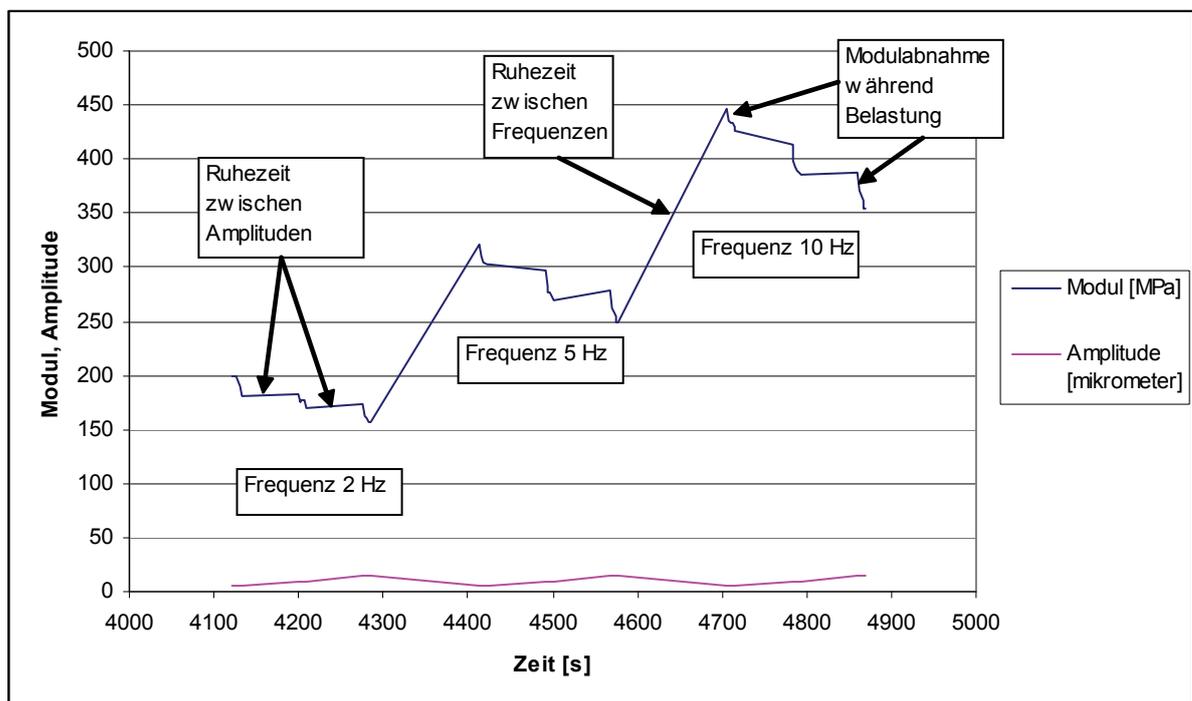


Abbildung 2.6: Detail der Entwicklung der Module als Funktion von Frequenz, Amplitude und Belastungszeit

Die Prüfung erfasst somit den Einfluss der Konditionierung auf den Modul. Dabei wird der gleiche Prüfkörper zuerst die Konditionierung bei 40 °C in Luft und anschliessend jene bei 40 °C unter Wasser angewendet. Im zweiten Fall kann keine Modulzunahme mehr festgestellt werden, wie Abbildung 2.7 zeigt.

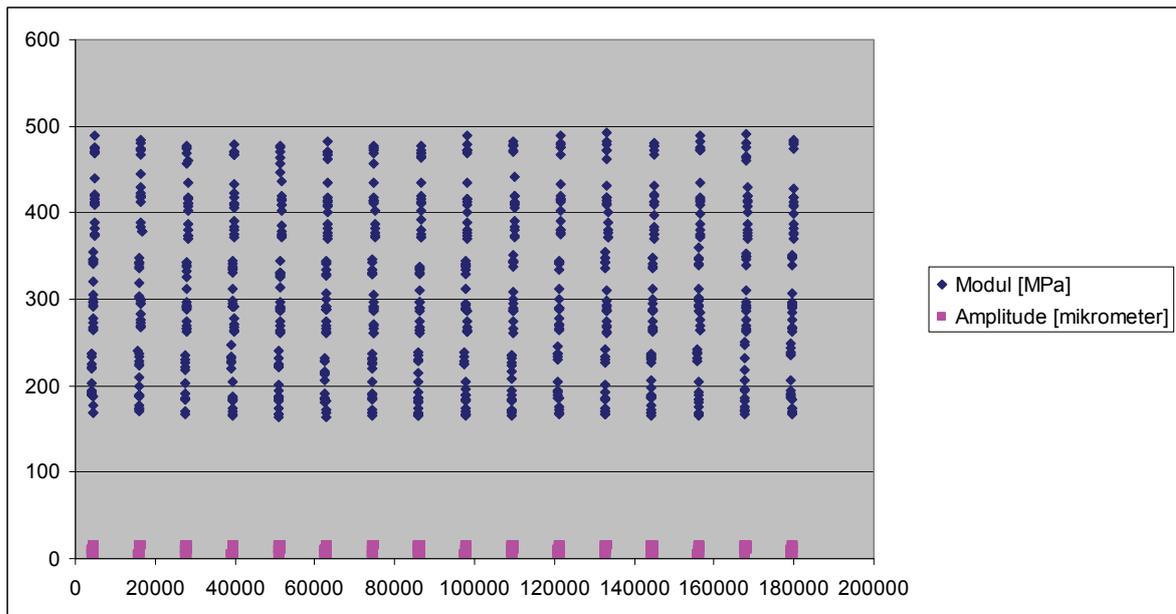


Abbildung 2.7: Entwicklung des Betrages des komplexen Schubmoduls als Funktion der Zeit bei Konditionierung in Wasser bei 40 °C, Zeitachse in Sekunden

9.1.4 Scherempfindlichkeit mit dem DSR

Die Untersuchungen am Mastix wurden in Angriff genommen, weil sich bei der in Kapitel 2.1 und 2.2 beschreibenden Methode keinen Einfluss des Füllers nachweisen liess. Es sollte überprüft werden, ob der hohe Füllergehalt im Mastix zur einem ausgeprägten Einfluss führt.

Die Prüfung wird mittels einem Dynamic Shear Rheometer (DSR) durchgeführt. Gerät und Prüfverfahren zur Bestimmung des Betrages der Schubmoduls sind in EN14770 [47] beschrieben. Das Gerät lässt eine Vielzahl von Prüfverfahren zu, die in dieser Forschungen verwendeten Verfahren werden im Sinne einer Präzisierung und Ergänzung zu den Angaben der Norm beschrieben.

Der Mastix wird zwischen zwei kreisrunden Metallflächen, Durchmesser 8 mm, Abstand 1mm, fixiert. Die obere Fläche des Stempels wird durch das Gerät in eine oszillatorisch Schwingung versetzt und dabei werden Auslenkwinkel und Drehmoment erfasst und zur Berechnung des komplexen Moduls verwendet. Die Abbildung 2.8 zeigt den Prüfaufbau.

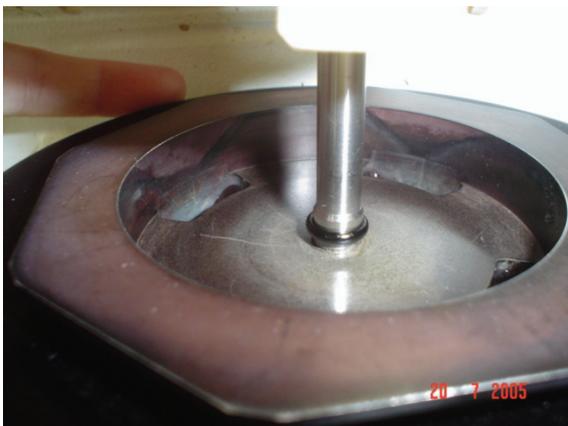


Abbildung .2.8: Foto des Prüfaufbaus

Abbildung 2.9 zeigt den Prüfablauf. Die Frequenz beträgt 10 Hz, während etwa 300 Zyklen wird der Mastix bei einer tiefen Amplitude der Dehnung (0.01 m/m) belastet, gefolgt von einer Belastung bei einer höheren Dehnung (0.1 m/m). Man erkennt deutlich einen raschen Abfall (Zyklen 300 bis 400), gefolgt von einem langsameren. Die Kurven wurden modelliert, der Abfall der ersten 100 Zyklen nach Aufbringen der Scherung wurde der Erwärmung durch die Oszillationsenergie zugeschrieben, denn bei einer 1 mm dicken Schicht kann das Erreichen des

Temperaturgleichgewichtes inert 10 s erwartet werden. Der folgende Abfall wurde einer Veränderung des Füllgerüsts zugeschrieben.

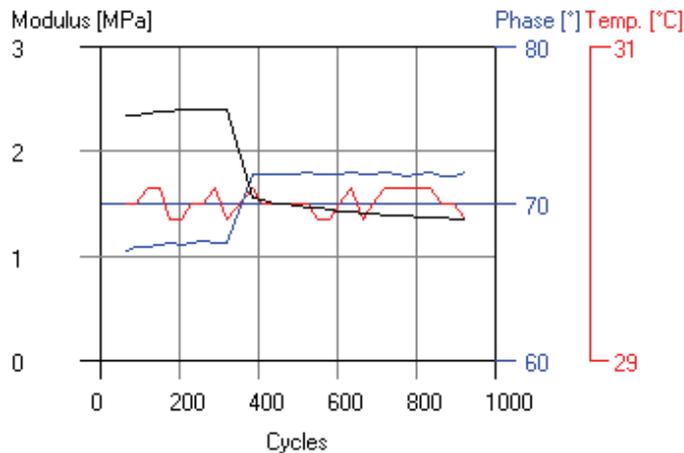


Abbildung 2.9: Beispiel einer Prüfung zur Ermittlung der Scherempfindlichkeit

9.1.5 "Recovery" mit dem DSR

Bei diesem Test wird der Mastix während etwa 600 Zyklen der Dehnung von 0.01 m/m unterworfen, gefolgt von etwa 3000 Zyklen bei einer mittleren Dehnung von 0.03 m/m (Abbildung 2.10). Um festzustellen, wieweit das Material sich von dieser Belastung erholt, folgen weitere 2000 Zyklen bei der Dehnung von 0.01 m/m. Die Abbildung 2.10 zeigt, dass eine praktisch völlige Regeneration stattfindet. Wird dann dem Material eine Dehnung von 0.1 m/m aufgezwungen, so findet ein stärkerer Abfall statt, und die Fähigkeit zur Regeneration geht weitgehend verloren.

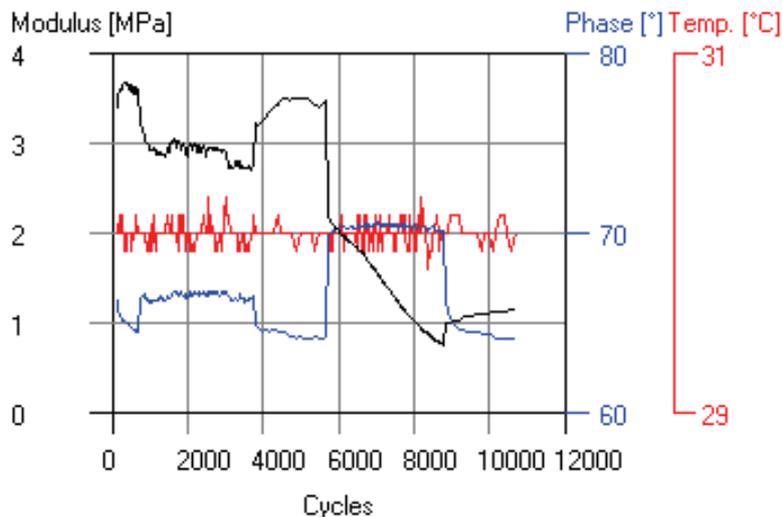


Abbildung 2.10: Beispiel einer Prüfung zur Ermittlung der Fähigkeit zu Recovery

9.1.6 Wasserempfindlichkeit mit dem DSR

Um jegliche mechanische Beeinträchtigung zu vermeiden, wurden diese Prüfungen bei der Dehnung von 0.01 m/m durchgeführt. Die gleiche Probe wurde dabei einmal unter Wasser und einmal in Luft geprüft. Die Prüfbedingungen sind in Tabelle 9.3 zusammengestellt. Es ergaben sich kaum vergleichbare Ergebnisse, da die Wärmeleitung in Luft und Wasser zu verschieden waren (Abbildungen 9.11 und 9.12).

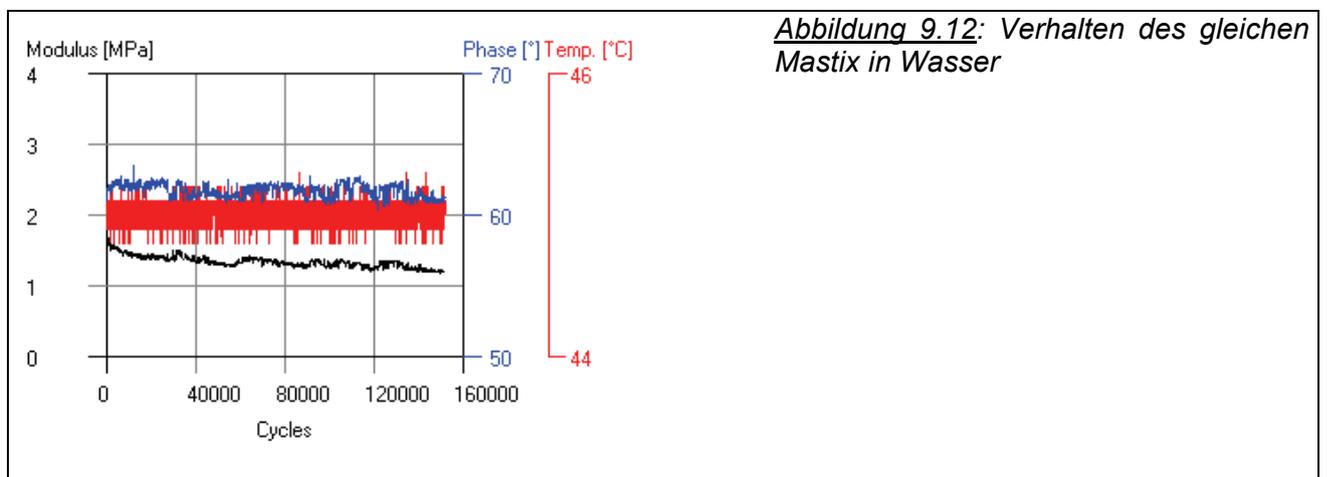
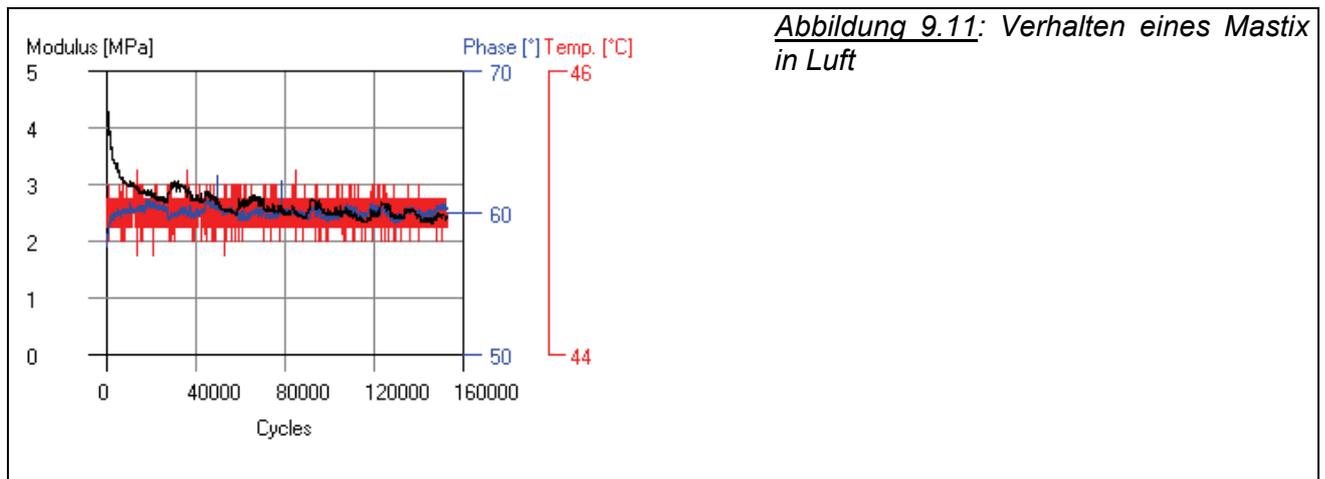
Die Füllerkonzentrationen wurden möglichst hoch gewählt, weil bei tiefen Konzentrationen das Wasser gar nicht in den dichten Mastix eindringen kann. Dabei zeigten sich allerdings Grenzen, da bei sehr hohen Füllergehalten

- der Mastix inhomogen wird
- brauchbare Analysenproben schwierig herzustellen sind
- sich Adhäsionsprobleme zwischen Mastix und Bodenplatte beziehungsweise Stempel zeigten.

Wie die Ergebnisse in Kapitel 4.5 zeigen, hängen die realisierbaren Konzentrationen sehr stark von den Eigenschaften der Füller ab.

Tabelle 9.3 Prüfbedingungen für die Bestimmung der Wasserempfindlichkeit mit dem DSR

Grösse	
Prüftemperatur [°C]	45
Dehnung [m/m]	0.01
Frequenz [Hz]	10
Anzahl Lastwechsel	70'000
Spaltbreite [mm]	2
Durchmesser des Stempels [mm]	8



9.2 Materialien

9.2.1 Mineralstoffe

Die Untersuchungen an Mischgut wurden mit den Füllern Netstal und „Argile“ durchgeführt. Der Füller „Argile“ wurde der Empa von der Leitung des Forschungsprojektes zugestellt und enthielt 10% eines quellfähigen Füllers (Montmorillonit Cheto, siehe Kap. 4.8 und 5.1.1). Zusätzlich wurden der Empa von der Leitung des Forschungsprojektes die Füller A, I, K und Q zugestellt. Die Füller 1, 2, 3, 7 und 8 sind im Empa-Projekt verwendet worden.

Tabelle 9.4 Karbonatgehalt der Füller 1, 2, 3, 7 und 8

Probe	Karbonatgehalt (Masse-%)
Füller 1	96 ± 5
Füller 2	4 ± 5
Füller 3	20 ± 5
Füller 7	65 ± 5
Füller 8	100 ± 5

Tabelle 9.5 Mineralogische Zusammensetzung des in Salzsäure unlöslichen Anteils der Füller, 3, 7 und 8

Probe	Quarz	Feldspat	Muskowit	Chlorit	Montmorillonit	Kaolinit	Illit
Füller 1	●	◻	◻	-	-	●	-
Füller 2	●	●	-	-	-	-	-
Füller 3	●	◻	◻	◻	-	-	◻
Füller 7	●	◻	-	-	◻	-	-
Füller 8	●	◻	◻	-	◻	-	◻

- = Hauptbestandteil
- ◻ = Nebenbestandteil
- ◻ = Spuren
- = unterhalb Nachweisgrenze

Tabelle 9.6 Korngrößenverteilung der Füller 1, 2, 3, 7 und 8

Korngrösse	Füller 1	Füller 2	Füller 3	Füller 7	Füller 8
[mm]	[Masse-%]	[Masse-%]	[Masse-%]	[Masse-%]	[Masse-%]
0.101	80.4	92.0	95.8	96.8	99.3
0.083	70.1	86.4	91.5	93.1	98.0
0.068	61.2	79.4	85.3	87.4	95.4
0.046	49.0	64.5	70.4	71.1	85.7
0.031	41.5	51.6	56.6	53.3	72.5
0.0209	35.4	40.8	44.4	37.4	58.1
0.0172	32.5	36.0	38.9	30.9	51.1
0.0095	24.1	23.9	24.8	17.4	32.5
0.0052	16.5	14.1	14.2	9.9	17.6
0.0043	14.1	11.4	11.4	8.1	13.7
0.0029	9.7	6.8	7.0	5.2	7.6
0.0013	2.2	1.4	1.5	1.2	1.5

Tabelle 9.7 Angaben zu den Füllern A, I, K und Q

Probe	Angaben
Füller A	Marmor
Füller I	Muskovit, 325 mesh
Füller K	Kaolinit
Füller Q	Quarz

9.2.2 Bindemittel

Die Herkunft der verwendeten Bindemittel ist in Tabelle 9.8 nach Anwendung gegliedert aufgeführt.

Tabelle 9.8 Verwendete Bindemittel

Herstellung von Mischgut	Bitumen 70-100, EMPA-Bestand
Herstellung von Mastix	Bindemittel B, F und G gemäss [GUB.R05]

Tabelle 9.9 Penetration und Erweichungspunkt der Bindemittel

	Bindemittel			
	Empa-Bestand	B	F	G
Sorte, Typ	70-100	70 -100	Elastomer-mod.	Plastomer-mod.
Penetration [0.1mm]	76	95	42	52
Erweichungspunkt [°C]	45	45.0	72.4	59.8

Die Module und Phasen des Bindemittels B sind in Tabelle 9.10 und Tabelle 9.11 zusammengefasst. Die Module sind in Abbildung 9.13 dargestellt. Abbildung 9.14 zeigt das Black-Diagramm. Die Daten sind aus R. Gubler, M. N. Partl, Einfluss schweizerischer Filler auf die Alterung von bituminösen Bindemitteln und die Rissbildung im Belag, Forschungsbericht, 1138, 2005 [48] entnommen.

Tabelle 9.10 Komplexe Module des Bindemittels B als Funktion von Temperatur und Frequenz

Frequenz [s ⁻¹]	0.1	0.2	0.4	0.7	1	1.5	2	4	7	10
Temperatur [°C]	Komplexer Modul [kPa]									
40	4.803	9.089	16.51	26.53	36.04	49.75	63.32	109.9	167.8	221.6
45	2.096	4.005	7.352	12.56	16.46	23.56	30.75	53.85	84.27	112.4
50	0.9474	1.807	3.452	5.642	7.914	11.26	14.38	26.44	42.05	56.34
55	0.438	0.8726	1.668	2.795	3.922	5.631	7.272	13.52	22.17	30.11
60	0.2279	0.4407	0.8752	1.477	2.058	3.035	3.986	7.382	12.3	16.78
65	0.1132	0.2206	0.4421	0.7847	1.087	1.584	2.07	4.024	6.68	9.355
70	0.0588	0.1188	0.2356	0.4081	0.5803	0.8624	1.146	2.221	3.706	5.19

Tabelle 9.11 Phasen des Bindemittels B als Funktion von Temperatur und Frequenz

Frequenz [s ⁻¹]	0.1	0.2	0.4	0.7	1	1.5	2	4	7	10
Temperatur [°C]	Phase [°]									
40	81.8	79.1	77.3	75.9	74.1	73.8	72.9	71.3	69.6	68.0
45	83.3	83.9	80.4	77.5	77.0	76.1	75.2	73.6	72.5	71.4
50	85.0	82.8	83.0	81.3	80.5	79.3	79.0	75.9	75.4	74.5
55	86.7	85.5	84.4	86.5	83.6	82.0	80.9	79.0	78.0	76.8
60	87.6	87.8	86.9	85.0	84.2	83.4	84.0	81.1	80.4	79.8
65	88.0	88.9	87.6	86.0	84.7	85.5	84.3	83.9	82.5	81.8
70	89.5	89.4	88.4	88.4	88.2	87.1	86.3	85.0	84.5	84.6

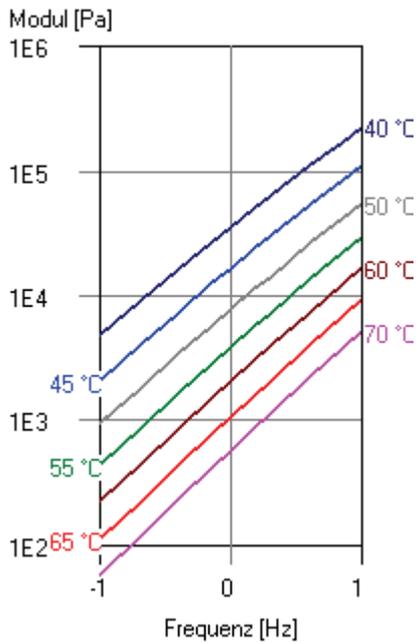


Abbildung 9.13: Module des Bindemittels B in Abhängigkeit der Frequenz für verschiedenen Temperaturen

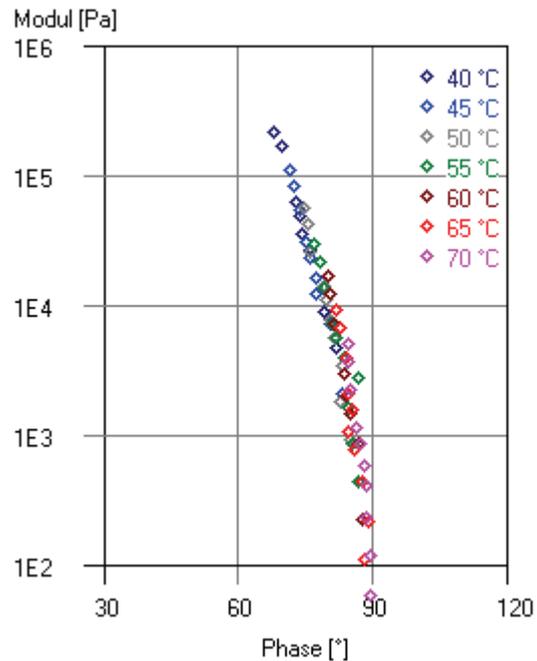


Abbildung 9.14: Black-Diagramm für das Bindemittel B

Die Module und Phasen des Bindemittels F sind in Tabelle 9.12 und Tabelle 9.13 zusammengefasst. Die Module sind in Abbildung 9.15 dargestellt. Abbildung 9.16 zeigt das Black-Diagramm.

Tabelle 9.12 Komplexe Module des Bindemittels F als Funktion von Temperatur und Frequenz

Frequenz [s ⁻¹]	0.1	0.2	0.4	0.7	1	1.5	2	4	7	10
Temperatur [°C]	Komplexer Modul [kPa]									
40	19.86	31.01	48.33	72.65	93.18	120.6	144.5	226.2	323.3	409.8
45	10.91	17	27.6	39.48	50.6	65.86	80.97	127.3	185.8	232.8
50	6.452	9.821	15.64	22.72	29.09	37.64	45.93	72.41	106.3	135.5
55	3.817	5.596	9.039	13.1	16.45	21.78	26.4	41.74	61.38	78.43
60	2.336	3.443	5.376	7.484	9.653	12.65	15.27	24.75	35.51	45.46
65	1.326	2.086	3.132	4.582	5.753	7.499	9.093	14.45	21.05	27.14
70	0.7372	1.151	1.861	2.597	3.262	4.314	5.234	8.357	12.36	15.65

Tabelle 9.13 Phasen des Bindemittels F als Funktion von Temperatur und Frequenz

Frequenz [s ⁻¹]	0.1	0.2	0.4	0.7	1	1.5	2	4	7	10
Temperatur [°C]	Phase [°]									
40	58.3	58.0	60.8	59.5	58.8	59.2	58.5	58.2	57.7	57.0
45	60.2	58.0	59.2	58.9	59.8	59.9	59.1	59.8	59.4	59.3
50	56.0	58.7	59.3	59.3	61.1	60.3	60.6	60.6	60.8	60.3
55	54.5	58.0	58.3	59.1	59.6	60.0	59.6	61.1	61.0	61.3
60	53.5	56.3	58.4	58.5	60.2	59.5	59.5	61.3	61.0	61.8
65	52.3	56.7	57.9	58.9	59.0	59.3	59.5	60.9	61.1	61.9
70	54.8	56.9	58.1	57.4	59.5	60.1	60.5	61.2	61.8	62.4

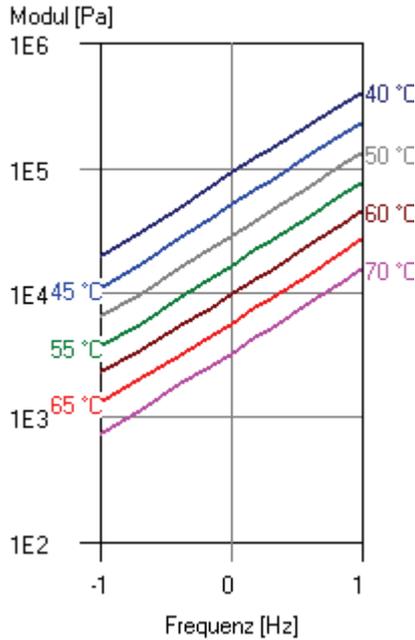


Abbildung 9.15: Module des Bindemittels F in Abhängigkeit der Frequenz für verschiedenen Temperaturen

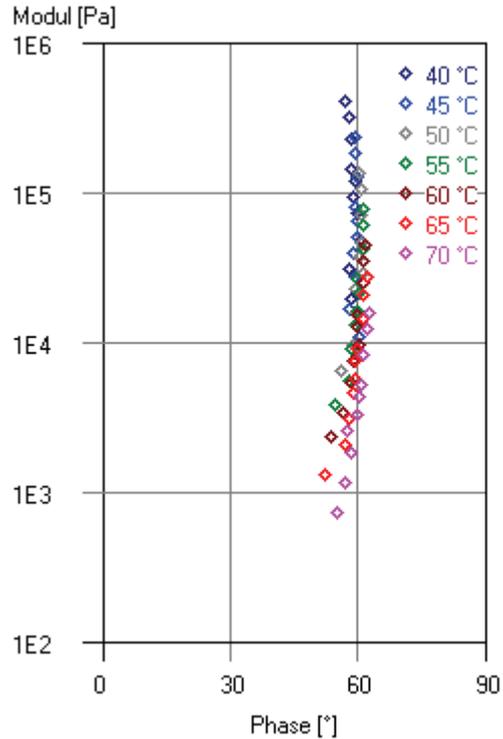


Abbildung 9.16: Black-Diagramm für das Bindemittel F

Die Module und Phasen des Bindemittels G sind in Tabelle 9.14 und Tabelle 9.15 zusammengefasst. Die Module sind in Abbildung 9.17 dargestellt. Abbildung 9.18 zeigt das Black-Diagramm.

Tabelle 9.14 Komplexe Module des Bindemittels G als Funktion von Temperatur und Frequenz

Frequenz [s ⁻¹]	0.1	0.2	0.4	0.7	1	1.5	2	4	7	10
Temperatur [°C]	Komplexer Modul [kPa]									
40	9.316	15.85	26.65	40.19	50.66	66.93	80.78	128.2	186.3	233.4
45	5.151	8.573	14.19	21.12	27.78	37.2	45.62	73.87	107.6	137
50	2.408	4.256	7.309	11.35	14.95	20.29	24.67	41.67	61.43	78.88
55	1.214	2.254	3.867	6.029	7.996	10.92	13.73	23.2	34.79	45.11
60	0.5909	1.074	1.941	3.073	4.043	5.66	7.236	12.35	18.71	24.54
65	0.2825	0.5098	0.9575	1.54	2.079	2.975	3.737	6.526	10.23	13.55
70	0.1564	0.2921	0.5579	0.8957	1.245	1.771	2.251	4.035	6.35	8.547

Tabelle 9.15 Phasen des Bindemittels G als Funktion von Temperatur und Frequenz

Frequenz [s ⁻¹]	0.1	0.2	0.4	0.7	1	1.5	2	4	7	10
Temperatur [°C]	Phase [°]									
40	71.4	67.3	64.8	63.2	61.9	62.0	61.6	59.6	59.3	58.1
45	71.8	69.4	66.2	66.1	63.5	64.6	63.7	62.5	61.7	60.4
50	75.5	71.4	70.7	68.0	67.9	67.3	66.3	64.2	64.2	63.6
55	76.4	74.6	72.7	71.5	70.8	69.7	69.1	68.1	66.4	66.3
60	78.7	77.9	75.8	74.0	72.9	71.8	71.0	69.7	69.3	68.2
65	81.3	80.3	78.4	76.0	76.4	74.6	73.8	72.2	70.6	70.0
70	83.0	82.7	80.5	80.7	78.9	77.0	76.8	74.8	73.9	73.4

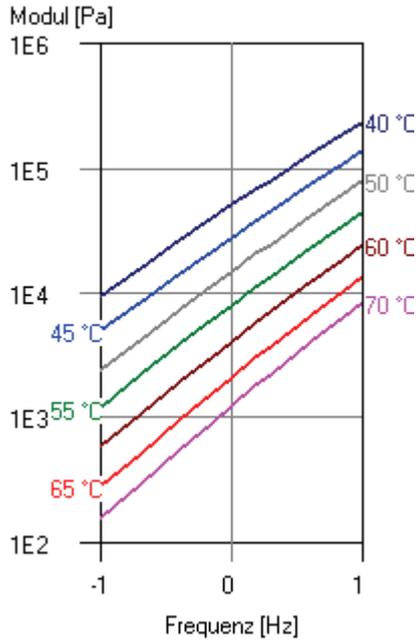


Abbildung 9.17: Module des Bindemittels G in Abhängigkeit der Frequenz für verschiedenen Temperaturen

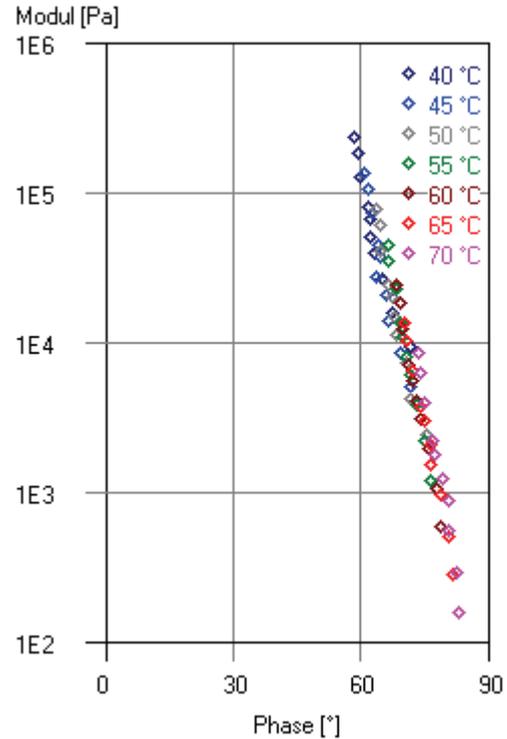


Abbildung 9.18: Black-Diagramm für das Bindemittel G

9.3 Ergebnisse

9.3.1 Wasserempfindlichkeitsprüfung mit dem Koaxialen Schubtest

Abbildung 9.19 und 9.20 zeigen das Verhalten eines Prüfkörper, der mit Füller Netstal hergestellt wurde. Abbildung 9.21 und 9.22 zeigen das Verhalten eines Prüfkörper, der mit Füller „Argile“ hergestellt wurde. Der Füller Argile ergibt eine etwas steiferes Mischgut, die Wasserempfindlichkeit ist praktisch identisch, die Unterschiede sind weit geringer als die Prüfungenauigkeit. Tabelle 9.16 zeigt die Modulabnahme pro Temperaturzyklus für diese vier Prüfungen.

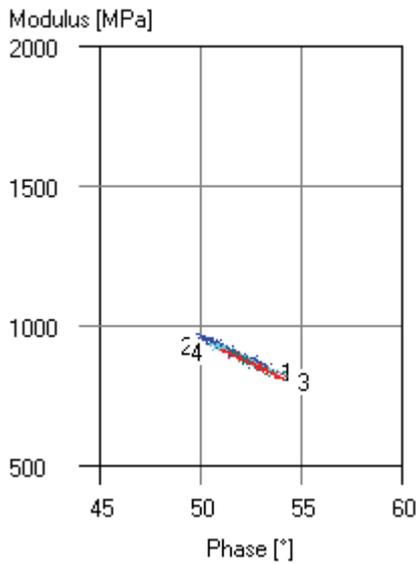


Abbildung 9.19: Füller Netstal trocken

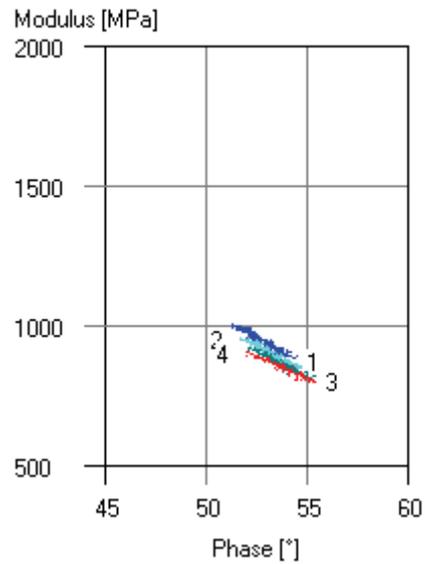


Abbildung 9.20: Füller Netstal unter Wasser

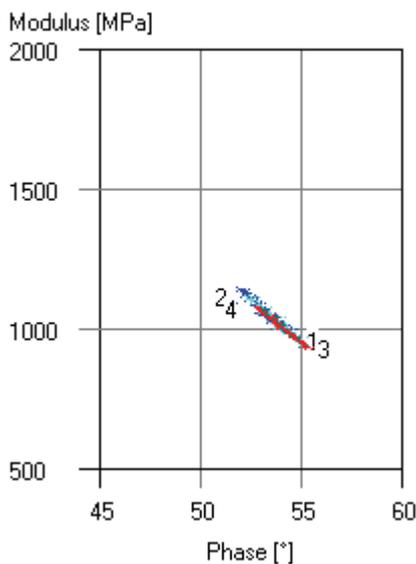


Abbildung 9.21: Füller argile trocken

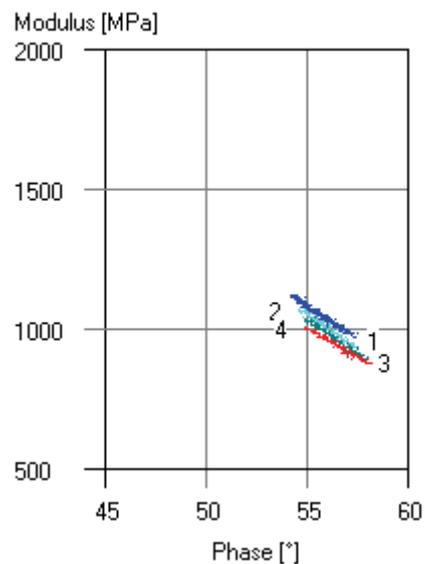


Abbildung 9.22: Füller argile unter Wasser

Tabelle 9.16 Modulabnahme pro Temperaturzyklus

	Bestimmung trocken	Bestimmung unter Wasser
Füller Netstal	0.8	4.8
Füller argile	0.4	4.7

Abbildungen 9.23 bis 9.24 und Tabelle 17 zeigen die Ergebnisse für eine zweite Prüfserie mit geringerem Bindemittelgehalt. Die Werte streuen deutlich stärker, was darauf hinweist, dass durch den tieferen Bindemittelgehalt die Prüfkörper mechanisch anfälliger werden. Die Reduktion des Bindemittelgehaltes erlaubt es somit nicht, zwischen den beiden Füllern zu diskriminieren.

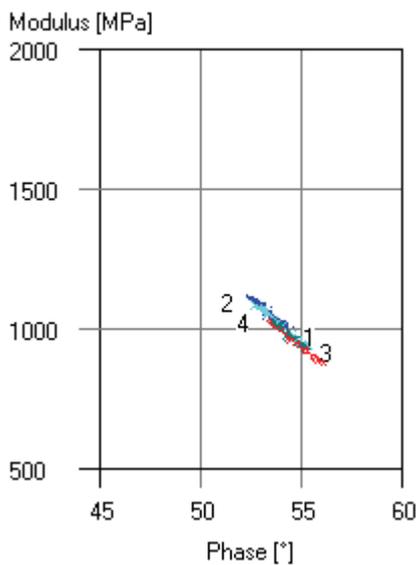


Abbildung 9.23: Füller Netstal trocken, bindemittelarm

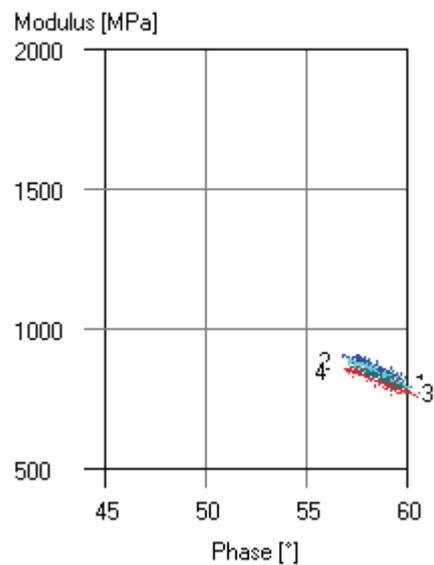


Abbildung 9.24: Füller Netstal unter Wasser, bindemittelarm

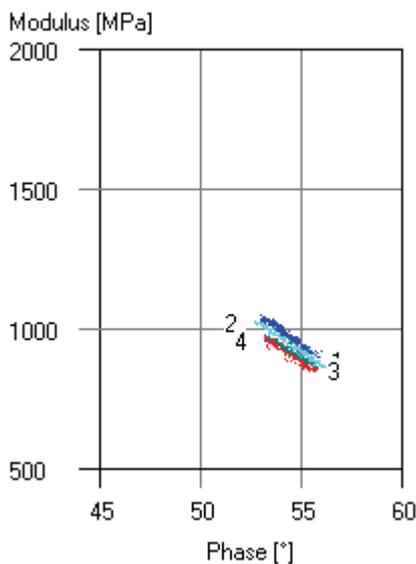


Abbildung 9.25: Füller argile trocken, bindemittelarm

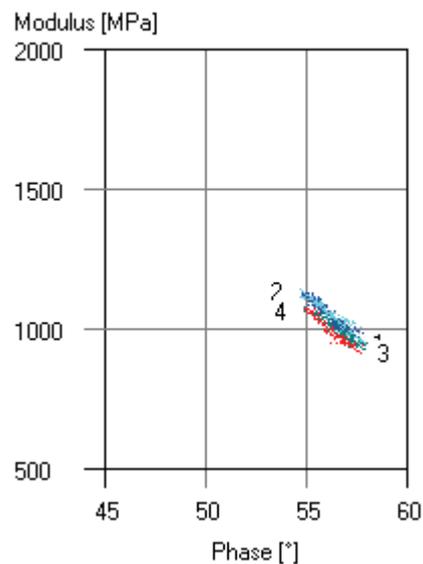


Abbildung 9.26: Füller argile unter Wasser, bindemittelarm

Tabelle 9.17 Modulabnahme pro Temperaturzyklus bei verringertem Bindemittelgehalt

	Bestimmung trocken	Bestimmung unter Wasser
Füller Netstal	1.7	4.0
Füller argile	5.1	3.4

9.3.2 Wasserempfindlichkeitsprüfung mit dem koaxialen Schubtest ohne Belastung

Die Abbildungen 9.27 und 9.28 zeigen das Verhältnis der Module Luft dividiert durch Wasser als Funktion der Konditionierungszeit. Beim Füller Netstal liegt das Verhältnis über 1, was sich primär aus der langsamen Verhärtung während der Konditionierung an der Luft ergibt. Die Prüfung der Konditionierung unter Wasser ergibt anfangs den praktisch gleichen Modul wie die Prüfung Luft am

Ende der Konditionierung. Sie wird aber verglichen mit den tieferen Werten zu Beginn der Konditionierung Luft, ergibt also ein Verhältnis deutlich über 1.0. Da der Modul bei der Konditionierung Wasser praktisch konstant blieb, nimmt das Verhältnis langsam ab.

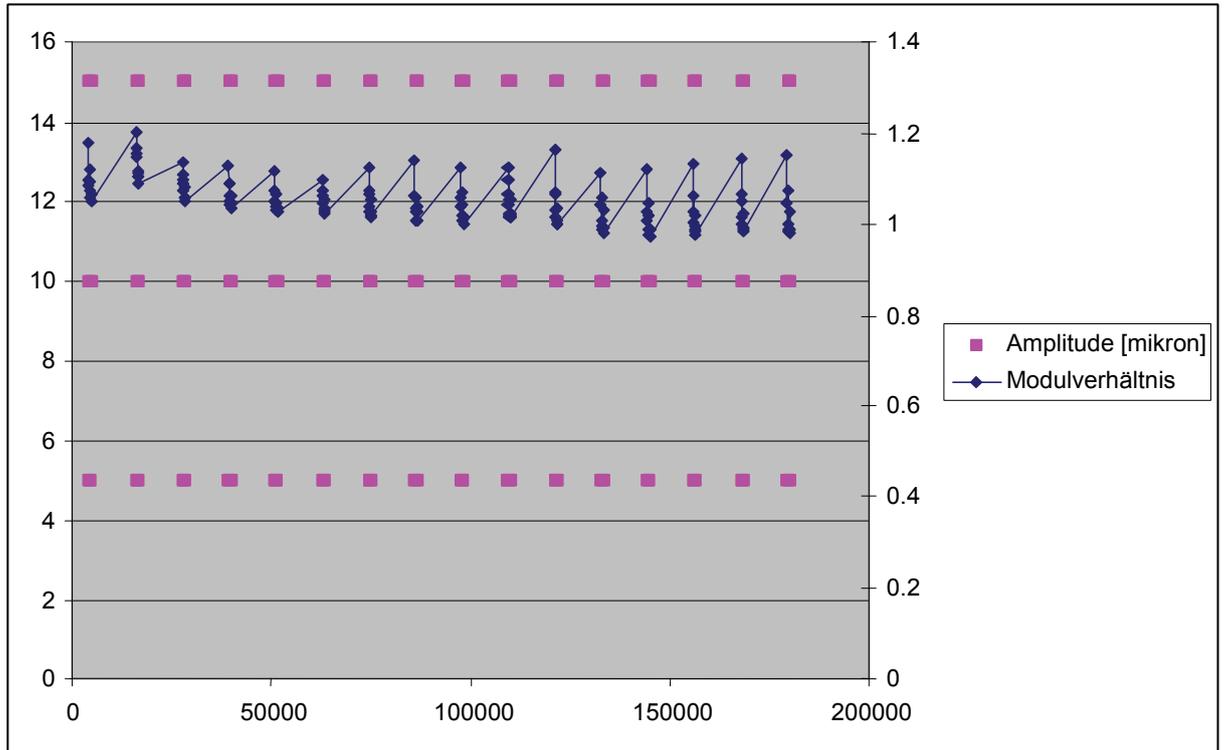


Abbildung 9.27: Wasserempfindlichkeit mit Füller Netstal

Beim Füller Argile liegt nun das Verhältnis deutlich tiefer. Das Verhältnis bei der ersten Messserie liegt besonders tief, bei der zweiten nimmt es zu und verbleibt einige Zeit auf einem Niveau unter 1.0. Gegen Ende ist dann eine beschleunigte Abnahme festzustellen. Es lässt sich also im Vergleich zu Füller Netstal eine moderate Wasserempfindlichkeit feststellen.

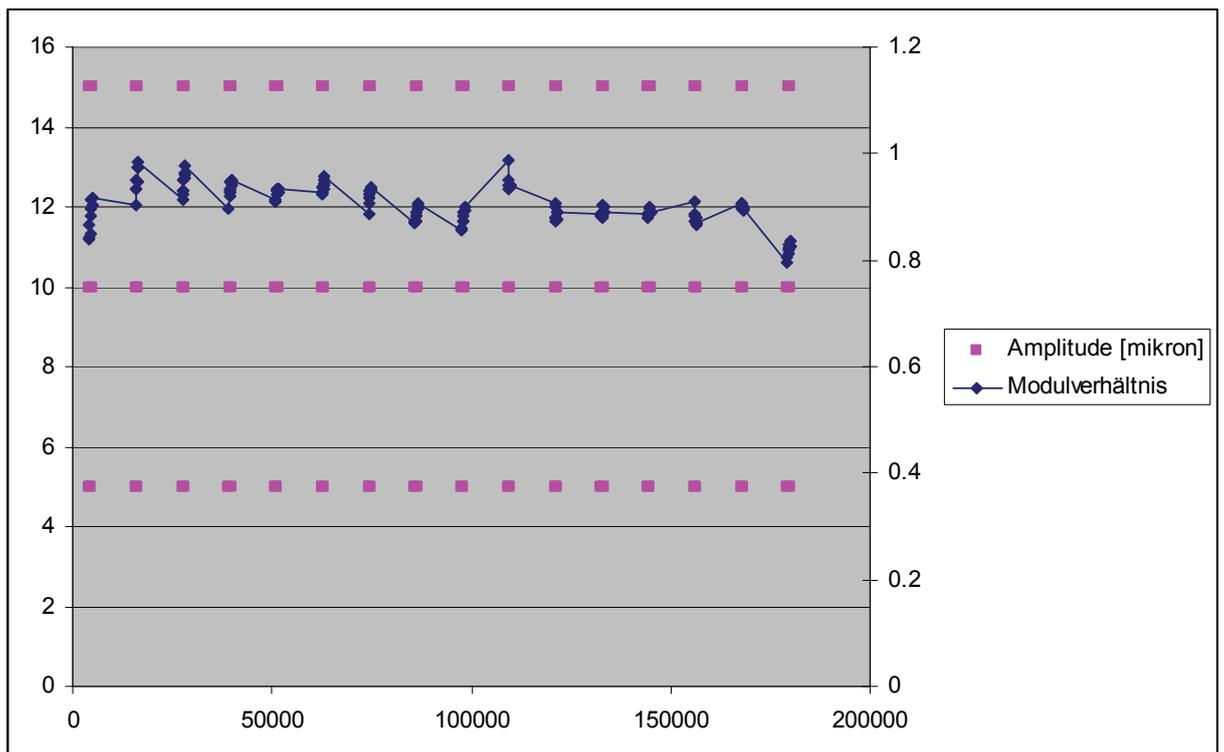


Abbildung 9.28: Wasserempfindlichkeit mit Füller „Argile“

9.3.3 Scherempfindlichkeit mit dem DSR

Tabelle 9.18 zeigt die Ergebnisse der Abnahme der Module durch Scherbelastung für Füllerkonzentrationen von 40 Masse-%. Die der Temperaturerhöhung durch die Scherung zugeordnete Abnahme dominiert in nahezu allen Fällen. Beim Bindemittel G zeigt sich eine wesentlich stärkere Abnahme als beim Bindemittel B. Die Füller I und K führen beim Bindemittel B zu höheren Abnahmen, sie führen beim Bindemittel G ebenfalls zu den höchsten Abnahmen. Die Füller A und Q führten beim Bindemittel G ebenfalls zu hohen Abnahmen der Module durch Scherbelastung.

Tabelle 9.18 Abnahme der Module durch Scherbelastung

Bindemittel	Füller	Modul [MPa]	Modulabnahme [Modul-%]	
			Temperaturbedingt	Scherungsbedingt
B	1	1.45	15	7
	7	1.51	7	8
	8	1.4	17	7
	A	1.25	12	7
	I	2.98	38	12
	K	2.65	32	8
	Q	1.34	13	6
G	1	1.39	29	10
	7	1,95	11	10
	8	2.02	9	9
	A	2.13	40	9
	I	5.32	64	5
	K	4.95	68	3
	Q	2.69	43	10

9.3.4 "Recovery" mit dem DSR

Die Prüfung auf Recovery wurde nur punktuell durchgeführt. Sie zeigte, dass nur Scherraten über 0.3 zu einer Zerstörung des Korngerüstes im Mastix führt. Im Rahmen dieses Forschungsauftrages dient sie nur dazu, die Prüfbedingungen für die Wasserempfindlichkeitsprüfung mit dem DSR korrekt festzulegen.

9.3.5 Wasserempfindlichkeit mit dem DSR

Die Prüfungen für Wasserempfindlichkeit wurden mit dem Bindemittel B durchgeführt, variiert wurde der Füller. Die Ergebnisse sind in Tabelle 9.19 zusammengestellt. In praktisch allen Fällen findet schon bei der Beanspruchung in der Luft eine sehr wesentliche Abnahme statt. Die Abnahme während der Prüfung in Wasser ist von wenigen Ausnahmen abgesehen geringer.

Tabelle 9.19 Modulabnahme in der Prüfung auf Wasserempfindlichkeit

Füller	Luft			unter Wasser			Luft/Wasser
	Modul [MPa]		Abnahme [Modul-%]	Modul [MPa]		Abnahme [Modul-%]	Abnahme [Modul-%]
	Beginn	Ende		Beginn	Ende		
80 % 7	4.02	2.76	31	1.74	1.45	17	64
80% A	5.08	3.72	27	3.01	2.46	18	52
40% C	1.64	1.38	16	0.70	0.68	3	59
20% C + 40% A	2.87	1.96	32	1.08	0.93	14	68
20% C + 40% Q	3.52	2.65	25	1.62	1.32	19	63
40% I	1.40	1.21	14	0.62	0.53	15	62
20% I + 40% C	3.76	2.66	29	1.80	1.51	16	60
20% I + 40% Q	3.86	2.27	41	1.04	0.89	14	77
60 % K	6.06	4.71	22	3.50	2.71	23	55
80% Q	3.95	2.53	36	1.63	1.40	14	65

Das lässt sich am einfachsten dadurch interpretieren, dass bei der Prüfung in Luft die Probe wegen der Wärmeabstrahlung die nominelle Prüftemperatur nicht ganz erreicht hatte. Anschliessend fand eine Aufheizung durch die mechanische Belastung selber statt. Im Wasser fand dann eine vollständige Wärmeübertragung statt, die Temperatur war deshalb höher und der Modul jeweils entsprechend tiefer. Die zusätzlich durch die mechanische Belastung erzeugte Wärme wurde aber in viel höherem Masse durch das Wasser als durch die Luft aufgenommen, daher die geringere Abnahme.

Da bei dieser Versuchsanordnung diese offensichtlich die Ergebnisse viel wesentlicher beeinflusste als die Materialien selber, wurde keine weiteren Untersuchungen (z.B. mit geplant ausgewählten Mischverhältnissen) durchgeführt.

9.4 Folgerungen

9.4.1 Wasserempfindlichkeitsprüfung mit dem Koaxialen Schubtest

- Die Prüfung ist aufwändig
- Die Prüfung mit einem höheren Bindemittelgehalt ergab keine Differenzierung bezüglich dem eingesetzten Füller
- Die Prüfung mit einem reduzierten Bindemittelgehalt führte zu einer erhöhten Streuung und kann deshalb auch nicht zur Differenzierung gebraucht werden

9.4.2 Wasserempfindlichkeitsprüfung mit dem Koaxialen Schubtest ohne Belastung

- Die Prüfung ist aufwändig
- Die Prüfung zeigt bei einer vertieften Auswertung eine moderate Wasserempfindlichkeit des „Argile“ genannten Füllers

9.4.3 Scherempfindlichkeit mit dem DSR

- Die Prüfung ist einfach durchzuführen
- Das Verfahren funktioniert gut mit 40 Masse-% Füller, gibt aber für verschiedene Füller bei 60 Masse-% Probleme (zu steif für das verwendete Gerät)
- Die Zuordnung der Modulabnahme zu einzelnen physikalischen Prozessen bedarf noch zusätzlicher Forschung
- Die gesamte beobachtete Abnahme ist eindeutig sowohl eine Funktion des Bindemittels wie auch der Füller

9.4.4 "Recovery" mit dem DSR

- Die Prüfung ist einfach durchzuführen, die Prüfzeit aber relativ hoch
- Scherungen mit Dehnungen von 0.03 m/m resultieren in einer reversiblen Abnahme der Module, Scherungen mit 0.1 m/m pro Sekunde führen zu einer definitiven Veränderungen des Materials.
- Die Prüfung zeigt, dass die einfache Scherempfindlichkeit gemäss Kapitel 4.3 die durch Scherung verursachte Veränderung des Materials wegen der kurzen Prüfzeit nur unvollständig erfasst. Das ist auch der Grund, warum nur die gesamte beobachtete Materialabnahme zwischen verschiedenen Bindemitteln und Füllern differenziert

9.4.5 Wasserempfindlichkeit mit dem DSR

- Die Prüfung ist einfach durchzuführen, die Prüfzeit aber relativ hoch
- Der Einfluss des Prüfaufbaus auf die Ergebnisse ist wesentlich grösser als die Wasserempfindlichkeit selber, die somit mit dieser Methode nicht zu erfassen ist

9.5 Zusammenfassende Folgerungen

Da mit der ursprünglich vorgesehenen Methodik „Wasserempfindlichkeitsprüfung mit dem Koaxialen Schubtest“ das Forschungsziel nicht erreicht werden konnte, wurde eine ganze Palette von Methoden untersucht.

Einzig mit der „Wasserempfindlichkeitsprüfung mit dem Koaxialen Schubtest ohne Belastung“ konnte der Einfluss von Wasser auf mechanische Eigenschaften in Abhängigkeit des Füllers eindeutig nachgewiesen werden. Der beobachtete Einfluss ist aber angesichts der gewählten Bedingungen (Lagerung im Wasser bei 40 ° während insgesamt 45 Stunden) eher gering. Daraus ergibt sich die Aussage:

- der Einfluss kritischer Füller auf das mechanische Verhalten ist nicht ausgeprägt. Es braucht Forschungsaufwand, um überhaupt eine Versuchsanordnung zu finden, bei der er sich zeigt.

Es können zudem folgende Vermutungen aufgestellt werden:

- die eingesetzten Splitte alpinen Kalkes scheinen die negative Wirkung der Füller weitgehend zu kompensieren
- zwischen den im Rahmen dieses Forschungsauftrages im Labor untersuchten Vorgängen und den Schadensprozessen auf der Strasse scheinen ins Gewicht fallende Unterschiede zu bestehen.

10 Susceptibilité à l'eau

10.1 Essais Duriez

L'essai Duriez a été réalisé au cours de cette recherche avec du filler Netstal pur et avec du filler Netstal dopé à 10% de smectites.

10.1.1 Principe de l'essai Duriez

L'essai Duriez (NF P 98-251-1 – Essais relatifs aux chaussées. Essais statiques sur mélanges hydrocarbonés. Partie 1: essai Duriez sur mélanges hydrocarbonés à chaud 1991-07-11) [49] était utilisé pour mesurer la résistance à l'eau et au désenrobage d'enrobés bitumineux en France. Le principe de l'essai Duriez réside dans la détermination de la chute de résistance à la compression simple d'éprouvettes d'enrobés bitumineux conservées à sec par rapport à des éprouvettes maintenues en immersion dans l'eau à 18 °C pendant 7 jours.

Le résultat de l'essai s'exprime par le rapport des résistances en immersion et dans l'air. Plus ce rapport est élevé et plus le mélange présente une meilleure résistance à l'eau et au désenrobage.

10.1.2 Formulation

La formulation choisie est celle d'un AB 11 L fabriqué en laboratoire présentant les caractéristiques suivantes: filler Netstal (100%) et filler Netstal dopé avec 10 % de smectites ainsi que granulats de la carrière d'Arvel (sable défillérisé, 3/6 et 6/11 mm) et bitume 70/100 classique. L/E : 5.6 %

Tamis [mm]	Passant [%]
11.9	98
8	84
5.6	72
2.8	51.6
0.09	10.2

10.1.3 Fabrication

Masse volumique des agrégats en provenance de la carrière d'Arvel: 2.70 t/m³

Bitume 70/100	1120 g
0/3 D défillérisé	8496
3/6 lavé	2454
6/11 lavé	5664
Filler de Netstal	2266 g

Températures du guédu, des agrégats, du filler et du liant: 140 ± 5 °C

La teneur en liant visée était de 5.6 %, mais lors de l'opération de fabrication il y a eu surdosage involontaire (L/E = 6.42 % à l'analyse).

L'essai Duriez a été effectué selon [49], mais pour les besoins de la recherche, l'essai a été modifié de la façon suivante: 2 éprouvettes conservées à l'air et 2 éprouvettes conservées en immersion ont été écrasées à 5 jours (au lieu de 7). Les 3 éprouvettes restantes ont été écrasées après 8 jours au lieu de 7 jours.

10.1.4 Résultats pour le filler Netstal

À 5 jours	R (moyenne de 2 éprouvettes à sec) = 5.85 MPa	r/R = 0.71
	r (moyenne de 2 éprouvettes en immersion) = 4.16 Mpa	
À 8 jours	R (moyenne de 3 éprouvettes à sec) = 5.57 MPa	r/R = 0.93
	r (moyenne de 3 éprouvettes en immersion) = 5.17 Mpa	

10.1.5 Résultats pour le filler Netstal dopé avec 10 % de smectite "Cheto"

À 5 jours	R (moyenne de 2 éprouvettes à sec) = 5.92 MPa	r/R = 0.80
	r (moyenne de 2 éprouvettes en immersion) = 4.72 Mpa	
À 8 jours	R (moyenne de 3 éprouvettes à sec) = 6.88 MPa	r/R = 0.75
	r (moyenne de 3 éprouvettes en immersion) = 5.13 Mpa	

10.1.6 Interprétation des résultats

Dans le cas du filler pur, le rapport des résistances en immersion et dans l'air (r/R) s'améliore avec le temps (augmentation de 0.71 après 5 jours à 0.93 après 8 jours) ce qui signifie que le filler Netstal ne montre pas de sensibilité à l'eau lors de l'essai Duriez.

La présence de smectites dans le filler provoque une baisse du rapport des résistances en immersion et dans l'air (r/R) avec le temps, mais qui reste relativement faible (diminution de 0.80 après 5 jours à 0.75 après 8 jours) ce qui indique une sensibilité relativement lente aux minéraux gonflant pour l'essai Duriez.

Comparé au filler pur, le rapport des résistances en immersion et dans l'air (r/R) est plus faible après 8 jours pour le filler dopé de 10 % de smectites (0.75 au lieu de 0.93).

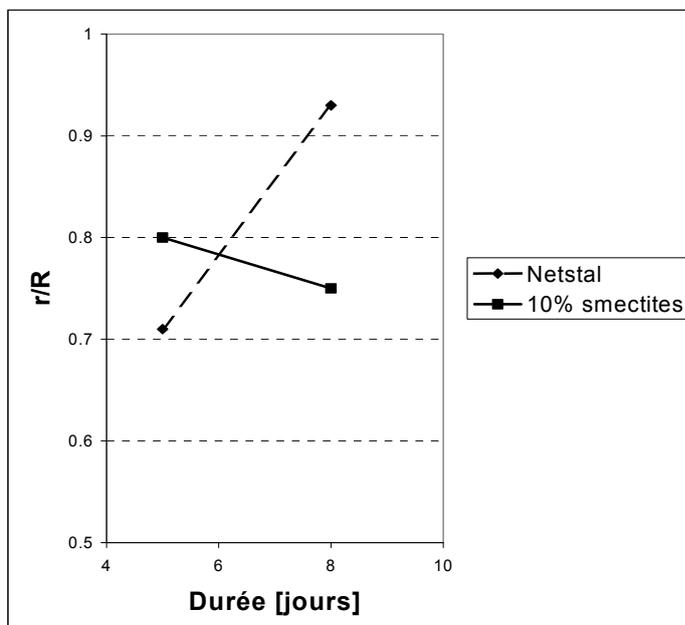


Fig. 10.1 : représentation graphique des résultats de l'essai Duriez. En trait plein, le filler de référence pur.. Le rapport des résistances en immersion et dans l'air (r/R) s'améliore (augmentation de 0.71 après 5 jours à 0.93 après 8 jours).

En traitillé, le même filler dopé avec 10 % de smectites. Une baisse faible, mais significative du rapport des résistances en immersion et dans l'air (r/R) est induite par la présence de 10% de smectites.

La différence entre les rapports des résistances en immersion et dans l'air (r/R) après 8 jours est importante entre le filler pur et le filler dopé avec 10 % de smectites.

L'essai Duriez a été annulé et remplacé en France au 1^{er} avril 2004 et remplacé par la norme EN 12697-12 – Mélanges bitumineux. Méthodes d'essais pour mélanges hydrocarboné à chaud. Partie 12: détermination de la sensibilité à l'eau des éprouvettes bitumineuses [50].

L'essai Duriez est donc devenu obsolète en cours de recherche avec l'introduction de [50].

10.2 Sensibilité à l'eau des éprouvettes bitumineuses - EN 12697-12

La norme SN 670 412 NA : Annexe nationale: Détermination de la sensibilité à l'eau des éprouvettes bitumineuses selon l'EN 12697-12 [51] (essais selon l'EN 12697-30 pour le compactage des éprouvettes et l'EN 12697-23 [52] pour la détermination de la résistance à la traction indirecte des éprouvettes bitumineuses) a été introduite en Suisse au 1^{er} janvier 2005.

L'essai européen est devenu l'essai de référence et lui seul pourra être appliqué en Suisse à partir de janvier 2005. L'essai européen [51] est très comparable à l'essai Duriez et peut remplacer ce dernier pour ce projet de recherche. De cette manière, la recherche VSS 1999/276 permettra en même temps d'obtenir des informations sur la pertinence de l'essai européen ainsi qu'éventuellement de fixer des valeurs limites pour la norme SN 670 103 [53].

Dans le cadre de cette étude, trois fabrications d'essai de bétons bitumineux ont été réalisées : deux avec du filler pur et une avec du filler dopé par 10% de smectites.

Pour chaque fabrication de béton bitumineux, 10 corps d'épreuves ont été fabriqués selon [50] (compactage de 2 x 25 coups) qui ont ensuite été divisés en 5 lots pour être soumis aux essais selon le tableau ci-dessous:

Lot n°	Nombre d'éprouvettes	Cycles de séchage / humidification
1	2 secs à la température ambiante (20 ± 5)°C	0
2	2 éprouvettes humides pendant 68-72h dans l'eau à (40 ± 1) °C	0
3		5
4		10
5		20

Les cycles de séchage / humidification ont consisté à mettre les corps d'épreuves pendant 11 h ± 1 h dans l'eau puis pendant 13 h ± 1 h dans l'étuve à 60°C (les cycles ont été interrompus durant les week-end avec les corps d'épreuves à l'air ambiant).

10.2.1 Filler Netstal – éprouvettes à faible teneur en vides

Tableau 10.1 : caractéristiques des éprouvettes.

Lot n°	1 - sec		2 - humide		3 - humide 5 cycles		4 - humide 10 cycles		5 - humide 20 cycles	
	6	8	5	9	4	10	3	7	1	2
N° de l'éprouvette										
Masse volumique apparente de l'éprouvette [t/m ³]	2.351	2.410	2.367	2.398	2.373	2.371	2.358	2.409	2.383	2.370
Vides résiduels [%]	5.6	3.2	4.9	3.7	4.7	4.8	5.3	3.2	4.3	4.8
Diamètre moyen de l'éprouvette [mm]	102.5	102.4	102.3	102.4	102.3	101.7	102.3	102.4	102.4	102.3
Longueur moyenne de l'éprouvette [mm]	63.1	61.5	63.1	62.2	62.9	63.7	63.3	61.3	62.4	62.8
Masse volumique apparente moyenne du lot [t/m ³]	2.381		2.382		2.372		2.383		2.376	
Longueur moyenne du lot [mm]	62.3		62.6		63.3		62.3		62.6	

Tableau 10.2 : variation du volume des éprouvettes avant et après immersion

Lot n°	1 - sec		2 humide	
N° d'éprouvette	6	8	5	9
Volume avant immersion [cm ³]	520.7	506.5	519.2	511.8
[V-2% ; V+2%] [cm ³]	[510.3 ; 531.1]	[496.3 ; 516.6]	[508.8 ; 529.6]	[501.6 ; 522.1]
Volume après immersion [cm ³]	---	---	521.7	511.1

Lot n°	3 – humide / 5 cycles		4 – humide / 10 cycles		5 – humide / 20 cycles	
N° d'éprouvette	4	10	3	7	1	2
Volume avant immersion [cm ³]	517.2	517.0	519.5	504.4	513.0	515.3
[V-2% ; V+2%] [cm ³]	[506.8 ; 527.5]	[506.7 ; 527.4]	[509.1 ; 529.9]	[494.3 ; 514.5]	[502.7 ; 523.2]	[505.0 ; 525.6]
Volume après immersion [cm ³]	517.3	516.6	522.2	505.4	514.4	517.3

Aucune éprouvette n'a subi une augmentation de volume supérieure à 2 % après immersion dans l'eau (vide pendant 30 min puis pression atmosphérique pendant 30 min.). Toutes les éprouvettes ont donc été utilisées. Les éprouvettes ont été introduites dans un bain d'eau à 40°C pendant 68-72 h et les lots respectifs ont ensuite été soumis aux cycles de séchage / humidification.

Tableau 10.3: résistance à la traction indirecte

La température d'essai est de 22 °C (dans enceinte thermostatique pour les corps d'épreuve secs et dans un bain d'eau thermostaté pour les corps d'épreuve humides).

Lot n°	1 - sec -		2 - humide -		3 -humide 5 cycles		4 - humide 10 cycles		5 - humide 20 cycles	
N° d'éprouvette	6	8	5	9	4	10	3	7	1	2
Charge maximale [kN]	7.8	9.2	7.2	8.4	7.3	7.5	7.2	7.8	7.8	7.3
Charge maximale moyenne du lot [kN]	8.5		7.8		7.4		7.5		7.6	
Résistance à la traction indirecte ITS [kPa]	767.753	930.021	710.081	839.593	722.232	737.023	707.837	791.069	777.124	723.382
Résistance à la traction indirecte moyenne du lot ITS [kPa]	848.887		774.837		729.628		749.453		750.253	
Rapport des résistances à la traction indirecte, ITS [%]	---		91.3		85.9		88.3		88.4	

Les teneurs en vides des éprouvettes avec le filler Netstal étant beaucoup plus faibles que celles obtenues avec le filler dopé avec 10 % de smectites, un essai supplémentaire avec des éprouvettes composées de filler Netstal a été réalisé.

10.2.2 Filler Netstal – éprouvettes avec teneur en vides relativement élevée

Tableau 10.4 : caractéristiques des éprouvettes.

Les corps d'épreuve ont été divisés en 5 lots ayant approximativement la même longueur moyenne (écart de ± 5 mm) et la même masse volumique apparente moyenne (écart ± 30 kg/m³).

Lot n°	1 - sec		2 - humide		3 - humide 5 cycles		4 - humide 10 cycles		5 - humide 20 cycles	
	1	10	3	7	2	8	5	6	4	9
N° de l'éprouvette										
Masse volumique apparente de l'éprouvette [t/m ³]	2.323	2.337	2.339	2.312	2.305	2.346	2.326	2.333	2.331	2.328
Vides résiduels [%]	6.6	6.1	6.0	7.1	7.4	5.7	6.5	6.2	6.3	6.4
Diamètre moyen de l'éprouvette [mm]	102.6	101.9	102.8	102.7	102.6	102.5	102.8	102.5	102.7	102.8
Longueur moyenne de l'éprouvette [mm]	61.6	62.2	60.9	61.2	61.8	61.1	61.4	61.5	61.1	61.5
Masse volumique apparente moyenne du lot [t/m ³]	2.330		2.326		2.326		2.329		2.329	
Longueur moyenne du lot [mm]	61.9		61.1		61.4		61.5		61.3	

Tableau 10.5: variation du volume des éprouvettes avant et après immersion.

Lot n°	1 - sec		2 humide	
	1	10	3	7
N° d'éprouvette				
Volume avant immersion [cm ³]	508.7	507.4	505.2	506.8
[V-2% ; V+2%] [cm ³]	[498.5 ; 518.9]	[497.2 ; 517.5]	[495.1 ; 515.3]	[496.7 ; 516.9]
Volume après immersion [cm ³]	---	---	506.7	505.8

Lot n°	3 – humide / 5 cycles		4 – humide / 10 cycles		5 – humide / 20 cycles	
	2	8	5	6	4	9
N° d'éprouvette						
Volume avant immersion [cm ³]	510.4	503.3	509.3	507.6	506.3	510.2
[V-2% ; V+2%] [cm ³]	[500.2 ; 520.6]	[493.2 ; 513.3]	[499.1 ; 519.5]	[497.5 ; 517.8]	[496.2 ; 516.4]	[500.0 ; 520.4]
Volume après immersion [cm ³]	509.7	504.5	512.0	507.1	507.6	506.4

Aucune éprouvette n'a subi une augmentation de volume supérieure à 2 % après immersion dans l'eau (vide pendant 30 min puis pression atmosphérique pendant 30 min.). Toutes les éprouvettes ont donc été utilisées. Les éprouvettes ont été introduites dans un bain d'eau à 40 °C pendant 68-72 h et les lots respectifs ont ensuite été soumis aux cycles de séchage / humidification.

Tableau 10.6 : résistance à la traction indirecte.

La température d'essai est de 22 °C (dans enceinte thermostatique pour les corps d'épreuve secs et dans un bain d'eau thermostaté pour les corps d'épreuve humides).

Lot n°	1 - sec		2 - humide		3 - humide 5 cycles		4 - humide 10 cycles		5 - humide 20 cycles	
	1	10	3	7	2	8	5	6	4	9
Charge maximale [kN]	8.2	8.8	7.9	7.7	6.2	6.4	6.0	6.1	6.6	6.3
Charge maximale moyenne du lot [kN]	8.5		7.8		6.3		6.1		6.5	
Résistance à la traction indirecte ITS [kPa]	825.973	883.890	803.335	779.918	622.495	650.571	605.159	616.043	669.595	634.384
Résistance à la traction indirecte moyenne du lot ITS [kPa]	854.932		791.627		636.533		610.601		651.990	
Rapport des résistances à la traction indirecte, ITSR [%]	---		92.6		74.4		71.4		76.3	

10.2.3 Filler Netstal dopé avec 10 % de smectites

Tableau 10.7: caractéristiques des éprouvettes.

Lot n°	1 - sec		2 - humide		3 - humide 5 cycles		4 - humide 10 cycles		5 - humide 20 cycles	
	4	8	1	9	2	6	5	10	3	7
N° de l'éprouvette										
Masse volumique apparente de l'éprouvette [t/m ³]	2.319	2.313	2.321	2.311	2.318	2.314	2.310	2.330	2.310	2.330
Vides résiduels [%]	6.6	6.8	6.5	6.9	6.6	6.8	7.0	6.2	7.0	6.2
Longueur moyenne de l'éprouvette [mm]	64.9	65.1	64.4	64.5	64.5	64.6	65.1	65.2	64.5	64.7
Masse volumique apparente moyenne du lot [t/m ³]	2.316		2.316		2.316		2.320		2.320	
Longueur moyenne du lot [mm]	65.0		64.4		64.5		65.1		64.6	

Les corps d'épreuve ont été divisés en 5 lots ayant approximativement la même longueur moyenne (écart de ± 5 mm) et la même masse volumique apparente moyenne (écart de ± 30 kg/m³).

Tableau 10.8: variation du volume des éprouvettes avant et après immersion.

Lot n°	1 - sec		2 humide	
N° d'éprouvette	4	8	1	9
Volume avant immersion [cm ³]	533.4	535.3	527.6	530.3
[V-2% ; V+2%] [cm ³]	[522.7 ; 544.0]	[524.5 ; 546.0]	[517.0 ; 538.1]	[519.7 ; 540.9]
Volume après immersion [cm ³]	---	---	538.5	539.4

Lot n°	3 – humide / 5 cycles		4 – humide / 10 cycles		5 – humide / 20 cycles	
N° d'éprouvette	2	6	5	10	3	7
Volume avant immersion [cm ³]	528.7	531.9	534.7	530.7	530.1	531.4
[V-2% ; V+2%] [cm ³]	[518.1 ; 539.3]	[521.3 ; 542.6]	[524.0 ; 545.4]	[520.1 ; 541.3]	[519.5 ; 540.8]	[520.8 ; 542.0]
Volume après immersion [cm ³]	531.5	532.4	535.1	528.6	533.2	531.4

Aucune éprouvette n'a subi une augmentation de volume supérieure à 2 % après immersion dans l'eau (vide pendant 30 min puis pression atmosphérique pendant 30 min.). Toutes les éprouvettes ont donc été utilisées. Les éprouvettes ont été introduites dans un bain d'eau à 40 °C pendant 68-72 h et les lots respectifs ont ensuite été soumis aux cycles de séchage / humidification.

Tableau 10.9: résistance à la traction indirecte

La température d'essai est de 22 °C (dans enceinte thermostatique pour les corps d'épreuve secs et dans un bain d'eau thermostaté pour les corps d'épreuve humides).

Lot n°	1 - sec		2 - humide		3 -humide 5 cycles		4 - humide 10 cycles		5 - humide 20 cycles	
N° d'éprouvette	4	8	1	9	2	6	5	10	3	7
Charge maximale [kN]	6.6	6.5	5.4	5.2	4.8	4.8	4.5	4.8	4.0	4.4
Charge maximale moyenne du lot [kN]	6.6		5.3		4.8		4.7		4.2	
Résistance à la traction indirecte ITS [kPa]	632.854	621.351	522.321	501.705	463.565	461.944	430.166	460.390	385.927	423.207
Résistance à la traction indirecte moyenne du lot ITS [kPa]	627.103		512.013		462.755		445.278		404.567	
Rapport des résistances à la traction indirecte, ITRSR [%]	---		81.6		73.8		71.0		64.5	

10.2.4 Interprétation des résultats

Par rapport aux résultats des essais avec les éprouvettes sèches, le stockage des éprouvettes dans l'eau à 40 °C pendant 68-72 h provoque une baisse systématique de la résistance à la traction indirecte qui diminue entre 7.4 % et 8.7 % pour le filler Netstal, voire de 18.4 % pour le filler Netstal dopé avec 10 % de smectique. La présence de 10 % de smectites dans le filler induit une sensibilité à l'eau selon EN 12697-12 double de celle du filler pur.

Les éprouvettes composées de filler pur Netstal apparaissent insensibles aux effets des cycles de séchage / humidification. La forte dispersion des valeurs dépend probablement de la teneur en vide des éprouvettes pour l'essai effectué avec un enrobé plus riche en vide.

Par contre, la résistance des corps d'épreuve stockés dans l'eau à 40 °C pendant 68-72 h diminue lorsque le nombre de cycles augmente. L'ITSR passe de 81.6 % à 64.5 % après 20 cycles.

Il existe une corrélation entre les valeurs de résistance à la traction indirecte et les cycles de séchage / humidification (coefficient de corrélation de 0.94) pour les éprouvettes dont le filler a été dopé avec 10 % de smectites.

L'influence de la teneur en vides sur les résistances à la traction indirecte des éprouvettes n'a pas pu être établie. Pour l'enrobé composé de filler pur et à faible teneur en vides, la résistance à la traction indirecte a tendance à diminuer lorsque la teneur en vides augmente. Par contre aucune corrélation n'apparaît avec les autres enrobées.

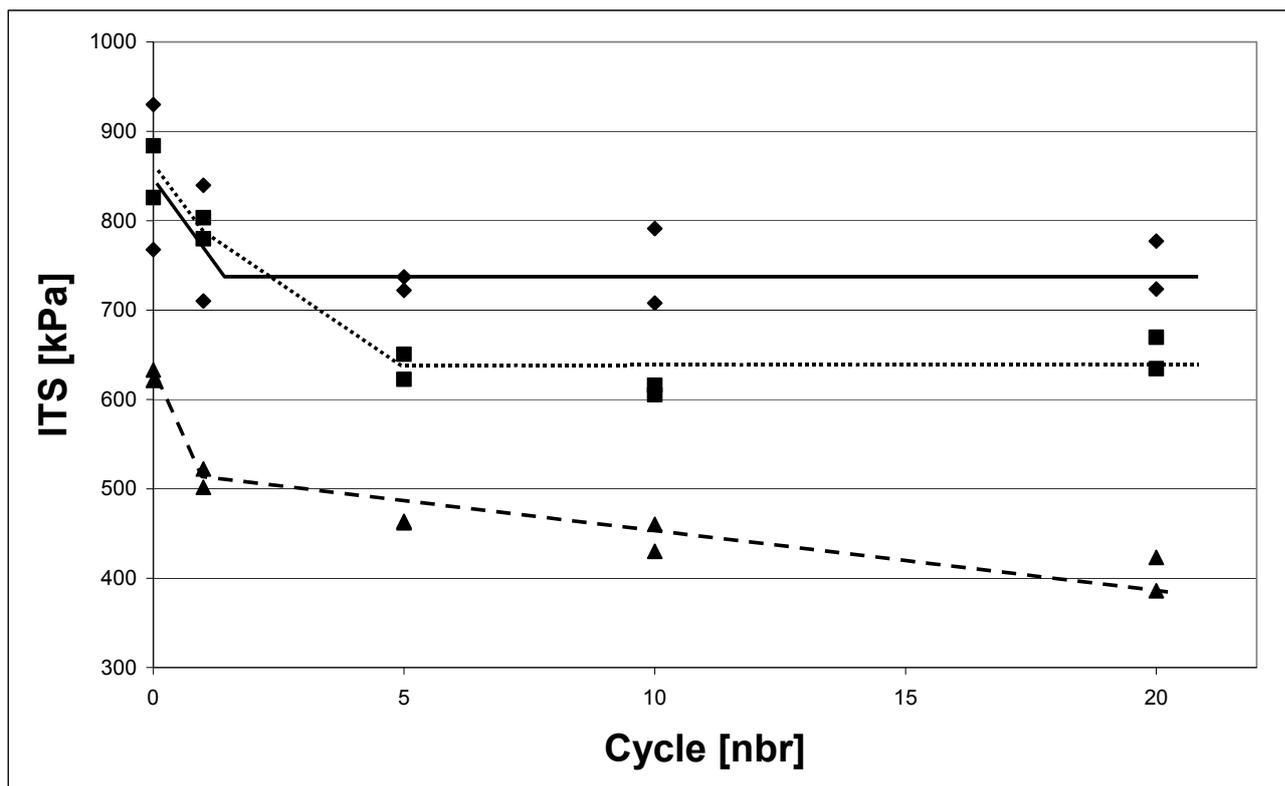


Fig. 10.2: représentation graphique de l'évolution de l'ITS en fonction du nombre de cycles d'humidification. Enrobé avec filler pur à faible teneur en vide indiqué par des losanges (ligne pleine), enrobé avec filler pur et teneur en vides élevée marqué par des carrés (ligne en pointillé) et enrobé composé de filler dopé avec 10 % de smectites indiqué par des triangles (ligne en traitillé).

La présence de 10 % de smectites dans le filler diminue de manière constante la résistance à la traction indirecte d'éprouvettes en fonction du nombre de cycles de séchage / humidification. Les éprouvettes composées de filler pur apparaissent par contre insensibles aux cycles de séchage / humidification. Une forte dispersion apparaît pour les éprouvettes composées d'enrobé à teneur en vide relativement élevée.

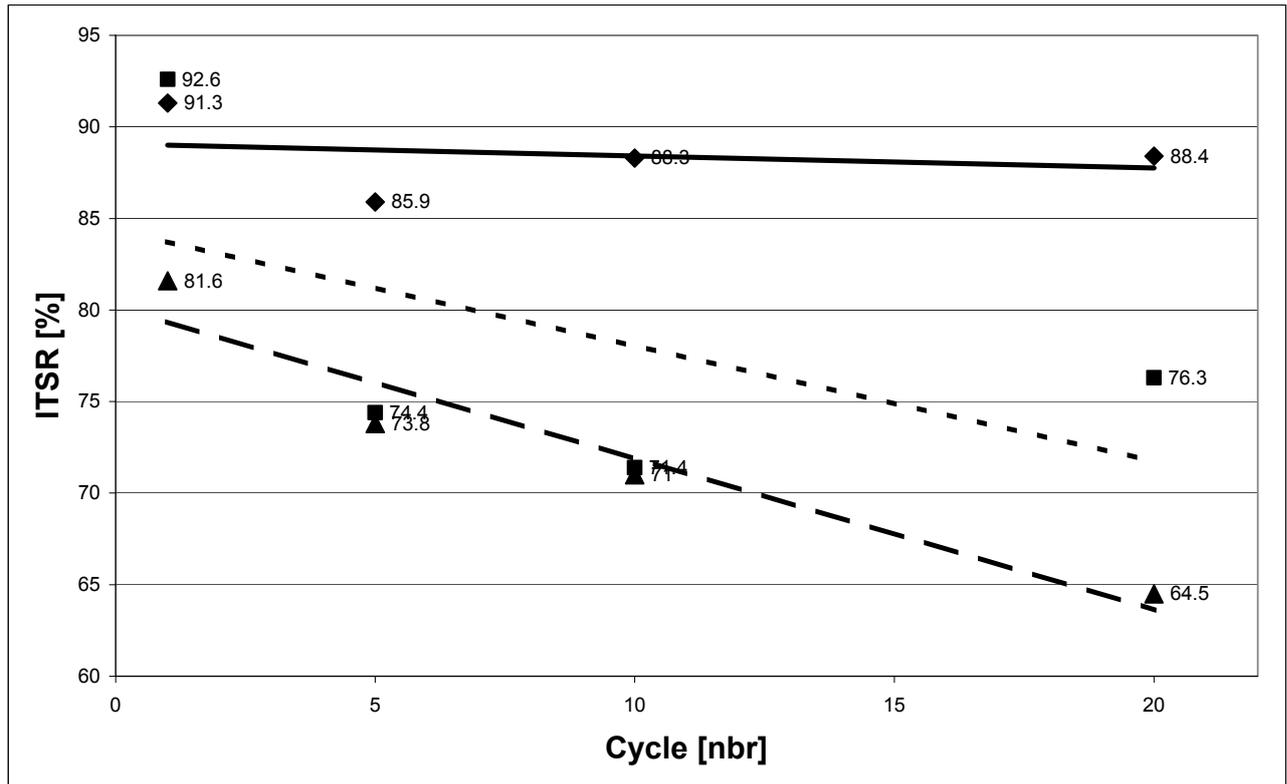


Fig. 10.3: représentation graphique de l'évolution de l'ITSR en fonction du nombre de cycles d'humidification (losanges et ligne pleine = enrobé à faible teneur en vides avec filler pur, carrés et ligne en pointillé = enrobé à haute teneur en vides avec filler pur, triangles et ligne en traitillé = enrobé avec filler dopé avec 10 % de smectites). L'enrobé à faible teneur en vides et composé de filler pur apparaît insensible à l'eau alors que l'enrobé dont le filler contient 10 % de smectites montre une sensibilité à l'eau en fonction du nombre de cycles d'immersion. L'enrobé à forte teneur en vides montre une trop forte dispersion des résultats pour permettre de tirer des conclusions.

10.2.5 Conclusions

Les résultats de l'essai européen de sensibilité à l'eau montrent qu'un enrobé composé de filler non conforme aux exigences des normes suisses (filler dopé par des phyllosilicates très nocifs tels que 10% de smectites gonflantes) répond aux exigences de la norme EN 12697-12 [50].

Ceci apparaît d'autant plus grave que la répétition de 20 cycles de séchage – humidification induit une dégradation continue des propriétés mécaniques de l'enrobé.

Les résultats des essais de sensibilité à l'eau montrent des effets comparables à ceux de l'essai Duriez.

L'essai européen, tout comme l'essai Duriez est beaucoup trop lourd et apparaît beaucoup trop peu significatif pour tester l'effet des phyllosilicates sur le long terme. La phénoménologie de la situation in situ n'apparaît pas simulée par ces essais de laboratoire.

Cet essai comporte aussi beaucoup trop de variables, telles que la composition pétrographique des granulats, le bitume, la granulométrie, la teneur en vides etc. pour tirer des corrélations avec la composition du filler.

Les essais selon [3] apparaissent beaucoup plus sensibles du fait que les essais se font sur le mélange filler – bitume.

10.3 Essais de modification du volume par immersion dans l'eau

Les essais de modification du volume d'éprouvettes après immersion dans l'eau ont été réalisés selon le mode opératoire de [3]. Cette norme décrit la façon de déterminer la modification du volume que subissent des éprouvettes cylindriques de mélange filler-bitume immergées dans l'eau. Avant l'introduction des normes européennes, cette norme a servi à mesurer la sensibilité à l'eau des fillers pour enrobés bitumineux utilisés en Suisse.

10.3.1 Filler de référence (Nekafill)

Action rigidifiante Selon EN 13179-1	$\Delta_{R\&B} = 10.0$		
Masse volumique réelle selon EN 1097-7	$\rho_f \text{ (moyen)} = 2.73 \text{ Mg/m}^3$		
Porosité du filler sec compacté selon EN 1097-4	$v \text{ (moyen)} = 32 \%$		
Eprouvette n°	1	2	3
V_0 : Volume après sciage [cm ³]	201.4	199.2	198.1
Volume après 2,5 h dans l'eau glacée sous vide d'air à 25 mbar [cm ³]	201.3	199.2	198.0
V_{24} : Volume après 24 h dans l'eau à 40°C [cm ³]	202.0	199.7	198.6
ΔV_{24} [%]	0.30	0.25	0.25
Valeur déterminante [%]	0.27		



Fig. 10.4: éprouvettes de filler de référence après immersion dans l'eau à 40°C. L'augmentation de volume est très faible et aucune modification macroscopique des éprouvettes n'a été détectée. Le filler de référence apparaît quasiment insensible à l'eau. Hauteur = 100 mm, diamètre = 55 mm.

10.3.2 Filler de quartz

Masse volumique réelle selon EN 1097-7	ρ_f (moyen) = 2.63 Mg/m ³		
Porosité du filler sec compacté selon EN 1097-4	v (moyen) = 34 %		
Eprouvette n°	1	2	3
V_0 : Volume après sciage [cm ³]	193.6	195.7	195.0
Volume après 2,5 h dans l'eau glacée sous vide d'air à 25 mbar [cm ³]	193.6	195.7	195.0
V_{24} : Volume après 24 h dans l'eau à 40°C [cm ³]	211.6	217.2	225
ΔV_{24} [%]	9.30	10.99	15.38
Valeur déterminante [%]	11.9		

La composition minéralogique est indiquée au chap. 4.10. Les éprouvettes ne montrent aucune transformation après l'immersion dans l'eau glacée sous une pression de 25 mbar (1^{ère} phase de l'essai). Par contre, une forte augmentation de volume, entre 9.3 et 15.4 %, se produit au cours de la 2^{ème} phase de l'essai ainsi qu'une perte de consistance quasiment totale.



Fig. 10.5: éprouvettes de filler de quartz-bitume après immersion dans l'eau à 40°C (2^{ème} phase de l'essai). Outre la forte augmentation de volume, ces éprouvettes ont perdu quasiment toute leur consistance. Après immersion dans l'eau à 40°C, ces éprouvettes se sont déformées et tordues sous leur propre poids (exemple marqué par une flèche bleue). Avant l'essai, les éprouvettes ont une hauteur de 100 mm et un diamètre de 55 mm.

10.3.3 Filler de référence mélangé avec 50 % de filler de quartz

Masse volumique réelle selon EN 1097-7	ρ_f (moyen) = 2.68 Mg/m ³		
Porosité du filler sec compacté selon EN 1097-4	v (moyen) = 33 %		
Eprouvette n°	1	2	3
V_0 : Volume après sciage [cm ³]	197.7	197.7	197.3
Volume après 2,5 h dans l'eau glacée sous vide d'air à 25 mbar [cm ³]	197.8	197.7	197.3
V_{24} : Volume après 24 h dans l'eau à 40°C [cm ³]	198.9	200.1	208
ΔV_{24} [%]	0.61	1.21	5.42
Valeur déterminante [%]	2.4		

10.3.4 Filler de référence mélangé avec 75 % de filler de quartz

Masse volumique réelle selon EN 1097-7	ρ_f (moyen) = 2.66 Mg/m ³		
Porosité du filler sec compacté selon EN 1097-4	v (moyen) = 34 %		
Eprouvette n°	1	2	3
V_0 : Volume après sciage [cm ³]	197.6	196.7	200.1
Volume après 2,5 h dans l'eau glacée sous vide d'air à 25 mbar [cm ³]	197.5	196.5	200.1
V_{24} : Volume après 24 h dans l'eau à 40°C [cm ³]	199.2	198.1	200.8
ΔV_{24} [%]	0.81	0.71	0.35
Valeur déterminante [%]	0.6		

10.3.5 Filler de référence mélangé avec 85 % de filler de quartz

Masse volumique réelle selon EN 1097-7	ρ_f (moyen) = 2.66 Mg/m ³		
Porosité du filler sec compacté selon EN 1097-4	v (moyen) = 35 %		
Eprouvette n°	1	2	3
V_0 : Volume après sciage [cm ³]	198.4	197.6	197.9
Volume après 2,5 h dans l'eau glacée sous vide d'air à 25 mbar [cm ³]	198.2	197.5	197.9
V_{24} : Volume après 24 h dans l'eau à 40°C [cm ³]	203.1	201.3	200.1
ΔV_{24} [%]	2.37	1.87	1.11
Valeur déterminante [%]	1.8		

10.3.6 Filler de référence dopé avec 10% de talc

Masse volumique réelle selon EN 1097-7	ρ_f (moyen) = 2.71 Mg/m ³		
Porosité du filler sec compacté selon EN 1097-4	v (moyen) = 35 %		
Eprouvette n°	1	2	3
V_0 : Volume après sciage [cm ³]	197.9	195.9	196.1
Volume après 2,5 h dans l'eau glacée sous vide d'air à 25 mbar [cm ³]	198.1	196.1	196.5
V_{24} : Volume après 24 h dans l'eau à 40°C [cm ³]	199.4	197.0	197.8
ΔV_{24} [%]	0.76	0.56	0.87
Valeur déterminante [%]	0.7		

10.3.7 Filler de référence dopé avec 10 % de pyrophyllite

Masse volumique réelle selon EN 1097-7	ρ_f (moyen) = 2.71 Mg/m ³		
Porosité du filler sec compacté selon EN 1097-4	v (moyen) = 35 %		
Eprouvette n°	1	2	3
V_0 : Volume après sciage [cm ³]	198.6	196.4	199.8
Volume après 2,5 h dans l'eau glacée sous vide d'air à 25 mbar [cm ³]	198.9	196.7	200.4
V_{24} : Volume après 24 h dans l'eau à 40°C [cm ³]	199.6	197.0	201.7
ΔV_{24} [%]	0.50	0.31	0.95
Valeur déterminante [%]	0.6		

10.3.8 Filler de référence dopé avec 10 % de kaolinite

Masse volumique réelle selon EN 1097-7	ρ_f (moyen) = 2.70 Mg/m ³		
Porosité du filler sec compacté selon EN 1097-4	v (moyen) = 35 %		
Eprouvette n°	1	2	3
V_0 : Volume après sciage [cm ³]	192.4	199.5	196.8
Volume après 2,5 h dans l'eau glacée sous vide d'air à 25 mbar [cm ³]	192.7	200.0	197.4
V_{24} : Volume après 24 h dans l'eau à 40°C [cm ³]	198.1	202.9	200.5
ΔV_{24} [%]	2.96	1.70	1.88
Valeur déterminante [%]	2.2		



Fig. 10.6: éprouvettes de filler de référence dopé avec 10 % de kaolinite. De nombreuses fissures se sont développées lors de la phase d'immersion dans l'eau à 40°C. Deux types de fissures sont visibles, d'une part de longues fissures pénétrant les éprouvettes profondément (exemples marqués par des flèches rouges) et d'autre part une série de très nombreuses petites fissures ouvertes situées plus ou moins perpendiculairement à l'axe du cylindre (exemples indiqués par des flèches bleues), ou respectivement parallèlement aux bases circulaires de l'éprouvette cylindrique. Avant l'essai, les éprouvettes ont une hauteur de 100 mm et un diamètre de 55 mm.

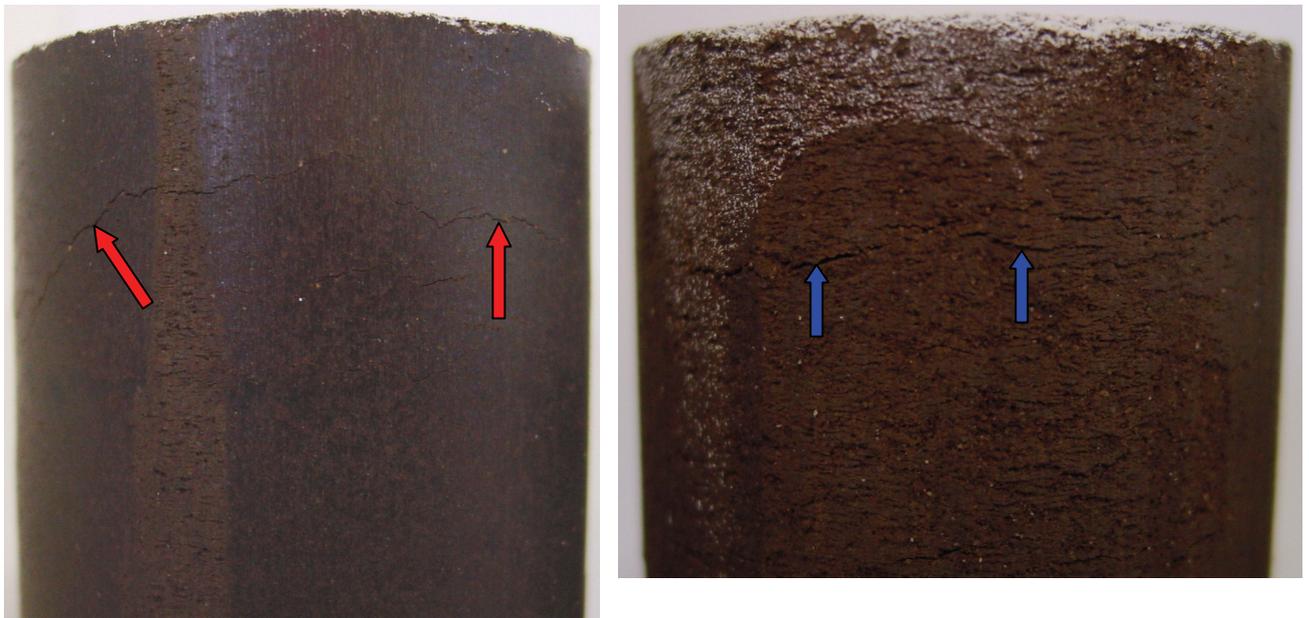


Fig. 10.7: détails de la fig. 10.6. Détails des fissures dans les éprouvettes composées de filler dopé avec 10 % de kaolinite. A gauche exemple de fissure importante traversant l'éprouvette. A droite exemples de petites fissures à la surface des éprouvettes (exemples indiqués par des flèches bleues). Avant l'essai, les éprouvettes ont une hauteur de 100 mm et un diamètre de 55 mm.

10.3.9 Filler de référence dopé avec 10 % de muscovite d'Inde

Masse volumique réelle selon EN 1097-7	ρ_f (moyen) = 2.74 Mg/m ³		
Porosité du filler sec compacté selon EN 1097-4	v (moyen) = 43 %		
Éprouvette n°	1	2	3
V_0 : Volume après sciage [cm ³]	200.6	202.3	200.9
Volume après 2,5 h dans l'eau glacée sous vide d'air à 25 mbar [cm ³]	200.5	202.3	201.0
V_{24} : Volume après 24 h dans l'eau à 40°C [cm ³]	224.6	224.6	235
ΔV_{24} [%]	11.96	11.02	16.97
Valeur déterminante [%]	13.3		

10.3.10 Filler de référence dopé avec 10 % de muscovite C 1000

Masse volumique réelle selon EN 1097-7	ρ_f (moyen) = 2.72 Mg/m ³		
Porosité du filler sec compacté selon EN 1097-4	v (moyen) = 41 %		
Éprouvette n°	1	2	3
V_0 : Volume après sciage [cm ³]	198.9	203.5	200.6
Volume après 2,5 h dans l'eau glacée sous vide d'air à 25 mbar [cm ³]	198.7	203.3	200.5
V_{24} : Volume après 24 h dans l'eau à 40°C [cm ³]	202.6	206.9	204.1
ΔV_{24} [%]	1.86	1.67	1.74
Valeur déterminante [%]	1.8		

10.3.11 Filler de référence dopé avec 10 % de phlogopite Suzorite HK 200

Masse volumique réelle selon EN 1097-7	ρ_f (moyen) = 2.75 Mg/m ³		
Porosité du filler sec compacté selon EN 1097-4	v (moyen) = 40 %		
Éprouvette n°	1	2	3
V_0 : Volume après sciage [cm ³]	202.4	201.5	204.1
Volume après 2,5 h dans l'eau glacée sous vide d'air à 25 mbar [cm ³]	202.3	201.5	204.0
V_{24} : Volume après 24 h dans l'eau à 40°C [cm ³]	209.9	208.9	212.6
ΔV_{24} [%]	3.71	3.67	4.16
Valeur déterminante [%]	3.9		

10.3.12 Filler de référence dopé avec 10% de phlogopite Suzorite HK 400

Masse volumique réelle selon EN 1097-7	ρ_f (moyen) = 2.74 Mg/m ³		
Porosité du filler sec compacté selon EN 1097-4	v (moyen) = 40 %		
Éprouvette n°	1	2	3
V_0 : Volume après sciage [cm ³]	200.4	202.6	200.5
Volume après 2,5 h dans l'eau glacée sous vide d'air à 25 mbar [cm ³]	200.4	202.7	200.6
V_{24} : Volume après 24 h dans l'eau à 40°C [cm ³]	207.7	208.7	212.0
ΔV_{24} [%]	3.64	3.01	5.74
Valeur déterminante [%]	4.1		

10.3.13 Filler de référence dopé avec 10 % de chlorite

Masse volumique réelle selon EN 1097-7	ρ_f (moyen) = 2.71 Mg/m ³		
Porosité du filler sec compacté selon EN 1097-4	v (moyen) = 35 %		
Éprouvette n°	1	2	3
V_0 : Volume après sciage [cm ³]	194.6	196.8	195.4
Volume après 2,5 h dans l'eau glacée sous vide d'air à 25 mbar [cm ³]	194.8	197.6	195.6
V_{24} : Volume après 24 h dans l'eau à 40°C [cm ³]	197.0	205.5	201.1
ΔV_{24} [%]	1.23	4.42	2.92
Valeur déterminante [%]	2.9		

10.3.14 Filler de référence dopé avec 2 % de smectite

Masse volumique réelle selon EN 1097-7	ρ_f (moyen) = 2.71 Mg/m ³		
Porosité du filler sec compacté selon EN 1097-4	v (moyen) = 33 %		
Éprouvette n°	1	2	3
V_0 : Volume après sciage [cm ³]	199.3	199.6	197.5
Volume après 2,5 h dans l'eau glacée sous vide d'air à 25 mbar [cm ³]	203.4	203.6	201.5
V_{24} : Volume après 24 h dans l'eau à 40°C [cm ³]	209.6	209.8	207.7
ΔV_{24} [%]	5.17	5.11	5.16
Valeur déterminante [%]	5.1		

10.3.15 Filler de référence dopé avec 10 % de smectites

	Filler NEKAFILL pollué avec 10% de smectites
Masse volumique réelle Selon EN 1097-7	$\rho_f \text{ (moyen)} = 2.64 \text{ Mg/m}^3$
Porosité du filler sec compacté Selon EN 1097-4	$v \text{ (moyen)} = 32 \%$
Modification du volume d'éprouvettes après immersion dans l'eau Selon SN 670 845 b	$\Delta V_{24} \text{ (moyen)} = -$ Il n'a pas été possible de terminer l'essai car les carottes se sont fissurées lors de l'immersion dans l'eau glacée sous une pression de 25 mbar (fig. 10.8)
Action rigidifiante Selon EN 13179-1	$\Delta_{R\&B} = 11.5$



Fig. 10.8: éprouvettes après immersion dans l'eau glacée sous une pression de 25 mbar. Les éprouvettes sont complètement fissurées, voire fragmentées après la 1^{ère} phase de l'essai déjà. Il n'a pas été possible de procéder à la 2^{ème} phase de l'essai qui consiste à plonger les éprouvettes dans de l'eau chauffée à 40 °C et de déterminer les modifications du volume. Avant l'essai, les éprouvettes ont une hauteur de 100 mm et un diamètre de 55 mm.

10.4 Influence des dopes d'adhésivité dans le bitume

10.4.1 Essai témoin avec bitume exempt de dope d'adhésivité

Essai témoin avec le filler de référence dopé avec 16.7 % de muscovite d'inde. Le bitume étant exempt de dope d'adhésivité.

Masse volumique réelle selon EN 1097-7	ρ_f (moyen) = 2.75 Mg/m ³		
Porosité du filler sec compacté selon EN 1097-4	v (moyen) = 48 %		
Éprouvette n°	1	2	3
V_0 : Volume après sciage [cm ³]	195.7	199.4	201.6
Volume après 2,5 h dans l'eau glacée sous vide d'air à 25 mbar [cm ³]	195.7	199.9	201.8
V_{24} : Volume après 24 h dans l'eau à 40°C [cm ³]	235.1	251.0	233.1
ΔV_{24} [%]	20.13	25.88	15.63
Valeur déterminante [%]	20.6		



Fig. 10.9: éprouvettes après immersion dans l'eau à 40 °C. Les éprouvettes ont fortement augmenté de volume (> 20 %). Les éprouvettes se sont en outre déformées en forme de tonneau sous leur propre poids. Elles ont perdu pratiquement toute consistance et sont devenues molles au toucher après immersion dans l'eau à 40 °C.

Ces éprouvettes sont gorgées d'eau qui ressort en exerçant une pression avec le doigt à la surface des éprouvettes. Après une semaine, les carottes ont séché et sont redevenues dures au toucher. Avant l'essai, les éprouvettes ont une hauteur de 100 mm et un diamètre de 55 mm.

10.4.2 Mélange dopé avec de la chaux

Le mélange utilisé est composé de 73 % de filler de référence, de 16.7 % de muscovite d'Inde ainsi que de 10 % de chaux Nekapur.

Masse volumique réelle selon EN 1097-7	ρ_f (moyen) = 2.70 Mg/m ³		
Porosité du filler sec compacté selon EN 1097-4	v (moyen) = 52 %		
Éprouvette n°	1	2	3
V_0 : Volume après sciage [cm ³]	202.3	200.1	200.6
Volume après 2,5 h dans l'eau glacée sous vide d'air à 25 mbar [cm ³]	202.2	200.1	200.7
V_{24} : Volume après 24 h dans l'eau à 40°C [cm ³]	209.4	208.3	210.3
ΔV_{24} [%]	3.51	4.10	4.84
Valeur déterminante [%]	4.2		



Fig. 10.10: éprouvettes après immersion dans l'eau à 40 °C. Les éprouvettes ne se sont pas ramollies lors de l'immersion dans l'eau et restent dures au toucher. Elles ont seulement blanchi par l'ajout de chaux.

Avant l'essai, les éprouvettes ont une hauteur de 100 mm et un diamètre de 55 mm.

10.4.3 Bitume dopé avec 0.3 % de TPH

Le filler utilisé se compose du filler de référence dopé avec 16.7 % de muscovite d'inde. Le bitume a été modifié par d'adjonction de 0.3 % en dope d'adhésivité de type TPH.

Masse volumique réelle selon EN 1097-7	ρ_f (moyen) = 2.75 Mg/m ³		
Porosité du filler sec compacté selon EN 1097-4	v (moyen) = 48 %		
Éprouvette n°	1	2	3
V_0 : Volume après sciage [cm ³]	198.4	196.6	196.0
Volume après 2,5 h dans l'eau glacée sous vide d'air à 25 mbar [cm ³]	198.4	196.7	196.0
V_{24} : Volume après 24 h dans l'eau à 40°C [cm ³]	218.7	216.2	214.2
ΔV_{24} [%]	10.23	9.97	9.29
Valeur déterminante [%]	9.8		



Fig. 10.11 : Les éprouvettes ont fortement augmenté de volume après immersion dans l'eau à 40°C pendant 24 heures et de petites fissures (exemple marqué par une flèche) sont apparues à la surface (1 à 2 sur chaque carotte). L'augmentation a été uniforme et les éprouvettes sont restées rectilignes.

Avant l'essai, les éprouvettes ont une hauteur de 100 mm et un diamètre de 55 mm.

10.4.4 Bitume dopé avec 0.3 % d'acide stéarique

Le filler utilisé se compose du filler de référence dopé avec 16.7 % de muscovite d'inde. Le bitume a été modifié par d'adjonction de 0.3 % en dope d'adhésivité de type acide stéarique.

Masse volumique réelle selon EN 1097-7	ρ_f (moyen) = 2.75 Mg/m ³		
Porosité du filler sec compacté selon EN 1097-4	v (moyen) = 48 %		
Éprouvette n°	1	2	3
V_0 : Volume après sciage [cm ³]	196.7	194.6	199.7
Volume après 2,5 h dans l'eau glacée sous vide d'air à 25 mbar [cm ³]	196.6	194.7	199.9
V_{24} : Volume après 24 h dans l'eau à 40°C [cm ³]	230.4	227.4	229.7
ΔV_{24} [%]	17.13	16.86	15.02
Valeur déterminante [%]	16.3		



Fig. 10.12 : Les carottes filler-bitume ont augmenté de volume de manière significative après immersion dans l'eau à 40°C pendant 24 heures et une à deux fissures (exemples marqués par des flèches) sont apparues à la surface de chaque carotte. Les éprouvettes sont restées rectilignes. Avant l'essai, les éprouvettes ont une hauteur de 100 mm et un diamètre de 55 mm.

10.4.5 Bitume dopé avec 0.7 % de TPH

Le filler utilisé se compose du filler de référence dopé avec 16.7 % de muscovite d'inde. Le bitume a été modifié par d'adjonction de 0.7 % en dope d'adhésivité de type TPH.

Masse volumique réelle selon EN 1097-7	ρ_f (moyen) = 2.75 Mg/m ³		
Porosité du filler sec compacté selon EN 1097-4	v (moyen) = 48 %		
Éprouvette n°	1	2	3
V₀ : Volume après sciage [cm ³]	203.2	198.2	200.3
Volume après 2,5 h dans l'eau glacée sous vide d'air à 25 mbar [cm ³]	203.4	198.3	200.4
V₂₄ : Volume après 24 h dans l'eau à 40°C [cm ³]	213.4	206.0	209.5
ΔV_{24} [%]	5.02	3.94	4.59
Valeur déterminante [%]	4.5		

Les éprouvettes montrent une légère fissuration en surface après immersion dans l'eau à 40 °C.

10.4.6 Bitume dopé avec 0.7 % de silane

Le filler utilisé se compose du filler de référence dopé avec 16.7 % de muscovite d'inde. Le bitume a été modifié par d'adjonction de 0.7 % en dope d'adhésivité de type silane.

Masse volumique réelle selon EN 1097-7	ρ_f (moyen) = 2.75 Mg/m ³		
Porosité du filler sec compacté selon EN 1097-4	v (moyen) = 48 %		
Éprouvette n°	1	2	3
V₀ : Volume après sciage [cm ³]	199.0	200.9	199.3
Volume après 2,5 h dans l'eau glacée sous vide d'air à 25 mbar [cm ³]	199.0	201.0	199.2
V₂₄ : Volume après 24 h dans l'eau à 40°C [cm ³]	205.6	207.6	206.3
ΔV_{24} [%]	3.32	3.33	3.51
Valeur déterminante [%]	3.4		

Aucune fissuration n'est apparue après immersion dans l'eau à 40 °C.

10.4.7 Résumé des résultats des essais selon SN 670 845 b

- Le filler composé de carbonates apparaît insensible à l'essai de modification de volume par immersion dans l'eau.
- Le filler composé de quartz montre une forte augmentation de volume après immersion dans l'eau à 40 °C.
- Les phyllosilicates de type mica sont très sensibles à la modification de volume par immersion dans l'eau. L'adjonction de 16.7 % de muscovite d'Inde dans le filler de référence induit une augmentation de volume de plus de 20 % après immersion dans l'eau à 40 °C.
- L'ajout de 10% de chaux dans le filler réduit fortement les effets négatifs des micas.
- L'adjonction de dope d'adhésivité dans le bitume diminue les effets négatifs des micas par la réduction de l'augmentation du volume lors de l'immersion dans l'eau à 40 °C.
- La teneur en dope d'adhésivité est un facteur déterminant pour réduire les effets négatifs des micas. Plus cette teneur est élevée et plus l'effet négatif des micas est réduit.
- Le type de dope d'adhésivité est un autre facteur déterminant pour réduire l'effet négatif des micas.
- Les phyllosilicates de type gonflant montrent deux phases de gonflement. Une première phase de gonflement durant l'étape d'immersion dans l'eau glacée et une seconde phase de gonflement durant l'étape d'immersion dans l'eau à 40 °C.
- La kaolinite a montré deux phases de gonflement. Une faible phase de gonflement durant l'étape d'immersion dans l'eau glacée et une seconde phase de gonflement plus significative durant l'étape d'immersion dans l'eau à 40 °C.

10.5 Interprétation des résultats

Les résultats de ces séries d'essai montrent que deux phases de gonflement se déroulent au cours des deux étapes successives de l'essai de modification du volume par immersion dans l'eau. Les phyllosilicates de type gonflant induisent déjà une modification du volume pendant la première phase de l'essai, pendant de l'immersion dans l'eau glacée alors que les silicates tels que le quartz ainsi que certains types de phyllosilicates ne provoquent d'augmentation de volume significative que dans la deuxième phase de l'essai durant la phase d'immersion dans l'eau à 40 °C ce qui implique la présence de deux phénomènes distincts de gonflements.

Le premier phénomène, lié à la première phase d'augmentation du volume est dû à la structure cristalline des phyllosilicates gonflants qui augmentent de volume par absorption d'eau entre les feuillets.

Le second mode de gonflement s'apparente plutôt à un artefact lié à l'essai de modification du volume par immersion dans l'eau. Cet artefact correspond au même phénomène qui touche le filler composé de quartz et qui est provoqué par le désenrobage des silicates et l'adsorption d'un film d'eau entre le liant et le granulat. C'est ce film d'eau adsorbé entre le liant et le grain qui induit une augmentation de volume. Ce phénomène n'est pas lié à un aspect structurel des phyllosilicates. La cause du phénomène réside en fait dans la problématique de l'affinité entre le bitume et les granulats, respectivement au problème du désenrobage en présence d'eau qui s'apparente à un phénomène physico-chimique. Cette interprétation est corroborée par le fait que l'utilisation de dopes d'adhésivité dans le bitume inhibe plus ou moins fortement les effets négatifs des phyllosilicates selon le type et la concentration du dope d'adhésivité.

Les fillers composés de silicates sont tous plus ou moins sensibles à cet effet. Toutefois, certains types de phyllosilicates, en particulier les micas et probablement aussi certains types de chlorites sont plus fortement affectés que le quartz par les problèmes d'adhésivité avec le bitume en présence d'eau.

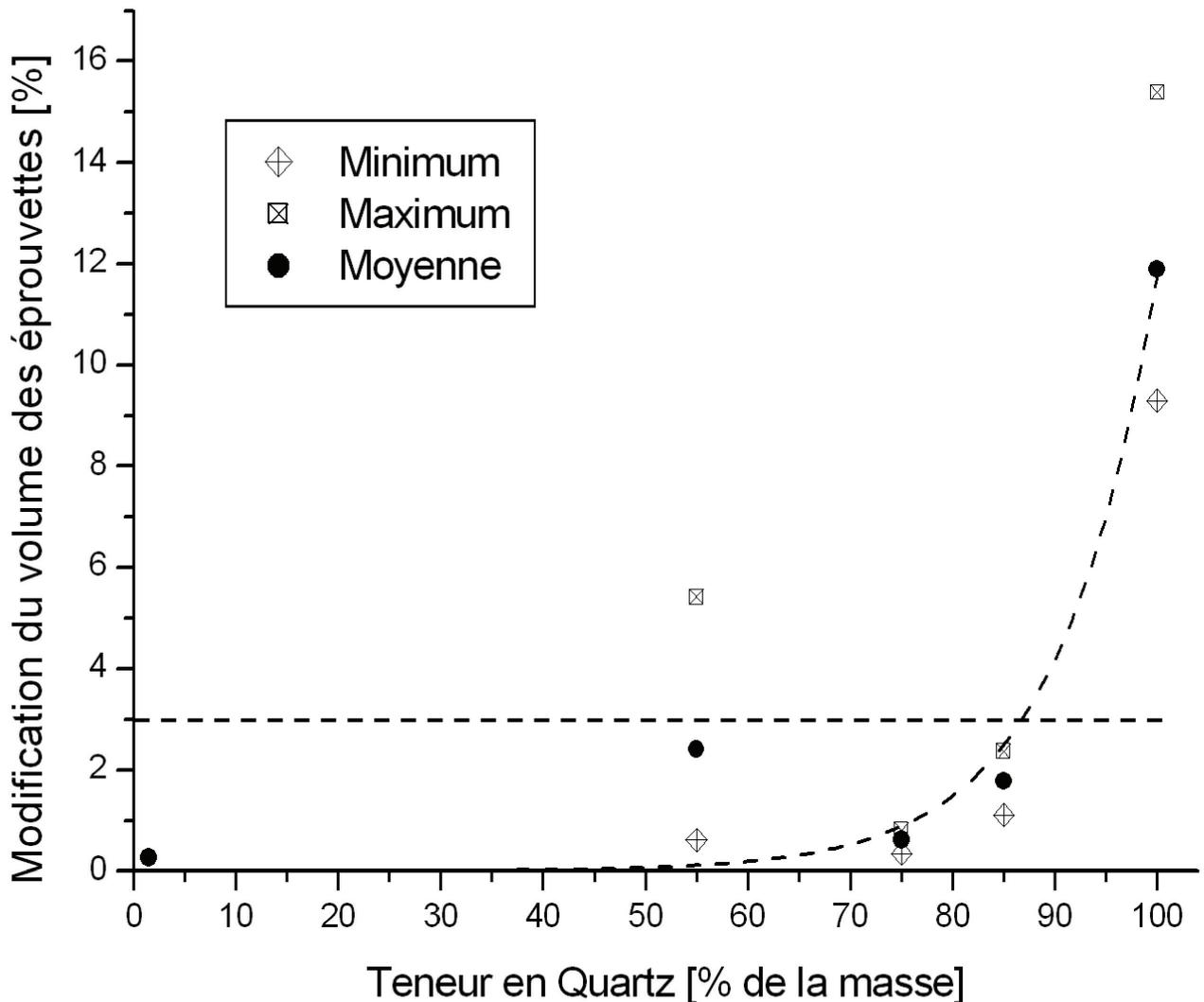


Fig. 10.13: représentation graphique des résultats des essais de modification du volume par immersion dans l'eau dans le système binaire comportant du filler de référence composé d'un calcaire relativement pur ainsi que d'un filler de quartz composé presque exclusivement de silicates.

Le filler de référence composé de carbonates induit une très faible modification du volume qui apparaît négligeable.

Le filler composé de silicates induit une forte modification du volume et fait perdre toute consistance au mélange filler – bitume lors de l'immersion dans l'eau à 40 °C. Les résultats présentent en outre une très forte dispersion.

Les résultats de cette série d'essais montrent:

- *que 15 à 25 % de carbonates apparaissent suffisant pour stabiliser le mélange bitume – filler composé de silicates*
- *mais aussi que 50 % de silicates dans le filler peuvent déjà présenter des risques. Les résultats de l'essai effectué avec un mélange composé de 50 % de filler de quartz et de 50 % de filler de carbonate montrent une forte dispersion.*

Des essais complémentaires sont toutefois nécessaires pour affiner le modèle.

Ces résultats sont en adéquation avec les effets observés in situ ainsi que les résultats obtenus avec des fillers suisses généralement composés d'au moins 20 % de carbonates.

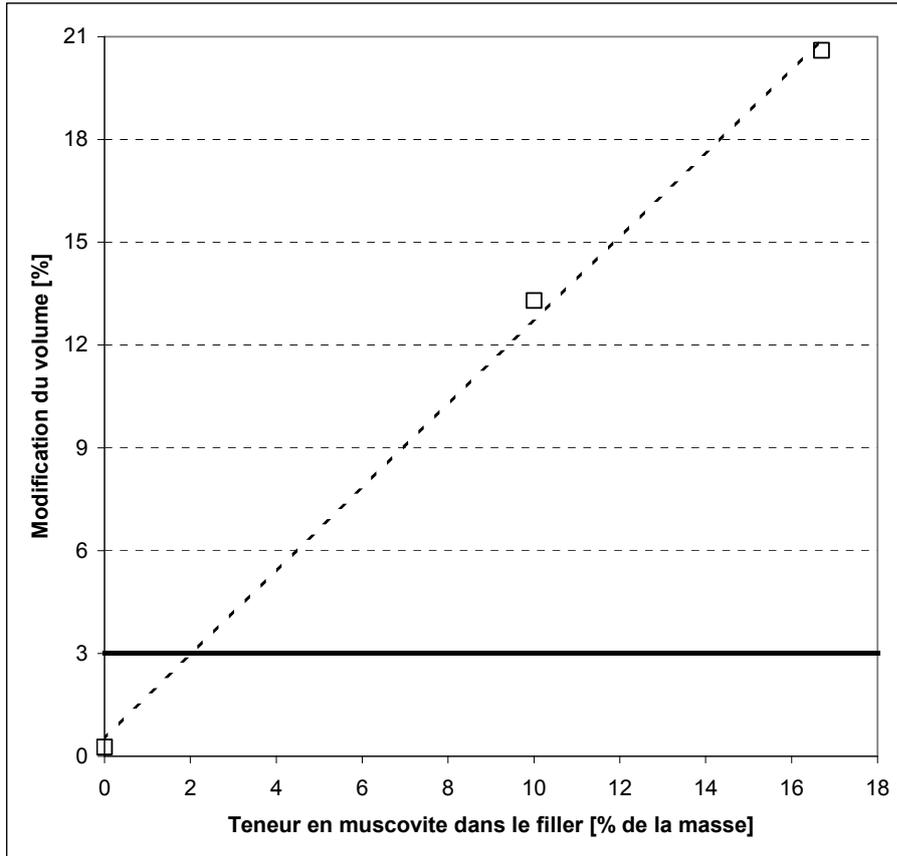


Fig. 10.14: variation du volume par immersion dans l'eau en fonction de la teneur en muscovite d'Inde. Les résultats de cette série d'essai montrent que la variation du volume apparaît proportionnelle à la teneur en micas.

La limite de tolérance pour les micas à grain très fin se situe à environ 2 % de la masse du filler composés de phyllosilicates de type mica.

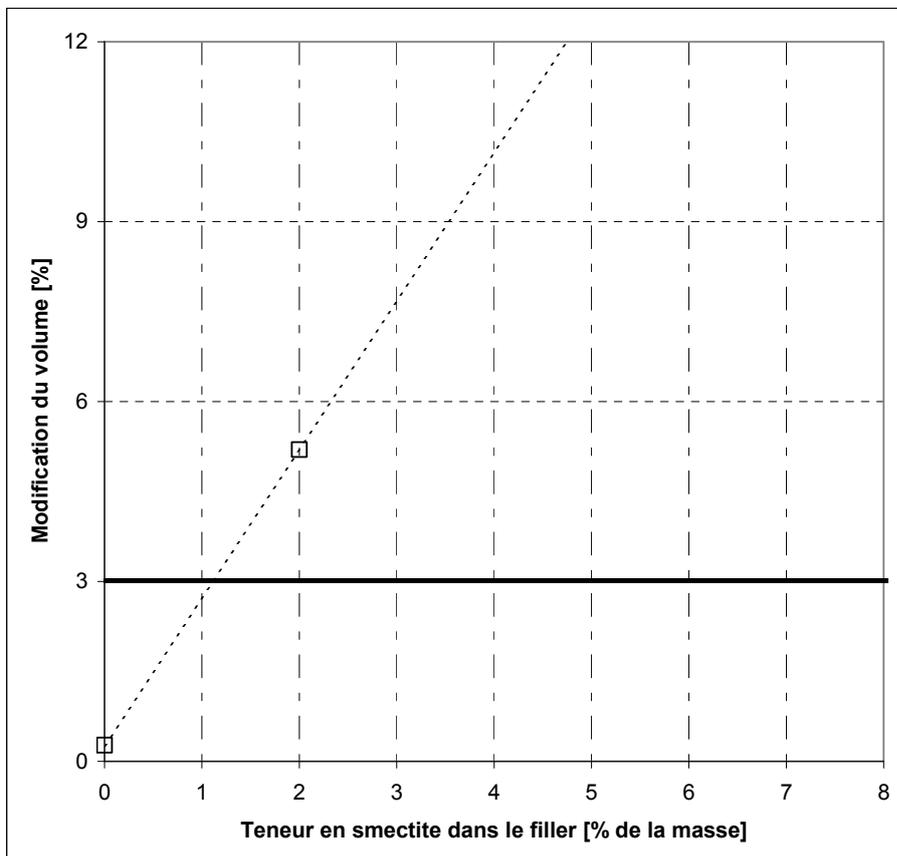


Fig. 10.15: variation du volume par immersion dans l'eau en fonction de la teneur en smectite dans le filler.

Les résultats de cette série d'essai montrent que l'augmentation du volume apparaît proportionnelle à la teneur en phyllosilicates gonflants.

La limite de tolérance pour les minéraux gonflants dans les fillers est proche de 1 % de standard Cheto. Sachant que ce standard ne contient que 70 % environ de smectite pure, la limite devrait être fixée à 0.5 % de smectite en tenant compte d'une marge de réserve (env. 30 %).

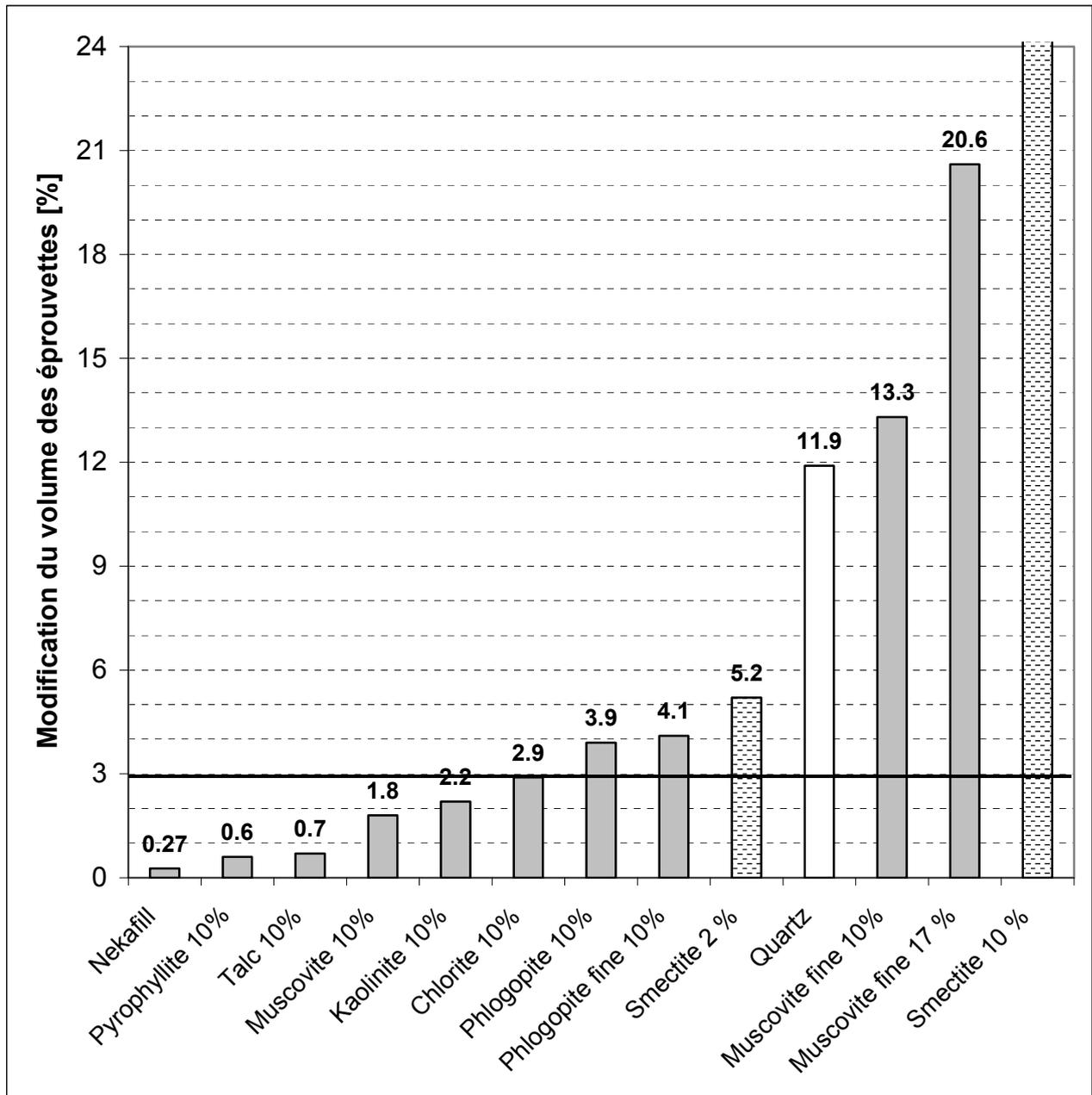


Fig. 10.16 : variations de la modification du volume par immersion dans l'eau en fonction de la composition minéralogique des fillers. Les résultats des essais avec le filler de quartz montrent que l'essai selon la norme SN 670 845 b présente un artefact (colonne blanche). La modification de volume induite par le filler de quartz est importante, alors que le quartz n'est pas du tout un minéral susceptible de gonfler en présence d'eau. Les résultats de ces essais montrent que la présence de 10 % dans le filler de la plupart des phyllosilicates simples de type T-O ou T-O-T n'a pas ou très peu d'effets négatifs au niveau de la sensibilité à l'eau. Seule la kaolinite pourrait faire exception (fig. 10.6 et 10.7). Ce sont les phyllosilicates de type complexe avec des cations intercouches qui peuvent s'avérer nocifs dans les fillers.

D'autre part, ces phyllosilicates sont particulièrement nocifs au niveau des éléments très fins. En effet, la réactivité augmente fortement avec la diminution de la taille des particules. Ce qui est le contraire de ce qui a été observé pour les bétons. Les résultats de ces essais montrent que la présence de micas de grande taille en proportion inférieure à 10 % de la masse du filler ne préjudicent que très peu la résistance à l'eau des fillers.

Ce sont surtout les micas (phlogopite, muscovite et biotite) ainsi que les minéraux gonflants (colonnes en traitillé) qui présentent les plus grands risques.

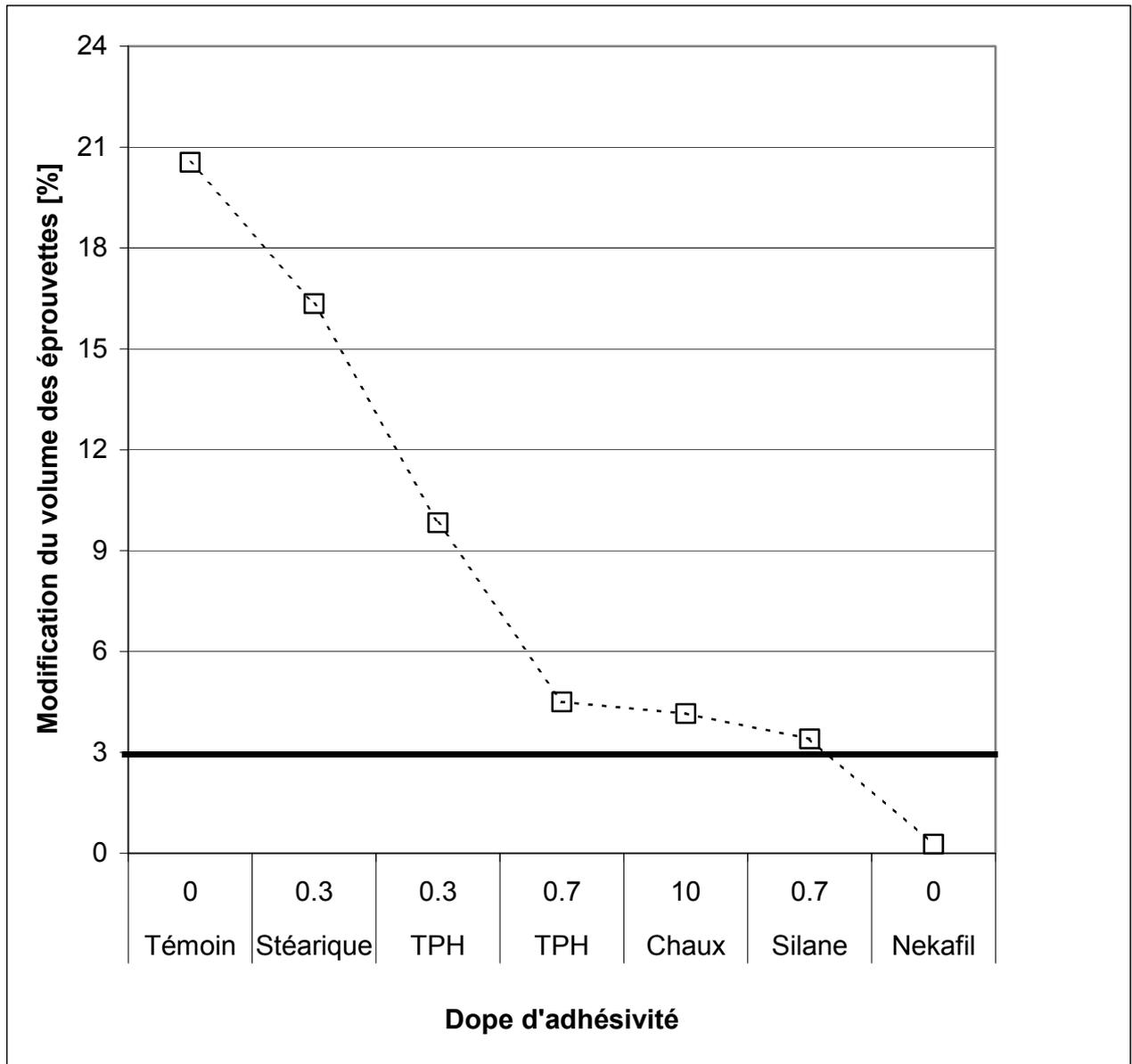


Fig. 10.17 : les résultats des essais avec les bitumes comportant des dopes d'adhésivité montrent que les phénomènes d'augmentation du volume par immersion dans l'eau dépendent en fait de la teneur en silicates. Les concentrations indiquées pour les dopes du bitume (acide stéarique, TPH et Silane) se réfèrent au bitume alors que la concentration en chaux se réfère au filler.

Il apparaît clairement que la forte polarité des micas dans la fraction argileuse n'est pas compensée complètement par la présence d'un dope d'adhésivité, même en concentration supérieure à ce qui usuellement utilisé (0.3 à 0.5 %) pour les bitumes.

Ces résultats montrent aussi, qu'il est très probable que la teneur en dopes d'adhésivité doit être augmentée pour compenser les effets des micas dans les fractions fines, particulièrement dans un filler composé entièrement de silicates.

Les dopes d'adhésivité pour les bitumes sont des produits qui favorisent le mouillage des granulats par le liant et s'opposent à la rupture de cette liaison en présence d'eau.

Désignation	nekapur® 2 Hydroxyde de calcium, pur, Ca(OH) ₂ Chaux éteinte très fine
Producteur	Kalkfabrik Netstal AG, CH-8754 Netstal, Schweiz

Tableau 10.10: fiche technique de l'hydroxyde calcium Ca(OH)₂ Ne-kapur utilisé comme dope d'adhésivité.

Analyse chimique	Ca(OH) ₂	96.9 %
	CaO _{total}	72.2 %
	MgO	0.6 %
	Al ₂ O ₃	< 0.1 %
	Fe ₂ O ₃	0.01 %
	SiO ₂	0.2 %
	SO ₃	0.4 %
	Perte au feu	25.1 %
	H ₂ O _{libre}	0.6 %
	H ₂ O _{liée}	23.6 %
CO ₂	0.9 %	
Données physiques	Densité apparente (EN 459-2)	0.4 g/cm ³
	Analyse au tamis (EN 459-2) résidus	
	Tamis 0.2 mm	0.0 %
	Tamis 0.09 mm	1.0 %
	Blancheur (Micro Color II, R _y)	97.4 %

11 Examens in situ

Quelques exemples représentatifs de mastics avec présence de phyllosilicates dans le filler sont présentés dans ce chapitre.

Tableau 11.1: cantons n'ayant pas observé le phénomène.

Canton	Dégradation d'enrobés liée à la présence de phyllosilicates
Bâle campagne	Phénomène non observé ou non reconnu comme tel
Nidwald	Phénomène observé dans d'anciens revêtements qui ont été remplacés
Obwald	Phénomène non observé
Schwitz	Phénomène non observé ou non reconnu
Thurgovie	Phénomène non observé ou non reconnu
Uri	Phénomène jamais observé

Tableau 11.2: cantons où le phénomène a été observé.

Canton	Dégradation d'enrobés liée à la présence de phyllosilicates	Prélèvements
Argovie	Observé à plusieurs endroits	Non
Berne	Observé à plusieurs endroits	Oui
Genève	Phénomène probable	Oui
Jura	Observé à plusieurs endroits	Oui
Lucerne	Observé à plusieurs endroits	Oui
Valais	Présence connue de phyllosilicates dans les granulats	Oui

11.1 Canton d'Argovie



Fig. 11.1 : AB 16 dans l'agglomération de Schafisheim présentant un mastic altéré prématurément. Les granulats ne présentent pas de dégradations dues aux intempéries. Par contre le mortier présente une altération de moyenne importance.



Fig. 11.2 : village de Gränichen. Enrobé AB 11 présentant un mastic avec des dégradations avancées et des phénomènes de désenrobage. L'âge du revêtement se situe entre 8 et 15 ans. Les granulats ne montrent pas de dégradation particulière et seul le mortier est touché.

11.2 Canton de Berne

Fig. 11.3 : route cantonale RJ 18 près de la Chaux d'Abel dans le canton de Berne. Restes d'enrobé rouge de type AB 11 L posé en 1997 et totalement dégradé en 2002. Le mastic présente de graves dégradations. Les granulats par contre sont intacts.



Fig. 11.4: état de la carotte prélevée dans l'enrobé dégradé de la RJ 18 dans le canton de Berne à la hauteur de la Chaux d'Abel. Le mortier bitumineux est totalement désagrégé.

11.3 Canton de Genève



Fig. 11.5 : route cantonale n° 70 dans l'agglomération d'Avully. Enrobé de type MR 11 fortement dégradé peu après sa mise en service.

11.4 Canton du Jura



Fig. 11.6 : route cantonale Saint-Ursanne les Rangiers. Dégradation du mastic dans le MR 11 composé de rhyodacite. Les granulats restent intacts et seul le mastic est dégradé.

11.5 Canton de Lucerne



Fig. 11.7: revêtement du pont de Rossei à fin mars 2005. Les dégradations dans le revêtement ont atteint un état avancé, la surface du revêtement est fortement désagrégée par endroit et des nids de poule se sont développés.



Fig. 11.8: détail de la figure précédente. Le mastic est fortement dégradé.

11.6 Canton du Valais



Fig. 11.9: carotte prélevée dans le revêtement de type AB 10 ou AB 16 de la route du col du Simplon à la hauteur du "Gunzigrabenbrücke dans la voie montante. L'âge du revêtement se situe entre 20 et 25 ans. Les dégradations du mastic apparaissent peu prononcées en regard de l'âge du revêtement. Certaines zones présentent par contre des fissurations importantes (fig. 11.10).



Fig. 11.10: revêtement de type AB 10 ou AB 16 de la route du col du Simplon à la hauteur du "Gunzigrabenbrücke dans la voie montante. L'âge du revêtement se situe entre 20 et 25 ans. Peu de dégradations sont visibles dans le mastic mis à part des zones qui présentent par endroits de fortes fissurations.

12 Essais sur béton hydraulique

12.1 Choix des paramètres et des essais

12.1.1 Constituants des bétons

Le granulat

Le granulat utilisé est un granulat silico-calcaire majoritairement roulé du Rhône constitué en grande partie de calcaires, calcaires siliceux et grès calcaires, auxquelles s'ajoutent des roches métamorphiques alpines diverses. Ce granulat très bien lavé présente une quantité limitée de fines lesquelles sont de plus quasi exemptes d'argiles. Cette caractéristique permet, lors de l'adjonction de quelques pourcents de fines, de se situer encore dans la zone optimum de teneur en fines et non pas déjà dans un domaine d'excès de fines, ce qui aurait faussé le sens de cette étude.

Le filler

Le filler calcaire de Netstal particulièrement pauvre en phyllosilicates (2.6 %, tableau 4) et les minéraux gonflants sont quasiment inexistant a été choisi pour ces caractéristiques. Il assure la présence de fines "neutres" dans les mélanges des bétons témoins (chap. 4.1).

L'argile non gonflante

L'argile utilisée est une kaolinite provenant d'Allemagne dont l'analyse détaillée est indiquée dans le chapitre 4.2.

L'argile gonflante

Cette argile est une bentonite constituée environ pour moitié de smectites gonflantes (50%) et pour le reste de phyllosilicates non gonflants (l'analyse détaillée est indiquée dans le chap. 4.9).

12.2 La formulation des bétons

Le béton de référence choisi, nommé béton standard dans le cadre de cette recherche, correspond à un béton de type génie civil, présentant de bonnes caractéristiques mécaniques et de durabilité, soit un béton de classe de résistance en compression C30/37, exposé à l'humidité (catégorie XC3), au gel (catégorie XF3) et aux chlorures (catégorie XD2).

Le principe retenu pour cette recherche est la comparaison du béton standard avec 3 séries de bétons incorporant des ajouts de fines dans les sables (0/4 mm), soit :

- la série des bétons incorporant cinq teneurs progressives en bentonites (1, 2, 3, 4, 7.5%, à concentration en gonflants de 50 % dans les sables),
- la série des bétons incorporant deux teneurs en filler calcaire (4 et 7.5%),
- la série des bétons incorporant trois teneurs progressives en kaolinite (2, 4, 7.5% de non gonflants).

Les critères de comparaison entre les bétons sont :

- la résistance en compression
- la capillarité
- la pénétration d'eau sous pression
- la résistance au gel en l'absence et en présence de sels de déverglaçage.

Les éléments constants dans les 11 fabrications de bétons sont : le dosage en ciment, les proportions des classes granulaires. Le détail des fabrications figurent dans l'annexe xxx.

L'élément variable est la proportion d'ajout des différentes fines (argiles et filler calcaire).

Les éléments ajustés sont les teneurs en adjuvant fluidifiant et la quantité d'eau de gâchage (rapport E/C, consistance).

12.3 Les propriétés mesurées et les essais

Les propriétés mesurées sur le béton frais sont :

- la masse volumique
- la teneur en air
- la consistance (pour estimer l'ouvrabilité)

Les propriétés mesurées sur le béton durci sont :

- la masse volumique apparente,
- la résistance en compression sur cube 15x15x15 cm mesurée à 7 jours, 28 jours et 90 jours (selon essai SN EN 12390-3 [54]),
- la capillarité des bétons mesurée à 28 jours et 90 jours (selon essai TFB – BC 17/1989 [55]),
- la pénétration d'eau sous pression mesurée à 43 jours (selon DIN 1048, modifié EPFL [56]),
- la résistance au gel en l'absence de sel de déverglaçage et la résistance au gel en présence de sel de déverglaçage à 28 et 90 jours (selon essai rapide TFB – Bulletin du Ciment 10/1986 [57]).

12.4 Résultats

Les résultats des essais sont indiqués sous forme de résumé dans les diagrammes 12.1 à 12.4.

Le détail des résultats se trouve en annexe.

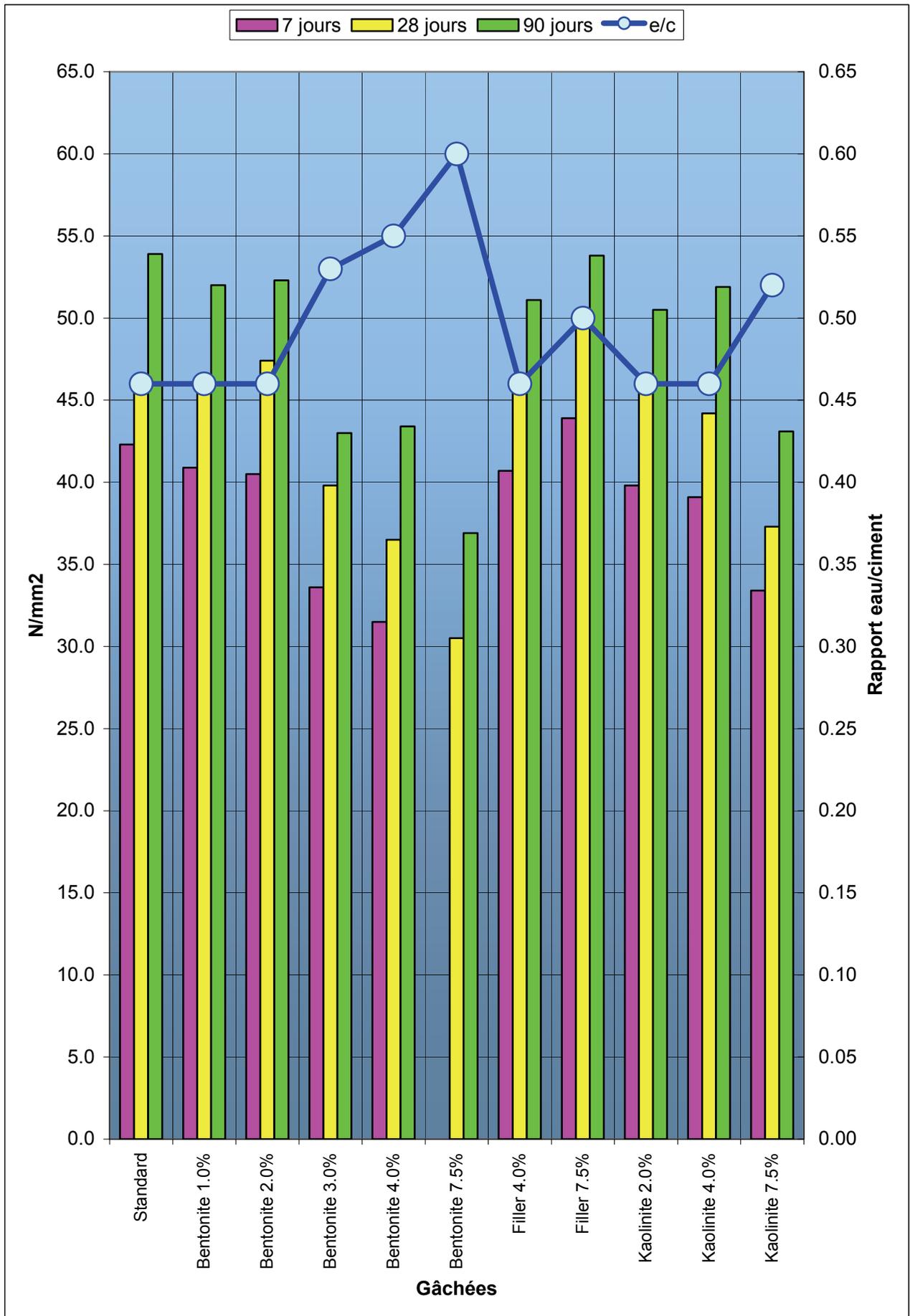


Diagramme 12.1: résultats des essais de résistance à la compression et rapport eau/ciment.

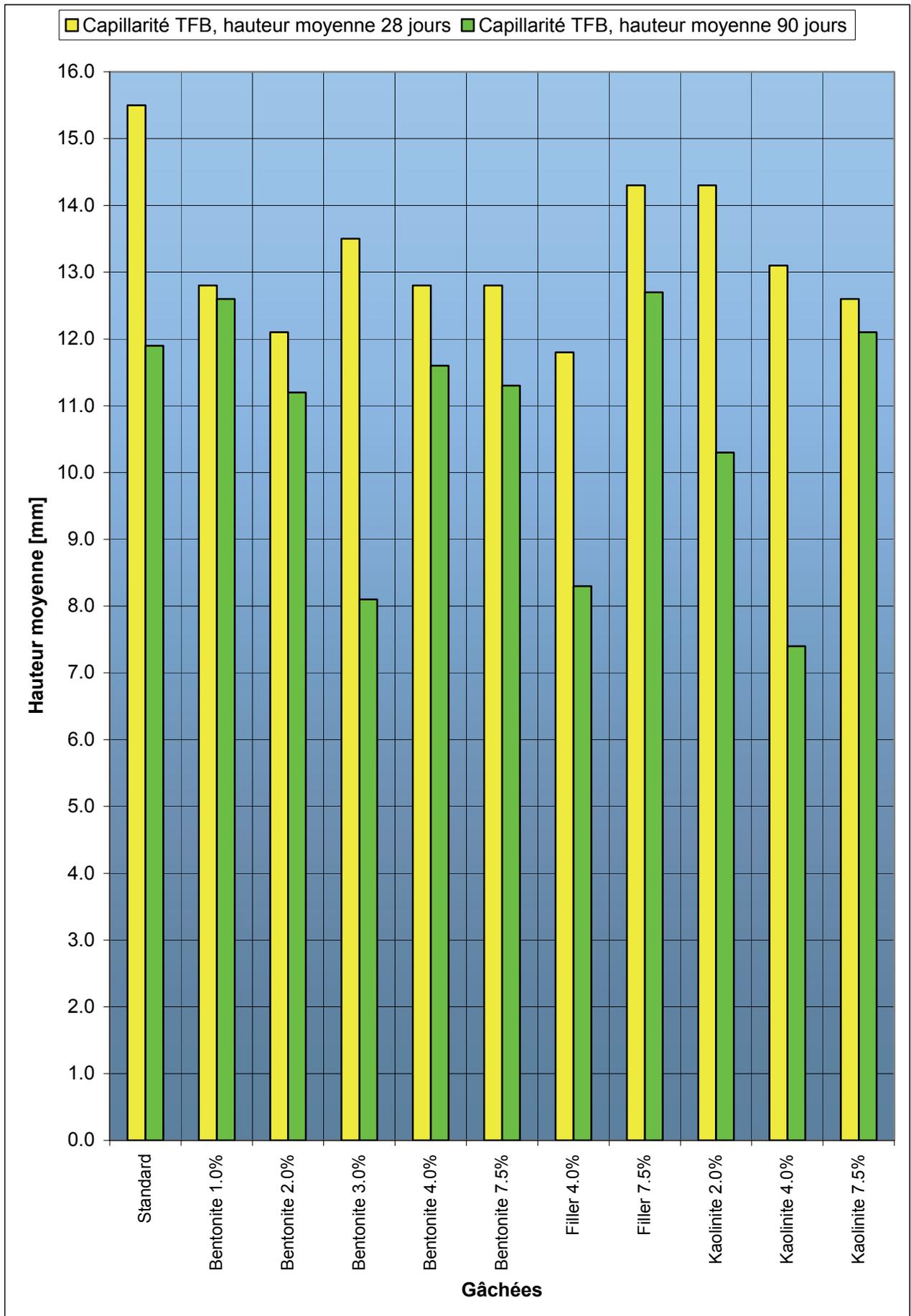


Diagramme 12.2: résultats des essais de capillarité.

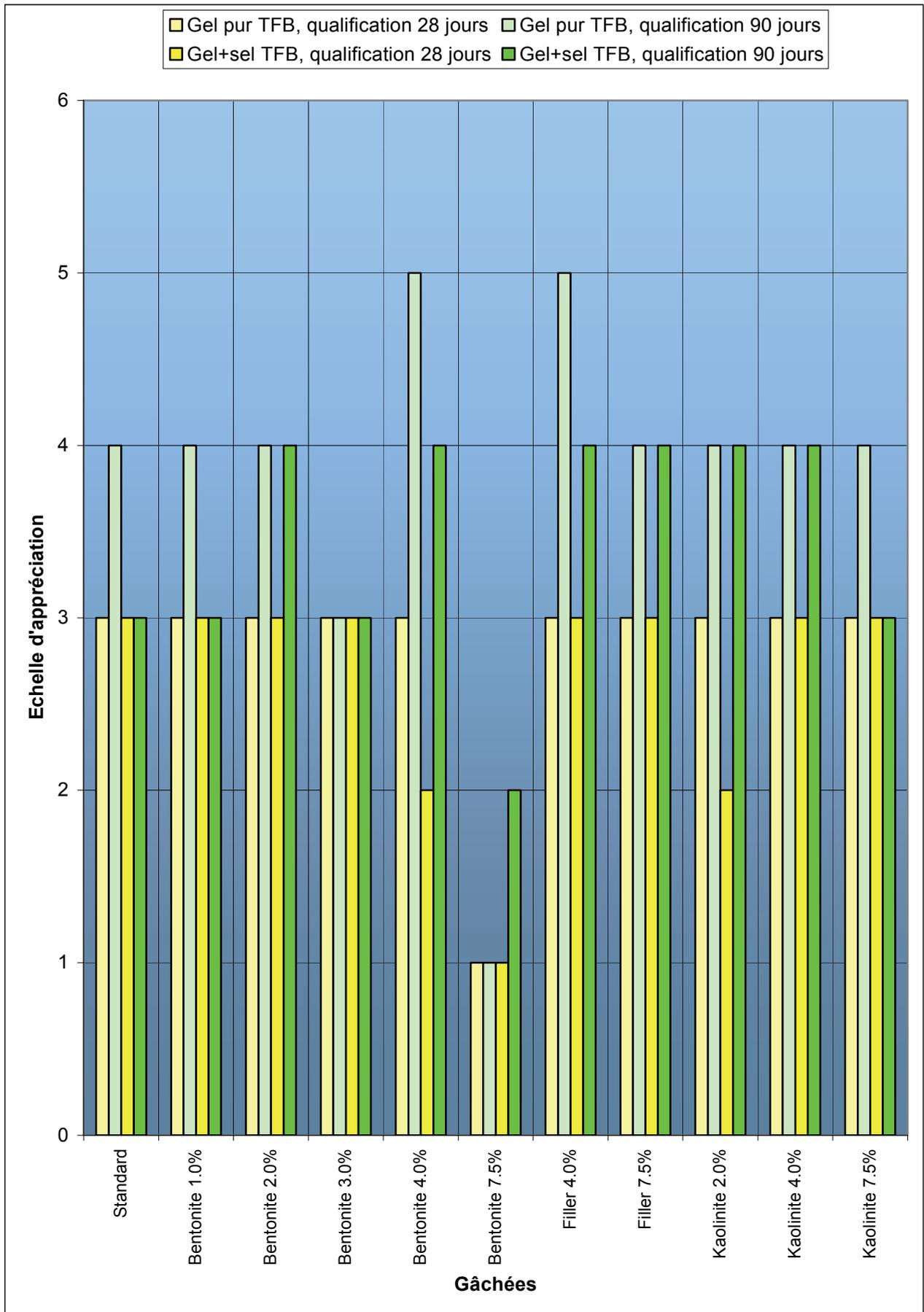


Diagramme 12.3: résultats des essais de gel pur et de gel en présence de sel de déverglage (1 = mauvais; 2 = insuffisant; 3 = suffisant; 4 = bon; 5 = élevé).

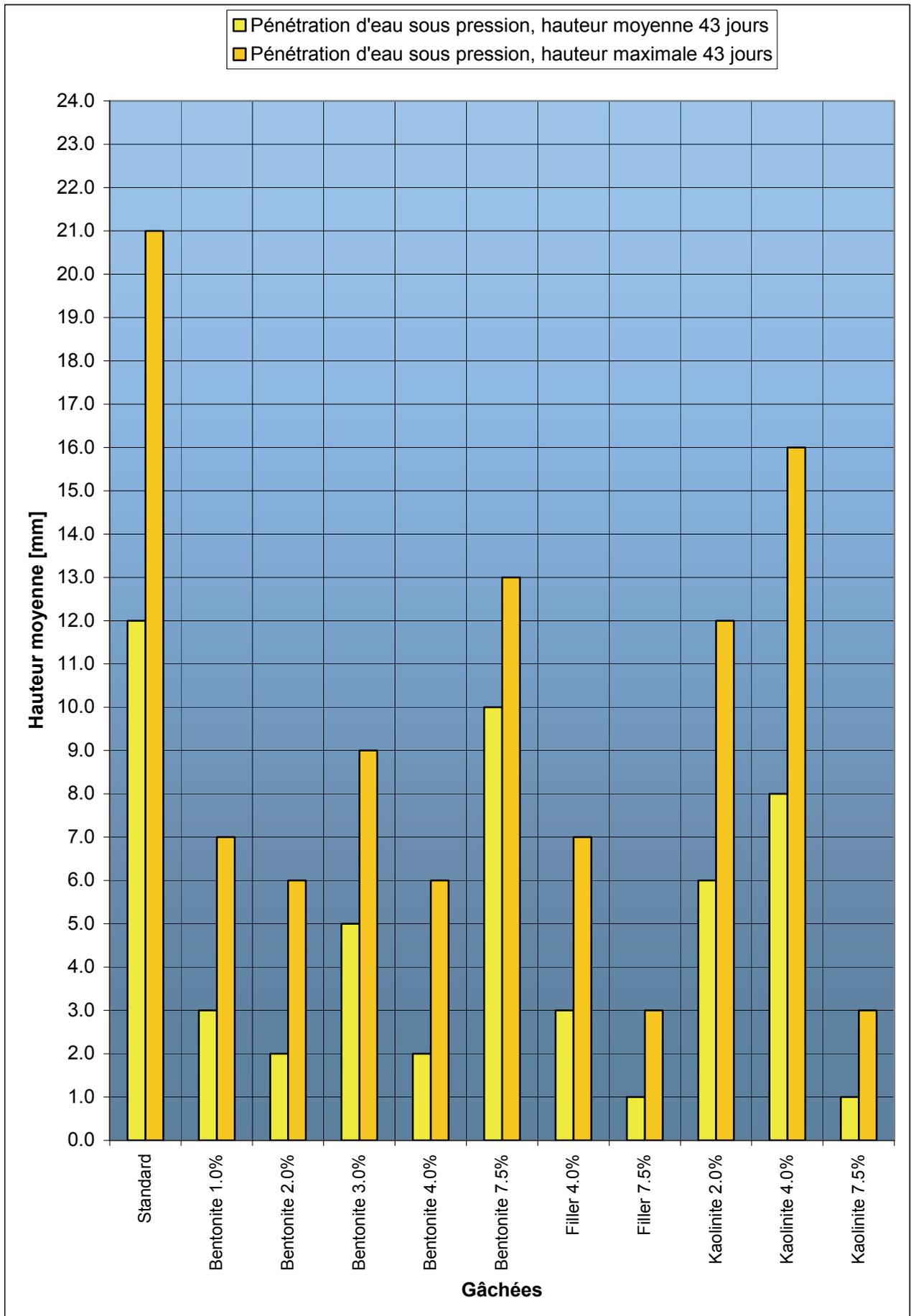


Diagramme 12.4: résultats des essais de pénétration d'eau.

12.5 Interprétation des résultats

12.5.1 Effets produits par l'ajout de filler calcaire

Sur le béton frais et relativement au béton standard :

L'ajout de 4 % de filler a stabilisé le mélange sans perte de consistance et sans adjonction d'eau de gâchage : c'est une amélioration.

L'ajout de 7.5 % de filler a nécessité une adjonction significative d'eau de gâchage pour limiter la perte de consistance : le seul de l'optimum de la teneur en fines a donc été dépassé : on aurait donc significativement perdu en consistance sans cette correction par l'augmentation de l'eau de gâchage.

Sur le béton durci et relativement au béton standard :

Les résistances en compression sont grosso modo maintenues dans les 2 taux d'adjonction de filler. Les propriétés de durabilité (capillarité et résistance au gel avec et sans sel de déverglaçage) sont à l'optimum avec l'ajout de 4 % de filler. Avec un taux d'ajout de 7.5 % de filler, on revient dans le domaine des propriétés de durabilité du béton témoin.

La perméabilité mesurée par pénétration d'eau sous pression diminue fortement dès l'ajout de 4 % de filler et s'améliore encore lorsque le taux de filler atteint 7.5 %. Les pores communicants se sont donc segmentés.

12.5.2 Effets produits par les argiles gonflantes (bentonites)

Sur le béton frais et relativement au béton standard :

L'ajout jusqu'à 2 % de bentonites (à 50 %) permet de conserver une consistance suffisante pour une bonne mise en place, mais un léger raidissement du béton relativement au béton standard est constaté, et ceci déjà avec l'ajout de 1 %.

L'ajout de 3 % de bentonites (à 50 %) marque un tournant significatif: le raidissement s'accroît nettement au cours du temps : le temps disponible pour une bonne ouvrabilité du béton est donc réduit et ceci malgré une adjonction importante d'eau de gâchage : plus de 25 litres rapportés à 1 m³ de béton.

L'ajout de 4 % de bentonites marque encore un recul des propriétés d'ouvrabilité du béton en dépit de l'augmentation encore de la quantité d'eau de gâchage. Ce béton devient vite difficile à utiliser. L'ajout de 7.5 % de bentonites amène malgré un ajout de plus de 50 litres d'eau de gâchage rapporté à 1 m³ de béton à un béton non utilisable.

Sur le béton durci et relativement au béton standard :

L'ajout jusqu'à 2 % de bentonites (à 50 %) permet de conserver les valeurs de résistance en compression obtenues avec le béton standard.

Dès un ajout de 3 % de bentonites, les valeurs de résistances en compression diminuent très fortement (moins 20-25 %) par rapport au béton standard.

Les propriétés de durabilité (capillarité et résistance au gel avec et sans sel de déverglaçage) évoluent diversement. La capillarité se trouve légèrement améliorée relativement à celle du béton standard pour les essais à 28 jours; l'optimum se situe pour l'ajout de 2 % de bentonite. Pour les essais à 90 jours l'optimum de la capillarité est atteint pour un ajout de 3 % de bentonite. On note une tenue au gel optimale avec et sans sel de déverglaçage pour l'ajout de 4 % de bentonites. Au delà, on constate un effondrement des résistances au gel avec et sans sel de déverglaçage.

La perméabilité mesurée par pénétration d'eau sous pression diminue fortement dès l'ajout de 1 % de bentonites et reste au même niveau jusqu'à un ajout de 4 % de bentonites, ce qui constitue une amélioration significative. Les pores communicants se sont donc segmentés. Au-delà, pour un ajout de 7,5 % de bentonites, la pénétration d'eau revient vers le niveau de celui du béton standard.



Fig. 12.1: photographies de la gâchée de béton frais avec ajout de 7.5 % de filler de bentonite.

Les propriétés d'ouvrabilité du béton sont tellement diminuées que ce dernier n'est plus utilisable.

Le béton colle à la pelle.



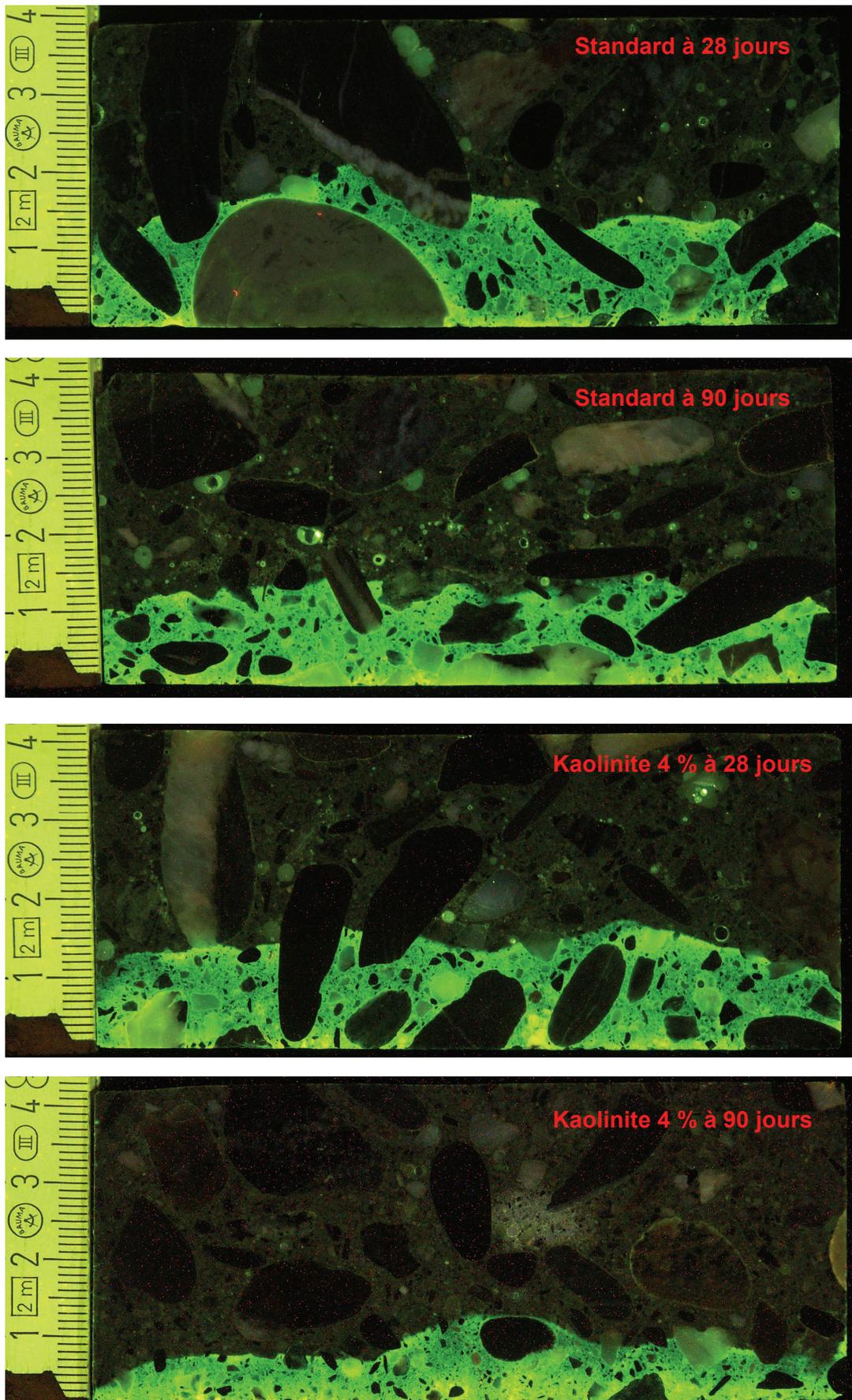


Fig. 12.2: photomicroscopie. Exemples de mesure de capillarité par microscopie en lumière fluorescente. L'adjonction de filler, de kaolinite ou de bentonite entre 2 et 4 % segmente les pores communicants du béton témoin.

12.5.3 Effets produits par les argiles non gonflantes (kaolinites)

Sur le béton frais et relativement au béton standard :

Le comportement observé sur le béton frais est analogue à celui de l'ajout de filler calcaire.

Sur le béton durci et relativement au béton standard :

L'ajout jusqu'à 4 % de kaolinites permet de conserver les valeurs de résistance en compression obtenues avec le béton standard. Au-delà, c'est-à-dire avec un ajout de 7.5 % de kaolinites, les valeurs de résistances en compression diminuent fortement (moins 20 %) par rapport au béton standard.

Les propriétés de durabilité (capillarité et résistance au gel avec et sans sel de déverglaçage), déjà à l'optimum avec l'ajout de 4 % de kaolinites, semblent soit plafonner pour la résistance au gel avec et sans sel de déverglaçage et légèrement régresser pour la capillarité.

La perméabilité mesurée par pénétration d'eau sous pression diminue significativement dès l'ajout de 2 % de kaolinites et reste à un niveau comparable jusqu'à un ajout de 4 % de kaolinites. Les pores communicants se sont donc en partie segmentés. Au-delà, pour un ajout de 7,5 % de kaolinites, la pénétration d'eau diminue encore fortement jusqu'à un niveau comparable à celui apporté par l'ajout de la même proportion de filler.

13 Synthèse de la recherche

Les conclusions fondamentales de cette recherche sont basées principalement sur les résultats des volets expérimentaux. C'est en effet surtout par voie expérimentale, que les causes des phénomènes de dégradation des mastics liés à la présence de phyllosilicates dans le filler ont pu être mises en évidence. L'influence des phyllosilicates dans le filler est expliquée dans les chapitres suivants.

13.1 Influence sur les propriétés mécaniques de mélanges bitumineux

L'influence que les phyllosilicates dans le filler exercent sur les propriétés mécaniques de mélanges bitumineux a été abordée de deux manières différentes. D'une part par des essais sur mastics et d'autre part par des essais sur un enrobé de type AB 11 aujourd'hui dénommé AC 11 depuis la parution des normes EN sur les enrobés bitumineux.

13.1.1 Influence sur le mastic bitumineux

Les essais réalisés avec des fillers dopés avec 10 % de phyllosilicates de type non gonflant et de type gonflant n'ont pas révélé une influence prononcée sur les propriétés mécaniques des mastics (chap. 9.4 et 9.5).

Les résultats de ces essais tendent à révéler, soit que les méthodes testées ne sont pas suffisamment adéquates (chap. 9.5), soit que la présence de phyllosilicates n'influence pas directement de manière significative la résistance mécanique des mastics et/ou la résistance à la fatigue des mastics.

Il reste toutefois très difficile de concevoir une expérimentation qui permette de simuler en laboratoire aussi bien les phénomènes d'altération par les intempéries que les dégradations induites par des contraintes mécaniques telles que par exemple la fatigue ou la résistance à l'orniérage.

13.1.2 Influence sur l'enrobé bitumineux

Les essais sur des éprouvettes d'enrobé bitumineux de type AC 11 L réalisés avec des fillers dopés en phyllosilicates de type gonflant ont révélé que la résistance à la traction indirecte diminue en fonction de la durée d'immersion et surtout du nombre croissant de cycle d'immersion et de séchage.

La diminution de résistance à la traction indirecte en fonction de la durée d'immersion (chap. 10.1.6) ou du nombre de cycle d'immersion et de séchage est significative mais relativement lente (chap. 10.2.4, fig. 10.2 et fig. 10.3), ce qui tend à montrer que l'effet des phyllosilicates s'apparente plutôt à des effets d'altération.

Cette lente diminution permet aussi d'expliquer dans une bonne mesure, la faible réactivité aux essais de comportement mécanique en présence d'eau (chap. 9.4 et 9.5).

13.2 Influence sur la durabilité et la stabilité des mastics

Les pertes de performances mécaniques d'enrobés bitumineux (par exemple la perte de résistance à la traction indirecte) en relation avec la présence de phyllosilicates dans le filler apparaissent toujours liées à la présence d'eau (chap. 10.1.5 et 10.2.4).

Il en est de même pour les pertes de performances mécaniques des mortiers bitumineux (par exemple la consistance) (chap. 10.3.15, et fig. 10.8 ainsi que chap. 10.4.1 et fig. 10.9) et ceci indépendamment de la présence de phyllosilicates gonflants.

Ces constatations sont en adéquation avec les observations d'enrobés dont le mastic et/ou le mortier se sont dégradés prématurément in situ (chap. 11). Les détériorations sont apparues suite à l'exposition aux intempéries (eau, gel, etc.).

C'est pour ces raisons que des essais de modification du volume par immersion dans l'eau d'éprouvettes bitumineuses selon [3] ont été effectués systématiquement.

13.3 Influence sur la modification du volume par immersion dans l'eau

13.3.1 Variation du volume en fonction de la concentration en phyllosilicates

De façon générale, l'augmentation du volume par immersion dans l'eau montre une corrélation linéaire avec la concentration en phyllosilicates dans le filler (fig. 10.14 et 10.15) au moins jusqu'à une concentration d'environ 17 % massiques du filler pour les micas.

13.3.2 Variation du volume en fonction du type de phyllosilicate

La réactivité des phyllosilicates durant l'essai de modification du volume par immersion dans l'eau montre de très fortes variations (fig. 10.16).

A concentration égale, la plus forte réactivité est enregistrée par les minéraux de type gonflant (fig. 10.8 et 10.16, chap. 10.3.15). Le comportement des phyllosilicates gonflants diffère aussi fondamentalement de tous les autres types de phyllosilicate (chap. 10.3.15, fig. 10.8).

Pour les phyllosilicates de type gonflant, l'augmentation du volume lors de l'immersion dans l'eau commence dès la première phase de l'essai, lorsque les éprouvettes sont plongées dans l'eau glacée (chap. 10.3.14 et 10.3.15). Cette augmentation est liée au gonflement par absorption d'eau entre les feuillettes du phyllosilicate gonflant (fig. 2.8). Suivant la concentration dans le filler, cette

augmentation peut être suffisante pour que les éprouvettes deviennent totalement fissurées ou se fragmentent (fig. 10.8) dès la première phase de l'essai.

Pour les phyllosilicates de type non gonflant, à concentration égale, la réactivité tend à augmenter avec la complexité de la structure cristalline des phyllosilicates. Les phyllosilicates avec des structures relativement simples tels que le talc et la pyrophyllite ne montrent que de très faibles augmentations du volume lors de l'immersion dans l'eau.

Les phyllosilicates complexes, de type mica, ont tendance à réagir fortement. Avec une concentration de 10 % massiques en micas dans le filler, les variations de volume sont généralement hors des limites de tolérance selon [1] (maximum 3 % d'augmentation du volume pour les couches de roulement).

13.3.3 Phénoménologie de l'augmentation du volume par immersion dans l'eau

Les effets observés lors de l'immersion dans l'eau des éprouvettes bitumineuses montrent que deux processus fondamentalement différents sont en jeux:

- d'une part, il s'agit d'un phénomène d'augmentation de volume des éprouvettes de mastic lié directement au gonflement des phyllosilicates gonflants de type smectite (chap. 10.3.13 et 10.3.15) ou de type interstratifié (chap. 2.5.6).
- d'autre part, c'est une interaction entre le phyllosilicate et l'eau qui est en cause et qui affecte directement l'adhésivité entre le liant et le granulat pour les phyllosilicates de type non gonflant. Ce phénomène touche plus particulièrement les micas (chap. 10.3.9. et 10.4.1).

Pour tous les autres phyllosilicates de type non gonflant examinés lors de cette étude, de même que pour les fillers dopés avec du quartz, l'augmentation du volume par immersion dans l'eau résulte de phénomènes d'adsorption d'eau entre les particules plus ou moins fortement hydrophiles (quartz, micas) et le film de bitume.

Il s'agit donc d'un artefact puisque ce phénomène affecte des minéraux qui ne gonflent pas du tout tel que par exemple le quartz (chap. 10.3.2).

Tous les phyllosilicates autres que gonflants qui ont été examinés dans le cadre de cette recherche ont réagi pendant la seconde phase de l'essai, lors de l'immersion dans l'eau à 40 °C.

Le problème d'adhésivité entre les phyllosilicates et le liant bitumineux est du même ordre que celui des silicates en général (chap. 10.3.2).

Les micas montrent une réactivité beaucoup plus importante que le quartz (comparer la fig. 10.13 avec la fig. 10.16). Ce qui peut très bien s'expliquer par les propriétés électrostatiques des micas.

La caractéristique la plus significative qui distingue les micas des autres phyllosilicates réside dans la charge (électrostatique) de la couche (layer charge en anglais).

Cette charge de la couche affecte la rétention des cations, l'adsorption de l'eau et aussi l'adsorption des molécules organiques polaires (Mermut, Ahmet R. and Lagaly, G. (2001): Baseline Studies of the Clay Minerals Society Source Clays: Layer-Charge Determination and Characteristics of those Minerals Containing 2:1 Layers, Clays and Clays Minerals, Vol. 49, No. 5, 393-397 [58]).

Le tableau 13.1 indique les charges par demi-maille élémentaire du réseau cristallin pour différents phyllosilicates. Les phyllosilicates qui ne présentent pas de charge ont réagi faiblement lors de l'essai de modification par immersion dans l'eau (fig. 10.16). Par contre, les micas qui ont montré une forte réactivité lors de l'essai de modification du volume par immersion dans l'eau, présentent les charges les plus fortes de tous les phyllosilicates.

Phyllosilicate	Charge par ½ maille élémentaire du réseau cristallin	Capacité d'Echange Cationique intercouche CEC [Cmol _c .kg ⁻¹]
Brucite, gibbsite	0	-
Serpentine, kaolinite	0	1 - 10
Talc, pyrophyllite	0	< 1
Montmorillonite	0.25 à 0.4	70 - 110
Illite	0.6 – 0.9	130 - 210
Biotite	≈ 1	220
Phlogopite	≈ 1	-
Muscovite	≈ 1	260

Tableau 13.1: (voir aussi tableau 5). Charge théorique par ½ maille élémentaire du réseau cristallin (d'après [58]). La couche correspond à un assemblage de feuillets TO ou TOT. L'intercouche correspond aux cations, cations hydratés et hydroxydes. Ce sont les phyllosilicates de type mica (biotite, phlogopite, muscovite) qui présentent les charges les plus importantes et sont donc potentiellement les plus réactifs.

13.3.4 Influence de la granulométrie

La réactivité des phyllosilicates dépend fortement de la taille moyenne des particules. Plus la taille des phyllosilicates est petite, plus la surface spécifique est importante, plus le film de bitume diminue et plus la modification du volume augmente (chap. 4.6.1 et 4.6.2 ainsi que chap. 10.3.9 et 10.3.10). Pour un mica donné, si la taille augmente, les effets diminuent (fig. 10.16, phlogopite et muscovite).

Ce comportement des micas dans la fraction filler est le contraire du comportement des micas dans les fines des bétons hydrauliques. Dans les bétons hydrauliques, plus la taille des micas diminue et plus les micas adoptent un comportement neutre alors que les micas de taille supérieure à 0.250 mm ont des effets négatifs très significatifs sur les propriétés des bétons (Leemann, A., Thalman, C., Kruse, M. (1999): Gebrochene Zuschlagstoffe. Ergänzende Prüfungen zu den bestehenden Beton-Normen – Erfahrungen bei AlpTransit Gotthard. Schweizer Ingenieur und Architekt, Nr. 24, 18 Juni 1999. [59]).

L'essai mené avec de la kaolinite a montré un comportement qui diffère partiellement des autres phyllosilicates en ce sens que ce phyllosilicate n'a induit qu'une relativement faible augmentation du volume mais par contre une fissuration prononcée des éprouvettes (fig. 10.7). Ce phénomène pourrait être lié à la forme particulière des grains de kaolinite (fig. 8.9) qui sont composés d'agrégats de très petits cristaux.

La diminution de la taille des particules a encore un autre effet dû à la fragmentation des cristaux. Lorsque des cristaux sont fragmentés, que ce soit par érosion naturelle ou par concassage, cela implique obligatoirement que des liaisons entre atomes ou entre molécules soient aussi "cassées". Cette fragmentation des liaisons atomiques ou moléculaires implique qu'aux terminaisons superficielles des fragments de cristaux, des charges superficielles dues aux liaisons moléculaires ou atomiques terminales se forment (S. H. Behrens and D. G. Grier; "The charge of glass and silica surfaces", *J. Chem. Phys.*, Vol. 115, No. 14, 8 October 2001 [60]). Ces charges terminales augmentent la capacité d'adsorption de l'eau ou de molécules polaires.

Il est probable que cet effet soit beaucoup plus prononcé dans le cas d'une fragmentation par concassage du fait que les cristaux sont non altérés. Lorsque le phénomène se déroule par érosion naturelle, l'altération chimique permet une compensation de charge par dissolution chimique. Par exemple, la capacité d'échange cationique de Illite peut diminuer parfois même de moitié par rapport à celle de la muscovite (tableau 13.1, chap. 2.5.7).

13.4 Pertinence des différents essais de sensibilité à l'eau

Tous les essais de sensibilité à l'eau des enrobés bitumineux et des mastics examinés au cours de cette étude présentent des lacunes très importantes (chap. 10.2.5) et s'avèrent inadéquats.

L'essai de modification du volume par immersion dans l'eau s'est avéré le plus sensible et correspond probablement à la méthode la plus pertinente du fait qu'il permet de mesurer directement les propriétés de sensibilité du mastic dans lequel le filler est concentré. L'utilisation exclusive de sable de quartz présente l'avantage d'avoir un sable normalisé et de rendre l'essai très sensible aux effets de désenrobage. Mais sous sa forme actuelle, l'essai de modification du volume par immersion dans l'eau prêterite totalement les silicates et dans une certaine mesure représente un artefact dû au sable de quartz en l'absence de dope d'adhésivité dans le bitume. D'autre part, le sable de quartz pur ne correspond pas à la majorité des fillers et des sables utilisés en Suisse.

En outre, cet essai mesure un seul paramètre qui est l'augmentation de volume alors que l'essai dépend d'au moins quatre facteurs indépendants :

1. teneur en minéraux gonflants
2. teneur en silicates
3. type de dope d'adhésivité
4. teneur en dope d'adhésivité.

Il est donc difficile, voire impossible de tirer des conclusions sur les causes du gonflement sur la base des résultats de cet essai pour un filler industriel ou de récupération dont la composition minéralogique n'est pas connue. L'essai selon [3] devrait être adapté aux résultats de cette recherche et inclure un mode opératoire tenant compte des concentrations et des types de dopes d'adhésivité pour les fillers comportant des silicates. Cette adaptation représenterait aussi un potentiel supplémentaire pour cet essai en ce qui concerne l'efficacité du dope d'adhésivité.

13.5 Phénoménologie des dégradations des mastics bitumineux

Les essais de modification du volume par immersion dans l'eau (chap. 10.3) ont montré que la phénoménologie des dégradations du mortier bitumineux liée à la présence de phyllosilicates dans le filler est du même ordre que celle qui touche les silicates de manière générale (chap. 10.3.2).

Il s'agit de problèmes physico-chimiques qui influencent l'adhésivité entre le liant et le granulat en présence d'eau. Pour cette raison, l'adjonction de dopes d'adhésivité dans le bitume ou de chaux éteinte dans le filler réduit plus ou moins fortement les augmentations du volume par immersion dans l'eau des éprouvettes (chap. 10.4). Certains phyllosilicates, particulièrement le groupe des micas, est encore plus réactif que le quartz pur (fig. 10.16). Les micas qui sont concentrés dans les fractions fines ($< 2 \mu\text{m}$) sont en outre très fortement réactifs (> 10 fois supérieur aux effets du quartz).

A partir de certaines concentrations en micas, les concentrations en dopes d'adhésivité usuelles (entre 0.3 et 0.5 %) ne sont plus en mesure de compenser les effets négatifs des micas en présence d'eau. Même un "surdosage" significatif ne suffit pas à compenser la présence concentrée de micas dans les fractions fines. Ces effets sont en outre accentués si le filler est essentiellement composé de silicates, ce qui en général va souvent de pair du fait que les micas proviennent souvent de roches cristallines concassées. A contrario, la présence de carbonates dans le filler diminue les effets négatifs liés à certains types de phyllosilicates.

La présence ainsi que la répartition granulométrique de certains types de phyllosilicates dans les fillers présente des risques indéniables quant aux performances de durabilité des mastics et mortiers bitumineux. Des valeurs limites pour les teneurs en phyllosilicates sont nécessaires pour chaque type de phyllosilicate et qui plus est, en fonction de la composition minéralogique et pétrographique du filler lui-même.

13.5.1 Efficacité des dopes d'adhésivité

Les résultats des essais montrent que tous les dopes d'adhésivité ont un effet positif en réduisant l'augmentation du volume lors de l'immersion dans l'eau. Toutefois les effets des dopes ne sont pas égaux. Le type et la concentration sont donc des facteurs qui devraient être déterminés pour assurer la durabilité des enrobés bitumineux à long terme.

La structure des phyllosilicates étant surtout composée de liaisons Si-O-Si, Si-OH, Al-OH ou Mg-OH, les liaisons OH peuvent être déprotonée, par exemple par des silanes réactifs. Ces liaisons terminales situées aux bords des cristaux peuvent donc être chargées négativement, positivement ou neutre en fonction du pH [60], ce qui peut expliquer les effets de l'adjonction de chaux dans le filler.

13.6 Conclusion fondamentale

La problématique liée à la présence de phyllosilicates dans les fillers pour enrobés bitumineux débouche principalement sur celle de l'efficacité des dopes d'adhésivité sur le long terme. Cet aspect est d'autant plus crucial s'il s'agit de fillers composés de silicates.

Il n'existe actuellement pas d'essai pertinent qui permette de mesurer cette caractéristique ou de mesurer la résistance à l'altération d'un enrobé bitumineux. Un tel essai nécessite un développement quasiment complet.

Il reste donc impératif de détecter la présence et la quantité de certains types de phyllosilicates dans le filler avant son utilisation dans l'enrobé bitumineux. La méthode la plus efficace reste celle par diffractométrie des rayons X.

Les dégradations observées dans certains revêtements de surface sont indiscutablement liés à la contamination du filler par des phyllosilicates gonflants provenant de la molasse sous-jacente (chap. 7.2, fig. 11.2). Des corrélations directes entre teneur trop élevée en phyllosilicates gonflants dans certains fillers et des dégradations prématurées d'enrobés in situ ont pu être observées.

13.7 Fillers composés de carbonates

Les fillers composés de carbonates (calcite, dolomite) induisent probablement une meilleure résistance du mastic à l'altération, provoquée par le désenrobage, que les fillers composés de silicates. Toutefois, les fillers composés de calcite pourraient s'avérer moins résistants aux effets d'altérations chimiques ou de contraintes mécaniques (voir chap. 6.1 et 6.4). Les fillers dont les grains sont composés de monocristaux de calcite (fig. 8.3) sont probablement aussi beaucoup plus sensibles aux effets des contraintes mécaniques que les fillers qui comportent des grains composés de microcristaux (fig. 8.2).

13.8 Bétons hydrauliques

La présence d'argiles dans les fines du béton a des effets négatifs (chap. 12.5.2 et 12.5.3) qui affectent les propriétés mécaniques et les propriétés de durabilité ainsi que l'ouvrabilité et la consistance du béton frais (fig. 12.1). Les minéraux argileux dans les fines constituent donc effectivement un risque pour les bétons hydrauliques.

Il est donc nécessaire de définir des valeurs limites de teneurs en argiles dans les sables. La meilleure façon de prévenir des insuffisances ou des dégâts du béton, liés à la présence de phyllosilicates dans les fines des granulats pour bétons, reste le lavage des granulats tel qu'il a été pratiqué en Suisse jusqu'à présent.

13.9 Degré de nocivité des phyllosilicates

Les résultats des essais de modification du volume par immersion dans l'eau ont révélé, que sous certaines conditions (absence de dope d'adhésivité, teneurs en silicates élevées, peu de carbonates), même des teneurs très faibles en certaines sortes de phyllosilicates, surtout s'ils sont concentrés dans les fractions argilleuses, peuvent s'avérer très dommageables pour les mastics. Une analyse par diffraction des rayons X associée à une analyse granulométrique et un examen microscopique en lumière polarisée (fig. 8.6) s'avèrent nécessaires pour estimer le degré de nocivité lié à la présence de certains types de phyllosilicates.

13.9.1 Minéraux gonflants

Ce sont les minéraux gonflants qui présentent la plus grande nocivité. Les résultats de cette recherche montrent que la teneur en minéraux gonflants ne doit pas dépasser 0.7 % de la composition totale (fig. 10.15). En tenant compte d'une marge de sécurité, cette limite devrait être fixée au maximum à 0.5 % de la masse du filler.

13.9.2 Micas

Les résultats de la recherche montrent que sans dope d'adhésivité:

- pour une muscovite de taille moyenne supérieure à 20 μm , 10 % de muscovite, voire plus peuvent être tolérés dans un filler pour enrobé bitumineux composé de carbonates
- pour une muscovite dont la taille moyenne se trouve dans la fraction argileuse (< 2 μm) cette limite descend à environ 2 %, en tenant compte d'une marge de sécurité cette limite ne devrait probablement pas dépasser 1 % de la masse totale du filler.
- pour la phlogopite, la réactivité semble encore supérieure à celle de la muscovite pour des tailles comparables. La teneur maximale pour une phlogopite de taille moyenne supérieure à 20 μm ne devrait pas dépasser 7.5 % de la masse totale du filler (5 % en gardant une marge de sécurité).
- pour la biotite, dont il n'a pas été possible d'obtenir un standard adéquat pour faire des essais, la réactivité est probablement comparable, voire supérieure à celle de la phlogopite et de la muscovite.
- pour l'illite, en tenant compte des données du tableau 13.1, les valeurs obtenues par expérimentation pour la muscovite pourraient être retenues pour l'illite, mais éventuellement augmentées d'un facteur variant entre 1.1 (1/0.9) et 1.7 (1/0.6).

13.9.3 Chlorites

Les essais effectués avec le standard de chlorite montrent des effets qui correspondent encore aux limites fixées dans [1]. Les chlorites présentent toutefois une composition chimique très variable qui peut influencer les propriétés d'adhésivité. Une teneur limite à 6 % de la masse du filler apparaît raisonnable.

13.9.4 Kaolinite

La modification de volume subie par les éprouvettes composées de filler dopé avec 10 % de kaolinite indique une faible nocivité. La forte fissuration des éprouvettes (fig. 10.6 et 10.7) incitent toutefois à la prudence, bien que le phénomène soit probablement lié à la forme particulière des particules de kaolinite (fig. 8.9). La limite de tolérance ne devrait pas dépasser 3 ou 4 % de la masse totale du filler. Des essais complémentaires seraient toutefois nécessaires.

13.9.5 Talc et pyrophyllite

Les essais de modification du volume par immersion dans l'eau n'ont pas révélé d'effets négatifs avec des concentrations inférieures à 10%.

13.9.6 Serpentine

Par analogie avec le comportement du talc et la pyrophyllite, il est probable que la serpentine présente une similitude.

13.9.7 Application systématique de dopes d'adhésivité

Les dopes d'adhésivité sont nécessaires pour les fillers composés de silicates. Mais l'adjonction de dopes d'adhésivité dans le bitume ou de chaux éteinte dans le filler pourrait être un moyen pour réduire fortement les effets négatifs de certains types de phyllosilicates (fig. 10.17).

Pour les besoins de la recherche, les cas examinés dans le cadre de cette étude correspondent souvent à des situations extrêmes qui ne se rencontrent pas ou que rarement dans la pratique, bien que les limites de tolérance dans la répartition granulométrique selon la norme [1] permettent des teneurs importantes en phyllosilicates libres, du fait que la fraction $< 5 \mu\text{m}$ peut comprendre, toujours selon [1] entre 10 et 25 % massiques du filler (0 et $90 \mu\text{m}$ selon [1]).

Mis à part les phyllosilicates de type gonflant qui constituent des cas particuliers, l'adjonction d'un dope d'adhésivité dans le bitume et/ou de chaux dans le filler devraient suffire à inhiber les effets négatifs des phyllosilicates dans la plupart des cas susceptibles d'être rencontrés en Suisse et qui pourraient s'avérer critiques.

Les fillers composés exclusivement de silicates et présentant des teneurs en micas élevées (10 %) dans les fractions fines doivent toutefois être considérés avec une très grande prudence (voir commentaire fig. 10.17), surtout s'ils proviennent de roches cristallines concassées.

13.9.8 Fillers de carrières de roches dures utilisés en Suisse

Les fillers provenant de carrières de roches dures tels que calcaires siliceux et grès alpins représentent probablement un très bon compromis au niveau de l'adhésivité garantie par les minéraux composés de carbonates (calcite et dolomite) ainsi que par la présence de 30 à 40 % de minéraux durs composés essentiellement par du quartz qui assurent une bonne résistance à l'usure ainsi qu'aux contraintes mécaniques et aux agents chimiques (par exemple les acides humiques).

13.9.9 Observations in situ

Les résultats des travaux de laboratoire sont en bonne adéquation avec les observations in situ. Ce sont surtout des granulats de roches cristallines concassées ainsi que des fillers de gravières pollués par de la molasse sous-jacente qui montrent des dégradations prématurées du mastic. D'un autre côté, les cantons qui ne détectent pas ou peu de dégradations du mastic de leurs enrobés (tableau 11.1) utilisent essentiellement des granulats dont les fillers ne présentent pas de risques majeurs au niveau des phyllosilicates (chap. 7).

14 Recommandations

14.1 Méthodes d'analyses

L'analyse par diffraction des rayons X est la méthode la plus adéquate pour ces types d'analyses (chap. 3, chap. 13.6).

14.2 Méthode de dosage de référence

La méthode de dosage de référence proposée est celle par standards externes (chap. 3.1).

14.3 Méthode de dosage alternative

La méthode de dosage alternative proposée est celle de Rietveld (chap. 3.2).

14.4 Méthodes d'analyses complémentaires

Au vu de la complexité de la problématique, les méthodes d'analyses complémentaires suivantes peuvent s'avérer nécessaires.

14.4.1 Teneur en carbonates

Pour vérifier ou préciser la teneur en carbonates ou déterminer la teneur en carbone organique (résidus de bitume, solvant) la méthode Rock-Eval est recommandée.

14.4.2 Analyse granulométrique

L'analyse granulométrique des fillers devrait être appliquée systématiquement pour déterminer la teneur de la fraction $< 2 \mu\text{m}$ ainsi que de la fraction 2 à 16 μm . La méthode qui apparaît la plus efficace est celle par analyse granulométrique au laser.

14.4.3 Analyse par microscopie en lumière polarisée

L'analyse par microscopie en lumière polarisée s'avère souvent nécessaire pour déterminer la teneur en phyllosilicates libres dans le filler ou la farine ainsi que la forme de répartition des phyllosilicates (par exemple sous forme d'inclusions, voir fig. 8.6 ou de phyllosilicates libres).

14.5 Nécessité d'un nouvel essai macroscopique

Si les méthodes d'analyses proposées permettent de très bien caractériser les fillers (par exemple les causes de phénomènes de gonflement d'un mélange filler-bitume ou les risques liés à des fillers riches en certains types de phyllosilicates), elles ne sauraient toutefois remplacer complètement une méthode macroscopique fiable pour vérifier la durabilité d'un mélange filler – bitume.

14.6 Définitions

14.6.1 Phyllosilicates libres

La notion et la définition de silicate libre est une notion fondamentale qui doit faire partie de la norme sur les fillers [5] pour déterminer la teneur en phyllosilicates susceptibles d'avoir des effets nocifs (voir fig. 8.6).

14.6.2 Fraction argileuse

La fraction argileuse retenue pour les fillers est celle de la fraction argileuse définie en minéralogie. Elle correspond à la fraction < 0.002 mm (< 2 μ m). Cette fraction n'était pas définie aussi précisément auparavant tant pour les enrobés que pour le béton. L'avantage de cette définition réside dans le fait que cette fraction est celle où les risques sont le plus important.

14.6.3 Phases minérales

La nomenclature recommandée pour les minéraux majeurs dans les cas usuels en Suisse est celle définie dans le chap. 3.4.

Anciennement [1]		Remplacé et complété par	
Minéraux argileux		Montmorillonite - Smectite	
		Interstratifiés de type Illite / Smectite	
		Kaolinite	
		Illite-Smectite	
Mica, chlorite		Micas dioctaédriques	Muscovite
		Micas trioctaédriques	Biotite - Phlogopite
		Chlorite(s)	

Tableau 14.1: phases minérales à considérer pour les fillers utilisés en Suisse

14.7 Méthodes d'essais

14.7.1 Essais de sensibilité à l'eau

Les essais de sensibilité à l'eau (Duriez, EN 12697-12) sont inadéquats (chap. 10.2.5) pour les fillers utilisés en Suisse. Ces essais sont beaucoup trop peu sensibles aux effets des minéraux argileux. Il ne permettent pas d'évaluer le comportement des enrobés sur le long terme.

14.7.2 Essai de modification du volume par immersion dans l'eau

La méthode d'essai de modification du volume par immersion dans l'eau comporte un artefact lié aux silicates (fig. 10.5, fig. 10.13).

Cet essai mériterait d'être adapté aux silicates. Il est probable que cet essai permet dans une certaine mesure, d'évaluer les risques liés à la présence de phyllosilicates dans les fillers, car la modification du volume apparaît directement dépendre de la concentration en phyllosilicates. La relation apparaît linéaire.

Cette méthode pourrait éventuellement aussi servir à déterminer le dope d'adhésivité optimal ainsi que la concentration adéquate en dope d'adhésivité pour un filler déterminé. Elle pourrait servir à mesurer l'efficacité des dopes d'adhésivité pour les fillers composés de silicates avant de disposer d'une méthode qui permette de mesurer la résistance aux intempéries des mastics et l'efficacité des dopes d'adhésivité sur le long terme.

14.8 Valeurs limites pour la normalisation

Il est proposé des valeurs limites au-delà desquelles des mesures sont à prendre pour pallier aux effets négatifs de certains phyllosilicates ou de démontrer la faisabilité de mélanges bitumineux correspondant aux exigences des normes.

L'adjonction de chaux dans le filler ou de dopes d'adhésivité dans le bitume ainsi que le traitement thermique sont des palliatifs qui peuvent s'avérer efficaces et dans la plupart des cas suffisants.

14.8.1 Fillers pour enrobés bitumineux

La problématique des valeurs limites pour les phyllosilicates dans les fillers ne dépend pas seulement du type de phyllosilicate et de sa teneur. Un autre paramètre déterminant réside dans la répartition granulométrique des phyllosilicates. Les valeurs limites nécessitent d'être définies en fonction de la répartition granulométrique ou de la taille moyenne pour les micas et l'illite ainsi que probablement pour la kaolinite et peut-être la chlorite.

Les propositions de valeurs limites sont données dans les tableaux 14.2 à 14.5 selon la fraction de phyllosilicates considérée.

Il a été montré au cours de cette étude que de très faibles teneurs en micas peuvent déjà avoir des effets négatifs sur les propriétés des mastics. Des observations similaires ont été faites par Woodward D., Woodside, A. and Jellie, J. (2002) : Clay in Rocks. The Society of Chemical Industry, July 2002 [61] en ce qui concerne les fractions fines de granulats pour enrobés bitumineux.

Les risques liés aux micas proviennent surtout de roches cristallines concassées. Pour les roches cristallines concassées (exemple les gneiss ou les granites riches en micas), la teneur maximale admissible dans le filler peut aussi fortement dépendre de la répartition granulométrique des micas. Toutefois, les micas ont généralement tendance à s'enrichir dans certaines fractions lors du concassage. La teneur maximale s'observe souvent dans la fraction 0.125 à 0.25 mm [16].

Pour les fillers usuels en Suisse, on peut proposer une limite totale en phyllosilicates comprise entre 10 et 20 % de la masse totale du filler avec des valeurs limites inférieures en fonction du type de phyllosilicates (par exemple pour les micas ou les gonflants) et en fonction de la répartition granulométrique de certains phyllosilicates (en particulier ceux qui ont une surface spécifique élevée).

Anciennement [1]		Recommandations pour la fraction < 2 µm		
Valeurs limites	% massiques du filler	Valeurs limites	% massiques du filler	
			Maximum	Recommandé
Minéraux argileux	2	Illite / Smectite	2.5 – 3.5	3
Pas de spécification		Muscovite	2.2	2
		Phlogopite, biotite	-	1.5

Tableau 14.2: proposition de valeurs limites pour les différents types de phyllosilicates dans la fraction argilleuse < 2 µm par rapport au filler total. Les valeurs maximales correspondent aux extrapolations linéaires des résultats des essais de modification du volume par immersion dans l'eau. Les valeurs proposées pour l'illite découlent de celles de la muscovite et sont adaptées en fonction des valeurs indiquées dans le tableau 13.1 (voir aussi chap. 13.9.2).

La valeur en italique indiquée pour la phlogopite et la biotite est établie par analogie avec les résultats obtenus avec les fillers dopés avec de la muscovite fine en tenant compte de la plus grande réactivité des phlogopites par rapport à la muscovite (voir fig. 10.16).

Anciennement [1]		Recommandations pour la fraction 2 à 16 µm			
Valeurs limites	% massiques du filler		Valeurs limites	% massiques du filler	
				Maximum	Recommandé
Pas d'indication			Illite / Smectite	19.5 - 29	15
			Kaolinite	12.5	8
			Serpentine	≈ 10 - 20	7 - 10
			Pyrophyllite	25	15
			Talc	40	20
			Mica, chlorite	5	Muscovite
		Phlogopite, biotite	7.5	6	
		Chlorite(s)	10	8	

Tableau 14.3: proposition de valeurs limites pour les différents types de phyllosilicates dans la fraction 2 à 16 µm par rapport au filler total. Les valeurs maximales correspondent aux extrapolations linéaires des résultats des essais de modification du volume par immersion dans l'eau. Les valeurs en italique (serpentine) ont été estimées par analogie avec des phyllosilicates similaires.

Les valeurs proposées pour l'illite découlent de celles de la muscovite et sont adaptées en fonction des valeurs indiquées dans le tableau 13.1 (voir aussi chap. 13.9.2).

Anciennement [1]		Recommandations pour le filler total			
Valeurs limites	% massiques du filler		Valeurs limites	% massiques du filler	
				Maximum	Recommandé
Minéraux argileux	2		Minéraux gonflants	0.7	0.5
			Illite / Smectite	20	15
			Kaolinite	10	8
			Serpentine	15	10
			Pyrophyllite	25	20
			Talc	40	20
Mica, chlorite	5		Muscovite	17.5	12
			Phlogopite, biotite	7.5	7
			Chlorite(s)	10	9

Tableau 14.4: proposition de valeurs limites moyennes pour des phyllosilicates libres présentant une répartition granulométrique moyenne dans le filler (sans qu'il y ait d'enrichissement dans la fraction argileuse < 2 µm). Ces valeurs limites sont indiquées par rapport à la masse totale du filler.

Ces valeurs correspondent relativement bien à la répartition granulométrique des fillers dopés en phyllosilicates utilisés lors de cette étude ou comportent une bonne marge de sécurité en ce qui concerne la granulométrie (par exemple pour la pyrophyllite, dont la taille moyenne dans le standard est de 2.5 µm).

Anciennement [1]		Recommandations pour les gonflants		
Valeur limite	% massiques du filler	Teneur limite	Taux de gonflant [%]	
			Maximum	Recommandé
Pas d'indication		Minéraux gonflants	0.7	0.5

Tableau 14.5: proposition de valeurs limites pour le taux de minéraux gonflants dans le filler. Ce taux de gonflant est indépendant de la granulométrie. La valeur maximale correspond à l'extrapolation linéaire des résultats des essais de modification du volume par immersion dans l'eau (voir commentaire fig. 10.15).

14.8.2 Fines dans les bétons hydrauliques

Compte tenu des différentes propriétés mesurées, les limites d'admissibilité suivantes sont recommandées pour les teneurs en argiles contenues dans les sables pour béton hydraulique:

- au maximum 0,5 % pour les argiles gonflantes (smectites)
- au maximum 4 % pour les argiles non gonflantes (kaolinites)

15 Nécessité d'autres recherches

Des recherches concernant les aspects suivants seraient nécessaires:

1. Incidence de la présence d'argiles sur la réaction alcali-granulat
2. Méthodes d'analyses – validation des valeurs limites par différentes méthodes propres aux différents laboratoires – validation statistique, définition de la répétabilité et de la reproductibilité. Définitions des marges d'erreur.
3. Développement d'une méthodologie pour déterminer la teneur maximale admissible en micas en fonction de la granulométrie.
4. Développement d'une méthode pour déterminer la durabilité aux intempéries des mastics et mortiers bitumineux
5. Développement d'une méthode pour vérifier l'efficacité des dopes d'adhésivité sur le long terme.
6. Adaptation de la méthodologie de la norme SN 670 845 b qui tient compte de l'artefact lié aux silicates ainsi que de l'effet des dopes d'adhésivité.

16 Remerciements

AKW, Amberger Kaolinwerke GmbH in Hirschau (Deutschland)
GOOVEAN Ltd. In St. Stephen (Cornwall, UK)
IDWALA Holdings Ltd in Dunswart (South Africa)
KALKFABRIK in Netstal (Schweiz)
KINGSMOUNTAIN MICA in Kingsmountain (USA)
TALC de LUZENAC à Luzenac (France)
MICAMINERAL in Brunnen (Schweiz)
MINERAL AG in Kaiseraugst (Schweiz)
OTAVI und S & B Industrial Minerals GmbH in Neuss (Deutschland)
SUZORITE MICA PRODUCTS in Boucherville, (Quebec, Canada)
VERMICA AG in Bözen (Schweiz)
ZEMEX INDUSTRIAL MINERALS in Atlanta (Georgia, USA)

Les carrières: d'ARVEL SA à Villeneuve, BALMHOLZ AG in Sundlauenen, CARRIERES DE LA LOIRES à Bellegarde en Forez (France), ECLEPENS – LA SARRAZ à Eclepens, FAMSA S.A. à Choëx, GASPERINI in Attinghausen, HMQ in Mühlehorn, HARTSTEINWERK in KEHRSTEN, HARTSTEINWERK in ROTZLOCH, BRUNNEN in Brunnen, KÄPPELI AG in Sargans, KIBAG in Seewen, LACHAT SA à Asuel, SOSA GERA in Zernez, TISSIERES à St-Leonard.

Les gravières: Biedermann AG in Safnern, Blaser AG in Hasle-Ruegsau, Creabeton in Lyss, Eugène Bühler SA à Marin, IFF AG in Niederbipp, Kieswerk AG in Heimberg, Kiestag in Wimmis, Kieswerk AG in Arch, Kieswerk Boningen, Messerli in Oberwangen, Stämpfli AG in Grünenmatt, Stucki Bendicht AG in Röthenbach, Von ARX SA à Peseux, Weiacher Kies AG.

Les Offices des Ponts et Chaussées des Cantons qui ont fourni des données et permis les examens in situ d'enrobés dégradés prématurément.

En particulier à Monsieur H. W. Fritz de la VSS ainsi qu'au président de la commission de suivi M. Bernard Streiff pour le soutien et le suivi apporté au projet, de même qu'à la commission EK 4.01 pour les discussions et les suggestions fructueuses.

L'Association Suisse des Professionnels de la Route ainsi que l'Office Fédéral des Routes pour avoir accepté et soutenu le financement de cette recherche

Ainsi qu'à tous ceux qui ont contribué d'une manière ou d'une autre à cette recherche.

BIBLIOGRAPHIE

- [1] SN 670 135 (1988): Filler pour enrobés bitumineux – prescriptions de qualité.
- [2] SN 670 850 (1978): Filler pour enrobés hydrocarbonés – Teneur en minéraux argileux.
- [3] SN 670 845b (2003): Filler pour enrobés bitumineux - Modification du volume d'éprouvettes après immersion dans l'eau.
- [4] SIA 162/1 (1989): Ouvrages en béton – Essais des matériaux. Norme retirée au 30 juin 2004.
- [5] SN 670 116 (2005): Fillers - Minéralogie et pétrographie qualitative et quantitative.
- [6] Naturstein und Gesteinskörnungen Gesteinskundliche Untersuchungen – Teil 2: Allgemeines und Übersicht
- [7] ASTM C 33 "Standard specification for Concrete Aggregates – Limits for Deleterious Substances
- [8] prEN 932-4 - N 358 E (rejeté juin 1994): Tests For General Properties Of Aggregates, Part 4: Methods For Description And Petrography – Quantitative And Qualitative Procedures.
- [9] EN 933-9 (1998): Essais pour déterminer les caractéristiques géométriques des granulats - Partie 9: Qualification des fines – Essai au bleu de méthylène.
- [10] EN 933-8 (1999): Essais pour déterminer les caractéristiques géométriques des granulats - Partie 8: Evaluation des fines – Equivalent de sable.
- [11] EN 1744-4 (2005): Essais pour déterminer les propriétés chimiques des granulats – Partie 4: Détermination de la sensibilité à l'eau des fillers pour mélanges bitumineux. Annexe A.
- [12] EN 12697-12 (2003): Mélanges bitumineux – Méthodes d'essai pour enrobés à chaud – Partie 12: Détermination de la sensibilité à l'eau des éprouvettes bitumineuses.
- [13] Junker, J.P., Weber, J. et Fritz, H.W. (1973): Untersuchung von Steinmehlen zur Erarbeitung von Prüf- und Qualitätsvorschriften; 1. Teil, Forschungsauftrag FA 10/68; EDI/VSS
- [14] Junker, J.P., Weber, J. et Fritz, H.W. (1974): Untersuchung von Steinmehlen zur Erarbeitung von Prüf- und Qualitätsvorschriften; 2. Teil, Forschungsauftrag FA 6/71; EDI/VSS
- [15] Angst, Ch. und Gubler, R. (1998): Wasserempfindlichkeit von Filler in bituminösem Mischgut (1. Teil). Forschungsauftrag VSS 2/9, Eidgenössisches Departement für Umwelt, Verkehr, Energie und Kommunikation / Bundesamt für Strassen.
- [16] Miskovsky, K. (2004): Enrichment of Fine Mica Originating From Rock Aggregate Production and its Influence on the Mechanical Properties of Bituminous Mixtures. ASM International Journal of Materials Engineering and Performance Vol. 13, Nr. 5, p. 607-611.
- [17] EN 12620 (2002): granulats pour béton.
- [18] BS 882 (1992): Specification for aggregates from natural sources for concrete (1992). British Standards Institution.
- [19] NF XP P18-540 (1997): Granulats – définitions; conformité; spécifications.
- [20] ASTM C 117-90 (1990): Standard Test Method for Materials Finer than 75- μ m (No. 200) Sieve in Mineral Aggregates by Washing.
- [21] THALMANN C. (1996): Beurteilung und Möglichkeiten der Wiederverwertung von Ausbruchmaterial aus dem maschinellen Tunnelvortrieb zu Betonzuschlagstoffen. Beiträge zur Geologie der Schweiz. Schweizerische Geotechnische Kommission. Lieferung 91).
- [22] Neville, Adam, M. (2000: Propriétés des bétons. Editions Eyrolles, Paris (traduction autorisée de l'édition originale en anglais par le CRIB).
- [23] Leemann, A. and Holzer, L (2001). Influence of mica on the properties of mortar and concrete. 8th Euroseminar on microscopy applied to buildings materials, Athen, September 4.–7, 2001, pp. 199–204.

- [24] Weber, J. (EMPA): Anforderungen und Prüfungen an Gesteinsmaterialien für Strassenbauzwecke in der Schweiz. Mitteilungen des Lehrstuhls für Strassenbauwesen, Erd- und Tunnelbau. Rheinisch-Westfälische Technische Hochschule Aachen. Heft 6.
- [25] Liebau Friedrich (1985): Structural Chemistry of Silicates. Springer Verlag.
- [26] Lima-de-Faria, J. (1994): Structural Mineralogy. An Introduction. Kluwer Academic Publishers.
- [27] Strunz, Hugo & Nickel, Ernest (2001): Tables Minéralogiques de Strunz. Neuvième édition (en anglais). Système de classification chimico-structurale. Schweizerbart'sche Verlagsbuchhandlung, Stuttgart.
- [28] Richard V. Gaines, H. Catherine Skinner, Eugene E. Foord, Brian Mason, and Abraham Rosenzweig, (1997): Dana's New Mineralogy, Eighth Edition. John Wiley & Sons, Inc.
- [29] Zoltai, Tibor (1960): Classification of silicates and other minerals with tetrahedral structures, Am. Mineral. 45.
- [30] Ferraris, Giovanni and Ivaldi, Gabriella (2002): Structural Features of Micas. Reviews in Mineralogy and Geochemistry. Mineralogical Society of America, Accademia Nazionale dei Lincei, Geochemical Society.
- [31] Ferrero, J. (1966) - Nouvelle méthode empirique pour le dosage des minéraux par diffraction R.X. Rapport C.F.P. (Bordeaux), inédit.
- [32] Ferrero, J. (1965) - Dosage des principaux minéraux des roches par diffraction de Rayon X. Rapport C.F.P. (Bordeaux), inédit.
- [33] Kübler, B., (1983): Dosage quantitatif des minéraux majeurs des roches sédimentaires par diffraction X. Cahier de l'Institut de Géologie de Neuchâtel, Série AX N° 1.1 et 1.2.
- [34] Moore, D. and Reynolds, R., 1989. X-Ray-diffraction and the identification and analysis of clay-minerals. Oxford University Press, 332 p.
- [35] Rumley et Adatte (1983): Méthode rapide de séparation des fractions $2\mu\text{m}$ et

[36] Rey et Kübler (1983): Identification des micas des séries sédimentaires par diffraction-X à partir de la série harmonique (00l) des préparations orientées. Schweiz. Mineral. Petrograph. Mitt. 63, 13-36

[37] Marçot N., Gonzalez G., Fournel S., Simplet L. (2004) - Cartographie de l'aléa retrait-gonflement des argiles dans le département de Vaucluse. Rapport BRGM/RP-53187-FR, 221 p., 49 illustrations, 7 annexes et 4 planches hors-texte.

[38] Lee, S. B. and Luner, P. (1972): The wetting and interfacial properties of lignins: *Tappi* 55, p. 116-121.

[39] Oinuma, K., Shimoda, S. and Sudo, T. (1972): Triangular diagrams for surveying chemical compositions of chlorites. J. Tokyo Univ., Tokyo, 15, p. 1-13.

[40] Chipera and Bish (2001): Baseline Studies of the clay minerals SOCIETY Source Clays: Powder X-Ray Diffraction Analyses. Clays and Clay Minerals; 49, 5, 398-40

[41] Borden & Giese, 2001: Baseline studies of the Clay Mineral Society Source Clays: Cation exchange capacity measurements by the Ammonia-Electrod method. Clays and Clay Minerals, 49, 5, 444-445.

[42] Ratner-Zohar, Y., A. Banin, and Y. Chen. 1983. Oven drying as a pretreatment for surface area determination of soils and clays. Soil Sci. Soc. Am. J. 47:1056–1058.

[43] Holtz and Kovacs, 1981: An Introduction to Geotechnical Engineering, Prentice-Hall, Inc., Englewood Cliffs, N.J., 733 pp.

[44] Morel R. (1996) – les sols cultivés. Lavoisier, Paris.

- [45] Sokolov, K., Gubler, R., Partl, M.N.: Extended Numerical Modeling and Application of the Coaxial Shear Test for Asphalt Pavements, *Materials & Structures*, Nr. 279, pp 515-522, June (2005).
- [46] Gubler, R., Baida, L.G., Partl, M.N.: A New Method to Determine the Influence of Water on Mechanical Properties. *International Journal of Road Materials and Pavement Design*, Hermes Science Publications, Special Issue EATA 2004, pp 259-279, (2004).
- [47] EN14770: Bitumen und Bitumenhaltige Bindemittel – Bestimmung des komplexen Schermoduls und des Phasenwinkels – Dynamisches Scherrheometer (DSR) (2005).
- [48] R. Gubler, M. N. Partl, Einfluss schweizerischer Filler auf die Alterung von bituminösen Bindemitteln und die Rissbildung im Belag, *Forschungsbericht*, 1138, 2005.
- [49] NF P 98-251-1 – Essais relatifs aux chaussées. Essais statiques sur mélanges hydrocarbonés. Partie 1: essai Duriez sur mélanges hydrocarbonés à chaud 1991-07-11.
- [50] EN 12697-12 – Mélanges bitumineux. Méthodes d'essais pour mélanges hydrocarbonés à chaud. Partie 12: détermination de la sensibilité à l'eau des éprouvettes bitumineuses.
- [51] SN 670 412 NA : Annexe nationale: Détermination de la sensibilité à l'eau des éprouvettes bitumineuses selon l'EN 12697-12.
- [52] EN 12696-23 (2003): Mélanges bitumineux – Méthodes d'essai pour enrobés à chaud – Partie 23: Détermination de la résistance à la traction indirecte des éprouvettes bitumineuses.
- [53] SN 670 103b NA (2007): Granulats pour mélanges hydrocarbonés et pour enduits superficiels utilisés dans la construction des chaussées, aérodromes et d'autres zones de circulation
- [54] SN EN 12390-3: Essai pour béton durci. Partie 3 : résistance à la compression des éprouvettes.
- [55] Essai TFB – Bulletin du Ciment n° 17 de 1989.
- [56] Din 1048 (1991): Prüfverfahren für Beton.
- [57] Essai TFB – Bulletin du Ciment n° 10 de 1986.
- [58] Mermut, A. R., Lagaly, G. (2001): Baseline Studies of the Clay Mineral Society Source Clays: Layer-Charge Determination and Characteristics of those Minerals Containing 2:1 Layers. *Clays and Clay Minerals*, Vol. 49, No. 5, 393-397.
- [59] Leemann, A., Thalmann, C., Kruse, M. (1999): Gebrochene Zuschlagstoffe. Ergänzende Prüfungen zu den bestehenden Beton-Normen – Erfahrungen bei AlpTransit Gotthard. *Schweizer Ingenieur und Architekt*, Nr. 24, 18 Juni 1999.
- [60] S. H. Behrens and D. G. Grier; "The charge of glass and silica surfaces", *J. Chem. Phys.*, Vol. 115, No. 14, 8 October 2001.
- [61] Woodward D., Woodside, A. and Jellie, J. (2002) : Clay in Rocks. The Society of Chemical Industry, July 2002.

ANNEXES

ANALYSES PAR DIFFRACTION AUX RAYONS X – ANALYSES GRANULOMETRIQUES

Tableau A1: Filler NEKAFILL: Roche Totale, dosage semi-quantitatif.

No Echant.	Minéraux en [% massique]							
	Phyllosilicates	Quartz	Feldspath-K	Plagioclase-Na	Calcite	Dolomite	Ankérite	Indosés
NEKAFILL 1	2.84	0.33	0.00	0.00	93.78	2.03	0.14	0.88
NEKAFILL 2	2.95	0.25	0.00	0.00	94.10	2.10	0.20	0.40
NEKAFILL 3	2.87	0.33	0.00	0.00	94.12	2.05	0.18	0.45
NEKAFILL 4	2.02	0.25	0.00	0.00	95.03	2.41	0.29	0.00
NEKAFILL 5	2.14	0.26	0.00	0.00	94.67	2.08	0.24	0.61
NEKAFILL 6	2.87	0.26	0.00	0.00	93.89	2.11	0.23	0.64
NEKAFILL 7	3.04	0.30	0.00	0.00	93.12	2.30	0.28	0.96
NEKAFILL 8	2.17	0.32	0.00	0.00	94.33	2.50	0.32	0.36
Moyenne	2.61	0.29	0.00	0.00	94.13	2.20	0.24	0.54

Tableau A2: Filler NEKAFILL, fraction 2-16 µm, abondances relatives.

No Echant.	Phyllosilicates [% relatifs]	
	Mica	Chlorite
NEKAFILL 1	84.71	15.29
NEKAFILL 2	79.21	20.79
NEKAFILL 3	85.71	14.29
NEKAFILL 4	75.43	24.57
NEKAFILL 5	91.39	8.61
NEKAFILL 6	85.38	14.62
NEKAFILL 7	84.88	15.12
NEKAFILL 8	83.15	16.85
Moyenne	83.08	16.92

Tableau A3: Filler NEKAFILL, fraction < 2 µm , abondances relatives.

No Echant.	Phyllosilicates [% relatifs]		
	Illite-Smectite (1)	Mica	Chlorite
NEKAFILL 1	91.48	1.67	6.85
NEKAFILL 2	90.00	2.22	7.78
NEKAFILL 3	88.51	2.06	9.43
NEKAFILL 4	89.85	1.39	8.76
NEKAFILL 5	89.90	2.53	7.58
NEKAFILL 6	88.46	2.25	9.30
NEKAFILL 7	86.07	2.97	10.95
NEKAFILL 8	91.73	1.50	6.77
Moyenne	89.50	2.07	8.43

Tableau A4: Filler NEKAFILL, teneur des différents phyllosilicates de la fraction < 2 µm rapportés au filler (*phyllosilicates + indosés).

No Echant.	Part des différents phyllosilicates de la fraction < 2 µm dans le filler [% massiques] - (*phyllosilicates + indosés)					
	Illite-Smectite (1)	Mica	Chlorite	*Illite-Smectite (IS)	*Mica	*Chlorite
NEKAFILL 1	0.05	2.60	0.19	0.06	3.41	0.26
NEKAFILL 2	0.07	2.66	0.23	0.07	3.02	0.26
NEKAFILL 3	0.06	2.54	0.27	0.07	2.94	0.31
NEKAFILL 4	0.03	1.81	0.18	0.03	1.81	0.18
NEKAFILL 5	0.05	1.92	0.16	0.07	2.47	0.21
NEKAFILL 6	0.06	2.54	0.27	0.08	3.10	0.33
NEKAFILL 7	0.09	2.62	0.33	0.12	3.44	0.44
NEKAFILL 8	0.03	1.99	0.15	0.04	2.32	0.17
Moyenne	0.05	2.34	0.22	0.07	2.82	0.27

Tableau A5: Filler NEKAFILL, taux de gonflants en % massiques

No Echant.	% IS	% SM in IS	% Gonflants	Phyllosilicates		Ind. + Phyllos. R.Tot %	% Gonflants		% Gonflants R.Tot (Ph. + Ind.)
				R.Tot %	R.Tot %		R.Tot (Phyllos)	R.Tot (Ph. + Ind.)	
NEKAFILL 1	1.67	6.00	0.10	2.84	3.72	0.0029	0.0037		
NEKAFILL 2	2.22	8.00	0.18	2.95	3.35	0.0052	0.0060		
NEKAFILL 3	2.06	5.00	0.10	2.87	3.32	0.0030	0.0034		
NEKAFILL 4	1.39	5.00	0.07	2.34	2.02	0.0014	0.0014		
NEKAFILL 5	2.53	7.00	0.18	2.14	2.75	0.0038	0.0049		
NEKAFILL 6	2.25	5.00	0.11	2.87	3.51	0.0032	0.0039		
NEKAFILL 7	2.97	7.00	0.21	3.04	4.00	0.0063	0.0083		
NEKAFILL 8	1.50	8.00	0.12	2.17	2.53	0.0026	0.0030		
Moyenne	2.07	6.38	0.13	2.65	3.15	0.0036	0.0043		

Tableau A6: Filler Nekafill, Roche totale, statistiques

Statistic	[% massiques]					
	Phyllosilicates	Quartz	Calcite	Dolomite	Ankérite	Indosés
Min:	2.02	0.248157	93.12	2.03	0.14	0
Max:	3.04	0.325247	95.03	2.5	0.32	0.96
Mean:	2.61242	0.285851	94.13	2.19785	0.23534	0.538656
Median:	2.85469	0.28	94.11	2.105	0.235	0.531327
Variance:	0.178691	0.00123552	0.334686	0.0324468	0.00370407	0.0944081
StdDev:	0.422718	0.0351499	0.57852	0.18013	0.0608611	0.307259
Std Err:	0.149453	0.0124274	0.204538	0.0636855	0.0215176	0.108632
Skewness:	-0.392983	0.0670074	-0.124317	0.58101	-0.108363	-0.20481
Sum:	20.8994	2.28681	753.04	17.5828	1.88272	4.30925
N:	8	8	8	8	8	8

Tableau A7: Filler Nekafill, fraction 2 à 16 µm, statistiques

Statistic	Phyllosilicates [% relatifs]	
	Micas	Chlorite
Min:	75.4305	8.61486
Max:	91.3851	24.5695
Mean:	83.7315	16.2685
Median:	84.7912	15.2088
Variance:	22.4544	22.4545
StdDev:	4.73861	4.73862
Std Err:	1.67535	1.67535
Skewness:	-0.237024	0.237017
Sum:	669.852	130.148
N:	8	8

Tableau A8: Filler Nekafill, fraction < 2 µm, statistiques

Statistic	[% relatifs]		
	Micas	IS-1	Chlorite
Min:	86.072	1.39082	6.76692
Max:	91.7293	2.9734	10.9546
Mean:	89.498	2.07471	8.42726
Median:	89.8715	2.14027	8.26997
Variance:	3.31848	0.288243	2.09376
StdDev:	1.82167	0.536883	1.44698
Std Err:	0.644057	0.189817	0.511586
Skewness:	-0.480403	0.206809	0.349159
Sum:	715.984	16.5977	67.4181
N:	8	8	8

Tableau A11: Filler de référence dopé avec 10 % de smectite (STx Ca-Montmorillonite), roche Totale, dosage semi-quantitatif.

No Echant.	Minéraux en [% massique]						
	Phyllosilicates	Quartz	Calcite	Dolomite	Ankérite	Indosés	
ECH1	10.21	0.64	85.87	2.00	0.00	1.28	
ECH4	9.83	0.46	86.65	2.04	0.20	0.82	
ECH5	8.97	0.40	86.90	3.15	0.00	0.58	
ECH6	10.73	0.39	85.99	1.74	0.27	0.88	
ECH7	9.04	0.32	87.58	1.36	0.00	1.71	
Moyenne	9.76	0.44	86.60	2.06	0.09	1.05	

Tableau A12: Filler de référence dopé avec 10 % de smectite (STx Ca-Montmorillonite), fraction 2-16 µm, abondances relatives.

No Echant.	Phyllosilicates [% relatifs]	
	Mica	Chlorite
ECH1	82.81	17.19
ECH4	84.47	15.53
ECH5	84.12	15.88
ECH6	84.57	15.43
ECH7	85.43	14.57
Moyenne	84	16

Tableau A13: Filler de référence dopé avec 10 % de smectite (STx Ca-Montmorillonite), fraction < 2 µm , abondances relatives.

No Echant.	Phyllosilicates [% relatifs]		
	Illite-Smectite (1)	Mica	IS
ECH1	79.58	15.18	3.00
ECH4	77.45	16.81	3.35
ECH5	77.18	17.25	3.23
ECH6	83.97	11.80	1.92
ECH7	77.33	16.47	3.28
Moyenne	79.10	15.50	2.95

Tableau A14: Filler dopé avec 10 % de smectite, teneur des différents phyllosilicates de la fraction < 2 µm rapportés au filler (*phyllosilicates + indosés).

No Echant.	Part des différents phyllosilicates de la fraction < 2 µm dans le filler [% massiques] - (*phyllosilicates + indosés)									
	Smectite	Illite-Smectite (1)	Mica	Chlorite	*Smectite	*Illite-Smectite (IS)	*Mica	*Chlorite		
ECH1	8.13	0.31	1.55	0.23	9.15	0.34	1.74	0.26		
ECH4	7.61	0.33	1.65	0.23	8.25	0.36	1.79	0.25		
ECH5	6.92	0.29	1.55	0.21	7.37	0.31	1.65	0.22		
ECH6	9.01	0.21	1.27	0.25	9.75	0.22	1.37	0.27		
ECH7	6.99	0.30	1.49	0.26	8.31	0.35	1.77	0.31		
Moyenne	7.73	0.29	1.50	0.24	8.56	0.32	1.66	0.26		

Tableau A15: Filler de référence dopé avec 10 % de smectite (STx Ca-Montmorillonite), taux de gonflants en % massiques

No Echant.	Smectite	IS	Gonflants (smectite)	Gonflants (IS)	Total gonflants	Phyllosilicates R.Tot %	Ind. + Phyllos. R.Tot %	% Gonflants R.Tot (Phyllos)	% Gonflants R.Tot (Ph. + Ind.)
ECH4	77.45	3.35	99.00	9.00	76.98	9.83	10.65	7.57	8.20
ECH5	77.18	3.23	98.00	10.00	75.96	8.97	9.55	6.81	7.26
ECH6	83.97	1.92	100.00	12.00	84.20	10.73	11.61	9.03	9.77
ECH7	77.33	3.28	98.00	13.00	76.20	9.04	10.75	6.89	8.19
Moyenne	79.10	2.95	98.80	11.20	78.50	9.76	10.81	7.68	8.50

Tableau A16: Filler de référence dopé avec 10 % de smectite (STx Ca-Montmorillonite), Roche totale, statistiques

Statistic	[% massiques]					
	Phyllosilicates	Quartz	Calcite	Dolomite	Ankérite	Indosés
Min:	8.97	0.315155	85.8659	1.35818	0	0.583098
Max:	10.73	0.643093	87.58	3.1491	0.267391	1.70666
Mean:	9.75645	0.442407	86.5972	2.057	0.0938272	1.05314
Median:	9.83	0.397805	86.65	1.99819	0	0.875958
Variance:	0.573196	0.0152927	0.49098	0.445938	0.0170453	0.196448
StdDev:	0.757097	0.123664	0.7007	0.667786	0.130558	0.443225
Std Err:	0.338584	0.0553041	0.313363	0.298643	0.0583872	0.198216
Skewness:	0.0754119	0.616341	0.210636	0.624565	0.360144	0.387492

Tableau A17: Filler de référence dopé avec 10 % de smectite (STx Ca-Montmorillonite), fraction < 2 µm, statistiques

Statistic	[% relatifs]				
	Smectite	Mica	IS	Chlorite	Gonflants (Ph. + Ind.)
Min:	77.18	11.80	1.92	2.25	9.55
Max:	83.97	17.25	3.35	2.92	11.61
Mean:	79.10	15.50	2.95	2.44	10.81
Median:	77.45	16.47	3.23	2.34	10.75
Variance:	8.36	4.89	0.35	0.07	0.68
StdDev:	2.89	2.21	0.59	0.27	0.82
Std Err:	1.29	0.99	0.27	0.12	0.37
Skewness:	0.81	-0.78	-0.95	0.98	-0.42
Sum:	395.50	77.51	14.77	12.22	54.05
N:	5	5	5	5	5

Tableau A18: Filler de référence dopé avec 10 % de smectite (STx Ca-Montmorillonite), fraction < 2 µm, statistiques

Statistic	[%] par rapport à la roche totale							
	Phyllosilicates			Phyllosilicates + indosés				
	Smectite	Illite-Smectite	Mica	Chlorite	Smectite	Illite-Smectite	Mica	Chlorite
Min:	6.92	0.21	1.27	0.21	7.37	0.22	1.37	0.22
Max:	9.01	0.33	1.65	0.26	9.75	0.36	1.79	0.31
Mean:	7.73	0.29	1.50	0.24	8.56	0.32	1.66	0.26
Median:	7.61	0.30	1.55	0.23	8.31	0.34	1.74	0.26
Variance:	0.75	0.00	0.02	0.00	0.83	0.00	0.03	0.00
StdDev:	0.87	0.05	0.14	0.02	0.91	0.06	0.17	0.03
Std Err:	0.39	0.02	0.06	0.01	0.41	0.03	0.08	0.01
Skewness:	0.37	-0.79	-0.62	-0.03	0.03	-0.81	-0.84	0.33
Sum:	38.66	1.43	7.51	1.19	42.82	1.58	8.32	1.32
N:	5	5	5	5				

Tableau A21: Filler de référence dopé avec 2 % de smectite (STx Ca-Montmorillonite), roche Totale, dosage semi-quantitatif.

No Echant.	Minéraux en [% massique]					
	Phyllosilicates	Quartz	Calcite	Dolomite	Ankérite	Indosés
ECH1	3.84	0.34	93.98	2.10	0.15	1.28
ECH2	4.00	0.46	92.77	1.99	0.20	0.82
ECH3	3.62	0.40	94.87	2.20	0.32	0.58
Moyenne	3.82	0.40	92.57	2.10	0.22	0.89

Tableau A22: Filler de référence dopé avec 2 % de smectite (STx Ca-Montmorillonite), fraction 2-16 µm, abondances relatives.

No Echant.	Phyllosilicates [% relatifs]	
	Mica	Chlorite
ECH1	82.95	17.05
ECH2	83.11	16.89
ECH3	85.67	14.33
Moyenne	84	16

Tableau A23: Filler de référence dopé avec 2 % de smectite (Tx Ca-Montmorillonite), fraction < 2 µm , abondances relatives.

No Echant.	Phyllosilicates [% relatifs]		
	Illite-Smectite (1)	Mica	IS
ECH1	62.28	30.52	4.00
ECH2	69.05	24.64	3.32
ECH3	65.06	26.75	4.49
Moyenne	65.46	27.30	3.94

Tableau A24: Filler dopé avec 10 % de smectite, teneur des différents phyllosilicates de la fraction < 2 µm rapportés au filler (*phyllosilicates + indosés).

No Echant.	Part des différents phyllosilicates de la fraction < 2 µm dans le filler [% massiques] - (*phyllosilicates + indosés)					
	Smectite	Illite-Smectite (1)	Mica	Chlorite	*Smectite	*Illite-Smectite (IS)
ECH1	2.39	0.15	1.17	0.12	3.19	0.21
ECH2	2.76	0.13	0.99	0.12	3.33	0.16
ECH3	2.36	0.16	0.97	0.13	2.73	0.19
Moyenne	2.50	0.15	1.04	0.13	3.08	0.18
					*Mica	*Chlorite
					1.56	0.16
					1.19	0.14
					1.12	0.16
					1.29	0.15

Tableau A25: Filler de référence dopé avec 2 % de smectite (STx Ca-Montmorillonite), taux de gonflants en % massiques

No Echant.	Smectite	IS	Gonflants (smectite)	Gonflants (IS)	Total gonflants	Phyllosilicates		Ind. + Phyllos.		% Gonflants	
						R. Tot %	R. Tot %	R. Tot %	R. Tot (Phyllos)	R. Tot (Ph. + Ind.)	
ECH1	62.28	4.00	97.00	11.00	60.85	4.84	5.12	2.95	3.12		
ECH2	69.05	3.32	94.00	10.00	65.24	4.65	4.82	3.03	3.14		
ECH3	65.06	4.49	98.00	10.00	64.20	3.97	4.20	2.55	2.70		
Moyenne	65.46	3.94	96.33	10.33	63.43	4.49	4.71	2.84	2.99		

Tableau A26: Filler de référence dopé avec 10 % de talc Luzenac, roche Totale, dosage semi-quantitatif.

No Echant.	Minéraux en [% massique]							Indosés
	Phyllosilicates	Quartz	Calcite	Dolomite	Ankérite			
Neka+10% talc 1	11.79	0.23	85.12	2.15	0.33	0.38		
Neka+10% talc 2	11.98	0.33	83.79	2.38	0.24	1.28		
Neka+10% talc 3	10.95	0.40	84.23	2.98	0.27	1.17		
Moyenne	11.57	0.32	84.38	2.50	0.28	0.94		

Tableau A27: Filler de référence dopé avec 10 % de talc Luzenac, fraction 2-16 µm, abondances relatives.

No Echant.	Phyllosilicates [% relatifs]	
	Mica	Chlorite
Neka+10% talc 1	97.22	1.82
Neka+10% talc 2	96.45	2.69
Neka+10% talc 3	94.68	3.73
Moyenne	96	3

Tableau A28: Filler de référence dopé avec 10 % de talc Luzenac, fraction < 2 µm , abondances relatives.

No Echant.	Phyllosilicates [% relatifs]		
	Talc	Mica	Chlorite
Neka+10% talc 1	84.45	6.89	4.06
Neka+10% talc 2	86.75	8.79	2.46
Neka+10% talc 3	87.25	7.33	2.58
Moyenne	86.15	7.67	3.03

Tableau A29: Filler dopé avec 10 % de talc, teneur des différents phyllosilicates de la fraction < 2 µm rapportés au filler (*phyllosilicates + indosés).

No Echant.	Part des différents phyllosilicates de la fraction < 2 µm dans le filler [% massiques] - (*phyllosilicates + indosés)									
	Talc	Illite-Smectite (1)	Mica	Chlorite	*Talc	*Illite-Smectite (IS)	*Mica	*Chlorite		
Neka+10% talc 1	10.71	0.48	0.51	0.33	11.38	0.49	0.53			
Neka+10% talc 2	10.97	0.29	0.69	0.24	13.60	0.33	0.76			
Neka+10% talc 3	9.96	0.28	0.61	0.31	11.03	0.31	0.67			
Moyenne	10.55	0.35	0.60	0.29	12.00	0.38	0.65			0.27

Tableau A30: Filler de référence dopé avec 10 % de talc Luzenac, taux de gonflants en % massiques

No Echant.	IS	Gonflants (IS)	Total gonflants	Phyllosilicates R.Tot %	Ind. + Phyllos. R.Tot %	% Gonflants	
						R.Tot (Phyllos)	% Gonflants R.Tot (Ph. + Ind.)
Neka+10% talc 1	4.59	11.00	0.51	11.79	12.17	0.06	0.06
Neka+10% talc 2	2.00	7.00	0.14	11.98	13.26	0.02	0.02
Neka+10% talc 3	2.85	9.00	0.26	10.95	12.12	0.03	0.03
Moyenne	3.15	9.00	0.30	11.57	12.52	0.03	0.04

Tableau A31: Filler de référence dopé avec 10 % de pyrophyllite IDWALA, roche Totale, dosage semi-quantitatif.

No Echant.	Minéraux en [% massique]									
	Phyllosilicates	Quartz	Feldspath-K	Plagioclase	Calcite	Dolomite	Ankérite	Indosés		
Neka+10% Pyro 1	9.03	0.45	0.8	0.3	84.91	0.81	0.35	3.35		
Neka+10% Pyro 2	13.09	1.04	0.33	0.18	80.23	3.03	0.74	1.36		
Neka+10% Pyro 3	11.04	0.80	0.53	0.11	81.56	2.93	1.70	1.33		
Moyenne	11.05	0.76	0.55	0.20	82.23	2.26	0.93	2.01		

Tableau A32: Filler de référence dopé avec 10 % de pyrophyllite IDWALA , fraction 2-16 µm, abondances relatives.

No Echant.	Phyllosilicates [% relatifs]	
	Pyrophyllite	Chlorite
Neka+10% Pyro 1	78.07	2.73
Neka+10% Pyro 2	76.58	2.03
Neka+10% Pyro 3	80.41	2.46
Moyenne	78.35	2.41

Tableau A33: Filler de référence dopé avec 10 % de pyrophyllite IDWALA, fraction < 2 µm , abondances relatives.

No Echant.	Phyllosilicates [% relatifs]		
	Pyrophyllite	Mica	Chlorite
Neka+10% Pyro 1	65.84	28.24	3.99
Neka+10% Pyro 2	69.36	24.77	4.30
Neka+10% Pyro 3	72.20	22.40	4.08
Moyenne	69.13	25.14	4.13

Tableau A34: Filler dopé avec 10% de pyrophyllite, teneur en phyllosilicates de la fraction < 2 µm rapportés au filler (*phyllosilicates + indosés).

No Echant.	Part des différents phyllosilicates de la fraction < 2 µm dans le filler [% massiques] - (*phyllosilicates + indosés)						
	Pyrophyllite	Illite-Smectite (1)	Mica	Chlorite	*Talc	*Illite-Smectite (IS)	*Mica
Neka+10% Pyro 1	6.50	0.17	2.14	0.30	8.91	0.24	2.94
Neka+10% Pyro 2	9.55	0.20	3.02	0.56	10.54	0.23	3.33
Neka+10% Pyro 3	8.42	0.15	2.18	0.45	9.44	0.16	2.44
Moyenne	8.16	0.17	2.45	0.44	9.63	0.21	2.91

Tableau A35: Filler de référence dopé avec 10 % de pyrophyllite IDWALA, taux de gonflants en % massiques

No Echant.	IS	Gonflants (IS)	Total gonflants	Phyllosilicates R.Tot %	Ind. + Phyllos.		% Gonflants R.Tot (Phyllos)	% Gonflants R.Tot (Ph. + Ind.)
					R.Tot %	R.Tot %		
Neka+10% Pyro 1	6.82	10.00	0.68	9.03	12.38	0.06	0.08	
Neka+10% Pyro 2	6.91	9.00	0.62	13.09	14.45	0.08	0.09	
Neka+10% Pyro 3	7.07	10.00	0.71	11.04	12.37	0.08	0.09	
Moyenne	6.93	9.67	0.67	11.05	13.07	0.07	0.09	

Tableau A36: Filler de référence dopé avec 10 % de chlorite (MISTROFIL HS40), roche Totale, dosage semi-quantitatif.

No Echant.	Minéraux en [% massique]					
	Phyllosilicates	Quartz	Calcite	Dolomite	Ankérite	Indosés
Neka+10% chlorite 1	9.56	0.45	85.78	2.90	0.23	1.09
Neka+10% chlorite 2	8.97	0.34	87.04	2.80	0.17	0.68
Neka+10% chlorite 3	8.44	0.41	86.50	3.01	0.63	1.01
Moyenne	8.99	0.40	86.44	2.90	0.34	0.92

Tableau A37: Filler de référence dopé avec 10 % de chlorite (MISTROFIL HS40), fraction 2-16 µm, abondances relatives.

No Echant.	Phyllosilicates [% relatifs]		
	Talc	Mica	Chlorite
Neka+10% chlorite 1	7.15	1.05	91.80
Neka+10% chlorite 2	7.82	0.54	91.64
Neka+10% chlorite 3	9.63	0.90	89.47
Moyenne	8.20	0.83	90.97

Tableau A38: Filler de référence dopé avec 10 % de chlorite (MISTROFIL HS40), fraction < 2 µm , abondances relatives.

No Echant.	Phyllosilicates [% relatifs]		
	Talc	Mica	IS
Neka+10% chlorite 1	9.67	5.52	0.95
Neka+10% chlorite 2	10.32	6.22	1.24
Neka+10% chlorite 3	10.56	5.92	1.02
Moyenne	10.18	5.89	1.07

Tableau A39: Filler dopé avec 10% de chlorite, teneur en phyllosilicates de la fraction < 2 µm rapportés au filler (* phyllosilicates + indosés).

No Echant.	Part des différents phyllosilicates de la fraction < 2 µm dans le filler [% massiques] - (* phyllosilicates + indosés)					
	Talc	Illite-Smectite (1)	Mica	Chlorite	*Talc	*Illite-Smectite (IS)
Neka+10% chlorite 1	0.80	0.09	0.31	8.39	0.90	0.10
Neka+10% chlorite 2	0.81	0.11	0.30	7.37	0.87	0.12
Neka+10% chlorite 3	0.85	0.09	0.29	6.96	0.95	0.10
Moyenne	0.82	0.10	0.30	7.58	0.91	0.11

					*Mica	*Chlorite
					0.35	9.35
					0.33	8.39
					0.32	8.12
					0.33	8.62

Tableau A40: Filler de référence dopé avec 10 % de chlorite (MISTROFIL HS40), taux de gonflants en % massiques

No Echant.	IS	Gonflants (IS)		Total gonflants	Phyllosilicates R.Tot %		Ind. + Phyllos. R.Tot %		% Gonflants R.Tot (Phyllos)	% Gonflants R.Tot (Ph. + Ind.)
Neka+10% chlorite 1	0.95	10.00	10.00	0.09	9.56	10.64	0.01	0.01	0.01	0.01
Neka+10% chlorite 2	1.24	9.00	9.00	0.11	8.97	9.65	0.01	0.01	0.01	0.01
Neka+10% chlorite 3	1.02	11.00	11.00	0.11	8.44	9.45	0.01	0.01	0.01	0.01
Moyenne	1.07	10.00	10.00	0.11	8.99	9.91	0.01	0.01	0.01	0.01

Tableau A41: Filler de référence dopé avec 10 % de muscovite d'Inde, roche Totale, dosage semi-quantitatif.

No Echant.	Minéraux en [% massique]						
	Phyllosilicates	Quartz	Calcite	Dolomite	Ankérite	Indosés	
Neka+10% Musc. Inde 1	8.07	0.28	88.67	1.42	0.51	1.05	
Neka+10% Musc. Inde 2	8.54	0.54	87.00	1.99	0.34	1.59	
Neka+10% Musc. Inde 3	9.06	0.54	87.55	1.65	0.55	0.65	
Moyenne	8.56	0.45	87.74	1.69	0.47	1.10	

Tableau A42: Filler de référence dopé avec 10 % de muscovite d'Inde, fraction 2-16 µm, abondances relatives.

No Echant.	Muscovite	Phyllosilicates [% relatifs]	
		Mica filler	Chlorite
Neka+10% Musc. Inde 1	93.20	0.00	6.80
Neka+10% Musc. Inde 2	92.47	0.00	7.53
Neka+10% Musc. Inde 3	93.69	0.00	6.31
Moyenne	93.12	0.00	6.88

Tableau A43: Filler de référence dopé avec 10 % de muscovite d'Inde, fraction < 2 µm , abondances relatives.

No Echant.	Muscovite	Phyllosilicates [% relatifs]	
		Mica filler	IS
Neka+10% Musc. Inde 1	93.66	0.00	2.43
Neka+10% Musc. Inde 2	93.28	0.00	1.92
Neka+10% Musc. Inde 3	92.13	0.00	3.28
Moyenne	93.03	0.00	2.54
			Chlorite
			3.91
			4.80
			4.59
			4.43

Tableau A44: Filler dopé avec 10% de muscovite d'Inde, teneur en phyllosilicates de la fraction < 2 µm rapportés au filler (*phyllosilicates + indosés).

No Echant.	Part des différents phyllosilicates de la fraction < 2 µm dans le filler [% massiques] - (*phyllosilicates + indosés)									
	Muscovite	Illite-Smectite (1)	Mica filler	Chlorite	*Muscovite	*Illite-Smectite (IS)	*Mica filler	*Chlorite		
Neka+10% Musc. Inde 1	7.54	0.20	0.00	0.43	8.52	0.22	0.00	0.49		
Neka+10% Musc. Inde 2	7.93	0.16	0.00	0.53	9.41	0.19	0.00	0.62		
Neka+10% Musc. Inde 3	8.42	0.30	0.00	0.49	9.02	0.32	0.00	0.53		
Moyenne	7.96	0.22	0.00	0.48	8.98	0.24	0.00	0.55		

Tableau A45: Filler de référence dopé avec 10 % de muscovite d'Inde, taux de gonflants en % massiques

No Echant.	IS	Gonflants (IS)	Total gonflants	Phyllosilicates R.Tot %	Ind. + Phyllos. R.Tot %	% Gonflants	
						R.Tot (Phyllos)	% Gonflants R.Tot (Ph. + Ind.)
Neka+10% Musc. Inde 1	2.43	11.00	0.27	8.07	9.12	0.02	0.02
Neka+10% Musc. Inde 2	1.92	11.00	0.21	8.54	10.13	0.02	0.02
Neka+10% Musc. Inde 3	3.28	10.00	0.33	9.06	9.71	0.03	0.03
Moyenne	2.54	10.67	0.27	8.56	9.65	0.02	0.03

Tableau A46: Filler de référence dopé avec 10 % de muscovite USA Zemex C1000, roche Totale, dosage semi-quantitatif.

No Echant.	Phyllosilicates	Quartz	Calcite	Minéraux en [% massique]		
				Dolomite	Ankérite	Indosés
Neka+10% Musc. C1000 1	9.03	0.65	87.83	1.65	0.39	0.45
Neka+10% Musc. C1000 2	8.54	0.87	87.00	1.66	0.46	1.47
Neka+10% Musc. C1000 3	9.23	0.73	86.89	1.76	0.51	0.88
Moyenne	8.93	0.75	87.24	1.69	0.45	0.93

Tableau A47: Filler de référence dopé avec 10 % de muscovite USA Zemex C1000, fraction 2-16 µm, abondances relatives.

No Echant.	Phyllosilicates [% relatifs]	
	Muscovite	Chlorite
Neka+10% Musc. C1000 1	90.14	9.86
Neka+10% Musc. C1000 2	91.03	8.97
Neka+10% Musc. C1000 3	90.23	9.77
Moyenne	90.46	9.54

Tableau A48: Filler de référence dopé avec 10 % de muscovite USA Zemex C1000, fraction < 2 µm , abondances relatives.

No Echant.	Phyllosilicates [% relatifs]		
	Muscovite	Mica filler	IS
Neka+10% Musc. C1000 1	90.41	0.00	2.57
Neka+10% Musc. C1000 2	90.01	0.00	2.82
Neka+10% Musc. C1000 3	90.24	0.00	3.43
Moyenne	90.22	0.00	2.94

Tableau A49: Filler dopé avec 10% de muscovite C1000, teneur en phyllosilicates de la fraction < 2 µm rapportés au filler (*phyllosilicates + indosés).

No Echant.	Part des différents phyllosilicates de la fraction < 2 µm dans le filler [% massiques] - (*phyllosilicates + indosés)						
	Muscovite	Illite-Smectite (1)	Mica filler	Chlorite	*Muscovite	*Illite-Smectite (IS)	*Mica filler
Neka+10% Musc. C1000 1	8.15	0.23	0.00	0.76	8.56	0.24	0.00
Neka+10% Musc. C1000 2	7.73	0.24	0.00	0.69	9.06	0.28	0.00
Neka+10% Musc. C1000 3	8.33	0.32	0.00	0.74	9.12	0.35	0.00
Moyenne	8.07	0.26	0.00	0.73	8.91	0.29	0.00

Tableau A50: Filler de référence dopé avec 10 % de muscovite USA Zemex C1000, taux de gonflants en % massiques

No Echant.	IS	Gonflants (IS)	Total gonflants	Phyllosilicates		Ind. + Phyllos.		% Gonflants	
				R.Tot %	R.Tot %	R.Tot %	R.Tot (Phyllos)	R.Tot (Ph. + Ind.)	
Neka+10% Musc. C1000 1	2.57	10.00	0.26	9.03	9.48	0.02	0.02	0.02	
Neka+10% Musc. C1000 2	2.82	11.00	0.31	8.54	10.01	0.03	0.03	0.03	
Neka+10% Musc. C1000 3	3.43	10.00	0.34	9.23	10.11	0.03	0.03	0.03	
Moyenne	2.94	10.33	0.30	8.93	9.87	0.03	0.03	0.03	

Tableau A51: Filler de référence dopé avec 10 % de phlogopite Suzorite HK 200, roche Totale, dosage semi-quantitatif.

No Echant.	Minéraux en [% massique]					
	Phyllosilicates	Quartz	Calcite	Dolomite	Ankérite	Indosés
Neka+10% HK 200 1	8.06	0.70	88.34	1.41	0.58	0.91
Neka+10% HK 200 2	8.65	0.75	88.54	0.44	0.60	1.02
Neka+10% HK 200 3	8.23	0.59	87.34	2.26	0.13	1.45
Moyenne	8.31	0.68	88.07	1.37	0.44	1.13

Tableau A52: Filler de référence dopé avec 10 % de phlogopite Suzorite HK 200, fraction 2-16 µm, abondances relatives.

No Echant.	Phyllosilicates [% relatifs]		
	Phlogopite	Mica filler	Chlorite
Neka+10% HK 200 1	76.40	16.00	7.60
Neka+10% HK 200 2	83.32	11.77	4.91
Neka+10% HK 200 3	78.04	15.35	6.61
Moyenne	79.25	14.37	6.37

Tableau A53: Filler de référence dopé avec 10 % de phlogopite Suzorite HK 200, fraction < 2 µm , abondances relatives.

No Echant.	Phyllosilicates [% relatifs]		
	Phlogopite	Mica filler	Chlorite
Neka+10% HK 200 1	65.74	23.12	6.78
Neka+10% HK 200 2	71.61	20.57	5.40
Neka+10% HK 200 3	68.49	20.96	7.59
Moyenne	68.61	21.55	6.59

Tableau A54: Filler dopé avec 10% de phlogopite HK 200, teneur en phyllosilicates de la fraction < 2 µm rapportés au filler (*phyllosilicates + indosés).

No Echant.	Part des différents phyllosilicates de la fraction < 2 µm dans le filler [% massiques] - (*phyllosilicates + indosés)					
	Phlogopite	Illite-Smectite (1)	Mica filler	Chlorite	*Muscovite	*Illite-Smectite (IS)
Neka+10% HK 200 1	5.73	0.18	1.58	0.58	6.38	0.20
Neka+10% HK 200 2	6.70	0.10	1.40	0.45	7.49	0.12
Neka+10% HK 200 3	6.03	0.12	1.49	0.58	7.09	0.14
Moyenne	6.15	0.13	1.49	0.54	6.99	0.15
					*Mica filler	*Chlorite
					1.75	0.65
					1.56	0.50
					1.76	0.69
					1.69	0.61

Tableau A55: Filler de référence dopé avec 10 % de phlogopite Suzorite HK 200, taux de gonflants en % massiques

No Echant.	IS	Gonflants (IS)		Total gonflants	Phyllosilicates R.Tot %		Ind. + Phyllos. R.Tot %		% Gonflants R.Tot (Phyllos)		% Gonflants R.Tot (Ph. + Ind.)	
Neka+10% HK 200 1	4.37	11.00	0.48	8.06	8.97	0.04	0.04	0.04	0.04	0.04	0.04	0.04
Neka+10% HK 200 2	2.42	8.00	0.19	8.65	9.67	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02
Neka+10% HK 200 3	2.96	10.00	0.30	8.23	9.68	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02	0.03	0.03
Moyenne	3.25	9.67	0.32	8.31	9.44	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03

Tableau A56: Filler de référence dopé avec 10 % de phlogopite Suzorite HK 400, roche Totale, dosage semi-quantitatif.

No Echant.	Minéraux en [% massique]						
	Phyllosilicates	Quartz	Calcite	Dolomite	Ankérite	Indosés	
Neka+10% HK 400 1	8.43	0.32	86.04	2.97	0.43	1.80	
Neka+10% HK 400 2	9.45	0.78	85.43	1.99	0.34	2.01	
Neka+10% HK 400 3	8.35	0.65	86.24	2.38	0.18	2.20	
Moyenne	8.74	0.58	85.90	2.45	0.32	2.01	hornblende en trace

Tableau A57: Filler de référence dopé avec 10 % de phlogopite Suzorite HK 400, fraction 2-16 µm, abondances relatives.

No Echant.	Phyllosilicates [% relatifs]		
	Phlogopite	Mica filler	Chlorite
Neka+10% HK 400 1	76.40	16.00	7.60
Neka+10% HK 400 2	83.32	11.77	4.91
Neka+10% HK 400 3	78.04	15.35	6.61
Moyenne	79.25	14.37	6.37

Tableau A58: Filler de référence dopé avec 10 % de phlogopite Suzorite HK 400, fraction < 2 µm , abondances relatives.

No Echant.	Phyllosilicates [% relatifs]		
	Phlogopite	Mica filler	IS
Neka+10% HK 400 1	60.95	22.86	5.40
Neka+10% HK 400 2	62.23	20.74	7.12
Neka+10% HK 400 3	61.74	18.12	6.04
Moyenne	61.64	20.57	6.19

Tableau A59: Filler dopé avec 10% de phlogopite HK 400, teneur en phyllosilicates de la fraction < 2 µm dans le filler (*phyllosilicates + indosés).

No Echant.	Part des différents phyllosilicates de la fraction < 2 µm dans le filler [% massiques] - (*phyllosilicates + indosés)						
	Phlogopite	Illite-Smectite (1)	Mica filler	Chlorite	*Muscovite	*Illite-Smectite (IS)	*Mica filler
Neka+10% HK 400 1	5.96	0.45	1.58	0.66	7.23	0.55	1.92
Neka+10% HK 400 2	6.87	0.67	1.51	0.73	8.33	0.82	1.83
Neka+10% HK 400 3	5.97	0.50	1.32	0.81	7.54	0.64	1.67
Moyenne	6.27	0.54	1.47	0.73	7.70	0.67	1.81

Tableau A60: Filler de référence dopé avec 10 % de phlogopite Suzorite HK 400, taux de gonflants en % massiques

No Echant.	IS	Gonflants (IS)	Total gonflants	Phyllosilicates R.Tot %	Ind. + Phyllos.		% Gonflants	
					R.Tot %	R.Tot %	R.Tot (Phyllos)	R.Tot (Ph. + Ind.)
Neka+10% HK 400 1	5.40	10.00	0.54	8.43	10.23	0.05	0.06	
Neka+10% HK 400 2	7.12	11.00	0.78	9.45	11.46	0.07	0.09	
Neka+10% HK 400 3	6.04	9.00	0.54	8.35	10.55	0.05	0.06	
Moyenne	6.19	10.00	0.62	8.74	10.75	0.05	0.07	

Tableau A61: Filler de référence dopé avec 10 % de kaolinite, roche Totale, dosage semi-quantitatif.

No Echant.	Minéraux en [% massique]							
	Phyllosilicates	Quartz	F.K.	plagioclase	Calcite	Dolomite	Ankérite	Indosés
Neka+10% kaolin 1	8.11	1.04	1.03	0.00	86.01	1.43	0.66	1.73
Neka+10% kaolin 2	8.58	0.87	1.23	0.00	85.45	1.71	0.58	1.58
Neka+10% Kaolin 3	8.45	0.83	1.25	0.00	86.17	1.34	0.60	1.36
Moyenne	8.38	0.91	1.17	0.00	85.88	1.49	0.62	1.55

Tableau A62: Filler de référence dopé avec 10 % de kaolinite, fraction 2-16 µm, abondances relatives.

No Echant.	Phyllosilicates [% relatifs]	
	Kaolinite	Chlorite
Neka+10% kaolin 1	95.06	1.41
Neka+10% kaolin 2	94.15	1.85
Neka+10% Kaolin 3	93.88	2.02
Moyenne	94.37	1.76

Tableau A63: Filler de référence dopé avec 10 % de kaolinite, fraction < 2 µm , abondances relatives.

No Echant.	Phyllosilicates [% relatifs]		
	Kaolinite	Mica filler	IS
Neka+10% kaolin 1	93.95	2.76	0.48
Neka+10% kaolin 2	94.46	2.73	0.58
Neka+10% Kaolin 3	94.69	1.86	0.47
Moyenne	94.37	2.45	0.51

Tableau A64: Filler dopé avec 10% de kaolinite, teneur en phyllosilicates de la fraction < 2 µm rapportés au filler (*phyllosilicates + indosés).

No Echant.	Part des différents phyllosilicates de la fraction < 2 µm dans le filler [% massiques] - (*phyllosilicates + indosés)					
	Kaolinite	Illite-Smectite (1)	Mica filler	Chlorite	*Illite-Smectite (IS)	*Mica filler
Neka+10% kaolin 1	7.66	0.04	0.25	0.17	9.30	0.31
Neka+10% kaolin 2	8.09	0.05	0.29	0.19	9.58	0.34
Neka+10% Kaolin 3	7.97	0.04	0.25	0.25	9.25	0.29
Moyenne	7.91	0.04	0.27	0.20	9.37	0.31

Tableau A65: Filler de référence dopé avec 10 % de kaolinite, taux de gonflants en % massiques

No Echant.	IS	Gonflants (IS)	Total gonflants	Phyllosilicates R.Tot %	Ind. + Phyllos. R.Tot %	% Gonflants R.Tot (Phyllos)	% Gonflants R.Tot (Ph. + Ind.)
Neka+10% kaolin 1	0.48	9.00	0.04	8.11	9.84	0.003	0.004
Neka+10% kaolin 2	0.58	8.00	0.05	8.58	10.16	0.004	0.005
Neka+10% Kaolin 3	0.47	9.00	0.04	8.45	9.81	0.004	0.004
Moyenne	0.51	8.67	0.04	8.38	9.93	0.004	0.004

Tableau A66: Filler de référence dopé avec 50 % de quartz, roche Totale, dosage semi-quantitatif.

No Echant.	Minéraux en [% massique]						
	Phyllosilicates	Quartz	F.K.	Calcite	Dolomite	Ankérite	Indosés
Neka+50% quartz 1	3.23	46.77	2.56	45.21	0.55	0.00	1.68
Neka+50% qzartz 2	2.98	53.42	3.45	39.17	0.00	0.00	0.98
Neka+50% quartz 3	3.76	47.89	3.09	42.30	0.45	0.34	2.17
Moyenne	3.32	49.36	3.03	42.23	0.33	0.11	1.61

Filler récupéré de carottes prélevées dans la route de St-Ursanne – les Rangiers

Tableau R1: filler VD 04.131 – provenant de la route de St-Ursanne – les Rangiers: Roche Totale, dosage semi-quantitatif (%)

No Echant.	Phyllosilicates	Quartz	Feldspath-K	Plagioclase-Na	Calcite	Dolomite	Indosés
VD.04.131 0-063 µm	5.04	22.80	2.26	3.66	40.26	1.66	24.32
VD.04.131 0.063-0.090 µm	3.16	25.64	0.00	5.95	31.53	0.00	33.72

Tableau R2: filler VD 04.131 – provenant de la route de St-Ursanne – les Rangiers: fraction 2-16 µm abondances relatives (%)

No Echant.	% mica	% chlorite	% kaolinite
VD.04.131 0-063 µm	33.64	62.68	3.68
VD.04.131 0.063-0.090 µm	56.81	31.93	11.26

Tableau R3: filler VD 04.131 – provenant de la route de St-Ursanne – les Rangiers: fraction < 2 µm % des différents phyllosilicates

No Echant.	Illite-Smectite (1)	Mica	Chlorite	Kaolinite
VD.04.131 0-063 µm	0	45	25	31
VD.04.131 0.063-0.090 µm	5	39	37	19

Tableau R4: filler VD 04.131 – provenant de la route de St-Ursanne – les Rangiers: taux de gonflants

No Echant.	% IS	% SM in IS	% Gonflants	Phyllosilicates R.Tot %	Ind. + Phyllos. R.Tot %	% Gonflants R.Tot (Phyllos)	% Gonflants R.Tot (Ph. + Ind.)
VD.04.131 0-063 µm	0	0	0	5.04	29.36	0.000	0.00
VD.04.131 0.063-0.090 µm	5	10	0.5	3.16	36.88	0.016	0.184

Tableau R5: filler VD 04.131 – provenant de la route de St-Ursanne – les Rangiers: analyse Rock-Eval

No Echant.	Cmin	Corg	Calcite recalculée	Indosés recalculé
VD.04.131 0-063 µm	6.34	2.65	50.52	14.07
VD.04.131 0.063-0.090 µm	6.03	2.96	47.21	18.04

Filler récupéré de carottes prélevées dans la route de Glovelier – Saulcy

Tableau R6: filler VD 04.132 – provenant de la route de Glovelier-Saulcy: Roche Totale, dosage semi-quantitatif (%)

No Echant.	Phyllosilicates	Quartz	Feldspath-K	Plagioclase-Na	Calcite	Dolomite	Indosés
VD.04.132 0-063 µm	3.81	32.76	0.00	3.57	56.78	0.00	3.08
VD.04.132 0.063-0.090 µm	2.42	31.83	0.00	1.94	43.61	0.00	20.20

Tableau R7: filler VD 04.132 – provenant de la route de Glovelier-Saulcy: fraction 2-16 µm abondances relatives (%)

No Echant.	% mica	% chlorite	% kaolinite
VD.04.132 0-063 µm	85.14	9.39	5.47
VD.04.132 0.063-0.090 µm	76.81	15.81	7.38

Tableau R8: filler VD 04.132 – provenant de la route de Glovelier-Saulcy: fraction < 2 µm % des différents phyllosilicates

No Echant.	Illite-Smectite (1)	Mica	Chlorite	Kaolinite
VD.04.132 0-063 µm	7	61	14	18
VD.04.132 0.063-0.090 µm	0	71	15	14

Tableau R9: filler VD 04.132 – provenant de la route de Glovelier-Saulcy: taux de gonflants

No Echant.	% IS	% SM in IS	% Gonflants	Phyllosilicates R.Tot %	Ind. + Phyllos. R.Tot %	% Gonflants R.Tot (Phyllos)	% Gonflants R.Tot (Ph. + Ind.)
VD.04.132 0-063 µm	22	10	2.2	3.81	6.89	0.084	0.15
VD.04.132 0.063-0.090 µm	0	0	0	2.42	22.62	0.000	0.000

Tableau R10: filler VD 04.133 – provenant de la route de Soyhières: Roche Totale, dosage semi-quantitatif (%)

No Echant.	Phyllosilicates	Quartz	Feldspath-K	Plagioclase-Na	Calcite	Dolomite	Indosés
VD.04.133 0-063 µm	1.82	26.63	3.99	8.01	46.73	1.87	10.96
VD.04.133 0.063-0.090 µm	3.12	22.33	0.00	13.95	32.11	2.51	25.98

Filler récupéré de carottes prélevées dans la route de Soyhières

Tableau R11: filler VD 04.133 – provenant de la route de Soyhières: fraction 2-16 µm abondances relatives (%)

No Echant.	% mica	% chlorite	% kaolinite
VD.04.133 0-063 µm	60.53	29.19	10.28
VD.04.133 0.063-0.090 µm	59.84	26.69	13.47

Tableau R12: filler VD 04.133 – provenant de la route de Soyhières: fraction < 2 µm % des différents phyllosilicates

No Echant.	Illite-Smectite (1)	Mica	Chlorite	Kaolinite
VD.04.133 0-063 µm	3	37	24	37
VD.04.133 0.063-0.090 µm	6	39	33	21

Tableau R13: filler VD 04.133 – provenant de la route de Soyhières: taux de gonflants

No Echant.	% IS	% SM in IS	% Gonflants	Phyllosilicates R.Tot %	Ind. + Phyllos. R.Tot %	% Gonflants	
						R.Tot (Phyllos)	% Gonflants R.Tot (Ph. + Ind.)
VD.04.133 0-063 µm	3	8	0.24	1.82	12.77	0.004	0.03
VD.04.131 0.063-0.090 µm	6	9	0.54	3.12	29.10	0.017	0.157

Tableau R14: filler VD 04.133 – provenant de la route de Soyhières: analyse Rock-Eval

No Echant.	Cmin	Corg	Calcite recalculée	Indosés recalculé
VD.04.133 0-063 µm	6.23	2.65	49.34	8.34
VD.04.133 0.063-0.090 µm	5.85	2.34	45.29	12.80

Fillers récupérés de carottes prélevées dans la route du Col du Simplon – A9

Tableau R15: filler provenant de la route du simplon A9: Roche Totale, dosage semi-quantitatif (%)

No Echant.	Phyllosilicates	Quartz	Feldspath-K	Plagioclase-Na	Calcite	Dolomite	Indosés
A9 CS V DESC	9.55	17.24	0.00	15.72	54.75	1.39	1.35
A9 CS V DESC	10.82	20.72	0.00	4.81	23.86	0.00	39.78
A9 CS V MON	6.38	17.74	0.00	31.64	42.45	0.00	1.78
A9 CS V MON	24.33	19.56	3.05	19.43	30.01	1.71	1.90
Présence d'amphiboles							

Tableau R16: filler – provenant de la route du simplon A9: fraction 2-16 µm abondances relatives (%)

No Echant.	% mica 001	% serpentine	% chlorite 002
A9 CS V DESC	31.82	28.38	39.80
A9 CS V DESC	46.31	18.62	35.07
A9 CS V MON	30.71	16.04	53.25
A9 CS V MON	35.37	17.10	47.53

Tableau R17: filler – provenant de la route du simplon A9: fraction < 2 µm % des différents phyllosilicates

No Echant.	Illite-Smectite (1)	Mica 001	Serpentine	Chlorite 002
A9 CS V DESC	5.54	51.79	12.70	29.97
A9 CS V DESC	4.11	47.05	14.13	34.70
A9 CS V MON	0.00	43.17	22.76	34.07
A9 CS V MON	1.97	40.74	19.19	38.11

Tableau R18: filler – provenant de la route du simplon A9: analyse Rock-Eval

No Echant.	Cmin	Corg	Calcite recalculée	Indosés recalculé
A9 CS V DESC	6.74	2.65	54.79	1.32
A9 CS V DESC	5.38	1.56	40.27	23.37
A9 CS V MON	5.57	0.45	42.30	1.93
A9 CS V MON	4.47	0.67	30.56	1.35

Tableau B1: résultats des essais sur béton - Mix-Design

N°	Mix-Design	Fabrication	Ajouts	% sur 0/4%	% sur 0/32	Ciment	kg/m3	Granulats	d/D	%	d/D	%	d/D	%	Adjuvant	% sur ciment	e/c	
1	Standard	13.12.2005	-	-	-	Normo 4	375	Gradisles 0/4	40.0	4/8	6.0	8/16	20.0	16/32	34.0	Sikament-12 Plus	1.2	0.46
2	Bentonite 1.0%	20.12.2005	Bentonite	1.0	0.4	Normo 4	375	Gradisles 0/4	40.0	4/8	6.0	8/16	20.0	16/32	34.0	Sikament-12 Plus	1.2	0.46
3	Bentonite 2.0%	20.12.2005	Bentonite	2.0	0.8	Normo 4	375	Gradisles 0/4	40.0	4/8	6.0	8/16	20.0	16/32	34.0	Sikament-12 Plus	1.2	0.46
4	Bentonite 3.0%	31.01.2006	Bentonite	3.0	1.2	Normo 4	375	Gradisles 0/4	40.0	4/8	6.0	8/16	20.0	16/32	34.0		1.3	0.53
5	Bentonite 4.0%	22.11.2005	Bentonite	4.0	1.6	Normo 4	375	Gradisles 0/4	40.0	4/8	6.0	8/16	20.0	16/32	34.0	Sikament-12 Plus	1.3	0.55
6	Bentonite 7.5%	22.11.2005	Bentonite	7.5	3.0	Normo 4	375	Gradisles 0/4	40.0	4/8	6.0	8/16	20.0	16/32	34.0	Sikament-12 Plus	1.5	0.60
7	Filler 4.0%	31.01.2006	Filler	4.0	1.6	Normo 4	375	Gradisles 0/4	40.0	4/8	6.0	8/16	20.0	16/32	34.0	Sikament-12 Plus	1.2	0.46
8	Filler 7.5%	22.11.2005	Filler	7.5	3.0	Normo 4	375	Gradisles 0/4	40.0	4/8	6.0	8/16	20.0	16/32	34.0	Sikament-12 Plus	1.3	0.50
9	Kaolinite 2.0%	31.01.2006	Kaolinite	2.0	0.8	Normo 4	375	Gradisles 0/4	40.0	4/8	6.0	8/16	20.0	16/32	34.0	Sikament-12 Plus	1.2	0.46
10	Kaolinite 4.0%	31.01.2006	Kaolinite	4.0	1.6	Normo 4	375	Gradisles 0/4	40.0	4/8	6.0	8/16	20.0	16/32	34.0	Sikament-12 Plus	1.2	0.46
11	Kaolinite 7.5%	22.11.2005	Kaolinite	7.5	3.0	Normo 4	375	Gradisles 0/4	40.0	4/8	6.0	8/16	20.0	16/32	34.0	Sikament-12 Plus	1.3	0.52

Tableau B2: résultats des essais sur béton - Béton frais

N°	Mix-Design	Fabrication	Masse volumique	Teneur en air	Consistance	Valeur	Observations relatives au béton frais
1	Standard	13.12.2005	2'411	2.2	Slump	S5	Consistance fluide à très fluide. Léger démélange et ressuage.
2	Bentonite 1.0%	20.12.2005	2'424	1.6	Slump	S5	Consistance fluide, Pas de ségrégation, bel aspect, bien lié. Très peu de ressuage. Raidissement dans le temps.
3	Bentonite 2.0%	20.12.2005	2'402	1.8	Slump	S2	Consistance molle. Pas de ségrégation, bel aspect, bien lié. Pas de ressuage. Raidissement dans le temps.
4	Bentonite 3.0%	31.01.2006	2'388	1	Walz	C2	Consistance plastique. Pas de ségrégation. Pas de ressuage. Raidissement fortement marqué dans le temps.
5	Bentonite 4.0%	22.11.2005	2'408	1.1	Walz	C1	Consistance plastique. Compactable. Léger raidissement dans le temps.
6	Bentonite 7.5%	22.11.2005	2'354	1.3	Walz	C2	Consistance plastique. Très difficilement compactable. Raidissement dans le temps (pâte à modeler). Arrêt fabrication des cubes.
7	Filler 4.0%	31.01.2006	2'466	0.6	Slump	S5	Consistance très molle, fluide au début. Pas de démélange. Aucun raidissement dans le temps.
8	Filler 7.5%	22.11.2005	2'429	1.3	Walz	C3	Consistance très molle, fluide au début. Pas de démélange. Aucun raidissement dans le temps.
9	Kaolinite 2.0%	31.01.2006	2'450	1.15	Walz	C2	Consistance molle. Pas de ressuage.
10	Kaolinite 4.0%	31.01.2006	2'426	1.6	Walz	C2	Consistance molle. Pas de ressuage.
11	Kaolinite 7.5%	22.11.2005	2'379	1.9	-	-	Consistance très molle, voire fluide (e/c et dosage adjuvant trop élevé). Léger démélange. Petit raidissement dans le temps.

Tableau B3: résultats des essais sur béton - Compression

N°	Mix-Design	Fabrication	Masse volumique	Fcw 7 jours	Masse volumique	Fcw 28 jours	Masse volumique	Fcw 90 jours
1	Standard	13.12.2005	2'383	42.3	2'375	46.1	2'393	53.9
2	Bentonite 1.0%	20.12.2005	2'369	40.9	2'363	45.6	2'363	52.0
3	Bentonite 2.0%	20.12.2005	2'390	40.5	2'416	47.4	2'423	52.3
4	Bentonite 3.0%	31.01.2006	2'372	33.6	2'385	39.8	2'370	43.0
5	Bentonite 4.0%	22.11.2005	2'365	31.5	2'349	36.5	2'375	43.4
6	Bentonite 7.5%	22.11.2005	-	-	2'322	30.5	2'357	36.9
7	Filler 4.0%	31.01.2006	2'369	40.7	2'378	46.1	2'390	51.1
8	Filler 7.5%	22.11.2005	2'422	43.9	2'434	50.0	2'433	53.8
9	Kaolinite 2.0%	31.01.2006	2'384	39.8	2'399	46.0	2'414	50.5
10	Kaolinite 4.0%	31.01.2006	2'371	39.1	2'413	44.2	2'429	51.9
11	Kaolinite 7.5%	22.11.2005	2'381	33.4	2'391	37.3	2'393	43.1

Tableau B4: résultats des essais sur béton - Pénétration eau

N°	Mix-Design	Fabrication	Pénétration moyenne de l'eau à 43 jours	Pénétration maximale de l'eau à 43 jours
1	Standard	13.12.2005	12	21
2	Bentonite 1.0%	20.12.2005	3	7
3	Bentonite 2.0%	20.12.2005	2	6
4	Bentonite 3.0%	31.01.2006	5	9
5	Bentonite 4.0%	22.11.2005	2	6
6	Bentonite 7.5%	22.11.2005	10	13
7	Filler 4.0%	31.01.2006	3	7
8	Filler 7.5%	22.11.2005	1	3
9	Kaolinite 2.0%	31.01.2006	6	12
10	Kaolinite 4.0%	31.01.2006	8	16
11	Kaolinite 7.5%	22.11.2005	1	3

Tableau B5: résultats des essais sur béton - Capillarité

N°	Mix-Design	Fabrication	Capillarité 28 jours surface (0-0.5 cm)	Capillarité 28 jours profond max. (0.5-9 cm)	Capillarité 28 jours profond min. (0.5-9 cm)	Capillarité 28 jours profond moy. (0.5-9 cm)	Capillarité 90 jours surface (0-0.5 cm)	Capillarité 90 jours profond max. (0.5-9 cm)	Capillarité 90 jours profond min. (0.5-9 cm)	Capillarité 90 jours profond moy. (0.5-9 cm)
1	Standard	13.12.2005	13	21	12	15.5	9	14	10	11.9
2	Bentonite 1.0%	20.12.2005	10	15	10	12.8	10	15	10	12.6
3	Bentonite 2.0%	20.12.2005	7	14	10	12.1	10	14	8	11.2
4	Bentonite 3.0%	31.01.2006	10	15	10	13.5	9	10	7	8.1
5	Bentonite 4.0%	22.11.2005	8	15	10	12.8	5	13	9	11.6
6	Bentonite 7.5%	22.11.2005	11	16	10	12.8	9	14	9	11.3
7	Filler 4.0%	31.01.2006	11	15	8	11.8	12	13	5	8.3
8	Filler 7.5%	22.11.2005	12	15	12	14.3	10	14	10	12.7
9	Kaolinite 2.0%	31.01.2006	11	18	6	14.3	7	17	6	10.3
10	Kaolinite 4.0%	31.01.2006	11	15	10	13.1	3	12	5	7.4
11	Kaolinite 7.5%	22.11.2005	12	15	9	12.6	11	15	8	12.1

Tableau B6: résultats des essais sur béton - Gel pur et gel + sel

N°	Mix-Design	Fabrication	Gel pur TFB Qualification 27 jours	Gel pur TFB Qualification 90 jours	Gel+sel Qualification 27 jours	Gel+sel Qualification 90 jours
1	Standard	13.12.2005	Suffisante	Bonne	Suffisante	Suffisante
2	Bentonite 1.0%	20.12.2005	Suffisante	Bonne	Suffisante	Suffisante
3	Bentonite 2.0%	20.12.2005	Suffisante	Bonne	Suffisante	Bonne
4	Bentonite 3.0%	31.01.2006	Suffisante	Suffisante	Suffisante	Suffisante
5	Bentonite 4.0%	22.11.2005	Suffisante	Elevée	Insuffisante	Bonne
6	Bentonite 7.5%	22.11.2005	Mauvaise	Mauvaise	Mauvaise	Insuffisante
7	Filler 4.0%	31.01.2006	Suffisante	Elevée	Suffisante	Bonne
8	Filler 7.5%	22.11.2005	Suffisante	Bonne	Suffisante	Bonne
9	Kaolinite 2.0%	31.01.2006	Suffisante	Bonne	Insuffisante	Bonne
10	Kaolinite 4.0%	31.01.2006	Suffisante	Bonne	Suffisante	Bonne
11	Kaolinite 7.5%	22.11.2005	Suffisante	Bonne	Suffisante	Suffisante

