



HAL
open science

Sols traités à la chaux et aux liants hydrauliques : Contribution à l'identification et à l'analyse des éléments perturbateurs de la stabilisation

Nicolas Cabane

► **To cite this version:**

Nicolas Cabane. Sols traités à la chaux et aux liants hydrauliques : Contribution à l'identification et à l'analyse des éléments perturbateurs de la stabilisation. Matériaux. Université Jean Monnet - Saint-Etienne, 2004. Français. NNT : . tel-00010521

HAL Id: tel-00010521

<https://theses.hal.science/tel-00010521>

Submitted on 10 Oct 2005

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

**ECOLE NATIONALE SUPERIEURE
DES MINES DE SAINT-ETIENNE**

THESE

pour obtenir le grade de

Docteur de l'Université Jean Monnet
et de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de St-Etienne

Discipline : Génie des Procédés

SOLS TRAITES À LA CHAUX ET AUX LIANTS HYDRAULIQUES :

Contribution à l'identification et à l'analyse des éléments perturbateurs de la stabilisation

par

Nicolas CABANE

Soutenue le 20 décembre 2004

devant le jury composé de

H. Van Damme	- Professeur à l'ESPCI -	Rapporteur
J.-M. Siwak	- Professeur des Ecoles des Mines -	Rapporteur
E. Bilal	- Professeur à l'Ecole des Mines de St-Etienne -	Examineur
M. Fouletier	- Professeur à l'Ecole des Mines d'Alès -	Directeur de Thèse
P. Gaudon	- Maître de Recherche à l'Ecole des Mines d'Alès	co-Directeur
D. Nectoux	- Maître-Assistant de Recherche à l'Ecole des Mines d'Alès -	Examineur
J. Vecoven	- Responsable du pôle conseil à la Direction Holcim France-Bénélux -	Invité
M. Schaeffner	- Ancien Responsable des études de géotechnique routière et de terrassement au LCPC -	Invité

Thèse préparée au Centre des Matériaux de Grande Diffusion
de l'**Ecole des Mines d'Alès**

Avant -Propos

Ce travail a été préparé au Centre des Matériaux de Grande Diffusion de l'Ecole des Mines d'Alès sous la direction de Mireille Fouletier, Pierre Gaudon et Dider Nectoux. Je leur exprime mes remerciements pour les conseils dans les domaines scientifiques, techniques et rédactionnels ainsi qu'en communication et pédagogie prodigués tout le long de cette étude.

Je remercie les Professeurs Henri Van Damme et Jean-Michel Siwak d'avoir accepté d'être rapporteurs de la thèse.

Je remercie Jaques Vecoven de la société Holcim et Marc Schaeffner d'avoir accepté de participer au jury de thèse ainsi que d'avoir suivi au cours de ces trois ans les avancées de ces travaux.

Cette étude pluridisciplinaire est due à la volonté d'entreprises utilisatrices des sols traités et productrices des agents de traitement de comprendre les phénomènes à savoir le Syndicat Professionnel des Terrassiers de France et la Fédération Nationale des Travaux Publics et par le Syndicat des Chauffourniers et l'Association Techniques de l'Industrie des Liants Hydrauliques.

Ce projet n'a pu aboutir sans le dévouement de Jacques Betoux coordinateur du projet qu'il en soit remercié.

Dans le cadre du contrat Cifre, je tiens à remercier Patrick Laboureur, Jean Paul Vigaud et Olivier Pal de m'avoir accueilli au sein de la Forézienne d'Entreprises du groupe Eiffage.

Les essais normalisés ont été réalisés avec l'aide technique du laboratoire DTA du Groupe Holcim. Je remercie plus particulièrement Etienne Lebreton, Albert, Frans et Michel pour leur aide et leur conseil.

Je remercie pour leurs conseils avisés et les discussions scientifiques l'ensemble du personnel du CMGD, du LGEI et de l'EMA. Et plus particulièrement Pierre Adamiec, Jean-Charles Bénézet et Laurent Clerc dans le cadre la caractérisation des poudres, Christian Buisson et Patrick Ienny pour les essais mécaniques, Jean-Marie Taulemesse pour son aide lors des observations microscopiques et Valérie Benoît, Jacky Bartorello et Alain Diaz pour les discussions du matin.

Je remercie les thésards pour m'avoir rendu le séjour plus doux. Vous m'avez aussi permis d'évoluer en réfléchissant sur des domaines et des problèmes bien éloignés au premier abord de ceux d'un géologue. Je tiens à remercier plus particulièrement Sylvie B., Didier, Sylvie P., Anne et François. Ainsi que Fabrice pour les photos de pays de rêves et Aude pour les rappels de géologie.

Je remercie aussi mes parents et Sté pour m'avoir supporté au cours de ces derniers mois.

Sommaire

1	Objectifs de l'étude	11
1.1	Cadre de l'étude	11
1.2	Contexte de l'étude.....	12
1.2.1	<i>Structures étudiées</i>	12
1.2.2	<i>Classification des matériaux constitutifs d'une couche de forme</i>	12
1.2.3	<i>Cas particulier des sols fins</i>	13
1.3	Problématique.....	17
1.4	Approche et limites de l'étude.....	18
2	Etude bibliographique	21
2.1	Rappels sur la minéralogie et la chimie des sols	21
2.1.1	<i>Les minéraux</i>	21
2.1.2	<i>Les substances minérales solubles</i>	24
2.1.3	<i>La matière organique</i>	24
2.1.4	<i>Les microstructures du sol</i>	26
2.1.5	<i>Conclusion</i>	26
2.2	Traitement des sols.....	27
2.2.1	<i>Compactage</i>	27
2.2.2	<i>Effets des liants sur les sols</i>	28
2.2.2.1	Effet régulateur de l'état hydrique [8]	28
2.2.2.2	Modifications du sol ^[8]	29
2.2.2.3	Stabilisation du sol.....	31
2.2.3	<i>Principe d'action des liants</i>	31
2.2.3.1	Action de la chaux ^[22 et 28]	31
2.2.3.2	Action des liants hydrauliques ^[25]	32
2.2.3.3	Facteurs influençant la modification et la stabilisation des sols ...	35
2.2.4	<i>Caractérisation des sols traités</i> ^[8]	36
2.2.4.1	Traitement à la chaux seule ^[8]	37
2.2.4.2	Traitement aux liants hydrauliques éventuellement associés à la chaux ^[8]	37
2.2.5	<i>Conclusion</i>	37
2.3	Problèmes rencontrés	39
2.3.1	<i>Introduction</i>	39
2.3.2	<i>Perturbation de la prise attribuée aux argiles</i>	41
2.3.2.1	Actions des argiles sur les différents liants.....	41
2.3.2.2	Conclusion et synthèse bibliographique	43
2.3.3	<i>Perturbations attribuées au soufre</i>	44
2.3.3.1	Types de perturbations.....	44
2.3.3.2	Cas des ciments, mortiers et bétons	44
2.3.3.3	Cas des sols	47

2.3.3.4	Comment y remédier ou s'en prémunir ?	50
2.3.3.5	Conclusion et problématique de la recherche sur le soufre	51
2.3.4	<i>Perturbation de la prise attribuée aux composés azotés</i>	52
2.3.4.1	Effet des composés azotés sur les ciments et bétons	52
2.3.4.2	Effet des composés azotés lors de la stabilisation des sols	53
2.3.4.3	Conclusion	53
2.3.5	<i>Perturbation de la prise attribuée au phosphate</i>	54
2.3.5.1	Stabilisation des sols grâce aux phosphates.....	54
2.3.5.2	Effet des phosphates sur la chaux et les liants hydrauliques	54
2.3.5.3	Effet des phosphates lors de la stabilisation des sols à la chaux et aux liants hydrauliques	55
2.3.5.4	Conclusion	55
2.3.6	<i>Perturbation de la prise attribuée aux matières organiques</i> .	56
2.3.6.1	Effets des matières organiques.....	56
2.3.6.2	Caractérisation des matières organiques.....	56
2.3.6.3	Mécanismes de perturbation de la prise des liants hydrauliques ..	57
2.3.6.4	Remédier et contrôler les effets des substances organiques	58
2.3.6.5	Conclusion	59
2.4	Conclusion.....	59
3	Démarche méthodologique.....	61
3.1	Approche multi-échelle.....	61
3.1.1	<i>Essais géotechniques normalisés</i>	62
3.1.2	<i>Essais de laboratoire</i>	62
3.1.3	<i>Choix d'une formulation de traitement de référence</i>	63
3.2	Choix des sols étudiés : sols naturels ou sols reconstitués, influence du mode de reconstitution sur les caractéristiques du sol	63
3.2.1	<i>Sol naturel utilisé</i>	64
3.2.2	<i>Sol séché</i>	64
3.2.3	<i>Fractionnement du limon de Meaux et modes de reconstitution</i>	64
3.2.4	<i>Résultats et analyses des essais mécaniques après traitement</i>	65
3.2.5	<i>Discussion</i>	67
3.3	Conclusions	68
1	Propriétés mécaniques et physico-chimiques des différents sols traités	71
1.1	Présentation des sols.....	71
1.1.1	<i>Sols de référence</i>	71
1.1.2	<i>Roches métamorphiques et granitiques altérées</i>	72
1.1.3	<i>Roches sédimentaires</i>	72

1.2	Caractéristiques des sols étudiés et échantillonnage	72
1.2.1	<i>Caractéristiques géotechniques</i>	72
1.2.2	<i>Aptitude aux traitements des sols étudiés</i>	75
1.2.2.1	Synthèse des résultats issus des différents chantiers.....	75
1.2.2.2	Critères de jugement et caractéristiques mécaniques des sols traités	76
1.2.3	<i>Synthèse des résultats</i>	81
1.3	Conclusions	83
4	Mécanismes de la stabilisation des sols	85
4.1	Proposition et validation d'un modèle microstructural et physico-chimique de la stabilisation	85
4.1.1	<i>Idées directrices</i>	85
4.1.2	<i>Caractérisation microstructurale et minéralogique du limon de Meaux</i>	86
4.1.2.1	Granulométrie	86
4.1.2.2	Minéralogie	87
4.1.2.3	Microstructure du sol avant traitement	87
4.1.3	<i>Observation de l'état du sol après malaxage et adjonction des liants</i>	89
4.1.4	<i>Effet de l'addition du liant hydraulique et du compactage</i>	90
4.1.5	<i>Evolution de la microstructure du sol stabilisé en fonction des conditions de cure</i>	93
4.1.6	<i>Conclusion</i>	96
4.2	Calcul de l'épaisseur théorique de la coque d'hydrates enrobant le grumeau	97
4.2.1	<i>Cas d'une population monodisperse</i>	97
4.2.2	<i>Cas de population pluridisperse</i>	99
4.2.3	<i>Influence de la quantité de ciment sur l'épaisseur de la coque et sur les caractéristiques mécaniques du sol traité</i>	101
4.2.4	<i>Conclusions</i>	104
4.3	Ecarts au cas idéal du point de vue microstructural : les sols micacés	105
4.3.1	<i>Caractérisation microstructurale et minéralogique des sols micacés</i>	105
4.3.1.1	Granulométrie	105
4.3.1.2	Minéralogie	106
4.3.1.3	Microstructure.....	107
4.3.2	<i>Microstructure des schistes traités</i>	109
4.3.3	<i>Microstructure du gneiss traité</i>	110
4.3.4	<i>Corrélation entre comportement mécanique et microstructure des sols micacés</i>	114
4.3.4.1	Cas des schistes.....	114

4.3.4.2	Cas des gneiss	115
4.3.5	<i>Conclusions</i>	116
4.4	Ecarts au modèle du point de vue physico-chimique : présence de substances solubles.	117
4.4.1	<i>Cas du soufre</i>	117
4.4.1.1	Caractérisation microstructurale et chimique des sols concernés par le gonflement	117
4.4.1.2	Microstructure des sols traités	118
4.4.1.3	Relation entre perturbation et présence d'ettringite.....	121
4.4.1.4	Corrélation entre le comportement physique des sols et leur teneur en soufre.....	121
4.4.1.5	Discussion	122
4.4.1.6	Conclusion	123
4.4.2	<i>Présence de matière organique</i>	124
4.4.2.1	Observation des sols naturels.....	124
4.4.2.2	Essais qualitatifs.....	124
4.4.2.3	Dosage des matières organiques	125
4.4.2.4	Observation de la microstructure des sols après traitement.....	127
4.4.2.5	Corrélation entre le comportement physique des sols et leur teneur en matières organiques.....	128
4.4.2.6	Conclusion	128
4.5	Conclusion : mécanismes de perturbation de la stabilisation.....	129
2	Proposition de nouveaux outils de diagnostic.....	133
2.1	Appréciation de la granulométrie des grumeaux	133
2.1.1	<i>Evaluation de la granulométrie des grumeaux</i>	133
2.1.1.1	Principe de mesure	133
2.1.1.2	Protocole expérimental retenu	133
2.1.1.3	Adaptation éventuelle de la technique	134
2.1.1.4	Résultats et discussions.....	134
2.1.2	<i>Application du modèle à différents sols</i>	137
2.1.3	<i>Conclusion</i>	137
2.2	Evaluation de la morphologie des particules constituant le sol	138
2.2.1	<i>Observation directe au microscope</i>	139
2.2.2	<i>Observation indirecte basée sur des essais d'écoulement</i>	140
2.2.2.1	Identification d'essais d'écoulement discriminants et reproductibles.....	140
2.2.2.2	Validation du protocole expérimental proposé et sensibilité des paramètres mesurés	143
2.2.3	<i>Résultats et discussion</i>	147
2.2.4	<i>Conclusion</i>	149
2.3	Evaluation de l'influence du soufre.....	150
2.3.1	<i>Dosage chimique</i>	150

2.3.2	<i>Essai d'évaluation de l'aptitude d'un sol au traitement (NF P 94-100)</i>	150
2.3.3	<i>Adaptation de la méthodologie de traitement</i>	151
2.3.4	<i>Conclusion</i>	153
2.4	Evaluation de l'influence des matières organiques solubles	154
2.4.1	<i>Développement d'un protocole de mesure du temps de début de prise des ciments</i>	154
2.4.1.1	Protocole expérimental	155
2.4.1.2	Observations techniques	156
2.4.2	<i>Mise en évidence de l'influence des matières organiques sur la prise du ciment</i>	157
2.4.2.1	Cas de la tourbe.....	157
2.4.2.2	Cas des sols	158
2.4.3	<i>Corrélation entre le retard de prise et le durcissement des ciments</i>	159
2.4.4	<i>Valorisation de l'essai à d'autres substances solubles</i>	161
2.4.5	<i>Notion de seuil</i>	162
2.4.6	<i>Conclusion</i>	162
2.5	Conclusions : les apports des nouveaux tests	163
5	Conclusions et perspectives	167
5.1	Mécanismes de la stabilisation des sols aptes à la chaux et aux liants hydrauliques	168
5.2	Mécanismes de perturbation de la stabilisation des sols	172
5.3	Proposition de nouveaux outils de diagnostic	173
5.4	Perspectives	173

1 Objectifs de l'étude

1.1 Cadre de l'étude

La volonté d'aménagement du territoire conduit au développement des infrastructures telles que routes, autoroutes, voies de chemins de fer ou plates-formes industrielles dont l'implantation requiert des travaux de terrassement.

Ces terrassements concernent la réalisation de **remblais, de couches de forme et d'assises**. Compte tenu de la nature des terrains rencontrés en France, ces structures **sont réalisées de plus en plus souvent à partir de sols fins qui nécessitent un traitement pour répondre aux caractéristiques mécaniques demandées**.

La technique de traitement des sols à la chaux et aux liants hydrauliques se développe pour trois raisons :

- l'amélioration de la qualité du traitement des sols fins obtenue par des engins plus efficaces et des procédures de mise en œuvre plus rigoureuses.
- **la raréfaction des matériaux granulaires issus des carrières** ainsi que la difficulté d'ouvrir des emprunts hors de l'emprise du chantier, en raison de l'hostilité croissante de l'opinion face aux nuisances. Ces raisons incitent à la réutilisation des sols, même s'il faut remédier à leur qualité médiocre par un dosage plus élevé en liants.
- **des raisons économiques**. À titre d'exemple, une plate-forme commerciale ou industrielle construite en Ile-de-France avec des matériaux granulaires, coûte 40% plus cher qu'une plate-forme en sols traités.

Cependant la technique du traitement des sols à la chaux et aux liants hydrauliques rencontre encore des échecs. **Ces échecs se manifestent par des caractéristiques mécaniques insuffisantes ou l'apparition de gonflements qui détruisent la rigidité acquise**. Ces échecs ont des conséquences économiques graves pour le chantier car ils nécessitent le remplacement du matériau traité, ce qui implique un allongement des délais et des sur-coûts importants.

Ces problèmes ne sont pas des phénomènes marginaux. En l'an 2000, une enquête, réalisée par le Syndicat Professionnel des Terrassiers de France (SPTF) auprès de ses membres, a montré que plusieurs grands chantiers autoroutiers étaient chaque année concernés par ces difficultés. En 2000, ces perturbations représentaient environ 2.000.000 m³ de sols qui n'ont pas pu être traités et pour lesquels une technique de substitution a dû être trouvée.

Le Syndicat Professionnel des Terrassiers de France (SPTF), l'Association Technique de l'Industrie des Liants Hydrauliques (ATILH) et la Chambre Syndicale Nationale des Fabricants des Chaux Grasses et Magnésiennes se sont regroupés pour lancer cette étude.

Pour tenter de mieux comprendre les phénomènes mis en jeu, ces trois syndicats ont confié à l'Ecole des Mines d'Alès un travail de recherche sur la perturbation de la stabilisation lors du traitement des sols à la chaux et aux liants hydrauliques. Ce travail constitue l'objet du présent mémoire.

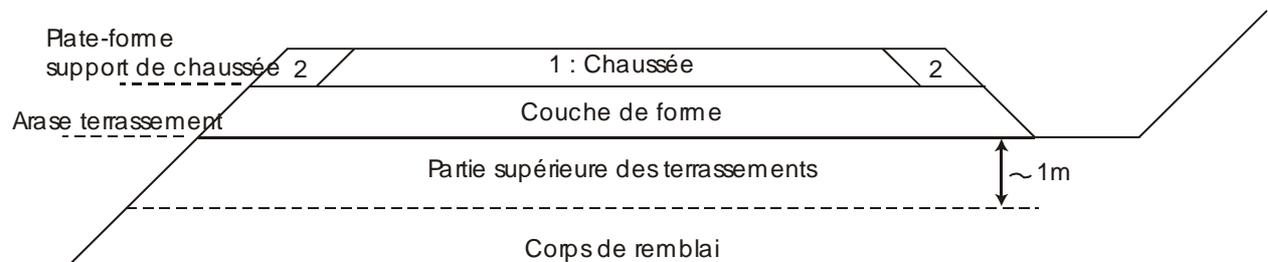
1.2 Contexte de l'étude

1.2.1 Structures étudiées

L'établissement d'une route procède d'une succession d'étapes d'élaboration qui varient en fonction de la topographie et de la nature du sol et du sous-sol. Le Guide technique des Terrassements Routiers (GTR ^[1]) présente une coupe type d'une route (figure 1.1).

On distingue ainsi :

- la couche de forme qui recouvre la partie supérieure du terrassement. Elle sert « à adapter les caractéristiques aléatoires et dispersées des matériaux en remblai ou en déblai du site, aux caractéristiques mécaniques, géométriques, hydrauliques et thermiques prises comme hypothèses dans la conception de la chaussée ». C'est cette couche qui nous intéresse plus particulièrement ici. Le GTR précise les types de matériaux retenus (limoneux, rocheux, sableux, sous-produits industriels) et donne les caractéristiques indispensables à leur utilisation ainsi que les mesures à prendre pour y parvenir.
- la chaussée proprement dite qui se subdivise en plusieurs couches : fondation, base, liaison et roulement.



1 : Chaussée : couches de surface (roulement et liaison) et d'assises (base et fondation)

2 : Accotements

Figure 1-1: Coupe d'une route (d'après le GTR ^[1]).

Une route se compose de 3 grandes structures :

- le corps de remblai et la partie supérieure des terrassements
- la couche de forme
- la chaussée comprenant différentes couches (fondation, base, liaison et roulement)

1.2.2 Classification des matériaux constitutifs d'une couche de forme

Le GTR ^[1] fournit une liste exhaustive des matériaux susceptibles d'être utilisés pour la réalisation d'une couche de forme. Ce sont :

- les matériaux rocheux (classe R)
- les sols (classe A, B, C, D)
- certains sous-produits industriels (classe F).

Le choix des matériaux est avant tout basé sur un compromis technico-économique qui inclut notamment des critères de disponibilité, de coûts de traitement et de transport des matériaux. Dans ce contexte et compte tenu de la géologie du territoire français (bassins sédimentaires de grandes surfaces sans massif rocheux et formations superficielles très développées), les sols sont des plus utilisés.

Très fréquemment, il convient d'envisager une stabilisation pour ces matériaux, notamment pour les sols fins.

1.2.3 Cas particulier des sols fins

Le terme de « sol » est général. Selon la norme NF XP 94-010 [2], un sol est défini comme étant un « agglomérat constitué :

- de particules solides séparables par trituration sous l'eau provenant soit de la désagrégation des roches par altération mécanique ou chimique sous l'effet d'agents naturels, soit de la décomposition d'organismes vivants, végétaux ou animaux, soit d'une activité industrielle
- de fluides interstitiels ».

Le terme de sol, selon cette définition, convient à de nombreux matériaux :

- les formations géologiques superficielles comme les dépôts de sédiments quaternaires, les roches endogènes altérées (arènes de gneiss, altérites de schistes)
- les formations géologiques sédimentaires anciennes constituées de roches « tendres » (marnes, argiles, sables ...)
- les vases
- les boues.

Le mode de caractérisation et de classification des sols dépendent du domaine d'étude concerné : géologique, géotechnique et pédologique.

Ainsi, en géologie et en pédologie, un sol est identifié selon des critères de fragmentation/altération d'une formation géologique avec un enrichissement progressif en matières organiques (Figure 1-2). À cette première classification, s'ajoutent des classifications basées sur la granulométrie (Figure 1-3 et 1-4).

horizons holorganiques		O ₁	L	litifère	
			F ₁		
		O ₂	F ₂	matière organique en décomposition	
			H		
horizons hémorganiques	sequum	activité biologique et/ou éluviation		A ₁	horizon humifère
		altération, développement structural, illuviation		A ₂	horizon lessivé
horizons minéraux	solum	A ₃	AB	A & B	transition
		B ₁			
		B ₂		() t fe h	altération en place accumulation d'argiles accumulation de fer accumulation d'humus
		B ₃	B / C		transition
		matériau meuble		C	
matériau cohérent		C & R		transition	
		R			

Figure 1-2 : Classification pédologique des sols [3]

Cette classification est basée sur la fragmentation et l'altération des roches et la présence de matières organiques.

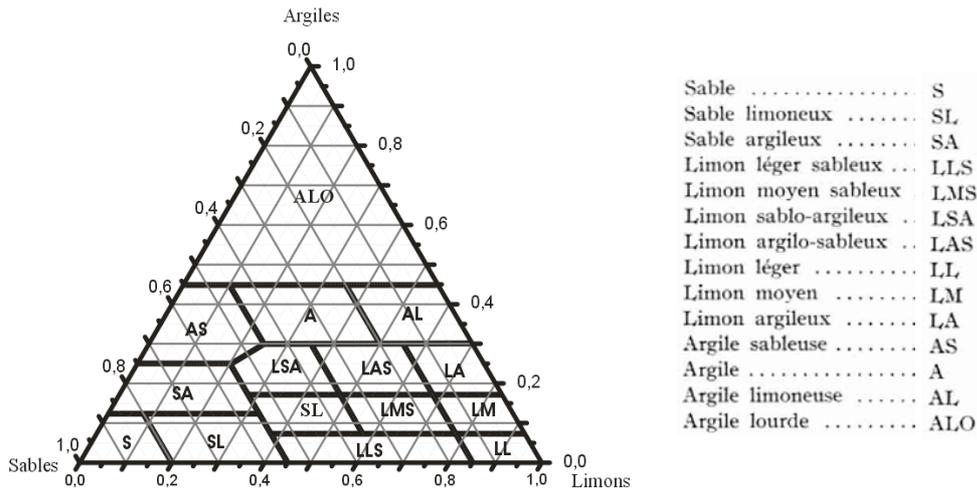


Figure 1-3 : Classification texturale des sols en pédologie [3]

Le terme granulométrique « argiles » correspond à la fraction 0-2 μm , celui de « limons » correspond à la fraction 2-50 μm et celui de « sables » correspond à la fraction 50-2000 μm .

		Unités Φ																		
		9	8	7	6	5	4	3	2	1	0	-1	-2	-3	-4	-5	-6	-7	-8	-9
		PÉLITES		ALEURITES		SABLES		GRAVIERS		GALETS		BLOCS		N.M. STRAKHOV						
		10 μm		100 μm		1 mm		10 mm		100 mm										
	COLLOIDES	LIMONS		SABLONS		SABLES		GRAVILLONS		GALETS OU CAILLOUX		BLOCS		A. CAILLEUX						
	PRÉ-	20 μm		200 μm		2 mm		20 mm		200 mm		2000 mm								
		1/266 mm		1/62.5 μm						PEBBLES (GRAVIERS, PETITS CAILLOUX)		BOULIERS (BLOCS)		C.K. WENTWORTH						
	CLAYS (ARGILES)	SILTS		SANDS (SABLES)		GRANULES		COBBLES (GRS CAILLOUX)												
		1/39 μm																		
		LUTITES		ARÉNITES		RUDITES														

Figure 1-4 : Classifications granulométriques utilisées en géologie [4]

Dans le cadre du génie civil, diverses classifications existent. La norme NF P 94-011 [5] permet de regrouper une partie de ces classifications (Figure 1-5). Ainsi un sol peut être identifié selon :

- sa granulométrie
- sa teneur en matières organiques
- sa granularité
- sa plasticité
- son argilosité
- sa pétrographie.

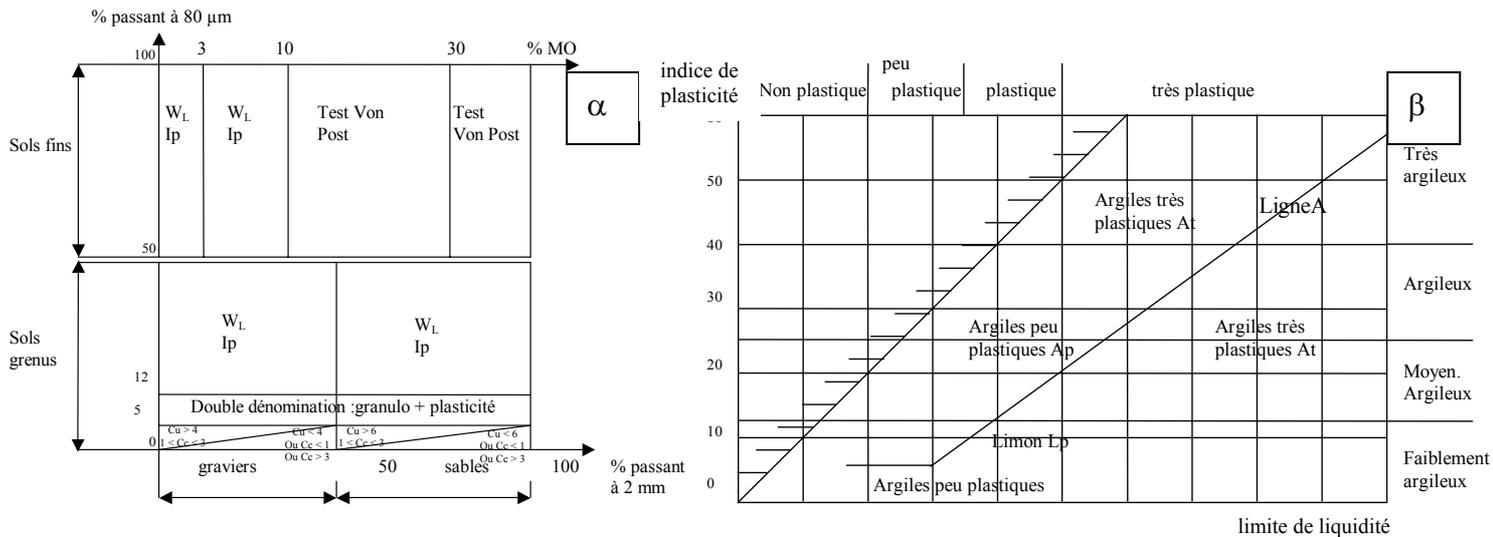


Figure 1-5 : Classifications des sols [5]

α : classification des sols basés sur la granulométrie, la plasticité et la teneur en matières organiques

β : classification basée sur la plasticité.

Dans le cadre de la réutilisation des sols pour la réalisation des remblais et des couches de forme, une autre classification [1 et 6] est utilisée (NF P 11-300 et le GTR).

Le premier critère d'identification des sols est la granulométrie. En effet, pour des raisons techniques telles que le malaxage, un seuil à 50 mm a été établi. Il permet de distinguer :

- les sols constitués de particules de diamètre inférieur ou égal à 50 mm ; il s'agit des sols de type A, B, D *pro parte*. Ces sols correspondent aux sols fins
- les sols constitués de particules de diamètre supérieur à 50 mm qui correspondent aux sols C, D *pro parte*.

Pour les sols fins (Figure 1-6), des sous-classes, basées sur la granulométrie (seuils à 2 mm et 80 µm) et l'argilosité, découpent ensuite ces trois premières classes pour des raisons de sensibilité des sols à l'eau. Ce phénomène concerne ainsi les sols de la classe A. Schématiquement, ces sols secs se comportent comme une roche tendre alors qu'un sol gorgé d'eau se comporte comme une boue.

Dans cette étude, nous nous intéressons plus particulièrement à un type de matériaux : les sols dont des particules ont un diamètre inférieur ou égal à 50 mm, encore appelés sols fins.

La stabilisation chimique permet de rendre le sol insensible à l'eau d'une façon irréversible et de lui conférer des propriétés mécaniques convenables. Cette opération renchérit le coût de l'utilisation du sol. À l'heure actuelle, les moyens techniques de malaxage et de compactage, ainsi que les différents agents stabilisants existant sur le marché, permettent d'homogénéiser le produit de traitement avec les sols fins. Les couches de forme ainsi réalisées donnent des résultats excellents du point de vue de leur insensibilité à l'eau et de leurs performances mécaniques.

Parmi ces sols fins, la classe A est particulièrement améliorée par le traitement. Il faut insister sur le fait que cette classe de sol est très courante en France et est utilisée comme matériau de couche de forme.

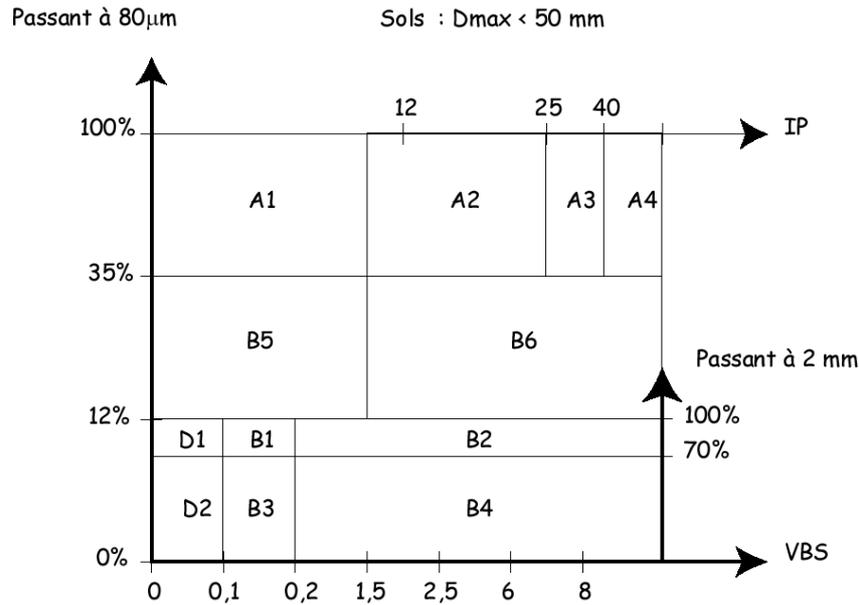


Figure 1-6 : Classification des sols fins ^[1 et 6]

Les éléments les plus gros de ces sols ont un diamètre inférieur ou égal à 50 mm

La classification des sols fins est basée sur la teneur en argile et la granulométrie du sol :

- VBS : capacité d'adsorption par le bleu de méthylène
- IP : indice de plasticité par la méthode des limites d'Atterberg
- Passant à 80 µm et à 2 mm : pourcentage de particules fines passant aux tamis de 80 µm et 2 mm.

Cette classification est utilisée en France et sera la seule utilisée dans la suite de cette étude. La norme ASTM D3282-73 ^[7] (Figure 1-7) est utilisée dans certains pays étrangers. Cette norme caractérise les sols selon leur granulométrie et leur plasticité.

Classification générale	Sols grenus (35 % au maximum passant au tamis de 80 microns)						Sols fins (plus de 35 % passant au tamis de 80 microns)				
Groupe de classification	A-1		A-3	A-2				A-4	A-5	A-6	A-7
	A-1a	A-1b		A-2-4	A-2-5	A-2-6	A-2-7				
Analyse granulométrique % passant au tamis de 2 mm au tamis de 0,4 mm au tamis de 80 microns	max. 50 max. 30 maxi. 15	max. 50 max. 25	Mini. 51 max. 10	max. 35	max. 35	max. 35	max. 35	mini. 36	mini. 36	mini. 36	mini. 36
Caractéristiques de la fraction passant au tamis de 0,4 mm (mortier) limite de liquidité indice de plasticité	max. 6			max. 40 max. 10	mini. 41 max. 10	max. 40 mini. 11	mini. 40 mini. 11	max. 40 max. 10	mini. 41 max. 10	max. 40 mini. 11	mini. 41 mini. 11
Type de matériaux habituels significatifs	Pierres, graviers et sables		sable fin	graviers et sables limoneux ou argileux				sols limoneux		sols argileux	
Estimation générale comme sous sol de chaussée	Excellent à bon						Passable à mauvais				

Remarque - Dans l'ASTM les tamis sont un peu différents - On a :
Tamis n° 10 = 2 mm sans changement
Tamis n° 40 = 0,425 mm on prend ici 0,400 mm
Tamis n° 200 = 75 microns on prend ici 80 microns.

Figure 1-7 : Classification américaine des sols ^[7]

1.3 Problématique

Les sols A_1 et A_2^* sont faciles à traiter mais leur utilisation n'est pas exempte d'échec. Sur les chantiers lors de la stabilisation, plusieurs types de problèmes peuvent apparaître qui ne permettent pas d'obtenir un compromis technico-économique satisfaisant. Les principales manifestations sont les suivantes :

- les sols traités présentent des caractéristiques mécaniques insuffisantes
- des gonflements importants affectent tout ou partie de la structure. Une fissuration importante se développe dans la structure sur plusieurs dizaines de mètres ou est associée aux gonflements ponctuels
- un orniérage apparaît après une pluie, rendant difficile la circulation sur la couche de forme. Il y a donc sensibilité à l'eau.

Ces échecs surviennent bien que l'étude géotechnique habituellement réalisée comme décrite dans le Guide technique du Traitement des Sols (le GTS ^[8]), ait permis de conclure à l'aptitude de ces sols au traitement.

En général, des études complémentaires sont effectuées afin d'essayer de comprendre l'origine des problèmes. Ainsi, le GTS mentionne des dysfonctionnements liés à la nature du sol et à la présence de certains composés.

La classification* est basée sur des critères de granulométrie, de plasticité, de teneur en eau et de dureté mais ne tient pas compte de l'origine géologique, pédologique et chimique des constituants des sols. Ainsi un sol de type A_2 peut correspondre à :

- des lœss
- des limons
- des arènes granitiques
- des altérites de schistes et de gneiss
- des sables argileux
- des argiles
- des marnes.

Certaines substances susceptibles de réagir avec les liants peuvent affecter la stabilisation. C'est le cas :

- des substances chimiques naturelles telles que les matières organiques de l'humus et des composés soufrés (pyrite, gypse)
- des substances chimiques introduites dans les sols par l'activité humaine telles que les engrais (sulfates, nitrates, phosphates).

Pour expliquer les problèmes rencontrés lors de la stabilisation des sols lors des chantiers ou lors des études géotechniques, différentes causes possibles sont régulièrement envisagées. Cependant, les mécanismes de perturbations ne sont pas clairement établis.

* classement défini par la norme NF P 11-300 ^[6]

1.4 Approche et limites de l'étude

Ce travail entre dans le cadre de la compréhension des mécanismes de la stabilisation chimique des sols à la chaux et aux liants hydrauliques. Ces travaux ont débuté il y a maintenant près d'un demi-siècle. Notre étude prolonge ces travaux dans l'optique de la compréhension des mécanismes responsables de la perturbation de la stabilisation.

L'objectif que nous nous sommes fixé, est d'expliquer les phénomènes observables sur les chantiers. Il repose sur une approche naturaliste plutôt qu'une approche de modélisation mécanique ou thermodynamicienne.

Contexte

L'étude géotechnique^[18] permet un compromis technico-économique correspondant à l'obtention des performances physiques et mécaniques requises. Cette étude permet de sélectionner les sols et la formulation de traitement. Les perturbations de traitement apparaissent lorsque les caractéristiques sont insuffisantes traduisant l'existence d'interactions entre des constituants du sol et des agents de traitement. L'étude géotechnique n'identifie pas les constituants responsables de ces perturbations. Il est admis que certaines minéralogies et les substances solubles naturelles ou résultant de l'activité humaine puissent en être responsables.

Cette liste de facteurs propres au sol doit être complétée par des facteurs liés traitement tel qu'un sous-dosage.

En raison de la diversité des agents perturbateurs, cette recherche n'a pas cherché à étudier l'ensemble de ces mécanismes. Notre contribution porte sur des types de sols réputés stabilisables tels que les sols pas argileux (A₁ et B₅) et peu argileux (A₂) mais qui peuvent présenter des pathologies (gonflements importants, caractéristiques mécaniques insuffisantes, etc...). Nous avons souhaité multiplier ces cas d'exemple de pathologies.

En conséquence, nous nous sommes limités à :

- une seule formulation de traitement comprenant 1 % de chaux aérienne calcique et 5 % de ciment (CEM II/B-L 32,5)
- des perturbations représentatives des phénomènes observés lors des chantiers.

Choix des matériaux

Cette recherche est centrée sur la stabilisation des sols de types A₂ à la chaux et aux liants hydrauliques. La première étape vise à compléter la connaissance des mécanismes menant à la stabilisation de sols dits « aptes » à ce type de formulation de traitement. Une fois ces mécanismes établis, il convient de s'intéresser à ceux qui engendrent des perturbations. Afin de réaliser cet objectif, il est possible de travailler soit :

- sur des sols témoins de perturbations, prélevés sur des chantiers. Cette méthode donne l'assurance que les mécanismes des perturbations sont ceux réellement rencontrés. Cependant ce parti pris introduit rapidement des difficultés car un sol naturel est un milieu complexe. Ces sols nécessitent une caractérisation fine et approfondie de leurs constituants et de l'arrangement mutuel de ces constituants.
- sur des sols reconstitués à partir d'un sol de référence et d'agents chimiques ou de minéraux perturbateurs. Cette méthode permet une certaine maîtrise des constituants. En revanche, on ne sait pas, au premier abord, si les résultats des études correspondent aux problèmes rencontrés sur les chantiers.

Malgré les difficultés matérielles, nous avons choisi de travailler à partir de matériaux naturels. Ainsi, en fonction des chantiers en cours de réalisation pendant l'étude, nous avons

sélectionné des sols dont les problèmes pouvaient être liés à la présence de micas, de matières organiques et de composés soufrés en présence d'argiles.

Démarche scientifique et méthodologie

L'approche que nous avons choisie pour comprendre les mécanismes conduisant ou non à la stabilisation des sols, est une approche multi-échelle. Cette démarche consiste à déterminer les caractéristiques mécaniques, structurales et physico-chimiques des sols avant et après traitement. L'étude géotechnique effectuée selon les recommandations du GTS renseigne sur les propriétés du sol à l'échelle macroscopique. Ces observations macroscopiques sont interprétées à la lumière d'observations microtexturales, minéralogiques, microstructurales et chimiques.

Cette méthodologie fait appel aux moyens d'un laboratoire universitaire. Dans le cas d'un chantier, les moyens d'étude sont moins nombreux et cette approche n'est pas envisageable. À partir de la connaissance des agents perturbateurs et de leur mécanisme d'action, il convient de chercher à développer de nouveaux essais pour identifier la présence des agents perturbateurs et pour évaluer leur effet. Ces essais doivent être réalisables sur un chantier ; il faut donc qu'ils reposent sur des méthodes simples à mettre en œuvre et d'interprétation aisée destinés :

- à identifier rapidement sur le chantier un sol inadapté au traitement
- à permettre, lors de l'étude géotechnique, de mieux caractériser les sols et plus particulièrement leurs hétérogénéités afin de valoriser des sols qui normalement auraient été mis en dépôt du fait d'une caractérisation incomplète.

2 Etude bibliographique

Les sols sont des matériaux complexes composés de phases : solides (particules minérales ou organiques), liquide (eau interstitielle chargée en éléments solubles) et gazeuse.

L'étude fine des constituants des sols intéresse plusieurs domaines dont la géologie et la pédologie. La géotechnique routière valorise le sol comme matériau de construction et s'intéresse au sol dans ses interactions avec les agents chimiques de traitement. L'étude géotechnique comporte une identification du sol naturel et une détermination fine des caractéristiques mécaniques du sol traité.

Cette analyse bibliographique s'appuie sur les articles publiés dans la littérature scientifique et les rapports techniques internes mis à notre disposition par les entreprises qui ont financé cette étude. Ce chapitre est destiné à décrire la complexité du sol et de ses constituants et à faire le point sur les connaissances relatives aux mécanismes de stabilisation des sols à l'aide de traitements chimiques.

Nous nous attacherons à présenter les actions des agents stabilisants avec les sols conduisant à un traitement réussi. Nous présenterons ensuite des pistes d'explication dans le cas de perturbations dues à divers composés des sols tels que : les phyllosilicates (argiles et micas), le soufre, l'azote, le phosphore et les matières organiques.

2.1 Rappels sur la minéralogie et la chimie des sols

2.1.1 *Les minéraux*

Les sols sont constitués de particules de minéraux regroupées en agrégats. Ces minéraux sont stables ou en train d'évoluer dans les conditions thermobarométriques et climatiques de la surface de la terre. Généralement y sont rencontrés :

- le quartz
- les argiles
- les feldspaths (potassiques et plagioclases)
- les micas
- les carbonates (calcite et dolomite)
- les oxydes et hydroxydes métalliques dont l'hématite, la goethite et la limonite pour le fer.

Ces minéraux se présentent généralement dans les sols sous forme :

- de grains polygonaux plus ou moins réguliers dont la taille se situe entre quelques microns et quelques millimètres.
- de lamelles pour les argiles dont la plus grande dimension ne dépasse pas quelques microns
- d'agrégats correspondant à des fragments de roches. Leurs formes résultent de la morphologie des minéraux les constituant.

Les propriétés physiques et mécaniques du sol dépendent de la nature des assemblages minéraux. Ainsi les minéraux granulaires (quartz, carbonates) n'ont pas de cohésion propre. Seules les argiles présentent une cohésion, qui résulte d'interactions spécifiques avec l'eau.

Les argiles

Il est nécessaire de présenter les structures cristallographiques des différentes familles d'argile (communes) pour mieux comprendre les relations entre l'eau et l'argile.

Les argiles ainsi que les micas font partie de la famille des phyllosilicates. Le réseau cristallographique des phyllosilicates est basé sur un réseau de tétraèdres SiO_4 (Figure 2-1). Chaque tétraèdre SiO_4 partage 3 sommets avec les tétraèdres voisins ; l'ensemble des sommets partagés constitue un assemblage plan hexagonal. Le sommet du tétraèdre qui n'est pas dans le plan, est partagé avec un octaèdre AlO_6 (Figure 2-2). C'est l'association de couches tétraédriques (T) et de couches octaédriques (O) qui constitue le motif du réseau cristallin de chaque argile.

La minéralogie de chaque argile est définie par un motif que l'on appelle feuillet (Figure 2-3) :

- la structure T O : le feuillet est constitué d'une couche de tétraèdres surmontée d'une couche d'octaèdres. Son épaisseur est de 7 Å. Chaque feuillet est relié à un autre feuillet par l'intermédiaire des liaisons labiles de type hydrogène. La propriété de cette liaison est de permettre la cohésion du cristal tout en laissant la possibilité de clivage des différents feuillets. La kaolinite est de ce type. Sa composition chimique est $\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$.

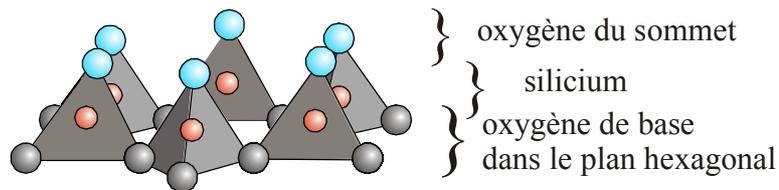


Figure 2-1 : Structure du tétraèdre SiO_4

Les 4 atomes d'oxygène forment un tétraèdre. L'atome de silicium est au centre de cette structure. Le réseau est formé par l'arrangement hexagonal des tétraèdres. Ce motif hexagonal se reproduit à l'infini dans le plan hexagonal.

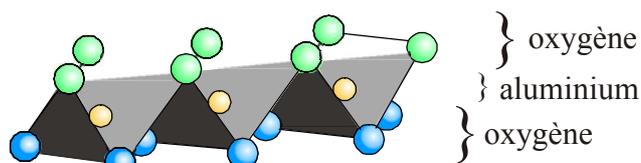
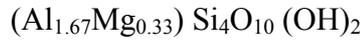


Figure 2-2 : Structure de l'octaèdre Al_2O_6

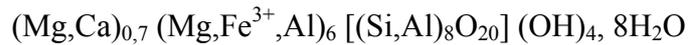
Les 6 atomes d'oxygène forment un octaèdre. L'atome d'aluminium est au centre de cette structure. Le réseau est formé par l'arrangement linéaire des octaèdres.

- la structure T O T : elle correspond à une couche d'octaèdres encadrée par deux couches de tétraèdres. L'épaisseur du feuillet est de 10 Å. Les couches tétraédriques peuvent soit contenir des atomes de silicium et d'oxygène (groupe du talc), soit présenter une substitution partielle des atomes de silicium par des atomes d'aluminium. Dans ce cas, les feuillets présentent un déficit en charges positives (substitution Si^{4+} par Al^{3+}). Par compensation, des cations sont introduits au sein du réseau cristallin des phyllosilicates :
 - groupe de la smectite : une partie des atomes d'aluminium de la couche octaédrique est remplacée par des atomes de magnésium voire de fer. La

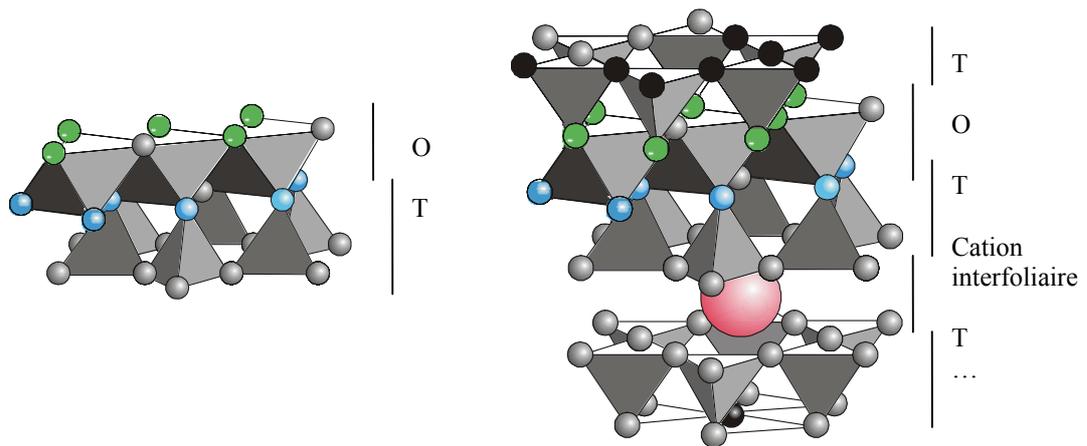
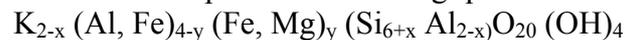
compensation des charges négatives excédentaires s'effectue par l'introduction dans l'espace interfoliaire (espace séparant deux triplets consécutifs T O T) d'un cation (Ca^{2+} , Na^+). Ces cations interfoliaires ont la particularité de pouvoir être solvatés par des molécules d'eau qui provoquent le gonflement du cristal : l'espace interfoliaire passe de 14 à 17 Å en présence de Ca^{2+} et de 13 Å jusqu'à l'infini pour Na^+ . Il existe plusieurs minéraux argileux dans le groupe des smectites, entre autres, la montmorillonite :



- groupe de la vermiculite : il existe des substitutions au niveau des octaèdres entre l'aluminium, le fer et le magnésium et au niveau des tétraèdres entre le silicium et l'aluminium. Le minéral vermiculite a donné son nom à ce groupe :



- groupe de l'illite : un quart des atomes de silicium dans les tétraèdres est remplacé par des atomes d'aluminium. La compensation des charges négatives s'effectue par l'introduction dans l'espace interfoliaire d'un cation : K^+ . Le cation interfoliaire lie les feuillets les uns aux autres. Cette structure confère au cristal d'illite une plus grande rigidité que celle du cristal de kaolinite. La composition minéralogique de l'illite est :



Structure du feuillet de la kaolinite : une couche de tétraèdres SiO_4 (T) surmontée par une couche d'octaèdres AlO_6 (O).

Structure du feuillet de l'illite, de la smectite et de la vermiculite : deux couches de tétraèdres SiO_4 (T) encadrant une couche d'octaèdres AlO_6 (O). Le cation interfoliaire lie deux feuillets consécutifs.

Figure 2-3 : Structure cristallographique des argiles

Comme on peut le constater le terme d'argile est générique. Il regroupe des minéraux chimiquement et physiquement différents. Dans un sol, une argile peut avoir deux origines : détritique (transportée) ou chimique (diagénétique = cristallisée « sur place » ou d'altération d'une formation existante).

Si elle a une origine chimique, le gisement est homogène tant que la chimie du site est homogène et que les réactions de cristallisation et/ou d'altération sont identiques. Deux grands modes d'altération ^[9 et 10] existent :

- l'altération superficielle liée à l'infiltration des eaux de surface affectant tout le massif et dont l'ampleur est en relation directe avec la proximité de la surface
- l'altération hydrothermale, liée à la circulation de fluides (liquides ou gazeux), qui reste un phénomène local.

Si les argiles ont une origine détritique, le gisement peut receler une hétérogénéité dans la nature de ces argiles (autant que de sites d'érosion).

La présence, la nature et la teneur en argile dans un sol donné sont donc directement liées à l'histoire géologique de la région ^[9]. D'autres caractéristiques telles que la présence d'éléments chimiques solubles ou de matière organique ou encore la microstructure du sol découlent aussi de l'histoire géologique.

2.1.2 Les substances minérales solubles

Certaines roches sont naturellement plus riches que d'autres en minéraux accessoires tels que le gypse, la pyrite. La pyrite, FeS_2 , est observable, entre autres, dans les marnes du Callovien ou du Toarcien. Dans les conditions de surface, elle s'altère rapidement et forme des oxydes métalliques et des sulfates. Le gypse, $\text{Ca SO}_4, 2\text{H}_2\text{O}$, peut également être présent initialement (par exemple dans les formations tertiaires du bassin de Paris et du Trias) ou provenir de l'altération de pyrite. En milieu aqueux, le gypse est soluble à la concentration de 2,4 g/l à 20°C. Les eaux séléniteuses apportent du sulfate dans des formations qui peuvent en être dépourvues.

Selon les conditions d'altération, les substances issues de l'hydrolyse des minéraux (entre autres les oxydes de silicium, d'aluminium et de fer) se combinent sous la forme de silicates et/ou de gels amorphes de silice.

D'autres substances ont une origine extérieure au sol : ce sont par exemple les engrais utilisés pour l'agriculture. Les apports en fertilisants chimiques et organiques modifient la chimie du sol. Les agriculteurs apportent quelquefois en excès les nutriments nécessaires aux plantes et une partie de ces produits se minéralise dans les sols. Les engrais chimiques les plus employés sont :

- le nitrate d'ammonium, NH_4NO_3 appelé couramment « ammo-nitrate » qui constitue un apport azoté aux végétaux. La solubilité de l'ammo-nitrate est importante : 1 183 g/l à 20°C.
- le « superphosphate » qui est un mélange de phosphate monocalcique et de sulfate de calcium. Les plantes ont besoin de phosphate pour leur croissance. La solubilité du dihydrogéné-phosphate de calcium hydraté ($\text{Ca (H}_2\text{PO}_4)_2, \text{H}_2\text{O}$) est de 18 g/l à 20°C.

Dans le sol, ces sources sont naturellement présentes en faible quantité. Elles proviennent de la décomposition de la matière organique fraîche.

2.1.3 La matière organique

Dans les sols, le terme de matière organique regroupe tous les produits constitués de molécules carbonées. Cette matière organique peut avoir deux origines : une origine récente liée au développement d'un sol pédologique ou une origine ancienne dont la formation est associée à la genèse de la roche (par exemple, les imprégnations bitumineuses, la présence de lignite voire de charbon).

Dans le sol pédologique ^[11], dans le cycle du vivant, la dégradation de la matière organique est longue et se termine par la minéralisation (Figure 2-4). Une des étapes est la transformation en humus.

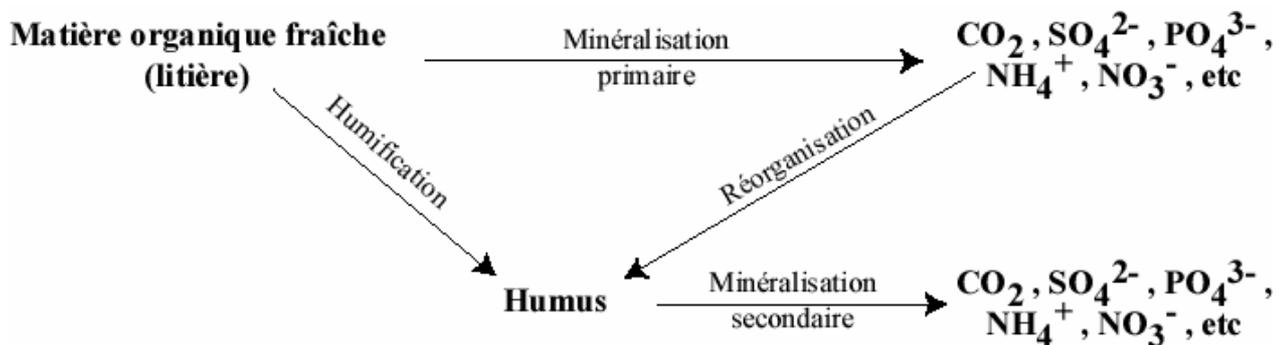


Figure 2-4 : Décomposition de la matière organique fraîche : humification et minéralisation ^[11]

Schématisation de la décomposition de la matière organique fraîche en substance minérale (CO_2 , SO_4^{2-} ...) au sein du sol.

La décomposition de la matière organique est réalisée par la biomasse microbienne (microflore : bactéries, champignons et micro-faune). Celle-ci utilise la matière organique comme source de nutriments. Parmi les composés néoformés produits par la biomasse microbienne, nous pouvons citer :

- les composés humiques au sens strict, acides fulviques, acides humiques et les humines évolués. Ils sont stables plusieurs années.
- les polysaccharides, composés peptidiques et acides gras. Ils sont rapidement minéralisés (quelques mois) dans les conditions de surface. Ils peuvent se conserver plus longtemps dans des conditions anaérobies, par exemple, dans les tourbières.

Les acides humiques et fulviques forment de grandes chaînes avec de nombreux groupements fonctionnels ^[12] tels que benzénique (cycle à 6 C), carboxyle (COOH), hydroxyle (OH), carbonyle (C=O) et amine (-N<). La nature et le nombre de ces groupements évoluent avec la maturation (humification) de la matière organique. Lorsque la matière organique « vieillit », sa structure tend en général vers une simplification des chaînes carbonées correspondant à une diminution de leur taille et de leur complexité.

Ces substances humiques sont partiellement solubles dans l'eau interstitielle du sol et peuvent migrer selon les battements de la nappe phréatique vers d'autres formations (sol pédologique, roche poreuse). Ce phénomène n'est pas limité aux acides humiques et fulviques car les substances humiques ont la particularité de pouvoir constituer des complexes avec les oxydes et hydroxydes métalliques ^[11]. Ces complexes deviennent alors eux-mêmes solubles dans l'eau interstitielle du sol.

Les horizons riches en matières organiques sont donc divers :

- le sol de surface qui correspond au sol pédologique constitué
 - de matières organiques fraîches en train de débiter leur décomposition mais qui sont encore riches en fibres végétales (cellulose, ...)
 - de matières organiques déjà plus évoluées où apparaissent les premiers acides humiques et fulviques et où les fibres végétales ont disparu
- les sols fossiles

- les tourbières riches en fibres végétales et acides humiques et fulviques
- les paléosols, anciens sols pédologiques enfouis sous d'autres formations sédimentaires
- les sols initialement dépourvus de matière organique et imprégnés par la circulation de fluides riches en matières organiques
- les roches mères ou réservoirs de matières organiques fossiles, par exemple les roches bitumineuses et le lignite, peuvent contenir encore des acides humiques et fulviques.

2.1.4 Les microstructures du sol

Une distinction doit être faite entre les notions de texture et microstructure. Le terme de texture d'un sol est employé par Le Roux ^[13] et Itsvan ^[14] dans le sens de l'étalement de la courbe granulométrique d'un sol. Ceci revient à relier ce terme avec la notion de teneur en argile. La notion de microstructure correspond à celle de la géologie c'est-à-dire d'un arrangement mutuel des particules de minéraux qui constituent le sol.

La granulométrie du sol est l'un des paramètres les plus importants de sa caractérisation. En réalité, les grains ne sont pas indépendants les uns des autres : ils peuvent s'assembler en agrégats. Ces assemblages sont contrôlés, entre autres, par la composition minéralogique et la présence de matières organiques. Les particules d'argiles ont une tendance naturelle à s'associer selon des géométries bien précises correspondant à un accollement par les faces ou les côtés des feuillets. Cette tendance est accentuée par la présence des acides humiques. Ensemble, ils forment alors des agglutinats atteignant une taille de l'ordre de 50 μm ^[11].

D'autres types d'assemblages existent tels que l'enrobage des grains de grandes tailles (quelques dizaines de micromètres de quartz ou de calcite par exemple) par les argiles ou des amas orientés de particules argileuses ^[13]. Ce type de géométrie est souvent hérité de structures géologiques :

- d'origine sédimentaire ; les conditions de sédimentation sont diverses et se traduisent par des assemblages minéralogiques et microstructuraux distincts. Par exemple, un dépôt d'estuaire est marqué par la floculation sous forme d'agrégats de particules fines apportées par le fleuve.
- d'origine diagénétique ; parmi les processus physico-chimiques qui ont lieu lors de la diagénèse, la compaction des matériaux favorise la multiplication des contacts entre grains. Les feuillets d'argiles s'orientent préférentiellement ^[9].
- d'altération ; l'altération chimique se traduit par la croissance de nouveaux minéraux aux dépens d'anciens minéraux. Il peut s'agir de réarrangements dans le réseau cristallin (micas ou argiles) mais aussi de néoformation. Dans le premier cas la texture macroscopique ne change guère mais dans le deuxième cas la texture du sol/roche est entièrement modifiée.

D'une façon générale, on doit à ces microstructures les caractéristiques naturelles telles que la densité et la cohésion des sols en place.

2.1.5 Conclusion

À la lumière des observations minéralogiques, chimiques et microstructurales, on voit que les sols sont des milieux complexes où minéraux et matières organiques s'associent dans des assemblages plus ou moins stables dans les conditions de surface (avant tout thermique, hydrique, chimique). Pour la suite de l'étude, il faut retenir trois notions essentielles :

- la proportion et la nature des argiles sont des sources de variabilité de comportement des sols. Autant certaines argiles peuvent être considérées comme éléments dimensionnellement stables, autant d'autres peuvent présenter des variations de taille considérables et déstabiliser le sol en fonction de sa teneur en eau.
- la présence de composés organiques et de composants minéraux solubles (sulfates, nitrates, phosphates) est aussi une source de modification comportementale du sol. Ces éléments seront d'autant plus pénalisants qu'ils sont susceptibles de réagir avec les liants employés pour la stabilisation des sols.
- la microstructure du sol et l'arrangement des grains entre eux peuvent aussi modifier le comportement du sol notamment vis-à-vis de l'eau (porosité du sol).

2.2 Traitement des sols

Deux techniques de traitement permettent de valoriser les sols. Elles correspondent :

- à la réduction de la porosité réalisée par le compactage
- à la modification des caractéristiques physiques et mécaniques par l'utilisation d'agents chimiques.

Dans le cas des sols fins, ces deux techniques sont utilisées afin de rendre les sols aptes au terrassement.

2.2.1 Compactage

Le compactage est une étape importante de la stabilisation. Un simple compactage permet de réduire la porosité du sol en expulsant l'air emprisonné. Les caractéristiques optimales de compactage du sol sont déterminées par l'essai Proctor normal ^[15]. Les caractéristiques mesurées, c'est-à-dire la teneur optimale en eau (W_{OPN}) permettant l'obtention de la densité sèche du sol la plus élevée (ρ_{OPN}) sont utilisées lors des études de la stabilisation et aussi lors du chantier.

La granulométrie, la morphologie des particules du sol, l'abrasivité et la teneur en argile, ont une influence sur le comportement du sol lors du compactage. En raison de leur petite taille (quelques microns) les particules d'argiles permettent d'augmenter la densité sèche du sol en comblant sa porosité. Le comportement du sol dépend de la teneur en argile. Ainsi Martin ^[16], Faure ^[17], Muondo-Ondoa ^[18], Daskalova ^[19] et Istvan ^[14] définissent différents comportements (variation de ρ_{OPN} et W_{OPN}) pour des sols reconstitués suivant la teneur en sable et en argile. Ces auteurs montrent que les sols peuvent avoir un comportement ^[14] (Figure 2-5) :

- sableux, s'ils contiennent plus de 90 % de sable. Dans ce cas, la densité du mélange dépend peu de la teneur en eau et l'optimum de densité est relativement faible.
- sablo-argileux, s'ils contiennent entre 80 et 70 % de sable. L'optimum de densité est mieux marqué.
- argilo-sableux, s'ils contiennent moins de 70 % de sable. Dans ce cas, la densité du mélange dépend fortement de la teneur en eau et la densité optimale est élevée.

Dans le cas des sols fins, un simple compactage ne permet pas de garantir les caractéristiques de la couche de forme. La cohésion est avant tout liée à la présence d'eau : c'est un phénomène de tension superficielle qui lie les particules du sol. Les caractéristiques de la couche de forme sont donc tributaires de la teneur en eau du sol. Cette cohésion ne crée pas de liaison suffisamment solide entre les particules pour

s'opposer au gonflement des argiles. L'utilisation d'agents chimiques permettant une stabilisation irréversible est donc nécessaire. Plusieurs produits existent et sont couramment employés. Ceux-ci seront décrits dans les paragraphes suivants.

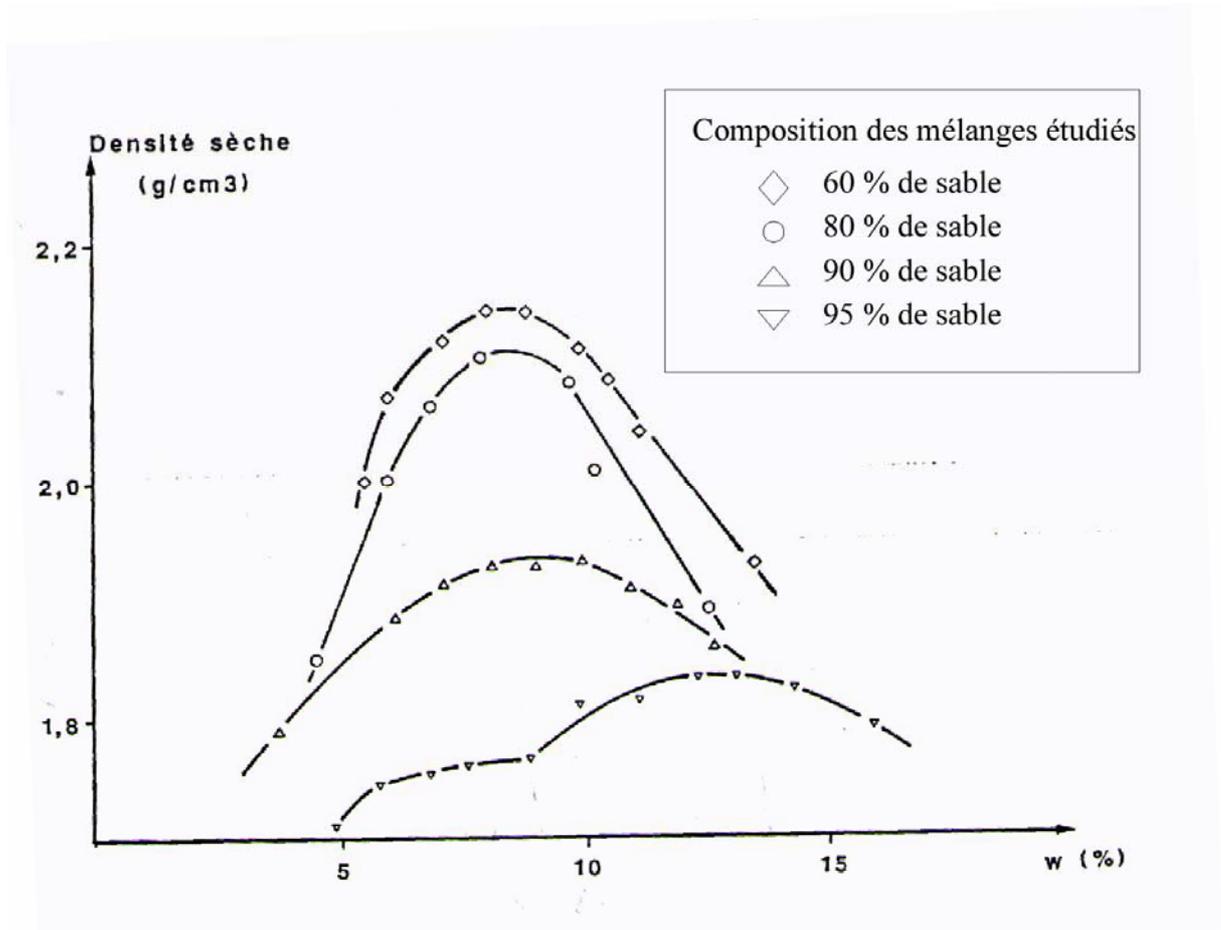


Figure 2-5 : Influence de la teneur en eau sur la densité de différents mélanges de sables et d'argiles selon le protocole du Proctor modifié [14]

Ce graphique de la densité sèche en fonction de la teneur en eau montre l'évolution des caractéristiques (W_{OPM} et ρ_{OPM}) en fonction de la teneur en sable (ou en argile). Deux observations peuvent être faites :

- la densité sèche maximale s'accroît avec la teneur en argile
- quand la teneur en sable diminue, le sol devient plus sensible à la teneur en eau optimale, c'est-à-dire qu'une variation de la teneur en eau autour de l'optimum provoque une diminution importante de la densité.

2.2.2 Effets des liants sur les sols

2.2.2.1 Effet régulateur de l'état hydrique [8]

L'ajout d'un liant au sein du sol provoque une modification de sa teneur en eau. Cet effet est plus sensible avec la chaux qu'avec les liants hydrauliques.

Le choix du type de chaux dépend de la teneur en eau du sol :

- si le sol est trop humide, la chaux vive (CaO) est préconisée car elle :
 - augmente la teneur en solide du sol, d'où une diminution relative de la teneur en eau
 - consomme de l'eau lors de son hydratation : $\text{CaO} + \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{Ca(OH)}_2$
 - favorise l'évaporation du fait de l'exothermicité de la réaction d'hydratation .

Il est admis que chaque pour cent de chaux vive introduite dans les sols permet de réduire d'un pour cent la teneur en eau.

- si le sol est à la teneur en eau Proctor, la chaux éteinte, Ca(OH)_2 , pourra être utilisée
- si le sol est trop sec, on pourra utiliser le lait de chaux, c'est-à-dire une suspension d'hydroxyde de calcium.

Il est admis que les liants hydrauliques réduisent la teneur en eau du sol dans la proportion $\frac{1}{3}$ à $\frac{1}{2}$ de la proportion de ciment introduit.

2.2.2.2 Modifications du sol ^[8]

Les propriétés rhéologiques des sols sont modifiées dès l'incorporation des liants.

a) Cas de la chaux

L'ajout de chaux provoque rapidement, en quelques minutes, la floculation des argiles. Cette action entraîne une amélioration de la consistance qui se traduit par une augmentation de la limite de plasticité s'accompagnant ou non d'une augmentation de la limite de liquidité. Cette évolution provoque un déplacement du domaine de plasticité vers des teneurs en eau plus importantes. Le décalage de l'indice de plasticité est lié à la quantité de chaux utilisée. L'évolution de consistance favorise la granulation du sol lors du malaxage ^[20]. Différents facteurs influencent cette granulation dont la nature du sol, la teneur en eau et le dosage en chaux ^[21].

L'évolution de la consistance débute dès l'épandage de la chaux avec la fragmentation due au retrait de déshydratation. Le malaxage amplifie ensuite le phénomène. Le réarrangement des particules et la consommation de l'eau interstitielle favorisent la contraction des agrégats de sol qui se traduit par la disparition des pores dont le diamètre est compris entre 10 et 100 μm ^[22].

Ainsi, une amélioration du sol réussie se traduit par la formation d'agrégats résistant à une série d'immersions ^[21]. Les auteurs parlent de grumeaux pour désigner les agrégats de sol chaulé.

Ces modifications du comportement rhéologique des sols entraînent l'amélioration des propriétés d'usage des sols traités :

- le comportement lors du compactage est modifié. L'optimum de compactage est décalé vers des teneurs en eau plus importantes et la densité de compactage est plus faible. Dans le cas des sols argileux, l'allure générale de la courbe est aplatie traduisant une certaine insensibilité à l'eau du matériau. La modification du sol est importante dès un ajout de chaux en faible quantité.
- la portance des sols est améliorée. Ainsi l'indice CBR est de 4 à 10 fois plus élevé que pour un sol non traité ^[21].
- les sols sont rendus insensibles au gel pour une formulation supérieure à 3 % dans le cas des limons ^[23].

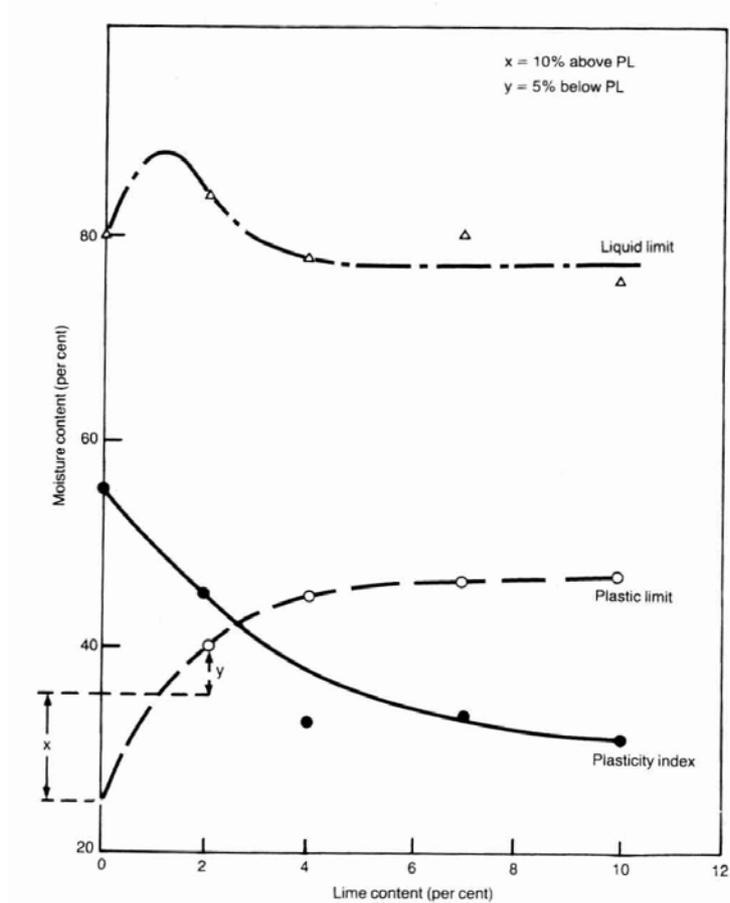


Figure 2-6 : Modification de la rhéologie des sols argileux occasionnée par l'ajout de chaux [24]

L'indice de plasticité décroît avec l'ajout de chaux. Cette diminution résulte de l'augmentation de la limite de plasticité, augmentant ainsi le domaine plastique du sol.

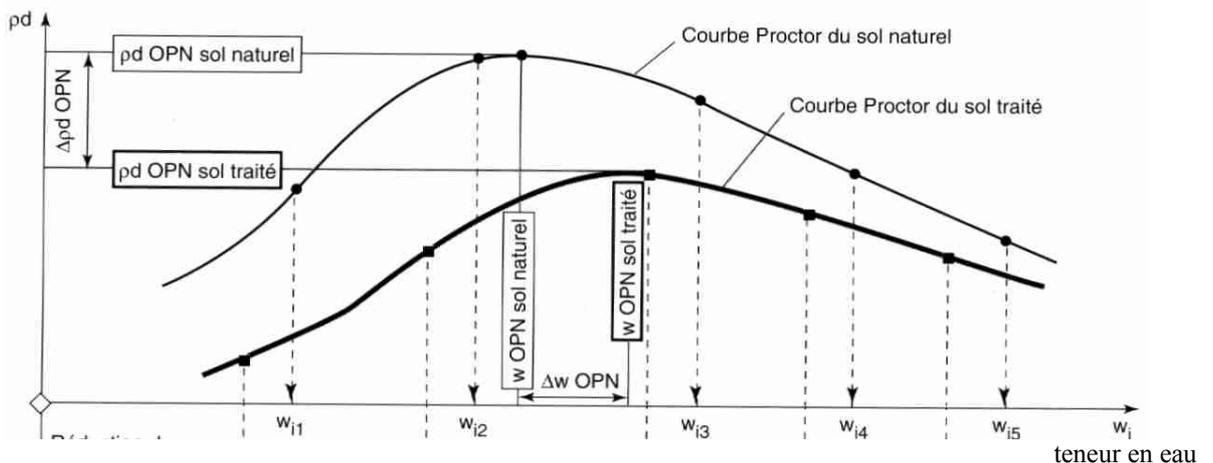


Figure 2-7 : Evolution des caractéristiques de l'optimum Proctor suite au chaulage du sol [8]

L'ajout de chaux abaisse la valeur de la densité maximale atteinte et décale la position de l'optimum vers des teneurs en eau plus importantes.

b) Cas du ciment

L'action immédiate du ciment est limitée. Cependant lors de l'utilisation d'un liant hydraulique comportant une forte proportion de chaux, la floculation des argiles peut se produire^[8]. Plus généralement, les liants hydrauliques sont considérés comme des correcteurs granulométriques^[25] améliorant les caractéristiques du sol lors du compactage et de l'essai de portance immédiat.

2.2.2.3 Stabilisation du sol

L'ajout des liants permet une amélioration à plus long terme des sols. L'utilisation d'un traitement à la chaux ou aux liants hydrauliques aboutit à l'amélioration des caractéristiques mécaniques du matériau traité.

Dans le cas du traitement à la chaux, la réaction pouzzolanique permet l'acquisition de caractéristiques mécaniques intéressantes. Abdo^[26], Perret^[27] et Locat^[28] ont montré que ces caractéristiques augmentent graduellement sur la durée de l'étude (un an).

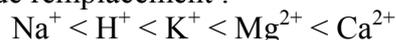
Dans le cas des ciments, les caractéristiques mécaniques sont acquises dans les premiers mois bien que des augmentations des caractéristiques mécaniques sur un an et plus (communication orale J. Vecoven) soient observées.

2.2.3 Principe d'action des liants

2.2.3.1 Action de la chaux^[22 et 28]

La chaux a trois actions bénéfiques lors du traitement des sols argileux. La chaux permet :

- la saturation de la capacité d'échange cationique. Dans le sol, les argiles ainsi que les matières organiques ont la propriété de fixer l'ion calcium. Pour les argiles, la capacité d'échange cationique correspond aux échanges :
 - des cations interfoliaires. Ces échanges concernent plus particulièrement les argiles TOT (smectite, vermiculite ...). La substitution des cations interfoliaires est d'autant plus facile que les cations ont une charge plus faible et sont de petite taille. Ainsi on peut classer les cations par ordre croissant de potentiel de remplacement :



Dans le cas des smectites, l'effet immédiat de la substitution du sodium par du calcium est la réduction du potentiel expansif de ces argiles.

- des cations de bordure. Sur les bordures d'un cristal, les charges ne sont plus équilibrées. Il apparaît alors des fonctions SiOH et AlOH. Ces fonctions sont déstabilisées en milieu basique et constituent alors une source supplémentaire de sites de fixation pour l'ion calcium.

La présence de matières organiques contribue à augmenter la capacité de fixation du calcium. Des complexes avec cet ion (paragraphe 2.3.6) sont formés grâce aux groupements fonctionnels qu'elles possèdent.

- la floculation/agglomération. Les charges négatives portées en surface des particules d'argiles sont responsables de l'établissement d'un champ électrostatique autour d'elles. Ce champ permet le développement de la double couche d'eau entourant les argiles (eau libre et eau liée). L'ajout de chaux modifie la charge superficielle des argiles et donc la structure de la double couche dont l'extension diminue. On observe alors une diminution du volume apparent des particules et une contraction du sol. De plus, il y a la formation de ponts de calcium entre les particules d'argiles. Les floccs ainsi formés sont insensibles au lavage. La floculation améliore la consistance des argiles (limite de plasticité).

- la liaison des particules argileuses. En milieu basique et saturé en ion calcium, les argiles sont attaquées. Elles libèrent alumine et silice qui réagissent avec le calcium pour former des hydrates calciques similaires à ceux des ciments. Ces hydrates tapissent la surface des particules du sol.

kaolinite + chaux → C-S-H + C-A-H

smectite + chaux → C-A-H

Les C-S-H* formés à partir de la kaolinite correspondent à des hydrates de type mono calcique et dicalcique^[30]. D'autres auteurs utilisent les termes de C-S-H (I) et C-S-H (II) correspondant à des températures de déshydratation différentes.

Les C-A-H* formés à partir des smectites sont des aluminates tri et tétracalciques. Pour la kaolinite, l'aluminate calcique formé est tricalcique^[30].

Un dernier composé se formant au cours de la réaction pouzzolanique est signalé, il s'agit de C-S-A-H^[28 et 31].

La réaction de la chaux sur les argiles permet donc la consommation des argiles et la formation de nouveaux minéraux aux propriétés liantes. La réalisation de cette réaction est conditionnée par la saturation initiale du sol en chaux. Un test basé sur la mesure du pH permet d'évaluer la teneur en chaux nécessaire pour que ces réactions puissent avoir lieu. Le seuil de pH est fixé à 12,4. La quantité de chaux permettant d'obtenir cette valeur de pH est connue sous le nom de « lime fixation point »^[32 et 33].

Cette observation a été faite aussi par Derriche^[34] sur des smectites : l'addition de 8 % de chaux permet d'acquérir une résistance mécanique importante de 9 MPa, elle ne serait que de 1 MPa avec 4 % de chaux (rupture à 45 j). Cette différence de résistance mécanique se traduit par une nouvelle minéralogie, à savoir l'apparition de C-S-H.

L'apparition des caractéristiques mécaniques résultant de la formation de ces hydrates est progressive. Ainsi, après 28 jours de cure, seulement le tiers des caractéristiques mécaniques escomptables à 1 an sont déjà acquises^[25].

Une quatrième réaction peut avoir lieu avec la chaux. Il s'agit de la formation de calcite au contact de CO₂. Dans le cas du traitement des sols argileux, les cristaux de calcite ainsi formés ont une propriété liante très médiocre et perturbent la stabilisation car leur développement inhibe la réaction pouzzolanique. Cette carbonatation est par contre recherchée lors de la stabilisation de matériaux calcaires tels que la craie. Les cristaux de calcite obturent alors la porosité de ces matériaux. Ils peuvent ainsi former une sorte de ciment.

La nature des hydrates formés au cours de la réaction pouzzolanique dépend de la nature des argiles présentes dans le sol.

2.2.3.2 Action des liants hydrauliques^[25]

L'objectif de la stabilisation d'un sol aux liants hydrauliques est de former rapidement les hydrates calciques. Dans le cas du ciment, il est admis qu'après 28 jours la quasi-totalité du ciment a réagi, c'est-à-dire que les caractéristiques sont presque définitives. Cet écart

* Nous utiliserons tout le long de ce document la nomenclature en usage dans le domaine des ciments avec :

C : CaO

S : SiO₂

A : Al₂O₃

H : H₂O

Cette nomenclature ainsi que la description des phases minérales présentes dans les ciments est décrite en détail dans l'ouvrage de J. Baron^[57]

provient du fait que lors du traitement au ciment, les minéraux aux propriétés liantes se développent directement à partir du ciment.

Des C-S-H se forment à partir de l'alite (C_3S) et de la bélite (C_2S). L'hydratation de l'alite et de la bélite mais aussi des aluminates calciques provoque la libération d'un excès de chaux qui donne de la portlandite. L'aluminate calcique permet la formation de différentes phases dont des aluminates calciques hydratés (C_4AH_{13} et C_3AH_6), de l'ettringite et du monosulfoaluminate en se combinant avec le soufre.

Dans le cas des bétons et des graves/sables traités au ciment, le ciment forme une coque enrobant le granulat (Figure 2-9).

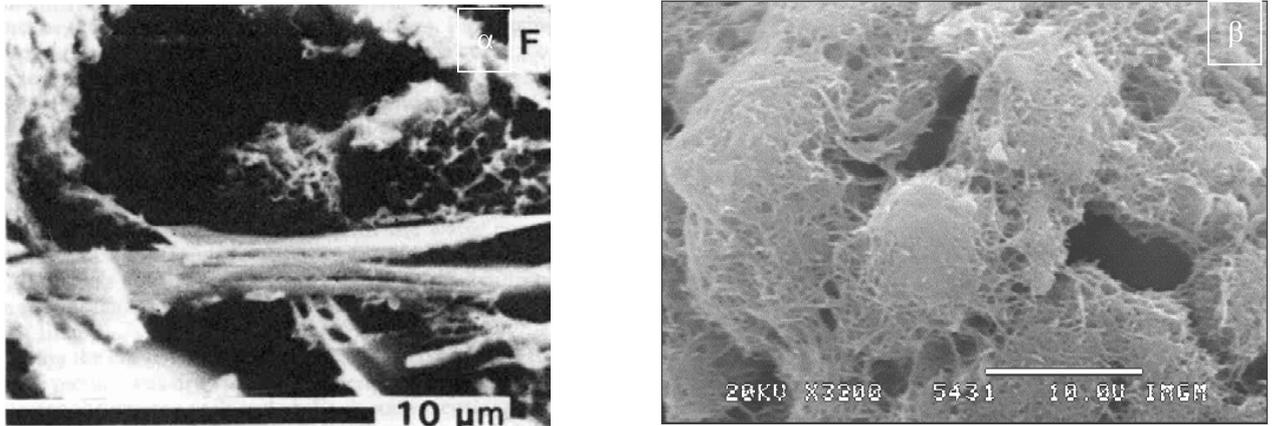


Figure 2-8 : Hydrates calciques développés par réaction pouzzolanique à partir d'argiles (α) et du quartz (β)

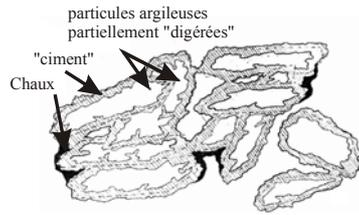
(α) C-S-H « réticulés » et C-S-A-H « aplati » se développant à la surface des particules d'argiles ^[28]

(β) C-S-H de structure fibreuse (réticulée) formant une couche adhérente à la surface des grains de quartz. ^[35]

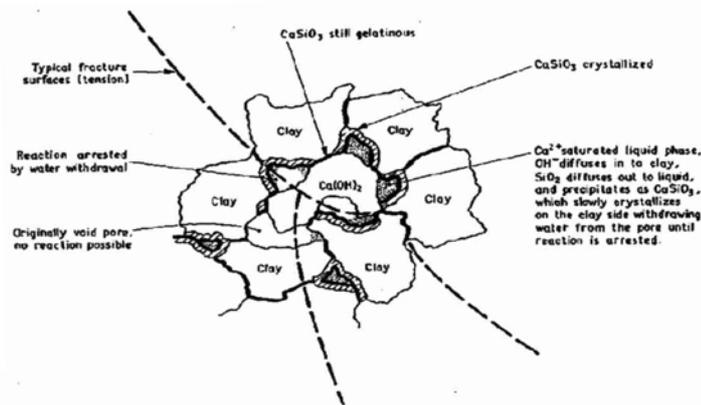


Figure 2-9 : Microstructure d'un sable traité au ciment puis compacté ^[25]

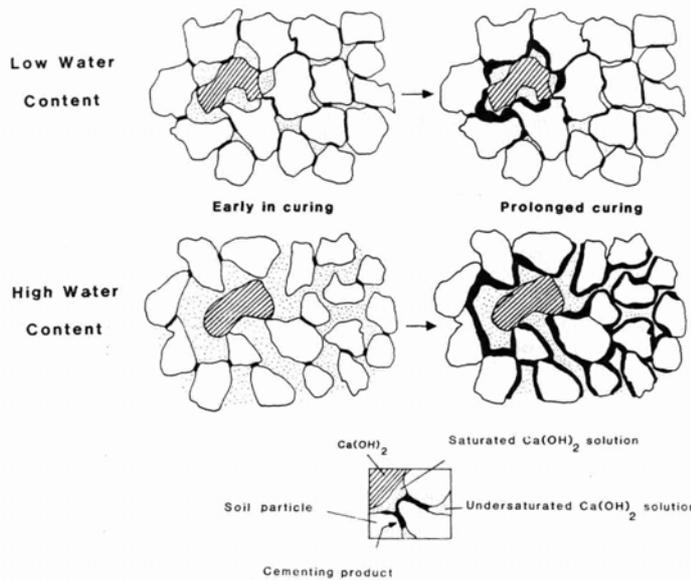
Le ciment forme une coque enrobant chaque grain de sable. La coque moule la topographie de chaque grain et assure leur liaison.



Le Roux 69



Ingles 70



Locat 90

Figure 2-10: Schémas du mécanisme de la stabilisation de sols.

La chaux provoque l'attaque des particules du sol qui se propage de la périphérie du cristal vers son cœur. Cette attaque s'accompagne du développement de nouveaux minéraux formant un ciment liant les particules. Le transfert des ions libérés par les argiles est permis par la présence d'eau interstitielle. Cette teneur en eau favorise la formation de ciment au sein d'une zone plus ou moins étendue autour des grains de chaux.

2.2.3.3 Facteurs influençant la modification et la stabilisation des sols

La présence d'argiles dans un sol influence le choix du type de stabilisation. La classification géotechnique des sols ^[6] tient compte de l'argilosité des sols. Le GTS ^[8] prescrit une adaptation de la formulation de traitement en fonction de cette argilosité et de la granulométrie du sol. Ainsi un traitement à la chaux est mieux adapté aux sols argileux alors que les sols sableux sont traités aux liants hydrauliques seuls. En effet, la réactivité des sables est plus faible que celle des argiles du fait de la taille des grains ^[34] et de la minéralogie ^[36]. Cependant, des grains de quartz de 1 µm de diamètre ont une réactivité similaire à celle des argiles ^[35].

Un traitement à la chaux est envisageable pour une teneur en argiles supérieure à 40 % ^[25] ou un indice de plasticité supérieur à 10 ^[6]. Le GTS ^[8] conseille un traitement à la chaux seule pour un indice de plasticité supérieur à 20 qui correspond aux sols A₃ et A₄.

Cette teneur minimale en argiles est couplée à une teneur en chaux à optimiser en fonction de la quantité et de la nature des argiles. En effet, le dosage en chaux doit être adapté en fonction de la teneur en argiles ^[30] :

- le manque d'argiles ne permet pas le développement d'hydrates en quantité suffisante
- l'excès d'argiles conduit à une stabilisation insuffisante des argiles par les hydrates.

Ainsi dans le cas de la stabilisation de mélanges sable/kaolin avec une formulation de traitement à 5 % de chaux, l'optimum de teneur en kaolin est de 60 % ^[30].

C'est sur cette nécessité d'adapter la proportion de chaux en fonction de la teneur en argile que la notion de « lime fixation point » a été développée.

La demande en chaux, de même que les caractéristiques mécaniques escomptables dépendent de la nature des argiles. Les meilleures caractéristiques mécaniques sont obtenues avec la kaolinite, puis l'illite et enfin les smectites. Ces caractéristiques ne sont pas corrélées à la réactivité de ces argiles. En effet, en termes de réactivité (évalué par le taux de consommation des argiles ou le taux de production d'hydrates) les smectites sont les meilleures. En conséquence, il faut distinguer le gain de caractéristiques mécaniques de la destruction de l'entité argile.

Ces variations de comportement des différentes argiles existent aussi dans le cas du traitement avec des liants hydrauliques. Ainsi, une teneur en smectites supérieure à 5 % rend ces matériaux inutilisables ^[38]. Ces problèmes résultent de la capacité d'échange cationique trop importante de ces argiles ^[39].

La réaction pouzzolanique a une cinétique lente : il faut plusieurs mois de cure à 20 °C pour atteindre les caractéristiques mécaniques définitives. Cependant, cette cinétique dépend de plusieurs facteurs dont la température de cure. Pour les chantiers, il est signalé qu'au dessous de 5 °C la cinétique de la réaction pouzzolanique est très ralentie ^[8] mais la réaction reprend dès que la température augmente. En laboratoire, l'élévation de la température est utilisée pour accélérer cette réaction ^[26 et 27]. Dans le domaine des ciments, la pouzzolanicité des matériaux alumino-siliceux est évaluée par l'essai Chapelle ^[24 et 40]. Dans le domaine du traitement des sols, la réactivité des constituants du sol n'est pas étudiée en tant que telle.

Un autre paramètre influence l'efficacité du traitement à la chaux. Il s'agit de la teneur en eau. Une humidité relativement importante favorise l'obtention de résistances mécaniques élevées ^[27]. En effet, l'eau interstitielle favorise la réaction pouzzolanique par la mobilité des ions ^[28].

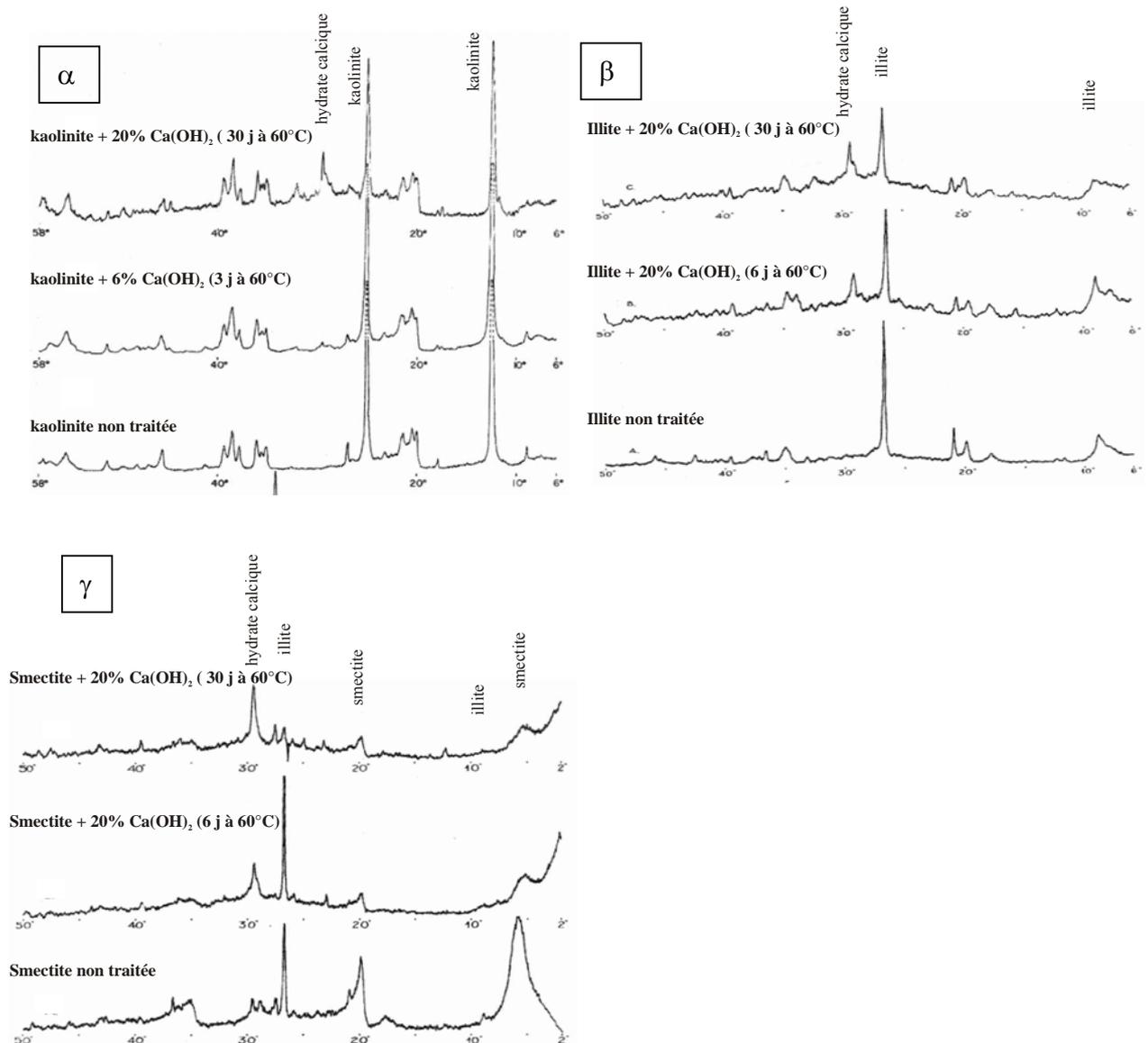


Figure 2-11 : Evolution de la minéralogie des argiles par la réaction pouzzolanique [32]

α : traitement d'une kaolinite

β : traitement d'une illite

γ : traitement d'une smectite avec de l'illite

Pour un même dosage en chaux et une même cure, on observe que les pics de la smectite disparaissent quasiment, ce qui n'est pas le cas de ceux de la kaolinite et de l'illite.

2.2.4 Caractérisation des sols traités [8]

Le traitement retenu pour un chantier est déterminé par une étude géotechnique qui permet de choisir le traitement à mettre en œuvre c'est-à-dire le (ou les) produit(s) de stabilisation et la formulation. Plusieurs critères physiques et mécaniques permettent d'optimiser le traitement en vue d'obtenir les caractéristiques suffisantes pour un prix acceptable. Ces critères sont issus d'essais normalisés :

- l'indice portant immédiat (IPI) et l'indice CBR après immersion (I_{CBR}) (NF P 94-078) [41]
- l'évaluation de l'aptitude d'un matériau au traitement (NF P 94-100) [42]
- la résistance en compression simple (R_c) (NF P 98-232-1) [43]

- la résistance en compression simple immergée (R_{ci}) ; dans cet essai les éprouvettes sont conservées 28 j en cure normale (20°C et au moins à 90 % d'hygrométrie) et 32 j immergées totalement à 20°C ^[8]
- la résistance en traction directe (R_t , E30) (NF P 98-232-2) ^[44]
- la résistance par fendage (R_{tb} , E30) (NF P 98-232-3) ^[45]
- le comportement au gel (NF P 98-234-2) ^[46].

Les résultats de ces essais sont comparés aux abaques établis à partir des expériences de terrain et regroupés dans le GTS ^[8]. Ces abaques servent à évaluer l'aptitude à la stabilisation du sol.

2.2.4.1 Traitement à la chaux seule ^[8]

Un certain nombre de paramètres permettent d'évaluer l'aptitude d'un sol à être traité :

- l'aptitude du sol au traitement est déterminée par la mesure du gonflement volumique (Figure 2-12)
- le comportement sous trafic est jugé correct si : $I_{CBR} \geq 20$ et $I_{CBR}/IPI \geq 1$
- le comportement au gel est évalué (s'il y a un risque de pénétration dans la couche de forme) par la résistance en compression simple. Pour que le traitement soit accepté, il faut que : $R_c \geq 2,5$ MPa

2.2.4.2 Traitement aux liants hydrauliques éventuellement associés à la chaux ^[8]

L'aptitude d'un sol à subir un traitement donnant des résultats satisfaisants est évaluée par :

- l'évaluation de l'aptitude du sol au traitement ^[42] par la mesure du gonflement volumique et R_{tb} (Figure 2-10)
- l'âge autorisant la circulation sur la couche de forme ; il faut que $R_c \geq 1$ MPa, des essais sont réalisés aux échéances de 7 et 28 j (mais aussi à 2 ou 4 j si nécessaire)
- la résistance à l'immersion au jeune âge (sensibilité à l'eau) mesurée par le rapport de R_{ci} sur R_c à 60 j ; un sol est déclaré sensible à l'eau si :
 - $R_{ci}/R_c \geq 0,8$ quand $VBS \leq 0,5$
 - $R_{ci}/R_c \geq 0,6$ quand $VBS > 0,5$
- la résistance au gel, mesurée par la résistance en compression simple. Pour que le traitement soit accepté, il faut que $R_{tb} > 0,25$ MPa à la date de l'apparition statistique des premiers gels
- les performances attendues à long terme, évaluées par le couple (R_t , E30) déterminé à 90 j (ou 180 j si le liant est à prise lente) permettent de déterminer la zone de classement de la couche de forme (Figure 2-13)

2.2.5 Conclusion

La technique du traitement des sols présente d'énormes avantages. Elle permet ainsi d'utiliser des matériaux non valorisables autrement. L'encadrement réglementaire prescrit des études permettant d'évaluer l'aptitude du sol lors des chantiers. Cet encadrement repose sur une bonne connaissance des mécanismes mis en jeu lors du traitement à la chaux. Pour le traitement aux liants hydrauliques, la compréhension des mécanismes est moins précise. Bien que l'étude géotechnique permette de déclarer les sols aptes au traitement, il arrive que certains sols se révèlent inadaptés sur les chantiers. Diverses perturbations peuvent intervenir dans la stabilisation.

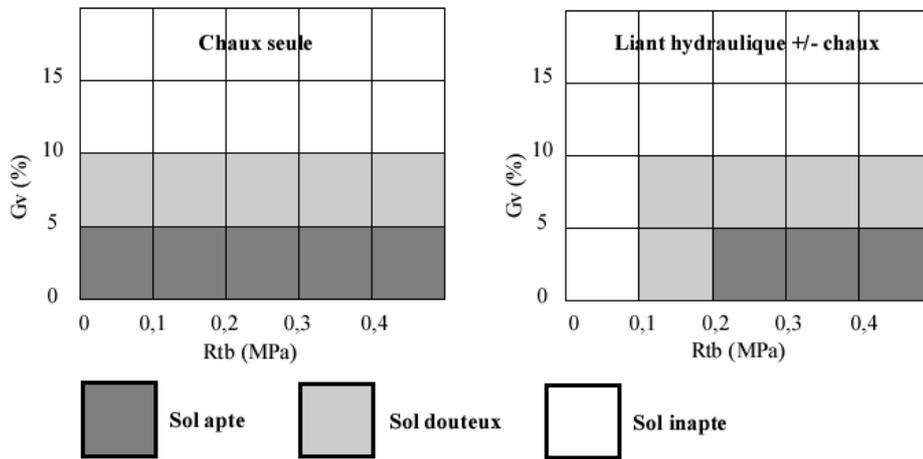


Figure 2-12 : Critères retenus pour l'interprétation de l'essai d'aptitude d'un sol au traitement ^[8 et 42]

Les critères sont la résistance mécanique en compression indirecte (R_{tb}) et la mesure de la variation du gonflement volumique (G_v)

Différents domaines sont délimités suivant que le sol répond ou ne répond pas aux caractéristiques physiques et mécaniques requises :

- sol « apte » : le sol répond bien au traitement. Il gonfle peu et peut présenter R_{tb} élevée (cas des liants hydrauliques).
- sol « inadapté » : le sol répond mal au traitement. Il gonfle énormément et R_{tb} est faible (cas des liants hydrauliques)
- sol « douteux » est un cas intermédiaire.

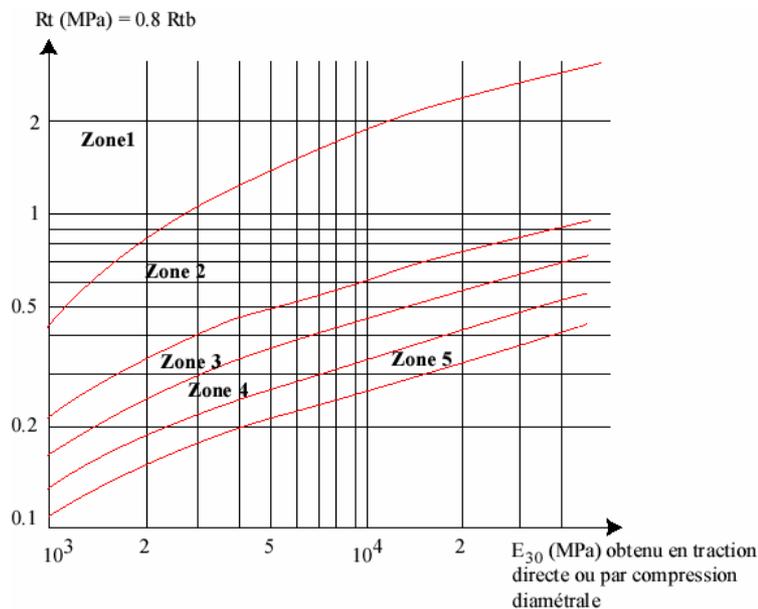


Figure 2-13 : Zones de classement du matériau en fonction des couples (R_t , E_{30}) ou (R_{tb} , E_{30}) ^[8]

Deux paramètres mécaniques servent à définir ce classement :

- le module de déformation élastique en charge (E_{30}) évalué à 30 % de la charge de rupture
- la résistance en traction directe (R_t) ou en compression diamétrale (R_{tb}). Cette dernière est utilisée avec un coefficient 0,8 pour se ramener à la résistance en traction directe.

Les zones de classement (1 à 5) correspondent aux classes mécaniques de la couche de forme ^[1 et 8]

2.3 Problèmes rencontrés

2.3.1 Introduction

Si la stabilisation des sols à la chaux se pratique depuis fort longtemps (éléments de la Muraille de Chine ou de la Via Domitia ...), son étude reste relativement récente. Sa modélisation reste à faire.

Les premiers travaux ont été publiés vers 1960. En France, la technique de la stabilisation des sols par la chaux et/ou le ciment est vulgarisée en 1980 ^[25]. Les aspects méthodologiques permettant de définir l'aptitude d'un sol au traitement sont synthétisés dans le GTS ^[8]. Compte tenu de l'existence en France de grandes zones dans lesquelles les roches dures sont rares et du développement par les cimentiers de liants spécifiques destinés aux traitements de sols, l'utilisation des sols en couche de forme est maintenant extrêmement répandue.

À la suite des essais normalisés qui sont effectués au cours de la pré-étude de chantier et en conformité avec prescription du GTS ^[8], le matériau étudié peut être déclaré (Figure 2-14) soit :

- directement apte au traitement
- potentiellement apte au traitement si certains aménagements sont effectués ou certaines précautions prises sur le chantier (Figure 2-24) ; par exemple :
 - drainage de la couche de forme si le sol est légèrement sensible à l'eau
 - allongement de la durée d'interdiction de circulation sur la couche de forme tant que la valeur de R_c est inférieure à 1 MPa
- inadapté si les caractéristiques physiques ou mécaniques sont insuffisantes ; deux cas sont alors envisagés
 - une nouvelle étude est menée avec un autre liant ou une autre formulation
 - la solution de traitement du sol est abandonnée et on utilise d'autres matériaux tels que des granulats ...

L'inadaptation au traitement se traduit par des gonflements, une sensibilité à l'eau ou de trop faibles valeurs de résistance mécanique des sols traités.

Lorsque le problème est identifié au cours de la pré-étude de chantier, les conséquences économiques sont réduites car la conduite des travaux peut être modifiée. De nouvelles formulations sont testées ou la solution du traitement du sol est abandonnée. Les causes connues ou soupçonnées de l'échec du traitement restent la plupart du temps l'affaire des laboratoires d'essais et des fournisseurs de liant, à de rares exceptions près ^[47].

Lorsque pour des raisons diverses (échantillonnage mal conduit, hétérogénéité du sol...) le problème n'apparaît qu'après la réalisation de la couche de forme, les conséquences économiques peuvent être désastreuses.

La littérature fait très rarement état des problèmes rencontrés.

Cependant l'expérience des chantiers montre que certains types de sols sont souvent difficiles à traiter ou se révèlent systématiquement médiocres. C'est le cas par exemple des schistes métamorphiques riches en séricite ou muscovite (talc-schiste), et des Terres Noires (marnes) du Jurassique inférieur. Deux types de causes sont invoqués :

- les argiles ou les minéraux micacés dans le cadre des sols dits « à risque »

- les « polluants », minéraux annexes ou solutions, dans le cas des sols dits « perturbés ».

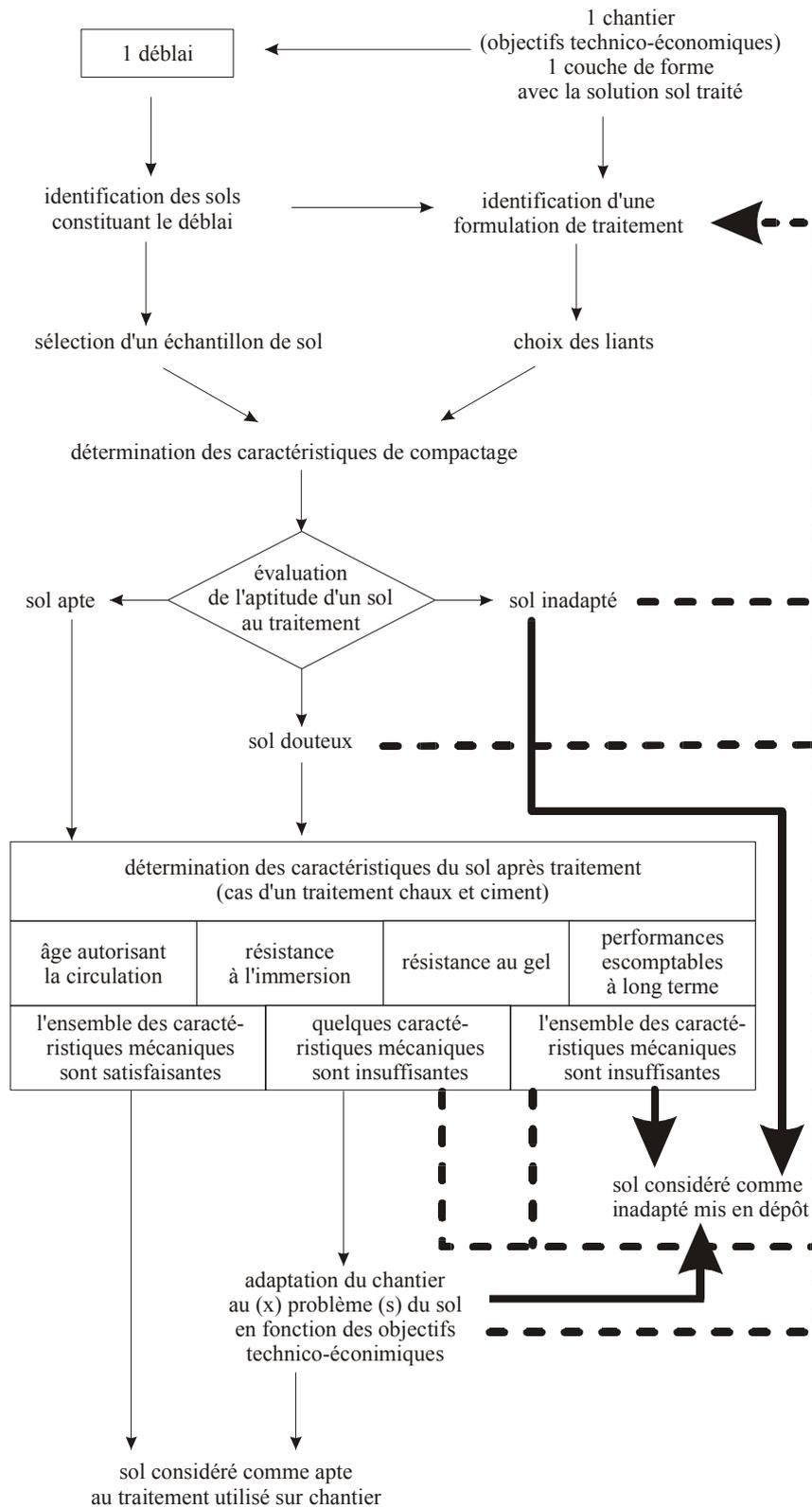


Figure 2-14 : Principe de la progression d'une étude de l'aptitude au traitement dans le cas d'une formulation à la chaux et aux liants hydrauliques [8]

Nous avons étudié les cas de chantier lorsqu'ils existent, puis les travaux académiques se rapportant directement aux sols traités.

Nous avons élargi notre étude bibliographique à d'autres domaines plus éloignés des préoccupations de la géotechnique routière du point de vue de la formulation du traitement et des caractéristiques physiques et mécaniques mais qui concernent les mêmes matériaux : sols, argiles ou granulats en présence d'un ou de plusieurs agents de traitement. On peut penser que les effets chimiques, minéralogiques et microstructuraux observés et interprétés ailleurs sont transposables à la géotechnique routière.

2.3.2 Perturbation de la prise attribuée aux argiles

La nature et la teneur en argiles dépendent du type de sol et de la formation géologique associée. Les études de chantier et les recherches académiques en tiennent compte. Elles s'inscrivent dans le cadre du traitement des quatre grandes familles de sols (au sens géologique) : argiles/marnes et sols sablo-argileux, limoneux, sableux.

2.3.2.1 Actions des argiles sur les différents liants

Les argiles ont la propriété de pouvoir échanger une partie de leurs cations constitutifs ou adsorbés en surface. On définit la capacité d'échange cationique ou CEC entre autres pour les cations Ca^{2+} , Mg^{2+} , K^+ , Na^+ . Cette propriété dépend de la nature des argiles et du pH du sol ^[11] :

- kaolinite $0.05 < \text{CEC} < 0.1$ m.e./g
- illite $0.2 < \text{CEC} < 0.5$ m.eq./g
- smectite $\text{CEC} \approx 1$ m.eq./g

Les valeurs relatives à la kaolinite sont les plus faibles. Cette argile ne fixe des cations que sur les zones latérales des feuillets alors que les smectites captent des cations sur leurs faces externes et internes.

Les perturbations attribuées à la présence des argiles seront présentées en considérant successivement :

- le type de traitement : traitement à la chaux seule puis traitement aux liants hydrauliques seuls et enfin le traitement mixte chaux/liants hydrauliques
- l'effet microstructural de l'assemblage des minéraux du sol.

a) Traitement par la chaux

Le Roux ^[30], le premier, a montré que la stabilisation à la chaux (avec des dosages de 3 à 7 % et 90 jours de cure) permet la formation de nouveaux minéraux par réaction pouzzolanique : des silicates et aluminates calciques hydratés sont formés à partir des argiles. Cette réaction pouzzolanique est une réaction lente qui demande, à température ordinaire, plusieurs mois avant que ses résultats puissent être appréciés. Les différentes espèces d'argiles (kaolinite, illite et smectite) ne réagissent ni avec la même cinétique ni de la même « manière ».

Si lors de la réaction pouzzolanique, la réactivité chimique des argiles est mesurée par la quantité d'hydrates (C-S-H et C-A-H) solubles par l'acide, alors l'ordre de réactivité est : la smectite, puis vient la kaolinite et enfin l'illite.

En revanche du point de vue des résistances mécaniques, c'est la kaolinite qui permet l'acquisition des meilleures caractéristiques mécaniques par rapport à l'illite et la smectite. Ces variations de résistances mécaniques sont en relation avec les analyses minéralogiques et chimiques. Le Roux ^[30] montre que la smectite permet de former préférentiellement des aluminates calciques hydratés alors que la kaolinite donne des silicates calciques hydratés. Pichon ^[36] montre que les caractéristiques mécaniques d'un

mélange pouzzolane/chaux sont fonction de la nature minéralogique des minéraux néoformés. Les pouzzolanes alumineuses conduisent à des aluminates sans propriété liante alors que les pouzzolanes siliceuses forment des gels silicocalciques hydratés dotés de propriétés liantes.

Dans l'ensemble, les argiles sont stabilisables en constatant une amélioration des propriétés mécaniques et physiques par traitement à la chaux dosée de 3 à 7 % pour des sols naturels.

b) Traitement aux liants hydrauliques seuls

Les références bibliographiques de ce paragraphe proviennent du domaine de la stabilisation des argiles pour les constructions en terre.

D'après les travaux de Ben Amor ^[39] sur la stabilisation des argiles par un liant hydraulique à l'occasion de la fabrication de briques, les kaolinites (100 g) fixent environ 0,3 g de Ca^{2+} et les smectites ont la capacité de fixer entre 0,5 et 0,6 g de Ca^{2+} /100 g. Ces quantités de Ca^{2+} ne sont alors plus disponibles pour la prise du ciment. La quantité de Ca^{2+} libérée par 100 g de ciment (CPA 55) est d'environ 1,2 g pendant les 6 premiers jours puis diminue à environ 0,7 g pendant les 6 jours suivants. Ces différentes valeurs de libération et de fixation de Ca^{2+} , pour un traitement à 40 % de ciment et une cure de 90 jours, montrent que la smectite consomme la totalité des ions calcium libérés par le ciment alors que la kaolinite en fixe seulement les deux tiers. La consommation de Ca^{2+} par la smectite favorise la dissolution de ciment. Par contre, elle entrave la prise de celui-ci. La kaolinite est stabilisable avec le ciment car cette argile ne fixe pas la totalité des ions Ca^{2+} libérés lors de l'hydratation. L'inefficacité apparente du traitement sur les smectites est attribuée :

- à leur caractère gonflant
- à l'affinité des argiles avec l'eau, qui empêche la cristallisation des hydrates du ciment.

La saturation de ces smectites par la chaux (1,15 %) n'améliore pas les propriétés physiques et mécaniques du matériau traité. Ben Amor ^[39] pense que l'ion Ca^{2+} en solution saturée s'oppose à la dissolution du ciment.

Pour les briques d'argile stabilisées au liant hydraulique, à base de cendre volante (20%) Temimi ^[38] indique qu'on ne peut accepter une teneur en smectites supérieure à 5 %, sans perte de résistance mécanique.

La sensibilité à l'eau des sols riches en smectites persiste après traitement. Selon Guettala ^[48], des sols argileux dont le passant à 2 μm est compris entre 20 et 50 % ne permettent pas d'obtenir l'insensibilité à l'eau. Quel que soit le dosage en ciment (de 3 à 15 % de CPA) la résistance en compression simple après une immersion de 1 j (précédée d'une cure dans une atmosphère humide d'une durée de 27 j) est quasiment nulle alors que les sols composés seulement d'illite ou d'un mélange kaolinite/illite conservent des résistances mécaniques importantes :

- 0,2 à 0,4 MPa avec 3 % de ciment
- 1 MPa est dépassé pour 10 % de ciment dans le cas du mélange kaolinite/illite.

L'aptitude à la stabilisation des argiles par le ciment serait donc la même que celle décrite par Le Roux ^[30] : kaolinite > illite > smectite.

c) Traitement à la chaux et aux liants hydrauliques

Dans le cadre de ses travaux, Fontaine ^[49] a travaillé sur diverses arènes granitiques françaises. Le comportement mécanique des arènes dépend du traitement effectué :

- avec 7 % de ciment, un grand nombre de ces sols n'acquièrent pas de résistance mécanique notable. Il semblerait que les produits d'altération présents dans les arènes inhibent la prise du ciment. Ces produits n'ont pas été identifiés.
- avec 3,5 % de ciment et 3,5 % de chaux, toutes les arènes gagnent en résistance mécanique. Le gain dépend du degré d'altération. Les arènes qui ont les meilleures résistances sont obtenues avec les sols les plus altérés. L'explication envisagée par l'auteur est qu'une partie de la chaux sert à activer la réaction pouzzolanique avec les produits d'altération.
- avec 3 % de chaux et 10 % de cendres volantes, les arènes présentent des caractéristiques mécaniques satisfaisantes. La réaction pouzzolanique semble se dérouler préférentiellement avec les cendres volantes.

d) Influence de la texture et des microstructures

Le Roux ^[30] a travaillé sur un sol modèle constitué d'un mélange de kaolinite et de sable (quartz), pour un traitement à la chaux de 5 %. Il montre que le traitement est optimisé (la valeur de la résistance en compression simple est optimale) pour le sol contenant 60 % d'argile et 40 % de quartz. S'il y a trop de sable, les résistances mécaniques sont faibles car le sable réagit lentement en raison de la taille de ses grains. S'il y a trop d'argile, les résistances mécaniques sont faibles par manque de calcium.

Par exemple : s'il y a trop d'argile (100 %), l'ajout de 5 % de chaux n'est pas suffisant pour faire réagir la totalité des argiles. Quand on a 60 % d'argile, le même traitement à 5 % de chaux (de la masse totale de sol) équivaut à un traitement à 8 % de chaux si on ne tient compte que de la masse d'argile.

Selon Guettala ^[48], il est nécessaire de bien fragmenter le sol cohésif car il existe une taille critique pour les mottes de sols argileux. Au-delà d'une taille de 5 mm, ces mottes d'argiles risquent de provoquer des diminutions très importantes des résistances mécaniques du sol traité.

Par exemple, un sol avec un refus de 30 % de mottes de taille supérieure à 5 mm doit être traité avec 15 % de ciment alors que 8 % de ciment auraient suffi si le sol avait été bien pulvérisé.

Cette idée de l'existence d'une structure qui limite la possibilité de traitement du sol, est également présente dans les travaux de Terminaux ^[50]. L'auteur a mis en lumière le rôle de l'arrangement des différents constituants au sein des marnes noires des Alpes. Ainsi les marnes déposées par décantation sont-elles terrassables à la différence des marnes remaniées sous la forme de turbidites qui ne le sont pas, à minéralogie et composition identiques. Par ailleurs, les deux formations sont visuellement indifférenciables à l'échelle de l'affleurement. La distinction s'effectue à l'échelle de l'arrangement des minéraux du sol. Pour les premières, chaque particule (les fines et les sables) est associée intimement aux argiles. Dans le cas des marnes à turbidites, il y a eu localement séparation, au moment du dépôt, des sables et des argiles.

2.3.2.2 Conclusion et synthèse bibliographique

Le terme générique d'argile n'est pas assez précis pour expliquer à lui seul les problèmes rencontrés sur le terrain avec « les argiles ». Globalement quatre critères, jugés importants, expliquent les perturbations de prise du traitement :

- la nature des argiles : dans l'ensemble, quels que soient les liants utilisés, les propriétés mécaniques diminuent dans l'ordre kaolinite > illite > smectite. Ces différences sont reliées aux différences de CEC (la valeur de bleu, VBS, peut être considérée comme approximativement proportionnelle à cette capacité)

- la quantité de ces minéraux argileux
- la structure du sol à plusieurs échelles
- la disponibilité de l'eau dans le sol (afin d'hydrater les liants).

Cependant, du fait de la diversité des traitements étudiés (chaux, chaux associée au ciment et ciment) il n'est pas possible de déduire directement de la littérature les limites d'espèces minérales à ne pas dépasser.

2.3.3 Perturbations attribuées au soufre

Le sulfate est un composé nécessaire pour réguler la prise des ciments. Cependant dans certaines conditions, le développement des composés soufrés (ettringite et monosulfo-aluminate) n'est plus maîtrisé et la durabilité des matériaux cimentaires n'est plus assurée. Cette perturbation est connue sous le nom de « réaction sulfatique » et conduit, entre autres, à la formation d'ettringite.

2.3.3.1 Types de perturbations

Dans les terrassements, plusieurs cas de perturbations de la stabilisation des sols sont répertoriés. Ces perturbations sont de 3 ordres :

- des gonflements importants pouvant atteindre plusieurs centimètres
- le développement d'une fissuration importante
 - linéaire pouvant mesurer plusieurs dizaines de mètres de long et un écartement des lèvres de l'ordre du centimètre
 - en étoile ponctuelle située au pourtour des points de gonflements les plus élevés
- une diminution des résistances mécaniques.

Le développement de ces perturbations apparaît en quelques semaines après le traitement des sols avec de la chaux et/ou des liants hydrauliques. L'immersion de la structure construite est un facteur important dans l'apparition des problèmes.

Différents chantiers ont présenté de telles perturbations ^[51, 47, 52, 53, 54 et 55]. Dans les sols considérés, le soufre se présente sous la forme de sulfates (gypse naturel ou plâtre), de sulfures (pyrite) et d'eaux séléniteuses. Ces formes du soufre réagissent avec les hydrates du ciment pour former des minéraux expansifs tels que :

- l'ettringite : $\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3 \text{CaSO}_4 \cdot 32 \text{H}_2\text{O}$
- la thaumasite : $\text{CaCO}_3 \cdot \text{CaSiO}_3 \cdot \text{CaSO}_4 \cdot 15 \text{H}_2\text{O}$

L'apparition de ces minéraux a été établie grâce aux analyses minéralogiques par diffraction de rayons X, par analyse thermogravimétrique et par l'observation au microscope électronique à balayage.

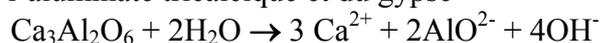
2.3.3.2 Cas des ciments, mortiers et bétons

a) Ettringite primaire ^[56]

Les sulfates régulent la prise des aluminates tri-calciques, (C₃A). La formation de C-A-H par l'hydratation du C₃A entraîne le raidissement immédiat de la pâte (« prise éclair »). Pour éviter ce phénomène, on ajoute des sulfates (gypse, hémihydrate ou anhydrite) qui réagissent avec C₃A pour former l'ettringite dite primaire. Le développement de ce minéral n'est pas problématique à cet instant car la prise du ciment n'a pas encore eu lieu. L'ettringite peut se développer au sein de la suspension.

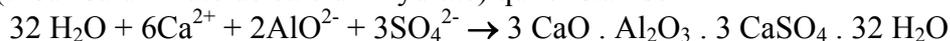
En présence de gypse (CaSO₄·2H₂O), la suite de la réaction d'hydratation de C₃A est la suivante :

- dissolution de l'aluminate tricalcique et du gypse

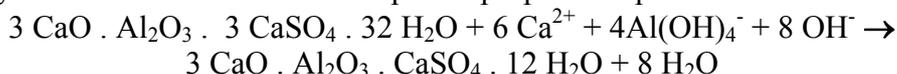




- combinaison des ions en solution pour donner l'ettringite primaire (trisulfoaluminate de calcium hydraté) qui cristallise



Quand la teneur en sulfate diminue, l'ettringite se dissout pour libérer les ions sulfate qui se réassocient avec l'aluminate, cette fois-ci, sous la forme de monosulfoaluminate de calcium hydraté. Ce dernier minéral n'a pas de propriété expansive.



Afin de permettre la décomposition partielle ou totale de l'ettringite en monosulfoaluminate, la teneur en gypse des ciments est limitée à une proportion inférieure à 3 moles de sulfate pour 1 mole de C₃A^[57, 58 et 59].

b) Ettringite secondaire^[56, 58, 59 et 60]

Cette ettringite secondaire est produite par « l'attaque » des sulfates. Le développement de ce minéral expansif est problématique car il s'effectue plusieurs mois ou années après la prise des ciments. Cette réaction est aussi appelée formation d'ettringite différée. L'ettringite se développe à partir d'une source de soufre aux dépens des hydrates du ciment. Les sources de soufre sont :

- soit internes : remobilisation des sulfates de la matrice cimentaire, altération de minéraux présents dans les granulats (pyrite)
- soit externes : transferts des sulfates des eaux souterraines, des sols...

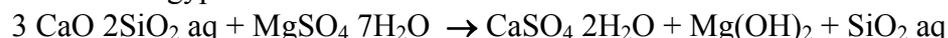
En plus de la formation d'ettringite, il peut se développer divers composés soufrés à partir des sulfures et des sulfates entre autres de sodium et de magnésium par réaction avec les hydrates des ciments. Par exemple :

- formation de gypse avec de la portlandite

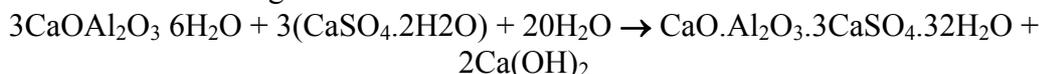


La dégradation de la pyrite avec formation d'hydroxyde de fer et de gypse s'accompagne d'une augmentation de volume des minéraux de 170 %^[61].

- formation de gypse avec des C-S-H



- formation d'ettringite avec des C-A-H



- formation de thaumasite à partir de l'ettringite



La thaumasite est un minéral considéré comme résultant de la transformation de l'ettringite par substitution de l'alumine par de la silice et du carbonate. Pour d'autres auteurs^[62], l'ettringite et la thaumasite sont une solution solide. L'important dans la formation de la thaumasite est la source de silice qui provient des C-S-H. La formation de thaumasite s'accompagne de la fragilisation du ciment.

Dans le cas de l'ettringite, deux faciès de minéraux sont observés^[58] :

- l'ettringite bien cristallisée de forme aciculaire ; cette forme correspond à une ettringite qui précipite à partir de la solution interstitielle faiblement saturée dans la porosité du béton.
- l'ettringite massive. Ce faciès représente une ettringite mal cristallisée qui résulte d'une précipitation rapide dans des conditions de sursaturation.

Il existe des stades intermédiaires entre ces deux faciès avec l'ettringite comprimée, celle orientée et celle en paquet ^[63].

Dans les ouvrages en bétons, il semble que seuls les faciès comprimés et massifs soient responsables des déformations des matériaux ^[58].

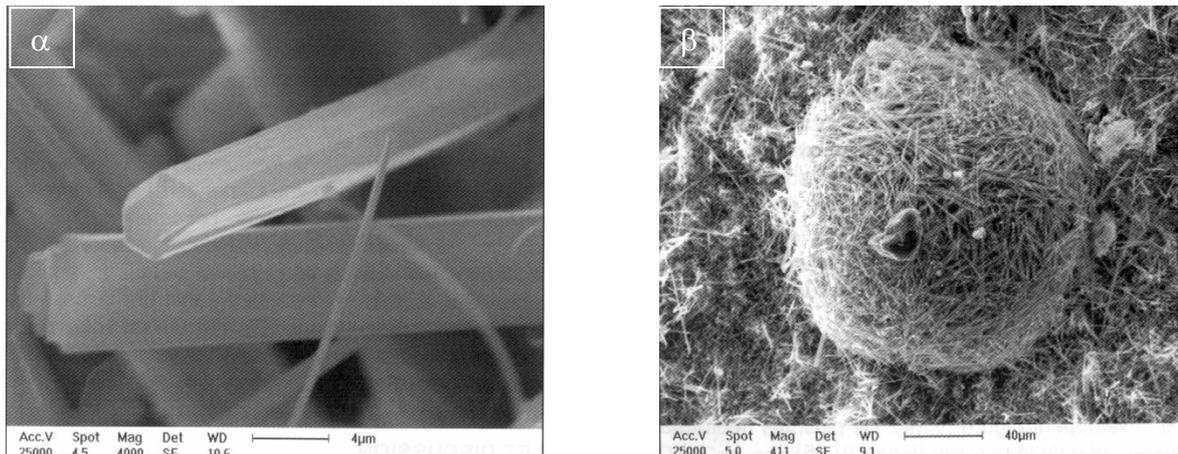


Figure 2-15 : Observation au MEB d'aiguilles d'ettringite bien cristallisées s'étant développées dans des bétons ^[58]

α : détail d'une aiguille d'ettringite

β : bulle d'air entraînée tapissée d'aiguilles d'ettringite

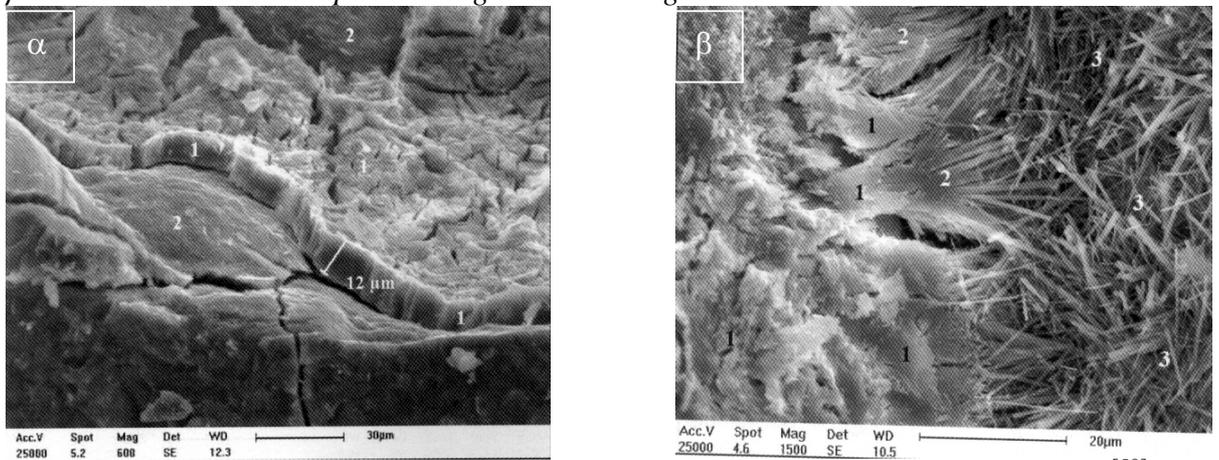


Figure 2-16 : Observation au MEB d'ettringite massive développée dans des bétons ^[58]

α : ettringite mal cristallisée (1) développée entre la pâte de ciment (2) et le granulat

β : différentes formes d'ettringite : massive (1), comprimée (2) et en aiguille (3)

Afin d'expliquer le gonflement et la fissuration des matériaux cimentaires avec le développement de l'ettringite, trois théories sont admises, il s'agit :

- de l'adsorption d'eau par l'ettringite colloïdale ^[64]. La présence de portlandite perturbe la cristallisation de l'ettringite. Le gel formé s'expande, suite à l'adsorption d'eau.
- de la pression de cristallisation ^[65]. La croissance des cristaux agit comme « un vérin » qui écarte les surfaces de la cavité où se développe le minéral. En effet, la

pression de cristallisation sur les faces croissantes du cristal est liée aux conditions de sursaturation du milieu.

La pression ainsi créée peut atteindre des valeurs théoriques bien supérieures à la résistance en traction des bétons (3 à 6 MPa) :

- 70 MPa ^[65]
 - 240 MPa ^[66]
 - 350 MPa ^[67]
- de la répulsion électrostatique ^[68]. Les particules colloïdales d'ettringite sont chargées négativement, les ions alcalins servent à compenser ces charges superficielles et à annuler les forces électrostatiques. Si la teneur en alcalin diminue au sein de l'ettringite colloïdale, les forces de répulsion électrostatique prédominent sur les forces d'attraction (Van Der Waals). Une expansion en résulte.

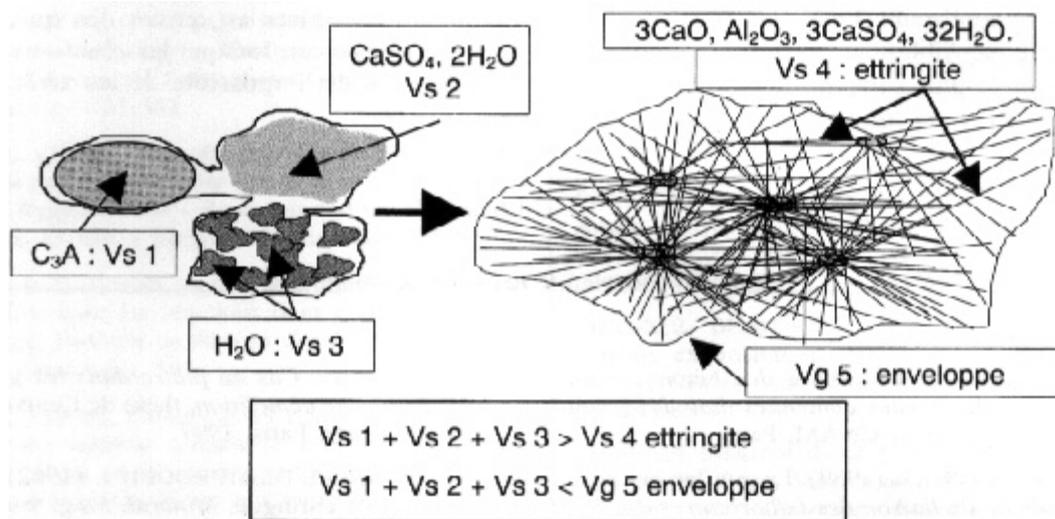


Figure 2-17 : Importance du volume enveloppe de l'ettringite ^[51]

Divers facteurs favorisent la croissance d'ettringite secondaire dans le cas des bétons :

- teneurs en Al_2O_3 du ciment et en SO_3 des granulats ^[58]
- concentration en éléments alcalins ^[69]
- une température de cure trop élevée qui modifie la stabilité de l'ettringite ^[58]
- un degré d'humidité relativement élevé.

Afin de réduire le risque de formation d'ettringite différée (oxydation de la pyrite), la norme NF P 18-540 ^[70] limite la teneur en soufre total des granulats pour bétons à 1 % en masse. Exprimé en sulfate (SO_3), il correspond à une teneur de 2,5 %.

2.3.3.3 Cas des sols

Lors du traitement des sols, la réaction sulfatique se produit quelques jours à quelques semaines après la réalisation du traitement.

Les composés formés dans le cas des sols sont l'ettringite et la thaumasite.

Les éléments chimiques nécessaires à la formation de ces minéraux proviennent soit du sol soit des liants.

Le soufre en excès peut provenir du sol :

- sols sulfatés (gisement de gypse, sebkra, altération de marnes pyriteuses, ...)
- eaux séléniteuses (nappes souterraines, eaux de ruissellement)
- sols pyriteux (marnes pyriteuses, schistes métamorphiques)
- sols pollués par des déchets de plâtre

□ sols pollués par des produits phytosanitaires.

L'alumine a deux origines possibles ^[51 et 54] :

□ les liants hydrauliques, on parle de l'attaque de type I

□ les argiles via la réaction pouzzolanique, on parle d'attaque de type II

L'apport d'alumine par les argiles est une source qui ne doit pas être sous-estimée car elle explique l'origine des perturbations rencontrées lors de la stabilisation avec des liants hydrauliques résistant à la réaction sulfatique.

Pour la formation de thaumasite, l'apport de silice soluble peut provenir des hydrates du ciment ou du sol via la réaction pouzzolanique et des sols qui contiennent des ions carbonate en solution.

a) Influence du soufre

Lorsque le soufre est présent dans les minéraux, il faut tenir compte de la solubilité de chacun des minéraux susceptibles d'apporter du soufre et de leur cinétique de dissolution elle-même liée à la taille des grains donc à la surface spécifique.

composés chimiques	taux de solubilité en g/l (20 °C)
gypse ; $\text{CaSO}_4(\text{H}_2\text{O})_2$	2,4
hémihydrate ; $\text{CaSO}_4(\text{H}_2\text{O})$	9
anhydrite ; CaSO_4	2
sulfate de sodium ; NaSO_4	100

Tableau 2-1 : Taux de solubilité de certains composés sulfatés

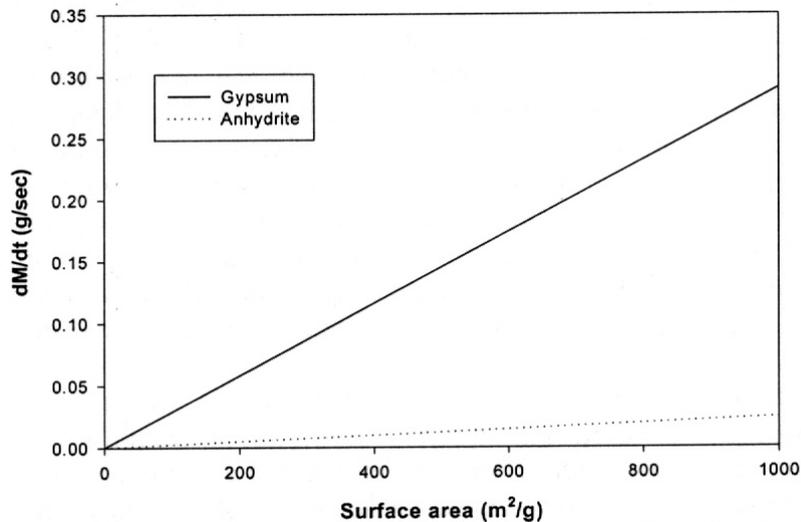


Figure 2-18 : Cinétique de solubilisation de sulfates de calcium en fonction de la taille des minéraux ^[54]

Les perturbations apparaissent plus rapidement avec des minéraux de petites tailles (quelques microns) et ayant une solubilité élevée donc une réactivité élevée.

De nombreux auteurs ont proposé des seuils de teneur en sulfates afin de se prémunir des perturbations. Ces seuils diffèrent d'une publication à l'autre en fonction de la nature du composé soufré et du mode de dosage en sulfates. Nous pouvons retenir les valeurs proposées dans le tableau 2-2. Ces valeurs montrent que le seuil de teneur en sulfate est relativement faible : moins de 1 % de sulfate. Cette teneur suffit à engendrer des perturbations.

Cette notion de seuil est considérée comme une valeur moyenne représentant un matériau préalablement homogénéisé. Or les variations géologiques au sein d'un déblai peuvent provoquer des enrichissements locaux non détectés ^[51, 47 et 52].

	valeurs des seuils
Specification for Highway Works 5 ^{ème} edition ^[70]	1 % pour tous les sols excepté les sols cohésif 0,25 %
Toubeau ^[71]	≈ 0,2 %
Thomas et al. ^[72]	0,3 %
Perrin ^[73]	0,3 %
Mitchell et al. ^[74]	0,3 %
Petry ^[75]	0,2 % => gonflement potentiel > 1 % => risque important
Smith ^[76]	1 %
McCalister ^[77]	0,01 à 0,5 % risque faible à modéré 0,5 à 1,2 % risque modéré à sérieux > 1,2 % risque très sérieux
Orsetti ^[51]	< 0,5 % risque nul 0,5 à 0,7 % risque existe > 0,7 % risque important
Technical memorandum de National lime association ^[80]	< 0,3 % potentiel de perturbation faible 0,3 à 0,5 % potentiel modéré 0,5 à 0,8 % potentiel modéré à fort > 0,8 % potentiel fort (inacceptable)
Baryla ^[47]	≤ 0,1 % adapté 0,1 à 0,75 % douteux > 0,75 % inadapté

Tableau 2-2 : Différents seuils de teneur en soufre exprimés en sulfates (SO₃)

b) Influence des argiles

Les argiles sont une source potentielle importante en alumine pour la réaction pouzzolanique. La nature et la teneur en argiles sont donc des paramètres à prendre en compte dans la formation de l'ettringite. En effet, la proportion d'alumine libérable est fonction :

- du type d'argiles, les smectites sont connues pour libérer plus d'alumine que la kaolinite ^[64 et 30]
- de la teneur en argiles du sol. Une faible proportion d'argiles d'une dizaine de pour cent suffit à favoriser la formation d'ettringite ^[80 et 81].

2.3.3.4 Comment y remédier ou s'en prémunir ?

À la suite des perturbations rencontrées sur les chantiers, des essais de caractérisation des sols ont été développés ainsi que des adaptations des formulations et des techniques de traitement.

a) Essais de caractérisation

L'objectif de ces essais est de pouvoir rapidement identifier des sols présentant un risque important de perturbations.

La norme NF P 94-100 ^[42] permet d'évaluer l'aptitude d'un sol au traitement à travers la mesure du gonflement volumique et de la résistance par fendage après accélération des phénomènes de prise. Cet essai est utilisé lors de l'étude géotechnique préalable au chantier. Les modalités de conservation des éprouvettes de sols traités (cure à 40°C et immergée pendant une semaine) assurent l'accélération de la cinétique de la réaction pouzzolanique. Un abaque a été développé à partir des résultats. Des seuils ont été définis en fonction des exigences techniques sur les chantiers (taux de gonflement et résistance en fendage).

D'autres essais sont utilisés afin de quantifier et de vérifier la présence de perturbations pouvant être en relation avec le soufre. Il s'agit plus particulièrement d'essais mesurant le gonflement linéaire et/ou des résistances mécaniques :

- allongement linéaire sur des éprouvettes prismatiques ou cylindriques ^[71 et 83]
- Rci/Rc à 60 jours ^[8]

b) Adaptation du traitement

Face à un problème de perturbations postérieur à la réalisation de la couche de forme en sol traité, le retraitement est une solution envisageable en parallèle au remplacement par un autre matériau. En effet, si l'ettringite ou la thaumasite formées ont consommé la totalité du soufre disponible, ce matériau devient alors stabilisable efficacement avec un nouvel apport de liant. Cette technique nécessite de remalaxer les matériaux de la plate-forme. Du fait de l'hétérogénéité des perturbations laissant des zones correctement stabilisées, il arrive que le remalaxage soit difficile ^[47]. Cette technique nécessite que tout le soufre présent dans le sol ait réagi.

L'adaptation de la formulation est aussi une solution envisageable. Deux formulations de traitement donnent des résultats intéressants. Ces formulations sont basées sur deux approches différentes :

- la première recherche à minimiser la formation d'ettringite
- la seconde recherche à la favoriser.

La première consiste à utiliser des liants hydrauliques pauvres en chaux ou consommant la chaux. Ce sont des liants tels que des ciments à base de laitier, de cendre volante ou de fumée de silice ^[47, 81 et 82]. La stabilisation avec une base pauvre en chaux réduit le développement de l'ettringite. Le traitement au laitier semble efficace dans le cas de la stabilisation de sols argileux ayant des teneurs en sulfates (SO₃) de l'ordre de 1 % ^[annexe 1 et 81].

La seconde prescrit l'utilisation de la chaux afin de favoriser l'attaque de type II. L'ettringite se développe aux dépens des argiles. La chaux est alors appliquée en deux fois. La première application provoque la formation de l'ettringite et la seconde la stabilisation du sol. Cette technique nécessite de travailler avec un sol très humide correspondant à une teneur en eau de 3 à 5 % au dessus de l'optimum afin que la dissolution des argiles par réaction pouzzolanique s'effectue ; un délai de quelques jours est nécessaire avant d'effectuer la seconde application de chaux. La National Lime Association ^[78] préconise cette technique de traitement pour des sols ayant une teneur en sulfates (SO₃) inférieure à 0,8 %.

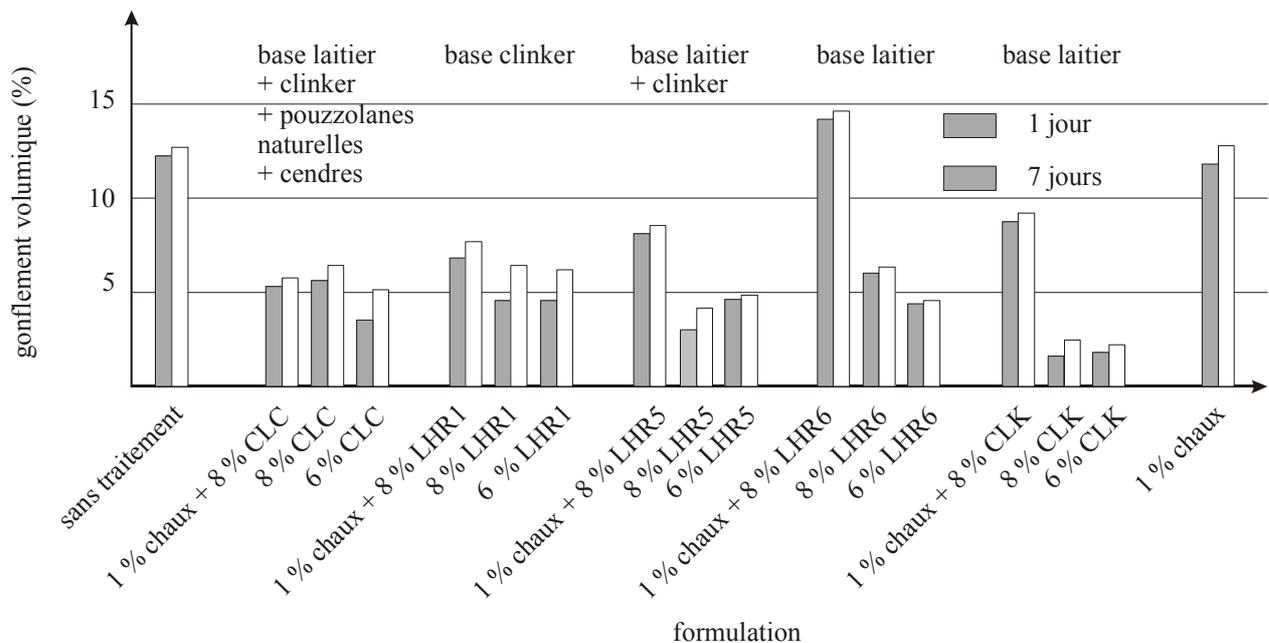


Figure 2-19 : Influence de la nature du liant et de la formulation de traitement sur le gonflement volumique de marnes pyriteuses selon le protocole de la norme NF P 94-100

2.3.3.5 Conclusion et problématique de la recherche sur le soufre

La réaction sulfatique induit des perturbations dans les matériaux cimentaires. Les sols traités ne font pas exception. Des minéraux expansifs (ettringite et thaumasite) se développent à partir des aluminates du ciment et des argiles et de sources de soufre présents dans les sols. Afin de cerner le risque d'apparition des perturbations liées au soufre sur les chantiers, on peut adopter deux approches :

- une caractérisation chimique avec le dosage du soufre. Les données bibliographiques indiquent le développement de gonflements importants qui apparaissent avec des teneurs inférieures à 1 % de sulfates. Ces teneurs varient d'un auteur à un autre en fonction de l'essai effectué, de la technique de dosage, du sol et de la formulation de traitement.
- une évaluation des conséquences. Différents essais permettent de mettre en lumière les perturbations dues au soufre. En général, ils consistent en une cure immergée des sols après traitement.

2.3.4 Perturbation de la prise attribuée aux composés azotés

Aucun des rapports techniques consultés ne citent de cas de perturbation attribuables à un composé azoté. Cependant dans le cadre du traitement des sols, les composés azotés sont signalés comme retardateurs voire inhibiteurs de la prise^[8].

L'étude bibliographique nous permet d'envisager ces perturbations et de présumer des mécanismes d'action des composés azotés avec les liants introduits.

2.3.4.1 Effet des composés azotés sur les ciments et bétons

a) Produits fertilisants

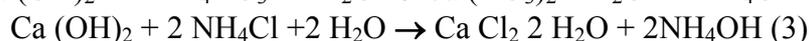
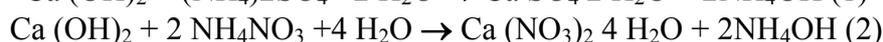
Les composés azotés ne sont pas présents dans les ciments. La présence de ces composés dans les sols résulte de leur utilisation dans des domaines liés à l'agriculture et plus particulièrement celui des agents de fertilisation.

Les détériorations engendrées par ces composés conduisent à la fragilisation des structures en béton ainsi qu'au développement de fissures^[83 et 84].

Cette fragilisation résulte de l'attaque chimique du ciment par des sels d'ammonium : sulfate d'ammonium, chlorure d'ammonium et nitrate d'ammonium. Ces sels agissent sur les ciments selon les mécanismes d'une réaction acido-basique.

Les mécanismes^[83] de ces réactions sont les suivants :

- action des sels d'ammonium sur la portlandite



- formation d'ammoniac



- action des anions des sels d'ammonium sur les aluminates calciques hydratés



Ces réactions sont limitées par la solubilité (à 20 °C) des composés calciques formés^[83 et 85] : sulfate (2,4 g/l), nitrate (1 212 g/l) et chlorure (745 g/l). Seul le sulfate a une solubilité faible qui favorise donc la cristallisation de l'ettringite. Les autres composés peuvent se développer lorsque la teneur en eau du matériau est faible ou si les teneurs en nitrates sont exceptionnellement fortes dans le milieu. La solubilité importante du nitrate de calcium permet une teneur en calcium importante dans la phase aqueuse^[86].

Ces réactions chimiques expliquent qu'en plus de la décomposition du ciment, il se forme des fissures. En effet, cette formation est liée au développement d'hydrates sulfo/nitro/chloro-calciques. L'ettringite est connue pour être expansive (paragraphe 2.3.3). Selon les auteurs, les minéraux à base de chlore ou de nitrate sont eux-mêmes considérés comme expansifs ou comme précurseurs de l'ettringite.

b) Agent chimique

L'attaque chimique par le nitrate d'ammonium a été utilisée afin d'étudier l'altération des propriétés mécaniques des matériaux cimentaires^[87 et 88]. Le nitrate d'ammonium a permis d'étudier la mise en solution de la portlandite et la décalcification progressive des C-S-H en milieu acide (pH = 4,5). Cette attaque peut s'accompagner de la formation du nitro-aluminate de calcium si les conditions de pH (basique) et d'hygrométrie (faible) le permettent.

Les composés azotés ont des degrés d'agressivité différents selon leur nature [89 et 90] :

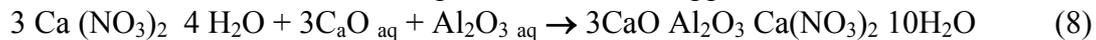
- les acides sont les plus nocifs ; il s'agit de l'acide nitrique
- les nitrates de calcium et de sodium sont moins nocifs pour les bétons

2.3.4.2 Effet des composés azotés lors de la stabilisation des sols

Dans les sols, l'azote se présente sous la forme d'ions ammonium et nitrate.

À la lumière de ce qui précède, nous pouvons proposer un scénario permettant de comprendre la perturbation de la stabilisation des sols en présence de nitrate d'ammonium (engrais) :

- une réaction acido-basique intervient entre l'ion ammonium et la chaux selon les réactions 2 et 4. Elle se traduit par le dégagement d'ammoniac. Cette réaction se poursuit jusqu'à la disparition de tous les ions ammonium. La prise du ciment peut ensuite s'effectuer.
- l'ion nitrate favorise la stabilité en solution de l'ion calcium
- l'ion nitrate intervient si les conditions de pH et de saturation du milieu le permettent. Le nitro-aluminate de calcium peut alors se développer.



Faute de données relatives aux éventuelles perturbations sur chantier, on peut penser que la présence de nitrate d'ammonium dans le sol puisse entraîner les perturbations suivantes lors de la stabilisation :

- des retards de prise dus à la réaction (4)
- des gonflements et/ou une fissuration dus à la réaction (8).

En ce qui concerne le retard de prise, il semble que le chaulage du sol soit une technique permettant de neutraliser l'ammonium. Le suivi de la réaction peut-être effectué par le dégagement d'ammoniac.

Pour le nitrate, une étude géotechnique peut être effectuée comprenant des essais sur des éprouvettes préalablement séchées. En effet, si les conditions hydriques au sein de la couche de forme sont maintenues à la teneur en eau de confection, la formation du nitro-aluminate de calcium semble peu probable.

2.3.4.3 Conclusion

Dans le cas de perturbations attribuables à l'azote, les problèmes peuvent résulter d'interactions physico-chimiques entre les liants et deux composés azotés (l'ion nitrate et l'ion ammonium). Ces composés réagissent avec les liants pour former de nouveaux composés chimiques.

2.3.5 Perturbation de la prise attribuée au phosphate

Les rapports techniques consultés n'ont pas fait état de cas de sols stabilisés perturbés par la présence de phosphates. Cependant les phosphates sont réputés nuisibles pour la stabilisation à la chaux et/ou aux liants hydrauliques. Le GTS ^[8] signale qu'ils sont retardateurs voire inhibiteurs de la prise.

L'étude bibliographique confirme cet effet nuisible et permet de mieux comprendre les phénomènes physico-chimiques concernés. Nous présentons ici un résumé explicatif de l'action des phosphates lors de la stabilisation des sols.

2.3.5.1 Stabilisation des sols grâce aux phosphates

L'acide phosphorique (H_3PO_4) est utilisé comme agent chimique pour la stabilisation des sols. Il provoque la consolidation et la stabilisation des matériaux argileux.

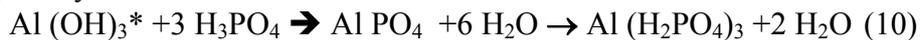
L'ajout d'acide phosphorique modifie immédiatement le comportement des argiles ^[91]. Cet acide permet d'agglomérer les particules d'argiles. À plus long terme, un phosphate d'alumine se forme à partir de l'alumine des argiles solubilisée en pH acide (pH = 3). Ce composé sert d'agent de cimentation.

Différentes réactions chimiques sont proposées selon les auteurs :

- d'après Bize ^[92]



- d'après Lyons ^[93] et Brosheer ^[94]



D'autres phosphates (phosphates tricalciques, phosphates de calcium mono et di-hydrogénés ...) peuvent être utilisés pour stabiliser les argiles. L'ajout d'un acide peut être nécessaire afin de dissoudre le phosphate. Ces phosphates conduisent à la formation de composés alumineux de type : $Al(OH)_2 H_2PO_4, n H_2O$ ^[95].

Cette technique de stabilisation n'est pas classique car des perturbations peuvent apparaître lors de la stabilisation des sols carbonatés. En effet, la présence de calcite, en très faible teneur, provoque une diminution des résistances mécaniques. Ainsi pour un dosage à 7,5 % d'acide phosphorique et après 7 jours de cure, les résistances diminuent de 1,7 MPa à 0,5 MPa en présence de 0,5 % de calcite ^[95]. Cette diminution des résistances mécaniques est due à la formation de phosphates de calcium, comme expliqué ci-dessous, qui consomment la chaux.

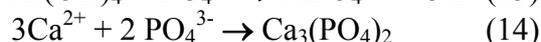
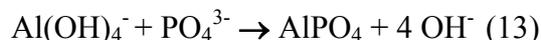
2.3.5.2 Effet des phosphates sur la chaux et les liants hydrauliques

Les eaux usées industrielles et municipales sont riches en phosphates solubles. Ces derniers provoquent l'eutrophisation des rivières. Des techniques de traitement des eaux usées sont donc développées afin de piéger les ions phosphate. Deux d'entre elles, nous intéressent. Il s'agit de l'utilisation de chaux et de ciment. Ces techniques sont basées sur la formation de composés phosphatés insolubles :

- formation d'apatite avec la chaux ^[96]



- formation de phosphates d'alumine ou tricalciques insolubles et cristallisés avec des bétons concassés ^[97, 98 et 99]



* $Al(OH)_3$ correspond à de l'alumine libérée par les silico-aluminates (argiles)

Dans le domaine des adjuvants pour bétons, les phosphates sont utilisés comme retardateurs de prise ^[100 et 101]. L'action retardatrice des composés organo-phosphatés est liée à la formation de complexes ^[102]. Il s'agit de monophosphate de calcium $[\text{Ca} (\text{H}_2\text{PO}_4)_2]$ et divers phosphates de sodium ^[100 et 103].

Dans le cas de ciments alumineux ^[103], la prise de l'aluminate est perturbée par la présence de composés phosphatés sodés (5 %). Selon la nature du composé phosphaté, le retard peut se transformer en inhibition. Le mécanisme de retard de la prise hydraulique est le suivant :

- la formation d'un précipité de phosphate tricalcique non cristallisé jusqu'à consommation des phosphates solubles
- une fois le phosphate éliminé, le système évolue vers la formation des aluminates calciques hydratés.

Les retards de prises provoqués par les phosphates sont réduits par l'ajout de chaux dans l'eau de gâchage du ciment.

2.3.5.3 Effet des phosphates lors de la stabilisation des sols à la chaux et aux liants hydrauliques

Dans le cas des sols, le phosphate est un composé présent au sein du sol naturel :

- sous forme organique au sein des matières organiques en décomposition et des complexes avec les substances humiques
- sous forme piégée, adsorbé par les surfaces des minéraux argileux, oxydes et hydroxydes de fer et d'aluminium
- sous forme d'engrais : acide phosphorique H_3PO_4 et composés ammono-phosphatés $[(\text{NH}_4)_2 \text{HPO}_4 \text{ et } (\text{NH}_4)_3 \text{PO}_4]$ ^[104].

Dans les conditions physico-chimiques naturelles les constituants du sol sont en équilibre : l'acide phosphorique et les composés ammono-phosphatés apportés par les engrais permettent une floculation des argiles et une stabilité des minéraux.

L'introduction de la chaux et/ou des liants hydrauliques lors de la stabilisation modifie ces conditions physico-chimiques. Dans ces nouvelles conditions, les phosphates instables vont réagir avec l'ion calcium pour former des phosphates de calcium insolubles et peut-être un phosphate d'alumine.

À partir de l'analyse bibliographique, nous pouvons imaginer un mécanisme de perturbation du traitement par les phosphates :

- neutralisation de la chaux et/ou le ciment par les acides
- formation d'un précipité de phosphate avec les ions calcium et aluminium.

2.3.5.4 Conclusion

Les phosphates peuvent perturber le traitement des sols. Il peut se développer de nouveaux minéraux tels que l'apatite et les phosphates tricalciques par interaction entre les phosphates et les liants.

2.3.6 Perturbation de la prise attribuée aux matières organiques

Les matières organiques sont identifiées comme perturbatrices de la prise des ciments. À ce titre, elles interviennent donc aussi comme agents perturbateurs de la stabilisation des sols.

2.3.6.1 Effets des matières organiques

Les matières organiques agissent aussi bien sur la chaux que sur les ciments. Ces substances sont introduites :

- par les granulats ou les sols lors de la confection des matériaux cimentaires
- par le milieu environnant au cours de l'utilisation de la structure.

Lors de la stabilisation des sols à la chaux, les matières organiques provoquent :

- une perturbation de l'action initiale de la chaux sur les argiles (floculation et CEC). En effet, les substances organiques sont elles-même floculées et leur capacité d'échange cationique doit être saturée par la chaux pour ne plus concurrencer la floculation des argiles et la réaction pouzzolanique ^[105 et 106].
- une inhibition de la réaction pouzzolanique ^[8].

Sur les ciments, les matières organiques provoquent :

- un retard de la prise. Ce retard traduit une interférence entre ces substances et les réactions chimiques se déroulant au cours de l'hydratation des ciments. Une fois la prise hydraulique effectuée, le durcissement du composite peut ensuite se dérouler normalement ^[107, 108, 109 et 110]
- une inhibition de la prise. Selon les composés organiques, l'interférence avec les réactions d'hydratation des ciments peut stopper ces réactions. Aucun durcissement du ciment ne peut alors se développer. ^[110, 108, 111, 112 et 69]
- une fragilisation due à la dégradation du matériau en milieu agressif. Cette perturbation concerne plus particulièrement les structures de stockage en béton. Les acides organiques provoquent la dégradation des caractéristiques mécaniques du ciment ^[90 et 89].

2.3.6.2 Caractérisation des matières organiques

a) Caractérisation indirecte des matières organiques

Dans le domaine des bétons, différentes techniques servent à démontrer et à quantifier les effets des matières organiques. Elles sont basées sur des propriétés d'usage des ciments ainsi que sur des dosages chimiques.

Dans le cas des granulats, il faut se reporter à la norme NF EN 1744-1 ^[113]. Si l'on veut vérifier l'aptitude d'un sable, cette norme recommande de comparer les caractéristiques mécaniques et de temps de début de prise de mortiers confectionnés avec deux échantillons d'un même granulat dont l'un est préalablement traité thermiquement (480 °C pendant 3 h) ou bien lavé (ASTM C 87-83) ^[114] pour éliminer les matières organiques.

Dans le cas des sols, il n'existe pas d'essai spécifique permettant de démontrer les effets des matières organiques. Les essais mécaniques en compression simple ainsi que l'essai d'évaluation de l'aptitude d'un sol au traitement permettent d'observer l'existence d'un problème mais ne permettent pas d'en connaître l'origine ^[25 et 109].

b) Caractérisation directe des matières organiques

Ces essais géotechniques sont indirects car le terme de matières organiques recouvre de nombreux composés qui interagissent plus ou moins avec les liants ^[108 et 110]. Dans le cas du

traitement des sols, les substances perturbatrices de la stabilisation sont des dérivées ligneux des végétaux. Ces substances concernent plus particulièrement les substances humiques : acides humiques et fulviques ^[111, 112, 115 et 116]. D'autres substances telles que les sucres et les hémicelluloses ^[117 et 118] sont plus rarement rencontrées dans les sols. En effet, il s'agit de composés rapidement biodégradables qui sont surtout présents au sein de la couche de terre végétale (1^{er} mètre) ^[11 et 25].

Le seuil de teneur en substances humiques conduisant à une inhibition de la prise des liants hydrauliques (traitement avec 20 % de laitier) est de l'ordre de 0,2 % ^[111 et 112].

Un autre seuil est proposé par Vénuat ^[25] : « fixant faute de mieux à 2 % la limite à ne pas dépasser pour le traitement d'un sol ». Cette limite correspond à une teneur en matières organiques totale. Kujala ^[119] propose un seuil en humus de l'ordre de 2 % pour des retards de prise et de 3,5 % pour une inhibition. Tremblay ^[28] indique comme limite de stabilisation une teneur de 3 % en matières organiques. Little ^[120] indique que des difficultés peuvent survenir à partir de 1 % de matières organiques.

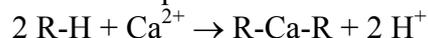
Ces différents travaux mettent en lumière l'existence de degrés différents de perturbations selon la teneur et la nature des matières organiques. Divers tests existent permettant d'identifier et de quantifier leur présence :

- en ce qui concerne les matières organiques, au moyen d'oxydation :
 - par l'eau oxygénée
 - par le dichromate de potassium (NF P 94-055) ^[121] ou le permanganate de potassium ^[122]
 - par calcination (50-450 °C) (NF P 94-057) ^[123]
- en ce qui concerne les substances humiques, au moyen
 - de la colorimétrie (NF EN 1744-1) ^[113],
 - d'un dosage chimique ^[113], par spectrophotométrie UV ^[12 et 124] ou par spectrométrie infra-rouge ^[12].

2.3.6.3 Mécanismes de perturbation de la prise des liants hydrauliques

Deux mécanismes expliquent les effets retardateurs ou inhibiteurs de la prise par les matières organiques :

- formation de complexes avec l'ion calcium ^[110, 125, 105, et 12]. Des complexes se forment avec l'ion calcium et les groupes fonctionnels hydroxyle, carboxyle, amine, benzénique. De plus, cette formation libère des protons susceptibles d'acidifier le milieu en neutralisant l'action basique des liants. Selon une réaction du type :



- formation de barrières physiques modifiant la croissance et/ou la morphologie des cristaux ^[59 et 110]. Rey ^[105] propose pour expliquer cette propriété « les très fortes propriétés tensioactives et complexantes de ces polymères, associées à leur très grande surface spécifique font qu'ils interviennent physiquement à la surface des grains anhydres du ciment. Ils empêchent que l'hydratation se déroule normalement ». Cet effet est renforcé par leur hydrophilie qui leur permet de piéger l'eau au sein d'un gel.

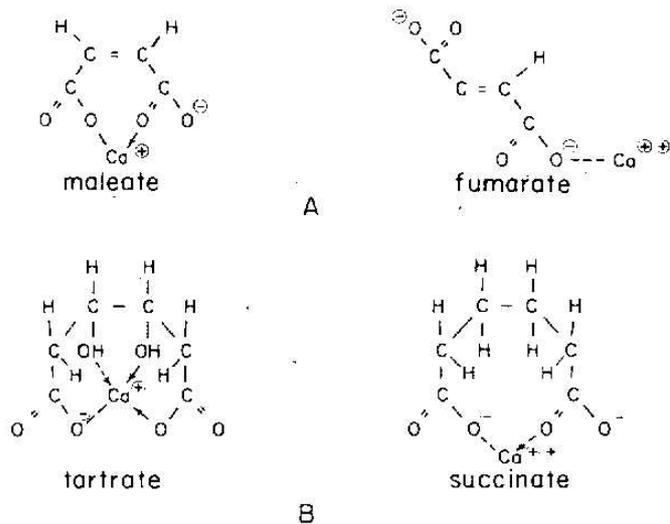


Figure 2-20 : Schémas de complexe organo-calcique ^[110]

Les composés présentés ici sont responsables d'importants retards de prise.

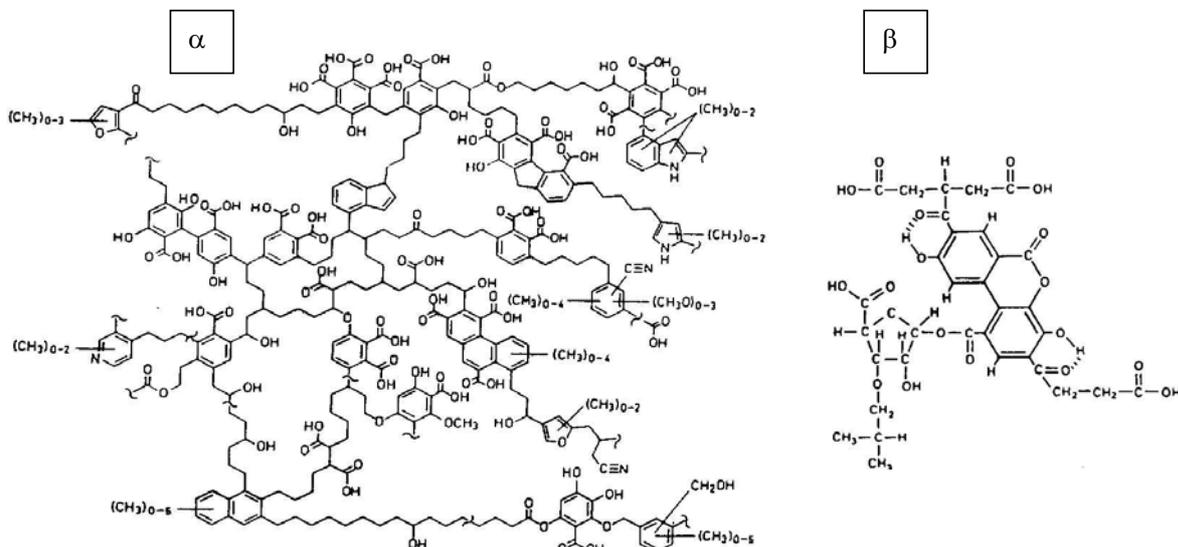


Figure 2-21 : Exemple de modèle de structure chimique de substances humiques

a : structure supposée d'un acide humique ^[126]

b : structure supposée d'un acide fulvique ^[127]

Chacun des groupements fonctionnels hydroxyle (OH), carboxyle (COOH), amine (CN), benzénique (cycle aromatique) est susceptible de réagir avec les ions calcium pour former des complexes. Chacun des complexes ainsi formés libère alors un proton qui neutralise un groupement hydroxyle.

2.3.6.4 Remédier et contrôler les effets des substances organiques

Les conséquences de la présence de matières organiques dans les matériaux cimentaires peuvent être souhaitées ou atténuées.

Ces matières organiques peuvent être des adjuvants introduits pour modifier la rhéologie des pâtes et des caractéristiques mécaniques des matériaux cimentaires ^[25, 57 et 58]. Les effets des adjuvants sont alors connus et contrôlés via la formulation ^[128].

Dans le cas des matériaux riches en matières organiques (vases, sols), leurs effets ne peuvent pas être prévus avant l'étude géotechnique. Cependant si un sol est réputé riche en matières organiques, il est envisageable de réduire leurs effets retardateurs par l'ajout d'un agent chimique accélérateur de prise. Il est généralement conseillé d'utiliser préalablement un traitement soit à la chaux soit au chlorure de calcium ^[108, 109 et 105].

Dans le cas des vases, l'utilisation de liants hydrauliques aux propriétés pouzzolaniques permettent la formation à long terme d'une cimentation remplaçant les liaisons organo-minérales assurées par les substances humiques ^[105].

2.3.6.5 Conclusion

Les matières organiques sont des constituants naturels des sols. Leurs effets sont de retarder voire d'inhiber la stabilisation. Les mécanismes des perturbations sont liés aux groupements fonctionnels qu'ils contiennent. Dans le cas du traitement des sols, les essais de caractérisations normalisés prescrits sont difficilement réalisables sur les chantiers.

2.4 Conclusion

La recherche bibliographique nous a amenés à consulter la documentation concernant la thématique du traitement des sols à la chaux et aux liants hydrauliques. Dans bien des cas, la documentation spécifique du domaine de la stabilisation des sols en géotechnique routière est insuffisante. Un seul cas de traitement inefficace de sols sur un chantier a été présenté par Baryla ^[47]. D'une manière générale ces publications concernent des avancées techniques dans le mode de traitement plutôt que des analyses d'échecs de stabilisation.

Afin d'identifier les difficultés de traitement nous avons dû élargir notre recherche à des domaines bien différents qui utilisent aussi la chaux et les liants hydrauliques :

- l'industrie cimentaire
- la construction en terre
- la valorisation des déchets industriels
- la fabrication des briques

La synthèse des données bibliographiques est rendue difficile du fait de la diversité des liants, de la formulation et des caractéristiques mécaniques et physiques souhaités. La nature du liant varie selon le domaine étudié :

- la chaux utilisée est une chaux calcique. Les teneurs peuvent être faibles (pour la floculation ou une saturation de la CEC) ou fortes (pour une action pouzzolanique ou la minéralisation de la matière organique).
- le liant hydraulique peut être à base de clinker mais aussi, totalement ou partiellement, à base de pouzzolane. Les réactions avec les sols diffèrent selon la nature du composé de base. Ajoutons que les dosages changent selon l'emploi ce qui rend les cas étudiés difficilement généralisables.

Des problèmes de traitement se rencontrent dans chacun des domaines étudiés. Leur origine est attribuée à un agent perturbateur soit chimique soit minéralogique soit microstructural selon le cas.

Globalement, le mécanisme d'action de chaque agent perturbateur est plus ou moins bien connu. Dans le cas du traitement des sols à la chaux et aux liants hydrauliques, une difficulté apparaît qui est la détermination de la forme sous laquelle cet agent perturbateur est présent dans le sol. De même, il est sans doute nécessaire de distinguer dans la nocivité des argiles ce qui est dû à leur teneur, leur minéralogie et leur microstructure.

3 Démarche méthodologique

Le chapitre précédent, consacré à l'étude bibliographique, a montré que les perturbations des traitements des sols ont de nombreuses causes possibles. L'absence de démarche commune, la multiplicité des paramètres, les nombreuses interactions rendent difficile et hasardeuse toute généralisation. Pour pouvoir faire émerger de grandes tendances, il apparaît nécessaire d'adopter une méthodologie rigoureuse permettant de :

- **définir le plus précisément possible les caractéristiques des sols retenus**
Les caractéristiques géotechniques des sols étudiés sont indispensables à connaître mais doivent être complétées par une connaissance des caractéristiques minéralogique, chimique, microstructurale et granulométrique des sols.
- **comparer les sols traités entre eux**
Cette condition impose de choisir puis de fixer un mode de prélèvement et de préparation des échantillons ainsi qu'une formulation de traitement commune à tous les sols étudiés.
- **fixer et maîtriser les caractéristiques initiales des sols**
Une façon simple de procéder serait de partir d'un sol modèle « reconstitué » que l'on ferait évoluer par ajouts successifs d'agents perturbateurs.

Ces conditions préalables étant posées, un constat doit être fait : l'analyse bibliographique montre que les causes des perturbations se situent à l'échelle microscopique et les conséquences sont observables à l'échelle macroscopique. Nous avons choisi de nous appuyer sur cette double approche afin de comprendre les mécanismes de perturbation des sols stabilisés.

3.1 Approche multi-échelle

Tout l'intérêt mais aussi la difficulté de cette étude réside dans la volonté de relier les comportements sur chantier des sols traités à des mécanismes physico-chimiques qui se déroulent à l'échelle du minéral voire de la molécule. Les procédures et tests normalisés qui sont utilisés pour caractériser les sols et leurs traitements s'inscrivent dans une logique de résultat, en relation directe avec le chantier. Ces essais sont bien évidemment indispensables et constituent un préalable à toute étude en laboratoire. La majorité des tests normalisés apportent des données que l'on peut qualifier de macroscopique (du mètre au centimètre). Quelques tests usuels comme l'analyse granulométrique, la valeur de bleu, permettent d'aborder un domaine dimensionnel plus réduit (du millimètre au micromètre) mais l'information reste partielle.

Nous avons à notre disposition des outils analytiques de laboratoire qui permettent d'étendre le champ d'investigation et de favoriser l'établissement de relations entre les échelles microscopique et macroscopique. Certains de ces appareillages comme le M.E.B. (Microscope Electronique à Balayage), la diffraction de rayons X et l'A.T.D. (Analyse Thermique Différentielle) sont des outils qui sont considérés comme classiques. L'étude des sols et de leur microstructure a nécessité, d'une part, de développer des protocoles expérimentaux spécifiques (lyophilisation) et d'autre part, d'utiliser des outils de mesure originaux (appareil Rochart de micropénétration). Ces points vont être détaillés dans les paragraphes suivants.

L'ensemble de ces méthodes de caractérisation est repris schématiquement dans la figure 3-1 ci-dessous.

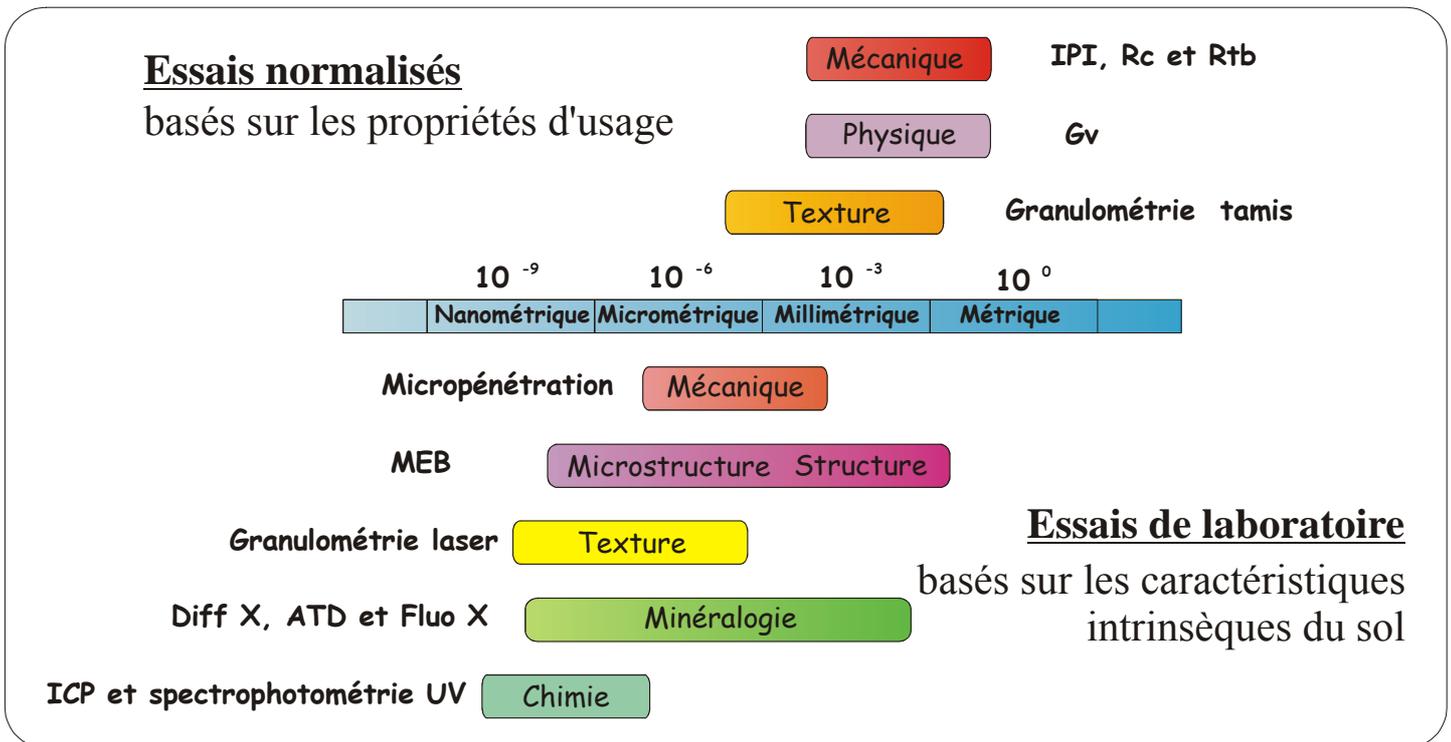


Figure 3-1: caractérisation des sols basée sur une approche multi-échelle

3.1.1 Essais géotechniques normalisés

Ces essais regroupent une grande partie des essais recommandés par le GTS pour la détermination de l'aptitude d'un sol au traitement en vue de la réalisation d'une couche de forme. Ce travail est habituellement mené de manière progressive : chaque étape peut aboutir à déclarer un sol inapte. Nous avons réalisé ici l'ensemble des essais de caractérisation du sol du point de vue minéralogique, textural et mécanique sans privilégier une étape. Seuls les essais de durabilité n'ont pas été effectués. Le chapitre 4 présente les résultats obtenus pour chacun des sols sélectionnés pour l'étude.

3.1.2 Essais de laboratoire

La nécessité d'accéder à des échelles plus fines implique l'utilisation de matériel de laboratoire pour caractériser :

- **le comportement mécanique.** Il s'agit d'obtenir des données mécaniques directement à l'échelle des grumeaux et de leur interaction avec le liant. Nous avons utilisé pour cela un essai développé pour la caractérisation des « cuttings » de forage : l'essai Rochart ou essai de micropénétration ^[129] (annexe 3).
- **la granulométrie.** La granulométrie laser a permis de compléter les données géotechniques dans le domaine des fines ($\varnothing < 80 \mu\text{m}$). L'appareil utilisé est le granulomètre LS 230 de Coulter.(annexe 3)
- **la microstructure.** Les sols avant et après traitement sont observés à plusieurs échelles, par microscopie optique et microscopie électronique à balayage (M.E.B.). Le MEB utilisé est le JSM 35 CF de JEOL. Pour observer les sols à l'état sec sans que le

séchage ne modifie la microstructure, nous avons recouru à la déshydratation par lyophilisation (annexe 3).

- **la minéralogie.** Puisque certains minéraux sont susceptibles de perturber la stabilisation, il est indispensable de les identifier et éventuellement de les quantifier. Nous avons utilisé la diffraction de rayons X (diffractomètre ; PW 1700 de Philips) et l'analyse thermique (ATD ; Netzsch STA 409) complétées par la détermination de la composition chimique obtenue par spectrométrie de fluorescence X (spectromètre PW1400 à tube rhodium de Philips).
- **la chimie des espèces solubles.** Les espèces dissoutes dans l'eau interstitielle sont déterminées par ICP (JV 2000 de Horiba) pour les éléments minéraux et par spectrophotométrie UV (Anthelis de Secomam) et par spectrométrie infrarouge (IFS 66 de Bruker) couplée à une ATD (ATD-TG 92 de Setaram) pour l'analyse des fumées de calcination pour les substances organiques.

3.1.3 Choix d'une formulation de traitement de référence

Comme nous l'avons vu lors de l'étude bibliographique, le grand nombre de possibilités dans le choix des formulations de traitement des sols est l'écueil principal à la corrélation des données d'une étude à une autre et d'un chantier à un autre. En effet, sur un chantier donné, pour des raisons techniques et économiques, il est logique de faire varier la nature et la composition des liants qui servent à traiter les sols. Cependant la problématique de cette étude ne s'inscrit pas dans une démarche, usuelle sur chantier, de recherche du meilleur compromis technico-économique pour le traitement des sols. Ici il s'agit bien de remonter aux mécanismes de prise, de durcissement et à leurs éventuelles perturbations afin de comprendre les interactions liants-sols. Il est donc impératif de fixer un certain nombre de paramètres pour pouvoir relier les propriétés des sols traités à la présence d'un agent perturbateur.

D'un commun accord entre toutes les parties prenantes de l'étude (Terrassiers, Cimentiers et Chauffourniers), il a donc été décidé de conserver la même formulation de traitement durant tout le déroulement de l'étude. Ce choix implique la recherche du meilleur compromis technique pour le traitement de l'ensemble des sols sélectionnés dans cette étude. Il s'agit de sols qui entrent dans les catégories A₁, A₂ et B₅ selon la classification ^[1 et 6].

Pour la réalisation d'une couche de forme, le GTS ^[8] préconise dans ce cas un traitement chaux + ciment. En concertation avec les partenaires du projet, il a été décidé de retenir la formulation :

1% de chaux aérienne calcique vive (Balthazard et Cotte)

5% de ciment CEMII/B-L 32.5 CE NF (Holcim Rochefort)

Les fiches techniques des liants utilisés sont données en annexe 6.

Le procédé de malaxage utilisé dans l'étude est strictement conforme à celui décrit dans le GTS ^[8].

3.2 Choix des sols étudiés : sols naturels ou sols reconstitués, influence du mode de reconstitution sur les caractéristiques du sol

L'analyse bibliographique a mis en lumière qu'un sol est un milieu hétérogène dans lequel une multitude de composés peuvent interagir et engendrer diverses perturbations de la stabilisation. La volonté de simplifier les systèmes s'est rapidement imposée. L'idée initiale a été de travailler sur des sols « modèles » reconstitués en fonction de critères granulométriques et minéralogiques. Cette façon de procéder apporte la maîtrise des paramètres de composition d'un sol et permet d'étudier leur influence en les faisant varier. Dans un second temps on peut

même envisager l'introduction en quantités variables de composés minéraux et organiques réputés nocifs et, là aussi, d'en étudier les effets.

Quelques travaux ont été réalisés sur des sols reconstitués dans le domaine de la géotechnique ^[14] mais aussi dans le secteur des matériaux à base d'argiles (fabrication de briques) ^[40 et 134]. Tous sont basés par un apport de minéraux purs (silice, argiles). En revanche les modes de reconstitution diffèrent. On peut les regrouper en deux grandes familles, l'une est effectuée par voie sèche, l'autre par voie humide. Quelle que soit l'étude, les conséquences du mode opératoire de préparation sur la microstructure n'ont jamais été étudiées. L'arrangement des minéraux entre eux, la porosité nous semblent être, au contraire, des paramètres essentiels dans la compréhension des mécanismes conduisant à la stabilisation. Nous avons donc choisi de procéder à une analyse des effets microstructuraux à chaque étape de la reconstitution d'un sol.

Le sol de référence retenu pour cette étude est le limon de Meaux. Avant séparation des différentes fractions granulométriques par centrifugation, le limon est étuvé à 105 °C. Il est ensuite reconstitué par voie humide et par mélange à sec. Ce sont donc 4 produits qui ont été comparés.

3.2.1 Sol naturel utilisé

Il s'agit du limon de Meaux dont les caractéristiques minéralogiques et chimiques figurent dans les chapitres 4 et 5. La taille maximale des particules est égale à 1mm.

3.2.2 Sol séché

Ce sol modifié résulte de l'étuvage à 105°C du limon de Meaux. Les blocs obtenus à l'issue du séchage sont rigides ; ils sont concassés au moyen d'un broyeur à mâchoires et tamisés pour ne retenir que la partie inférieure au millimètre. Le produit est humecté jusqu'à atteindre une teneur en eau de 10 % et conservé dans un sac étanche afin d'homogénéiser la teneur en eau dans tout l'échantillon.

3.2.3 Fractionnement du limon de Meaux et modes de reconstitution

Le sol naturel a été fractionné en 3 classes granulométriques par la technique de la sélection centrifuge au moyen d'un hydrocyclone. La figure 3-2 regroupe les courbes granulométriques initiales du sol et celles des fractions obtenues. On a ainsi :

- une fraction argileuse soit 56,5 % du matériau (classe 0-10µm)
- une fraction limoneuse soit 17,5 % du matériau (classe 0-40 µm)
- une fraction sableuse soit 26 % du matériau (classe 10-1 000 µm)

Ces trois fractions granulométriques servent à construire les sols reconstitués selon 2 méthodes d'assemblage :

- à sec, par malaxage des 3 fractions granulométriques sèches dans leurs proportions d'origine puis humidification pour obtenir une teneur en eau d'environ 10 %. Le sol est ensuite conservé quelques jours dans un sac étanche afin d'homogénéiser les teneurs en eau.
- par voie humide, par constitution d'une barbotine pâteuse comportant les 3 fractions granulométriques dans leurs proportions d'origine puis séchage contrôlé pour aboutir à une teneur en eau d'environ 10 %.

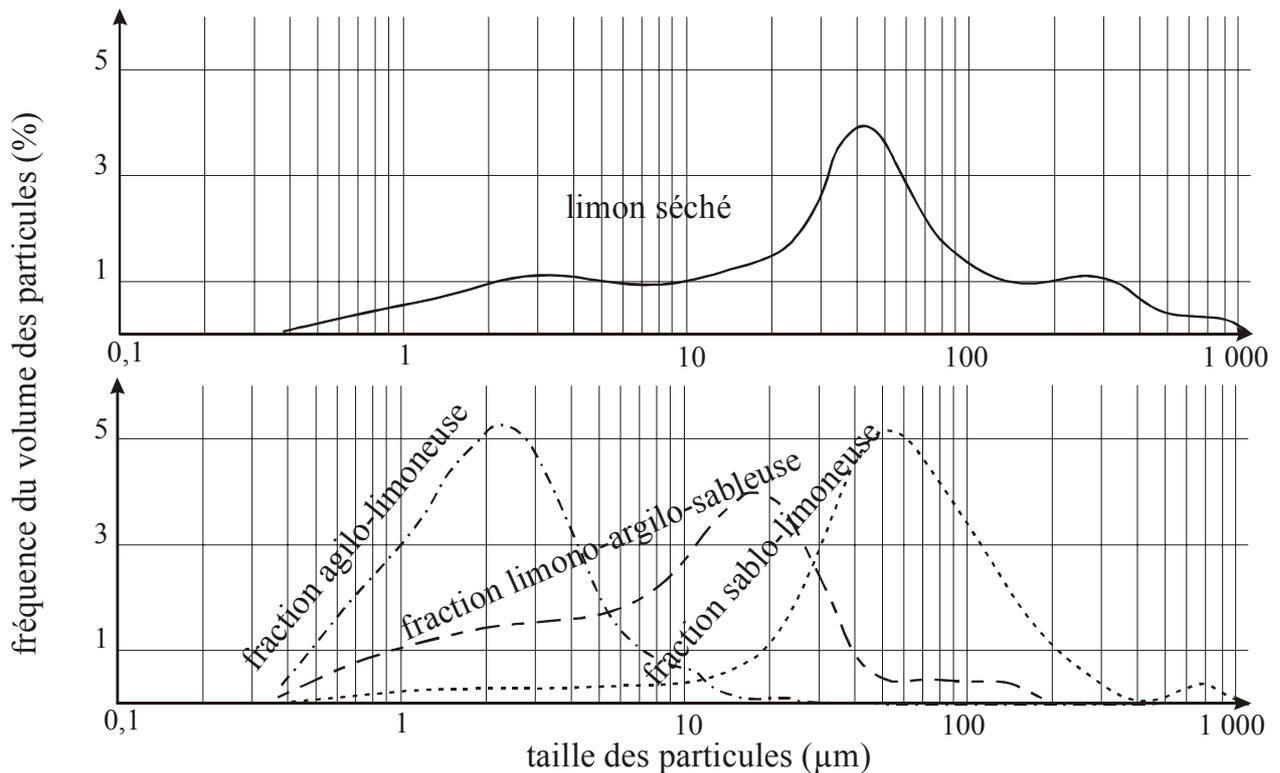


Figure 3-2: Courbes granulométriques du limon séché et des différentes fractions granulométriques obtenues par classification centrifuge :

- la fraction argileuse; le mode principal est centré sur 2 à 3 μm
- la fraction limoneuse ; le mode principal est centré sur 20 μm
- la fraction sableuse fine; le mode principal est centré sur 50 à 60 μm .

3.2.4 Résultats et analyses des essais mécaniques après traitement

Le sol naturel, le sol séché et les deux sols reconstitués ont été traités à la chaux (1%) et au ciment (5%).

Ces sols ont fait l'objet d'essais de compactage statique selon la procédure définie par Guilloux ^[131] afin de déterminer l'équivalent d'un optimum Proctor. Dans un souci d'économie de consommation du matériau seul un essai de compactage Proctor normalisé a été réalisé.

Le tableau 3-1 fournit les teneurs en eau correspondant aux densités maximales obtenues au cours des essais de compactage statique. Les résultats de l'essai montrent que cette procédure tend à densifier les produits.

Les courbes de compactage sont données sur la figure 3-3.

Pour le limon reconstitué à sec, il n'a pas été possible d'atteindre l'optimum de compactage. Pour les autres sols, les teneurs en eau de l'optimum de densité se situent entre 9 et 16 % pour des densités variant de 2,1 à 1,85. Les comportements sont donc très différents. Ces différences ne peuvent être attribuées qu'à des modifications microstructurales (arrangement des minéraux entre eux).

Il faut noter que le simple séchage à 105°C ne semble pas modifier significativement le sol. C'est une information importante car le séchage a été le moyen de conditionnement et de stockage retenu pour le limon de Meaux choisi comme sol de référence dans le cadre de cette étude.

Une simple comparaison visuelle de lames minces (Figure 3-4), obtenues à partir d'éprouvettes de sols traités et compactés à densité constante, permet de bien illustrer la différence de microstructures entre chacun de ces sols. On observe deux structures différentes :

- dans le cas des limons naturels et séchés, la répartition du sol est homogène à l'intérieur de l'éprouvette. La macroporosité est diffuse.
- dans le cas des limons reconstitués, cette répartition est hétérogène. Des grumeaux restent identifiables après le compactage. Des points de contact entre grumeaux existent et confèrent une certaine rigidité à l'éprouvette. La porosité entre grumeaux est importante.

type de sol	teneur en eau (%)	densité	forme de la courbe
limon de Meaux	15,5	1,87	étalée
limon séché	15	1,86	étalée
limon reconstitué à sec	< 9,5	≈ 2	resserrée
limon reconstitué par barbotine	9,5	2,05	resserrée
<i>limon séché selon (NF P 94-093)</i>	<i>19,2</i>	<i>1,67</i>	

Tableau 3-1 : Caractéristiques de l'optimum de compactage statique des différents sols

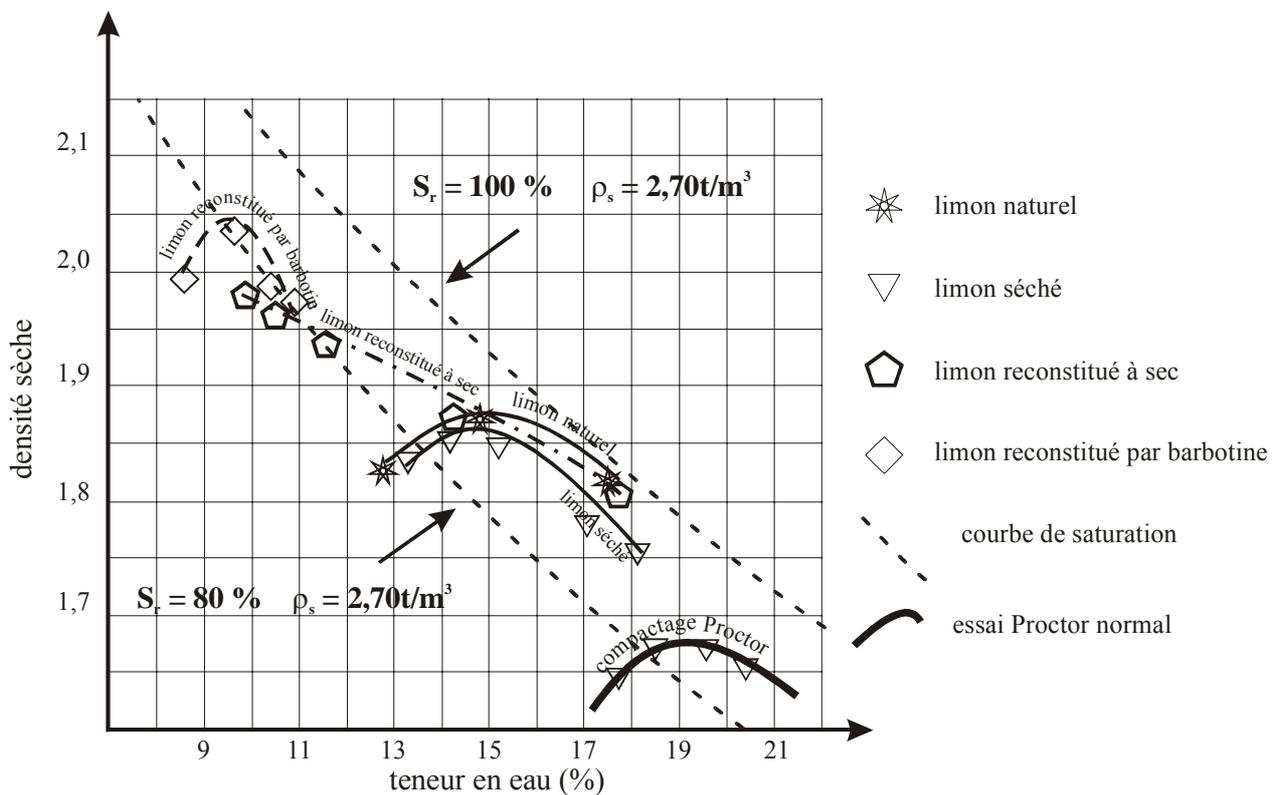


Figure 3-3: Courbes de compactage statique des différents sols

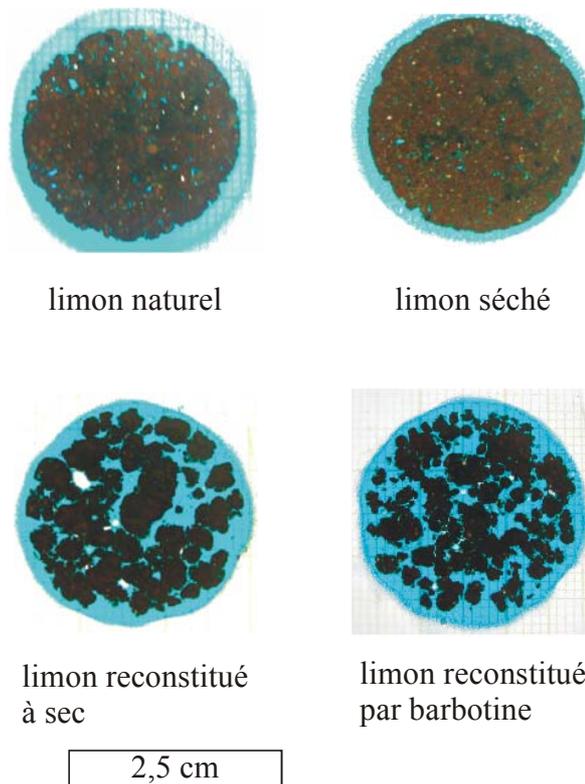


Figure 3-4: Observation en lame mince de la macroporosité des éprouvettes cylindriques de sols traités et compactés à la densité et à la teneur en eau de l'optimum Proctor du sol séché.

Sur ces clichés, la porosité apparaît en clair.

3.2.5 Discussion

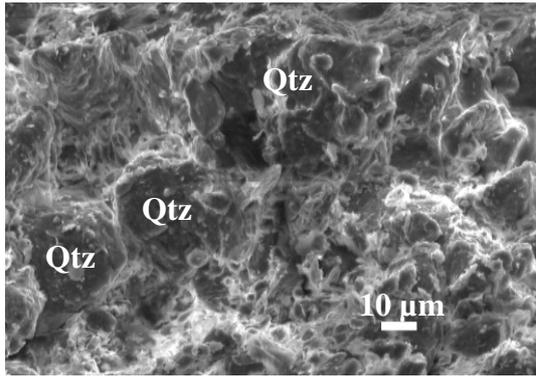
Le protocole de compactage statique ^[131] (sous 60 kN) a été développé pour se substituer à l'essai de compactage Proctor. L'augmentation de l'énergie de compactage imposée par cet essai provoque le décalage de l'optimum vers les fortes densités et les faibles teneurs en eau par rapport à celui mesuré selon le protocole normalisé de l'essai Proctor normal. Il convient donc de comparer les valeurs entre elles et de ne pas tenter de les corrélérer aux valeurs habituellement obtenues.

Les résultats obtenus pour les sols reconstitués sont significativement différents de ceux relatifs au sol dit « naturel » et ce, quel que soit le mode de mélange choisi pour la reconstitution. Sachant que la granulométrie, la minéralogie et la composition chimique du sol ont été maintenues constantes, ces différences de comportements ne peuvent être attribuées qu'à une modification de l'agencement des particules entre elles.

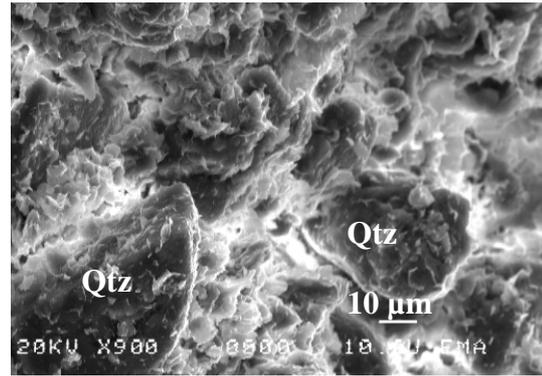
L'observation au M.E.B. nous a permis de visualiser les différences microstructurales liées au mode de préparation (Figure 3-4). Globalement deux types d'arrangement de grains sont identifiables au M.E.B. :

- les grains (en majorité de quartz) sont totalement tapissés d'argiles au point d'être difficilement identifiables : c'est le cas de la structure du sol naturel. Cette structure laisse une microporosité importante. L'étuvage à 105 °C n'affecte pas cette disposition.
- les grains sont propres mais noyés dans une masse d'argiles non structurée. La microporosité est très faible. C'est le cas des sols reconstitués à sec et par barbotine.

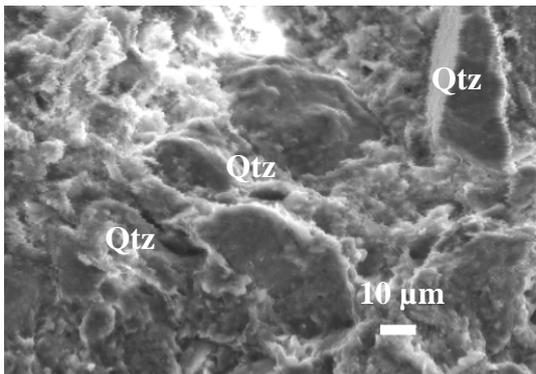
L'existence d'une microporosité, importante dans le cas des sols naturels et des sols séchés, mais rare dans les sols reconstitués, permet d'expliquer les différences de densités optimales de compactation.



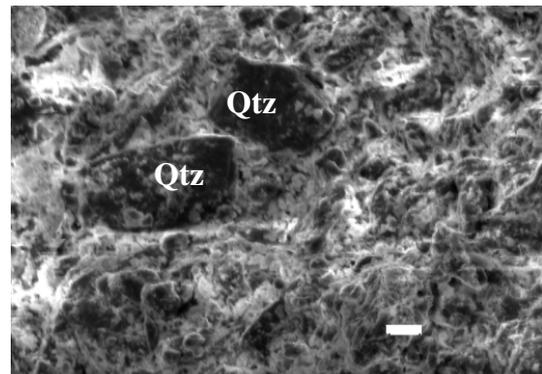
A : Limon naturel
Présence de grains de quartz avec placage des argiles à la surface.
L'assemblage du quartz et des argiles présente une microporosité importante.



B : Limon séché
Les grains de quartz sont tapissés par les argiles. La microporosité entre les argiles et les grains de quartz est forte.
On observe une grande similitude de la microstructure avec le limon naturel.



C : Limon reconstitué à sec
Les grains de quartz sont dispersés dans la matrice argileuse mais leur surface n'est pas tapissée d'argiles. Il n'y a pas de porosité apparente



D : Limon reconstitué par barbotine
Les grains de quartz, propres, sont dispersés au sein des argiles.

Figure 3-5 : Observation au M.E.B. de la microstructure des différents sols

3.3 Conclusions

Ce chapitre nous a permis de fixer le cadre de cette étude, de proposer une approche méthodologique et de mettre au point des protocoles expérimentaux adaptés. Les points essentiels qui en ressortent sont les suivants :

Pour remonter aux mécanismes de perturbation de la stabilisation des sols, les essais de caractérisation tels qu'ils sont préconisés dans les normes et guides techniques ne sont pas suffisants. Il est nécessaire de recourir à des moyens analytiques plus élaborés qui permettent de mieux connaître la microstructure, la minéralogie et la chimie des sols et des liants associés. L'approche normalisée et celle de laboratoire doivent être menées de front et corrélées entre elles afin d'établir des liens entre les mécanismes physico-chimiques et les pathologies observées sur chantier ou dans le laboratoire de géotechnique. Cette approche

systematique multi échelle constitue, au regard de la bibliographie, une véritable nouveauté méthodologique.

Devant la multiplicité des choix possibles, il est très vite apparu nécessaire de fixer un certain nombre de paramètres. Tout d'abord sur le traitement conduisant à la stabilisation, il a été convenu que la formulation retenue serait de 1% de chaux et 5% de ciment CEM II 32,5. Le choix de cette formulation a été conditionné par la nature même des sols sélectionnés, qui comme nous le détaillerons dans le chapitre 4, entrent dans les catégories A₁, A₂ et B₅ de la classification du GTR ^[1].

Par ailleurs, il aurait été souhaitable de pouvoir maîtriser parfaitement le sol de référence par une reconstitution granulométrique, minéralogique et chimique. Les études préliminaires visant à étayer cette démarche nous ont amené à abandonner cette piste. En effet, quel que soit le mode de reconstitution choisi, il y a une modification importante de la microstructure du sol et notamment un agencement différent des minéraux entre eux et une modification de la porosité. L'intégrité du sol naturel doit être respectée pour ne pas introduire d'artéfacts. L'utilisation de sols naturels dont on ne maîtrise pas les caractéristiques et la variabilité, ajoute une complexité dont il convient de tenir compte au cours de l'étude.

Ces conditions préalables étant posées, le chapitre suivant est consacré à la sélection des sols, à leur caractérisation géotechnique et à l'étude de leur comportement vis-à-vis de la formulation de traitement imposé.

4 Propriétés mécaniques et physico-chimiques des différents sols traités

Le parti pris de cette thèse est de travailler à partir de cas réels et d'effectuer des prélèvements et échantillonnages sur des chantiers. Ce choix a créé deux difficultés :

- les matériaux devaient être disponibles en quantité suffisante dès le début des travaux. C'est pour cette raison que les sols étudiés correspondent à des chantiers qui se sont déroulés en 2001-2002. Cette contrainte de temps n'a pas permis l'étude exhaustive des cas de perturbations inventoriés dans la littérature.
- l'origine des perturbations observées sur un chantier donné n'était pas toujours clairement établie lors du prélèvement. Ceci nous a amenés par la suite à reconsidérer l'origine des perturbations initialement déclarées.

Les critères de choix qui ont présidé à la sélection des sols étudiés, ont été établis à partir d'informations recueillies au sein de rapports d'études géotechniques et de rapports de chantiers. Ils dépendaient principalement :

- de l'aptitude des différents sols à la stabilisation. Nous avons recherché :
 - quelques sols réputés aptes au traitement afin d'établir une représentation synthétique des mécanismes conduisant à une stabilisation réussie des sols
 - différents sols déclarés inadaptés lors de l'étude géotechnique ou ayant posé des problèmes sur les chantiers.
- de la compatibilité de la formulation de référence avec le classement géotechnique des sols sélectionnés. Rappelons que la formulation retenue (1% chaux + 5% ciment) convient pour traiter les sols A₂ et peut être utilisée sur les chantiers pour les sols A₁ et B₅. Pour des sols de type A₃ la proportion de chaux doit être plus importante (GTS ^[8] tableau C1-V).
- de l'accessibilité et de la disponibilité des matériaux sur les chantiers en cours d'exécution en 2001 et 2002.

La synthèse de la caractérisation géotechnique de ces sols est présentée dans ce chapitre (paragraphe 4.2.). Afin de valider la représentativité de notre échantillonnage, nous avons repris en laboratoire une étude de caractérisation et une étude géotechnique comme prescrite dans le GTS ^[8]. Ce travail a été réalisé avec la formulation de traitement de référence : 1 % de chaux et 5 % de ciment.

4.1 Présentation des sols

La recherche de sols représentatifs nous a amené à considérer de nombreux chantiers en cours sur le territoire français durant la fin de 2001 et le premier semestre de 2002. Nous avons sélectionné 2 sols dits aptes qui nous ont servi de référence et 10 sols ayant posé des problèmes sur chantier.

4.1.1 Sols de référence

Parmi les sols régulièrement utilisés pour la réalisation de couches de forme et réputés adaptés aux traitements, deux limons ont été retenus.

- le limon dit « d'Orly », utilisé régulièrement pour la réalisation de chantiers dans la région parisienne. Le limon d'Orly a souvent servi de référence aux laboratoires du

LCPC pour des raisons de proximité et d'abondance de gisements. Ce limon a été utilisé sur différents sites à Marne-la-Vallée, autour de l'aéroport Charles de Gaulle, etc... Pour ce travail, ce limon a été prélevé sur le tracé de la **rocade de Meaux (77)** en construction. Il sera désigné par la suite par le terme **limon de Meaux**

- le **limon dit « de Normandie »**, connu pour son homogénéité et sa faible argilosité. Différents chantiers ont été réalisés avec ce matériau dans la région du Havre et de Rouen. Nous avons échantillonné ce limon sur le chantier de la **route de contournement de Montivilliers (76)**.

4.1.2 Roches métamorphiques et granitiques altérées

L'examen des rapports d'étude des chantiers montre que de nombreuses altérites de schistes ainsi que des arènes de gneiss ou de granites se révèlent inaptés au traitement. La présence de sérécite et/ou d'argiles est généralement incriminée.

Nous avons retenu 3 altérites :

- deux altérites de schistes :
 - la première est le **schiste d'Angers (49)**, prélevée sur le chantier de rétablissement d'une **route départementale RD 122** dont le tracé est modifié par le passage de l'autoroute A11.
 - la seconde est le **schiste de la Roche-sur-Yon**, échantillonnée à St-Maturin (85) sur le chantier de l'élargissement de la **RN 160**
- une altérite de gneiss est le **gneiss de Tulle (19)** prélevée sur le chantier de l'autoroute **A 89** au niveau de la section St-Germain les Vergnes/Tulle.

4.1.3 Roches sédimentaires

L'étude des rapports de chantiers montre que diverses roches sédimentaires peuvent poser des problèmes lors de leur traitement. Il s'agit plus particulièrement de roches riches en soufre, en matières organiques, en argiles... Nous avons choisi quelques sols ayant présenté des perturbations de stabilisation imputables à ces éléments :

- deux marnes dont l'inaptitude serait due à la présence d'argiles et de soufre.
 - les **marnes pyriteuses du Mans (72)** prélevées sur le chantier de l'autoroute **A 28**
 - les **marnes noires de Mont-St-Martin (57)** prélevées sur le chantier de construction d'une **plate-forme commerciale**
- une argile pour laquelle la perturbation aurait pour origine les matières organiques et les argiles ; les **argiles bariolées de Mont-St-Martin (57)** prélevées sur le chantier de la même **plate-forme commerciale**.
- **quatre limons** pour lesquels le soufre est incriminé. Ce sont des limons prélevés au sein de quatre déblais de la **rocade de Metz (57)** en cours de construction. Nous n'avons disposé pour ces sols que d'un échantillon limité à quelques kilogrammes.

4.2 Caractéristiques des sols étudiés et échantillonnage

Ce chapitre rassemble les caractéristiques granulométriques, physiques et mécaniques des sols retenus. Il permet de comparer les identifications établies lors des chantiers et celles réalisées en laboratoire après prélèvements et échantillonnages par nos soins.

4.2.1 Caractéristiques géotechniques

La classification géotechnique des sols étudiés est établie à partir :

- de l'analyse granulométrique par tamisage à sec après lavage (NF P 94-056 ^[132])

- de la teneur en argile déterminée par la valeur d'absorption du bleu de méthylène (NF P 94-068 ^[133]) et par l'indice de plasticité (NF P 94-051 ^[134]).

Le tableau 4.1 reprend les résultats des études de chantiers, le tableau 4.2 ceux du laboratoire.

sol	% de passant à 80 µm	% de passant à 2 mm	D max (mm)	VBS (g/100g)	Ip
Limon de Meaux	92,5	98,5		4,7	
Limon de Normandie	98,2	100	1		
Gneiss de Tulle	42,2	95,8	16	0,56	
	22	73,5	63	0,3	
Schiste d'Angers	57	73	40		19
	18	33	63	0,3	
Schiste de la Roche-sur-Yon	50	80	19,5	0,4	
	20	43	20	0,3	
Marnes noires de Mont-St-Martin	92,5	99	5	3,2	
Argiles bariolées de Mont-St-Martin	98,5	99,5	5	4,3	
Marnes pyriteuses du Mans	93,7		10	3,4	18
Limon de Metz déblai A	89	98	5	2,1	
Limon de Metz déblai B	72	98	10	3,8	
Limon de Metz déblai C					
Limon de Metz déblai D					

Tableau 4-1: Tableau récapitulatif des essais de classification géotechnique des sols, effectués lors du chantier

sol	% de passant à 80 µm	% de passant à 2 mm	D max (mm)	VBS (g/100g)	Ip
Limon de Meaux	83	96	5	3,4	9
Limon de Normandie	98	100	5	1,3	
Gneiss de Tulle	22	90	5	0,1	
Schiste d'Angers	72	97	5	0,4	
Schiste de la Roche-sur-Yon	65	97	5	0,75	
Marnes noires de Mont-St-Martin	93	100	2	3,4	
Argiles bariolées de Mont-St-Martin	96	100	2	5	
Marnes pyriteuses du Mans	98	100	2	3,5	
Limon de Metz déblai A	65	94	5	2,6	
Limon de Metz déblai B	76	98	5	2,2	
Limon de Metz déblai C	83	100	2	2,2	
Limon de Metz déblai D	85	99	5	2,9	

Tableau 4-2 : Tableau récapitulatif des essais de classification géotechnique des sols effectués au laboratoire (essais réalisés au CMGD)

Les analyses ont été effectuées sur les sols après passage dans un malaxeur-désagrégateur et tamisage à 6,3 mm.

sol	Classe chantier	Classe laboratoire
Limon de Meaux	A₂	A₂
Limon de Normandie	A₁	A₁
Gneiss de Tulle	A ₁ ou C ₁ B ₅	B ₅
Schiste d'Angers	A ₂ ou A ₁ ou C ₁ B ₅	A ₁
Schiste de la Roche-sur-Yon	A ₁ B ₅	A ₁
Marnes noires de Mont-St-Martin	A ₂	A ₂
Argiles bariolées de Mont-St-Martin	A ₂	A ₂
Marnes pyriteuses du Mans	A ₂	A ₂
Limon de Metz déblai A	A ₂	A ₂
Limon de Metz déblai B	A ₂	A ₂
Limon de Metz déblai C	A ₂	A ₂
Limon de Metz déblai D	A ₂	A ₂

Tableau 4-3 : Comparaison des classements obtenus lors des études de chantier et de ceux déterminés sur des prélèvements

D'une façon générale le classement obtenu sur chantier et celui qui correspond à nos échantillons sont identiques. Il convient cependant de relever la grande diversité de caractéristiques et donc de classements des sols des chantiers de Tulle, d'Angers et de la Roche-sur-Yon. L'origine de cette variabilité n'a pas été étudiée dans le cas du gneiss de Tulle. Pour les schistes, une relation entre le degré d'altération et le classement géotechnique a été établie. C'est un point important sur lequel nous aurons l'occasion de revenir.

Un seul prélèvement a été effectué par chantier. Celui de Tulle se situe dans un matériau de fraction grossière, peu argileuse (Figures 4-1 et 4-2). Les schistes prélevés se classent en catégorie A₁, ce qui, pour ceux d'Angers, en fait un matériau intermédiaire entre les divers produits reconnus sur chantier.

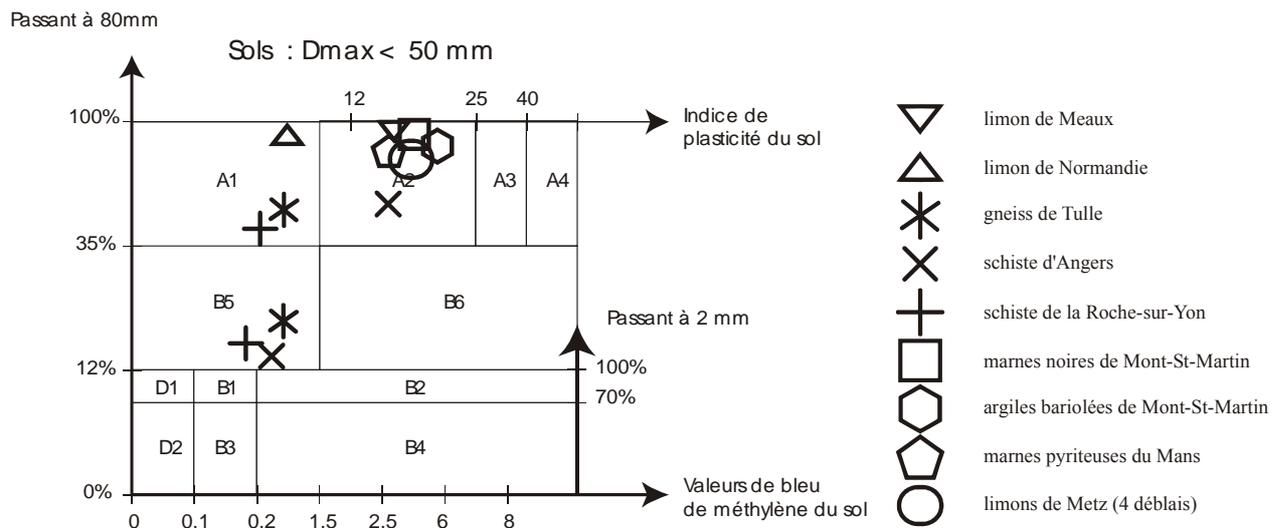


Figure 4-1 : Classification géotechnique des sols, effectuée lors du chantier.
Les sols de classe C₁B₅ ont été reportés en tant que sols B₅ (fraction inférieure à 50 mm)

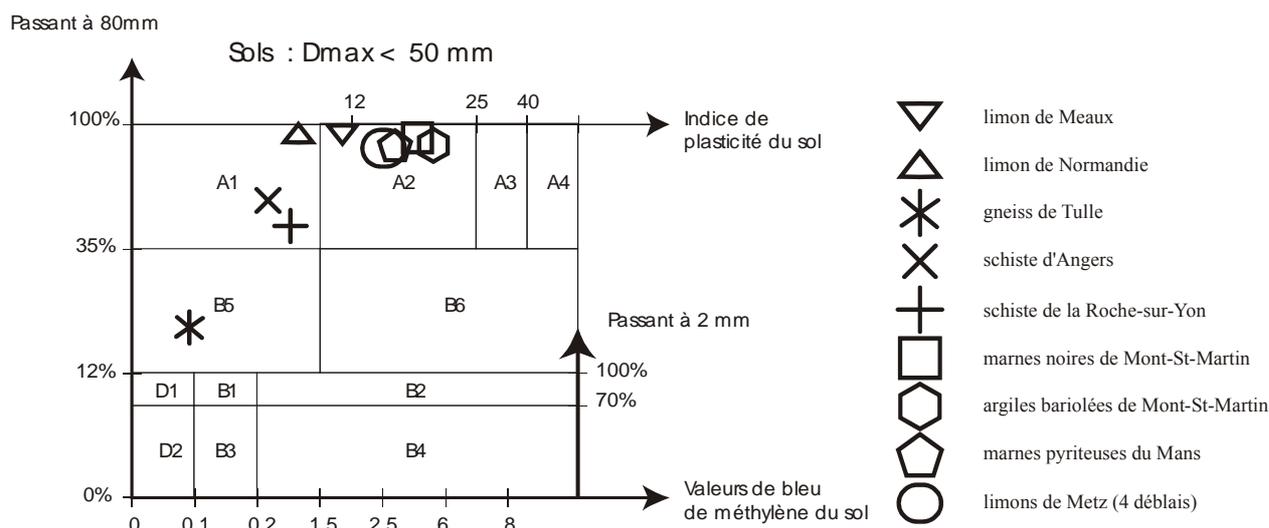


Figure 4-2 : Classification géotechnique des sols, effectuée sur nos échantillons.

Les analyses ont été effectuées sur les sols après passage dans le malaxeur-désagrégateur et tamisage à 6,3 mm.

La similitude des caractéristiques obtenues lors du chantier avec celles de nos prélèvements a donc permis de valider notre échantillonnage. Cet ensemble de sols sélectionnés a ainsi constitué le matériau d'étude pour la période des trois années du travail de thèse.

4.2.2 Aptitude aux traitements des sols étudiés

Différentes formulations de traitement ont été utilisées sur les chantiers. Ces formulations correspondent à des liants de nature et de proportions variables. Les liants hydrauliques routiers sont nommés selon leur composition en constituants principaux et secondaires selon les critères de la norme NF P 15-108 [135].

La description des études n'est pas homogène. En effet, chaque étude a été menée de manière progressive comme prescrit dans le GTS [8]. Il en résulte des différences sur la nature et le nombre d'essais effectués. Nous avons choisi de reporter en annexe sous forme de fiches chantiers l'ensemble des résultats de ces essais (annexe 1).

4.2.2.1 Synthèse des résultats issus des différents chantiers.

Pour la plupart des sols sélectionnés les traitements ont été caractérisés, selon les recommandations du GTS [8], par des essais mécaniques et des essais de gonflements volumiques. Les résultats sont synthétisés dans le tableau 4-4 ci-dessous. Tous les sols présentés dans le tableau se révèlent inadaptés vis-à-vis des traitements retenus.

Les limons de Meaux et de Normandie n'apparaissent pas dans ce tableau dans la mesure où leur aptitude au traitement a systématiquement été vérifiée sur différents chantiers. C'est d'ailleurs la raison pour laquelle ils ont été considérés comme produits de référence.

Les limons de Metz qui n'apparaissent pas non plus dans le tableau, relèvent d'un cas particulier. Les déblais A, B et D ont été considérés adaptés au traitement et donc utilisés sur chantier. C'est par la suite que des problèmes de fissuration sont apparus sur le chantier.

sol	essais normalisés lors du chantier				
	Type	Gv	Rc	Rci/Rc	Rt/E 90 j
Gneiss de Tulle	A ₁	inadapté	>90 jours	OK	
Schiste d'Angers	A ₂	inadapté	>28 jours		
Schiste de la Roche-sur-Yon	A2 B5	inadapté/douteux apte	7 jours	OK	zone5
Marnes noires de Mont-St-Martin	A ₂	douteux/inadapté	>28 jours	OK	zone 3
Argiles bariolées de Mont-St-Martin	A ₂	inadapté	28 jours	< 0,6	zone 4
Marnes pyriteuses du Mans	A ₂	inadapté	7 jours	< 0,6	zone 2 ?

Tableau 4-4 : Récapitulatif des résultats des essais normalisés obtenus lors des chantiers

4.2.2.2 Critères de jugement et caractéristiques mécaniques des sols traités

Nous avons montré dans le paragraphe précédent que l'échantillonnage que nous avons effectué pouvait être considéré comme représentatif des différents chantiers sélectionnés. Cette partie est consacrée à l'étude du comportement de ces sols face au traitement standard retenu (1% chaux + 5 % ciment) dans le cadre de cette thèse. L'hypothèse initiale qu'il s'agissait de valider, était de supposer que les résultats obtenus seraient là aussi en corrélation avec ceux fournis par le chantier. De cette façon, à traitement identique, on pouvait espérer identifier des phénomènes et des comportements attribuables aux agents perturbateurs présents dans les sols.

Les essais normalisés ont été réalisés comme prescrit dans le GTS ^[8] et les normes :

- NF P 94-078 ^[41], relative à l'IPI
- NF P 94-093 ^[136], relative au compactage Proctor
- NF P 94-100 ^[42], relative à l'évaluation de l'aptitude d'un sol à la stabilisation par une formulation de traitement
- NF P 98-230-2, relative à la confection des éprouvettes
- NF P 98-232-1 ^[43], relative à l'essai mécanique en compression simple
- NF P 98-232-3 ^[45], relative à l'essai mécanique par fendage.

La formulation de traitement utilisée, pour ces différents essais, est la formulation de référence : 1 % de chaux et 5 % de ciment (CEM II/B-L 32,5).

L'ensemble des données numériques correspondant aux figures 4-3 à 4-8 et tableaux 4-5 et 4-6 est reporté en annexe (annexe 2).

a) Evaluation de l'aptitude au traitement des sols sélectionnés

Cette première étape dont les résultats sont présentés à la figure 4-3 nous a permis de confirmer :

- d'une part que le limon de Meaux choisi comme produit de référence était bien adapté au traitement
- d'autre part que les différents sols sélectionnés contenaient bien un élément perturbateur empêchant leur stabilisation.

Il convient toutefois de signaler que le gneiss de Tulle s'est distingué des autres sols dans la mesure où il s'est révélé adapté au traitement retenu. C'est un cas particulier sur lequel nous aurons l'occasion de revenir dans les chapitres suivants.

Le limon de Normandie, avec des gonflements de l'ordre de 5%, a été classé dans la catégorie des sols douteux. Le gonflement s'est manifesté dès la première journée de cure.

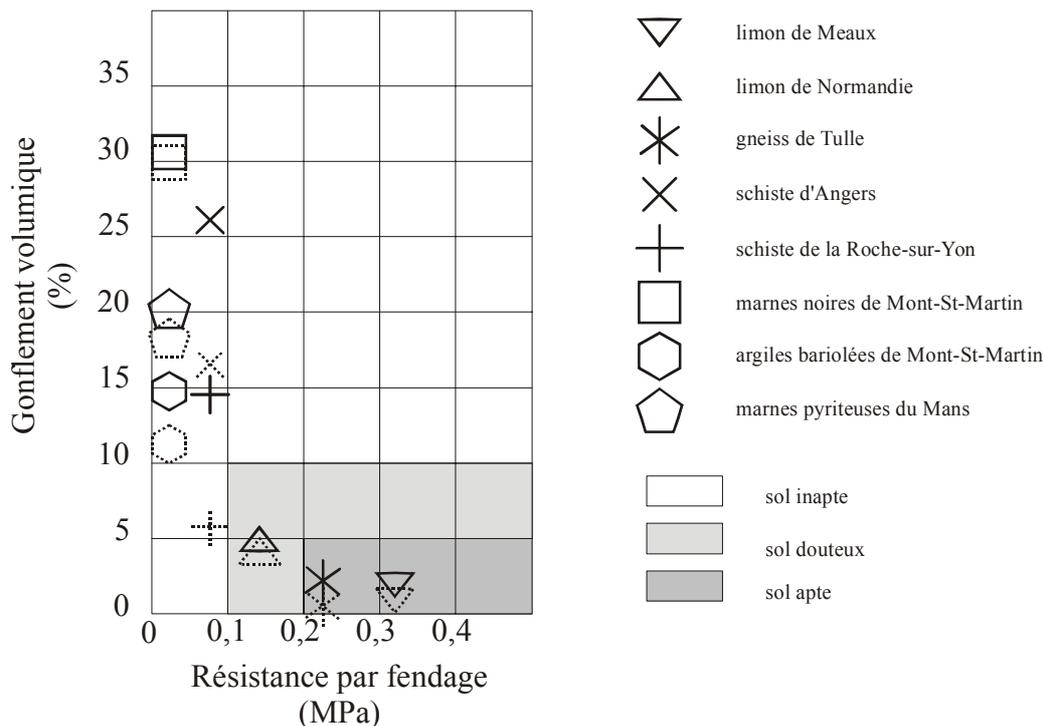


Figure 4-3 : Résultats de l'essai d'évaluation de l'aptitude des sols au traitement (NF P 94-100 ^[42]) (essais réalisés au laboratoire DTA de l'entreprise HOLCIM) *en pointillé* ; gonflements mesurés après 1 jour de cure immergée et résistances par fendage après 7 jours de cure *en trait continu* ; gonflements et résistance par fendage après 7 jours de cure (essai normalisé)

Hormis le cas du limon de Meaux, du limon de Normandie et du gneiss de Tulle, les résistances par fendage n'ont pas pu être mesurées : les éprouvettes se sont désagrégées lors du démoulage. Dans cette figure, nous supposons qu'elles sont inférieures à 0,1 MPa.

Les limons de Metz prélevés sur différents déblais (A₂) n'ont pas fait l'objet d'une étude géotechnique normalisée en raison de la faible quantité de matériaux disponible. Cependant une observation qualitative de l'efficacité de la stabilisation a été réalisée. La sensibilité à l'eau a été évaluée au moyen d'une cure immergée à 40 °C pendant 7 jours d'éprouvettes cylindriques de 2,5 cm de diamètre et 1,5 cm de hauteur. Les éprouvettes n'ont pas présenté de gonflement notable à la suite de cet essai.

b) Âge autorisant la circulation sur la couche traitée

Nous avons choisi de caractériser intégralement les couples sol-formulation afin de mettre en évidence d'éventuelles inhibitions ou des retards dans le développement des caractéristiques mécaniques. Les tests ont été prolongés par rapport à l'exigence normalisée (90 jours) afin de connaître les performances à 180 et 360 jours. Par souci de lisibilité, les différents sols ont été regroupés par familles. On a ainsi distingué :

- les limons de référence (Meaux, Normandie)
- les roches métamorphiques (schistes, gneiss)
- les roches sédimentaires (marnes, argiles).

Le cas des limons de Metz a été traité séparément dans la mesure où les matériaux disponibles étaient en quantité insuffisante pour réaliser une telle étude.

Les figures 4-4, 4-5 et 4-6 présentent les résultats obtenus.

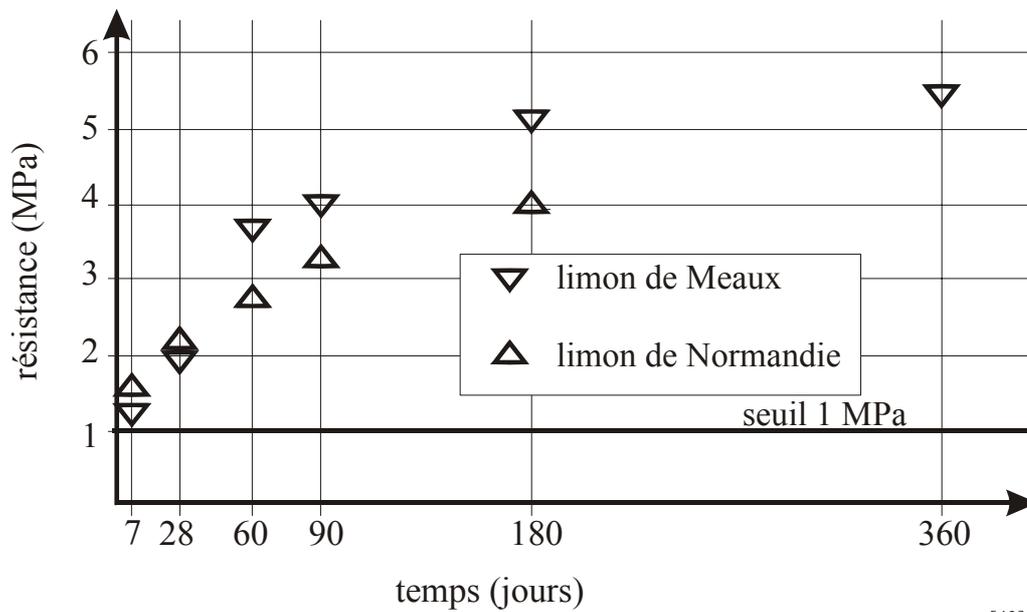


Figure 4-4 : Résistance en compression simple des limons de référence ^[43]
(essais réalisés au laboratoire DTA de l'entreprise HOLCIM)

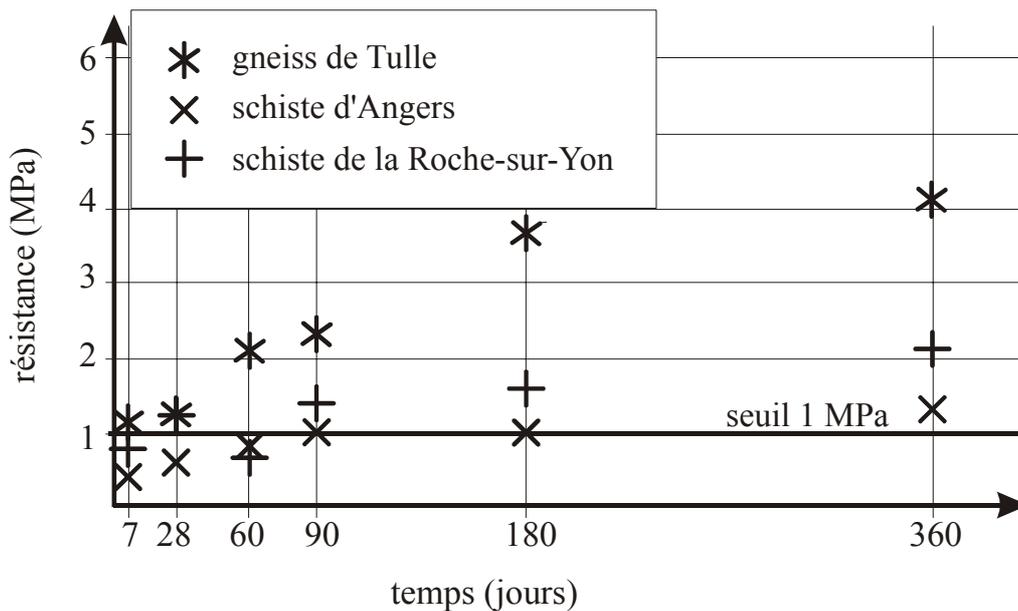


Figure 4-5 : Résistance en compression simple du gneiss de Tulle et des schistes d'Angers et de la Roche-sur-Yon ^[43]
(essais réalisés au laboratoire DTA de l'entreprise HOLCIM)

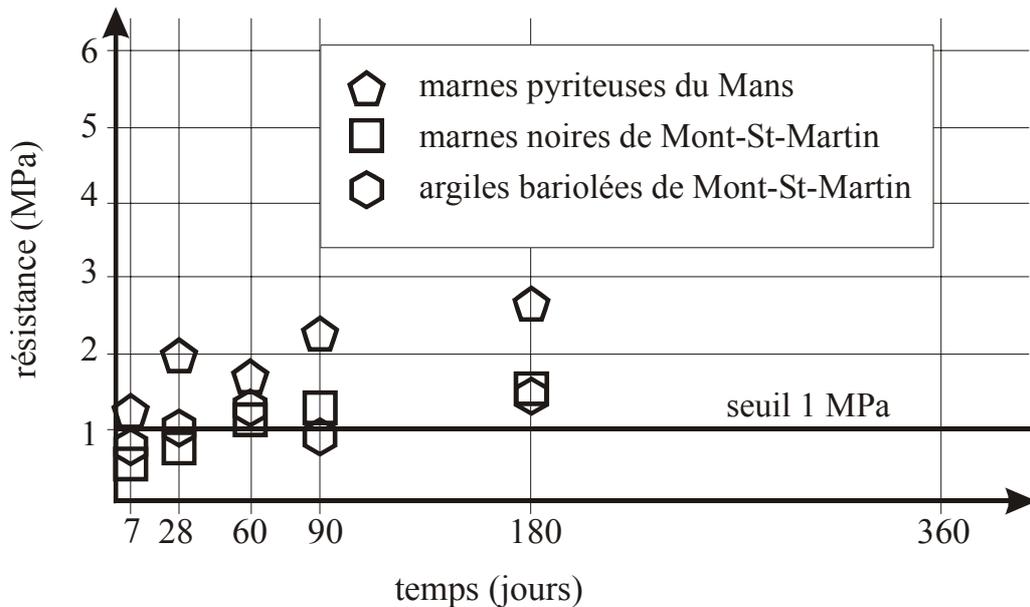


Figure 4-6 : Résistance en compression simple des marnes pyriteuses du Mans, des marnes noires et des argiles bariolées de Mont-St-Martin ^[43]
(essais réalisés au laboratoire DTA de l'entreprise HOLCIM)

Pour l'ensemble des produits, il y a un développement des caractéristiques mécaniques. Les échéances d'obtention d'une résistance en compression de 1 MPa compatible avec une circulation des engins sont très variées. Ce seuil est atteint à 90 jours pour les schistes, à 60 jours pour les marnes du Mont-St-Martin. Seuls le gneiss, les marnes du Mans et les limons de référence « passent » à 7 jours. Il y a donc différentes cinétiques d'évolution de la résistance en compression simple qui traduisent peut-être des mécanismes physico-chimiques différents. Ce point sera particulièrement étudié dans le cadre de la recherche des origines des perturbations de la stabilisation (chapitre 5).

En ce qui concerne le comportement mécanique des limons de Metz, l'étude a été réalisée par micropénétration, (essai Rochart) sur des éprouvettes cylindriques 2,5/1,5cm, après une cure de 7 et 28 jours à la teneur en eau de confection. Les résultats sont repris en figure 4-7.

Il est difficile de relier ces caractéristiques à celles obtenues par la méthode normalisée. Grâce à ce test, on a cependant tiré deux informations :

- les limons des déblais A et C présentent des résistances plus faibles que celles des limons des déblais B et D dont la résistance évolue au cours du temps.
- la granulométrie n'est pas un paramètre influant sur les essais de micropénétration.

Il faut noter que la cure permet d'obtenir une modification de comportement des schistes vis-à-vis de l'eau. Alors, qu'à court terme, ces produits gonflent sous eau (Figure 4-3) au point de ne plus pouvoir mesurer les résistances mécaniques, après deux mois de cure ils paraissent peu sensibles à l'eau. Les mécanismes qui conduisent à cette relative stabilisation méritent une recherche plus approfondie. Nous aurons l'occasion d'y revenir dans les chapitres suivants.

d) Performances escomptables à long terme

C'est la dernière évaluation mécanique que nous avons faite, la résistance au gel n'a pas été mesurée. La figure 4-8 ci-dessous reprend l'ensemble des résultats.

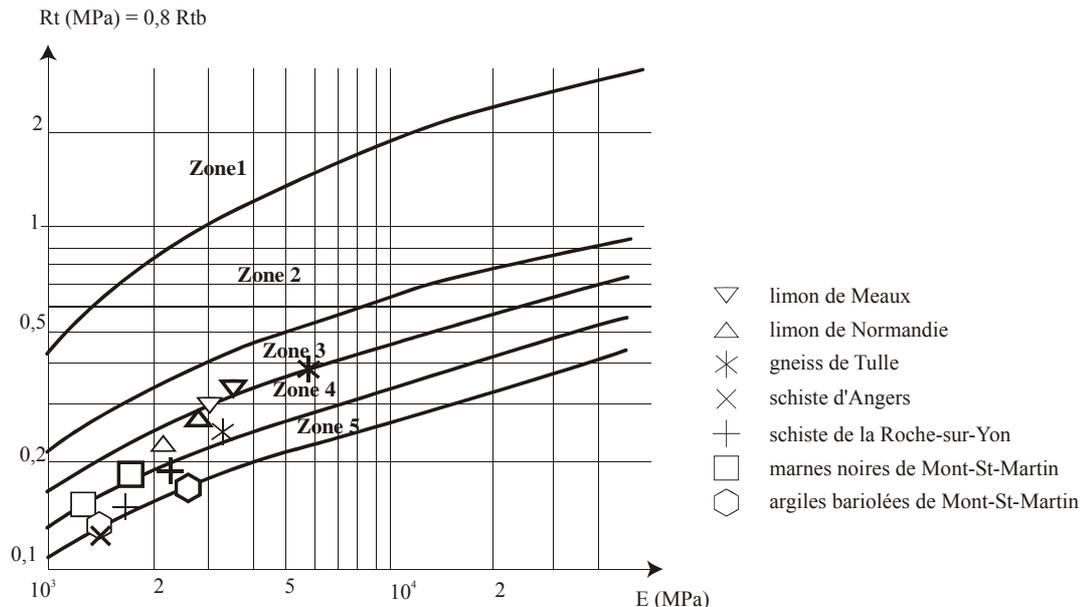


Figure 4-8 : Zone de classement mécanique escomptable à long terme [8]
(essais réalisés au laboratoire DTA de l'entreprise HOLCIM)

symbole normal, essai effectué à 90 jours

symbole en gras, essai effectué à 180 jours

Nous attirons l'attention sur quelques cas particuliers :

- le gneiss de Tulle améliore ses caractéristiques d'une façon importante à long terme ce qui lui permet de se situer, à terme, à la limite de la zone 3.
- la résistance en traction à 90 jours des schistes d'Angers est trop faible (0,1 MPa) pour déterminer une zone de classement. Il faut attendre 180 jours pour les situer à la frontière de la zone 5.

4.2.3 Synthèse des résultats

Pour faciliter la compréhension et l'exploitation des données nous avons regroupé dans le tableau 4-6 ci-dessous la synthèse des résultats des essais de compatibilité liant-sol réalisés sur chantier et dans les laboratoires d'Holcim et dans ceux de l'Ecole des Mines d'Alès.

Ce lourd ensemble expérimental visait plusieurs buts :

- sélectionner des sols de référence et des sols perturbés pour mener le travail de recherche
- valider la représentativité de nos échantillonnages par rapport aux sols des chantiers
- comparer les comportements des sols vis-à-vis d'un mode de traitement unique et identique pour tous les sols

- mettre en évidence, à la suite de ce traitement unique, des résultats significativement différents afin de pouvoir étudier les mécanismes conduisant à la perturbation de la stabilisation des sols.

sol	essais normalisés lors du chantier (rappel)					Essais de laboratoire				
	Type	Gv	Rc	Rci/Rc	Rt/E 90 j	Type	Gv	Rc	Rci/Rc	Rt/E 90 j
Limon de Meaux	A ₂					A ₂	apte	7 jours	OK	zone 3-4
Limon de Normandie	A ₁					A ₁	douteux	7 jours	OK	zone 4
Gneiss de Tulle	A ₁	inadapté	> 90 jours	OK	non classable	B ₅	apte	7 jours	< 0,8	zone 3-4
Schiste d'Angers	A ₂	inadapté	> 28 jours			A ₁	inadapté	90 jours	OK	non classable
Schiste de la Roche-sur-Yon	B ₅	apte	7 jours	OK	zone 5	A ₁	inadapté	28 jours	< 0,8	zone 5
Marnes noires de Mont-St-Martin	A ₂	douteux/ inadapté	> 28 jours	OK	zone 3	A ₂	inadapté	60 jours	< 0,6	zone 4-5
Argiles bariolées de Mont-St-Martin	A ₂	inadapté	28 jours	< 0,6	zone 4	A ₂	inadapté	60 jours	< 0,6	zone 4-5
Marnes pyriteuses du Mans*	A ₂	inadapté	7 jours	< 0,6	zone 2 ?	A ₂	inadapté	7 jours	< 0,6	

Tableau 4-6 : Récapitulatif des résultats des essais normalisés obtenus lors des chantiers et des essais de laboratoire

Globalement les classements des sols et leurs comportements vis-à-vis du traitement sont, comme le montre le tableau, semblables sur chantier et en laboratoire. La sélection et les prélèvements des échantillons sont donc validés.

Il faut cependant distinguer le cas particulier du gneiss de Tulle qui fait exception à la fois dans le classement initial et dans son adaptation au traitement pratique en laboratoire (1% chaux +5% ciment). La situation atypique du gneiss nous a paru intéressante et représentative de certains chantiers où la variabilité du sol et son comportement « aléatoire » face aux traitements sont à la source de problèmes et d'interrogations. Nous sommes attachés dans les chapitres suivants à la compréhension de ces aléas.

Par ailleurs, malgré le peu d'informations et de matériaux à caractériser, nous avons également conservé le limon de Metz et ses quatre prélèvements dans la mesure où ils illustrent bien un autre scénario vécu sur chantier à savoir le cas d'un sol jugé adapté au traitement qui présente a posteriori une pathologie difficilement explicable.

Toujours dans un souci de synthèse, nous pouvons regrouper les sols étudiés selon quatre comportements vis-à-vis du traitement :

- des sols adaptés au traitement (limon de Meaux et gneiss de Tulle) avec des résistances élevées et un gonflement peu important (< 5 %) qui se réalise précocement (1 jour de cure) ;
- un sol douteux (Limon de Normandie) avec un gonflement également rapide mais plus important et des caractéristiques mécaniques plus faibles.
- des sols inadaptés avec principalement des forts gonflements conduisant à la destruction des éprouvettes. Le gonflement se produit :

- soit rapidement (1^{ère} journée). C'est le cas des marnes et des argiles (Le Mans et Mont-St-Martin)
- soit lentement comme pour les schistes d'Angers et de la Roche sur Yon.

4.3 Conclusions

Nous avons sélectionné 12 sols naturels sur différents chantiers afin d'étudier la stabilisation des sols. Parmi eux :

- 2 sols (limons) sont plus particulièrement destinés à l'étude des mécanismes conduisant à une stabilisation réussie
- 10 autres sols concernent l'étude des perturbations. Ces sols sont : 3 altérites de roches métamorphiques (schistes et gneiss) pour étudier les problèmes liés à la présence d'argiles et/ou de micas et 7 roches sédimentaires (argiles, marnes et limons) pour lesquelles les argiles, le soufre et les matières organiques ont été incriminés.

Les rapports d'études géotechniques indiquent que les différents sols déclarés inaptes présentent soit des gonflements, soit des résistances mécaniques faibles. Malgré un traitement avec plusieurs formulations les caractéristiques restaient insuffisantes ou médiocres.

La stabilisation des sols retenus avec le traitement de référence, nous a permis d'obtenir des résultats similaires à ceux décrits dans les rapports d'études : les sols réputés aptes se sont révélés aptes et les sols sélectionnés pour leur inaptitude ont confirmé leur inaptitude excepté pour le gneiss dont l'échantillon est adapté au traitement.

À la lecture de l'évolution des caractéristiques mécaniques, on peut d'ores et déjà affirmer que les perturbations étudiées ne conduisent pas à l'inhibition des liants. Le durcissement se produit quel que soit le sol considéré. Les performances obtenues et leur cinétique d'évolution sont par contre très différentes selon qu'on considère le limon de Meaux, les marnes ou les schistes.

On observe aussi des comportements en immersion spécifiques à des familles de roches : à part les limons de référence, l'ensemble des produits présentent des taux de gonflement ^[43] très importants qui les rendent inadaptés. Après une cure normale de 1 mois les schistes semblent s'être stabilisés alors que les marnes et argiles restent d'une grande sensibilité à l'eau.

À partir de ces essais normalisés basés sur des propriétés d'usage, nous avons donc observé des comportements macroscopiques différents pour chacun de ces sols. Au cours des études préalables à la réalisation des chantiers, des éléments d'explication ont parfois été avancés. Jamais leurs auteurs n'ont eu l'occasion de pousser plus loin l'analyse des causes conduisant à la perturbation des traitements aux liants des sols considérés. Le but des normes et des guides techniques n'est pas d'éclairer l'utilisateur sur les mécanismes physico-chimiques qui permettraient d'expliquer perturbations et pathologie. Cette approche normalisée est nécessaire mais reste insuffisante pour identifier les relations entre les propriétés et les mécanismes mis en jeu. Nous avons donc adopté une approche microstructurale en s'appuyant sur des moyens de caractérisation adaptés afin de :

- comprendre les mécanismes conduisant à la stabilisation des sols aptes et proposer une représentation microstructurale du sol stabilisé
- identifier les écarts entre cette représentation et les observations effectuées sur les sols inadaptés pour comprendre la nature et le rôle de l'agent perturbateur dans la stabilisation
- proposer et développer de nouveaux outils de prédictions à partir de la compréhension des mécanismes de perturbation.

5 Mécanismes de la stabilisation des sols

L'objectif de ce chapitre est de comprendre les mécanismes de la stabilisation des sols réputés aptes (limons de Meaux) pour proposer un modèle microstructural et physico-chimique de ce phénomène.

Nous rechercherons ensuite, pour chaque sol inadapté, quels sont les écarts par rapport à la situation idéale, de manière à déterminer l'élément perturbateur et son rôle.

5.1 Proposition et validation d'un modèle microstructural et physico-chimique de la stabilisation

5.1.1 Idées directrices

L'étude bibliographique nous a permis de mettre en exergue des faits expérimentaux à partir desquels nous proposons une hypothèse sur les mécanismes de la stabilisation d'un sol par un traitement à la chaux (1 %) et au ciment (5 %) :

- **le sol est un agglomérat de particules solides et de fluides interstitiels.** Avant traitement, le sol se présente sous la forme d'un « massif » continu.
- l'action mécanique du **malaxage découpe** le « massif » de sol en **agrégats de minéraux** de taille centimétrique à décimétrique.
- **l'ajout de chaux provoque la floculation des argiles** et facilite ainsi la fragmentation du limon lors du malaxage. **Les fragments de sols chaulés constituent des grumeaux** de taille millimétrique à l'échelle du laboratoire et centimétrique voire décimétrique à l'échelle du chantier.
- **l'ajout de ciment ainsi que la chaux** excédentaire après la floculation des argiles **permet la liaison des grumeaux entre eux.** Par comparaison avec les graves-ciments, la formulation de traitement utilisée est pauvre en ciment par rapport à la masse de sol. Nous pouvons donc supposer que **le ciment ne pénètre pas à l'intérieur des grumeaux.** On peut penser qu'après le compactage, **le ciment forme des ponts liants entre les grumeaux. La prise et le durcissement du ciment** d'une part et **la réaction pouzzolanique entre la portlandite et les argiles** d'autre part **contribuent à la rigidité du sol** après stabilisation.

À partir de cet ensemble de faits et d'hypothèses, nous proposons un schéma microstructural du sol stabilisé (Figure 5-1) correspondant à des grumeaux reliés par des ponts de ciment.

Dans cette hypothèse, du point de vue physico-chimique, **le mécanisme de stabilisation résulte de :**

- **l'action de la chaux à court terme qui permet la floculation des argiles et donc la formation de grumeaux lors du malaxage**
- **l'action du ciment qui lie entre eux les grumeaux plus ou moins déformés de sol chaulé**
- **la réaction pouzzolanique entre chaux et argile qui consolide les grumeaux à plus long terme.**

Nous allons vérifier la pertinence de ce modèle sur l'exemple du limon de Meaux.

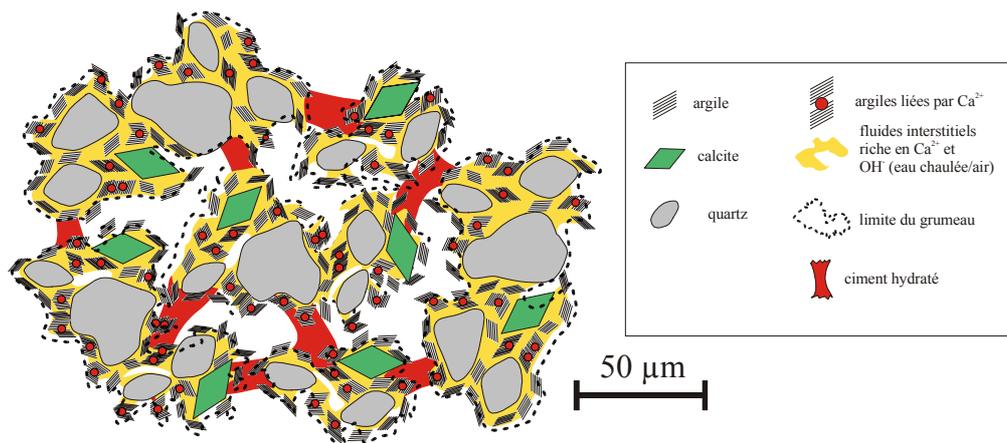


Figure 5-1 : Représentation schématique du mécanisme de stabilisation d'un sol apte [137] :
Le chaulage et le malaxage permettent d'isoler des fragments de sol (composés de minéraux de diverses natures, plus ou moins saturés de liquide), les grumeaux. Ces grumeaux plus ou moins déformés lors du compactage sont liés entre eux par le ciment.

5.1.2 Caractérisation microstructurale et minéralogique du limon de Meaux

5.1.2.1 Granulométrie

Le classement A₂ du limon de Meaux correspond à un passant à 80 µm de 83 % de la population. L'analyse granulométrique de la fraction inférieure à 80 µm révèle la présence de 4 populations (

Figure 5-2) :

- deux fractions argileuses (modes à 0,2 et 3 µm)
- deux fractions limoneuses (modes à 13 et 33 µm)

La composition granulométrique du sol complet est donc la suivante :

- fraction argileuse : 29 %
- fraction limoneuse 52 %
- fraction sableuse 19 %.

Ce sol est donc de type limon argilo-sableux [3].

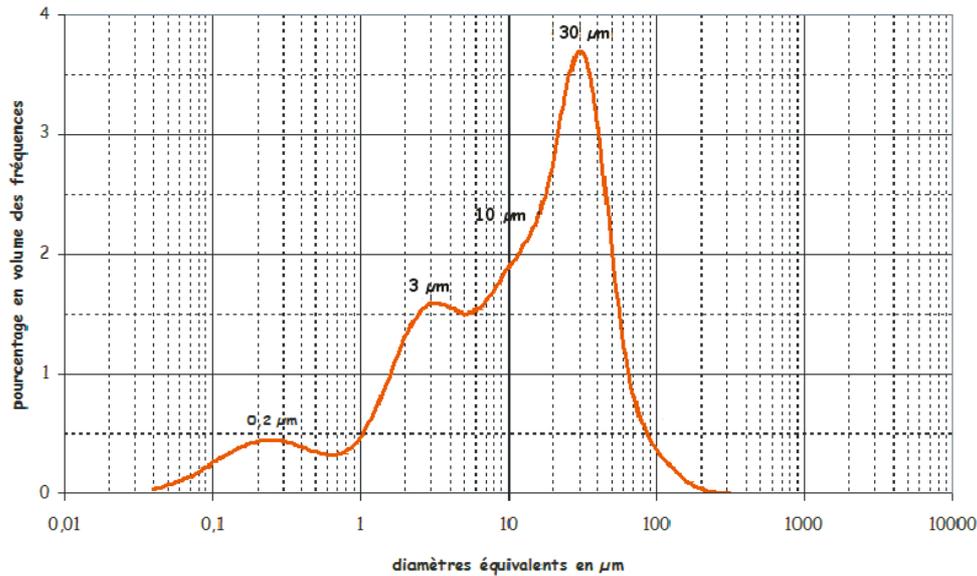


Figure 5-2 : Analyse granulométrique de la fraction 0-80 μm du limon de Meaux
 3 populations granulométriques sont identifiées dont les modes sont : 0.2, 3, et 30 μm . Il existe aussi un épaulement correspondant à une 4^{ème} population à 10 μm .

5.1.2.2 Minéralogie

La fraction supérieure à 500 μm est composée de concrétions carbonatées de forme tubulaire traduisant l'existence d'un paléosol. Le reste de la fraction grossière (supérieure à 10 μm) est composée de quartz et de feldspaths. Les fractions limoneuses sont également constituées de quartz et de feldspaths. Les fractions fines sont constituées de phases argileuses, par importance décroissante : smectite, illite, kaolinite et interstratifié illite/chlorite.

La composition minéralogique du sol complet est donc la suivante : 1/3 d'argiles et 2/3 de fraction limoneuse riche en quartz.

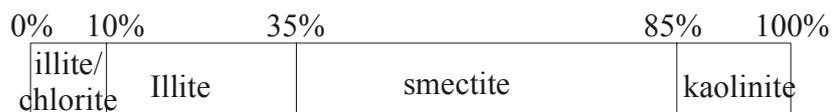


Figure 5-3 : Proportions des différentes espèces argileuses au sein du limon de Meaux, évaluées de façon semi-quantitative

5.1.2.3 Microstructure du sol avant traitement

L'observation au MEB (Figure 5-4 et Figure 5-5) montre que :

- la structure du sol est isotrope à l'échelle de la centaine de microns
- les fractions grossières sont dispersées au sein de la matrice argileuse
il existe une microporosité diffuse de taille micronique.

Ces observations permettent de schématiser ce sol par la représentation de la Figure 5-6.

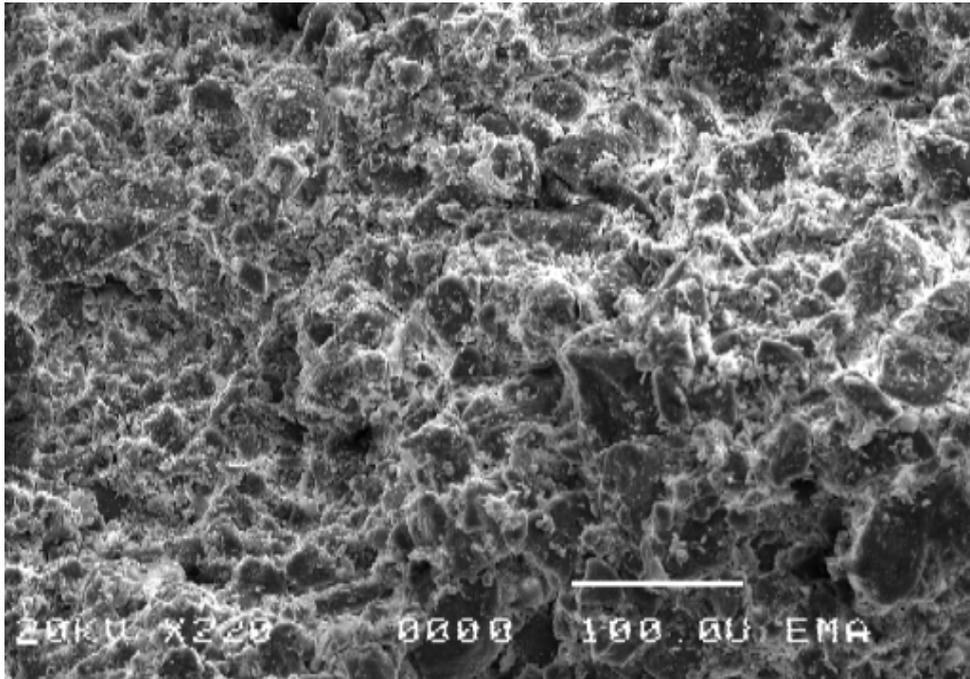


Figure 5-4 : Observation au MEB de la structure du limon de Meaux avant traitement, à l'échelle de la centaine de microns.

Les fractions sableuses et limoneuses sont dispersées dans la matrice argileuse. Il n'y a ni orientation préférentielle des particules ni porosité visible.

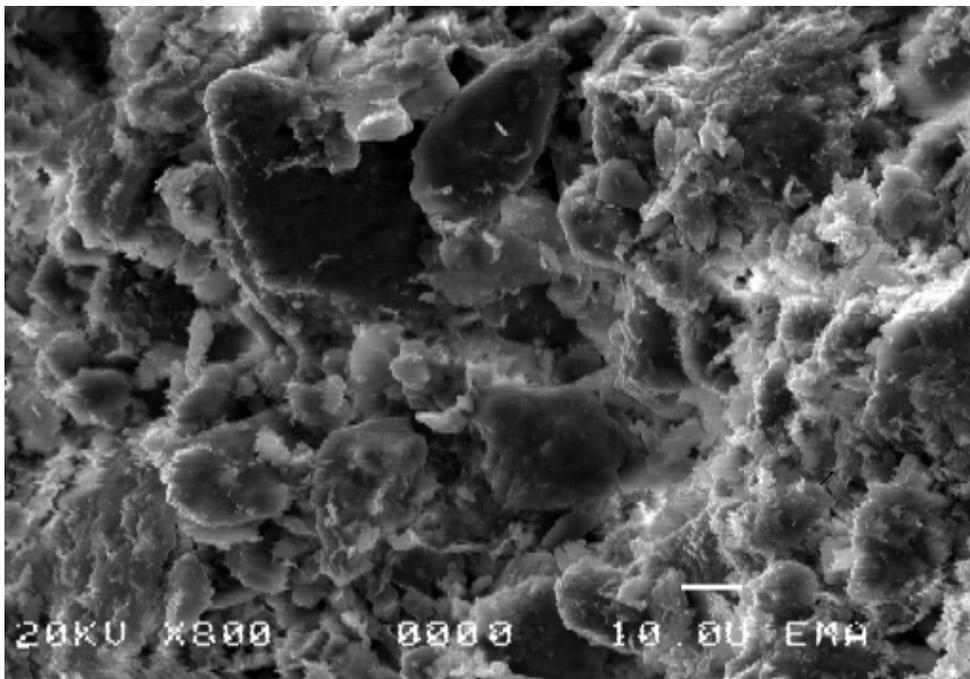


Figure 5-5 : Observation au MEB de la structure du limon de Meaux avant traitement, à l'échelle de la dizaine de microns

Les particules grossières sont recouvertes par les argiles. La matrice argileuse présente une microporosité diffuse de l'ordre du micron.

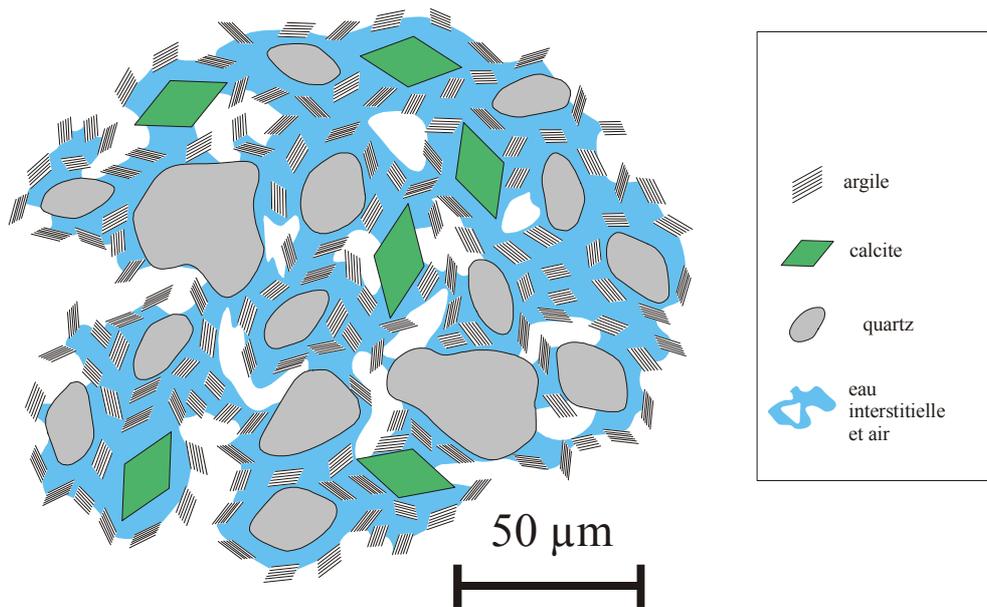


Figure 5-6 : Représentation schématique de la microstructure du limon de Meaux avant traitement

Le sol est un assemblage de divers minéraux de différentes tailles. Les minéraux les plus grands sont enrobés dans l'argile. La microporosité de cette matrice est occupée par les fluides interstitiels.

5.1.3 Observation de l'état du sol après malaxage et adjonction des liants

Le malaxage au moyen d'un malaxeur-désagrégateur découpe le sol massif en agrégats de taille millimétrique à centimétrique. L'ajout de chaux destinée à la floculation des argiles favorise la fragmentation mécanique et produit les grumeaux. La Figure 5-7 montre la granulométrie apparente des limons de Meaux après chaulage à 1 %.

L'ajout de ciment ne modifie pratiquement pas la granulométrie apparente des grumeaux (Figure 5-9).

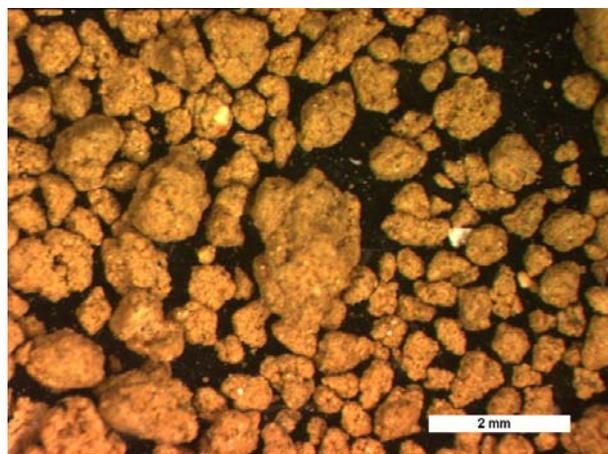


Figure 5-7: Observation à la loupe binoculaire de grumeaux formés à partir du limon de Meaux.

L'action mécanique du malaxeur-désagrégateur ainsi que l'action chimique de la chaux favorisent la fragmentation du sol en grumeaux

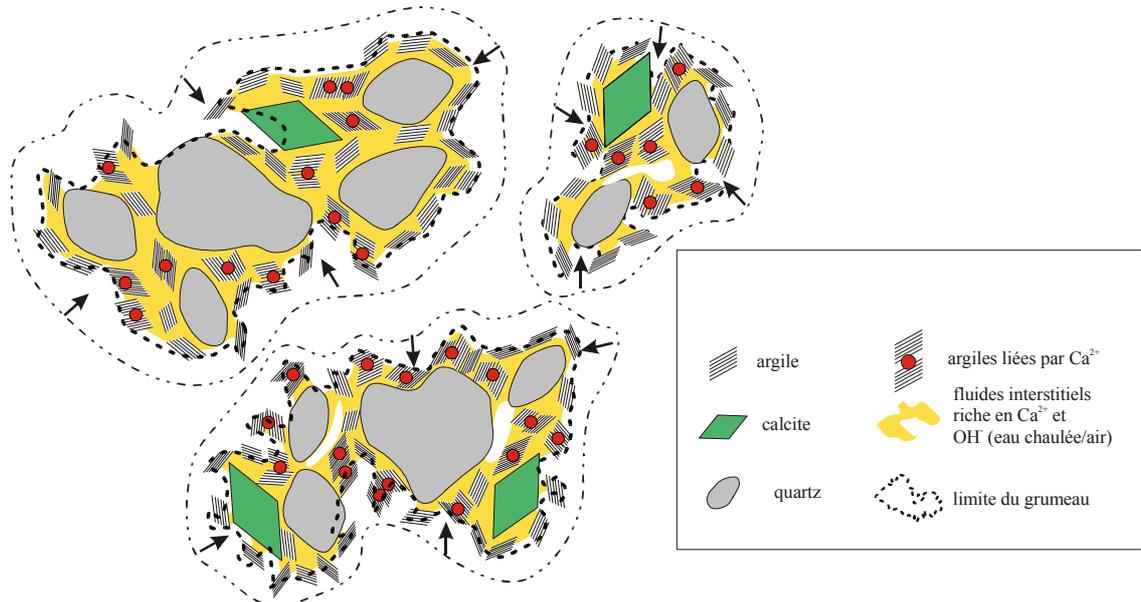


Figure 5-8 : schéma de l'action de la chaux sur le limon

L'ajout de chaux provoque la floculation des argiles. Ce réarrangement des particules du sol ainsi que l'évaporation d'une partie de l'eau interstitielle entraîne la contraction de l'agrégat. L'agrégat ainsi formé est appelé grumeau.

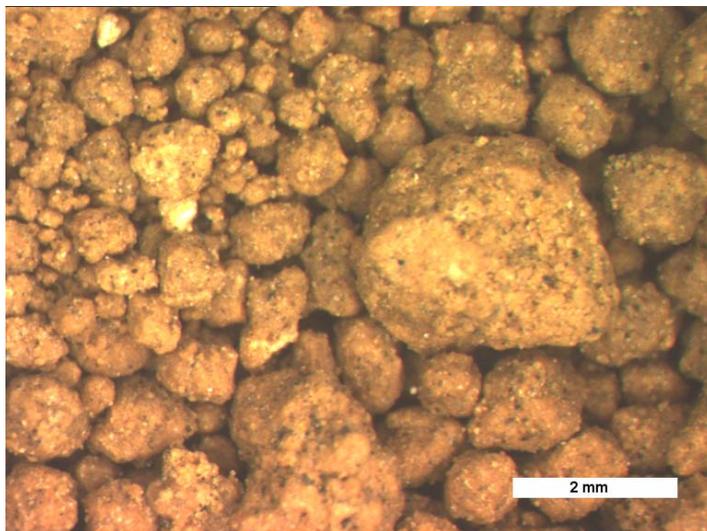


Figure 5-9 : Observation à la loupe binoculaire des grumeaux après l'ajout du ciment. *Après l'ajout du ciment, l'aspect macroscopique des grumeaux n'est pratiquement pas modifié. Les grumeaux se présentent sous une forme sphéroïdale.*

5.1.4 Effet de l'addition du liant hydraulique et du compactage

Le compactage permet l'agglomération des grumeaux. Malgré l'homogénéité apparente de la mouture résultant du malaxage, le matériau compacté s'avère hétérogène comme nous avons pu le mettre en évidence par observation en microscopie optique. Sur la Figure 5-10, on observe la structure tachetée. Les taches claires, correspondant à la couleur naturelle du limon

de Meaux, sont de gros grumeaux. La matrice plus sombre correspond à l'ensemble « ciment + petits grumeaux » indistincts à cette échelle.

L'observation au MEB du limon de Meaux traité et compacté est effectuée sur des surfaces de fracture d'échantillons de sol préalablement lyophilisés. Cette observation (Figure 5-11) montre l'agglomération des grumeaux laissant entre eux une porosité. La surface de rupture des grumeaux est irrégulière et passe par le cœur du grumeau. Le long des pores, la surface latérale des grumeaux est lisse et régulière.

À plus fort grossissement (Figure 5-12), on distingue en bordure de chaque grumeau une « coque » lisse et continue d'une dizaine de microns d'épaisseur. En coupe, l'aspect de cette coque est celui d'une pâte ou d'un gel : cette coque ne présente pas de minéraux automorphes. Le contact entre les deux grumeaux a la forme d'un ménisque. La microanalyse chimique de cette coque montre la présence majoritaire des éléments silicium, aluminium, calcium et oxygène. Cette composition correspond à celle des hydrates du ciment.

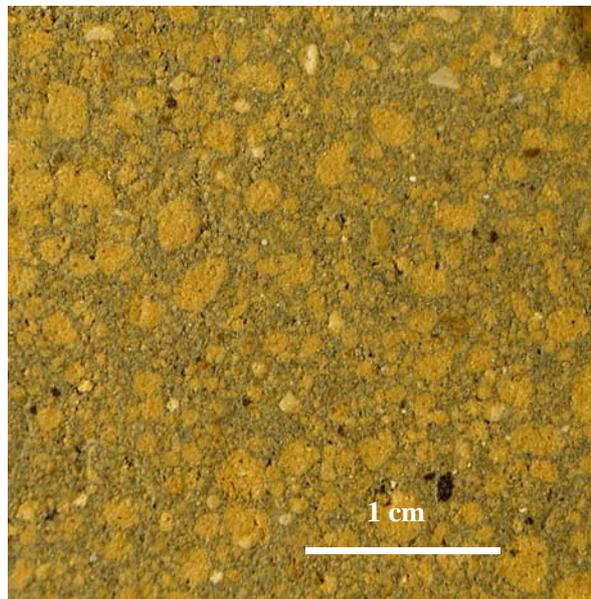


Figure 5-10 : Observation en microscopie optique d'une coupe de limon chaulé, cimenté et compacté.

Le limon traité présente une structure « tachetée ». Les éléments de couleur claire correspondent aux grumeaux sans ajout de colorant et ciment. La matrice de couleur grise correspond à la zone riche en ciment souligné par la présence d'un pigment coloré. La surface d'observation est obtenue par sciage avec un fil diamanté d'une éprouvette de limon.

Nous pensons que les coques résultent directement de l'hydratation de la poudre de ciment ayant enrobé les grumeaux lors du malaxage. Pour préciser et compléter l'hypothèse formulée au paragraphe 5.1.1, le ciment n'est pas seulement présent sous forme de points d'accrochage entre grumeaux, mais il les englobe totalement sous forme d'une coque. Le contact entre grumeaux s'effectue par l'intermédiaire de ces coques. La surface de rupture (Figure 5-11) met en évidence que l'entité grumeau est moins solide que la coque du fait de la propagation de fractures au travers des grumeaux.

La partie interne des grumeaux, quant à elle, ne présente pas de différence notable avec le sol non traité. Il s'agit de l'assemblage isotrope des diverses fractions granulométriques du sol, tel qu'on le voit sur la Figure 5-5.

Le schéma d'un sol stabilisé est donc celui de la Figure 5-13.

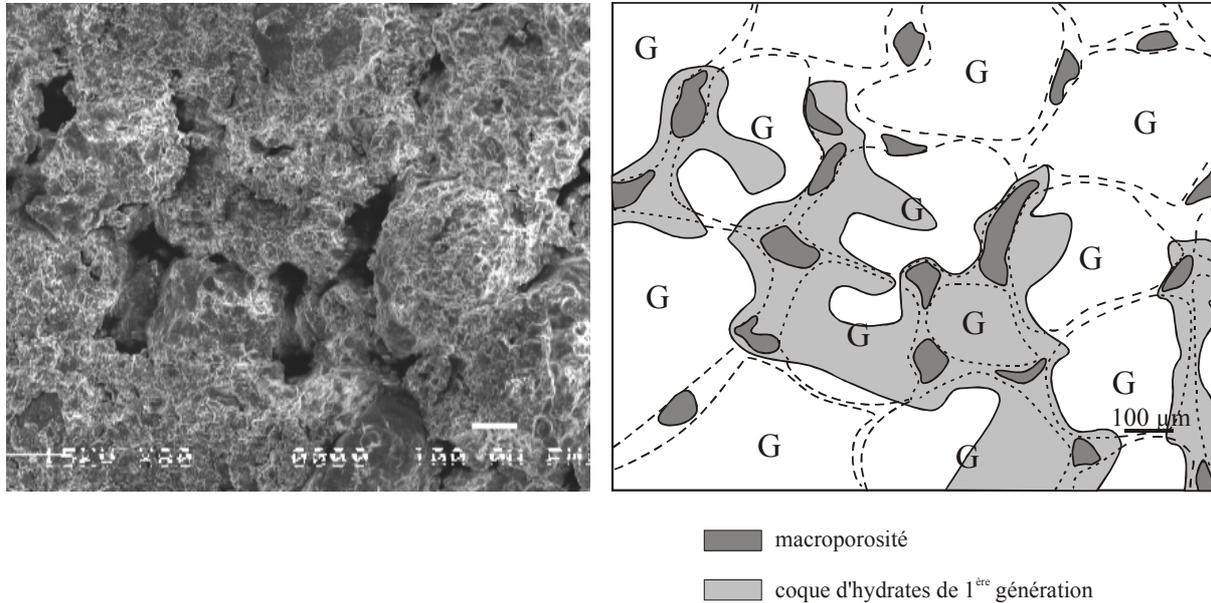


Figure 5-11 : Observation au MEB de l'assemblage de grumeaux au sein d'une éprouvette compactée.

La surface d'observation est une surface de rupture réalisée pour l'observation au MEB. Elle met en évidence des entités : les grumeaux (G) qui correspondent à des agrégats de particules du sol. Bien que le compactage permette de rapprocher les grumeaux, la macroporosité persiste. À la faveur de cette porosité, on observe la présence d'une coque lisse à la surface des grumeaux.

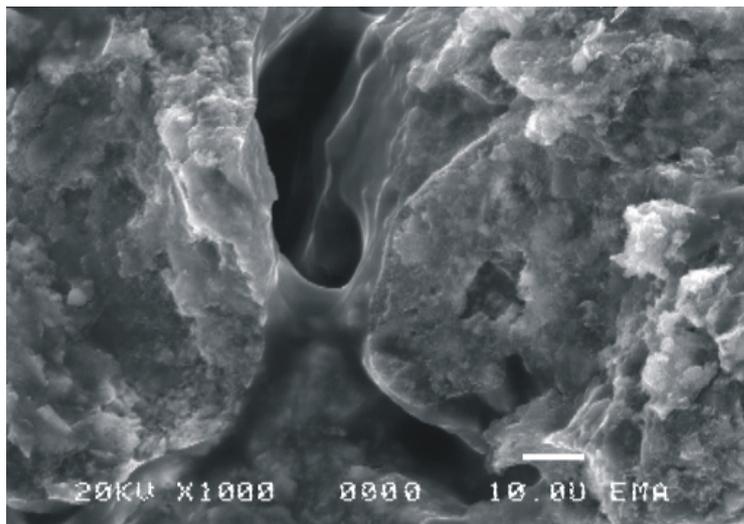


Figure 5-12 : Observation au MEB du contact entre deux grumeaux.

La liaison entre les grumeaux s'effectue par l'intermédiaire de la coque ($\approx 30 \mu\text{m}$ d'épaisseur). Le point de contact a la morphologie d'un ménisque. Cette morphologie traduit le passage par un état « fluide » qui se rigidifie pour donner la coque.

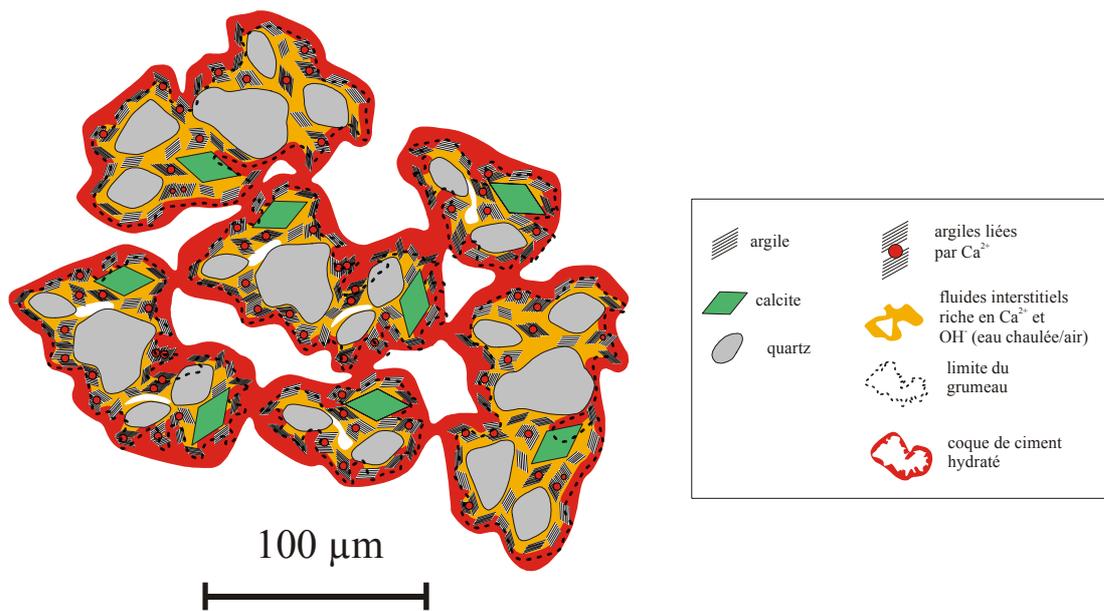


Figure 5-13 : Représentation schématique d'un sol stabilisé à la chaux et au ciment après compactage.

Le ciment recouvre la totalité de la surface des grumeaux qu'il enrobe d'une coque. Le compactage permet le rapprochement des grumeaux. La pâte de ciment entre ainsi en contact et forme des ponts liants entre les grumeaux.

5.1.5 Evolution de la microstructure du sol stabilisé en fonction des conditions de cure

Après 90 jours de cure normale à 20 °C, la seule évolution observée au MEB est l'apparition, sous la coque, d'une zone contenant des filaments enchevêtrés d'une longueur de l'ordre du micron et d'un diamètre d'un dixième de micron (Figure 5-14). Ces filaments se développent sur les minéraux du sol. Leur analyse chimique montre qu'il s'agit vraisemblablement de silicates et d'aluminates calciques hydratés.

Ces filaments sont observés dès 7 jours dans les conditions de cure immergée à 40 °C (NF P 94-100) ^[42]. Dans ces dernières conditions, des structures similaires sont observées également sur la surface de la coque enrobant les grumeaux.

Le schéma structural proposé sur la Figure 5-13 évolue donc avec le temps pour aboutir à celui de la Figure 5-15.

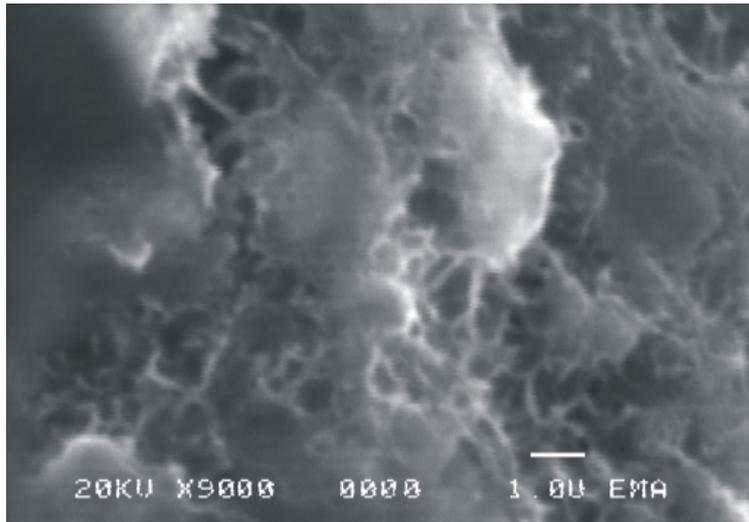


Figure 5-14 : Observation au MEB des hydrates cristallisés au cœur du grumeau. Cette image permet d'observer la présence d'hydrates cristallisés, apparaissant dans la zone externe des grumeaux, à 90 jours en cure normale, et dès 7 jours en immersion à 40°C.

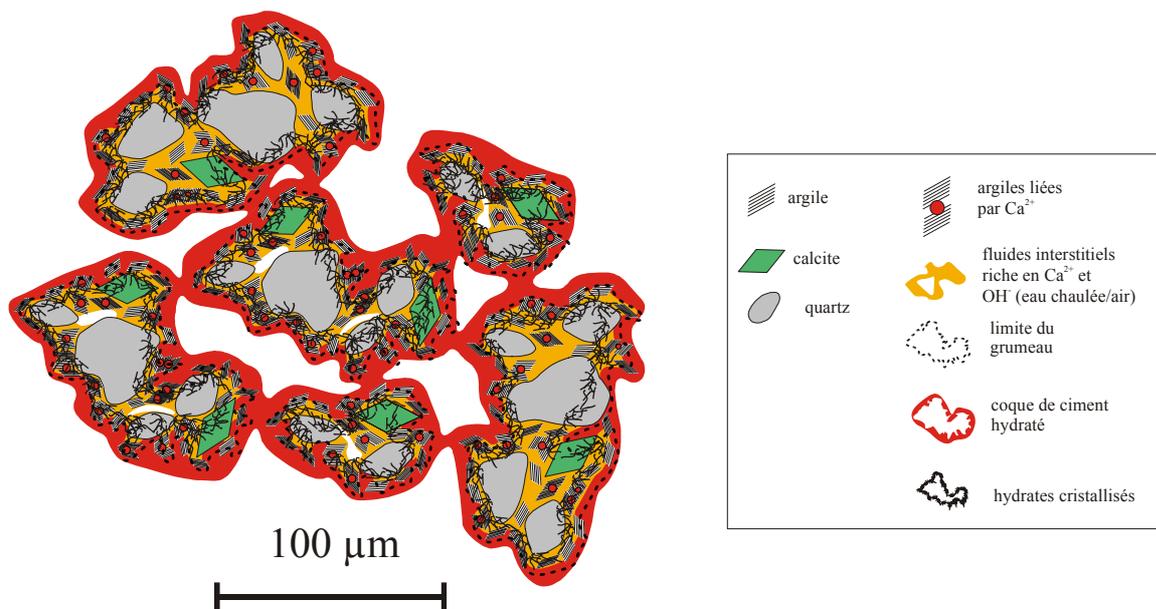


Figure 5-15 : Représentation schématique du limon stabilisé au-delà de 90 jours de cure. Des hydrates cristallisés se développent à partir de la surface des grumeaux vers leur cœur.

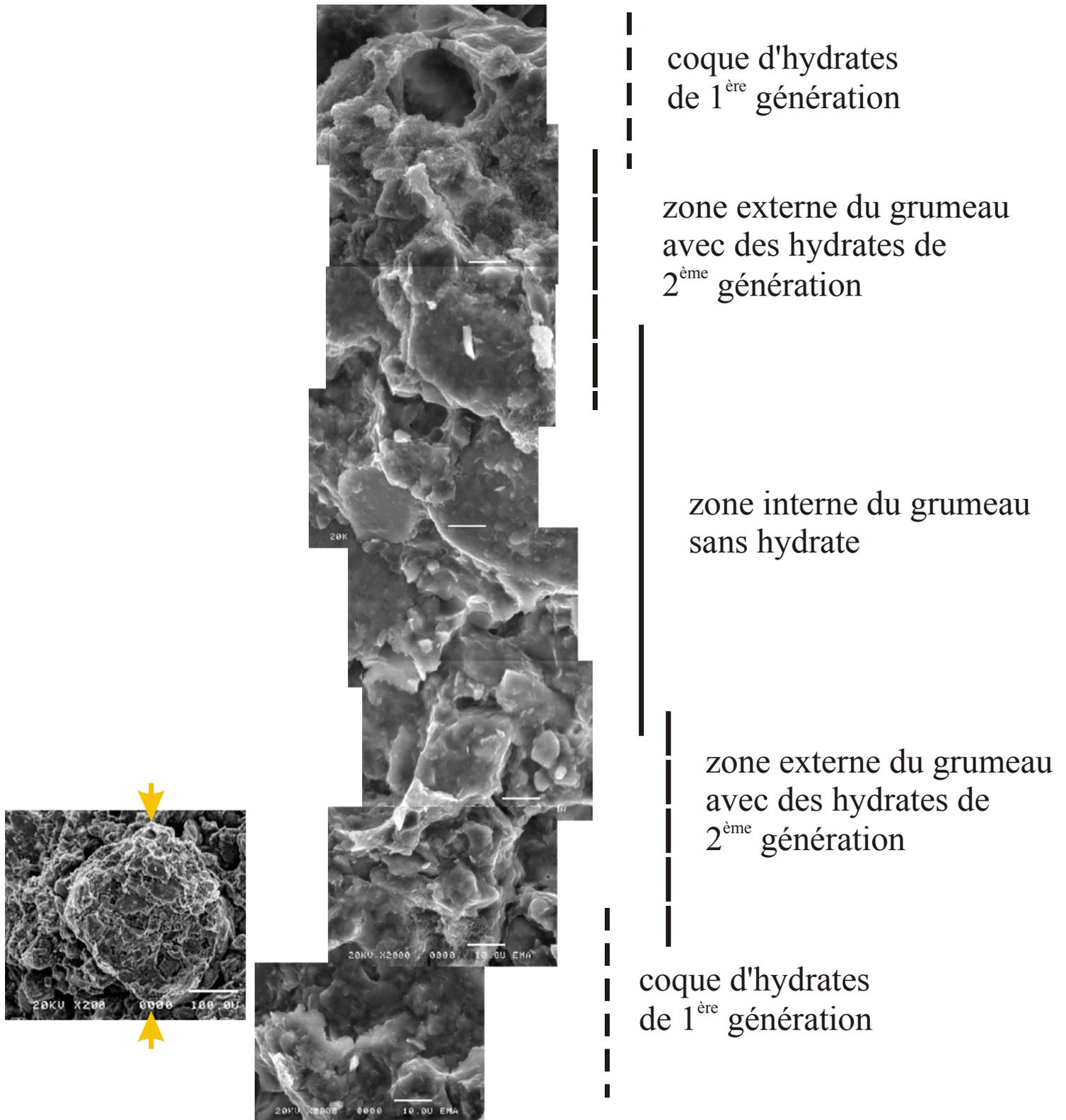


Figure 5-16: Observation au MEB d'un grumeau à 90 jours
Cette succession d'images permet de mettre en évidence la répartition des deux types d'hydrates au sein du grumeau à 90 jours

5.1.6 Conclusion

Le schéma proposé au paragraphe 5.1.1 peut être modifié et enrichi. Les observations effectuées sur les sols traités permettent de penser que le ciment enrobe totalement les grumeaux et forme une sorte de coque autour de chaque grumeau. Le contact entre grumeaux se fait par l'intermédiaire de cette coque de ciment. Par ailleurs, des hydrates de deuxième génération viennent renforcer la structure interne du grumeau. Les mécanismes physico-chimiques qui interviennent, semblent être les suivants :

- la chaux assure la floculation des argiles et la modification de leur capacité d'échange cationique. Elle modifie le comportement mécanique du sol et améliore sa fragmentation. L'action chimique (à l'échelle atomique) de la chaux se traduit donc par une modification du comportement du sol à l'échelle millimétrique (formation des grumeaux).
- lors de l'ajout de ciment et du malaxage, la poudre de ciment s'humecte au contact du sol humide et forme une pâte qui enrobe les grumeaux. Le compactage conduit à la mise en contact des grumeaux à travers la couche de pâte de ciment qui les entoure. La prise et le durcissement du ciment entraînent la rigidification de cette pâte qui devient une coque (Figure 5-13). L'action du ciment se situe à l'échelle du micron avec la formation de cette coque d'hydrates dits de « première génération ». Cette action se traduit à l'échelle décimétrique par l'augmentation des résistances en compression et en traction des éprouvettes du sol traité.
- un deuxième type d'hydrates, cristallisés, dits de « deuxième génération », se développe avec le temps (Figure 5-15). Ces hydrates se forment par la réaction pouzzolanique entre les ions calcium et les argiles des grumeaux. L'origine des ions calcium reste indéterminée : il peut s'agir de la chaux du chaulage en excédent comme de la chaux issue de l'hydratation des ciments. Nous ne disposons pas de preuve à ce sujet. Nous pouvons uniquement constater que le développement d'hydrates cristallisés s'effectue de la périphérie du grumeau vers son cœur. Ce développement suggère le transfert des ions calcium de la surface externe vers l'intérieur du grumeau.

La comparaison du schéma microstructural, des mécanismes physico-chimiques et des résultats des essais normalisés (Figure 4-4) montre un ensemble cohérent.

L'évolution rapide des propriétés mécaniques au cours des premiers mois correspond à la prise et au durcissement du ciment hydraté formant une coque autour des grumeaux et assurant leur liaison. Cette coque et ces points de liaison sont constitués d'hydrates de première génération, non cristallisés. L'évolution plus lente au-delà de trois mois peut être attribuée au développement des hydrates de 2^{ème} génération. Ces hydrates contribuent à la rigidification interne du grumeau.

Le modèle microstructural de sol stabilisé proposé au paragraphe 5.1.5 se compose de plusieurs éléments qui tous concourent à ses propriétés mécaniques :

- structure en assemblage de grumeaux issus du malaxage du sol chaulé
- structure interne des grumeaux relativement isotrope
- coques de ciment enrobant totalement les grumeaux, constituées de ciment hydraté sans cristallisation visible (hydrates de première génération)
- présence d'hydrates aciculaires de seconde génération développés à long terme ou à chaud en immersion.

Nous postulons que tout écart à ce modèle a des conséquences sur les caractéristiques mécaniques et physiques des sols traités. Ces sols peuvent alors devenir inadaptés au

traitement. L'origine des écarts est à rechercher au niveau de paramètres tels que la microstructure et la composition chimique du sol à traiter.

5.2 Calcul de l'épaisseur théorique de la coque d'hydrates enrobant le grumeau

Nous cherchons à vérifier si l'hypothèse de la formation d'une coque continue de ciment enrobant un grumeau est plausible dans le cas d'un traitement à 5 % de ciment.

5.2.1 Cas d'une population monodisperse

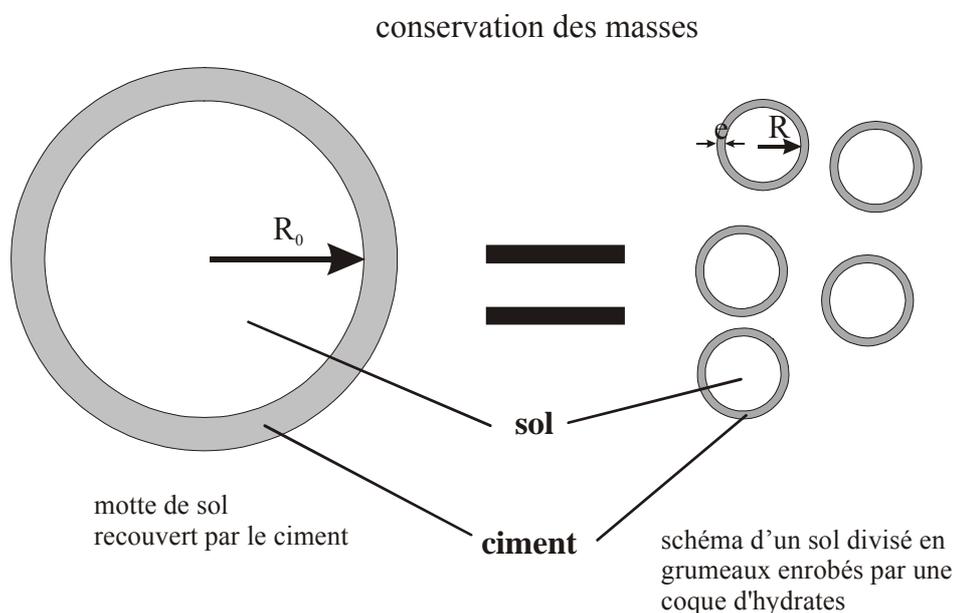


Figure 5-17 : Schématisation d'un sol et de la coque de ciment dans l'hypothèse des grumeaux

Nous considérons une motte de sol de masse unitaire assimilée à une sphère de volume :

$$V_r = \frac{4}{3} \pi R_0^3$$

R_0 : rayon de la sphère de sol de masse unitaire

Lors du traitement, on introduit une masse de ciment (M_c) soit :

$$M_c = x\% * \frac{4}{3} \pi R_0^3 * \rho_{sol} \quad (1)$$

$x\%$: dosage du ciment

ρ_{sol} : densité apparente du sol sec

Avec les hypothèses suivantes :

- le ciment se distribue en surface des grumeaux sur une coque d'épaisseur constante (e)
- les grumeaux ont tous la même taille, soit une distribution monodisperse

On peut établir une relation entre l'épaisseur (e) de la coque et la taille (rayon R) des grumeaux.

- l'hypothèse de la conservation de la masse de sol permet de calculer le nombre (n_R) de grumeaux de rayon (R) pour une masse de sol unité :

$$\frac{4}{3} \pi R_0^3 = n_R * \frac{4}{3} \pi R^3 \quad \rightarrow \quad n_R = \left(\frac{R_0}{R}\right)^3 \quad (2)$$

- par ailleurs, quelle que soit la distribution des grumeaux de sol, il y a conservation du volume d'hydrates du ciment, ce qui permet d'écrire la relation :

$$V_c = n_R * 4 \pi R^2 * e = \frac{M_c}{\rho_c} \quad (3)$$

En conjuguant les relations (2) et (3), on obtient l'épaisseur de la coque d'hydrates :

$$e = \frac{M_c}{\rho_c} * \frac{1}{4 \pi R^2 * n_R} = \frac{M_c}{\rho_c} * \frac{1}{4 \pi R^2 * \left(\frac{R_0}{R}\right)^3} = \frac{M_c}{\rho_c} * \frac{R}{4 \pi R_0^3}$$

$$e = \frac{x\% * \frac{4}{3} \pi R_0^3 * \rho_{sol} * R}{\rho_c * 4 \pi R_0^3}$$

$$e = \frac{x\%}{3} * \frac{\rho_{sol}}{\rho_c} * R \quad (4)$$

La relation (4) montre que l'épaisseur de la couche d'hydrates autour des grumeaux est proportionnelle au rayon R du grumeau et à la quantité de ciment introduite lors du traitement.

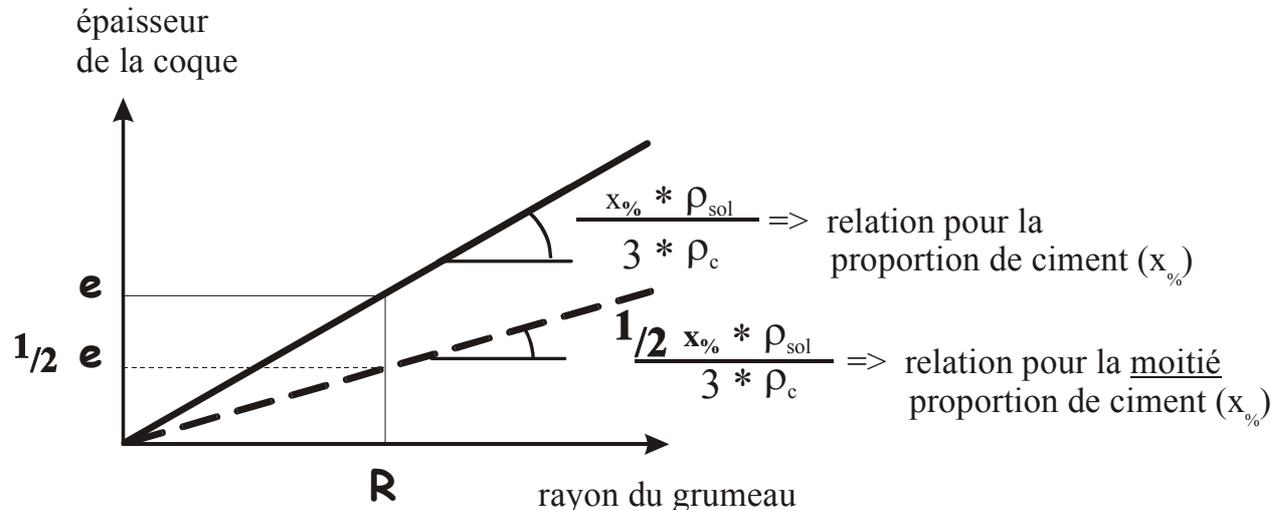


Figure 5-18 : Représentation graphique de la relation linéaire (4) entre l'épaisseur de la coque et la taille des grumeaux

Dans la pratique, le rayon du grumeau a une limite inférieure. Lors du malaxage, on ne peut pas isoler les particules d'un sol même si théoriquement une particule d'argile ($\approx 1 \mu\text{m}$) peut être entourée « d'une coque » d'un centième de micron d'épaisseur. L'observation macroscopique des grumeaux (Figure 5-18), montre que leur taille est comprise entre $100 \mu\text{m}$ et quelques millimètres. On peut simplifier l'écriture de l'équation (4) en supposant que les densités apparentes sèches de la coque de ciment et du sol sont, en première approximation, égales. Par ailleurs, la formulation de traitement que nous utilisons, est de 5 % de ciment.

L'équation (4) s'écrit donc :

$$e \approx 0,016 * R$$

Pour des grumeaux de diamètre de 2 mm, l'épaisseur de la coque est de l'ordre de 20 μm . Cette épaisseur théorique est en accord avec les observations au MEB (Figure 5-11 et Figure 5-16). La structure continue et lisse qui recouvre les grumeaux peut donc correspondre à une coque d'hydrates de 1^{ère} génération dont l'origine est le liant hydraulique introduit lors du malaxage.

5.2.2 Cas de population pluridisperse

Le malaxage des sols conduit à la formation de grumeaux de taille millimétrique. L'observation visuelle de la granulométrie des grumeaux (Figure 5-7) montre que le malaxage favorise aussi l'étalement granulométrique.

Afin de vérifier la relation entre l'épaisseur de la coque ($\approx 20 \mu\text{m}$) et la formulation de traitement avec 5 % de ciment, nous allons maintenant étudier la quantité de ciment à introduire pour recouvrir des grumeaux présentant un étalement granulométrique donné.

Nous allons plus particulièrement évaluer la quantité de liant nécessaire à la formation de coques d'épaisseur de 10, 20 et 30 μm .

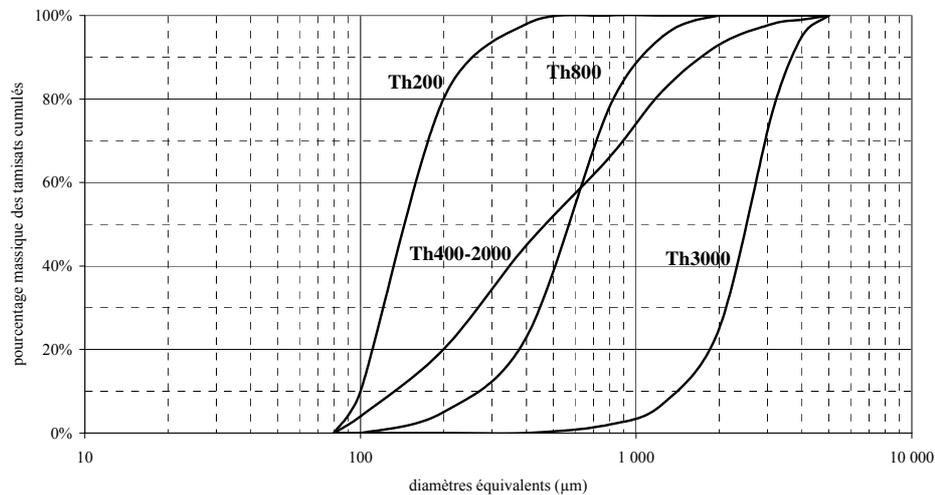


Figure 5-19 : Courbes théoriques de la granulométrie apparente des grumeaux après ajout du ciment

4 courbes ont été construites :

- courbes homométriques (Th200, 800 et 3000) se différenciant par leur mode centré respectivement sur 200, 800 et 3000 μm . Les surfaces spécifiques des structures {grumeau + coque} sont alors respectivement 149, 46, 11 cm^2/g
- courbe étalée (Th400-2000). La surface spécifique est alors 69 cm^2/g .

Nous avons fait l'hypothèse d'une distribution gaussienne des tailles des particules. À partir de cette hypothèse, les paramètres de la loi de distribution ont été déterminés en ajustant les courbes aux points expérimentaux. 4 courbes ont été ainsi construites (Figure 5-19). Elles correspondent à des courbes unimodales centrées sur 200, 800, 3000 μm et une distribution bimodale dont les modes sont centrés sur 400 et 2000 μm . L'étalement granulométrique est borné par les limites suivantes :

- inférieure, par le diamètre de 80 μm , valeur observée expérimentalement
- supérieure, par la limite à 5 mm valeur imposée par les dimensions des éprouvettes destinées aux essais mécaniques.

Le modèle que nous utilisons est toujours celui de sphères concentriques (Figure 5-20). La première sphère a pour rayon celui du grumeau augmenté de l'épaisseur de la coque (R_1 , sphère 1). La deuxième sphère a pour rayon celui de grumeau (R_2 , sphère 2). Dans une distribution donnée, nous supposons que l'épaisseur de la coque est constante quel que soit le rayon du grumeau.

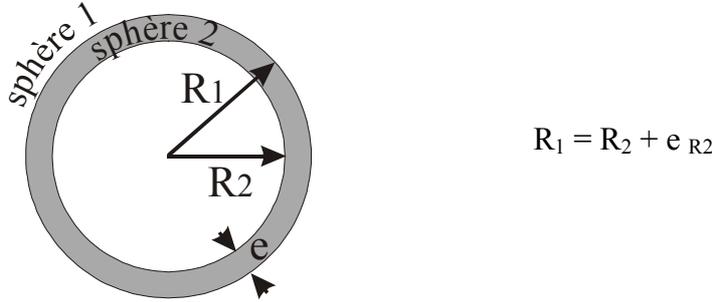


Figure 5-20 : Schématisation d'un grumeau sphérique de rayon R_2 recouvert par une coque d'épaisseur e

À partir de la courbe granulométrique, nous déterminons :

- le diamètre de la structure {grumeau+coque} ; pour chaque classe de diamètre, nous en déduisons les rayons des structures {grumeau+coque} ainsi que le rayon du grumeau seul en soustrayant l'épaisseur présumée de la coque.
- la fréquence (f_i) de chaque rayon à partir de pourcentage de tamisat cumulé.

Nous posons ici l'hypothèse que les densités apparentes sèches du grumeau et de la coque de ciment sont égales.

Pour chaque classe de rayon, nous calculons les masses des sphères correspondantes.

$$m_i = \rho * V_i = \rho * 4/3 \pi R_i^3 \quad (5)$$

L'expression de la masse de l'ensemble des classes granulométriques est :

$$\sum_1^n m_i = \sum_1^n f_i * \rho * 4/3 \pi R_i^3 \quad (6)$$

La différence de masse entre les sphères 1 et 2 correspond à la masse de ciment.

Nous en déduisons le dosage de ciment ($x\%$) en fonction de l'épaisseur de la coque d'hydrates désirée.

$$x\% = \frac{\sum_1^n f_i * \rho * 4/3 \pi R_{1i}^3 - \sum_1^n f_i * \rho * 4/3 \pi R_{2i}^3}{\sum_1^n f_i * \rho * 4/3 \pi R_{2i}^3} \quad (7)$$

$$x\% = \frac{\sum_1^n f_i * R_{1i}^3 - \sum_1^n f_i * R_{2i}^3}{\sum_1^n f_i * R_{2i}^3}$$

$$x\% = \frac{\sum_1^n f_i * (R_{2i} + e_{R_{2i}})^3 - \sum_1^n f_i * R_{2i}^3}{\sum_1^n f_i * R_{2i}^3} \quad (8)$$

$$(R_{2i} + e_{R_{2i}})^3 = R_{2i}^3 + 3R_{2i}^2 * e_{R_{2i}} + 3R_{2i} * e_{R_{2i}}^2 + e_{R_{2i}}^3$$

L'épaisseur ($e_{R_{2i}}$) de la coque est de l'ordre d'une dizaine de microns. Cette épaisseur étant faible devant le rayon du grumeau, on a :

$$(R_{2i} + e_{R_{2i}})^3 \cong R_{2i}^3 + 3R_{2i}^2 * e_{R_{2i}} \quad (9)$$

À partir des relations (8) et (9), on obtient :

$$x\% \cong 3 * \frac{\sum_1^n f_i * R_{2i}^2 * e_{R2i}}{\sum_1^n f_i * R_{2i}^3} \quad (10)$$

À partir de l'expression (10), on peut calculer la quantité de ciment nécessaire pour obtenir une coque d'hydrates d'épaisseur donnée (Tableau 5-1).

Cette approche confirme les conclusions issues du modèle simplifié d'une distribution monodisperse :

- il existe une relation linéaire entre la proportion de ciment et l'épaisseur de la coque
- les quantités de ciment nécessaires à la formation de la coque satisfont aux contraintes économiques quand les structures {grumeau+coque} ont une fraction granulométrique importante de taille supérieure au millimètre.

épaisseur théorique de la coque d'hydrates	dosage de ciment pour Th200	dosage de ciment pour Th 800	dosage de ciment pour Th 3 000	dosage de ciment pour Th 400-2 000
10 µm	16,8%	5,1%	1,7%	2,3%
20 µm	36,8%	10,5%	3,5%	4,6%
30 µm	60,5%	16,3%	5,3%	7,0%

Tableau 5-1 : Dosage de ciment nécessaire à la formation d'une coque d'hydrates
Le tableau donne, pour différentes épaisseurs théoriques de la coque d'hydrates, le dosage de ciment (x%) nécessaire à la formation de cette coque.

5.2.3 Influence de la quantité de ciment sur l'épaisseur de la coque et sur les caractéristiques mécaniques du sol traité

Les paragraphes précédents ont permis d'établir une relation théorique entre l'épaisseur de la coque et le dosage en ciment. Il nous reste à confirmer que cette relation influence aussi les caractéristiques mécaniques du sol traité. Afin de comprendre l'apport mécanique de la coque, l'étude doit être menée avant le développement des hydrates de 2^{ème} génération.

Pour tenter de comprendre la relation entre les propriétés mécaniques du sol traité et la quantité de ciment ajoutée, nous avons comparé les caractéristiques mécaniques obtenues lors du traitement du limon de Meaux avec les formulations suivantes :

- 1 % de chaux et 2,5 % de ciment
- 1 % de chaux et 4 % de ciment
- 1 % de chaux et 5 % de ciment = traitement de référence.

L'observation au MEB (Figure 5-21) confirme la présence d'une coque d'hydrates enrobant les grumeaux ainsi que les grains de quartz individualisés dans le cas de traitement avec 2,5 et 4 % de ciment. La morphologie de cette coque est la même que celle observée avec une proportion de ciment de 5 % :

- la coque se présente comme une surface lisse et régulière recouvrant le grumeau et gommant ainsi les aspérités de surface.
- l'aspect interne de la coque est celui d'un gel
- aucun minéral automorphe n'est présent en son sein.

L'évolution de l'épaisseur en fonction de la quantité de ciment ajoutée est confirmée par l'observation au MEB. Pour 2,5 % de ciment, la coque est une structure d'une dizaine de microns d'épaisseur. Cette faible épaisseur ne modifie pas sensiblement l'enrobage des grumeaux ou des grains de sables.

La représentation schématique des mécanismes de la stabilisation, proposée au chapitre 5.1, est encore valide dans le cas d'une diminution importante de la quantité de liant hydraulique dans la formulation de traitement.

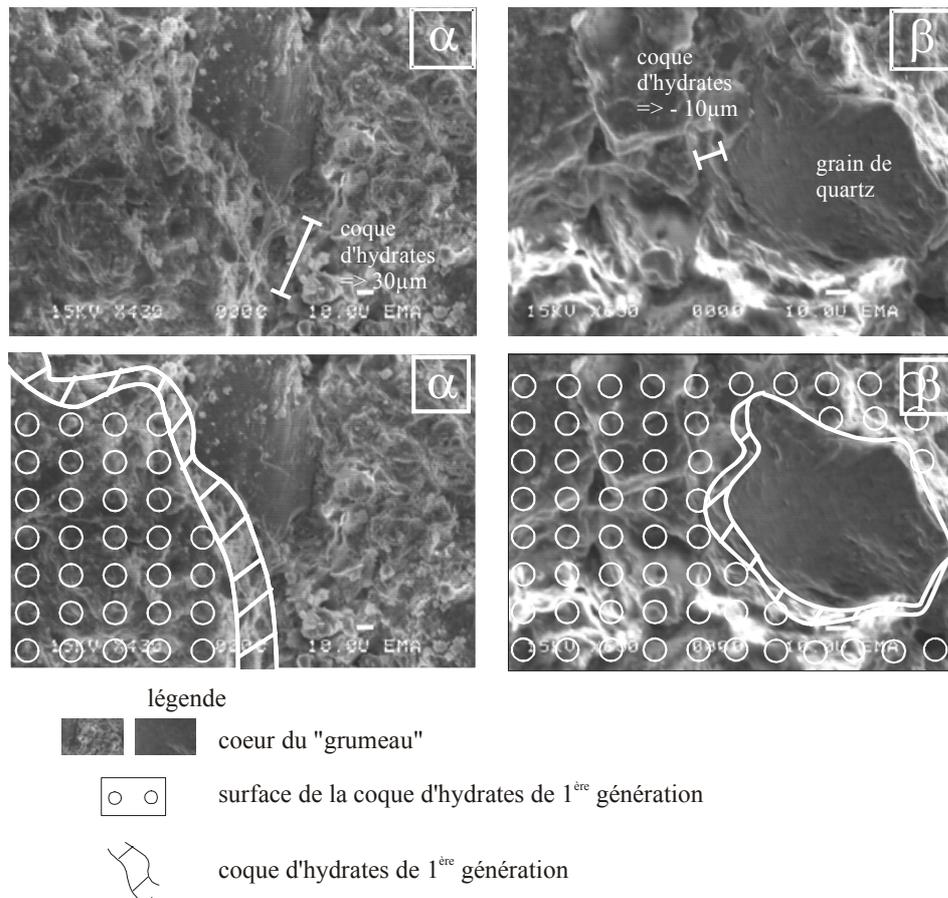


Figure 5-21 : Mise en évidence de la microstructure en grumeau+coque dans le cas de traitement du limon de Meaux avec 5 % et 2,5 % de ciment

α : coque d'hydrates de 1^{ère} génération enrobant un grumeau. L'épaisseur de la coque est d'environ $30 \mu\text{m}$.

β : coque d'hydrates de 1^{ère} génération recouvrant un grain de quartz. L'épaisseur de la coque est de l'ordre d'une dizaine de microns. Cette coque forme une structure continue autour du grain. Cette coque assure la liaison entre les grumeaux et les gros grains de quartz.

Pour un type de sol donné, la distribution granulométrique des grumeaux n'est pas sensible à la proportion de ciment (Figure 5-22). Pour ces distributions granulométriques, en modifiant la proportion de ciment, nous pouvons évaluer l'apport mécanique de la coque d'hydrates de 1^{ère} génération en fonction de son épaisseur.

Les épaisseurs de coques observées sont en bon accord avec le calcul. Cette épaisseur théorique est comprise entre $15 \mu\text{m}$ dans le cas la formulation avec 2,5 % de ciment et $30 \mu\text{m}$ avec 5 % de ciment (Tableau 5-2).

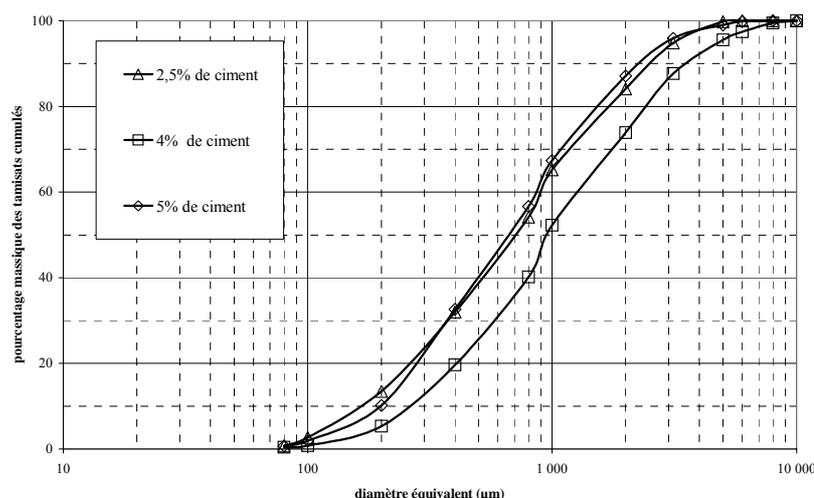


Figure 5-22: Courbes granulométriques des structures {grumeau+coque} en fonction des différentes proportions de ciment pour le limon de Meaux

Le protocole d'analyse est celui présenté au paragraphe 6.1.1.

Pour les trois formulations de traitement, les distributions granulométriques restent dans le même fuseau que celui des sols peu argileux (chapitre 6.1).

Il est à noter que dans tous les cas la proportion de chaux ajoutée est de 1 %.

épaisseur théorique de la coque	proportion de ciment
10 μm	1,7%
20 μm	3,4%
30μm	5,2%

Tableau 5-2: Proportion de ciment nécessaire à la formation de coque d'hydrates de 1^{ère} génération

Le problème est alors de savoir comment évolue le comportement mécanique du sol traité avec la diminution de la quantité de ciment.

L'évolution des caractéristiques mécaniques en fonction de la formulation a été suivie par l'essai de compression simple. Chaque série d'éprouvettes a été réalisée avec les caractéristiques de compactage de l'optimum Proctor. Les résistances mécaniques montrent une diminution des caractéristiques mécaniques (Figure 5-23). Les résistances diminuent de 25 % suite à la réduction de 50 % de la quantité de ciment.

Il serait intéressant d'établir un modèle mécanique permettant de prédire la stabilité de l'édifice constitué des grumeaux enrobés de ciment et compactés. Ce type de modèle a été abordé dans notre laboratoire par Noulhiane ^[138] ainsi que par de Larrard ^[139] et Virlogieux ^[140] dans des études sur le comportement élastique de matériaux cimentaires.

Ce calcul n'est pas abordé dans cette thèse mais pourrait faire l'objet de développements ultérieurs.

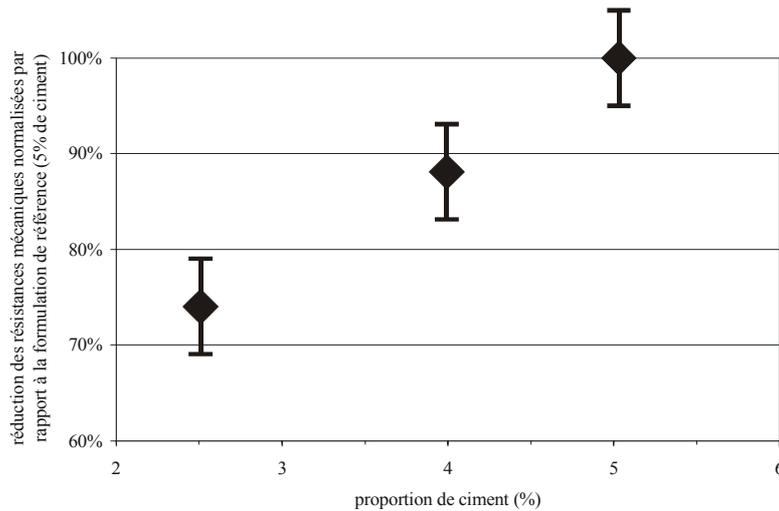


Figure 5-23 : Evolution des résistances mécaniques en compression simple à 7 jours
La diminution des résistances mécaniques en compression est observée sur des éprouvettes compactées à 98 % de la densité de chacun des optimum Proctor.

5.2.4 Conclusions

La schématisation des structures {grumeau+coque} par des sphères concentriques permet d'établir une relation théorique validant les observations au MEB (chapitre 5.1). Cette relation met en lumière la corrélation entre le dosage en ciment et l'épaisseur de la coque en fonction de la distribution granulométrique des grumeaux.

Cette relation confirme que l'épaisseur de 30 μm observée au MEB est en accord avec le calcul dans le cas de la distribution granulométrique des grumeaux du limon de Meaux et le dosage en ciment adopté dans cette étude.

À partir de ces observations, nous avons cherché à démontrer l'influence de l'épaisseur de la coque d'hydrates sur les caractéristiques mécaniques des sols stabilisés. Ainsi **la diminution de la quantité de ciment ne modifie pas la structure {grumeau+coque} mais induit une diminution de l'épaisseur de la coque**, cette diminution d'épaisseur se traduisant par une diminution des résistances mécaniques.

Dans le cas d'un traitement mixte chaux/ciment, **des caractéristiques mécaniques aboutissant à classer le sol comme inadapté peuvent, entre autres, provenir d'une mauvaise adéquation entre la quantité de ciment et la distribution granulométrique des grumeaux**. Une étude de la distribution granulométrique des grumeaux en fonction de la quantité de ciment devrait permettre de prévoir ces perturbations.

5.3 Ecart au cas idéal du point de vue microstructural : les sols micacés

5.3.1 Caractérisation microstructurale et minéralogique des sols micacés

Dans ce chapitre, nous étudions la stabilisation des 3 sols micacés à savoir : les schistes d'Angers et de la Roche-sur-Yon et le gneiss de Tulle.

5.3.1.1 Granulométrie

Les trois sols sont classés en sols A₁ et B₅ avec des valeurs d'absorption du bleu de méthylène de 0,4 à 0,75 pour les schistes et de 0,1 pour le gneiss. Ces sols sont très faiblement argileux.

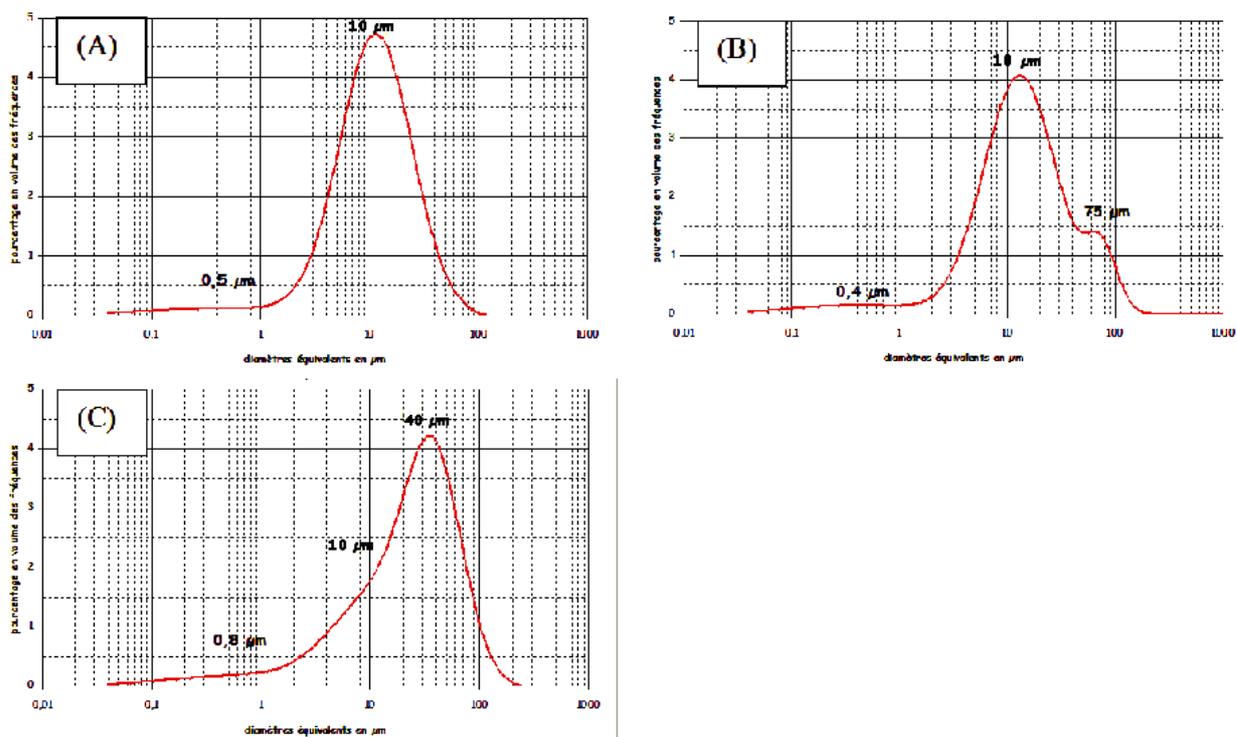


Figure 5-24: Analyse granulométrique des sols micacés étudiés

(A) schiste d'Angers ; une population : 11 µm et un épaulement à 0,5 µm

(B) schiste de la Roche-sur-Yon ; deux populations : 10 et 70 µm et un épaulement à 0,4 µm

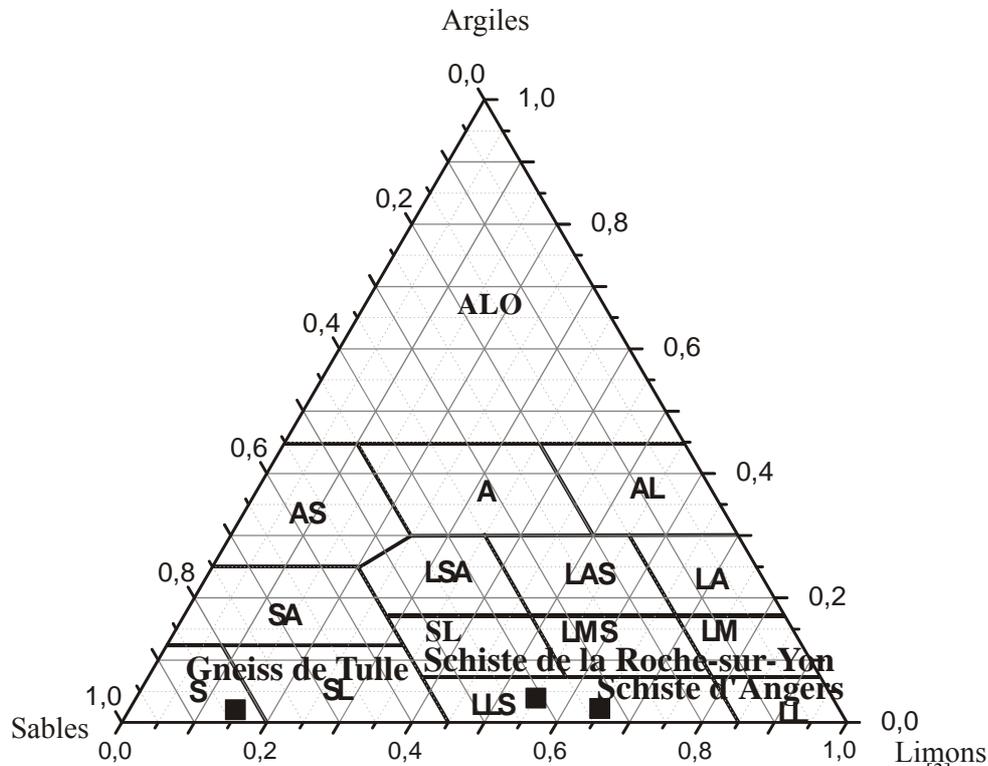
(C) gneiss de Tulle, deux populations 10 et 40 µm et un épaulement à 0,8 µm

L'analyse granulométrique de la fraction inférieure à 80 µm (Figure 5-24) permet d'identifier différents modes granulométriques :

- pour le schiste d'Angers (A) il existe 2 populations. Le mode principal correspond à la fraction limoneuse (10 µm) et le secondaire à la fraction argileuse (0,5 µm). Cette dernière ne représente que 3% de la fraction inférieure à 80 µm.
- pour le schiste de la Roche-sur-Yon (B), il existe 3 populations. Elles correspondent à trois fractions granulométriques avec dans l'ordre décroissant des teneurs : la fraction limoneuse (10 µm), la fraction sableuse (70 µm) et la fraction argileuse (0,4 µm). Cette dernière ne représente que 6% de la fraction inférieure à 80 µm.

- pour le gneiss (C), il existe 3 populations : 2 modes correspondent à la fraction limoneuse (40 et 10 μm) et un à la fraction argileuse (0,8 μm). Cette dernière ne représente que 6% de la fraction inférieure à 80 μm .

Selon la classification de Jamagne ^[137] les deux schistes sont des limons légers sableux et le gneiss est un sable (Figure 5-25)



S : sableux

LLS : limon léger sableux

5.3.1.2 Minéralogie

Les analyses minéralogiques réalisées sur les sols globaux (Figure 5-26 à Figure 5-28) montrent la présence de quartz, de feldspaths, de micas et d'argiles. Dans les schistes, les micas sont des séricites, dans les gneiss il s'agit de biotites. La largeur des pics de diffraction de rayons X témoigne d'une très mauvaise cristallinité des biotites, révélant une altération prononcée.

L'analyse minéralogique de la fraction argileuse (< 2 μm) montre la présence de deux argiles : l'illite (argile majoritaire) et la kaolinite. Le schiste de la Roche-sur-Yon, contient en outre un interstratifié illite/chlorite. Les proportions estimées (annexe 3) d'espèces argileuses sont les suivantes :

- Schiste d'Angers : illite : 65 % ; kaolinite 35 %
- Schiste de la Roche-sur-Yon : interstratifié illite-chlorite : 10 % ; illite 70% ; kaolinite 20 %
- Gneiss de Tulle : illite 70 % ; kaolinite 30 %

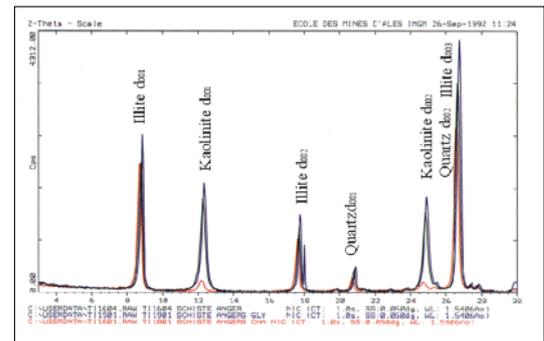
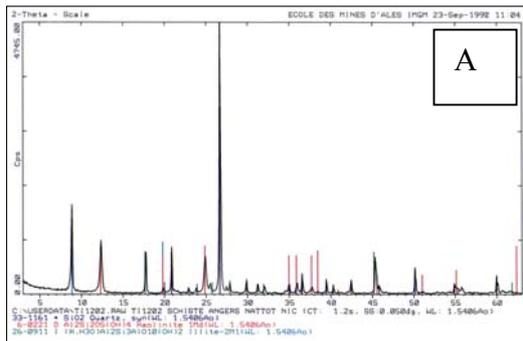


Figure 5-26 : Analyse minéralogique du schiste d'Angers

- (A) analyse du sol total : quartz, feldspaths, micas et argiles
 (B) analyse des argiles : illite, kaolinite

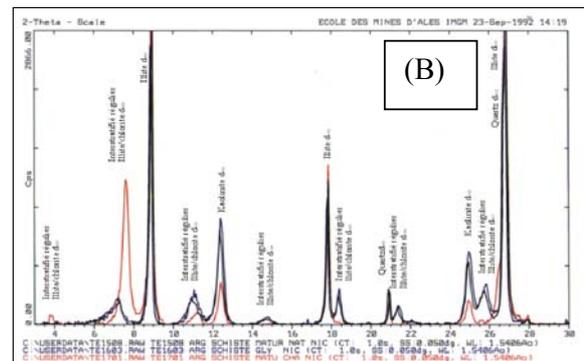
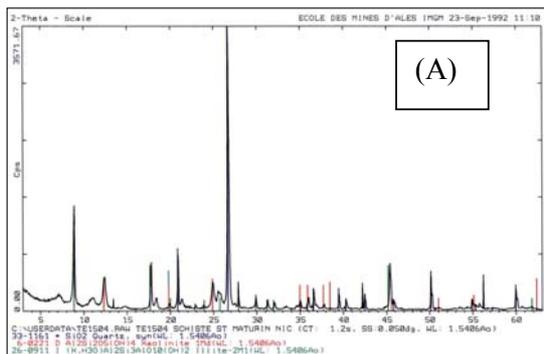


Figure 5-27 : Analyse minéralogique du schiste de la Roche-sur-Yon

- (A) analyse du sol total : quartz, feldspaths, micas et argiles
 (B) analyse des argiles : illite, kaolinite, interstratifié régulier illite/chlorite

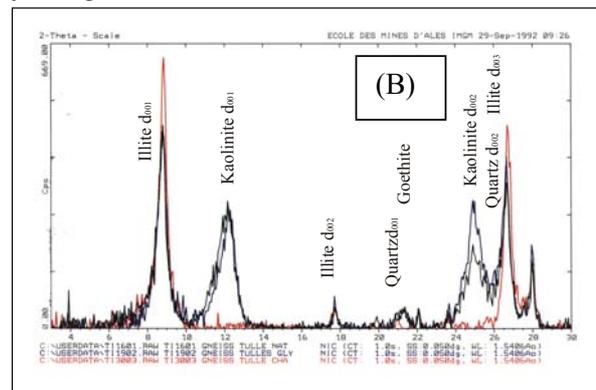
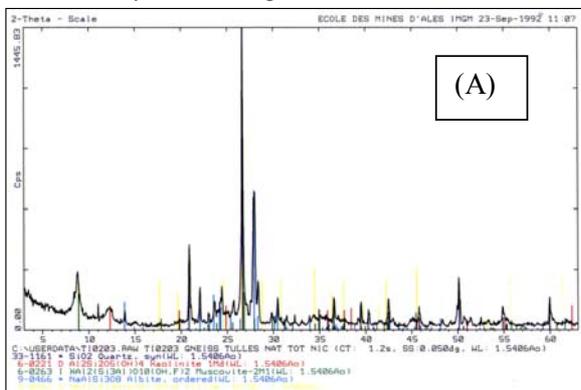


Figure 5-28 : Analyse minéralogique du gneiss de Tulle

- (A) analyse du sol total : quartz, feldspaths, micas et argiles
 (B) analyse des argiles : illite, kaolinite, goethite et quartz

5.3.1.3 Microstructure

Des lames minces ont été réalisées sur des fragments de roche apparaissant saine. On y retrouve la même minéralogie que dans le sol moyen, aux argiles près. Celles-ci résultent en effet de l'altération des micas.

La structure des schistes (Figure 5-29, Figure 5-30 et Figure 5-32) est très fortement orientée, et montre des séricites (muscovites) allongées d'une longueur de l'ordre de la dizaine de microns. Les quartz et feldspaths, de forme plus isotrope, ont une granulométrie semblable à celle de la séricite ($\approx 10 \mu\text{m}$).

La structure du gneiss apparaît plus isotrope, avec des micas (biotites) plus massifs que les séricites contenues dans les schistes. Les biotites ont alors une taille comparable à celles des grains de quartz et de feldspath de la centaine de microns (Figure 5-31), en accord avec la granulométrie plus grossière mesurée par granulométrie laser (Figure 5-24).

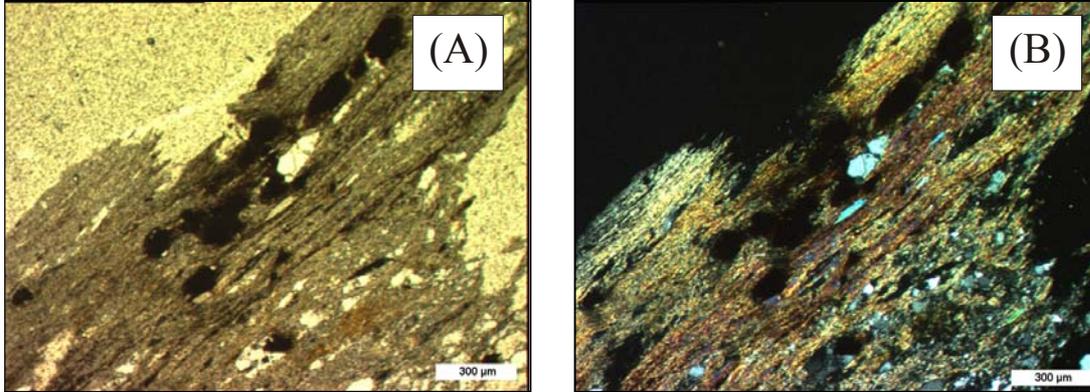


Figure 5-29 : schiste d'Angers (fragment de roche saine) observation d'une lame mince
A : lumière « naturelle », B : lumière « polarisée »

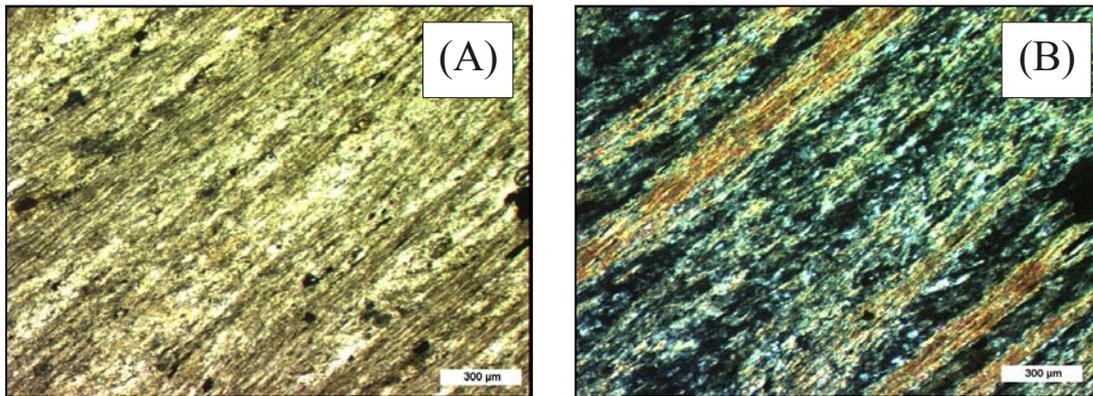


Figure 5-30 : schiste de la Roche-sur-Yon (fragment de roche saine) observation d'une lame mince
A : lumière « naturelle », B : lumière « polarisée »

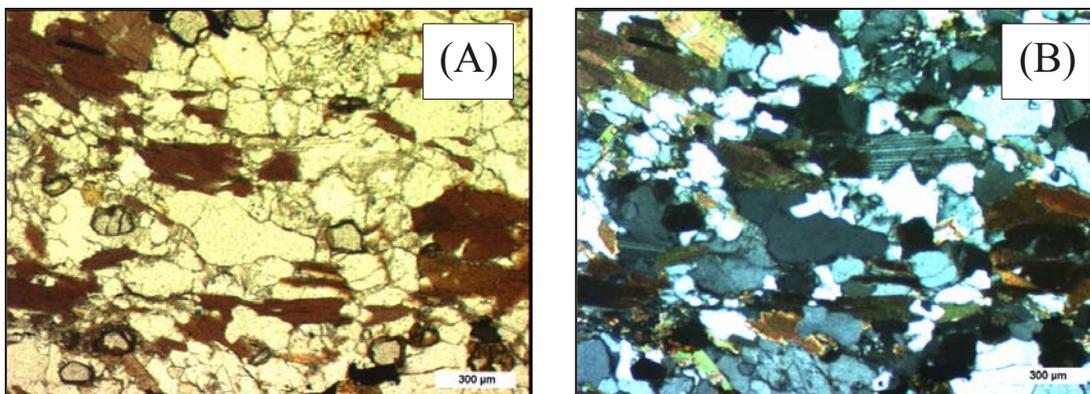


Figure 5-31 gneiss de Tulle (fragment de roche saine) observation d'une lame mince

A : lumière « naturelle », B : lumière « polarisée ». Les micas sont ici « sains », contrairement à ceux observés en diffraction de rayons X.

5.3.2 Microstructure des schistes traités

L'observation au MEB est effectuée sur une surface de rupture d'un échantillon prélevé au sein des éprouvettes de sols traités. Avant observation, l'échantillon est préalablement lyophilisé. Après traitement, les schistes d'Angers et de La Roche-sur-Yon présentent les mêmes structures. La Figure 5-33 montre la structure d'un grumeau du schiste de La Roche-sur-Yon après 90 jours de cure normale. On y observe de gauche à droite

- une limite entre grumeaux constituée d'une coque d'hydrates du ciment de première génération
- une coupe du grumeau depuis l'extérieur (en haut) vers l'intérieur (en bas) montrant la structure interne du grumeau, apparaissant ici comme homogène. On repère difficilement, dans la partie supérieure de l'image, les hydrates de 2^{ème} génération.
- la limite externe du grumeau traversé, constituée d'un enrobage de ciment hydraté de première génération parsemé de multiples plaquettes de micas sans trace de liant.

Comme dans le cas des limons de Meaux, les schistes traités possèdent donc une structure en grumeaux enrobés d'une coque de ciment hydraté. Par contre, la coque de ciment hydraté qui enrobe chaque grumeau, au lieu d'être homogène, contient des plaquettes de micas orientées parallèlement à la surface du grumeau.

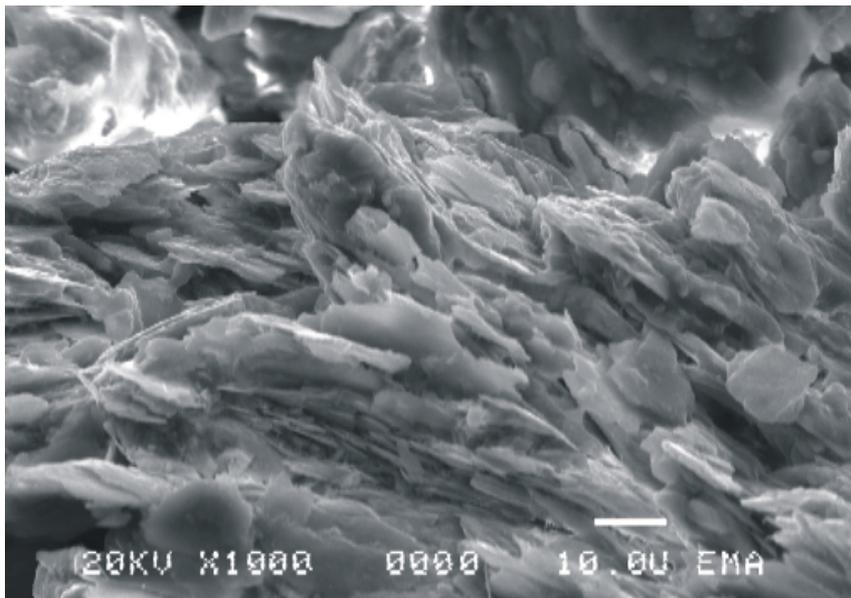


Figure 5-32: Observation au MEB de la microstructure du schiste d'Angers
Les particules de micas présentent un arrangement orienté au sein d'un grumeau.

Dans la Figure 5-33, la structure interne du grumeau apparaît homogène. Cependant, la microstructure la plus fréquente correspond plutôt à celle de la Figure 5-32. On y voit un ensemble de plaquettes de micas orientées, représentant un fragment de schiste exfolié à peine déformé.

Par rapport au modèle défini au paragraphe 5.1, les schistes présentent donc :

- des analogies :
 - microstructure en grumeaux enrobés d'une coque de ciment hydraté (hydrates de première génération)
 - développement d'hydrates de seconde génération à la périphérie du grumeau
- des différences :

- structure orientée des grumeaux
- présence de micas en inclusion et en surface de la coque, orientés parallèlement à la surface des grumeaux.

La microstructure des schistes stabilisés peut donc être schématisée par la Figure 5-34 et la Figure 5-35.

5.3.3 Microstructure du gneiss traité

L'observation au MEB du gneiss traité (Figure 5-36) montre la présence de tous les éléments de la microstructure caractéristique des sols aptes au traitement :

- coque d'hydrates de première génération sans structure visible, enrobant les aspérités des fragments anguleux constitutifs du grumeau.
- zone externe du grumeau contenant des hydrates de deuxième génération
- cœur du grumeau sans hydrate secondaire, montrant une structure homogène et des grains isotropes de taille supérieure à la dizaine de microns.

Des micas sont présents dans et à la surface de la coque enrobant les grumeaux. Aucune trace de liant n'est visible à leur surface. On peut penser qu'il s'agit d'une surface de clivage. Nous les avons formées lors de la rupture de l'échantillon au cours de sa préparation pour l'observation au MEB.

La microstructure du gneiss traité est donc semblable à celle des limons de Meaux, à la présence près de micas dans la coque enrobant les grumeaux.

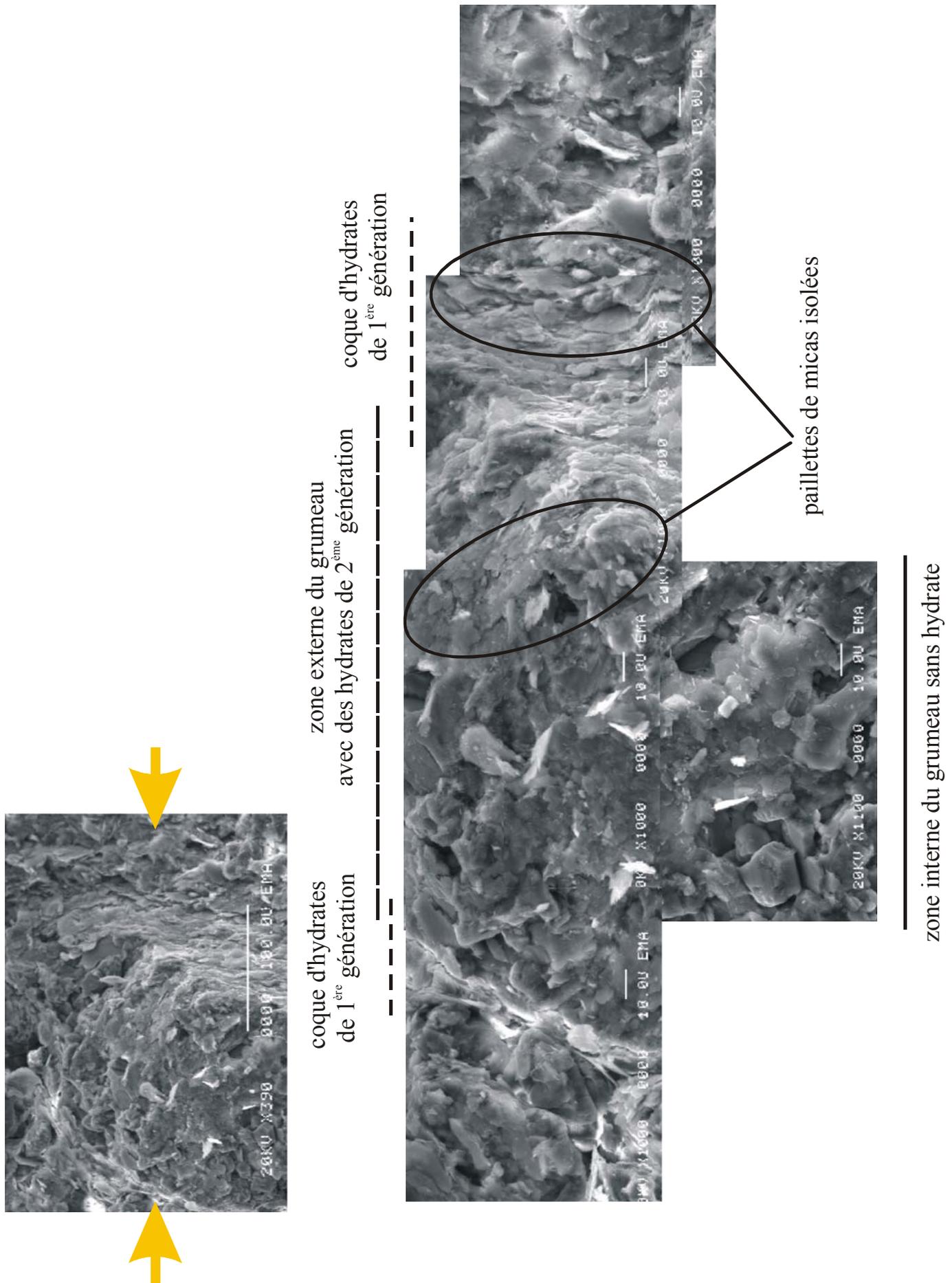


Figure 5-33 : Observation au MEB de la microstructure d'un grumeau de schistes de la Roche-sur-Yon traités après une cure de 90 jours

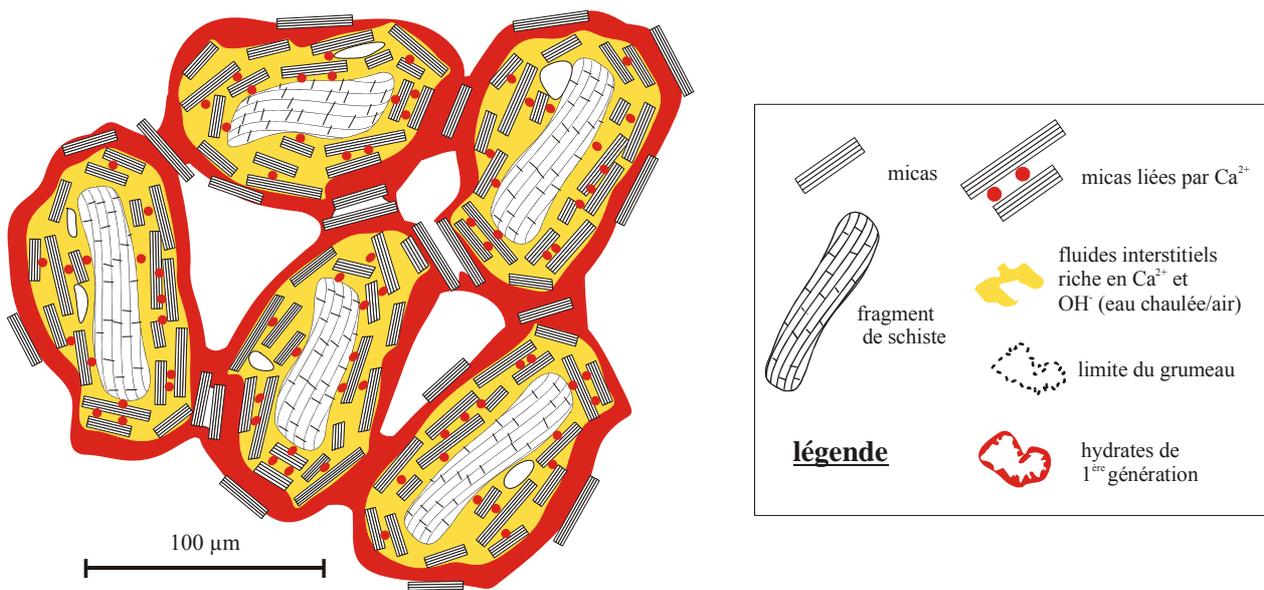


Figure 5-34 : Représentation schématique de la microstructure du schiste, traité au jeune âge

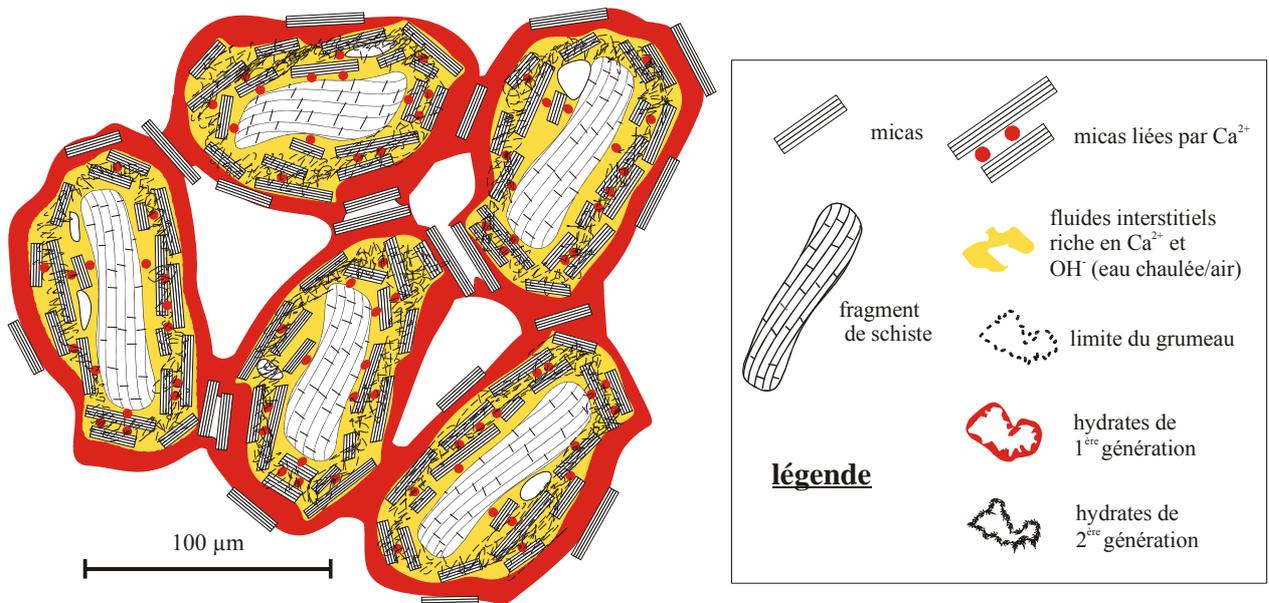


Figure 5-35 : Représentation schématique de la microstructure du schiste traité à la chaux et au ciment, après quelques mois de cure.

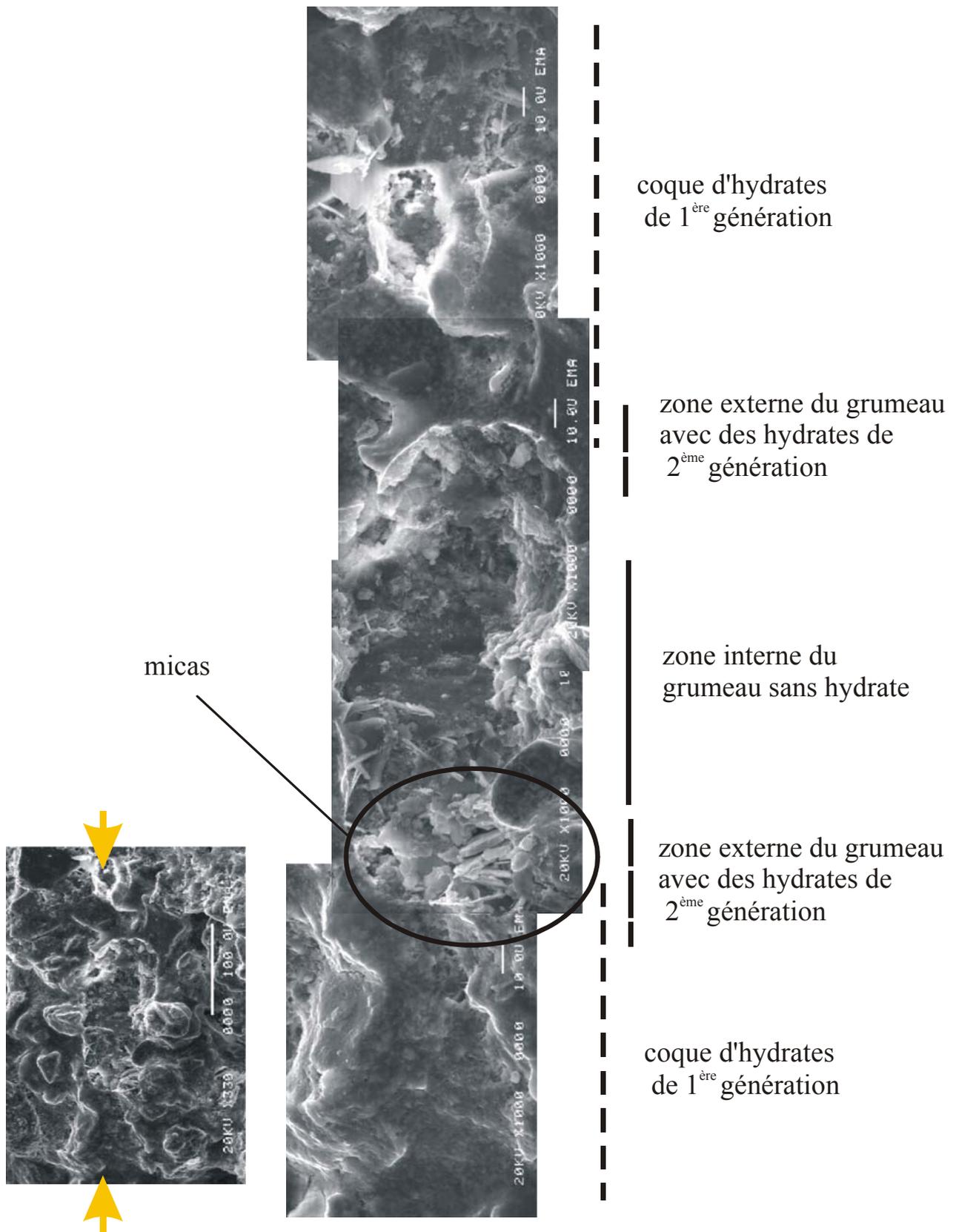


Figure 5-36 : Gneiss de Tulle traités à 90 jours.

On observe une microstructure en empilements de grumeaux enrobés d'une coque de silicates de chaux hydratés. La microstructure interne du grumeau est isotrope ainsi que la taille des grains. Sous la coque, des hydrates de 2^{ème} génération se développent.

5.3.4 Corrélation entre comportement mécanique et microstructure des sols micacés

5.3.4.1 Cas des schistes

La figure 4-5 du chapitre précédent montre que les résistances en compression des schistes traités sont particulièrement faibles comparées à celles du gneiss ou du limon de Meaux (Figure 4-4). Cependant, les résistances mécaniques en compression simple des schistes traités augmentent avec le temps et dépassent 1 MPa entre 60 et 90 jours : l'augmentation de résistance est lente, mais elle a lieu. Le comportement mécanique des schistes stabilisés évolue bien avec le temps mais les résistances atteintes restent faibles jusqu'au moment où se développent des hydrates de deuxième génération.

À la lumière des observations microstructurales, nous pouvons proposer deux hypothèses pour expliquer les perturbations des caractéristiques mécaniques mesurées :

- la présence de paillettes de micas au sein de la coque d'hydrates enrobant les grumeaux
- la présence de grains à structure fortement orientée au sein des grumeaux.

Nous n'avons observé aucune trace de liant à la surface de certains micas. Or on sait que les micas possèdent un plan de clivage facile parallèle à leur surface basale. Ce sont donc ces plans de clivage que nous observons, résultant de la rupture d'un mica parallèlement à sa surface et à celle des grumeaux. La coque d'hydrates de première génération, qui assure seule au départ la cohésion de l'ensemble, est fragilisée par la présence des micas qui se comportent comme autant d'amorces de fractures. Pour cette raison, les micas sont déjà proscrits des sables à béton (norme NF P 18-564 ^[141] et XP P 18-563 ^[142]).

Les résistances augmentent à long terme, parallèlement au développement des hydrates de seconde génération. Ces hydrates se développent aux dépens des paillettes de micas et les lient les uns aux autres, en réduisant leur possibilité de glissement sous la contrainte. C'est cette liaison des micas les uns aux autres qui permet le développement à terme de résistances correctes, par augmentation de la résistance propre des grumeaux.

En résumé (Figure 5-37) :

- les liaisons entre grumeaux sont de mauvaise qualité du fait des micas qui fragilisent la coque de ciment.
- l'anisotropie des grumeaux explique leur fragilité qui persiste jusqu'à leur renforcement par le développement des hydrates de seconde génération.

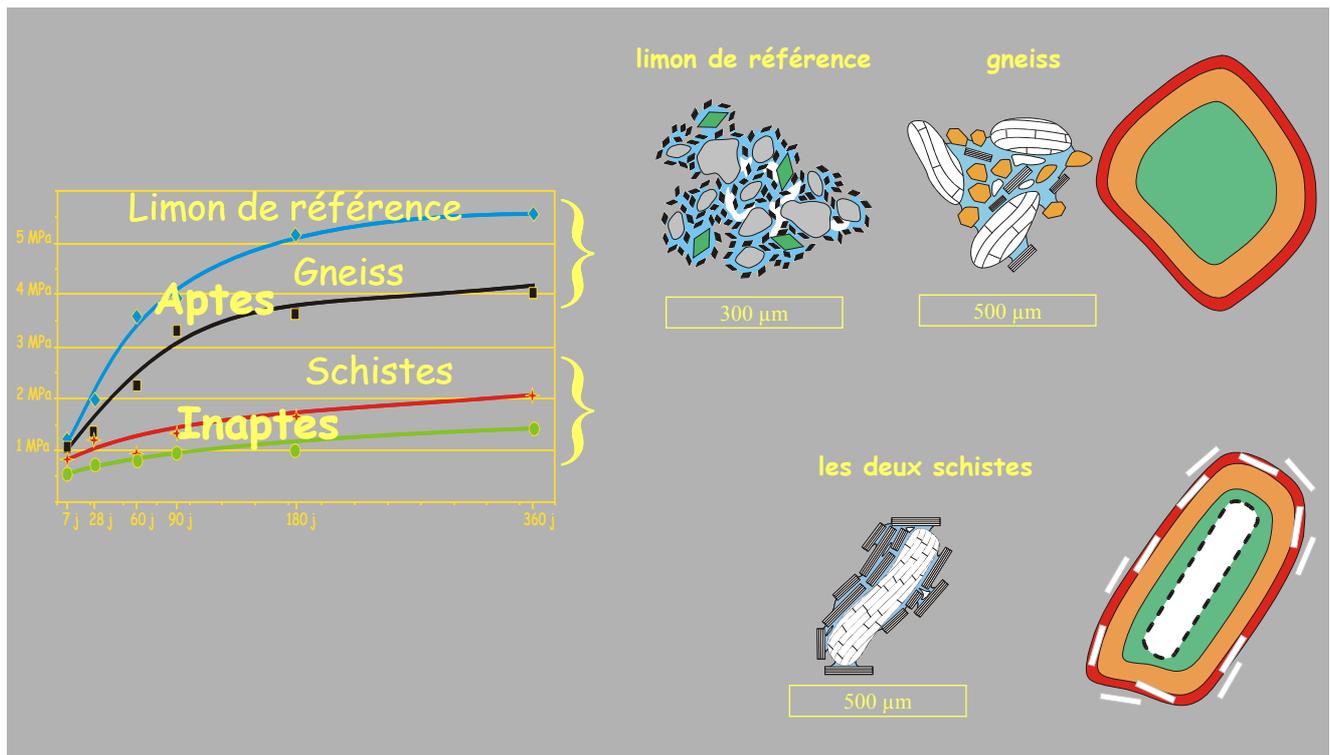


Figure 5-37 : : Corrélation entre microstructure et comportement mécanique (résistance en compression simple en MPa)

Le limon et le gneiss ont une microstructure plutôt isotrope par comparaison à celle des schistes. Après traitement, la structure en grumeaux avec la coque d'hydrates de 1^{ère} génération existe pour tous ces sols. Cependant, dans le cas des schistes, la présence de paillettes de micas modifie l'homogénéité de la coque. L'anisotropie des schistes ainsi que les paillettes de micas dans la coque expliquent le comportement mécanique médiocre des schistes par rapport à ceux du limon et du gneiss.

5.3.4.2 Cas des gneiss

Dans le cas du gneiss, la stabilisation est efficace mais les résistances mécaniques restent plus faibles que celles du limon de Meaux. La microstructure correspond à celle du cas idéal, hormis la présence de micas. Nous pouvons en conclure, comme pour les schistes, que ces micas fragilisent la coque de ciment hydraté permettant la liaison entre grumeaux.

Nous avons sélectionné ce gneiss pour son inadaptation au traitement (1% de chaux et 3 % de liant hydraulique routier) lors du chantier. L'étude géotechnique avait alors identifié ce gneiss comme A₁. Notre échantillon classé (B₅) donc à granulométrie plus grossière s'était révélé apte. Ces données montrent que le sol du chantier présente des hétérogénéités importantes pouvant être attribuées à :

- un degré d'altération plus avancé avec le gneiss A₁. Cette classification traduit une diminution de la granulométrie. Cette évolution affecte plus particulièrement les micas.
- une modification de la structure et de la minéralogie du gneiss avant altération : faciès plus micacé.

Ces observations tendent à montrer que la modification de comportement lors des essais géotechniques sur le chantier peut être en relation directe avec la présence et la teneur en micas.

Il est à noter que :

- sur le chantier, les résistances mécaniques en compression simple à 7 jours sont de l'ordre de 0,3 MPa avec la formulation 1 % de chaux et 3 % de liant hydraulique.

- lors de notre étude avec la formulation 1 % de chaux et 5 % de liant hydraulique cette résistance est de l'ordre de 1,2 MPa.

Cet écart de résistance est de 80 % entre ces deux formulations. Il est bien supérieur à celui mesuré (25 %) pour le limon de Meaux traité avec 1 % de chaux et 2,5% de ciment et celui avec 1% de chaux et 5 % de ciment (paragraphe 5.2).

5.3.5 Conclusions

Il convient de distinguer le cas des schistes de celui des gneiss.

Les schistes s'avèrent inadaptés au traitement choisi. La microstructure des schistes traités est significativement différent de celle définie dans notre modèle : les grumeaux possèdent une structure anisotrope et la coque d'hydrates de première génération contient des micas orientés parallèlement à la surface des grumeaux. Ces deux facteurs contribuent à des propriétés mécaniques faibles par rapport à celles développées par les limons de Meaux.

Dans le cas des gneiss, la structure du grumeau peut-être considérée comme isotrope et seuls quelques micas sont présents dans la coque enrobant les grumeaux.

5.4 Ecart au modèle du point de vue physico-chimique : présence de substances solubles.

5.4.1 Cas du soufre.

Les problèmes dus au soufre sont révélés par les cures immergées. Comme nous l'avons vu au chapitre 4 les schistes, les marnes, les argiles et les limons de Metz gonflent en présence d'eau après traitement. Ces gonflements sont généralement attribués à la formation de minéraux expansifs comme l'ettringite ($3\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3 \text{CaSO}_4 \cdot 32 \text{H}_2\text{O}$)

5.4.1.1 Caractérisation microstructurale et chimique des sols concernés par le gonflement

Nous n'étudierons ici en détail que les données se rapportant directement aux substances solubles. La description détaillée des sols concernés figure dans l'annexe 4.

Dans le cas des marnes noires de Mont-St-Martin, l'analyse minéralogique par diffraction de rayons X montre la présence de pyrite. Au MEB on observe des framboïdes, amas d'une dizaine de microns de microcristaux de pyrite. Nous avons aussi observé la présence de microcristaux de gypse.

Pour les marnes pyriteuses du Mans, la pyrite n'a pas été identifiée par diffraction de rayons X mais des framboïdes de pyrite ont été observés au MEB. Les argiles bariolées ne présentent ni pyrite ni gypse en diffraction.

En ce qui concerne les schistes et les limons de Metz, ni l'analyse minéralogique ni l'observation au MEB n'indiquent la présence de minéraux à base de soufre.

Pour les 4 types de sols (micacés, marnes, argiles et limons), les teneurs en soufre total et en sulfates solubles ont été déterminées.

Le dosage du soufre total a été effectué par analyse chimique au moyen d'une ICP sur le surnageant d'une suspension de sol. Ce surnageant a été obtenu après attaque :

- à l'acide chlorhydrique ; la destruction des carbonates a été effectuée afin de libérer les pyrites et d'optimiser la solubilisation des sulfates
- à l'eau oxygénée ; cette oxydation permet de libérer le soufre réduit sous la forme de matières organiques et de pyrite.

Le soufre ainsi dosé correspond au soufre minéral initialement réduit (pyrite), oxydé (gypse) et organique.

Le dosage des sulfates solubles dans l'eau a été réalisé selon la norme NF XP 18-581 ^[143]. Cette technique permet de doser le soufre minéral oxydé.

Les résultats des deux dosages exprimés tous deux en SO_3 sont reportés dans la Figure 5-38. Cette figure montre que les teneurs en soufre total sont systématiquement supérieures à celles du soufre soluble. Pour les schistes, la teneur en soufre total va jusqu'au double de celle des sulfates solubles. Dans le cas des marnes pyriteuses du Mans et des marnes noires de Mont-St-Martin, le soufre total est cinq fois supérieur aux sulfates solubles. L'écart s'explique par la présence de pyrite au sein de ces deux sols. Dans le cas des limons, on peut supposer que le soufre est présent sous forme de composés organiques. Il en est probablement de même pour les argiles bariolées : ces argiles sont un faciès d'altération des marnes noires. Il est probable que la pyrite présente à l'origine soit altérée.

La nature et la teneur des composés soufrés dépendent du sol considéré. Les deux marnes riches en pyrites sont aussi les deux sols les plus riches en soufre (4,3 et 1,3 % de SO_3 respectivement pour les marnes noires et les marnes pyriteuses).

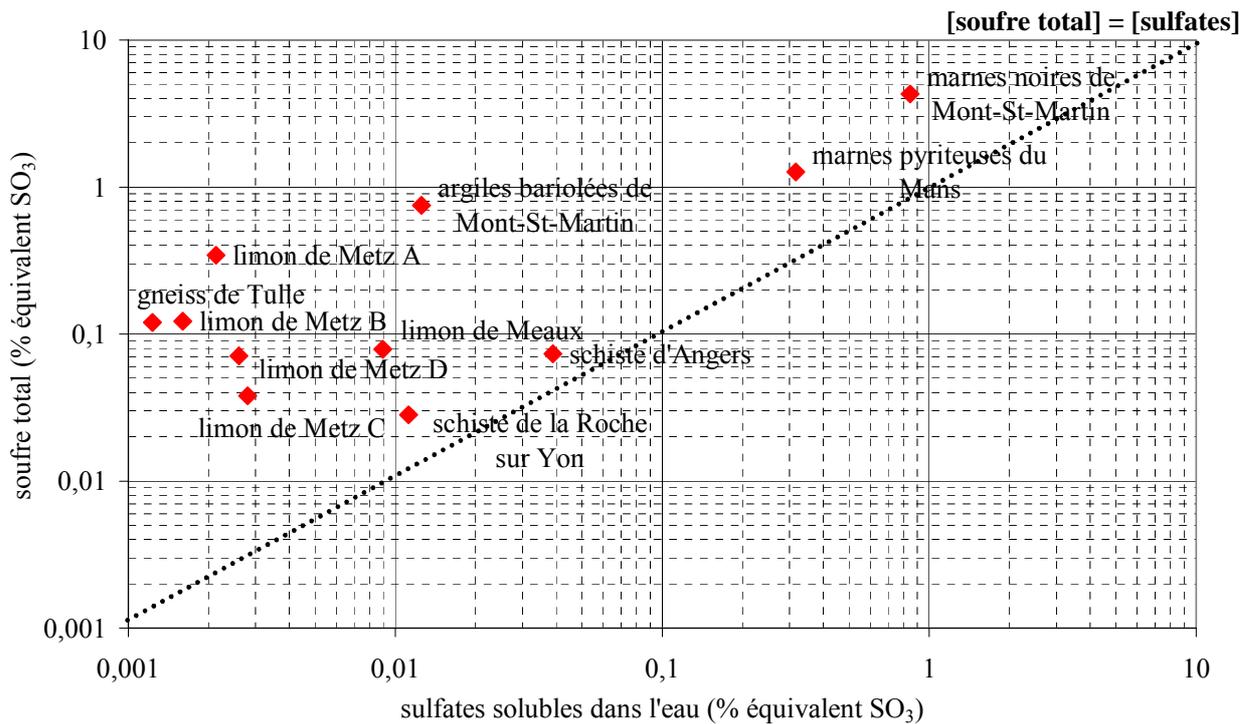


Figure 5-38 : Relation entre la teneur en soufre total et celle en sulfates solubles dans l'eau pour les divers sols

Les teneurs sont exprimées par rapport à la masse sèche de sol.

5.4.1.2 Microstructure des sols traités

a) Marnes

La microstructure des marnes traitées après une cure normale correspond à celle de la représentation microstructurale proposée au chapitre 5.1. En effet, le matériau traité est bien constitué par l'empilement de grumeaux de sol à structure interne anisotrope, enrobés d'une coque de silicates de calcium hydratés. La structure anisotrope du cœur du grumeau provient des argiles qui s'orientent selon le plan de stratification. Nous n'avons pas observé d'hydrates de 2^{ème} génération au cœur des grumeaux.

Dans les conditions de la cure normale, on n'observe pas cette microstructure en tapis mais des amas d'ettringite à la surface de la coque d'hydrates de 1^{ère} génération (Figure 5-40). L'ettringite forme des aiguilles trapues de quelques microns de long seulement. Ces amas se développent en surface de la coque sans provoquer de fissuration.

Dans le cas de la cure immergée, des minéraux se sont développés en aiguilles de plusieurs dizaines de microns de long dont le diamètre ne dépasse pas un micron. Les aiguilles forment un épais tapis (plusieurs dizaines de microns d'épaisseur) recouvrant la surface des grumeaux (Figure 5-39). L'analyse chimique montre que ces aiguilles sont composées de soufre, de calcium, d'aluminium et de silicium. Morphologie et microanalyse chimique montrent qu'il s'agit d'ettringite, ce que confirme la diffraction des rayons X.

On constate que les éprouvettes de marnes se désagrègent à la suite de l'essai d'immersion. Au simple contact du doigt, les marnes se délitent en grumeaux individualisés.

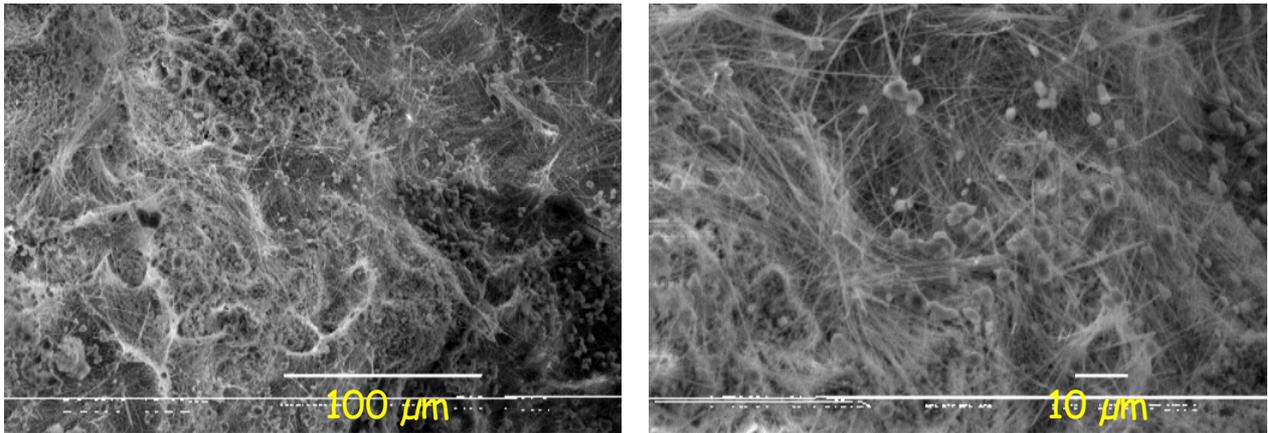


Figure 5-39 : marnes noires de Mont-St-Martin après cure immergée ^[42]

De fines aiguilles d'ettringite se développent à la surface de la coque d'hydrates de 1^{ère} génération. Ces aiguilles forment un tapis d'aiguilles enchevêtrées. Ce tapis a une épaisseur d'une dizaine de microns.

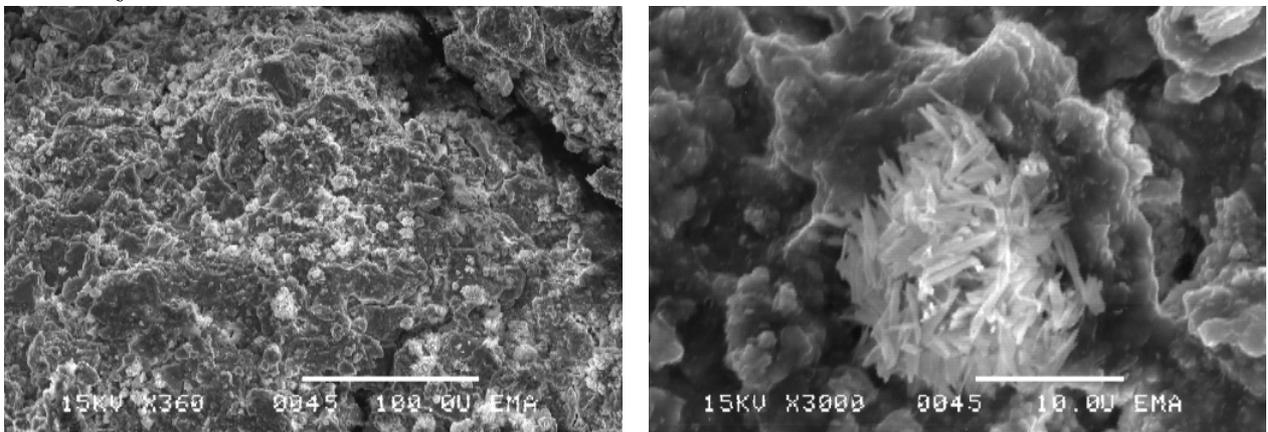


Figure 5-40 : marnes noires de Mont-St-Martin après la cure normale de 28 jours
La surface de cette coque est parsemée d'amas d'ettringite apparaissant en blanc.

b) Argiles bariolées

La microstructure des argiles bariolées traitées après une cure normale correspond à celle du schéma synthétique élaboré au chapitre 5.1. Le matériau traité est constitué par l'empilement de grumeaux de sol à structure interne anisotrope. La structure interne du grumeau résulte de l'orientation des argiles suivant la stratification. Le grumeau est enrobé d'une coque de silicates de calcium hydratés (Figure 5-48). Cette coque est fissurée. Dans ces fissures, on n'observe pas de minéraux néoformés. À la surface des grumeaux, quelques fines aiguilles individualisées d'ettringite sont visibles. La rupture de la coque d'hydrates de 1^{ère} génération ne peut pas être attribuée au développement d'ettringite à l'interface entre le grumeau et la coque. Au cœur du grumeau, les hydrates de 2^{ème} génération n'ont pas été observés. La dégradation des éprouvettes est également vérifiée dans ce cas (séparation des grumeaux).

c) Limons de Metz

La microstructure des limons de Metz traités après une cure normale, correspond à celle du schéma synthétique établi au chapitre 5.1 : le matériau traité est bien constitué par l'empilement de grumeaux de sol à structure interne isotrope, enrobés d'une coque de silicates de calcium hydratés (Figure 5-42). Par contre, les hydrates de 2^{ème} génération n'ont pas été observés au sein de ces limons.

Dans le cas de la cure immergée (Figure 5-41), l'ettringite se développe sous forme d'aiguilles enchevêtrées, longues d'une dizaine de microns, à l'interface entre la coque et le

grumeau proprement dit. Cette ettringite est systématiquement associée à un décollement et une fissuration de la coque. Les hydrates de 2^{ème} génération n'ont pas été observés dans le cas de cette cure immergée.

À la suite d'une cure normale, nous n'observons ni fissuration de la coque d'hydrates ni développement d'ettringite.

C'est donc bien le développement d'ettringite qui provoque la rupture de la coque d'hydrates.

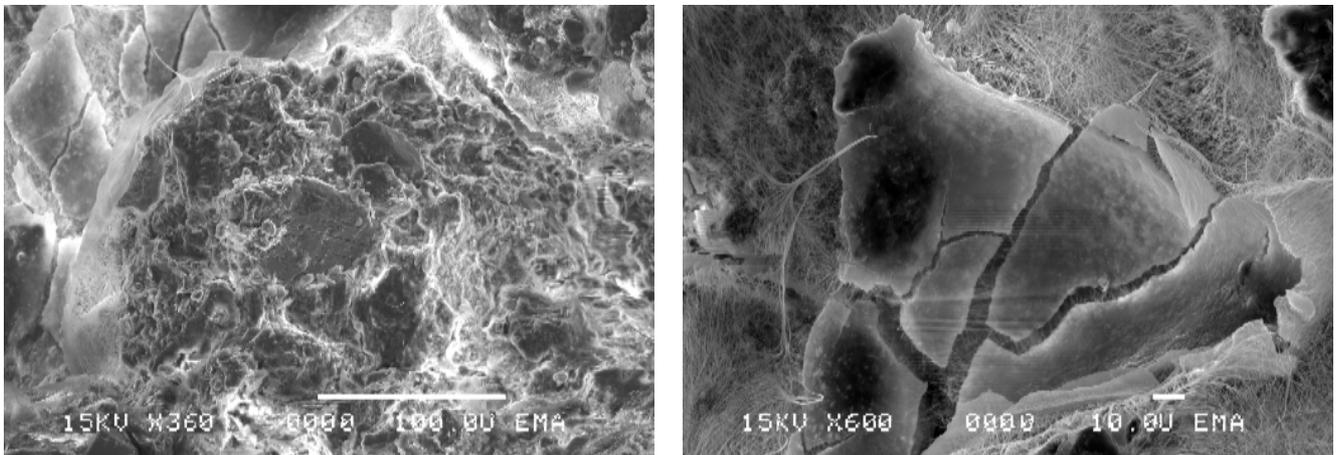


Figure 5-41 : Observation au MEB des limons de Metz après une cure immergée (condition de la norme NF P 94-100 [42])

Les grumeaux dont le diamètre est de quelques centaines de microns, sont recouverts par une coque d'hydrates de 1^{ère} génération. Cette coque présente une importante fissuration qui laisse apparaître des aiguilles d'ettringite

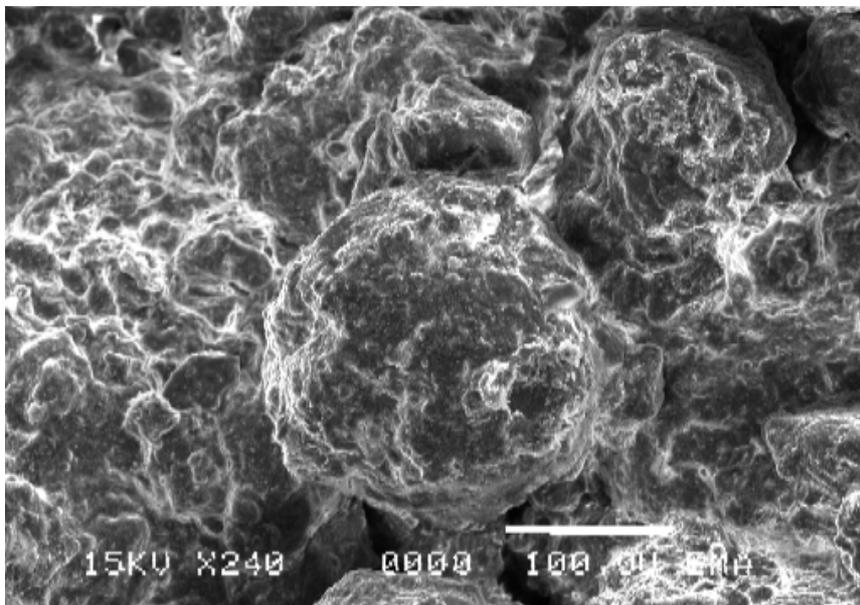


Figure 5-42 : Observation au MEB des limons de Metz après une cure normale de 28 jours
Les limons stabilisés sont constitués d'un empilement de grumeaux recouverts par une coque d'hydrates. Cette coque d'hydrates permet la liaison entre les grumeaux.

d) Schistes

La microstructure des schistes traités après cure normale a été étudiée au paragraphe 5.3.2. Dans le cas de la cure immergée, l'observation au MEB montre des touffes d'aiguilles d'ettringite longues d'une dizaine de microns entre les paillettes de micas (Figure 5-43) au sein même des grumeaux. À la surface des paillettes de micas, la formation d'hydrates de 2^{ème} génération n'a pas été observée.

L'observation microscopique n'a pas mis en évidence la présence de la coque d'hydrates de 1^{ère} génération. Les éprouvettes, après la cure immergée à 40 °C, ne présentent plus de cohésion. Les schistes après cure et séchés par lyophilisation se comportent comme un matériau pulvérulent. L'entité grumeau avec sa coque d'hydrates de 1^{ère} génération semble être détruite.

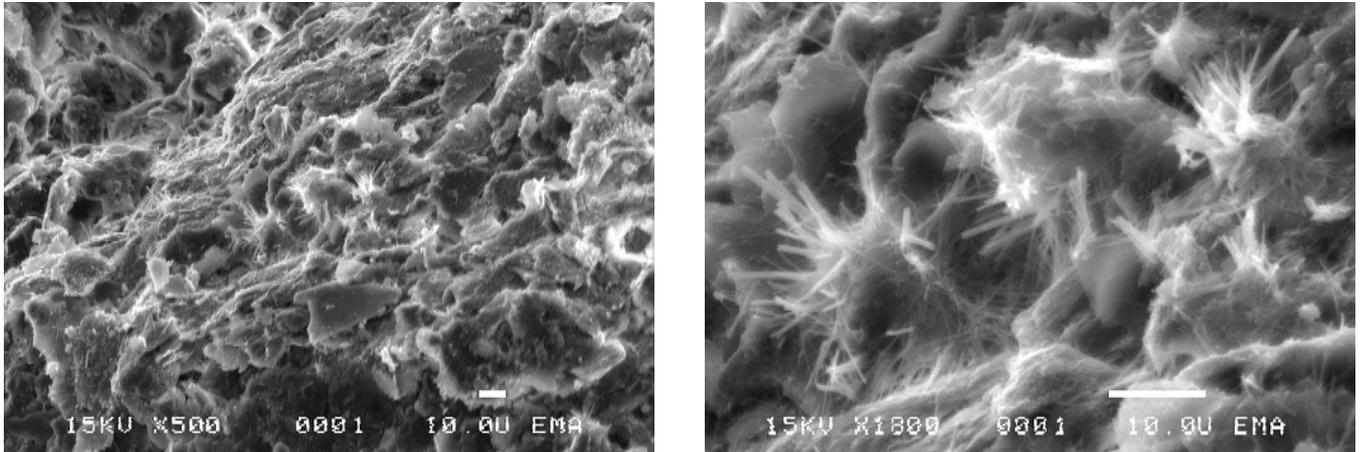


Figure 5-43 : Observation du schiste de La Roche-sur-Yon après une cure immergée ^[42]

L'ettringite est présente entre les micas sous la forme de touffes individualisées de taille comparable à celle des paillettes.

5.4.1.3 Relation entre perturbation et présence d'ettringite

Le modèle microstructural et physico-chimique établi au paragraphe 5.1 ne comporte pas d'ettringite. Cette formation d'ettringite peut conduire aux observations suivantes :

- rupture de la coque d'hydrates de 1^{ère} génération liée à la formation d'ettringite à l'interface entre le grumeau et la coque (limons de Metz). Dans le cas de ces limons, nous ne pouvons pas associer une perturbation physique ou mécanique : les essais normalisés n'ont pas été réalisés.
- développement d'ettringite en surface des grumeaux (marnes), qui forme un épais tapis d'aiguilles enchevêtrées
- formation d'ettringite entre les paillettes de micas (schistes).
- absence des hydrates de 2^{ème} génération.

Le développement de l'ettringite est particulièrement favorisé par la cure immergée à 40 °C. Les gonflements observés lors de la cure immergée sont donc en relation avec le développement de l'ettringite dans le cas des marnes et des schistes.

La diminution des caractéristiques mécaniques des limons de Metz et des schistes peut être attribuée à :

- la rupture de la coque d'hydrates de 1^{ère} génération
- la formation d'ettringite entre paillettes de micas
- l'absence des hydrates de 2^{ème} génération.

Dans le cas des argiles bariolées, les gonflements ne semblent pas en relation directe avec le développement d'ettringite.

5.4.1.4 Corrélation entre le comportement physique des sols et leur teneur en soufre

Les perturbations (gonflement volumique et faibles résistances mécaniques) observées lors des études géotechniques ^[42], sont liées le plus souvent à la présence d'ettringite. La comparaison ne peut être que qualitative dans la mesure où la désagrégation des éprouvettes empêche toute mesure de résistances mécaniques. Seuls les schistes ont un comportement tel

qu'une mesure (R_{ci}/R_c) soit encore possible. L'importance des désordres varie selon le faciès de l'ettringite en touffes (faibles désordres) ou en tapis (désordres importants).

Si nous essayons de relier teneur en soufre et taux de gonflement (Figure 5-44), on observe que :

- des perturbations sont visibles pour de très faibles teneurs en soufre total et en sulfates solubles (teneur de 0,01 % à 0,04 % équivalent SO_3 : schistes, 15 à 17 % de gonflement à 7 jours).
- pour des teneurs beaucoup plus fortes en soufre total, certains sols (gneiss de Tulle, limons de Meaux) ne gonflent pas
- pour des taux de soufre identiques, les argiles bariolées et les schistes ne produisent pas des taux de gonflements identiques
- il semble qu'on puisse très grossièrement lier le taux de gonflement à la teneur en soufre soluble.

5.4.1.5 Discussion

Il est sans doute nécessaire de prendre en compte simultanément la teneur en soufre, la présence d'ettringite, le faciès de cette ettringite et le sol dans lequel elle apparaît.

Dans le cas des schistes, on voit apparaître de l'ettringite à la place des hydrates de 2^{ème} génération. Le calcium est associé au soufre des sulfates et de l'alumine dissoute pour former de l'ettringite. Cette formation d'ettringite aboutit à l'éclatement de l'entité grumeau, qui perd sa cohésion.

Dans le cas des limons de Metz, l'ettringite se développe à l'interface entre le grumeau et la coque : elle provoque la fissuration de la coque. La structure interne du grumeau est intacte mais les hydrates de 2^{ème} génération ne se développent pas. Les liens entre les grumeaux sont altérés par la fissuration des coques d'hydrates. La résistance mécanique de l'ensemble est probablement faible (non mesurée). On ne connaît pas les implications de l'ettringite dans un éventuel gonflement car les essais normalisés n'ont pas été réalisés. Les teneurs en soufre sont inférieures à celles du limon de Meaux ; les structures sont identiques, les minéralogies proches, mais l'ettringite se développe uniquement dans les limons de Metz.

Dans le cas des marnes riches en pyrite, l'ettringite se développe en tapis entre les grumeaux. Il y a alors séparation physique des grumeaux et une perte de cohésion du matériau.

Dans le cas des schistes, le grumeau, ne contenant pas d'argile, est perméable et l'ettringite peut se former au cœur des grumeaux. Dans le cas des marnes, la présence d'argiles réduit la perméabilité et le développement se fait préférentiellement à la périphérie du grumeau. Le limon de Metz correspond à une situation intermédiaire. La perméabilité des grumeaux participe à la disponibilité du soufre vis-à-vis de la chaux et de l'alumine. Une forte perméabilité assure la disponibilité de la totalité du soufre réactif (sulfates préférentiellement). C'est le cas pour les schistes.

À teneur en soufre égale, une faible perméabilité limite la diffusion des ions sulfate et donc la réactivité du soufre. C'est sans doute l'explication de la différence d'expression de l'ettringite entre les argiles bariolées et les schistes.

À teneur égale, le développement de l'ettringite serait donc directement lié à la perméabilité des sols donc en relation avec son taux d'argiles. Ces propositions ne permettent cependant pas d'expliquer la différence de comportement entre le limon de Meaux et ceux de Metz.

Dans le cas des argiles bariolées, il y a gonflement sans que l'on puisse incriminer l'ettringite ; d'autres facteurs doivent être évoqués. Ce comportement est sans doute lié au couple soufre/matières organiques comme nous l'avons vu au paragraphe 5.3.2.

5.4.2 Présence de matière organique

5.4.2.1 Observation des sols naturels

La présence de matières organiques est connue dans le cas des argiles bariolées. Ces matières se présentent sous la forme de débris de végétaux macroscopiques et microscopiques (Figure 5-45). Ces fragments de végétaux traduisent le développement d'un sol pédologique. La présence de fragments de végétaux en décomposition nous permet de supposer la présence de substances humiques solubles.

Il en est de même pour les marnes noires de Mont-St-Martin. Les conditions réductrices qui ont permis la formation de pyrite ont pu favoriser la formation puis la conservation des substances organiques au sein de cette formation géologique.

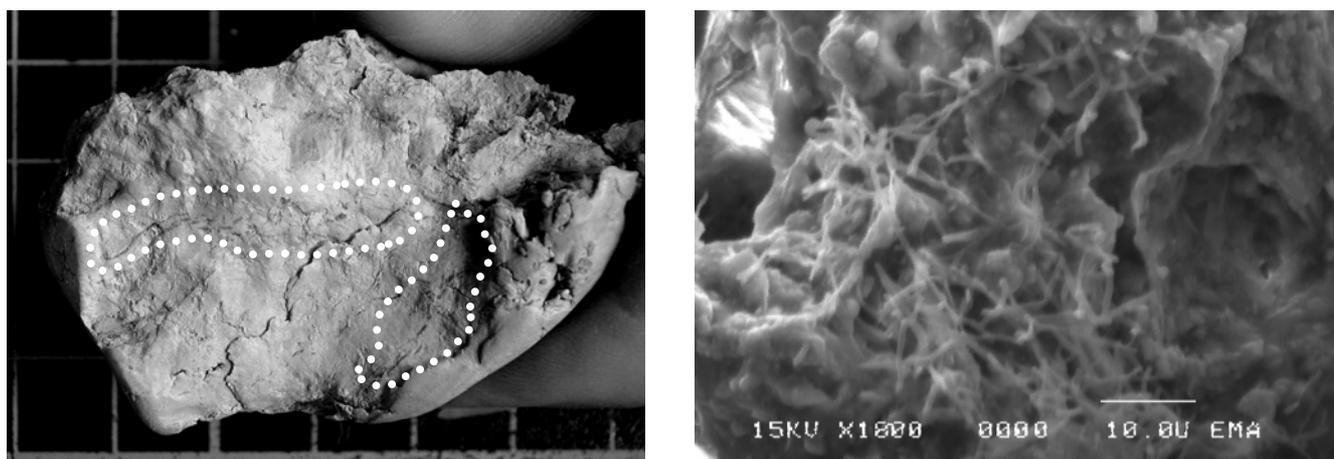


Figure 5-45 : Débris végétaux dans les argiles bariolées de Mont-St-Martin

Les débris organiques se présentent sous la forme de fragments de débris de bois de quelques millimètres de long. À plus fort grossissement (MEB), on observe des structures rassemblant à des filaments de quelques dizaines de microns de long. La micro analyse ne montre que du carbone.

5.4.2.2 Essais qualitatifs

Les composés organiques constituant les substances humiques sont des groupements chromophores ^[12] : ils confèrent aux substances humiques la possibilité de colorer les suspensions ^[144].

Sur ce principe, nous avons effectué une attaque des sols à la soude. Le protocole suivi a été la mise en suspension de 5 g de sol séché à 50 °C dans 50 g de soude (0,1 M) par agitation aux ultrasons (1 h) à 35 °C. Après décantation (24 h), le surnageant de certaines suspensions est coloré (Figure 5-46).

Dans le cas du limon de Meaux, le surnageant reste incolore. Dans le cas des marnes noires et des argiles bariolées de Mont-St-Martin, les suspensions prennent respectivement une couleur marron et jaunâtre. Ceci traduit la présence notable de substances humiques au sein des deux sols de Mont-St-Martin.



limon de Meaux
(surnageant incolore)

argiles bariolées
de Mont-St-Martin
(surnageant jaunâtre)

marnes noires
de Mont-St-Martin
(surnageant marron)

Figure 5-46 : Observation de la couleur du surnageant des suspensions de sols dans la soude. Les suspensions ont été obtenues par attaque à la soude (0,1 M) de ces sols. Le protocole suivi a été la mise en suspension de 5 g de sol séché à 50 °C dans 50 g de soude par agitation aux ultrasons (1 h) à 35 °C.

Les couleurs jaunâtre et marron acquises par les surnageants indiquent la présence de substances chromophores.

5.4.2.3 Dosage des matières organiques

Les matières organiques peuvent être dosées par diverses techniques.

a) Dosage des matières organiques par calcination ^[113].

Les pertes de la masse mesurées entre 50 °C et 450 °C sont de :

- 6,8 % pour les argiles bariolées de Mont-St-Martin
- 8,4 % pour les marnes noires de Mont-St-Martin

Ces pertes de masse correspondent à la fois aux pertes de masse dues à la calcination des matières organiques mais aussi, pour partie, aux pertes de masse dues à :

- la déshydratation des argiles : départ de l'eau libre, de l'eau liée (200-350 °C) et de constitution entre 450°C et 550°C pour la kaolinite (≈ 14 %), illite (≈ 6 %), smectite (≈ 5 %) et vermiculite.
- la décomposition de la pyrite entre 400 et 450 °C.

Ces réactions ont été par ailleurs mesurées par analyse thermogravimétrique (annexe). Les pertes de masse mesurées entre 20 et 550 °C indiquent la prédominance de pertes attribuables aux argiles et à la pyrite. Les pertes de masses mesurées par calcination ne correspondent pas majoritairement aux matières organiques.

b) Dosage des substances humiques par spectrométrie Ultra Violet

Nous avons retenu la tourbe comme matériau étalon. Le Tableau 5-3 montre en effet que le degré d'humification et de minéralisation des matières organiques est le même dans la tourbe et dans nos sols. Nous avons suivi les protocoles expérimentaux de Junqua ^[124] : extraction des matières organiques par mise en suspension de 100 g de sol séché (50°C) dans 500 g de soude (0,1 M) à 35 °C, avec agitation par ultrasons pendant 1h, suivie d'une filtration.

Les 4 sols ont un indice d'humification comparable (≈ 4). Cet indice exprime que les substances humiques présentes sont de types acides humiques plutôt que des acides fulviques. L'indice d'oxydation diffère selon le sol. Les marnes noires de Mont-St-Martin et le limon de Meaux ont subi une oxydation plus avancée, du fait de l'âge des formations auxquelles ils appartiennent. La présence de débris végétaux peu transformés dans les argiles bariolées atteste une oxydation moins avancée que pour les deux autres formations géologiques. Ce degré d'oxydation est comparable à celui de la tourbe. En conclusion, nous pouvons utiliser la tourbe comme matériau modèle en ce qui concerne la nature des substances humiques.

La teneur en matières organiques de la tourbe a été mesurée comme égale à l'extrait sec (à 50°C) de la suspension filtrée obtenue, corrigée des masses de soude. Le dosage proprement dit est effectué sur la raie d'absorption à 465 nm afin de quantifier l'ensemble des substances humiques (acides humiques et fulviques). L'étalonnage a été réalisé avec 4 concentrations d'extrait de tourbe.

Les teneurs en substances humiques (Figure 5-47) des marnes noires et des argiles bariolées de Mont-St-Martin sont respectivement de 0,25 % et 0,55 %. Par comparaison, la teneur en matières organiques du limon de Meaux est de 0,05 %.

sol	Indice d'humification $A_{465\text{nm}}/A_{665\text{nm}}$	Indice d'oxydation $A_{220\text{nm}}/A_{280\text{nm}}$
argiles bariolées de Mont-St-Martin	3,9	1,5
marnes noires de Mont-St-Martin	4,7	4,4
limon de Meaux	4,7	3,8
tourbe	4,1	2,0

Tableau 5-3 : Mesure du taux de dégradation des matières organiques au sein des sols
Un indice d'humification faible (inférieur à 5) correspond à des sols riches en acides humiques ^[12]. *Des indices entre 6 et 8,5 correspondent à des sols riches en acides fulviques* ^[12].

Un indice d'oxydation faible ($\approx 1,5$) correspond à une faible dégradation de la matière organique par oxydation. Un indice fort traduit la présence d'ions minéraux qui correspondent à une oxydation/minéralisation avancée de la matière organique donc à des sols plus évolués.

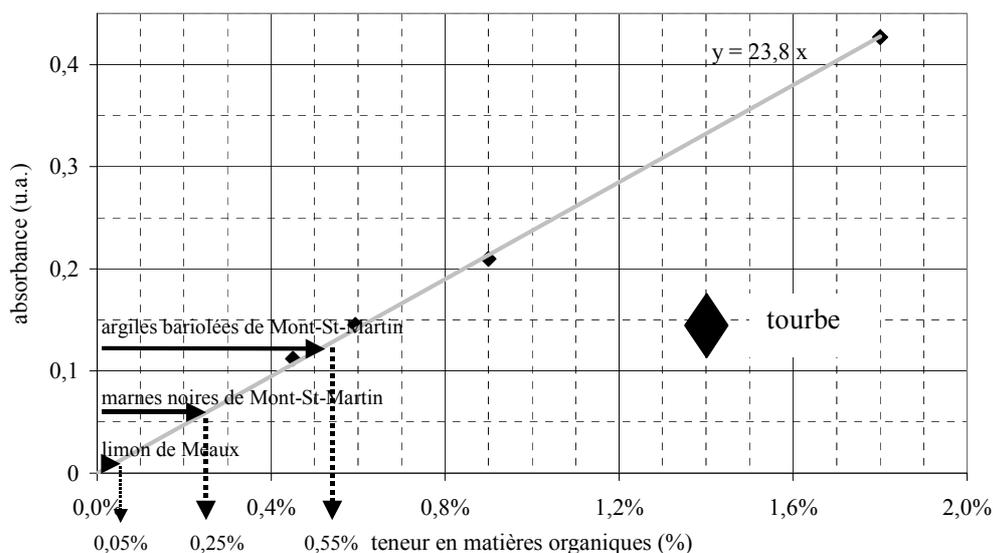


Figure 5-47 : Dosage par spectrophotométrie UV (raie de 465 nm) de la teneur en substances humiques avec un étalon tourbe

5.4.2.4 Observation de la microstructure des sols après traitement

Dans le cas des argiles bariolées, la cure immergée met en évidence une évolution de la microstructure en grumeaux recouverts de la coque d'hydrates de 1^{ère} génération (Figure 5-48). La coque présente alors une fissuration qui indique le gonflement interne du grumeau. Ce gonflement n'est pas relié au développement d'ettringite au cœur du grumeau ou à l'interface grumeau/coque.

Au cœur du grumeau, nous n'avons pas observé d'hydrates de 2^{ème} génération.

Nous avons dit au chapitre précédent (paragraphe 5.3.1.2 sur l'observation des microstructures dans le cas du soufre) que les éprouvettes après les cures immergées et la lyophilisation présentent une grande fragilité. Au simple contact avec le doigt, nous pouvons détacher des grumeaux.

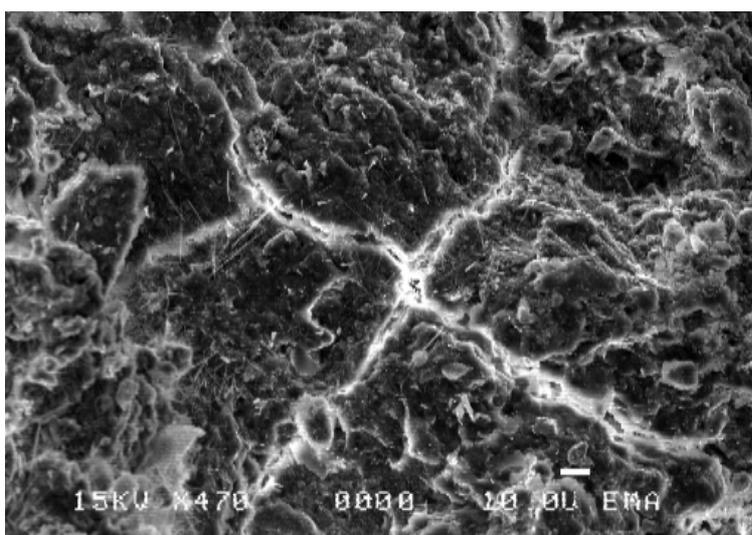


Figure 5-48 : Observation au MEB d'un grumeau d'argiles bariolées de Mont-St-Martin après la cure immergée à 40°C

La coque d'hydrates de 1^{ère} génération présente une fissuration qui n'est pas provoquée par le développement de nouveaux minéraux sous cette coque.

5.4.2.5 Corrélation entre le comportement physique des sols et leur teneur en matières organiques

L'étude géotechnique a montré que les caractéristiques mécaniques et physiques des marnes noires et des argiles bariolées étaient insuffisantes selon les critères du GTS [8].

La cure immergée et la lyophilisation conduisent à la désagrégation de l'éprouvette par séparation des grumeaux : les liaisons entre grumeaux sont donc faibles. L'observation microscopique des argiles bariolées montre que la coque d'hydrates est fissurée. Cette fissuration est en relation avec le gonflement des argiles formant le cœur du grumeau. Lors de la cure normale, de faibles résistances mécaniques sont observées.

Il en est de même pour les marnes noires même si la présence d'ettringite explique les perturbations lors de la cure immergée.

Ces problèmes de comportement mécanique et de gonflement des argiles peuvent être attribués à une teneur importante en substances humiques dans ces sols. En effet, la formulation de traitement (1% de chaux et 5 % de ciment) est a priori adaptée à ces sols de type A₂.

Le schéma établi pour les sols aptes présente des écarts au niveau de :

- l'absence des hydrates de 2^{ème} génération
- la fissuration de la coque.

Cet ensemble de perturbations peut être attribué à la présence des matières organiques. En effet, les substances humiques forment des complexes avec les ions calcium. De ce fait, il y a, dès le étape du chaulage, un déficit en chaux par rapport à ce qui était attendu. Il en résulte une floculation incomplète et un défaut de stabilisation. De plus, les substances humiques perturbent la prise et le durcissement des hydrates de 1^{ère} génération. Il semble même que la complexation du calcium inhibe le développement des hydrates de 2^{ème} génération.

En présence d'eau et du fait d'une stabilisation incomplète, les argiles gonflent et font éclater la coque d'hydrates de 1^{ère} génération.

Dans le cas des limons de Metz, nous n'avons pas réalisé de caractérisation des matières organiques. Cependant le comportement mécanique après cure normale laisse à penser, par analogie avec les argiles bariolées, que ces substances pourraient être responsables de leurs caractéristiques mécaniques faibles (déblais A et C) (Figure 4-7).

5.4.2.6 Conclusion

Les substances humiques en quantités importantes perturbent la floculation des argiles, la prise et le durcissement du ciment et le développement des hydrates de 2^{ème} génération par la réaction pouzzolanique. De ce fait, en présence d'eau, il y a gonflement des argiles. Ce scénario est applicable aux argiles bariolées de Mont-St-Martin. Dans le cas des marnes noires de Mont-St-Martin, on peut supposer une action similaire mais celle du soufre semble prépondérante. Dans tous les cas, il serait utile de développer un test permettant de mettre en évidence et de quantifier les effets des matières organiques.

5.5 Conclusion : mécanismes de perturbation de la stabilisation

□ Les perturbations de la stabilisation observées à l'échelle macroscopique lors des essais géotechniques sont les conséquences d'écarts par rapport à une situation idéale schématisée par la Figure 5-15. Ce schéma illustre l'effet optimal de l'action du traitement combinant la chaux et le ciment :

- la chaux permet la formation des grumeaux. Ces grumeaux sont des entités propres. La chaux provoque la floculation des argiles constituant le grumeau. Cette floculation et la consommation de l'eau pour l'hydratation de la chaux provoquent la contraction du grumeau.
- le ciment se colle aux grumeaux humides et forme une pâte enrobant le grumeau. Après le compactage, la pâte de ciment relie les grumeaux entre eux et ainsi forme des ponts liants après son durcissement. Cette coque de ciment est formée par des hydrates dits de « 1^{ère} génération ». Nous avons pu justifier par le calcul l'épaisseur de la coque de ciment observée au MEB.
- des hydrates se développent par réaction pouzzolanique à partir des ions calcium et des argiles. Ils forment les hydrates dits de « 2^{ème} génération ». Ils contribuent à la rigidification du cœur du grumeau en formant des liaisons entre les minéraux.

Cette structure est celle des sols stabilisés avec un traitement mixte mais on retrouve des structures décrites antérieurement dans le cas de la stabilisation à la chaux par Perret ^[27], Locat ^[28]. Il s'agit plus particulièrement du développement des hydrates de 2^{ème} génération aux dépens des argiles.

À partir de cette représentation, nous considérons le sol traité comme un agrégat de particules : le grumeau, chaque grumeau étant recouvert par une coque d'hydrates : le ciment.

Les écarts par rapport à ce modèle permettent d'interpréter les dysfonctionnements lors de la stabilisation et de les relier à des origines soit structurales soit physico-chimiques.

□ Pour les sols micacés, le mécanisme des perturbations est lié à la microstructure. Ces perturbations résultent de la présence de paillettes de micas et de fragments plats de roches. Les deux types de particules ont une morphologie aplatie qui modifie :

- la microstructure interne des grumeaux ; la structure est alors anisotrope du fait de la présence de particules aplaties.
- la présence de paillettes de micas au niveau des ponts d'hydrates de 1^{ère} génération reliant les coques.

Dans le cas des schistes, ces deux structures contribuent à affaiblir les caractéristiques mécaniques. La structure anisotrope du cœur du grumeau après le chaulage ne permet pas la rigidité à court terme du cœur du grumeau. Il faut attendre le développement des hydrates de 2^{ème} génération pour obtenir une rigidification interne notable du grumeau. Cependant les paillettes incluses dans la coque affaiblissant les liaisons entre les grumeaux par leur clivage ou l'absence de liant, ont un effet néfaste.

Dans le cas du gneiss de Tulle, les micas sont présents mais en plus faible teneur et leur taille est plus importante que les paillettes dans le cas des schistes. Le cœur du grumeau qui est un assemblage à dominance de grains de quartz et de feldspaths présente une structure isotrope. Quelques micas sont présents au niveau des coques. Ces micas sont alors des points de faiblesses mécaniques des ponts liants entre les grumeaux. Cette microstructure explique le bon comportement des gneiss lors du traitement. Les résistances mécaniques plus faibles que

celles du limon de Meaux peuvent être attribuées à la présence des micas au niveau de la coque.

L'aspect pénalisant voire rédhibitoire de la présence de micas et de la forme des particules n'est pas, à ce jour, pris en compte dans les essais de caractérisation des sols pour la classification géotechnique du sol. La présence de micas ou de fragments plats de roches n'est abordée que par les essais mécaniques. Il faudra envisager la mise en place d'essais complémentaires afin de remédier à cette lacune.

□ Dans le cas du soufre, les perturbations (gonflements importants conduisant à une diminution des résistances mécaniques) sont liées au développement d'ettringite. Son développement est favorisé par une cure immergée. Dans ces conditions, la formation de ce nouveau minéral s'accompagne de l'absence des hydrates de 2^{ème} génération. Cette ettringite provoque la rupture de la coque d'hydrates de 1^{ère} génération.

Des facteurs semblent favoriser ce développement :

- la teneur en sulfates solubles
- la perméabilité propre du grumeau.

En effet, la source de soufre est interne au sol. Le calcium est apporté par les liants. Une forte perméabilité du sol facilite l'interaction entre le soufre, le calcium et l'alumine solubilisés.

Cette perméabilité est liée à la nature géologique du sol qui amplifie aussi l'effet de l'ettringite :

- dans le cas des schistes, le développement de l'ettringite s'effectue entre les paillettes de micas. La formation d'ettringite induit l'écartement des paillettes qui provoque la destruction de la coque d'hydrates de 1^{ère} génération. Après la cure immergée, le schiste se comporte comme un matériau pulvérulent. L'entité grumeau n'existe plus.
- dans le cas des sols plus argileux, la formation de l'ettringite a lieu vers la périphérie du grumeau c'est-à-dire à l'interface avec la coque et/ou dans la porosité intergrumeau. Elle provoque alors la rupture de la coque d'hydrates par la formation de tapis d'aiguilles enchevêtrées sous celle-ci. Dans le cas des marnes riches en pyrite, nous n'avons pas observé clairement la rupture de la coque du fait du foisonnement de l'ettringite (sol riche en sulfates et pyrite) mais nous supposons que cette rupture existe.

□ Les matières organiques présentes dans les sols sont des substances humiques. Leur action se produit à l'échelle nanométrique sur les liants. Ces composés organiques ont, entre autres, la propriété de fixer les ions calcium. Cette consommation du calcium entre en compétition avec la floculation des argiles, la prise des ciments et la réaction pouzzolanique. La stabilisation est alors rendue incomplète ou annulée dans le pire des cas. L'hydratation du ciment est modifiée par les substances humiques. Le déficit en ions calcium conduit à l'absence de réaction pouzzolanique. Ces modifications de l'action des liants ont pour conséquence :

- les caractéristiques mécaniques faibles mesurées suite à la cure normale. La rigidité de la coque d'hydrates et des grumeaux est amoindrie
- les gonflements importants et les résistances mécaniques faibles lors de la cure immergée. Le gonflement des argiles est possible du fait de leur floculation incomplète. Ce gonflement provoque la rupture de la coque.

□ L'étude des sols naturels témoins de perturbation nous a donc permis de mieux comprendre les mécanismes d'actions de divers agents perturbateurs. Cette étude montre surtout que les sols sont très complexes. Plusieurs agents perturbateurs sont souvent présents

dans un même sol et leurs effets se combinent pour nuire à la stabilisation. C'est le cas dans les sols que nous avons retenus :

- les schistes présentent une double perturbation : microstructurale par les micas et physico-chimique avec le soufre.
- les marnes présentent une perturbation due au soufre mais les substances humiques affaiblissent la structure du grumeau.

Les substances humiques n'ont pas été recherchées au sein des limons de Metz. Par analogie de comportement avec les argiles bariolées, il est probable que les faibles résistances mécaniques observées pour certains déblais (A et C) soient en relation avec la présence de substances humiques en quantités notables. Pour ces limons, nous serions alors en présence d'une double perturbation due au soufre et aux substances humiques.

□ Les essais géotechniques normalisés sont conçus pour permettre d'éliminer les sols inadaptés au traitement et de dimensionner la chaussée. Ils ne sont pas prévus pour expliquer les cas d'inaptitude.

Dans le chapitre suivant, nous proposons différents essais très simples d'identification qui pourraient venir compléter les essais d'identification géotechnique des sols. Ces essais sont spécifiques de chaque élément perturbateur que nous avons observé au cours du chapitre 5. Ces essais devraient servir à :

- évaluer rapidement la possibilité de stabilisation d'un sol
- proposer une formulation mieux adaptée au type de sol en fonction de la nature de l'agent perturbateur.

6 Proposition de nouveaux outils de diagnostic

Le modèle que nous avons développé fait appel à la formation de grumeaux lors du malaxage des sols avec la chaux. Ce grumeau résulte de la floculation des particules du sol. Dans la suite du traitement, cet assemblage est recouvert par une couche de ciment anhydre qui s'hydrate par capillarité au contact du grumeau. Le ciment forme alors une pâte enrobant le grumeau. Le compactage sert ensuite à rapprocher les grumeaux et ainsi à les mettre en contact par l'intermédiaire de la pâte. Après la prise du ciment entourant le grumeau, la pâte forme une coque : la structure ainsi formée assure la cohésion du matériau {sol + liants}.

Le chapitre 5 a permis d'identifier les mécanismes de perturbations des sols stabilisés. À partir de la représentation synthétique, nous avons compris que les perturbations des sols sont liées : à la texture, à la microstructure ou à la physico-chimie des sols.

6.1 Appréciation de la granulométrie des grumeaux

Nous avons montré que la cohésion du sol traité dépend de l'épaisseur des coques d'hydrates enrobant les grumeaux de sol formés après chaulage et malaxage. Le calcul développé au chapitre 5 indique que l'épaisseur de la coque de ciment est fonction de la quantité de ciment introduite et de granulométrie des grumeaux.

Ce modèle nous permet donc d'envisager la stabilisation réussie des sols comme la résultante de deux étapes :

- la formation de grumeaux et leur enrobage par une couche de ciment
- la liaison des grumeaux.

À partir de cette représentation, une première condition de réussite du traitement est l'adéquation entre la granulométrie des grumeaux et la formulation de traitement. Il faut en effet que la quantité de ciment soit suffisante pour assurer l'enrobage convenable des grumeaux. Dans les cas des sols étudiés, cet enrobage représente une épaisseur de quelques dizaines de microns ($\approx 30 \mu\text{m}$).

6.1.1 *Evaluation de la granulométrie des grumeaux*

6.1.1.1 Principe de mesure

Le malaxage des sols préalablement chaulés avec le ciment conduit à la formation des grumeaux certes bien individualisés mais mous et sans tenue mécanique. Une période de cure est nécessaire afin de rigidifier les matériaux. L'application d'une technique de tamisage devient alors possible.

Pour un sol argileux, si l'on souhaite durcir rapidement les grumeaux, le séchage à 105°C peut être effectué. Il présente l'inconvénient de provoquer le retrait des argiles donc la fissuration des coques. Ceci induit une fragilisation des structures qui se rompent au cours du tamisage. (Figure 6-1).

6.1.1.2 Protocole expérimental retenu

Après le malaxage des sols, nous mettons la mouture en cure 2 jours dans un sac plastique à 20°C et à humidité contrôlée afin de permettre la prise et de débiter le durcissement du ciment.

Après la cure, le sol traité est tamisé pour déterminer la distribution granulométrique. Ces opérations sont réalisées sur des matériaux ayant la teneur en eau de confection.

Nous corrigeons ensuite les masses de chaque tamisat de la teneur en eau moyenne. Cette teneur en eau est mesurée selon la norme NF P 94-050 [145].

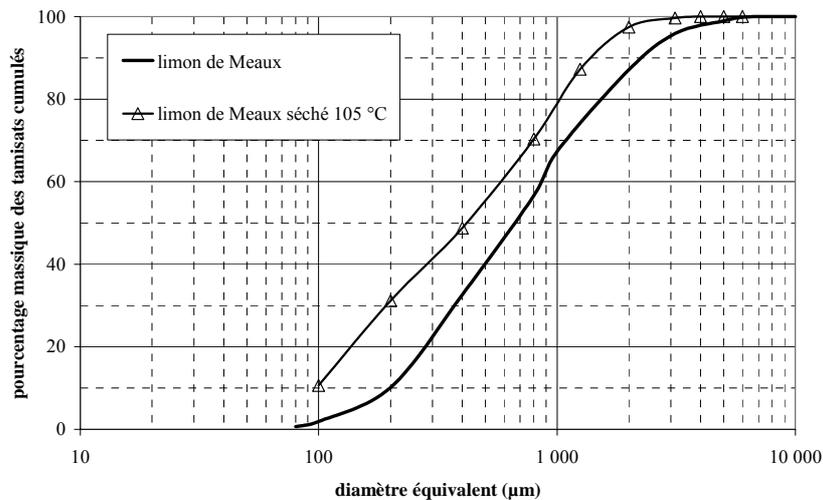


Figure 6-1 : Influence du protocole expérimental sur la granulométrie des grumeaux
Deux protocoles différents ont été suivis pour effectuer l'analyse granulométrique :

- la courbe du limon de Meaux traité correspond à une analyse effectuée sans séchage préalable du matériau avec cure
- la courbe du limon de Meaux traité séché à 105 °C correspond à une analyse effectuée après un séchage préalable.

La fraction inférieure à 100 µm obtenue avec le protocole avec séchage correspond à des agglomérats de grains. Le décalage des courbes granulométriques peut résulter de la fragmentation de grumeaux au cours du tamisage. Cette fragmentation peut être liée à la fissuration des grumeaux par départ d'eau lors du séchage.

6.1.1.3 Adaptation éventuelle de la technique

Si l'on souhaite réaliser une analyse granulométrique directement après le malaxage, on peut envisager une analyse granulométrique par analyse d'images. Une base de départ pour développer le protocole d'essai de cette analyse serait le projet de norme NF X 11-696 PR [146].

6.1.1.4 Résultats et discussions

Les analyses granulométriques mettent en lumière que le traitement appliqué pour la rigidification des grumeaux modifie la distribution granulométrique (Figure 6-2), ce qui était attendu, mais surtout qu'après traitement la distribution granulométrique est analogue à celle d'un sable.

L'observation des courbes granulométriques des structures {grumeau+coque} préparées selon le protocole présenté au paragraphe 6.1.1.2 fait apparaître différents types de fuseaux granulométriques (Figure 6-3) correspondant :

- aux limons et aux sols micacés pour lesquels l'étalement granulométrique est compris entre 80 µm et 5 mm avec un mode à 800 µm
- aux sols argileux dont la distribution granulométrique est centrée sur les fractions grossières comprises entre 1 et 5 mm avec un mode à 3 mm.

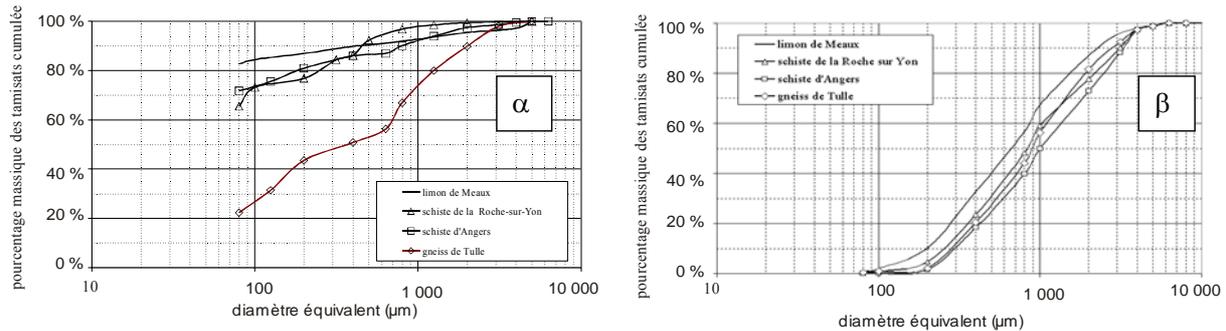


Figure 6-2 : Comparaison de la granulométrie des sols naturels (α) et des sols après traitement (β)

(α) granulométrie des sols naturel réalisée par tamisage à sec

(β) granulométrie des structures {grumeau+coque} selon le protocole retenu

Le séchage des matériaux pauvres en argiles et non traités les rend pulvérulents. Le traitement assure une cohésion suffisante pour permettre la conservation d'entités de taille submillimétrique au cours du tamisage.

La présence de deux fuseaux granulométriques semble liée à la nature des sols. La teneur en argiles est ici le paramètre clé conditionnant la granulométrie des grumeaux.

D'autres facteurs peuvent influencer la qualité de la mouture des structures {grumeaux+coque} :

- la formulation de traitement (teneur en chaux pour la floculation des argiles et l'assèchement du sol)
- la teneur en eau
- la technique de malaxage : énergie de malaxage, géométrie de l'appareil et conditions de mise en œuvre (durée de l'opération, température, ...).

L'influence de tous ces paramètres n'a pas été étudiée ici.

La teneur en chaux dans la formulation de traitement joue certainement un rôle important. Une étude ^[20] a montré que l'excès de chaux (6 %) provoque un « farinage » des limons. Ce mot de farinage indique que la granulométrie des grumeaux s'enrichit en fines par rapport à celle obtenue par un traitement avec seulement 2 % de chaux comme le montrent les photos illustrant l'article. En effet, la chaux facilite la fragmentation du sol par la floculation des argiles. Par ailleurs, l'ajout de chaux favorise l'évaporation de l'eau, ce qui conduit à un retrait important et une fragmentation plus aisée.

Il serait utile d'étudier en détail l'influence de la géométrie du malaxeur et de ses paramètres de fonctionnement (vitesse de rotation du bol, des lames, énergie dissipée, durée de l'opération ...).

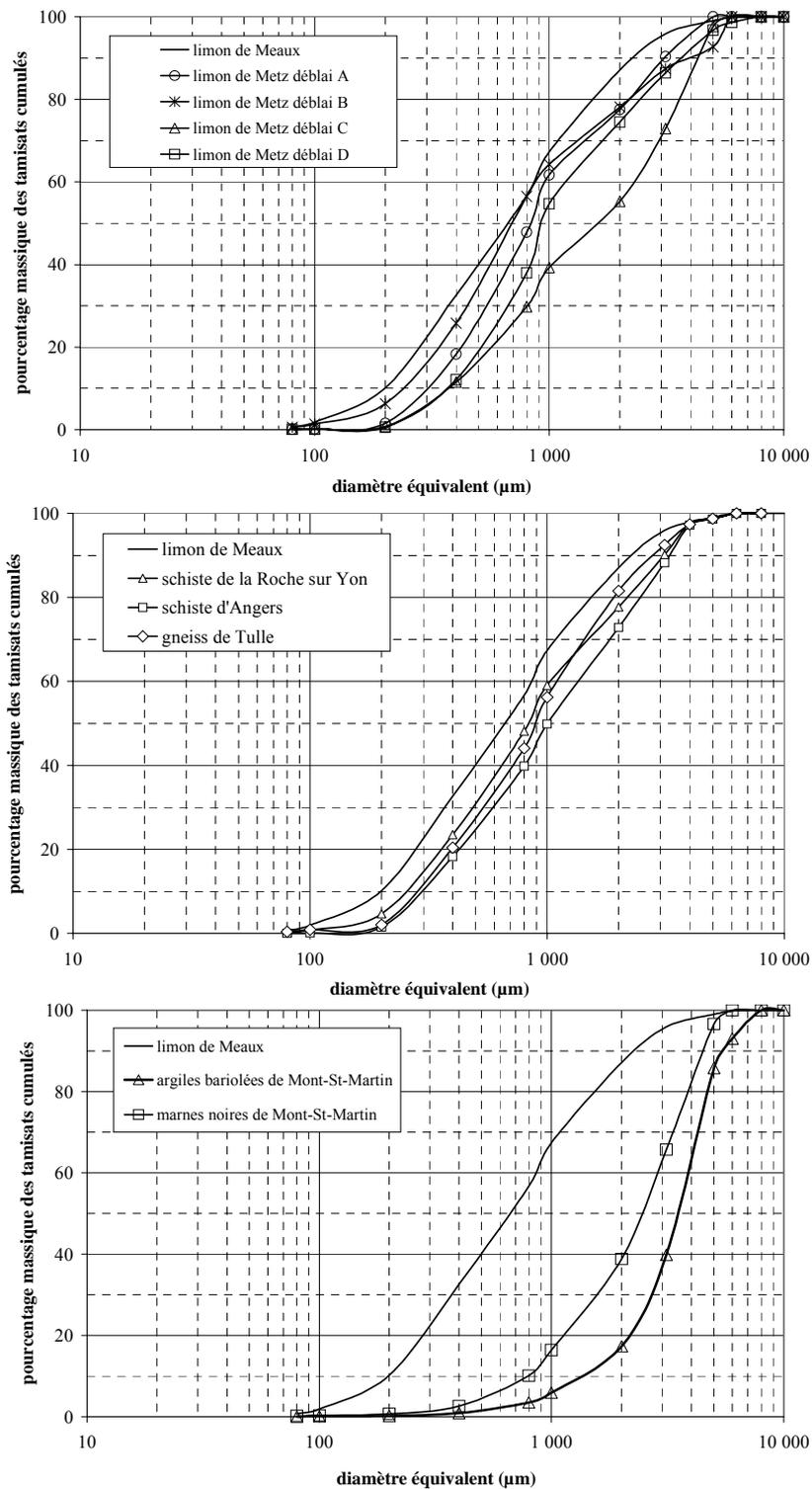


Figure 6-3 : Courbes granulométriques obtenues par tamisage des grumeaux+coque d'hydrates

Les courbes d'étalement granulométrique des grumeaux des différents sols concernent la fraction granulométrique comprise entre 80 μm et 5 mm.

6.1.2 Application du modèle à différents sols

En reprenant, la démarche du chapitre 5.2, le calcul conduit aux résultats suivants dans le cas d'un dosage à 5 % de ciment :

- pour les limons (de Meaux et de Metz) et les sols micacés (schistes et gneiss), l'épaisseur calculée de la coque d'hydrates est de 30 μm . La distribution granulométrique des structures grumeau+coque est centrée sur 800 μm .
- dans le cas des sols argileux (marnes et argiles), l'épaisseur calculée de la coque d'hydrates est de 50 μm . La distribution granulométrique des structures {grumeau+coque} est centrée sur 3 mm.

Le modèle indique que plus la granulométrie des grumeaux est grossière plus la coque est épaisse et permet de calculer les quantités de ciment requises pour former des coques d'épaisseur donnée (Tableau 6-1).

épaisseur théorique de la coque	limon de Meaux	schiste de la Roche-sur-Yon	schiste d'Angers	gneiss de Tulle	argiles bariolées de Mont-St-Martin	marnes noires de Mont-St-Martin
10 μm	1,7%	1,5%	1,5%	1,6%	0,9%	1,1%
20 μm	3,4%	3,0%	3,0%	3,2%	1,8%	2,2%
30 μm	5,2%	4,6%	4,5%	4,8%	2,7%	3,3%

épaisseur théorique de la coque	limon de Metz déblai A	limon de Metz déblai B	limon de Metz déblai C	limon de Metz déblai D
10 μm	1,6%	1,3%	1,4%	1,3%
20 μm	3,2%	2,6%	2,7%	2,6%
30 μm	4,9%	3,9%	4,1%	4,0%

Tableau 6-1 : Proportion de ciment nécessaire à la formation d'une coque de ciment d'épaisseur donnée.

Le calcul est effectué avec l'équation (8) et les courbes granulométriques de la figure 6-2.

Si l'on retient l'épaisseur de 30 μm comme épaisseur critique d'après le modèle défini aux paragraphes 5.1 et 5.2, les sols argileux ne présentant pas d'agent perturbateur peuvent être stabilisés avec un dosage en ciment de l'ordre de 3 %.

Pour un sol tel que le limon de Meaux de classe A₂, le GTS [8] propose comme modalité de traitement envisageable pour un chantier de faible importance, une formulation à 7 % de ciment. Cette formulation doit permettre la formation d'une coque d'hydrates de 1^{ère} génération d'environ 40 μm d'épaisseur.

6.1.3 Conclusion

L'appréciation de la granulométrie réelle du sol naturel est un paramètre important dans l'identification géotechnique. Cependant cette donnée ne représente pas le paramètre fonctionnel d'un sol stabilisé. Le traitement engendre une structure de taille millimétrique : le grumeau. Cet arrangement en grumeaux peut être considéré comme équivalent à des granulats. Ce grumeau est enrobé par une coque continue d'hydrates de 1^{ère} génération dont l'épaisseur est fonction :

- du dosage en ciment
- de la distribution granulométrique des grumeaux. Cette granulométrie est liée :
 - à la nature du sol

- à la proportion de chaux
- à l'outil de malaxage.

La variation de l'un de ces paramètres produit une modification des caractéristiques mécaniques du sol traité.

Le protocole d'analyse que nous proposons permet au laboratoire de caractériser la distribution granulométrique des structures {grumeau + coque} afin d'optimiser la quantité de liant nécessaire à la formation d'une coque d'épaisseur donnée autour des grumeaux.

Ce protocole ou son évolution par analyse d'image peut servir sur les chantiers à vérifier la qualité de la mouture du sol traité.

6.2 Evaluation de la morphologie des particules constituant le sol

Au chapitre 5.3, nous avons mis en lumière l'effet néfaste des paillettes de micas et des fragments de roches de forme aplatie. La caractérisation géotechnique habituelle des sols ne permet pas d'identifier de telles particules et de les quantifier. En effet, les schistes d'Angers et de la Roche-sur-Yon ainsi que le gneiss de Tulle sont identifiés en sols A₁ et B₅. Ces sols micacés appartiennent aux mêmes classes que les limons peu argileux et les sables avec fines. La taille des particules est de même ordre de grandeur dans ces différents types de sol mais leurs morphologies sont bien différentes.

Il est donc nécessaire de disposer d'une méthode permettant de distinguer, de façon quantitative, les particules de forme aplatie de particules de forme sphéroïdale.

Ces particules sont présentes dans différentes classes granulométriques :

- les paillettes de micas ont une taille de quelques dizaines de microns ($\approx 20 \mu\text{m}$)
- les fragments plats de roches ont une granulométrie de quelques centaines de microns ($\approx 200 \mu\text{m}$).

L'objectif de cette caractérisation est de quantifier la teneur en ces diverses particules.

Pour une roche micacée initiale donnée, la richesse en éléments plats du sol dépend du degré d'altération météorique. L'altération d'un granite, d'un gneiss ou d'un schiste conduit à une évolution minéralogique, texturale et structurale. Cette évolution permet la terrassabilité de ces formations^[10] : cette évolution texturale est schématisée sur la figure 6-7. Au sein des sols de type A₁, A₂ et B₅, deux facteurs sont en action au cours de l'altération de la roche massive :

- la fragmentation du sol provoque la séparation de chaque minéral. La granulométrie évolue de celle du bloc vers celle du sable.
- l'argilisation des minéraux. Cette transformation minéralogique s'effectue aux dépens des feldspaths et des micas.

La roche de départ est massive. Le stade ultime de l'altération est une argile sableuse. Il existe des stades intermédiaires d'altération propices à la libération de micas individualisés. Ces micas sont alors légèrement altérés ce qui favorise leur rupture par clivage. La teneur en argiles est faible ce qui défavorise la cohésion du matériau.

Au sein d'un déblai d'altérites, en termes de géologie, on observe généralement des variations verticales et horizontales de faciès pouvant correspondre à des roches initiales différentes et/ou des degrés d'altération différents. Ces variations doivent être mieux prises en compte lors de la caractérisation géotechnique du sol.

Nous avons envisagé deux techniques pour mesurer la quantité de minéraux ou fragments de roches lamellaires des sols de types A₁ et B₅ :

- une observation directe au microscope qui permet la détermination d'un facteur de forme en fonction des dimensions des particules.

- une observation indirecte basée sur la coulabilité des « poudres » ; cette méthode est développée à partir de l’analogie avec les granulats (facteur d’écoulement des sables ou des gravillons).

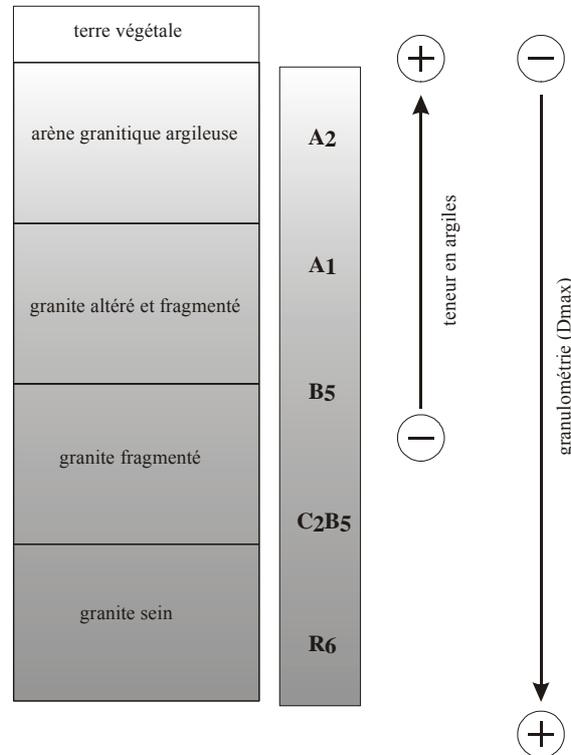


Figure 6-4 : Schéma de l'évolution granulométrique et minéralogique des sols.

L'altération météorique des granites entraîne une transformation granulométrique et minéralogique de la roche. L'altération commence par la fragmentation du massif rocheux. La fragmentation sépare des blocs de dimension métrique dont la taille diminue avec la progression de l'altération jusqu'à la séparation de tous les minéraux. Cette diminution de taille favorise l'altération en argiles des feldspaths et des micas.

6.2.1 Observation directe au microscope

Le microscope et la loupe binoculaire permettent d'observer des grains de taille supérieure à quelques dizaines de microns.

Nous pouvons mesurer les dimensions des minéraux et des fragments des roches. La morphologie est alors appréhendée par la détermination d'un facteur de forme, défini par une relation du type :

$$\text{facteur de forme} = \frac{\text{épaisseur}}{\text{longueur}}$$

À partir de cette étude du facteur de forme, on peut déterminer la proportion de chaque population de même classe de facteur de forme.

On peut alors mettre en relation pour chaque type de minéral et/ou une roche donnée une taille critique et un facteur de forme.

Ainsi dans le cadre de notre étude, les roches étudiées sont les altérites de schistes, de gneiss et de granites, les minéraux principaux composant la minéralogie sont :

- le quartz, de morphologie sphéroïdale anguleuse
- les feldspaths, de morphologie sphéroïdale anguleuse

- les micas blancs et noirs qui se présentent sous la forme de plaquettes.

Le simple dépôt d'un peu d'échantillon en poudre sur la platine de la loupe binoculaire ne permet pas d'observer l'épaisseur des paillettes, celles-ci étant toutes posées à plat. Une tentative de préparation plus élaborée par imprégnation avec une colle n'a pas permis d'obtenir mieux.

La mesure directe n'est pas tout à fait satisfaisante et, en outre, n'est pas facilement réalisable sur un chantier.

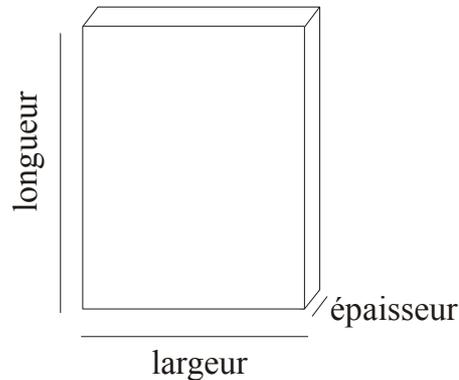


Figure 6-5 : Dimensions d'une particule de forme aplatie

Dans le cas des particules des sols, nous ne considérons que les particules sphéroïdales et aplaties. La longueur et la largeur de la particule sont en première approximation considérées comme égales.

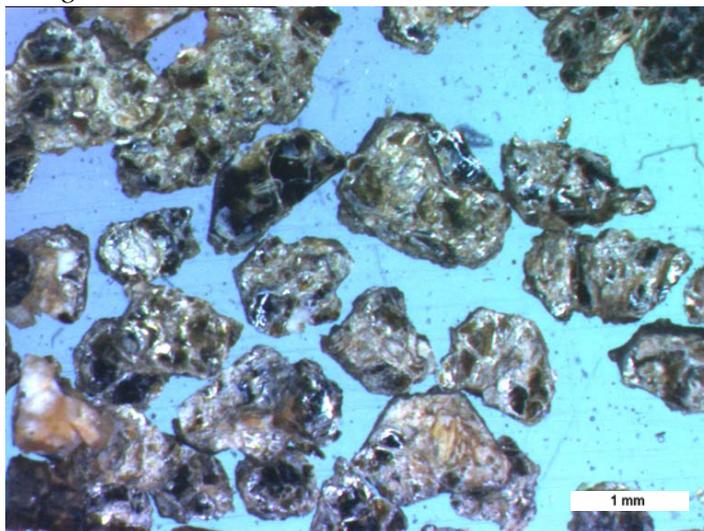


Figure 6-6 : Orientation des micas parallèlement à leur face basale sous la loupe binoculaire

6.2.2 Observation indirecte basée sur des essais d'écoulement

La mesure indirecte est développée par analogie avec ce qui est réalisé dans le cas des granulats ^[147, 148 et 149] et des matériaux pulvérulents ^[150, 151, 152 et 153]. Les éléments de forme aplatie sont proscrits des bétons et des mortiers. Deux normes sont utilisées pour quantifier leurs proportions à partir du coefficient d'écoulement des sables ^[141] et des gravillons ^[142].

6.2.2.1 Identification d'essais d'écoulement discriminants et reproductibles

a) Protocole expérimental

Le sol naturel (A₁ et B₅) est préalablement malaxé (au malaxeur-désagrégateur) afin d'obtenir un matériau de granulométrie réelle semblable à celle des constituants des grumeaux. Après le

séchage du sol jusqu'à masse constante (séchage à 105 °C), nous effectuons une sélection granulométrique par tamisage à sec. Pour les raisons exposées dans le paragraphe d'introduction de ce chapitre, nous avons retenu 2 fractions granulométriques 0-100 μm et 100-500 μm . Dans le cadre de l'étude, nous avons utilisé une tamiseuse électrique.

Chaque fraction est caractérisée par un essai spécifique :

- un essai d'écoulement pour la fraction 100-500 μm , nécessitant environ 1 kg de poudre
- un essai de pycnométrie pour la fraction 0-100 μm , nécessitant environ 0,5 kg de poudre.

α) Essai d'écoulement

L'essai d'écoulement (Figure 6-9) est basé sur le principe de l'essai d'écoulement normalisé ^[141]. Nous mesurons le temps d'écoulement de 500 g de poudre à travers une trémie en verre. Le remplissage de la trémie est effectué en limitant la hauteur de chute pour éviter le tassement du matériau. L'orifice de la trémie est ouvert en même temps que l'on déclenche le chronomètre. On détermine ainsi la durée d'écoulement de la totalité du matériau au 1/10 s. Après l'essai, l'échantillon est remis et homogénéisé avec le restant de poudre. Cette mesure est reproduite sur 3 prises d'essai. L'écart de durée d'écoulement des trois prises d'essais ne doit pas dépasser 0,1 s.

La durée de l'écoulement de l'échantillon est la moyenne des temps mesurés au cours des 3 essais.



Figure 6-7 : Essai d'écoulement d'une poudre 100-500 μm

Cet essai consiste à mesurer la durée d'écoulement de 500 g de poudre au travers d'une trémie en verre. Les caractéristiques de cette trémie sont : un angle au sommet de 40 ° et un orifice de 1 cm de diamètre.

β) Essai de mesure de la densité apparente

L'essai de mesure de la densité apparente d'une poudre non tassée (Figure 6-8) consiste à remplir un récipient de volume connu avec la poudre et à déduire la densité de la poudre à partir de la masse de poudre introduite et du volume du récipient.

Nous utilisons un récipient cylindrique de 100 cm^3 : 5 cm de diamètre et 5 cm de hauteur. L'introduction de la poudre (0-100 μm) est effectuée au moyen d'un tamis de 200 μm afin d'effectuer un dépôt en flocon des particules.

Le remplissage du récipient est achevé quand un cône de poudre dépasse le rebord du récipient. La poudre est ensuite arasée mais non tassée.

La masse de la poudre arasée est déterminée au 1/100 g. Cette valeur de la masse est utilisée pour calculer la densité sèche apparente de la poudre connaissant le volume du récipient.

Après l'essai, l'échantillon de sol est remis et homogénéisé avec le restant de poudre. Cette mesure est reproduite sur 3 prises d'essai. La variabilité de valeur de densité des trois essais ne doit pas dépasser 0,01.

La densité apparente de l'échantillon est la moyenne des densités mesurées au cours des 3 essais.



Figure 6-8 : Essai de mesure de la densité apparente sur une poudre sèche

Au cours du remplissage du récipient, la dispersion de la poudre est effectuée à l'aide d'un tamis.

b) Observations techniques

α) Essai d'écoulement

Différents paramètres peuvent influencer l'essai d'écoulement. Il s'agit plus particulièrement de :

- la nature de la trémie ; une trémie en verre est préférable à une trémie en plastique en raison des forces électrostatiques qui retiennent des particules sur le bord de la trémie.
- la géométrie de la trémie ; des variations dans la géométrie de la trémie entraînent aussi des variations de temps d'écoulement. Les paramètres géométriques sont le diamètre d'ouverture de la trémie et l'angle au sommet. La configuration que nous avons choisie est favorable à un écoulement « rapide » de la poudre.
- la quantité de poudre ; la masse de 500 g de poudre a été choisie pour obtenir une certaine précision de la mesure. Une masse de 500 g correspond à une durée d'écoulement de l'ordre de 20 à 30 s selon les poudres. Les durées d'écoulement sont mesurées avec une incertitude de 0,1 s. Si, pour une poudre donnée, on souhaite augmenter la durée de l'écoulement, il faut alors augmenter cette masse. Afin de pouvoir comparer les résultats, il est préférable d'exprimer la durée d'écoulement pour

une masse équivalente à 500 g voire 1 kg. Pour un échantillon donné, les résultats sont parfaitement reproductibles, l'incertitude observée est de l'ordre de 0,1 s.

- l'étalement granulométrique, la variation de l'étalement granulométrique (ici 100-500 μm) modifie la durée de l'écoulement. Nous avons observé des variations des durées d'écoulement entre les granulométries 0-500 μm et 100-500 μm dont les particules ont même morphologie quelle que soit leur taille. Ces variations peuvent aller jusqu'à l'arrêt de l'écoulement par la formation de voûte dans la trémie pour les fractions 0-500 μm .

β) Essai de mesure de la densité apparente

L'essai de mesure de la densité apparente est sensible à divers paramètres :

- la géométrie du récipient ; la forme du récipient influence le tassement. Il est donc souhaitable que le récipient soit de forme cylindrique.
- l'utilisation d'un tamis d'introduction ; il est impératif de favoriser une désagglomération du matériau pour obtenir une poudre non tassée de manière reproductible. C'est la fonction du tamis. L'introduction de la poudre directement dans le pycnomètre sans désagglomération induit une erreur de mesure : la densité est évaluée par excès.
- l'étape d'arase est génératrice de perturbation de la mesure. En effet, il est alors facile de légèrement compacter la poudre ou d'enlever trop de matériau avec la règle. Cette dernière perturbation est constatée quand l'étalement granulométrique est trop grand. C'est pourquoi cet essai ne concerne que la fraction inférieure à 100 μm .

6.2.2.2 Validation du protocole expérimental proposé et sensibilité des paramètres mesurés

Les essais proposés au paragraphe précédent sont des tests simples basés sur des propriétés d'usage des poudres et des granulats. Les propriétés qui nous intéressent plus particulièrement sont :

- la possibilité de rouler et/ou de glisser des particules
- la compacité de l'arrangement du système granulaire.

Or comme pour toutes les propriétés d'usage, l'interprétation d'un résultat est souvent rendue difficile car plusieurs facteurs interagissent sur celles-ci.

Les facteurs influençant ces propriétés ^[154] sont :

- la distribution granulométrique (étalement granulométrique et taille)
- la densité réelle des particules
- les liaisons entre particules (forces électrostatiques, forces de Van der Waals et forces de capillarité)
- la morphologie (angularité et facteur de forme).

Les différentes étapes du protocole nous permettent de minimiser l'effet des interactions autres que morphologiques. Ces interactions sont réduites plus particulièrement par :

- la nature des particules du sol, ce sont des fragments de roches et minéraux dont les densités réelles sont proches. Il est admis que cette densité soit de 2,70.
- le séchage ; il permet d'annuler l'effet de liaison dû à l'eau
- la sélection des deux fractions granulométriques :
 - la réduction de l'étalement granulométrique induit une diminution de la compacité lors du remplissage du récipient pour l'essai de pycnométrie et de la trémie pour l'essai d'écoulement.

- la sélection de la fraction 100-500 μm pour l'essai d'écoulement permet de minimiser l'effet des liaisons entre particules de type Van der Waals dont le rôle est prépondérant avec les particules de taille inférieure à 100 μm .

Application des techniques à des matériaux modèles : sables et micas

Grâce aux protocoles, les deux essais sont sensibles à un paramètre : la morphologie des particules. Nous avons ainsi étudié le comportement de matériaux modèles :

- des sables, pour leur forme sphéroïdale et anguleuse
- des micas, pour leur forme aplatie

Les matériaux modèles que sont les sables et les micas ont des comportements « extrêmes » (Figure 6-9 et Figure 6-11). En effet, ils bornent les caractéristiques obtenues avec les sols naturels.

Les particules de forme aplatie (micas) sont les plus lentes à s'écouler et ont la densité apparente non tassée la plus faible. Dans le cas des matériaux de forme sphéroïdale et anguleuse, c'est le contraire.

Application des techniques aux sols naturels

Dans le cas des sols naturels, nous observons des comportements intermédiaires entre ceux des deux matériaux modèles.

En effet dans les sols, les particules n'ont pas de forme parfaitement sélectionnée. Ce sont des mélanges de minéraux et de fragments de roches de nature et de formes différentes.

Le test d'écoulement montre une augmentation du temps d'écoulement des gneiss aux schistes. Cette évolution traduit l'enrichissement de la proportion de particules de forme aplatie des gneiss aux schistes. L'écart entre les gneiss et le sable correspond à l'effet de l'angularité des particules. Le sable utilisé est un matériau roulé. Le gneiss est ici un matériau sphéroïdal mais plus anguleux.

Le test de densité apparente met en lumière la diminution des densités entre le gneiss et les schistes. Ce résultat indique que pour des distributions granulométriques sensiblement égales, l'empilement des particules est bien moins compact dans le cas des schistes. En effet, ces schistes sont des matériaux riches en paillettes de micas dont le facteur de forme est faible, environ 0,1 (Figure 5-32).

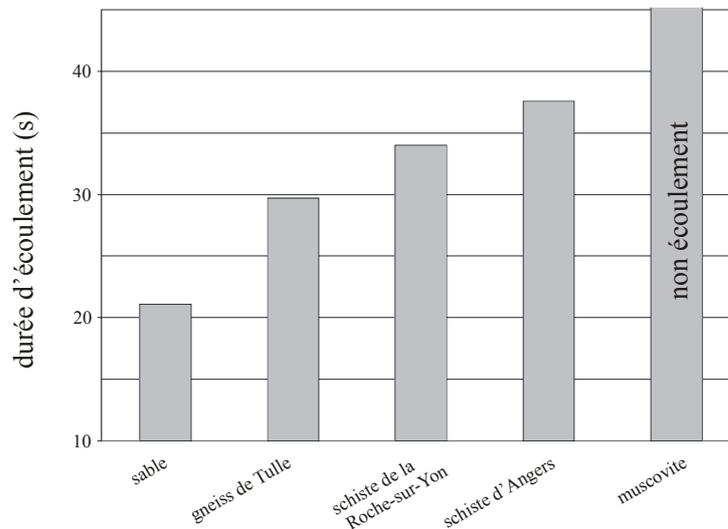


Figure 6-9 : Variation de la durée d'écoulement de 500 g de poudre (100-500 μm) selon les matériaux

La précision de la mesure est de l'ordre du dixième de seconde.

La durée des écoulements évolue entre deux pôles :

- *un écoulement dit rapide (21 s), il s'agit des particules sphéroïdales (par exemple le sable)*
- *un écoulement dit lent qui est représenté par un minéral de forme aplatie la muscovite (micas). Pour ce minéral, l'écoulement a été interrompu. Il s'est formé une voûte dans la trémie en raison de la forme très aplatie des particules.*

Les durées d'écoulement du gneiss et des schistes sont comprises entre ces deux bornes.

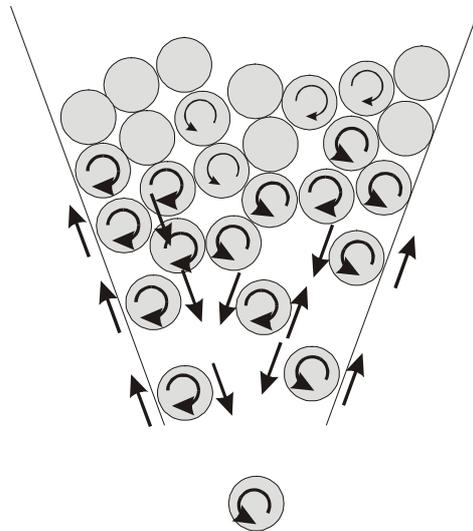


Figure 6-10 : Schématisation de l'écoulement de particules homométriques sphériques. Les particules sont entraînées par leurs poids. L'écoulement des particules sphéroïdales s'effectue par rotation et glissement. Ces mécanismes se produisent entre les particules et la paroi de la trémie ainsi qu'entre les particules.

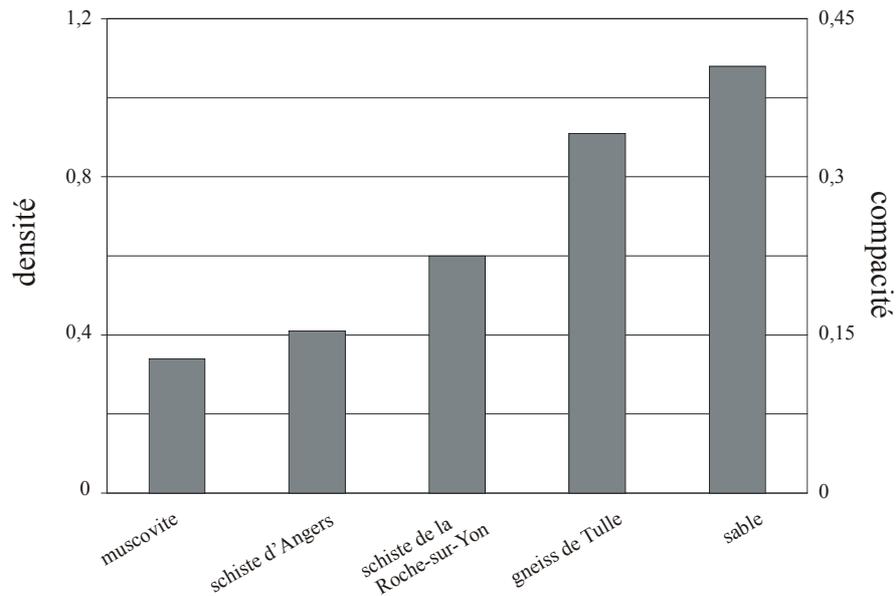


Figure 6-11 : Evolution de la densité apparente non tassée et de la compacité de poudre (0-100 μm) en fonction des matériaux

La précision de la mesure densité est de l'ordre du centième.

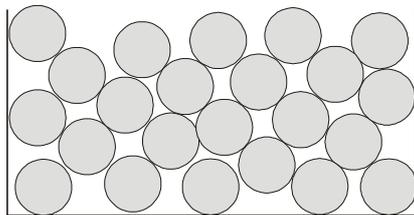
La densité et la compacité évoluent entre deux domaines :

- un arrangement dit dense ($\rho = 1,08$), il s'agit des particules sphéroïdales (le sable)
- un arrangement dit lâche ($\rho = 0,34$), il correspond aux particules aplaties représentées par la muscovite (le mica).

La compacité est calculée en prenant la densité de 2,7 comme densité théorique des particules

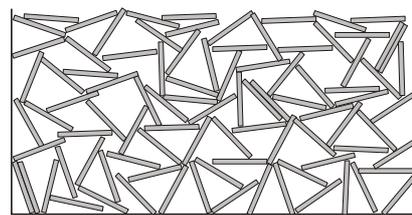
$$^{[155]}. \text{ compacité} = \frac{\text{densité apparente non tassée}}{\text{densité réelle}}$$

particules de forme sphérique



compacité = 0,68

particules de forme aplatie



compacité = 0,10

Figure 6-12 : Schématisation de 2 empilements des particules homométriques mais de morphologies différentes

L'étude de la compacité est effectuée sur des particules de même taille apparente mais de facteurs de forme différents :

- particules sphériques : facteur de forme = 1
- particules aplaties : facteur de forme = 0,1

Pour les arrangements représentés, les valeurs de compacité sont respectivement de 0,68 et 0,10.

6.2.3 Résultats et discussion

Les résultats des essais (Figure 6-13) montrent que les sols micacés étudiés ont des comportements compris entre ceux des matériaux modèles choisis. Schématiquement, lorsque ces caractéristiques sont proches de celles des sables (faible durée d'écoulement et forte densité apparente), le sol est apte (gneiss de Tulle) ; lorsque les caractéristiques sont proches de celles d'un mica, le sol est inapte. En première approximation, on pourrait retenir un seuil d'écoulement limite vers 30 s et un seuil de densité non tassée à 0,8.

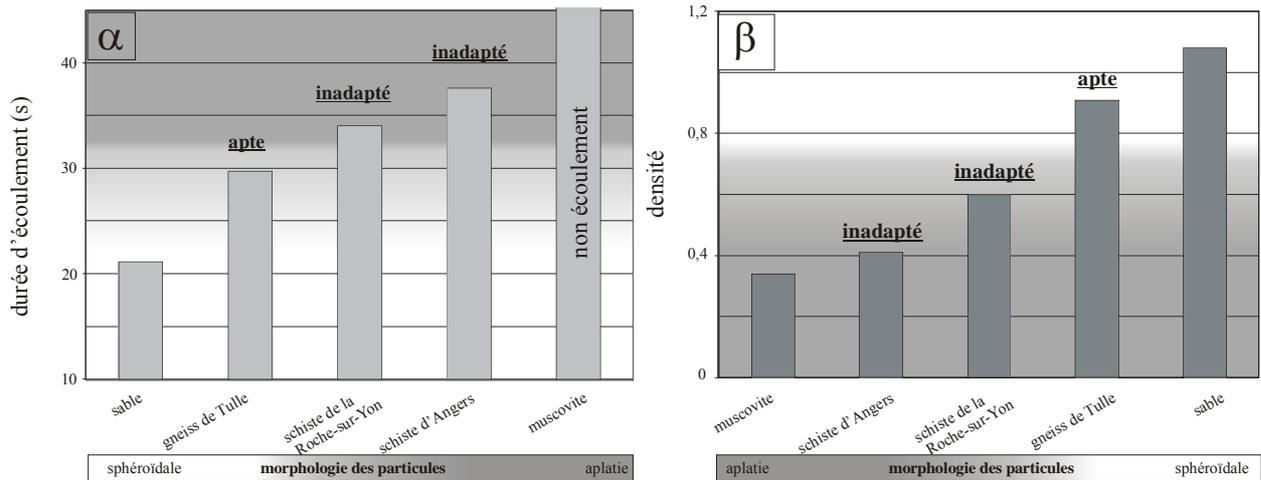


Figure 6-13 : Corrélation entre les tests de coulabilité et l'aptitude des sols afin de définir des seuils

α : résultats de l'essai d'écoulement (la précision de la mesure est de l'ordre de 0,1 s)

β : résultats de l'essai de densité apparente non tassée (la précision de la mesure est de l'ordre de 0,01)

Ces seuils ne tiennent pas compte de la proportion de chacune des fractions au sein du sol complet. Il faut donc pondérer ces résultats par rapport à ces fractions afin d'évaluer le risque réel de perturbation présenté par les sols micacés.

La proportion de la fraction 100-500 μm peut-être considérée comme à peu près constante dans tous les sols concernés. Dans le cas des sols micacés étudiés, cette proportion représente environ 20 % de la masse totale des sols. Nous considérons donc que la grandeur « durée d'écoulement », mesurée sur la fraction 100-500 μm est directement en relation avec la teneur en éléments plats. C'est une caractéristique du sol.

En revanche, la teneur en fines (la fraction inférieure à 100 μm) représente entre 30 et 70 % de la masse totale du sol. Il est donc nécessaire de définir un paramètre caractéristique de la teneur en micas pour le sol complet défini à partir de la mesure de densité apparente effectuée sur la fraction fine. Nous définissons à cet effet le taux équivalent en micas (ζ) pour la fraction fine. En effet, les densités apparentes des matériaux modèles, quartz et muscovite, nous permettent d'encadrer les densités apparentes des sols. En supposant que la densité apparente d'un échantillon de sol est la somme des densités apparentes des sables et des micas pondérées par leur taux équivalent, on peut écrire:

$$d_{ech}^a = \zeta * d_{mus}^a + (1-\zeta) * d_{sable}^a$$

d_{ech}^a : densité apparente non tassée de l'échantillon de sol

d_{mus}^a densité apparente non tassée de l'échantillon de muscovite = 0,35

d_{sable}^a densité apparente non tassée de l'échantillon de sable = 1,10

Le taux de micas dans la fraction fine (ζ) peut s'exprimer comme :

$$\zeta = \frac{d_{sable}^a - d_{ech}^a}{d_{sable}^a - d_{mica}^a}$$

Le taux équivalent en micas dans le sol complet (Z) pondéré par la proportion de fines ($\%_{<100\mu m}$) est défini par la relation :

$$Z = \zeta * \%_{<100\mu m}$$

Les taux équivalents en micas des différents sols ainsi calculés figurent dans le tableau 6-2.

	densité apparente	taux de micas (ζ)	passant à 100 μm ($\%_{<100\mu m}$)	taux équivalent micas (Z)
gneiss de Tulle	0,90	25 %	30 %	8 %
schiste de la Roche-sur-Yon	0,60	80 %	75 %	60 %
schiste d'Angers	0,40	90 %	75 %	70 %

Tableau 6-2 : Taux équivalent en micas

Les densités apparentes non tassées des matériaux modèles sont :

d_{sable}^a : 1,1

d_{mus}^a : 0,35

La représentation sur un même graphique des résultats du test de coulabilité et du taux équivalent en micas permet de définir des domaines qui sont fonction de la nature et du degré d'altération de la roche.

À partir des sols étudiés et de la pétrographie des roches, nous pouvons estimer l'ordre de grandeur des différents seuils permettant le découpage des domaines. Ces seuils sont au nombre de 3 :

- un taux équivalent en micas de l'ordre de 20 % évalué à partir de l'essai de densité apparente non tassée
- un temps d'écoulement de 30 s
- un temps d'écoulement de 40 s.

Ces seuils permettent de définir 4 domaines :

- le domaine I correspond à des matériaux pauvres en éléments plats dans les deux fractions granulométriques considérées
- le domaine II correspond à des matériaux riches en éléments plats uniquement dans la fraction 100-500 μm
- le domaine III correspond à des matériaux riches en éléments plats pour les deux fractions considérées.
- le domaine IV correspond à un sol riche en paillettes de micas et pauvre en fragments plats de roches. Cette association est une impossibilité géologique car la morphologie des fragments est contrôlée par les minéraux la constituant.

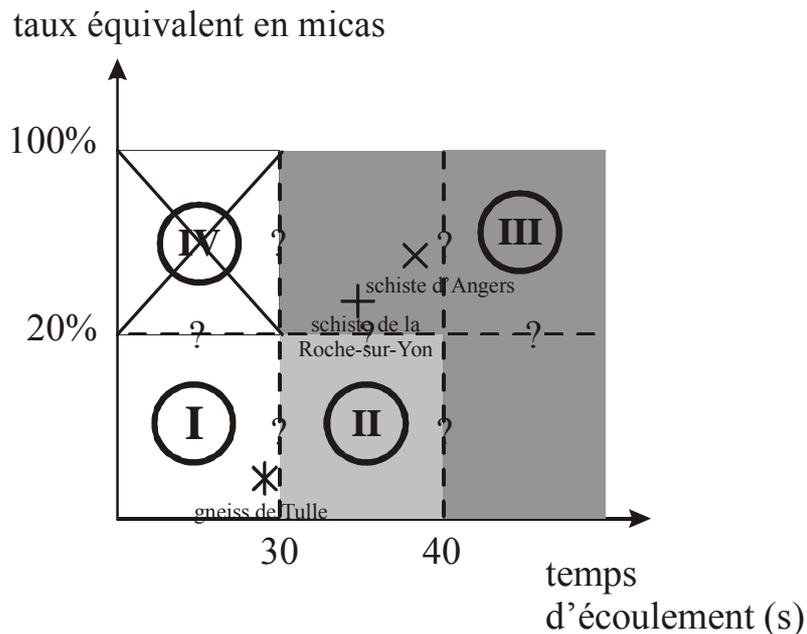


Figure 6-14 : Modèle de représentation possible pour un abaque de teneur en éléments plats

Ces domaines peuvent servir à définir la possibilité d'utilisation d'un sol. En effet, le domaine I correspond aux sols pauvres en éléments plats ; leur comportement mécanique n'est pas perturbé. Les sols du domaine I sont considérés comme aptes. Au premier abord, le domaine II semble devoir être considéré comme douteux. Le comportement mécanique du sol traité peut être affecté par des problèmes d'anisotropie du grumeau. Le domaine III est concerné par des perturbations du comportement mécanique liées à la présence importante de paillettes de micas fragilisant la coque d'hydrates de 1^{ère} génération et les fragments aplatis de roche induisant l'anisotropie du grumeau.

Il faut ici rappeler que cette définition des domaines est effectuée sur l'étude de 3 sols micacés. En toute rigueur, les résultats sont trop fragmentaires pour valider ces seuils et donc ces domaines. Nous venons donc de définir uniquement des tendances.

Un autre rappel est aussi nécessaire, ces essais de coulabilité sont utilisés uniquement pour caractériser les sols riches en éléments plats et peu argileux (A₁ et B₅). Du point de vue géologique, il s'agit plus particulièrement des altérites des :

- roches magmatiques avec les différents granites
- roches métamorphiques avec les gneiss, les micaschistes, les schistes quartzofeldspathiques, les leptynites
- roches sédimentaires avec les grès micacés, les calcaires en plaquettes et les calcaires marneux.

6.2.4 Conclusion

La morphologie des particules du sol est un critère de caractérisation non pris en compte actuellement par les essais normalisés. Cette morphologie s'est révélée être un critère important pour déterminer l'inaptitude de certains sols micacés. Nous avons donc cherché une méthode simple permettant de démontrer et de quantifier la présence d'éléments plats.

Les tests de coulabilité sont des techniques indirectes de caractérisation morphologique des particules des sols peu argileux de type A₁ et B₅, basées sur les propriétés d'usage des

matériaux granulaires et des poudres. Les essais de coulabilité doivent être utilisés avec rigueur mais, à cette condition, ils sont d'excellents outils de caractérisation de la morphologie.

Deux tests ont été développés mesurant :

- la durée d'écoulement de la fraction 100-500 μm au travers une trémie.
- la densité apparente non tassée de la fraction de granulométrie 0-100 μm .

Nous avons montré que les données correspondant à la fraction 100-500 μm sont caractéristiques du sol lui-même.

À partir des données acquises sur la fraction fine (inférieure à 100 μm), nous avons défini un taux équivalent en micas dans la fraction fine (ζ) et dans le sol complet (Z).

Les grandeurs caractéristiques des différents sols étudiés peuvent être regroupées dans un système de coordonnées ayant pour abscisse la durée d'écoulement et pour ordonnée le taux équivalent en micas.

Cet abaque permet :

- de suivre le taux de micas et de fragments plats de roches au sein d'un déblai en fonction de l'évolution minéralogique et de l'altération de la roche.
- de prévenir les perturbations dues aux éléments plats en définissant des domaines d'utilisation des différentes arènes. À l'heure actuelle, ces domaines sont définis à partir des tendances évaluées sur les trois sols micacés étudiés.

6.3 Evaluation de l'influence du soufre

Dans le sol, le soufre se présente sous une forme minérale (pyrite, gypse, ...) et organique. Le soufre perturbe la prise des ciments par le développement de sulfo-aluminate calcique hydraté (ettringite). Ce minéral expansif provoque le gonflement des sols traités au contact de l'eau.

6.3.1 Dosage chimique

Nos travaux (chapitre 5.3.) indiquent que les perturbations sont liées à la nature du sol et à la teneur en soufre. La teneur en soufre n'est pas le seul critère permettant de prévoir ces perturbations. La définition d'un seuil n'est donc pas possible. Il semble qu'une teneur très faible en sulfates solubles (de l'ordre de 0,1 % de SO_3) suffise à induire les perturbations (gonflements importants et diminution des caractéristiques mécaniques) dans le cas de sols argileux. Dans le cas de sols micacés, ces perturbations sont observées pour des teneurs encore plus faibles, de l'ordre de 0,01 %.

6.3.2 Essai d'évaluation de l'aptitude d'un sol au traitement (NF P 94-100)

Cet essai sert à mettre en évidence les perturbations dues au soufre en une semaine. Le protocole de cet essai permet :

- la dissolution du soufre au cours de la cure immergée
- l'accélération de la réaction pouzzolanique avec la cure à 40 °C
- l'étude des paramètres :
 - physiques : le gonflement volumique traduisant l'expansion de l'ettringite
 - mécaniques : le développement de l'ettringite s'effectue aux dépens des aluminates et silicates calciques hydratés, affectant ainsi les propriétés mécaniques. La croissance de l'ettringite provoque aussi la rupture des coques d'hydrates de 1^{ère} génération.

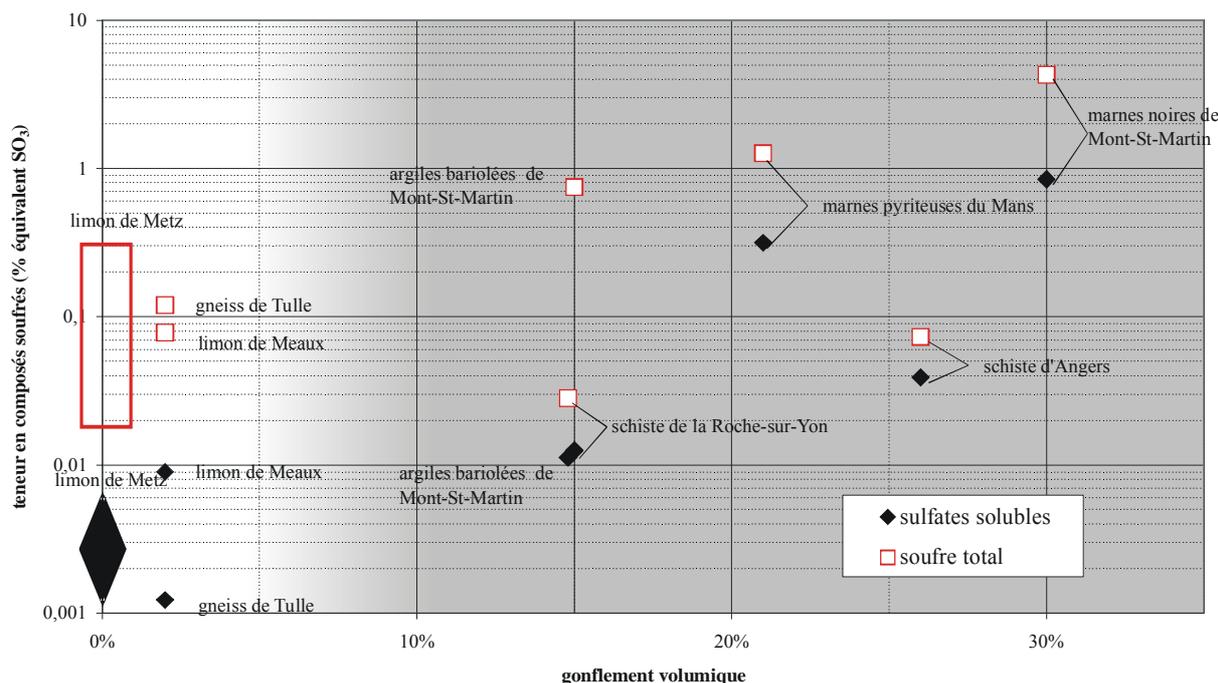


Figure 6-15 : Corrélation entre les teneurs en soufre (soufre total et sulfates solubles) et les gonflements volumiques (mesurés selon la norme NF P 94-100 [42])

Cet essai permet de vérifier l'aptitude d'un sol en prenant en compte les problèmes engendrés par le soufre.

Les valeurs prescrites par cet essai pour les seuils de perturbations répondent aux attentes de la profession. Les paramètres mesurés sont en relation étroite avec les mécanismes de perturbation du soufre. Les critères mécaniques et physiques servent à définir l'aptitude.

D'une manière plus générale, cet essai permet de vérifier rapidement si des agents organiques ou minéraux peuvent nuire à la stabilisation. En effet, la cure immergée permet de vérifier rapidement l'insensibilité à l'eau des sols résultant de la floculation des argiles et de la prise du ciment formant la coque d'hydrates de 1^{ère} génération.

Cet essai est prescrit dans le cas des agents chimiques perturbateurs. Il convient de signaler que la cure immergée ne devrait pas être effectuée dans le cas de substances chimiques fortement solubles. Ainsi le nitrate de calcium, ayant une solubilité de 1 212 g/l à 20 °C, peut se lessiver lors de la cure immergée et donc ne pas perturber la stabilisation (paragraphe 2.3.4).

On pourrait envisager de compléter ce test par une cure non immergée à 40 °C afin d'évaluer les perturbations dues aux agents chimiques très solubles tels que les engrais nitrates et phosphatés.

6.3.3 Adaptation de la méthodologie de traitement

Par rapport aux perturbations engendrées par le soufre, des protocoles de traitement permettent de réduire les effets macroscopiques dus à la formation d'ettringite (paragraphe 1.3.3.4). Une technique de traitement utilisant uniquement la chaux permet la stabilisation de sol présentant des teneurs en soufre notable. Ce protocole stipule que l'on doit :

- chauler une première fois le sol afin de favoriser la formation d'ettringite avec le soufre du sol, le calcium de la chaux et l'alumine des argiles. Ce chaulage a pour

objectif de former précocement la totalité de l'ettringite susceptible d'être formée. Cette phase du traitement dure une semaine.

- rajouter une seconde quantité de chaux servant à stabiliser le sol par la réaction pouzzolanique après consommation totale du soufre.

Nous avons donc cherché à vérifier si cette technique pouvait être utilisée dans le cas d'un traitement mixte chaux/ciment. Le chaulage est effectué avec 1 % de chaux. Le sol chaulé est conservé 1 mois avant l'ajout du ciment de manière à permettre à la chaux de réagir avec le soufre et les argiles. Cet allongement de la durée de cure doit permettre à la chaux de réagir avec les argiles et le soufre afin de favoriser la formation précoce d'ettringite ne pénalisant plus le traitement.

Nous avons retenu pour réaliser cette étude les marnes noires de Mont-St-Martin. Le protocole suivi a été :

- un chaulage avec 1 % de chaux de ces marnes ayant une teneur en eau de 20 % (soit $W_{OPN} -4\%$)
- une cure à 20 °C pendant 1 mois des marnes chaulées dans des containers étanches
- un traitement avec 5 % de ciment à la suite de cette première cure. Les sols traités ont ensuite servi à la confection d'éprouvettes pour les essais normalisés préconisés dans le GTS.

Les résultats aux essais des marnes noires avec le préchaulage prolongé à 1 mois ne sont pas sensiblement différents de ceux obtenus précédemment (chapitre 4). La seule différence porte sur le taux de gonflement ^[42] qui n'est plus que de 15 % au lieu de 30 % sans le préchaulage prolongé. Cette amélioration ne suffit pourtant pas à déclarer ces sols adaptés au traitement. Les observations au MEB (Figure 6-16) montrent que l'ettringite se développe encore après le dépôt du ciment conduisant à la formation de touffes situées à la surface des grumeaux.

Ces conditions opératoires semblent réduire l'ampleur du développement de l'ettringite. En effet, l'ettringite ne forme plus un véritable tapis comme dans le cas de notre traitement de référence (Figure 5-39). La formation des touffes conduit quand même aux perturbations macroscopiques, gonflements importants et résistances mécaniques inexistantes après les cures immergées.

En conséquence pour ces marnes très riches en soufre et grâce au protocole que nous avons suivi, l'effet du soufre est atténué mais de façon insuffisante pour les rendre aptes au traitement.

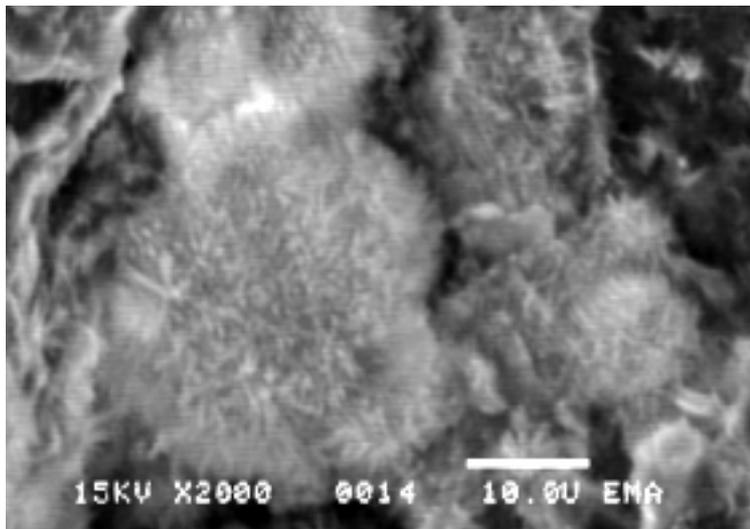


Figure 6-16 : Observation au MEB des marnes noires à la suite de la cure immergée à 40 °C. Les marnes noires de Mont-St-Martin ont préalablement été chaulées avec 1 % de chaux et conservées pendant 1 mois. 5 % de ciment ont ensuite été ajoutés. Les conditions de cure ont été celles de l'essai NF P 94-100 ^[42]. Ces conditions ont permis le développement d'ettringite à la surface des grumeaux.

6.3.4 Conclusion

Les perturbations dues au soufre se traduisent par des gonflements importants et la diminution des résistances mécaniques. Les perturbations ont pour origine le développement d'un minéral aux propriétés expansives : l'ettringite. La gravité des perturbations ne résulte pas uniquement de la teneur en soufre mais aussi d'effets microstructuraux. Le dosage seul du soufre n'est pas suffisant pour diagnostiquer ces perturbations éventuelles.

Par contre, l'essai d'évaluation de l'aptitude d'un sol au traitement ^[42] permet d'évaluer efficacement les perturbations dues à cet élément chimique.

Le préchauffage prolongé améliore le comportement du sol lors de la cure immergée de l'essai NF P 94-100 ^[42]. Cependant, ce mode de traitement ne permet pas toujours de rendre ces matériaux aptes au traitement notamment dans le cas de marnes riches en soufre ($\approx 1\%$ de SO_3).

6.4 Evaluation de l'influence des matières organiques solubles

Un sol se compose de minéraux mais aussi de substances solubles. Il s'agit, entre autres, des matières organiques et plus particulièrement des substances humiques et fulviques. Ces substances modifient la prise du ciment (paragraphe 2.3). Ainsi dans la norme « granulats pour bétons » (NF EN 12620) ^[156], il est recommandé de caractériser l'influence des matières organiques présentes dans les granulats. La norme NF EN 1744-1 ^[113] permet de démontrer et de quantifier l'influence de la présence de matières organiques. Il s'agit de comparer les valeurs de durée de temps de prise et de résistance en compression de mortier entre le granulat naturel et le granulat débarrassé des matières organiques par traitement thermique à 480 °C pendant 4 h.

Cette technique de destruction des matières organiques par traitement thermique est adaptée aux granulats car ils sont inertes jusqu'à une température de 500 °C. Cette technique n'est pas utilisable dans le cas des sols. En effet, certains minéraux et non des moindres réagissent lors de cette calcination. C'est le cas des argiles, en raison du départ de l'eau liée jusqu'à 300 °C et de l'eau de constitution qui débute vers 450 °C. Ces transformations minéralogiques induisent des modifications des propriétés physiques et mécaniques des sols. La calcination à 480 °C produit un début de transformation des argiles en un matériau plus rigide de type céramique.

Nous avons vérifié que les écarts de caractéristiques mécaniques et physiques entre le sol naturel et le sol calciné sont influencés tout autant ou même plus par l'évolution minéralogique que par la disparition des matières organiques.

Si le protocole de destruction des matières organiques n'est pas utilisable, l'idée de mettre en évidence de façon sélective l'influence des matières organiques est par contre intéressante. En effet, la dégradation ou l'extraction des matières organiques peut être une étape préalable d'une technique permettant de démontrer et de quantifier leurs effets sur les liants.

On peut envisager de dégrader les matières organiques par oxydation chimique, par exemple par action de l'eau oxygénée appliquée directement sur les sols. Cette technique n'a pas été retenue car elle présente le défaut de modifier la structure du sol (chapitre 4) : le sol doit en effet être mis en suspension afin d'assurer une oxydation optimale.

Nous pouvons envisager d'étudier directement l'influence des matières organiques solubles extraites du sol sur la prise des ciments.

Ce test nécessite une technique d'extraction des matières organiques et une technique de mesure de la durée de prise du ciment (NF EN 196-3 ^[157]).

6.4.1 Développement d'un protocole de mesure du temps de début de prise des ciments

Le principe est de déterminer le temps de début de prise d'une pâte de ciment gâchée avec un jus extrait du sol à traiter. Ce jus est obtenu par concentration partielle de la fraction liquide d'une suspension de sol. La séparation de la fraction liquide est réalisée par filtration.

Le protocole d'essai comprend deux étapes :

- mise en suspension et extraction de l'eau du sol
- détermination du temps de début de prise.

6.4.1.1 Protocole expérimental

L'extraction est l'étape préalable et comporte 4 phases : fragmentation du sol, mise en suspension, extraction de l'eau, concentration du jus.

Le sol est d'abord fragmenté en agrégats d'une taille de 2 à 5 mm au moyen du malaxeur-désagrégateur.

La détermination du temps de prise nécessite 500 g de ciment.

Si X est la proportion de ciment envisagée pour le traitement de ce sol, la masse de sol correspondant à ces 500 g est de $\frac{500 \times 100}{X}$ g de sol sec, soit 10 kg pour 5 % de ciment.

Si Y est la proportion de chaux envisagée pour le traitement, il sera nécessaire d'en introduire $\frac{Y}{100} * \frac{500 \times 100}{X} = \frac{Y}{X} \times 500$ g de sol sec. Soit 100 g de chaux pour une formulation à 1 % de chaux.

Un rapport liquide/solide égal à 1 semble le minimum pour obtenir une suspension fluide. Il est nécessaire d'ajouter éventuellement de l'eau jusqu'à obtenir ce comportement rhéologique. On utilise de l'eau déminéralisée.

Le sol est mis en suspension au moyen d'un malaxeur rotatif à pales. Afin d'assurer la solubilisation maximale, le sol est mis en suspension pendant 48 h avec des cycles d'agitation de 4 h par 24 h.

L'extraction est effectuée selon une technique basée sur le principe du filtre/presse. Le pressage du gâteau de boue enfermé dans un tissu est effectué dans un moule cylindrique (Figure 6-17). Cette opération nécessite :

- un moule métallique cylindrique d'une vingtaine de centimètres de diamètre et d'une cinquantaine de centimètres de hauteur et muni de fentes
- un carré de tissu ($\approx 1 \text{ m}^2$)
- plusieurs masses d'une dizaine de kilos de forme cylindrique, de diamètre légèrement inférieur au moule
- d'une cuvette pouvant contenir le moule métallique et permettant de récupérer l'eau.



Figure 6-17 : Filtration de la barbotine par une technique du type filtre/presse
Le moule métallique est placé à l'intérieur de la cuvette. On introduit la barbotine dans le tissu préalablement placé dans le moule. On presse ensuite le gâteau de boue par l'ajout successif de masse par intervalle de temps d'un quart d'heure. Sous la pression, l'eau filtre à

*travers les mailles du tissu et sort du moule par la fente. Le moule est ici un moule normalisé pour éprouvette 16*32 pour les bétons. Ce moule nous permet d'utiliser comme fente les jonctions entre les deux demi-parois du moule.*

La fraction d'eau extraite est ensuite concentrée par étuvage à 50 °C jusqu'à obtenir environ 150 g de jus. Ce jus est utilisé pour la suite de l'essai.

La détermination du temps de début de prise d'une pâte de ciment est effectuée suivant la norme EN 196-3 ^[157]. Le protocole de cette norme a été suivi dans son déroulement : malaxage, remplissage du moule et détermination du temps de prise. Cependant des évolutions ont été apportées à ce protocole dans le cadre de cette étude spécifique de l'effet d'un jus sur la prise d'un ciment.



Figure 6-18 : Détermination du temps de début au moyen de l'essai Vicat
Le prisme Vicat utilisé est un prisme automatique de marque Controlab. Pour l'essai, la pâte est contenue dans un moule normalisé. L'essai se déroule dans une enceinte climatique thermostatée à 20 °C et dont l'hygrométrie est maintenue constante par des bacs évaporateurs d'eau.

Ces modifications concernent deux étapes :

- la détermination de la consistance normalisée ; cette étape permet de déterminer la quantité d'eau nécessaire et suffisante pour obtenir une pâte de consistance souhaitée. Dans le cas de notre étude, cette quantité d'eau est considérée comme constante quel que soit le jus. Nous l'avons mesurée une seule fois avec de l'eau déminéralisée. Pour le ciment utilisé CEM II/B-L 32,5, la quantité de l'eau de gâchage est de 126 g. Cette étape est réalisée avec un prisme Vicat manuel muni d'une sonde de 10 mm de diamètre.
- l'eau de gâchage est remplacée par le jus extrait du sol.

6.4.1.2 Observations techniques

Le protocole d'essai original ^[157] a été modifié à la suite d'observations et pour tenir compte de contraintes techniques.

La quantité d'eau nécessaire pour l'obtention de la barbotine est fonction de l'argilosité du matériau. Dans le cas de sols peu argileux, par exemple le limon de Meaux, une quantité de 10 kg d'eau déminéralisée est suffisante pour obtenir une suspension de la consistance d'une barbotine liquide. Cette quantité d'eau résulte d'un compromis entre :

- la quantité d'eau nécessaire à la dispersion du sol et à la dissolution des substances solubles

- celle qui donne à la pâte une consistance convenable pour permettre d'abord l'agitation par le malaxeur à pales puis la filtration par filtre/presse
- celle qui peut être récupérée par filtration.

La quantité d'eau est donc un paramètre variable en fonction de la nature du sol.

Le malaxeur utilisé est un malaxeur à pales de la marque Geprüfte Sicherheit. Il peut être remplacé par un malaxeur semblable, qui permet la dispersion du sol dans l'eau. Sur un chantier, une bétonnière devrait pouvoir être utilisée en remplacement.

La séparation des phases liquides et solides est basée sur la technique du filtre/presse. Cette technique a été retenue pour plusieurs raisons : le taux de récupération d'eau en fonction de l'énergie, du temps dépensé et des contraintes techniques est optimal. Au départ, nous avons envisagé de séparer les phases par centrifugation. Cette technique est efficace mais coûteuse en temps car elle est mal adaptée aux grands volumes. La solution du filtre/presse a ensuite été développée. Le pressage a été effectué de manière dynamique avec une presse hydraulique puis de manière statique avec des masses. Le pressage statique présente l'avantage de pouvoir être utilisé sur chantier.

Le moule métallique permet de confiner la boue au cours du pressage. La forme cylindrique assure une transmission efficace des contraintes à l'ensemble du gâteau. La présence de fentes permet l'écoulement du liquide. Les dimensions du moule que nous proposons, permet de traiter l'ensemble de la barbotine en deux ou trois passages. Lors des essais, nous avons utilisé un moule métallique normalisé pour la confection d'éprouvettes de béton 16*32.

Le tissu est un textile d'habillement en coton dont le maillage retient la fraction solide de la boue.

L'étape de concentration du liquide est effectuée par étuvage à 50 °C afin de ne pas dégrader les matières organiques en solution.

6.4.2 Mise en évidence de l'influence des matières organiques sur la prise du ciment

Le temps de début de prise du ciment CEM II/B-L 32,5 a été mesuré pour vérifier la reproductibilité du prisomètre Vicat automatique sur quatre essais. La moyenne du temps de début de prise est de 170 min avec un écart-type de 10 min. Ce résultat est conforme à la fiche technique de ce ciment. Cette valeur est utilisée comme temps de référence pour évaluer le retard de début de prise avec les jus de sols.

6.4.2.1 Cas de la tourbe

Au chapitre 5.3, la tourbe a servi de matériau modèle pour la quantification de la teneur en substances humiques des sols. Ce matériau est ici utilisé pour démontrer et quantifier l'influence des substances organiques extraites sur la prise du ciment.

Les premiers essais d'extraction de matières organiques ont été réalisés dans l'eau pure. Ces matières organiques provoquent des retards de prise mais pas d'inhibition pour des teneurs en matières organiques allant jusqu'à 4 % (Figure 6-19). Ces retards augmentent régulièrement en fonction de la proportion en matières organiques.

La formulation de traitement de référence comprend de la chaux. Nous avons donc étudié l'effet de la chaux sur la matière organique de la tourbe. 0,25 % puis 1 % de chaux ont été introduit dans l'eau de la suspension de la tourbe.

Les résultats de cette étude, reportés dans la figure 6-20, tendent à montrer que l'introduction de chaux dans les proportions considérées, n'empêche pas la persistance de retards de prise. Si la chaux n'enraye pas les retards, elle permet de stabiliser autour d'une durée d'une heure dans le cas d'un dosage en chaux de 1 % et d'une teneur en matières organiques inférieure à 0,25 %. La réaction de complexation du calcium par les substances organiques (paragraphe 1.3) est concurrente d'autres réactions consommant aussi le calcium telles que la floculation des argiles, la réaction avec des anions (SO_4^{2-} ou PO_4^{3-}) ou encore la réaction de prise du ciment. Faute de donnée, il est difficile d'apprécier le rôle de l'excès de chaux vis-à-vis de la matière organique.

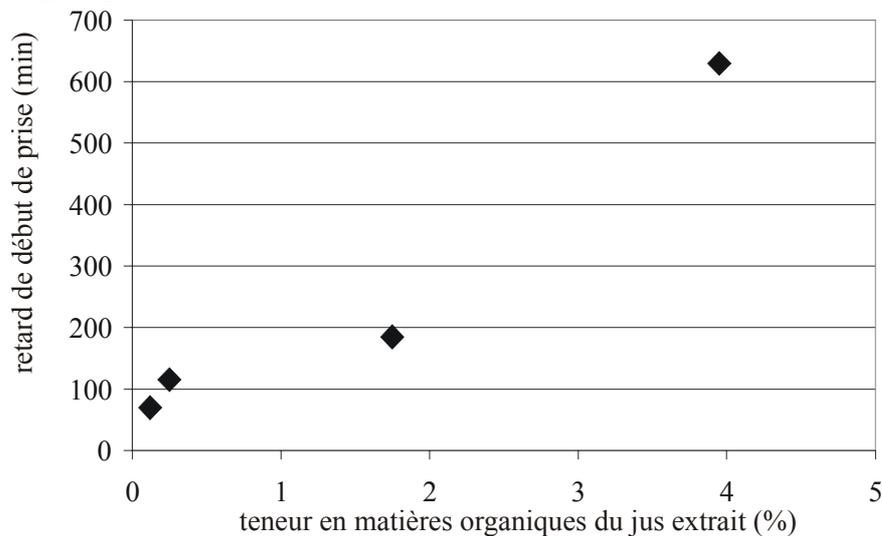


Figure 6-19 : Influence de la teneur en matières organiques sur les retards de début de prise du ciment

L'extraction des matières organiques de la tourbe a été effectuée dans l'eau déminéralisée sans addition de chaux. La teneur en matières organiques est mesurée par pesée de l'extrait sec à 50 °C corrigé de la perte de masse résiduelle de l'eau évaporée à 105 °C par thermogravimétrie.

Le temps de début de prise est mesuré selon l'essai Vicat. Le retard est ensuite calculé par la soustraction du temps de prise du ciment gâché à l'eau déminéralisée (170 min).

6.4.2.2 Cas des sols

Le temps de début de prise a ensuite été mesuré pour 4 sols : le limon de Meaux et 3 sols pour lesquels la matière organique avait été envisagée comme source possible de perturbations. Il s'agit des marnes pyriteuses du Mans, des marnes noires et des argiles bariolées de Mont-St-Martin.

Les résultats de cet essai (Figure 6-20) montrent une variation du retard allant de quelques minutes à plus d'une heure, en fonction du sol.

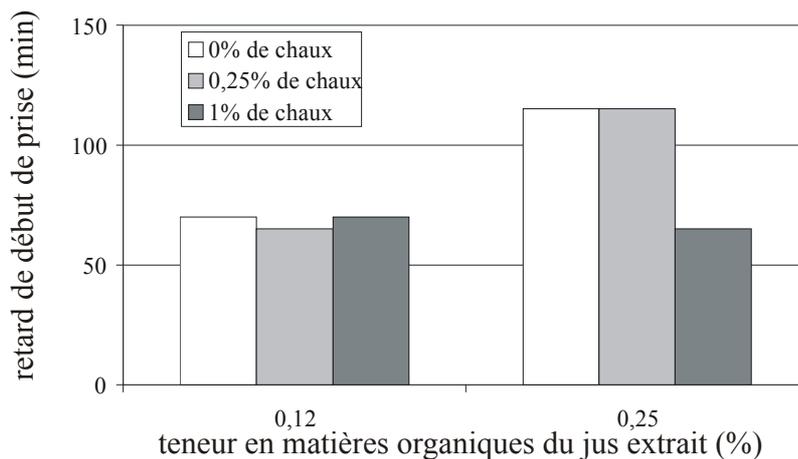


Figure 6-20 : Influence de la chaux comme régulateur des retards de prises

L'eau de suspension est préalablement chaulée afin de saturer les matières organiques et de former ainsi des complexes.

Les jus extraits de ces barbotines induisent des retards qui dépendent de la quantité de matières organiques et de la chaux ajoutée.

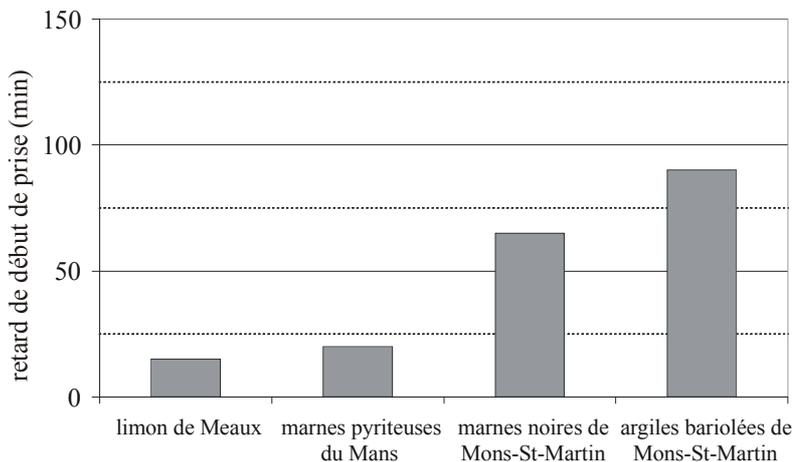


Figure 6-21 : Retards de prise mesurés avec des jus extraits de sols naturels

Deux sols, le limon de Meaux et les marnes pyriteuses, présentent des retards de prise faibles, de l'ordre du quart d'heure.

Les deux autres sols, marnes noires et argiles bariolées, correspondent à des retards supérieurs à une heure.

6.4.3 Corrélation entre le retard de prise et le durcissement des ciments

Nous avons constaté l'existence de retards de prise avec les jus extraits des sols. Ces jus ne provoquent pas d'inhibition de la prise. Dans le cas de la tourbe, nous avons étudié l'effet de la matière organique à long terme sur le durcissement du ciment.

Le durcissement est évalué par la mesure de la résistance mécanique en fendage à 6 mois. Les résultats de ces essais montrent que les résistances mécaniques des éprouvettes gâchées avec les divers jus de tourbes sont à peu près égales (Figure 6-22).

Des données bibliographiques indiquent que les matières organiques réduisent, voire annulent, les résistances mécaniques lors du traitement de sols comportant des matières organiques. Ces travaux ont porté sur le comportement mécanique à différentes échéances

avec des proportions en matières organiques inférieures à 1 %. Cependant, les caractéristiques de la prise du ciment n'ont pas été étudiées.

Au chapitre 4, nous avons présenté les caractéristiques mécaniques des sols étudiés. Nous pouvons essayer, avec ces données, d'appréhender une partie du durcissement du ciment dans les conditions du traitement des sols à partir de l'évolution des résistances mécaniques. Le limon de Meaux est le sol de référence. Il nous permet d'évaluer les caractéristiques mécaniques susceptibles d'être apportées par la formulation de traitement en l'absence d'agents perturbateurs en quantité notable. Selon le modèle que nous avons développé au paragraphe 5.1, l'augmentation de résistance entre 7 et 28 jours correspond au durcissement partiel de la coque des hydrates de 1^{ère} génération. Ce durcissement se traduit par une augmentation d'environ 0,8 MPa des résistances en compression simple. Dans le cas des marnes pyriteuses du Mans, ce durcissement est du même ordre de grandeur. Il n'en est pas de même pour les marnes noires et les argiles bariolées de Mont-St-Martin. L'augmentation de la résistance en compression du ciment est moindre : 0,2 MPa. Si on corrèle ces durcissements avec les retards de début de prise, on peut mettre en évidence une relation entre le retard de début de prise et le faible durcissement de la coque d'hydrates.

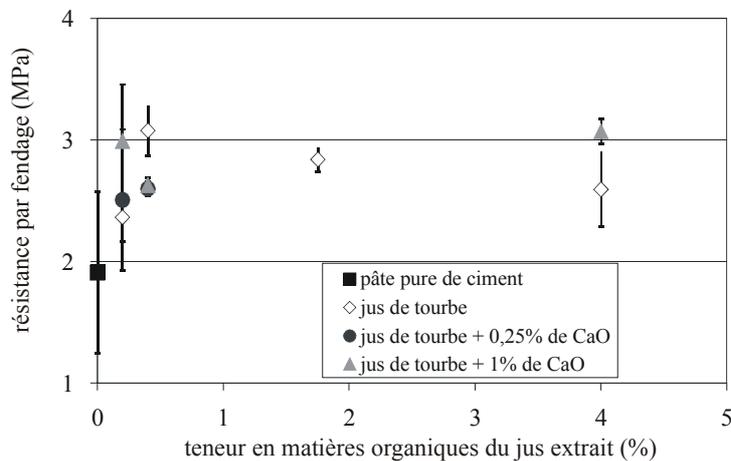


Figure 6-22 : Résistances mécaniques moyennes mesurées par fendage à 180 jours sur des éprouvettes de pâtes de ciment

*L'essai mécanique est effectué sur des éprouvettes cylindriques 3*4 confectionnées avec la même pâte de ciment que pour l'essai Vicat. L'essai de fendage est réalisé avec une presse hydraulique de la marque 3 R avec une vitesse de chargement de 0,05 MPa/s. 2 éprouvettes ont été testées pour chaque essai.*

En raison des forts écarts types, nous considérerons ces résistances comme approximativement égales. Les matières organiques ne provoquent pas de baisse notable de résistance mécanique à long terme.

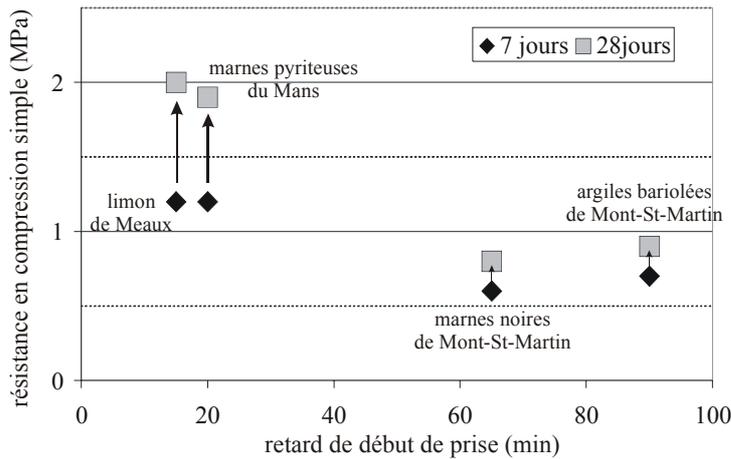


Figure 6-23 : Corrélation entre les perturbations de la prise et celles du durcissement des ciments

La perturbation de la prise est évaluée par le retard de début de prise. Celle du durcissement est déterminée par l'augmentation de résistances entre 7 et 28 jours.

Les perturbations du durcissement du ciment affectent des sols dont les jus retardent la prise des ciments.

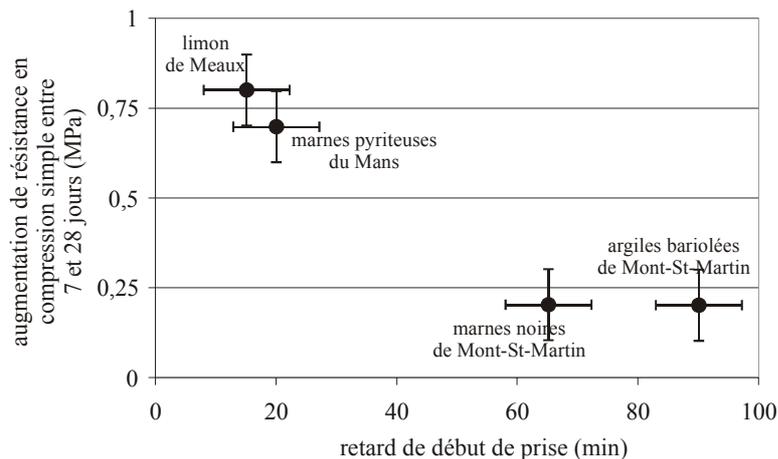


Figure 6-24 : Diminution du durcissement liée à un retard de la prise du ciment

Les barres d'erreurs reportées sur le graphique correspondent aux écart-types de temps de début de prise mesuré sur l'eau déminéralisée et aux écarts-types des résistances mécaniques.

6.4.4 Valorisation de l'essai à d'autres substances solubles

Ce protocole d'essai n'a pas été développé pour un agent perturbateur mais par rapport à une propriété d'usage des ciments. L'intérêt de cette mesure est que la perturbation de la prise du ciment entraîne par la suite la perturbation directe ou indirecte des caractéristiques mécaniques du sol traité (chapitre 5.3.).

Toute substance soluble susceptible d'accélérer ou de retarder la prise, influence cet essai. Il s'agit plus particulièrement des effets retardateurs (paragraphe 2.3) attribués à l'ammonium, aux phosphates, ...

Cet essai permet uniquement de constater un écart de temps de début de prise. L'interprétation de l'origine exacte de cette modification nécessite une analyse chimique des jus extraits des sols.

6.4.5 Notion de seuil

Les matières organiques présentes dans les sols sont liées à la présence d'un sol pédologique, d'un paléosol ou sont héritées du dépôt sédimentaire.

Sur les chantiers, le suivi de la teneur en substances humiques n'est pas effectué. En effet, aucune technique simple, réalisable sur un chantier, ne permet de les quantifier. Leur présence pourrait être identifiée par un test de colorimétrie à la soude tel que décrit au chapitre 5.3.

Afin de démontrer et de quantifier l'effet des matières organiques, nous avons proposé un essai techniquement réalisable sur chantier qui permet d'évaluer leur effet sur la prise des ciments.

La définition d'un seuil critique de teneur en matières organiques est malaisée car nous ne disposons que de 4 exemples de sols naturels présentant des perturbations pouvant être reliées avec la présence de matières organiques. Il semble cependant concevable que des retards de prise supérieurs à 60 min puissent engendrer des perturbations modifiant l'efficacité du traitement des sols.

À la lumière des résultats des essais mécaniques et des dosages en matières organiques (Figure 5-39), des retards de prises de l'ordre de 60 min semblent correspondre à des modifications irréversibles des caractéristiques des sols traités.

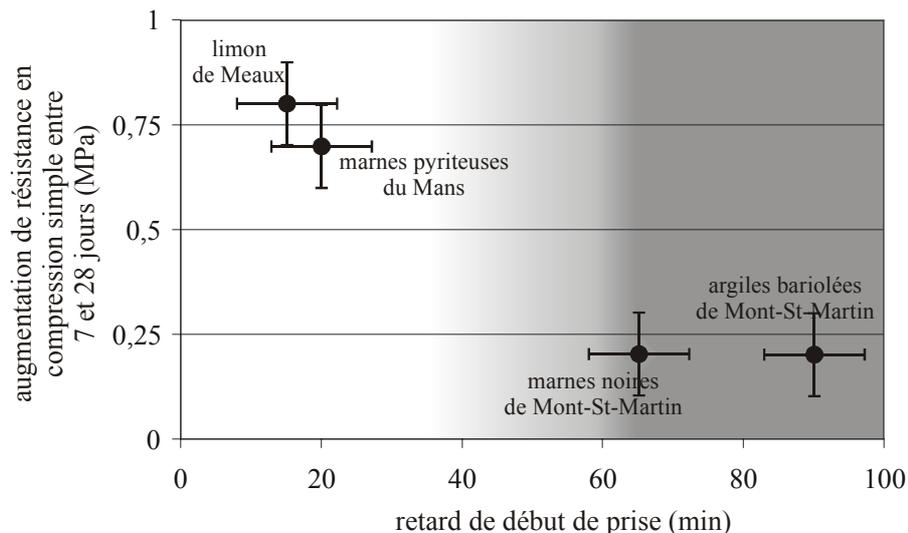


Figure 6-25 : Corrélation entre le retard de prise et la réduction du durcissement du ciment afin de proposer un seuil de retard

Les barres d'erreurs reportées sur le graphique correspondent aux écarts-types de temps de début de prise mesurés sur l'eau déminéralisée et aux écarts-types des résistances mécaniques.

6.4.6 Conclusion

Notre objectif était de développer un test permettant de démontrer et de quantifier l'effet des matières organiques des sols sur les liants. Ce test est basé sur l'étude de la prise des ciments. En effet, la perturbation de la prise par les substances humiques induit des perturbations modifiant le schéma des mécanismes de la stabilisation.

La mesure du temps de début de prise par l'essai Vicat a nécessité l'établissement d'un protocole pour l'extraction d'un jus de sol.

À partir des sols étudiés, nous avons ensuite vérifié que les retards mesurés étaient corrélés avec les mauvaises résistances mécaniques. Ainsi il semble que des retards supérieurs à 1 heure ne permettent pas d'obtenir des résistances en compression simple supérieures à 1 MPa avant le développement des hydrates secondaires par réaction pouzzolanique dans le cas où cette réaction puisse avoir lieu.

6.5 Conclusions : les apports des nouveaux tests

À partir des mécanismes de la stabilisation et des perturbations des sols traités établis au chapitre 5, nous avons développé de nouveaux tests basés sur des propriétés d'usage des sols permettant d'améliorer la caractérisation des sols et de prévenir les perturbations sur des chantiers. Le cahier des charges du développement de ces tests stipule la nécessité que ces tests puissent être effectués sur les chantiers avec un appareillage simple d'utilisation et d'interprétation aisée. Ces tests correspondent à des perturbations d'origine :

- texturale en liaison avec la taille des grumeaux
- microstructurale avec la teneur en micas
- physico-chimique avec la teneur en matières organiques et en soufre.

□ Au chapitre 5, nous avons établi une représentation schématique de la stabilisation des sols dans le cas d'un traitement mixte chaux/ciment. Cette représentation est basée sur une entité : le grumeau. Ce grumeau résulte du chaulage du sol qui provoque la floculation des argiles. Le grumeau est ensuite recouvert par une couche de pâte de ciment qui, après la prise, devient la coque d'hydrates de 1^{ère} génération. Cette coque de ciment se rigidifie et apporte les caractéristiques mécaniques dans les premiers jours. La quantité de ciment introduite doit donc être suffisante pour donner des caractéristiques mécaniques convenables au sol traité. Ces caractéristiques mécaniques sont en relation avec l'épaisseur de la coque d'hydrates de 1^{ère} génération. L'épaisseur de la coque est évaluée directement avec le MEB. En utilisant la relation proposée au chapitre 5.2 qui relie le dosage en ciment à la distribution granulométrique des tailles des grumeaux, nous pouvons évaluer de manière indirecte l'épaisseur de la coque.

Ainsi en déterminant la distribution granulométrique des tailles de grumeaux, nous pouvons prévoir l'épaisseur théorique de la coque d'hydrates en fonction de la quantité de ciment introduit.

Le protocole permettant de déterminer la distribution granulométrique est basé sur l'analyse granulométrique par tamisage des grumeaux cimentés après la prise de ciment. Le tamisage est effectué avec la teneur en eau des sols proche de celle de confection.

L'intérêt de cette technique est de pouvoir :

- lors de l'étude géotechnique, proposer en fonction de la distribution granulométrique, un dosage en ciment des grumeaux correspondant à une épaisseur de coque d'environ 30 μm . Cette distribution des grumeaux est fonction de la nature du sol, du dosage en chaux et de l'outil de malaxage.
- au cours du chantier :
 - de vérifier l'adéquation de la granulométrie des grumeaux avec celles obtenues lors de l'étude géotechnique
 - de suivre la qualité de la mouture des grumeaux au cours du chantier et ainsi de se prémunir de perturbations dues à une granulométrie inadaptée à la formulation.

Afin de faciliter le suivi du chantier, une analyse granulométrique par analyse d'images pourrait être envisagée en substitution de l'analyse par tamisage.

Les suites à donner à l'étude de la granulométrie des grumeaux sont la détermination de fuseaux granulométriques en fonction de la nature du sol, de la formulation en chaux et de l'outil de malaxage. En effet, le grumeau a une taille proche de celle d'un sable. Bien qu'après le malaxage, la consistance du grumeau soit molle, la distribution granulométrique étalée des tailles de grumeaux peut faciliter le compactage.

□ Pour les sols micacés, nous avons établi que les caractéristiques mécaniques faibles résultent de la présence :

- de paillettes de micas de taille de l'ordre de $20\ \mu\text{m}$; ces paillettes se fixent au cours du malaxage à la surface de la couche de pâte de ciment enrobant le grumeau. Elles provoquent après la prise du ciment des points de faiblesse dans la coque et aux points de contact entre grumeaux.
- de fragments plats de minéraux ou de roches dont la taille est de l'ordre de $200\ \mu\text{m}$; ces particules, sans cohésion, structurent le cœur des grumeaux et entraînent son anisotropie. Cette orientation favorise la formation de plans de rupture traversant le grumeau.

Le facteur conduisant à la perturbation est donc la présence en quantité importante d'éléments plats au sein des particules des sols. Ils concernent plus particulièrement les sols peu argileux de type A_1 et B_5 . La morphologie des particules n'est pas prise en compte lors de l'identification géotechnique des sols. Nous avons cherché à développer une technique permettant de caractériser le facteur de forme des particules et de doser ces éléments.

La caractérisation directe de la morphologie n'a pas été effectuée à cause de problèmes techniques. En effet lors du dépôt sous une loupe binoculaire, les lamelles et les plaquettes s'orientent selon les surfaces basales.

Des techniques d'analyse indirectes basées sur une propriété d'usage : la coulabilité des matériaux granulaires ont été développés. Il s'agit plus particulièrement de :

- la durée d'écoulement d'une poudre au travers d'une trémie ; la poudre utilisée est composée de particules dont la taille est comprise entre 100 et $500\ \mu\text{m}$. La durée d'écoulement de $500\ \text{g}$ de poudre s'accroît avec l'augmentation de la proportion d'éléments plats.
- la densité apparente d'une poudre non tassée ; ce test est utilisé pour caractériser la fraction granulométrique inférieure à $100\ \mu\text{m}$. La densité traduit ici l'arrangement des particules. Ainsi l'arrangement est compact dans le cas de particules sphéroïdales et dispersé ou en château de cartes dans le cas de particules aplaties.

Ces techniques nous permettent de différencier les sols micacés selon leur proportion en éléments plats. En effet, les protocoles développés minimisent les facteurs influençant ces propriétés d'usage autres que le facteur de forme.

L'utilisation de ces tests sur chantiers pourrait servir à caractériser les formations géologiques dont la teneur en éléments plats peut varier localement et ainsi devenir problématique pour le traitement. Les tests développés permettent de quantifier la teneur en éléments plats. À partir des essais sur les sols micacés étudiés, nous avons essayé de définir des seuils pour un taux équivalent en micas de $20\ \%$ et des teneurs en fragments de roche évaluées par des temps d'écoulement de 30 et $40\ \text{s}$. Ces seuils ne sont qu'une ébauche devant être affinée par des études sur de nouveaux chantiers.

□ Le soufre est un élément chimique perturbant la stabilisation. Sa présence dans les sols provoque le développement de minéraux expansifs tel que l'ettringite. L'étude des sols naturels a montré que les perturbations surviennent pour des teneurs en soufre faibles. Un facteur aggravant la perturbation est la nature du sol. L'essai normalisé d'évaluation de

l'aptitude des sols à un traitement ^[42] a été développé pour prévenir le risque de perturbation. Cet essai favorise le développement de l'ettringite grâce à la cure immergée à 40 °C pendant une semaine. En effet :

- la température de cure correspond au domaine de stabilité de l'ettringite et permet l'accélération de la réaction pouzzolanique
- la cure immergée favorise la solubilisation et le transfert de l'élément soufre ainsi que le développement de l'ettringite
- la durée de cure d'une semaine permet un développement optimal des gonflements.

Les propriétés d'usage servant à évaluer le taux de perturbations tiennent compte de la variation volumique due au développement des minéraux expansifs et des propriétés mécaniques du sol traité du fait de la rupture de la coque d'hydrates de 1^{ère} génération par le développement des minéraux expansifs.

Cet essai répond aux attentes des Terrassiers. Il est réalisable au cours d'études géotechniques mais il reste difficilement utilisable sur les chantiers.

Nous n'avons pas identifié d'essai aussi simple permettant d'évaluer des perturbations engendrées par le soufre.

Cet essai sert aussi à vérifier les perturbations des sols liées à la présence de substances autres. En effet, la cure immergée permet de vérifier la sensibilité des sols à l'eau. Si un sol est sensible à l'eau suite à cette cure, la présence d'un agent perturbateur de la stabilisation à la chaux et/au ciment peut être envisagée.

Dans le cas de la présence d'agents très solubles tels que le nitrate de calcium, le test n'apporte pas d'information pertinente. La cure immergée favorise la lixiviation de ce composé qui ne peut plus réagir avec les liants.

□ Dans les sols, les substances organiques proviennent de la décomposition de la matière organique fraîche. Ces substances sont plus particulièrement les substances humiques (acides fulviques et humiques). Ces substances provoquent des perturbations de la prise des liants hydrauliques (chapitre 5.3). Pour les granulats, il est aisé de démontrer et de quantifier l'effet de ces substances sur les ciments par comparaison des caractéristiques physiques et mécaniques de mortiers réalisés avec des granulats pollués et d'autres après calcination. Dans le cas des sols, cette technique n'est pas utilisable.

Nous avons donc développé une technique permettant de démontrer et de quantifier l'effet retardateur ou inhibiteur des substances organiques extraites des sols sur la prise d'une pâte de ciment.

Cette technique nécessite d'extraire les substances solubles présentes dans le sol puis de les concentrer et enfin de les gâcher avec le ciment. L'effet retardateur et/ou inhibiteur est ensuite évalué par l'essai Vicat.

Dans le cas de la tourbe, les teneurs en substances organiques (inférieures au pour cent) responsables de retards correspondent aux teneurs :

- présentes dans les sols étudiés
- responsables de diminution des résistances mécaniques ayant fait l'objet de publication.

À partir des essais sur les sols naturels étudiés, nous avons essayé de définir un seuil de retard de début de prise. Nous estimons ce seuil à un retard de l'ordre d'une heure. Cette valeur de seuil de retard n'est qu'une ébauche devant être affinée par des études menées sur d'autres sols riches en matières organiques.

7 Conclusions et perspectives

Cette étude, menée au Centre des Matériaux de Grande Diffusion, a été lancée par les entreprises de Terrassement effectuant la stabilisation des sols et celles, produisant les liants nécessaires au traitement, représentées par l'ATILH et le Syndicat des Chauffourniers. Ces différentes professions étaient intéressées pour :

- **identifier les causes responsables des problèmes rencontrés** (nature des sols ou éléments contenus dans les sols)
- **déterminer des seuils de risques** : quantifier les éléments inhibiteurs ou perturbateurs
- **mettre au point des tests spécifiques** (méthodes, essais) **permettant de caractériser et de détecter les sols** dits
 - à risques ; ces sols correspondent à ceux dont la pétrographie semble poser problème (sols schisteux, arènes, certaines marnes, sols riches en argiles)
 - perturbés ; ces sols sont « pollués » par des éléments perturbateurs, des espèces solubles (sulfates, nitrates et phosphates) ou des matières organiques
- vérifier l'adaptation de la norme NF P 94-100 ^[42] (test d'aptitude au traitement) à la caractérisation de ces sols
- rechercher des types de traitement qui pourraient permettre la réutilisation des sols.

Une collaboration scientifique, technique et logistique a permis à ce travail de contribuer à **l'amélioration des connaissances des phénomènes intervenant lors de la stabilisation des sols** et à la proposition d'un modèle conceptuel du procédé de stabilisation. Nous avons ainsi mis en évidence **le rôle** :

- **de la morphologie des particules des sols**
- **des composés du soufre**
- **des matières organiques**

engendrant des perturbations lors des chantiers.

En travaillant avec des sols naturels, nous avons mis en évidence **l'existence d'interactions entre ces différents agents dont les effets se combinent**.

Les actions des agents perturbateurs ont été observées à l'échelle microscopique complétant ainsi les résultats de l'étude géotechnique habituellement pratiquée selon les recommandations du GTS ^[8], étude qui permet uniquement d'évaluer l'aptitude sur des propriétés d'usage correspondant à l'échelle macroscopique.

Cette approche multi-échelle a permis la compréhension de l'action de ces agents perturbateurs. **À partir de cette connaissance, nous avons proposé des essais spécifiques servant à mieux caractériser les sols** afin de faciliter la sélection des sols valorisables par la technique du traitement des sols.

7.1 Mécanismes de la stabilisation des sols aptes à la chaux et aux liants hydrauliques

Ces travaux ont permis de mieux comprendre l'action des liants à l'origine des caractéristiques mécaniques des sols stabilisés. En effet, **le traitement entraîne une évolution microstructurale et physico-chimique du sol**. Le principe d'une stabilisation réussie est schématisé ci-dessous (Figure 7-1).

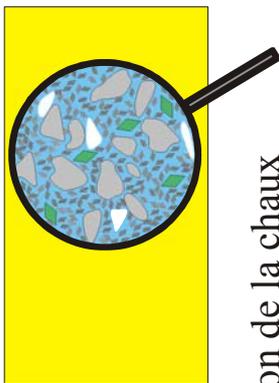
Les procédés de la stabilisation des sols à la chaux et aux liants hydrauliques font appel à plusieurs mécanismes et conduisent ainsi à la formation :

- **d'une entité de taille millimétrique : le grumeau**
- de deux générations d'hydrates qui contribuent tous deux à l'amélioration des caractéristiques mécaniques :
 - **la première génération d'hydrates découle directement des ciments** par la prise et le durcissement des ciments. Ces hydrates **enrobent et lient les grumeaux**.
 - **la seconde se forme grâce à la réaction pouzzolanique entre les argiles des grumeaux et l'excès de calcium** apporté par l'ensemble des liants. Le développement de ces hydrates est lent. Cependant leur développement est accéléré en condition de cure immergée à 40 °C. Ces hydrates **consolident les grumeaux à long terme**.

Ce volet de **l'étude permet de considérer les sols traités comme des bétons** pauvres en ciment. Dans cette analogie, **les grumeaux sont assimilés à des granulats et le réseau de coques de ciment à la matrice cimentaire**. À la différence des granulats, les grumeaux sont des matériaux initialement mous qui peuvent se consolider grâce à la formation de nouveaux hydrates par réaction pouzzolanique entre les argiles et l'excès de calcium apporté par les liants. La cinétique de cette réaction est fonction de la température de cure.

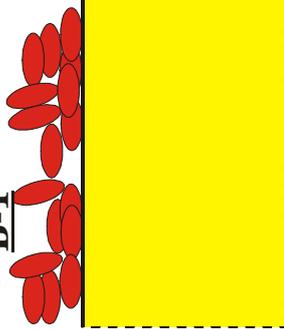
- Les mécanismes d'une stabilisation réussie ont pu ainsi être mis en évidence grâce aux passerelles que nous avons pu établir entre les observations et les caractérisations aux échelles macroscopique et microscopique. Ainsi pour comprendre l'origine des caractéristiques physiques et mécaniques des sols traités avec la formulation retenue, l'observation au MEB s'est révélée être la technique analytique la mieux discriminante en localisant et analysant les différents

A-1

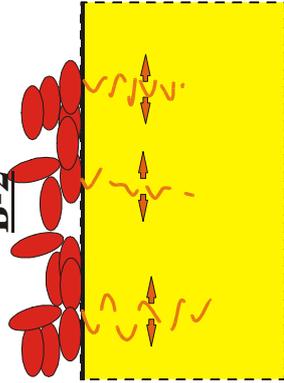


l'action de la chaux
= modification

B-1

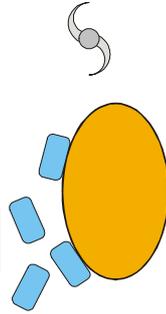


B-2

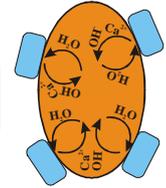


l'action du liant hydraulique
= stabilisation

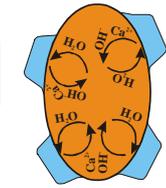
C-1



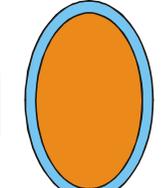
C-2



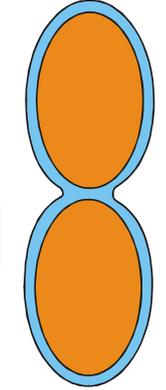
C-3



C-4

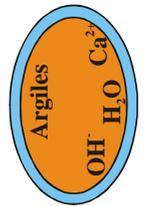


C-5



l'action de l'excès de calcium apporté par la chaux et le liant hydraulique
= stabilisation

D-1



D-2

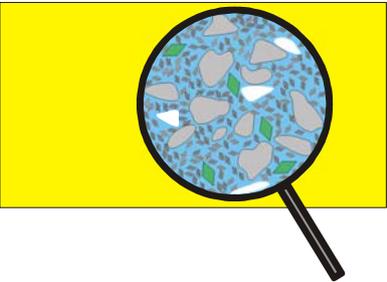


D-3

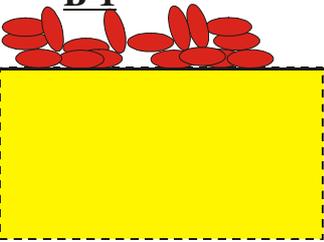
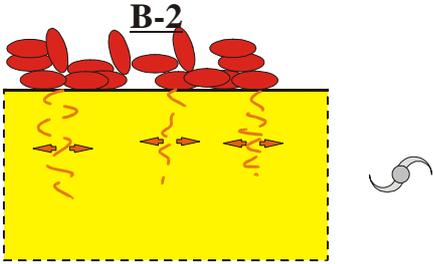


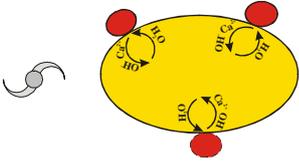
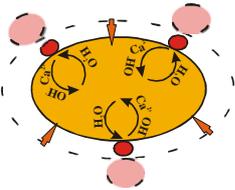
Figure 7-1 : Représentation des différentes étapes du procédé conduisant à la stabilisation réussie des sols à la chaux et aux liants hydrauliques

le sol :

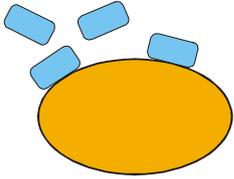
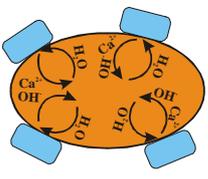
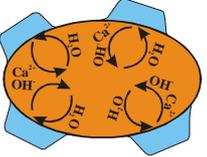
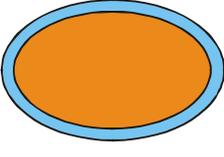
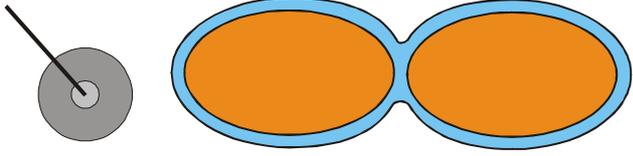
<p><i>Etat initial</i></p> <p>A-1</p> 	<p>A-1</p> <p><i>Le sol est un assemblage isotrope de particules minérales comprenant, entre autres, du quartz et des argiles. Le sol est considéré comme un massif homogène en ce qui concerne la minéralogie et la teneur en eau.</i></p>
--	---

l'action de la chaux : modification par floculation des argiles :

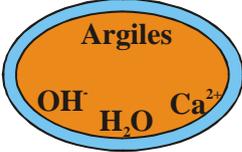
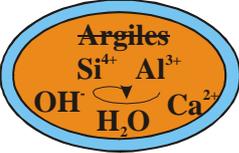
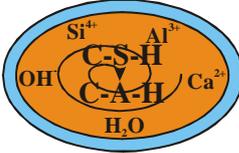
<p><i>Epandage de la chaux</i></p> <p>B-1</p>  <p>B-2</p> 	<p>B-1 et B-2</p> <p><i>En sus d'une contribution au séchage du sol par réaction exothermique, l'épandage de chaux vive sur le sol provoque le début de la floculation des argiles. La chaux enrichit l'eau interstitielle en ions calcium et hydroxyle. Ces ions dissous diffusent dans le sol entraînant une évolution de sa rhéologie. La fragmentation est facilitée lors du malaxage.</i></p>
---	--

<p><i>Malaxage</i></p> <p>B-3</p>  <p>B-4</p> 	<p>B-3 et B-4</p> <p><i>Le malaxage permet la fragmentation du sol en agrégats de taille millimétrique. Il favorise aussi la dispersion des grains de chaux à la surface des agrégats. La saturation du milieu basique par les ions calcium provoque la liaison des particules d'argiles au moyen de ponts calcium. Cette liaison contribue à une augmentation de la cohésion du sol et à une première rigidification de l'agrégat. L'action de la chaux induit la contraction des agrégats. On parle alors non plus d'agrégats mais de grumeaux.</i></p>
--	---

L'action du liant hydraulique : stabilisation par prise et durcissement

<p style="text-align: center;">Addition du liant hydraulique</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around; align-items: center;"> <div style="text-align: center;"> <p>C-1</p>  </div> <div style="text-align: center;"> <p>C-2</p>  </div> </div>	<p>C-1 et C-2</p> <p><i>Le ciment, introduit sous forme de poudre, est malaxé avec les grumeaux. Le malaxage permet de disperser les grains de ciment à la surface des grumeaux. Cet ajout de ciment induit la consommation d'une nouvelle fraction de l'eau interstitielle du grumeau. L'hydratation s'accompagne d'un transfert d'ions Ca^{2+}, OH^- vers l'intérieur du grumeau.</i></p>
<div style="display: flex; justify-content: space-around; align-items: center;"> <div style="text-align: center;"> <p>C-3</p>  </div> <div style="text-align: center;"> <p>C-4</p>  </div> </div>	<p>C-3 et C-4</p> <p><i>L'hydratation du ciment transforme les grains anhydres en pâte. La dispersion préalable des grains à la surface de chaque grumeau permet leur enrobage par la pâte. L'épaisseur de l'enrobage est fonction de la proportion de ciment ajouté et de la granulométrie des grumeaux.</i></p>
<p style="text-align: center;">Compactage</p> <div style="text-align: center; margin-top: 20px;"> <p>C-5</p>  </div>	<p>C-5</p> <p><i>Le compactage du sol traité est effectué avant que la prise du ciment ne commence. Il sert à rapprocher les grumeaux et à combler la macro-porosité. Il permet la coalescence des pâtes enrobant les différents grumeaux.</i></p> <p><i>À la suite de ce compactage, le sol traité est laissé au repos, permettant ainsi la prise du ciment. La pâte enrobant les grumeaux plus ou moins déformés lors du compactage devient une « coque » formée par les hydrates de 1^{ère} génération. Le sol stabilisé est alors constitué d'un réseau de coques rigides enfermant des grumeaux encore « mous ».</i></p> <p><i>Au cours des deux premiers mois, le développement des caractéristiques mécaniques du sol traité résulte du durcissement de cette coque.</i></p>

L'action de calcium excédentaire apporté par la chaux et les liants

hydrauliques : stabilisation par réaction pouzzolanique	
<p>D-1</p> 	<p><i>D-1</i> <i>Au cœur du grumeau, le milieu est basique et saturé en calcium en raison des apports de chaux et de liants hydrauliques. Ces conditions chimiques sont propices à l'attaque des argiles selon la réaction pouzzolanique.</i></p>
<p><i>Effet du temps</i></p> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="text-align: center;"> <p>D-2</p>  </div> <div style="text-align: center;"> <p>D-3</p>  </div> </div>	<p><i>D-2 et D-3</i> <i>Les argiles se dissolvent partiellement et libèrent la silice et l'alumine les constituant. Ces constituants réagissent avec les ions calcium et hydroxyle pour former des hydrates de calcium (C-S-H et C-A-H). Ces hydrates qui sont observés après plusieurs mois de cure, contribuent à consolider le grumeau.</i> <i>La persistance de l'augmentation des caractéristiques mécaniques après plusieurs mois de traitement s'explique par le développement de ces hydrates de 2^{ème} génération.</i></p>

7.2 Mécanismes de perturbation de la stabilisation des sols

Ce schéma de la stabilisation a été vérifié sur différents sols de type **A₁**, **A₂** et **B₅** avec une formulation de traitement comprenant **1 % de chaux et 5 % de liant hydraulique**. Dans les cas de sols inadaptés à la stabilisation, nous avons montré que **les dysfonctionnements observés sur les chantiers pouvaient être reliés à deux origines** à savoir :

- d'une part, une **origine microstructurale** : les micas ou plus généralement **les particules de morphologie aplatie affaiblissent la tenue mécanique** du sol traité du fait de la présence de :
 - **paillettes de micas au niveau de coque qui réduisent la qualité de la liaison entre coques.**
 - **fragments plats de roches qui entraînent l'anisotropie du grumeau.**
- d'autre part, une **origine physico-chimique** : les composés tels que les composés du soufre et les substances humiques sont susceptibles d'interférer dans les réactions chimiques accompagnant la stabilisation des sols.

Dans le cas du soufre, l'ettringite se développe au dépens des C-A-H et C-S-H. Tout en réduisant la quantité d'hydrates aux propriétés liantes, ce minéral expansif provoque la rupture des coques d'hydrates de 1^{ère} génération. L'expansion provoque aussi les gonflements volumiques observés à l'échelle macroscopique. L'ampleur des perturbations est liée à la quantité de soufre disponible et à la possibilité de transferts des ions au sein du sol.

Dans le cas des substances humiques, une partie des ions calcium apportés par les liants sont complexés par ces composés organiques. Ce calcium n'est plus disponible pour la stabilisation des sols se traduisant pour les ciments par une modification de la cinétique de prise.

Compte-tenu du nombre réduit de cas de chantiers sur lesquels, nous avons pu travailler, et des types de sols (peu argileux), il n'a pas été possible de vérifier le caractère perturbateur des différentes argiles, des nitrates d'ammonium et des phosphates.

7.3 Proposition de nouveaux outils de diagnostic

À partir de l'étude des mécanismes de perturbation, des essais simples ont été développés pour permettre un diagnostic plus fin encore de la valorisation des sols traités lors des chantiers.

Nous proposons donc **deux essais réalisables sur chantier** servant respectivement :

- à compléter l'identification géotechnique des sols : **cet essai a trait à la morphologie des particules du sol. Développé à partir des essais de coulabilité** des granulats et des poudres, il permet de caractériser la présence de micas ou d'éléments de forme aplatie.
- **à démontrer la présence et à quantifier l'effet délétère de certaines substances solubles dans les sols** : cet essai a été mis au point pour évaluer l'effet retardateur des matières organiques. Il consiste **à mesurer le retard de prise d'une pâte de ciment gâchée avec le jus extrait d'un sol.**

Ces deux essais ont été appliqués aux sols étudiés. Pour chacun, nous observons des écarts significatifs entre les sols aptes et les sols inadaptés. Ces écarts nous permettent de proposer des **tendances** pour cerner des domaines correspondants aux sols aptes et d'autres aux sols inadaptés. Cependant, nous n'avons pas pu définir des seuils de risque en raison du faible nombre d'échantillons étudiés et de la complexité des phénomènes.

Par ailleurs, l'étude des mécanismes montre que l'entité « grumeau » joue un rôle majeur dans le procédé de stabilisation. À ce titre, la caractérisation de la taille du grumeau peut être envisagée lors du passage du laboratoire au chantier ou lors d'études impliquant plusieurs laboratoires afin de vérifier la régularité des moutures de grumeaux. L'analyse granulométrique des grumeaux peut être réalisée selon le protocole par tamisage que nous proposons ou par analyse d'images.

La norme NF P 94-100 ^[42] se révèle un excellent test pour mettre en évidence le comportement des sols dans lesquels le soufre est présent.

En ce qui concerne les traitements susceptibles de pallier les problèmes rencontrés, il n'y a pas de réponse unique. Lorsque la perturbation est liée à la morphologie des particules, la seule possibilité de limiter leur influence pourrait être un surdosage en liants. Lorsqu'il s'agit du soufre, on a vu qu'un temps de repos entre le chaulage et l'ajout de ciment améliorerait le comportement. Dans le cas des matières organiques, une saturation préalable à la chaux pourrait éventuellement résoudre le problème de retard de prise.

7.4 Perspectives

Les travaux conduits au Centre des Matériaux de Grande Diffusion de l'Ecole des Mines d'Alès ont permis de :

- comprendre les mécanismes mis en jeu dans les procédés de la stabilisation des sols à la chaux et aux liants hydrauliques
- mettre en évidence le rôle des agents perturbateurs
- proposer des essais permettant de mieux caractériser les sols.

Il reste maintenant à valider ces essais pour qu'ils puissent passer du stade du laboratoire universitaire à celui des laboratoires des chantiers de terrassement. En effet, ces essais ont permis d'établir des tendances qui ne permettent pas encore de définir des seuils. Ces études ont porté sur trois ou quatre sols. Il faudrait donc multiplier le couplage des études géotechniques avec ces essais afin de confirmer les résultats déjà obtenus et d'ajuster le positionnement des seuils. De telles études pourraient alimenter des bases de données, à la disposition de la profession.

Des études ponctuelles ou approfondies pourraient être réalisées afin de rechercher des informations plus spécifiques à un problème survenu sur un chantier. A cet effet, il serait utile de constituer une banque d'échantillons et une base de connaissance permettant d'archiver les données relatives à tous les sols ayant posé problème. La méthodologie retenue ici peut être utilisée afin d'identifier l'origine des problèmes en raisonnant par rapport au schéma conceptuel de la stabilisation que nous proposons (Figure 7-1).

La mise en évidence de l'entité {grumeau+coque} nous permet d'assimiler les sols traités à un véritable matériau composite tel que les bétons légers ^[140] ou encore à un composite à matrice polymère ^[144]. Les travaux déjà entrepris pour interpréter ou prédire le comportement mécanique de ces matériaux pourraient servir de base de départ à la modélisation des propriétés mécaniques des sols traités.

Enfin, ce travail qui permet de comprendre les rôles spécifiques de la chaux et du ciment, ouvre la voie à une approche raisonnée de la mise au point des formulations de traitement des sols.

Bibliographie

- [1] GTR, Guide technique « Réalisation des remblais et des couches de forme » LCPC-SETRA (Paris-Bagneux), sept 1992. pp 204.
- [2] AFNOR NF P 94-010 (1996) : Sols : reconnaissance et essais – Glossaire géotechnique Définitions Notations Symboles. 24 p.
- [3] Jamagne M., Maucoprs J., Hébert J., Bliet L., Boutemy R., Rivière J. M. et Mathieu C. (1967) : Bases et techniques d'une cartographie des sols. Annales Agronomiques n° hors série. 142 p.
- [4] Foucault A. et Raoult J.-F. (1995) : Dictionnaire de géologie. 319 p.
- [5] AFNOR NF P 94-011 (1996) : Sols : reconnaissance et essais – Description. Identification. Dénomination des sols – Terminologie. Éléments de classification. 31 p.
- [6] AFNOR NF P 11-300 (1992) : Exécution des terrassements. Classification des matériaux utilisables dans la construction des remblais et des couches de forme d'infrastructures routières. 21 p.
- [7] ASTM D D3282 : Standard Practice for classification of soils and soil aggregate mixtures for highway construction purposes. 6 p
- [8] GTS, Guide technique « Traitement des sols à la chaux et/ou aux liants hydrauliques. Application à la réalisation des remblais et des couches de forme », LCPC-SETRA (Paris-Bagneux) jan 2000. 240p.
- [9] Millot G. (1964) : Géologie des argiles. Editions Masson (Paris) ; 499p
- [10] Chevasu G. (1976) : Les roches granitiques et leur altération ; reconnaissance géotechnique de tracés en Bretagne ; rapport de recherche LPC n°61.
- [11] Duchaufour P. (1997) : Abrégé de pédologie, sol, végétation, environnement, Masson (Paris) ; 286p.
- [12] Stevenson F.J.(1994) : Humus chemistry, genesis, composition, reactions. John Wiley and sons, inc. 2^{ème} édition (NewYork) 496 p.
- [13] Le Roux A. (1976) : Classification des différentes textures de roches argileuses et marneuses en relation avec leur comportement. Bulletin des Laboratoires des Ponts et Chaussées n° spécial déc. pp 39-48.
- [14] Itsvan C (1990) : Comportement des sables argileux ; influence du traitement à la chaux. Thèse de doctorat CGI, ENSMP, INSA Rennes ; 174 p.
- [15] AFNOR NF P 94-093 (1999) : Sols : reconnaissance et essais – Détermination des références de compactage d'un matériau – Essai Proctor Normal – Essai Proctor modifié.
- [16] Martin R. T. et Lambe T. W (1957) : Soil composition and its influence on the engineering behavior of fine grained soils. Clay mineral Bull n°3. pp 137-150.
- [17] Faure A. (1978) : Comportement des sols au compactage : rôle de l'argile et ses conséquences sur l'arrangement des grains. Thèse de doctorat Université de Grenoble ; 179p.
- [18] Muondo-Ondoa J.S. (1979) : Rôle de la granularité et de la composition minéralogique sur la compacité et la résistance au cisaillement des mélanges de sable et d'argiles. Thèse de 3^{ème} cycle Université de Paris VI et ENSMP. 149p.
- [19] Daskalova L. B. (1980) : Influence de la composition minéralogique et granulométrique des sols sur leur compactage. Colloque international sur le compactage (Paris 22-24 avril 1980). Editions ENPC-LCPC Vol 1. pp 29-34.

- [20] Cimpelli C., Kergoet M. (1974) : Utilisation en couche de forme des argiles vertes de Romainville traitées à la chaux et au ciment. Bulletin des Laboratoires des Ponts et Chaussées n°73. pp 9-15.
- [21] Verhasselt A. (1978) : n°I, II et III. CRR, communication personnelle.
- [22] Abdulkader Khattab S. A. (2002) : Etude multi-échelles d'un sol argileux plastique traité à la chaux. Thèse de doctorat Université d'Orléans ; 224 p.
- [23] Boutonnet M. et Livet J. (1984) : Sols traités en assises de chaussée. Influences du traitement des limons sur leur comportement au gel. Bulletin de liaison des laboratoires des Ponts et Chaussées n° 133. pp 83-90.
- [24] Sherwood P. (1995) : Soil stabilisation with cement and lime. HMSO. 153 p.
- [25] Vénuat M. (1980) : Le traitement des sols à la chaux et au ciment. L'auteur-éditeur ; CERILH. 430 p.
- [26] Abdo J. (1982) : Etude expérimentale de la stabilisation des arènes granitiques à la chaux. Thèse de doctorat CGI, ENSMP, INSA Rennes ; 133 p.
- [27] Perret P. (1977) : Contribution à l'étude de la stabilisation des sols fins par la chaux : étude globale du phénomène et applications. Thèse de doctorat INSA Rennes.
- [28] Locat J. Bérubé M.-A. et Choquette (1990) : Laboratory investigations on the lime stabilization of sensitive clays : shear strength development. Canadian Geotechnical journal n° 27. pp 294-304.
- [29] Tremblay H. (1998) : Amélioration mécaniques et prédiction de la compressibilité des sols fins du Québec. Thèse de doctorat de l'Université de Laval. 218 p.
- [30] Le Roux A. (1969) : Contribution à l'étude du traitement à la chaux des matériaux argileux. Thèse de doctorat Université des Sciences d'Orsay ; 106 p
- [31] Gedney D.S., Bartholomew and associates (1987) Lime stabilisation, reaction, properties, design, and constructio, State of the art report n°5. Transport Research Board.
- [31] Eades J. L. et Grim R.E. (1966): A quick test to determine lime requirements for soil stabilization. Highway Research Record n°139.
- [33] Ingles O.G. et Metcalf J.B. (1970) : Soil stabilization : principales and practice. Butterworths, Sidney.
- [34] Derriche Z. et Lazzali F. (1997) : Analyse des mécanismes de stabilisation d'un sol gonflant par apport de chaux sous différentes formes. Engineering Geology and the Environnement, pp 79-84.
- [35] Benezet J.-C. (1997) : Réactivité pouzzolanique dans le système quartz-oxyde de calcium-eau ; thèse de doctorat de l' Université Montpellier II
- [36] Pichon H. (1994) : Le système « pouzzolanes naturelles-chaux-eau » à 38 et 100°C ; Relations entre la réactivité chimique, les phases néoformées et les conséquences physico-mécaniques. Thèse de l'Université Joseph Fournier de Grenoble et de l'École des Mines d'Alès.
- [37] Bell F. G. (1993) : Engineering treatment of soils. E & FN Spon. 302 p.
- [38] Temini M. (1993) : Utilisation de cendres volantes dans l'élaboration des matériaux argileux stabilisés à froid à l'aide de différents liants et mis en forme par extrusion. Thèse de doctorat INSA Rennes. 190 p.
- [49] Ben Amor K. (1995) : Les conditions d'exploitation d'un produit montmorillonitique stabilisé à l'aide de ciment et mis en forme par extrusion. Thèse de doctorat INSA Rennes. 158 p.
- [40] Andréani P.A. (2003) : Modélisation des propriétés complexes par composition des sous-ensembles : application aux cendres volantes de lit fluidisé circulant. Thèse de doctorat de l'Ecole des Mines de St-Etienne. 225 p.

- [41] AFNOR NF P 94-078 (1997) : Sols : reconnaissance et essais – Indice CBR après immersion – Indice CBR immédiat – Indice Portant Immédiat – Mesure sur échantillon compacté dans le moule CBR.
- [42] AFNOR NF P 94-100 (1999) : Sols : reconnaissance et essais – Matériaux traités à la chaux et/ou aux liants hydrauliques – Essai d'évaluation de l'aptitude d'un matériau au traitement.
- [43] AFNOR NF P 98-232-1 (1991) : Essais relatifs aux chaussées – Détermination des caractéristiques mécaniques des matériaux traités aux liants hydrauliques – Partie 1 : Essai de compression simple sur graves.
- [44] AFNOR NF P 98-232-2 (1992) : Essais relatifs aux chaussées – Détermination des caractéristiques mécaniques des matériaux traités aux liants hydrauliques – Partie 2 : Essai de traction directe sur sables et graves.
- [45] AFNOR NF P 98-232-3 (1997) : Essais relatifs aux chaussées – Détermination des caractéristiques mécaniques des matériaux traités aux liants hydrauliques – Partie 3 : Essai de compression diamétrale sur sables et sols fins
- [46] AFNOR NF P 98-234-2 (1996) : Essais relatifs aux chaussées – Comportement au gel – Partie 2 : Essai de gonflement au gel des sols et matériaux granulaires traités ou non de $D_{max} = 20$ mm.
- [47] Baryla J.-M., Chenais V., Gavois L. Havard H. (2000) : Effet de sulfates et sulfures sur des marnes traitées à la chaux et au liant routier sur un chantier autoroutier. Bulletin des Laboratoires des Ponts et Chaussées n°224. pp 39-48.
- [48] Guettala A., Guenfoud M. (1997) : Béton de terre stabilisé, propriétés physico-mécaniques et influence des types d'argiles. La technique moderne n°1-2. pp 21-26.
- [49] Fontaine D. (1984) : Traitement des arènes granitiques aux liants hydrauliques. Thèse de Doctorat ENSMP et Paris VI. 207 p.
- [50] Terminaux R. (1995) : Etude de réemploi des terres noires ; rapport Scétauroute.
- [51] Orsetti S. (1997) : Influence des sulfates sur l'apparition et le développement de pathologies dans les matériaux de génie civil traités ou non aux liants hydrauliques. Cas du plâtre dans les granulats issus de produits de démolition. Thèse de Doctorat Paris VI. 472 p.
- [52] Habib P. et Aversenc D. : Gonflement d'un sol contenant des sulfates et traité à la chaux et au ciment. Revue Française de Géotechnique n° 42. pp 61-64.
- [53] Crammond N. (2002) : The occurrence of thaumasite in modern construction. A review. Cement and concrete composite. vol 24. pp393-402
- [54] Lan Wang (2002) : Cementitious stabilization of soils in the presence of sulfate. PHD of the Louisiana State University. 109 p. Disponible sur (consulté en 2004).
- [55] Prakash B. V. S. Kota, Hazlett D. et Perrin Les (1996) : Sulfate-bearing soils : problems with calcium-based stabilizers. Transportation Research Record 1546. pp 62-69
- [56] Vernet dans Baron J. et Ollivier J.-P. (1992) : Durabilité des bétons ; Presses de l'Ecole Nationale des Ponts et Chaussées. Vincennes.
- [57] Baron J. et Sauterey R. (1982) : Le béton hydraulique ; connaissance et pratiques. Presses de l'Ecole Nationale des Ponts et Chaussées. Vincennes. 560 p.
- [58] Divet L. (2001) : Les réactions sulfatiques internes au béton – Contribution à l'étude des mécanismes de la déformation différée de l'ettringite. Thèse de Doctorat CNAM. 227 p.
- [59] Neville A. M. (2000) : Propriétés des bétons. CRIB. Sherbrooke-Laval. 806 p.

- [60] Veroniques Baroghel-Bouny (1994) : Caractérisation des pâtes de ciment et des bétons ; Méthodes, Analyse, Interprétations. LCPC. Paris. 467 p.
- [61] Penner E., Eden W. J. et Grattan-Bellew P. E. : Expansion des argiles litées pyriteuses. Institut de recherche en construction. Disponible sur <http://irc-nrc.gc.ca/cbd/cbd152f.html>. (consulté en 2004)
- [62] Muhamad M. N., Barnes P., Fentiman C. H., Hausermann D., Pollmann H. et Rashid S. (1993) : A time-resolved synchrotron energy dispersive diffraction study of the dynamic aspects of the synthesis of ettringite during minepacking. *Cement and Concrete Research*, Vol. 23. pp 267-272.
- [63] Louarn N. et Larive C. (1998) : Alkali-réaction et réaction sulfatique : synthèse des études microscopiques d'expertises de ponts dégradés. *Bulletin des Laboratoires des Ponts et Chaussées* n°184. pp 57-69.
- [64] Mehta P. K. (1973) : Mechanism of expansion associated with ettringite formation. *Cement and Concrete Research* n°3. pp 1-6
- [65] Dron R., Brivot F. (1989) : Le gonflement ettringitique. *Bulletin des Laboratoires des Ponts et Chaussées* n°161. pp 25-32.
- [67] Mather C. (1969) : Sulfate soundness, sulfate attack and expansive cement in concrete. US Army Engineer Waterways Experiment Station Vickberg, Miss., Misc paper C-69-8.
- [66] Ouyang C., Nami A., Chang W. (1987): Sulfate attack resistance of \square ortland cement mixtures containing phosphogypsum. *ACI special publication*, sp-100, Vol 2. pp 2007-20026..
- [68] Li G. Le Bescop P., Bournazel J.-P. (1996) : Caractéristiques de l'ettringite dans l'expansion sulfatique ; effets stériques et morphologiques. Séminaire RILEM du matériau de structure Arles 11-12 sept 1996.
- [69] Damidot D. et Glasser F.P. (1993) : Thermodynamic investigation of the CaO-Al₂O₃-CaSO₄-K₂O-H₂O system at 25 °C. *Cement and concrete research* vol 23. pp 1195-1204.
- [70] AFNOR NF P 18-540 (1997) : Granulats – Définitions, conformité, spécifications.
- [71] Department of Transport (1976) : Speciation for road and bridge works. HMSO London. cite par Sherwood P. (1995): Soil stabilisation with cement and lime. HMSO. 153 p
- [72] Toubreau P. (1987) : Optimisation des caractéristiques géotechniques et minéralogiques dans le traitement des sols ; Application aux bétons de terre. Thèse de doctorat de l'Université Paris VI. 183 p.
- [73] Thomas M.D.A, Kettle J.R. et Morton. A..J. (1989) : Expansion of cement-stabilized Minestone due to the oxidation of pyrite. *Transportation Research Record*. pp 113-120.
- [74] Perrin L. (1992) : Expansion of lime treated clays containing sulfates. *Proc. 7 conf. on expansive soils New York*. vol 1. pp 409-414. \square ort par Lan Wang (2002) : Cementitious stabilization of soils en the presence of sulfate. PHD of the Louisiana State University. 109 p.
- [75] Petry T. M. (1994) : Studies of factors causing and influencing heave of lime treated clay soil. *Contract Pep. US Army Engineers*. \square ort par Lan Wang (2002) : Cementitious stabilization of soils en the presence of sulfate. PHD of the Louisiana State University. 109 p.
- [76] Mitchell J.K. et Dermatas D. (1992) : Clay soil heave caused by lime sulfate reactions. pp 41-64 in Hoffiman D.D. et Satanley D.D. *Innovation and uses for lime STP 1135*. ASTM. 141 p
- [77] McCallister L. D. et Tidwell (1997) : Double lime treatment to minimize sulfate lime induced heave in expansive clays. *Draft tech. rep., US Army Engineers*. \square ort par Lan Wang (2002) : Cementitious stabilization of soils en the presence of sulfate. PHD of the Louisiana State University. 109 p.

- [78] National Lime Association (2000) : Technical memorandum guidelines for stabilisation of soils containing sulfates. 8 p. www.lime.org. (consulté en 2004)
- [79] Hunter D. (1988) : Lime-induced heave in sulfate-bearing clay soils. *Journal of geotechnical engineering*. pp 150-167.
- [80] Sherwood P.T (1962) : Effects of sulfates on cement and lime-stabilized soil. *Highway research record bulletin n°353*. pp 98-107
- [81] Tasong W. A., Wild S. et Tilley R. J. D. (1998): Mechanisms by which ground granulated blastfurnace slag prevents sulphate attack of lime-stabilised kaolinite. *Cement and concrete research n°29*. pp 975-982.
- [82] Wild S., Kinuthia J. M., Jones G. I. Higgins D.D. (1999) : Suppression of swelling associated with ettringite formation in lime stabilized sulphate bearing clay soils by partial substitution of lime with ground granulated blastfurnace slag. *Engineering geology n°51*. pp 257-277.
- [83] Mohan D. et Rai M. (1978) : Deterioration of concrete in fertilizer factories. *ASTM special technical publication*. pp 388-396.
- [84] Ukraincik V., Bjegovic D. et Djurekovic A. (1978) : Concrete corrosion in nitrogen fertilizer plant. *ASTM special technical publication*. pp 397-409.
- [85] Lea F. M. (1965) : The action of ammonium salts on concrete. *Magazine of concrete research*, vol 17, n°52, pp 115-116.
- [86] Abdelrazig B.E.I , Bonner D. G., Nowell D.V. Dransfields J. M. et Egan P.J. : The solution chemistry and early hydration of ordinary \square ortland cement pastes with and without admixtures. *Thermochimica acta*. n°340-341. pp 417-430.
- [87] Carde C. Escadeillas G., François R. (1997) : Use of ammonium nitrate solution to simulate and accelerate the leaching of cement pastes due to \square ortland \square water. *Magazine of concrete Research*, 49 n°181, Déc. pp 295-301.
- [88] Carde C. (1996) : Caractérisation et modélisation de l'altération des propriétés mécaniques due à la lixiviation des matériaux cimentaires. Thèse de doctorat INSA de Toulouse. 241p.
- [89] AFNOR NF P 18-011 : Bétons. Classification des environnements agressifs. (1992) 14 p.
- [90] Bulletin du ciment (1982) : Action de diverses substances sur les bétons. *Bulletin du ciment (Suisse) n°2*. pp 1-9.
- [91] Ghazali F. M., Baghdadi Z. A., Khan A. M. (1991) : Overconsolidated behavior of phosphoric acid and lime-stabilized clay. *Transportation research record n°1295*. pp 62-69.
- [92] Bize J. (1962) : Contribution à l'étude de la stabilisation chimique des sols. Thèse de Doctorat de l'Université de Grenoble. 187 p.
- [93] Lyons J. W. et MacEwan G. J. (1962) : Phosphoric acid in soil stabilisation ; Effect on engineering properties of soils. *Highway research record n°318*. pp 4-14.
- [94] Brosheer J. C., Lenfesty F. A. Anderson J. F.(1954) : *J. Am. Chemistry soc.* n°76 p5951. cite par Mieussens C. (1967).
- [95] Mieussens C. (1967) : Stabilisation chimique des sols. Thèse de Doctorat de l'Université de Grenoble. 187 p.
- [96] Béchoux E. (non \square ort) : Lime application for dredged sludge stabilization and hardening. Dept. Environ. Europe, Groupe Lhoist B, Rapport interne. pp 4-31-4-50.

- [97] Ogus E., Gurses A. et Canpolat N. (2003) : Removal of phosphate from wastewaters. Cement and concrete research n°33. pp 1109-1112.
- [98] Agyei N. M., Strydom C. A. et Potgieter J. H. (2000) : An investigation of phosphate ion adsorption from aqueous solution by fly ash and slag. Cement and concrete research n°30. pp 823-826.
- [99] Agyei N. M., Strydom C. A. et Potgieter J. H. (2002) : The removal of phosphate ions from aqueous solution by fly ash, slag, ordinary portland cement and related blends. Cement and concrete research n°32. pp 1889-1897.
- [100] Vénuat M. (1984) : Adjuvant et traitement. L'auteur-éditeur. 830 p.
- [101] Baron J. et Ollivier J.-P. (1996) : Les bétons, bases et données pour leur formulation. Construction béton. Edition Eyrolles. 522 p.
- [102] Gu P., Ramachandran V.S. Beaudoin J.J. Quinn E. (1995) : Electrochemical behavior of Portland cement pastes containing phosphonates. Advanced Cement Based Materials n°2. 182-188.
- [103] Bénes C. (1981) : Etude des interactions entre phosphates alcalins et constituants des ciments alumineux, en présence d'eau liquide et de vapeur d'eau ; application au liant alumineux Secar 71. Thèse de Doctorat de l'Université de Dijon. 195 p.
- [104] Blot G. (1993) : Influence des engrais sur le comportement des suspensions argileuses. Bulletin des Laboratoires des Ponts et Chaussées n°184 Mars-avr. pp 27-38.
- [105] Rey F., Levacher D. Quenec'h J.-L. (2000) : Composites cimentiers à base de mélanges vase-chaux ; étude globale de la micro-structure minéralo-organique et des comportements physico-mécaniques. Revue française de génie civil vol 6, n°4 pp°663-681.
- [106] Rey F. (1999) : Etude physico-mécanique et environnementale du composite vase-chaux et additifs Thèse de Doctorat Université de Caen/Basse-Normandie.
- [107] National read-mixed concrete association 1959, Technical information letter n°141. Washington DC. Dans Neville A. M. (2000) : Propriété des bétons. Eyrolles, Sherbrooke-Laval. 806 p.
- [108] Clare K. E., Sherwood P. T. (1954) : The effect of organic matter on the setting of soil-cement mixtures. J. Appl. Chem. n°4, Nov. pp 625-630.
- [109] Peltier R. (1957) : La stabilisation des sols. Revue Générale des Routes et Aéroports n°304, Mai. pp 37-60.
- [110] Young J. F. (1976) : Reaction mechanisms of organic admixtures with hydrating cement compounds. Transport research record. n°564. pp 1-9.
- [111] Colombier, Hermann (1971) : Etude des liants hydrauliques à prise lente. Compte rendu de recherche interne du Laboratoire Régional des Ponts et Chaussées d'Autun – CETE Lyon. 8p.
- [112] Lamathe J. Brouwet J. (1977) : Action des acides humiques sur la prise d'une grave-laitier. Bulletin de liaison des laboratoires des Ponts et Chaussées n° 91. pp 43-48.
- [113] AFNOR XP P 1744-1 : Essais pour déterminer les propriétés chimiques des granulats – Partie 1 : analyse chimique. (1998)
- [114] ASTM C 87-03 : Standard Test Method for Effect of Organic Impurities in Fine Aggregate on Strength of Mortar. 3 p.
- [115] Kleinogel A. (1960) : L'influences des divers éléments physico-chimiques sur les bétons. Dunod Paris. 411 p.

- [116] Kuno G., Kutatra K. et Miki H. (1989) : Chemical stabilisation of soft soils containing humic acid. Proc.12ème international conf. on soil mechanics and foundation engineering, Rio de Janeiro vol 2. pp 1381-4.
- [117] Manolas C. (1993) : Fractionnement du sorgho à fibre. Extraction et caractérisation des hémicelluloses de la moelle. Etude des matériaux composites. Thèse de Doctorat Institut National Polytechnique de Toulouse. 229 p.
- [118] Al Rim K., A. Ledhem, Queneudec M. (1996) : Etude des paramètres de fabrication d'un béton de bois à matrice argileuse. Materials and structures/Matériaux et constructions n°29. pp 514-518.
- [119] Kujala K., Mäkikyrö M., Lehto O. (1996) : Effect of humus on the binding reaction in stabilized soils. Grouting and Deep Mixing, Yonkura, Terashi and Shibazaki (eds). Balkema, Rotterdam. pp 415-420.
- [120] Little D. N. et (2001) : example illustrating the application of the national lime association mixture design and testing protocol 5MDTP)ascertain engineering properties of lime-treated subgrades for mechanistic pavement design/analysis. Publication National Lime Association. www.lime.org. (consulté en 2004)
- [121] AFNOR NF P 94-055 : Sols : reconnaissance et essais - Détermination de la teneur pondérale en matières organiques d'un sol - Méthode chimique. (1993)
- [122] Peltier R. (1965) : Manuel du laboratoire routier. Dunod. 291 p.
- [123] AFNOR NF P NF P 94-047 : Sols : reconnaissance et essais - Détermination de la teneur pondérale en matières organiques d'un matériau - Méthode par calcination. (1998)
- [124] Junqua G. (2002) : Caractérisation rapide de la matière organique de sols et de sédiments par spectrophotométrie UV-visible : Essai de typologie et estimation des paramètres C, N, P. Thèse de Doctorat de l'Université de Pau et des pays de l'Adour. 206 p.
- [125] Pollard S.J.T., Montgomery D.M., Sollars C. J., Perry R. (1991) : Organic compounds in the cement-based stabilisation/solidification of hazardous mixed wastes – Mechanistic and process considerations. Journal of hazardous Materials n°28. pp 313-327.
- [126] Schulten H. R. et Schnitzer M. Naturwissenschaften. 80. cite par Stevenson F.J.(1994) : Humus chemistry, genesis, composition, reactions. John Wiley and sons, inc. 2^{ème} édition (NewYork) 496 p.
- [127] US geological survey staff (1989) : Humic substances in the Suwannee river, Georgia; Interactions properties and proposed structures. US geological survey. cité par Stevenson F.J.(1994) : Humus chemistry, genesis, composition, reactions. John Wiley and sons, inc. 2^{ème} édition (NewYork) 496 p.
- [128] AFNOR EN 934-2 (1997) : Adjuvants pour bétons, mortiers et coulis – Partie 2 : Adjuvants pour béton – définitions et exigences.
Neville A. M. (2000) : Propriété des bétons. Eyrolles, Sherbrooke-Laval. 806 p.
- [129] Sergent-Cerdan N. (2002) : Etude du comportement thermique d'une silice biogénique. Thèse de Doctorat de l'Université de Lille. 131 p.
- [130] Molard J.P. (1986) : Contribution à l'étude de la stabilisation de produits en argile-ciment fabriqués par extrusion : étude de mélanges d'argiles monominérales. Thèse de Doctorat de L'INSA de Rennes. 167 p.
- [131] Guilloux (1978) : Influence de la pétrographie sur la compactabilité et la portance des sables fins traités. Thèse de Doctorat de l'ENSMP et Université Paris VI.
- [132] AFNOR NF P 94-056 : Sols : reconnaissance et essais – Analyse granulométrique - Méthode par tamisage à sec après lavage. (1996)
- [133] AFNOR NF P 94-068 : Sols : reconnaissance et essais – Mesure de la capacité d'adsorption de bleu de méthylène d'un sol ou d'un matériau rocheux - Détermination de la valeur de bleu de méthylène d'un sol ou d'un matériau rocheux par l'essai à la tache. (1998)

- [134] AFNOR NF P 94-051 : Sols : reconnaissance et essais – Détermination des limites d'Atterberg - Limite de liquidité à la coupelle - Limite de plasticité au rouleau. (1993)
- [135] AFNOR NF P 15-108 : Liants hydrauliques - Liants hydrauliques routiers - Composition, spécifications et critères de conformité (2000)
- [136] AFNOR NF P 94-093 : Sols : reconnaissance et essais – Détermination des références de compactage d'un matériau – Essai Proctor Normal – Essai Proctor modifié (1999).
- [138] Noulhianne X. (1999) : Caractérisation et modélisation du comportement élastique avec prise en compte de l'évolution microstructurale induite par l'incorporation de charge dans des matrices organique et cimentaire. Thèse de doctorat Université de Montpellier II. 218 p.
- [139] De Larrard F. (1995) : Une approche de la formulation des bétons légers de structure. Bulletin de liaison des laboratoires des Ponts et Chaussées n°195. pp 39-47.
- [140] Virlogieux M. (1986) : Généralité sur les caractères des bétons légers. Dans Arnould M. et Virlogieux M. (1986) : Granulats et Bétons légers. Paris. Presses de l'Ecole Nationale des Ponts et Chaussées. pp 111-247.
- [141] AFNOR NF P 18-564 : Granulats Détermination du coefficient d'écoulement des sables. (1990) 5 p.
- [142] AFNOR XP P 18-653 : Granulats Détermination du coefficient d'écoulement des gravillons. (1997) 8 p.
- [143] AFNOR XP P 18-581 : Granulats : Dosage rapide des sulfates solubles dans l'eau – Méthode par spectrophotométrie. (1997).
- [144] Kleinlogel A. (1960) : Influence des divers éléments physicochimiques sur les bétons. Dunod Paris. 411p.
- [145] AFNOR NF P 94-050 : Sols : reconnaissance et essais - Détermination de la teneur en eau pondérale des matériaux - Méthode par étuvage. (1995)
- [146] AFNOR NF X 11-696 PR : Analyse granulométrique - Méthodes par analyse d'image. (2000)
- [147] Garnier J. et Robert J. (1979) : Détermination de l'angularité des gravillons et des sables. Bulletin de Liaison des Laboratoires des Ponts et Chaussées. n°104. pp 67-76.
- [148] Reznak L. (1974) : Détermination du frottement interne des sables par une méthode viscosimétrique. Bulletin de Liaison des Laboratoires des Ponts et Chaussées. n°70. pp 26-29.
- [149] Descantes Y. et Devillers A. (2003) : Amélioration de l'essai d'écoulement des sables. Bulletin de Liaison des Laboratoires des Ponts et Chaussées. n°244-245. pp 143-152.
- [150] Kouadr-Henni Afia (2002) : Contribution à l'étude des propriétés physiques des produits pulvérulents. Corrélations coulabilité –granularité ; Application : produits agroalimentaires. Thèse de Doctorat de l'université de Montpellier II. 202 p.
- [151] Bénézet J.C., Adamiec P. M. et M. Vinches. () : Etude d'assemblages granulaires : vers une meilleure compréhension des systèmes dispersés. Partie 1 : Assemblages granulaires modèles. Bulletin de Liaison des Laboratoires des Ponts et Chaussées, proposé en 2003
- [152] Bénézet J.C., Adamiec P. M. Némoz-Gaillard M. () : Etude d'assemblages granulaires : vers une meilleure compréhension des systèmes dispersés. Partie 2 : Assemblages granulaires réels. Bulletin de Liaison des Laboratoires des Ponts et Chaussées, proposé en 2003
- [153] Ulusoy U., Yekelr M. et C. Hiçyilmaz (2003) : Determination of the shape, morphological and weetability of quartz and their correlations. Minerals Engineering. n°16. pp 951-964.
- [154] Castel B. : Mise en forme des solides ; Aspects théoriques. Techniques de l'Ingénieur Traité Génie des procédés, J 3 380. pp 1-26.

- [155] Sedran T. (1999) : Rhéologie et rhéométrie des bétons ; Application aux bétons autonivelants. Thèse de Doctorat de l'ENPC.224 p.
- [156] AFNOR NF EN 12620 : Granulats pour bétons. 2003. 48 p
- [157] AFNOR NF EN 196-3 : Méthodes d'essais des ciments. Partie 3 : Détermination du temps de prise et de stabilité. 1995. 11 p.
- [158] Holtzapffel T. (1985) : Les minéraux argileux. Préparation, analyse diffractométrique et détermination. Société géologique du Nord Publication n°12. 130 p.
- [159] Caillère S., Hénin S. Rautureau M. (1982) : Minéralogie des argiles. Masson. tomes 1 et 2.
- [160] AFNOR NF P 94-057 : Sols : reconnaissance et essais - Analyse granulométrique des sols - Méthode par sédimentation. 1992.
- [161] Delage P. (1979) : Etude du milieu poreux et de la texture d'argiles sensibles du Québec. Thèse de Doctorat de l'Université Paris VI. 133 p.
- [162] Vayssade B. (1978) : Contribution à l'étude du gonflement interparticulaire de sols argileux. Thèse de Doctorat de l'ENSMP et Université Paris VI.
- [163] Bayle S. (déc 2004) : Etude de milieux hétérogènes pour le contrôle d'un procédé papetier. Dimensions et propriétés optiques de la matière : des paramètres discriminants. Thèse de Doctorat de l'Université Montpellier II. 250 p.
- [164] Rawle A. : Basic Principles of particle size analysis. Malvern technical paper. 7 p www.malvern.co.uk

Liste des tableaux

Tableau 2-1 : Taux de solubilité de certains composés sulfatés	48
Tableau 2-2 : Différents seuils de teneur en soufre exprimés en sulfates (SO ₃).....	49
Tableau 3-1 : Caractéristiques de l'optimum de compactage statique des différents sols.....	66
Tableau 4-1: Tableau récapitulatif des essais de classification géotechnique des sols, effectués lors du chantier.....	73
Tableau 4-2 : Tableau récapitulatif des essais de classification géotechnique des sols effectués au laboratoire (essais réalisés au CMGD).....	73
Tableau 4-3 : Comparaison des classements obtenus lors des études de chantier et de ceux déterminés sur des prélèvements.....	74
Tableau 4-4 : Récapitulatif des résultats des essais normalisés obtenus lors des chantiers.....	76
Tableau 4-5 : Résultats des essais de sensibilité à l'eau à 2 mois ^[43]	80
Tableau 4-6 : Récapitulatif des résultats des essais normalisés obtenus lors des chantiers et des essais de laboratoire	82
Tableau 5-1 : Dosage de ciment nécessaire à la formation d'une coque d'hydrates	101
Tableau 5-2: Proportion de ciment nécessaire à la formation de coque d'hydrates de 1 ^{ère} génération.....	103
Tableau 5-3 : Mesure du taux de dégradation des matières organiques au sein des sols.....	126
Tableau 6-1 : Proportion de ciment nécessaire à la formation d'une coque de ciment d'épaisseur donnée.....	137
Tableau 6-2 : Taux équivalent en micas.....	148

Liste des figures

Figure 1-1: Coupe d'une route (d'après le GTR ^[1]).....	12
Figure 1-2 : Classification pédologique des sols ^[3]	13
Figure 1-3 : Classification texturale des sols en pédologie ^[3]	14
Figure 1-4 : Classifications granulométriques utilisées en géologie ^[4]	14
Figure 1-5 : Classifications des sols ^[5]	15
Figure 1-6 : Classification des sols fins ^[1 et 6]	16
Figure 1-7 : Classification américaine des sols ^[7]	16
Figure 2-1 : Structure du tétraèdre SiO ₄	22
Figure 2-2 : Structure de l'octaèdre Al ₂ O ₆	22
Figure 2-3 : Structure cristallographique des argiles.....	23
Figure 2-4 : Décomposition de la matière organique fraîche : humification et minéralisation ^[11]	25
Figure 2-5 : Influence de la teneur en eau sur la densité de différents mélanges de sables et d'argiles selon le protocole du Proctor modifié ^[14]	28
Figure 2-6 : Modification de la rhéologie des sols argileux occasionnée par l'ajout de chaux ^[24]	30
Figure 2-7 : Evolution des caractéristiques de l'optimum Proctor suite au chaulage du sol ^[8]	30
Figure 2-8 : Hydrates calciques développés par réaction pouzzolanique à partir d'argiles (α) et du quartz (β).....	33
Figure 2-9 : Microstructure d'un sable traité au ciment puis compacté ^[25]	33
Figure 2-10: Schémas du mécanisme de la stabilisation de sols.....	34
Figure 2-11 : Evolution de la minéralogie des argiles par la réaction pouzzolanique ^[32]	36
Figure 2-12 : Critères retenus pour l'interprétation de l'essai d'aptitude d'un sol au traitement ^[8 et 42]	38
Figure 2-13 : Zones de classement du matériau en fonction des couples (Rt, E30) ou (Rtb, E30) ^[8]	38
Figure 2-14 : Principe de la progression d'une étude de l'aptitude au traitement dans le cas d'une formulation à la chaux et aux liants hydrauliques ^[8]	40
Figure 2-15 : Observation au MEB d'aiguilles d'ettringite bien cristallisées s'étant développées dans des bétons ^[58]	46
Figure 2-16 : Observation au MEB d'ettringite massive développée dans des bétons ^[58]	46
Figure 2-17 : Importance du volume enveloppe de l'ettringite ^[51]	47
Figure 2-18 : Cinétique de solubilisation de sulfates de calcium en fonction de la taille des minéraux ^[54]	48
Figure 2-19 : Influence de la nature du liant et de la formulation de traitement sur le gonflement volumique de marnes pyriteuses selon le protocole de la norme NF P 94-100.....	51
Figure 2-20 : Schémas de complexe organo-calcique ^[110]	58
Figure 2-21 : Exemple de modèle de structure chimique de substances humiques.....	58
Figure 3-1: caractérisation des sols basée sur une approche multi-échelle.....	62
Figure 3-2: Courbes granulométriques du limon séché et des différentes fractions granulométriques obtenues par classification centrifuge :.....	65
Figure 3-3: Courbes de compactage statique des différents sols.....	66
Figure 4-1 : Classification géotechnique des sols, effectuée lors du chantier.....	74
Figure 4-2 : Classification géotechnique des sols, effectuée sur nos échantillons.....	75
Figure 4-3 : Résultats de l'essai d'évaluation de l'aptitude des sols au traitement.....	77
Figure 4-4 : Résistance en compression simple des limons de référence ^[43]	78

Figure 4-5 : Résistance en compression simple du gneiss de Tulle et des schistes d'Angers et de la Roche-sur-Yon ^[43]	78
Figure 4-6 : Résistance en compression simple des marnes pyriteuses du Mans, des marnes noires et des argiles bariolées de Mont-St-Martin ^[43]	79
Figure 4-7 : Résistances en micropénétration des limons de Metz	80
Figure 4-8 : Zone de classement mécanique escomptable à long terme ^[8]	81
Figure 5-1 : Représentation schématique du mécanisme de stabilisation d'un sol apte ^[137] : ..	86
Figure 5-2 : Analyse granulométrique de la fraction 0-80 μm du limon de Meaux	87
Figure 5-3 : Proportions des différentes espèces argileuses au sein du limon de Meaux, évaluées de façon semi-quantitative	87
Figure 5-4 : Observation au MEB de la structure du limon de Meaux avant traitement, à l'échelle de la centaine de microns.	88
Figure 5-5 : Observation au MEB de la structure du limon de Meaux avant traitement, à l'échelle de la dizaine de microns	88
Figure 5-6 : Représentation schématique de la microstructure du limon de Meaux avant traitement.....	89
Figure 5-7: Observation à la loupe binoculaire de grumeaux formés à partir du limon de Meaux.....	89
Figure 5-8 : schéma de l'action de la chaux sur le limon.....	90
Figure 5-9 : Observation à la loupe binoculaire des grumeaux après l'ajout du ciment.....	90
Figure 5-10 : Observation en microscopie optique d'une coupe de limon chaulée, cimenté et compacté.....	91
Figure 5-11 : Observation au MEB de l'assemblage de grumeaux au sein d'une éprouvette compactée.....	92
Figure 5-12 : Observation au MEB du contact entre deux grumeaux.....	92
Figure 5-13 : Représentation schématique d'un sol stabilisé à la chaux et au ciment après compactage.....	93
Figure 5-14 : Observation au MEB des hydrates cristallisés au cœur du grumeau	94
Figure 5-15 : Représentation schématique du limon stabilisé au-delà de 90 jours de cure. Des hydrates cristallisés se développent à partir de la surface des grumeaux vers leur cœur.	94
Figure 5-16: Observation au MEB d'un grumeau à 90 jours.....	95
Figure 5-17 : Schématisation d'un sol et de la coque de ciment dans l'hypothèse des grumeaux.....	97
Figure 5-18 : Représentation graphique de la relation linéaire (4) entre l'épaisseur de la coque et la taille des grumeaux.....	98
Figure 5-19 : Courbes théoriques de la granulométrie apparente des grumeaux après ajout du ciment.....	99
Figure 5-20 : Schématisation d'un grumeau sphérique de rayon R_2 recouvert par une coque d'épaisseur e	100
Figure 5-21 : Mise en évidence de la microstructure en grumeau+coque dans le cas de traitement du limon de Meaux avec 5 % et 2,5 % de ciment.....	102
Figure 5-22: Courbes granulométriques des structures {grumeau+coque} en fonction des différentes proportions de ciment pour le limon de Meaux	103
Figure 5-23 : Evolution des résistances mécaniques en compression simple à 7 jours	104
Figure 5-24: Analyse granulométrique des sols micacés étudiés.....	105
Figure 5-25 : Composition granulométrique des sols micacés (0-2 mm), ^[3]	106
Figure 5-26 : Analyse minéralogique du schiste d'Angers	107
Figure 5-27 : Analyse minéralogique du schiste de la Roche-sur-Yon.....	107
Figure 5-28 : Analyse minéralogique du gneiss de Tulle.....	107
Figure 5-29 : schiste d'Angers (fragment de roche saine) observation d'une lame mince	108

Figure 5-30 : schiste de la Roche-sur-Yon (fragment de roche saine) observation d'une lame mince	108
Figure 5-31 gneiss de Tulle (fragment de roche saine) observation d'une lame mince.....	108
Figure 5-32: Observation au MEB de la microstructure du schiste d'Angers	109
Figure 5-33 : Observation au MEB de la microstructure d'un grumeau de schistes de la Roche-sur-Yon traités après une cure de 90 jours.....	111
Figure 5-34 : Représentation schématique de la microstructure du schiste, traité au jeune âge	112
Figure 5-35 : Représentation schématique de la microstructure du schiste traité à la chaux et au ciment, après quelques mois de cure.	112
Figure 5-36 : Gneiss de Tulle traités à 90 jours.	113
Figure 5-37 : : Corrélation entre microstructure et comportement mécanique (résistance en compression simple en MPa)	115
Figure 5-38 : Relation entre la teneur en soufre total et celle en sulfates solubles dans l'eau pour les divers sols	118
Figure 5-39 : marnes noires de Mont-St-Martin après cure immergée ^[42]	119
Figure 5-40 : marnes noires de Mont-St-Martin après la cure normale de 28 jours	119
Figure 5-41 : Observation au MEB des limons de Metz après une cure immergée (condition de la norme NF P 94-100 ^[42]).....	120
Figure 5-42 : Observation au MEB des limons de Metz après une cure normale de 28 jours.....	120
Figure 5-43 : Observation du schiste de La Roche-sur-Yon après une cure immergée ^[42] ...	121
Figure 5-44 : Corrélation entre le taux de gonflement et les teneurs en soufre	123
Figure 5-45 : Débris végétaux dans les argiles bariolées de Mont-St-Martin.....	124
Figure 5-46 : Observation de la couleur du surnageant des suspensions de sols dans la soude	125
Figure 5-47 : Dosage par spectrophotométrie UV (raie de 465 nm) de la teneur en substances humiques avec un étalon tourbe	127
Figure 5-48 : Observation au MEB d'un grumeau d'argiles bariolées de Mont-St-Martin après la cure immergée à 40°C.....	127
Figure 6-1 : Influence du protocole expérimental sur la granulométrie des grumeaux	134
Figure 6-2 : Comparaison de la granulométrie des sols naturels (α) et des sols après traitement (β).....	135
Figure 6-3 : Courbes granulométriques obtenues par tamisage des grumeaux+coque d'hydrates	136
Figure 6-4 : Schéma de l'évolution granulométrique et minéralogique des sols.	139
Figure 6-5 : Dimensions d'une particule de forme aplatie.....	140
Figure 6-6 : Orientation des micas parallèlement à leur face basale sous la loupe binoculaire	140
Figure 6-7 : Essai d'écoulement d'une poudre 100-500 μ m.....	141
Figure 6-8 : Essai de mesure de la densité apparente sur une poudre sèche	142
Figure 6-9 : Variation de la durée d'écoulement de 500 g de poudre (100-500 μ m) selon les matériaux.....	145
Figure 6-10 : Schématisation de l'écoulement de particules homométriques sphériques.....	145
Figure 6-11 : Evolution de la densité apparente non tassée et de la compacité de poudre (0-100 μ m) en fonction des matériaux.....	146
Figure 6-12 : Schématisation de 2 empilements des particules homométriques mais de morphologies différentes.....	146
Figure 6-13 : Corrélation entre les tests de coulabilité et l'aptitude des sols afin de définir des seuils.....	147

Figure 6-14 : Modèle de représentation possible pour un abaque de teneur en éléments plats	149
Figure 6-15 : Corrélation entre les teneurs en soufre (soufre total et sulfates solubles) et les gonflements volumiques (mesurés selon la norme NF P 94-100 ^[42])	151
Figure 6-16 : Observation au MEB des marnes noires à la suite de la cure immergée à 40 °C	153
Figure 6-17 : Filtration de la barbotine par une technique du type filtre/presse	155
Figure 6-18 : Détermination du temps de début au moyen de l'essai Vicat	156
Figure 6-19 : Influence de la teneur en matières organiques sur les retards de début de prise du ciment	158
Figure 6-20 : Influence de la chaux comme régulateur des retards de prises	159
Figure 6-21 : Retards de prise mesurés avec des jus extraits de sols naturels	159
Figure 6-22 : Résistances mécaniques moyennes mesurées par fendage à 180 jours sur des éprouvettes de pâtes de ciment	160
Figure 6-23 : Corrélation entre les perturbations de la prise et celles du durcissement des ciments	161
Figure 6-24 : Diminution du durcissement liée à un retard de la prise du ciment	161
Figure 6-25 : Corrélation entre le retard de prise et la réduction du durcissement du ciment afin de proposer un seuil de retard	162
Figure 7-1 : Représentation des différentes étapes du procédé conduisant à la stabilisation réussie des sols à la chaux et aux liants hydrauliques	169

En géotechnique routière, la technique de la stabilisation des sols à la chaux et aux liants hydrauliques permet la valorisation des sols des déblais. Malgré un encadrement réglementaire strict, cette technique ne donne pas toujours de résultats satisfaisants. Les entreprises utilisatrices des sols traités et productrices des agents de traitement se sont associées pour lancer des travaux de recherches destinés à comprendre les causes des défaillances.

Cette étude a tout d'abord établi un modèle de l'enchaînement des mécanismes qui conduisent à une stabilisation des sols :

- la chaux permet la floculation des argiles d'où la formation de grumeaux lors du malaxage. Ce grumeau constitue l'entité caractéristique du sol.
- le ciment forme une coque enrobant les grumeaux. Le compactage permet la coalescence de ces pâtes en formant un réseau continu. Le durcissement du ciment permet l'acquisition des caractéristiques mécaniques.
- l'excès de chaux en milieu basique conduit à la formation d'une seconde génération d'hydrates calciques (C-S-H) par réaction pouzzolanique aux dépens des argiles. Le développement des hydrates permet la rigidification du cœur du grumeau et l'augmentation correspondante des résistances mécaniques sur plusieurs années.

Les perturbations rencontrées lors des chantiers peuvent s'interpréter comme des écarts à ce modèle:

- écarts d'ordre microstructural ; dans les sols micacés, le comportement mécanique de ces matériaux est contrôlé par la présence de paillettes de micas dans la coque et de fragments aplatis de roche au sein des grumeaux.
- écarts d'ordre physico-chimique ; des composés solubles interfèrent avec les liants :
 - le soufre favorise le développement d'ettringite selon des faciès qui dépendent de la spéciation du soufre et de la perméabilité du grumeau.
 - les matières organiques ralentissent l'hydratation du ciment et piègent les ions calcium et hydroxyle et sont ainsi responsables des résistances mécaniques insuffisantes

Ayant identifié et analysé les mécanismes des perturbations, nous nous sommes attachés à proposer des essais simples et fiables de caractérisation démontrant rapidement la présence de ces agents perturbateurs au sein des sols :

- par la caractérisation de la morphologie des particules
- par le retard de début de prise de pâtes pures de ciment gâchées avec des jus extraits de sols pour les matières organiques.

Mots clés : sol traité, chaux, ciment, microstructure, grumeau, réaction pouzzolanique, argile, sol, mica, sulfate, ettringite, matières organiques