

N° d'ordre : 121

**ECOLE CENTRALE DE LILLE**

**THESE**

présentée en vue  
d'obtenir le grade de

**DOCTEUR**

**en**

**Génie Civil**

par

**Jaouad NADAH**

**DOCTORAT DELIVRE PAR L'ECOLE CENTRALE DE LILLE**

Titre de la thèse :

**VALORISATION D'UNE CRAIE DU NORD DE LA FRANCE  
EN ASSISE DE CHAUSSEE ROUTIERE**

Soutenue le 07/06/2010 devant le jury d'examen :

<b>Président</b>	<b>M. Christian Schroeder</b>	<b>Université Libre de Bruxelles</b>
<b>Rapporteur</b>	<b>M. Abdelhafid Khelidj</b>	<b>GeM, Université de Nantes</b>
<b>Rapporteur</b>	<b>M. Bernard Husson</b>	<b>LMDC, Université Paul Sabatier Toulouse 3</b>
<b>Examineur</b>	<b>M. Luc Dormieux</b>	<b>LMSGC, Ecole Nationale des Ponts et Chaussées</b>
<b>Membre</b>	<b>M. Stéphane Bakowski</b>	<b>EUROVIA Direction Technique Délégué Nord</b>
<b>Directeur de thèse</b>	<b>M. Frédéric Skoczylas</b>	<b>LML, Ecole Centrale de Lille</b>

Thèse préparée au Laboratoire de Mécanique de Lille  
EDSPI 072



*A ma famille,*

*« Ne lisez pas pour contredire ou pour réfuter, ni pour croire et pour accepter sans approfondir, mais pour peser et pour réfléchir ».*

Roger Bacon (1214-1294)

# REMERCIEMENTS

Mes remerciements s'adressent en premier lieu à M. Frédéric SKOCZYLAS pour m'avoir accordé sa confiance en m'accueillant au sein du laboratoire de Génie Civil de l'Ecole Centrale de Lille. Sa grande disponibilité et ses nombreux conseils ont permis de rendre ces trois années de travail véritablement agréables.

Je souhaiterais ensuite remercier Messieurs Stéphane BAKOWSKI, Gérard MAUGET et Mathieu WALLEZ de la société Eurovia pour leur ouverture d'esprit et leurs nombreuses remarques toujours très intéressantes.

Je tiens également à exprimer ma reconnaissance à Messieurs Bernard HUSSON et Abdelhafid KHELIDJ qui ont accepté d'être rapporteurs de ce mémoire, ainsi qu'à Messieurs Luc DORMIEUX et Christian SCHROEDER pour avoir évalué mon travail et participé au jury de cette thèse.

Je remercie également l'ensemble du laboratoire de Génie Civil de l'Ecole Centrale de Lille (doctorants et permanents) pour leur enthousiasme, leur bonne humeur et leur gentillesse. Ils ont grandement contribué à mon épanouissement durant ces trois années, en particulier Thierry, Laurent, Nadine, Marie-Claude, Franck, Pierre-Yves, Mazen, Yixuan, Flore, Fethi, Victoria et mon « *gemen* » Zhibo.

Au moment d'écrire cette page, j'ai bien évidemment une pensée pour toutes celles et ceux qui m'ont apporté leur soutien pendant ce travail de longue haleine. Un grand merci à toute ma famille : mes parents, Kariminho, Nadia (thésarde numéro 2), Matteo Maloni & les BGB et également Ryma Soniye pour son soutien de tous les jours (merci Orange!).

Enfin, à tous mes amis de Lille et de L-A : MERCI !



# Résumé

Le manque de granulats de qualité dans certaines régions françaises tend à devenir un problème majeur pour les entreprises de travaux publics. En effet, avec une consommation annuelle de 200 millions de tonnes de granulats, la route se doit de faire face en imaginant de nouvelles solutions comme la valorisation de certains matériaux.

La craie, située entre roche et sol, possède une place particulière dans le monde des travaux publics. En effet, si son usage est relativement bien maîtrisé en vue de la réalisation de remblais ou de couches de forme, il en est tout autrement des couches d'assise de chaussées.

Ce type de matériau est usuellement rejeté de la conception des assises de chaussées car il ne s'insère pas dans les guides normatifs utilisés par les professionnels de la route. Les performances mécaniques et la grande sensibilité à l'eau de ce matériau ne lui permettent pas d'entrer dans les spécifications requises par les normes. Cependant, il est tout à fait envisageable que la craie trouve sa place de manière totale ou partielle en assise de chaussée.

Ce matériau que l'on trouve en abondance dans certaines régions françaises pauvres en granulats "haut de gamme" (Nord – Pas de Calais, Champagne-Ardenne...), pourrait ainsi palier un certain manque, participer à la préservation de ressources naturelles et économiser frais et pollution générés par un approvisionnement lointain.

Ces travaux menés en partenariat entre le Laboratoire de Génie Civil de *l'Ecole Centrale de Lille* et le Laboratoire Routier *Eurovia* de Loos ont donc pour but de proposer des pistes d'amélioration des performances mécaniques de la craie en vue de sa valorisation en assise de chaussée routière.

**Mots - clés :** craie, route, valorisation, assise de chaussée, poro-mécanique, grave et sable traités aux liants hydrauliques, substitution.

# Abstract

The lack of high quality aggregates in some French regions seems to become a main issue for road work firms. With an annual consumption of 200 millions tonnes of aggregates, road professionals must square up finding new solutions like the valorisation of some forgotten materials.

Between rock and soil, chalk has a particular position in road work. While its use is relatively well managed for the realisation of fills and subgrade courses, the same certainly cannot be said for base courses.

This kind of material is usually rejected for the design of road base courses because it is not approved within the current standards used by road professionals. Indeed, the low mechanical performances and the high water sensibility of chalk do not allow this material to be used. However, it seems possible to find some pre-treatments to harden chalk for a use in road base courses.

This material is found profusely in some French regions otherwise limited in upscale aggregates (Nord – Pas de Calais, Champagne – Ardenne...). Therefore, valorising chalk may overcome the lack of aggregates, contribute to the preservation of natural resources, save up money and avoid pollution due to distant supplying.

The study presented here is conducted in partnership between the *Ecole Centrale de Lille* Civil Engineering Laboratory and the *Eurovia* Roadworks Laboratory of Loos. We provide several trails aimed at improving the mechanical properties of chalk for its use in road base courses.

**Key - words :** chalk, road, valorisation, base course, poromechanics, graded aggregate and sand bound with cementitious binders, substitution.

# SOMMAIRE

<b>INTRODUCTION GENERALE .....</b>	<b>18</b>
<b>1. PREMIER CHAPITRE : .....</b>	<b>20</b>
1.1. Route et structure routière .....	22
1.1.1. Rappel historique et définition de la notion de route .....	22
1.1.2. Chargement et trafic .....	28
1.1.3. Fatigue et sollicitations .....	31
1.2. Les granulats .....	33
1.2.1. Définition et répartition géographique .....	33
1.2.2. Etat des lieux sur la consommation des granulats .....	36
1.2.3. Problématiques à moyen et long terme .....	40
1.3. Le cadre normatif .....	42
1.3.1. Normalisation des granulats .....	42
1.3.2. Les guides techniques .....	52
<b>2. DEUXIEME CHAPITRE : .....</b>	<b>56</b>
2.1. Les roches sédimentaires carbonatées .....	58
2.1.1. Définition .....	58
2.1.2. Diagenèse de la craie .....	61
2.2. Utilisation de la craie dans les travaux publics .....	65
2.2.1. Utilisation en remblai .....	65
2.2.2. Utilisation en couche de forme .....	67
2.2.3. Tentatives d'utilisation en couche d'assise .....	69
2.3. Caractérisation géomécanique de la craie d'Haubourdin .....	70
2.3.1. Situation géographique et géologique de la carrière .....	70
2.3.2. Caractérisation minéralogique .....	72
2.3.3. Caractérisation mécanique .....	76
2.3.4. Caractérisation hydraulique .....	83
2.4. Comparaison des états sec et saturé : notion de « water weakening effect » .....	89
2.4.1. Effet de l'eau sur la craie : le « water weakening effect » .....	90
2.4.2. Explications du phénomène .....	95
2.5. Conclusion .....	97

<b>3. TROISIEME CHAPITRE :</b>	<b>99</b>
3.1. Carbonatation et gazage CO <sub>2</sub>	101
3.1.1. La chaux et le phénomène de carbonatation	101
3.1.2. Recristallisation de la calcite par injection de CO <sub>2</sub>	102
3.1.3. Protocole expérimental	105
3.1.4. Résultats et analyses	108
3.2. Traitement thermique	112
3.2.1. Dispositif expérimental de l'étude thermique	112
3.2.2. Comportement de la craie sous température	116
3.2.3. Analyse physico-chimique du phénomène d'écroûssage thermique	120
3.3. Traitements chimiques	126
3.3.1. Comblement de porosité par cristallisation de phosphates de calcium et par apport de calcium	126
3.3.2. Effets du traitement au CaCl <sub>2</sub> et au Na <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> sur les paramètres mécaniques	129
3.3.3. Effets de la saturation unique au CaCl <sub>2</sub> sur les paramètres mécaniques	133
3.4. Notions de bio-traitement	139
3.4.1. Le traitement par MICP : « microbially induced carbonate precipitation »	139
3.4.2. Effets du bio-traitement sur le tuffeau maastrichtien	141
3.5. Conclusions	143
<b>4. QUATRIEME CHAPITRE :</b>	<b>145</b>
4.1. Etude des paramètres principaux	147
4.1.1. Définition de la granulométrie	147
4.1.2. Choix du liant hydraulique routier (LHR)	153
4.1.3. Choix du malaxeur	154
4.2. Formulation en grave traitée au liant hydraulique (GTLH)	157
4.2.1. Détermination des paramètres de densification	157
4.2.2. Réalisation du traitement et influence sur les paramètres de densification	160
4.2.3. Confection des éprouvettes et essais mécaniques	165
4.2.4. Résultats et interprétations	171
4.3. Formulation en sable traité (STLH)	176
4.3.1. Paramètres généraux	176
4.3.2. Traitement, paramètres de densification et confection des éprouvettes	177
4.3.3. Essais de traction indirecte : résultats et interprétations	181
4.4. Substitution dans une formulation de GTLH	187
4.4.1. Définition de la formulation calcaire	187
4.4.2. Paramètres de densification et confection des éprouvettes	190
4.4.3. Essais de traction directe : résultats et interprétations	194

**CONCLUSIONS GENERALES & PERSPECTIVES..... 200**

**REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES..... 204**

## LISTE DES FIGURES

Figure 1.1 : « First American Macadam Road », tableau de Carl Rakeman.....	22
Figure 1.2 : Importance du réseau routier dans le transport des hommes et des marchandises [INSEE] .....	23
Figure 1.3 : Densité surfacique de route en France métropolitaine [IFEN].....	24
Figure 1.4 : Coupe d'une chaussée routière .....	25
Figure 1.5 : Schéma de nomenclature routière [FAURE] .....	26
Figure 1.6 : Schéma de principe illustrant les contraintes subies par une chaussée lors du passage d'un véhicule léger et d'un poids lourd .....	28
Figure 1.7 : Schéma de calcul du trafic cumulé .....	29
Figure 1.8 : Schéma explicitant les efforts induits par une charge roulante dans une chaussée.....	31
Figure 1.9 : Schéma de comparaison du comportement d'une assise souple (a) .....	32
Figure 1.10 : Illustrations de différentes utilisations des granulats en France .....	34
Figure 1.11 : Evolution de la production de granulats de 1940 à 2000 [UNPG] .....	36
Figure 1.12 : Evolution de la production de granulats de 1998 à 2008 [UNICEM 1].....	36
Figure 1.13 : Répartition géographique et production des carrières du Nord - Pas de Calais pour l'année 2007 [DRIRE].....	38
Figure 1.14 : Evolution de la production de granulats des départements Nord et Pas de Calais de 1988 à 2007 [DRIRE].....	39
Figure 1.15 : Matériel utilisé pour les mesures de coefficient Los Angeles (a) et Micro-Deval (b).....	44
Figure 1.16 : Définition de la grosseur et de l'épaisseur d'un granulats [BERTHIER] .....	47
Figure 1.17 : Guides techniques de l'UNICEM et de la CER Champagne Ardenne .....	54
Figure 2.1 : Echelle des temps géologiques de l'Ere Secondaire. ....	61
Figure 2.2 : Carte géologique simplifiée du Nord de la France : forte présence locale de la craie .....	61
Figure 2.3 : Planisphère localisant les deux seuls bassins de craie aux Etats-Unis et en Europe [MORTIMORE 2].....	62

Figure 2.4 : Sédimentation marine actuelle [CARON].....	62
Figure 2.5 : Photo d'une falaise de craie normande : mise en évidence des fissures .....	63
Figure 2.6 : Observations de coccosphères au M.E.B .....	63
Figure 2.7 : Localisation du chantier sur la phase 1 du tracé de la LGV Est .....	66
Figure 2.8 : Traitement de craie sur le chantier de la LGV Est [HENRY] .....	66
Figure 2.9 : Localisation du chantier de l'autoroute A5 .....	67
Figure 2.10 : Vue satellite de l'emprise de la carrière NORMAT .....	70
Figure 2.11 : Blocs issus de la carrière d'Haubourdin : angularité prononcée (a et b).....	72
Figure 2.12 : Observations au M.E.B de la craie d'Haubourdin.....	72
Figure 2.13 : Diffractogramme de la craie d'Haubourdin.....	73
Figure 2.14 : Dispositif de calcimétrie Bernard.....	74
Figure 2.15 : Diffractogramme de la fraction argileuse.....	75
Figure 2.16 : Presse mécanique Zwick® et système d'acquisition de données .....	76
Figure 2.17 : Schéma de principe du système de mesure des propriétés mécaniques [AGOSTINI].....	77
Figure 2.18 : Echantillon de mortier instrumenté à l'aide des colliers de LVDT [AGOSTINI] .	78
Figure 2.19 : Schéma de disposition des jauges de déformation [CHEN] .....	79
Figure 2.20 : Photo d'un échantillon de craie traité en surface et instrumenté .....	79
Figure 2.21 : Comparaison entre les mesures des jauges de déformation et les LVDT .....	80
Figure 2.22 : Photo d'un échantillon de craie après rupture en compression uniaxiale .....	81
Figure 2.23 : Diagramme contrainte /déformation d'un échantillon de craie d'Haubourdin....	81
Figure 2.24 : Diagramme contrainte déformation d'un essai de compression hydrostatique réalisé sur une craie de Lixhe [SCHROEDER] .....	82
Figure 2.25 : Dispositif de mesure de porosité à l'éthanol sous vide.....	83
Figure 2.26 : Porosimètre Micrometrics® AutoPore IV 9500.....	84
Figure 2.27 : Tableau et diagramme de porosimétrie mercure réalisée sur un échantillon de craie d'Haubourdin .....	85
Figure 2.28 : Schéma du dispositif de mesure de perméabilité au gaz [CLAUDOT] .....	86

Figure 2.29 : Résultat d'essai de perméabilité au gaz sur un échantillon de craie d'Haubourdin.....	87
Figure 2.30 : Planche photographique de l'essai d'absorption sur la craie d'Haubourdin.....	88
Figure 2.31 : Enlèvement d'un camion sur un chantier de limon.....	89
Figure 2.32 : Echantillon sous cloche à humidité relative contrôlée.....	90
Figure 2.33 : Effet de la saturation en eau sur la résistance à la compression ( $R_c$ ).....	91
Figure 2.34 : Poinçonnement (a) et solution adaptée (b) aux tests de compression simple ..	92
Figure 2.35 : Influence du temps de saturation sur le « water weakening effect » .....	92
Figure 2.36 : Evolution de la saturation de 4 échantillons en immersion dans de l'eau.....	93
Figure 2.37 : Observations au M.E.B de liaisons entre grains de calcite.....	95
Figure 2.38 : Schéma de la matrice crayeuse contenant les ménisques d'eau physiquement liée .....	96
Figure 2.39 : Schéma des interactions entre particules au sein de la matrice crayeuse.....	96
Figure 3.1 : Epandage (a) et malaxage (b) de la chaux sur un chantier de traitement .....	102
Figure 3.2 : Echantillons prélevés avant ( $t=0$ ) et après injection de $CO_2$ ( $t=2$ et $t=6$ min) [MONTES 2].....	103
Figure 3.3 : Dispositif expérimental de cristallisation de $CaCO_3$ par injection de $CO_2$ .....	103
Figure 3.4 : Diagramme de solubilité du $CO_2$ dans l'eau en fonction de la température .....	104
Figure 3.5 : Observation M.E.B du précipité obtenu par carbonatation du lait de chaux [MONTES 1].....	105
Figure 3.6 : Dispositif expérimental de l'essai de carbonatation en ambiance $CO_2$ .....	106
Figure 3.7 : Dispositif de saturation au lait de chaux sous vide.....	107
Figure 3.8 : Dispositifs utilisés pour l'essai de carbonatation sous pression de $CO_2$ .....	107
Figure 3.9 : Influence de la carbonatation et du temps de maturation sur $R_c$ et $E$ .....	108
Figure 3.10 : Schéma du développement de la carbonatation en ambiance $CO_2$ .....	109
Figure 3.11 : Photographie de la cellule démontée et de l'échantillon après essai.....	111
Figure 3.12 : Schéma du dispositif expérimental d'essai pomécanique drainé (pour les essais à pression de pore variable, on injecte de l'argon en A, le robinet supérieur étant fermé).....	114
Figure 3.13 : Tambour rotatif utilisé pour un essai Los Angeles.....	115
Figure 3.14 : Machine d'essais Micro Deval composée de 4 cylindres rotatifs.....	115



Figure 3.15 : Evolution de la résistance à la rupture de la craie en fonction de la température .....	116
Figure 3.16 : Evolution de la résistance à la rupture de la craie en fonction de la température .....	117
Figure 3.17 : Réponses des échantillons chauffés sous confinement croissant (essai drainé) .....	118
Figure 3.18 : Analyse thermogravimétrique réalisée sur un échantillon de craie.....	121
Figure 3.19 : Observations au M.E.B mettant en évidence des cristaux de calcite .....	122
Figure 3.20 : Photographie du dispositif expérimental d'essai Brinell.....	123
Figure 3.21 : Photographies et résultats des essais Brinell réalisés sur un échantillon de craie .....	124
Figure 3.22 : Ecaillage sur un échantillon ayant subi un chauffage à 600°C .....	124
Figure 3.23 : Figure : Cristaux obtenus durant la saturation dans la solution de $3\text{Na}^+ + \text{PO}_4^{3-}$ .....	127
Figure 3.24 : Figure : Aperçu des dépôts après nettoyage et séchage à 105°C (procédé 1) .....	128
Figure 3.25 : Echantillons en sortie d'étuve à l'issue du procédé de saturation 2.....	128
Figure 3.26 : Résultats des essais de compression uniaxiale en fonction de la provenance .....	129
Figure 3.27 : Minéralogie et observation au M.E.B d'un cristal au sein de la porosité d'un échantillon.....	130
Figure 3.28 : Cartographie minéralogique d'une zone au cœur d'un échantillon traité.....	131
Figure 3.29 : Diagramme de prédominance des couples $\text{H}_3\text{PO}_4/\text{H}_2\text{PO}_4^-$ , $\text{H}_2\text{PO}_4^-/\text{HPO}_4^{2-}$ ....	132
Figure 3.30 : Evolution de la résistance en compression et de la rigidité de la craie en fonction de la concentration en chlorure de calcium .....	133
Figure 3.31 : Schéma du dispositif expérimental de mesure de porosité par injection de gaz .....	134
Figure 3.32 : Photographie d'échantillons traités au $\text{CaCl}_2$ après plusieurs heures de saturation à l'éthanol sous vide .....	136
Figure 3.33 : Evolution de la résistance en compression simple et du module d'Young d'un échantillon de craie traité au $\text{CaCl}_2$ en fonction de la saturation en eau.....	137
Figure 3.34 : Schéma des réactions successives lors d'une MICP [DEJONG] .....	140

Figure 3.35 : Visualisations au M.E.B de la calcification autour des grains de sable (a) et des dépôts aux interfaces (b) .....	140
Figure 4.1 : Photographies d'un lot de craie avant concassage (environ 100kg).....	147
Figure 4.2 : Schématisation de la mécanique de broyage d'un concasseur à mâchoires....	148
Figure 4.3 : Photographie du concasseur utilisé et vue en hauteur des mâchoires.....	149
Figure 4.4 : Fuseau de spécification granulaire pour mélange traité au LHR 2 .....	150
Figure 4.5 : Variation de la compacité en fonction du taux de grains fins et de grains grossiers [DELISLE] .....	151
Figure 4.6 : Courbe granulométrique de la recomposition utilisée pour l'étude en STLH ....	152
Figure 4.7 : Photographies des malaxeurs : « batteur » (a) et « cutter » (b) .....	155
Figure 4.8 : Evolution de la granulométrie en fonction du type de malaxeur utilisé .....	155
Figure 4.9 : Matériel et schéma de principe du compactage par essai Proctor modifié .....	158
Figure 4.10 : Photographie du dispositif expérimental de détermination de l'IPI .....	159
Figure 4.11 : Préparation de la solution de chlorure de calcium et saturation des granulats .....	161
Figure 4.12 : Photographies du 0/20 crayeux après traitement au $\text{CaCl}_2$ .....	162
Figure 4.13 : Courbes Proctor et d'I.P.I du 0/20 naturel .....	163
Figure 4.14 : Courbes Proctor et d'I.P.I du 0/20 traité .....	164
Figure 4.15 : Photographies des étapes de réalisation des mélanges dans un ordre chronologique.....	166
Figure 4.16 : Schéma et photographie du matériel utilisé pour la confection des éprouvettes .....	167
Figure 4.17 : Démoulage d'une éprouvette à l'aide d'un contre-piston.....	168
Figure 4.18 : Dispositif de mesure de déformation lors d'un essai brésilien .....	169
Figure 4.19 : Abaque des classes mécaniques pour mélanges traités au LHR (NF EN 14227-5).....	170
Figure 4.20 : Photographies des éprouvettes des séries G1 et G2 (a), G3 (b) et G4 (c) en sortie d'étui à 28 jours de maturation .....	171
Figure 4.21 : Etats de 3 pâtes de ciment hydratées avec une eau riche en ions chlorures .	174
Figure 4.22 : Positionnement des séries étudiées sur l'abaque de classement.....	175
Figure 4.23 : Analyse granulométrique du 0/5 issu du concassage des blocs de craie .....	176
Figure 4.24 : Courbe granulométrique du 0/5 traité au chlorure de calcium .....	178

Figure 4.25 : Courbes Proctor et d'I.P.I du 0/5 craie naturel .....	179
Figure 4.26 : Abaque des classes mécaniques des sols traités avec les droites d'évolution des performances mécaniques des mélanges [NF EN 14227-10] .....	181
Figure 4.27 : Photographies des éprouvettes des séries S1 (a et b) et S2 (c) en sortie d'étui .....	182
Figure 4.28 : Positionnement des séries étudiées sur l'abaque de classement.....	185
Figure 4.29 : Plan de situation et photographie de la carrière de calcaire « Lemay » .....	187
Figure 4.30 : Courbe granulométrique de la formulation de substitution .....	190
Figure 4.31 : Malaxeur MAP à pale unique.....	190
Figure 4.32 : Courbes Proctor et d'I.P.I de la formulation de substitution.....	191
Figure 4.33 : Schéma et photographie de l'appareil de confection par vibro-compression des mélanges traités au LHR .....	192
Figure 4.34 : Schéma donnant les dimensions d'une éprouvette 16*32cm de type « diablo » .....	193
Figure 4.35 : Schéma de positionnement du cadre d'extensométrie pour la détermination du module d'élasticité en traction directe sur éprouvettes « diabolos ».....	194
Figure 4.36 : Eprouvette « diablo » après collage des casques (a) et mise en place .....	195
Figure 4.37 : Estimation des classes mécaniques de la formulation « Lemay » et de la substitution obtenues à 360 jours sur l'abaque de classement de la norme NF EN 14227-5 .....	198

## LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1.1 : Répartition du réseau routier par type de voie en France métropolitaine [USIRF] .....	23
Tableau 1.2 : Les différents types d'assises de chaussées .....	27
Tableau 1.3 : Tableau des classes de trafic $T_i$ [FAURE].....	29
Tableau 1.4 : Classes de trafic cumulé $TC_i$ [NF P98 082].....	30
Tableau 1.5 : Classement 2008 des régions les plus productrices de granulats (en millions de tonnes) [UNICEM] .....	37
Tableau 1.6 : Production par type de roches et par secteurs de consommation des granulats régionaux pour l'année 2007 [DRIRE] .....	39
Tableau 1.7 : Classification des granulats suivant les caractéristiques intrinsèques ([XP P 18 545] et [EN 13242]) .....	45
Tableau 1.8 : Classification des granulats par granulométrie [EN 13242] .....	46
Tableau 1.9 : Classes de granulats $C_{x/y}$ établies à partir de l'indice de concassage [EN 13242] .....	48
Tableau 1.10 : Classification des gravillons suivant les caractéristiques de fabrication.....	49
Tableau 1.11 : Classification des sables et graves suivant les caractéristiques de fabrication .....	49
Tableau 1.12 : Autres caractéristiques des sables, graves et gravillons ([XP P 18 545] et [EN 13242]) .....	49
Tableau 1.13 : Tableau récapitulatif des spécifications retenues pour l'utilisation de granulats en fonction du trafic et de la couche visée .....	50
Tableau 2.1 : Tableaux nominatifs de quelques roches carbonatées en fonction des teneurs en constituants .....	58
Tableau 2.2 : Classification de Dunham [BIJU DUVAL] .....	59
Tableau 2.3 : Classification de Lord [LORD].....	60
Tableau 2.4 : Conditions d'utilisation des craies R11 en remblai [GTR].....	65
Tableau 2.5 : Résultats d'essais brésiliens sur des carottes de craie traitée en couche de forme.....	68
Tableau 2.6 : Caractérisation GTR de la craie d'Haubourdin [CETE].....	71

Tableau 2.7 : Tableau de classification des matériaux - Classe R [GTR].....	71
Tableau 2.8 : Détermination de la teneur en CaCO <sub>3</sub> de la craie d'Haubourdin.....	74
Tableau 2.9 : Résistance et module de 3 échantillons après 10 cycles imbibition-séchage ..	94
Tableau 3.1 : Influence du couple température / pression et du temps de réaction lors de la carbonatation du lait de chaux [MONTES 1].....	104
Tableau 3.2 : Comparaison des valeurs de Rc d'échantillons traités thermiquement avant et après saturation de 1,5% en eau .....	117
Tableau 3.3 : Résultats des essais LA et MDE sur des échantillons standards et traités thermiquement .....	119
Tableau 3.4 : Evolution du volume poreux d'un échantillon de craie traité au CaCl <sub>2</sub> (200g/L) .....	135
Tableau 3.5 : Influence du traitement sur la résistance, le module et la perméabilité du sable étudié [VAN MEURS] .....	141
Tableau 3.6 : Résultats de la MICP sur les propriétés mécaniques d'un tuffeau.....	142
Tableau 4.1 : Tableau récapitulatif du type de traitement et du nombre d'éprouvettes.....	165
Tableau 4.2 : Masses de mélange à utiliser pour la confection d'une éprouvette en fonction du type de granulat et de la teneur en eau .....	168
Tableau 4.3 : Résultats des essais de traction à 28 jours sur les 4 séries d'éprouvettes de GTLH .....	172
Tableau 4.4 : Résultats des essais de traction à 60 jours sur les 4 séries d'éprouvettes de GTLH .....	173
Tableau 4.5 : Tableau récapitulatif du type de traitement et du nombre d'éprouvettes.....	180
Tableau 4.6 : Résultats des essais de traction à 28 jours sur les 2 séries de sable traité ...	183
Tableau 4.7 : Résultats des essais de traction à 60 jours sur les 2 séries de sable traité ...	184
Tableau 4.8 : Performances mécaniques de la formulation « Lemay » à 60 et 360 jours....	188
Tableau 4.9 : Résultats des essais de traction des éprouvettes testées à 60 jours.....	196

# INTRODUCTION GENERALE

Ces dernières décennies, l'intérêt suscité par le matériau craie n'a cessé de grandir pour diverses raisons (scientifiques, économiques...) dans de nombreux domaines. En génie pétrolier, par exemple, la craie est étudiée en tant que roche réservoir et son comportement particulier fût et est encore au cœur de nombreux programmes de recherche (Projets Européens Pasachalk 1 & 2...).

L'objectif de ce travail de thèse est d'étudier la possibilité d'employer une roche tendre, telle que la craie, en couche d'assise de chaussée routière. Initialement, ce travail devait porter sur une gamme plus large de matériaux (différentes craies et calcaires tendres), cependant, compte tenu de l'importance du programme expérimental et de la durée limitée de ce travail de recherche, nous avons décidé de consacrer cette étude à une unique craie en provenance d'une seule carrière représentative de la région.

La craie, située entre roche et sol, suscite un intérêt particulier dans le monde des travaux publics. En effet, si son usage est relativement bien maîtrisé en vue de la réalisation de remblais ou de couches de forme, il en est tout autrement des couches d'assise de chaussées.

Ce type de matériau est usuellement rejeté car il ne s'insère pas dans les guides normatifs de la profession. Cependant, dans le cadre d'une conception ciblée de chaussée à trafic modéré, il est tout à fait envisageable que la craie trouve sa place, sous une forme "naturelle" ou sous une forme traitée. L'utilisation de ce matériau que l'on trouve en abondance dans certaines régions françaises pauvres en granulats "haut de gamme" (Nord – Pas de Calais, Champagne...), pourrait alors palier un certain manque, participer à la préservation des ressources naturelles et éviter frais et pollution générés par un approvisionnement lointain.

Ce travail de thèse s'inscrit dans le cadre d'une convention CIFRE passée entre le laboratoire de Génie Civil de l'Ecole Centrale de Lille et la Délégation Technique Nord de la société EUROVIA, filiale du groupe VINCI et leader européen des travaux publics.

Dépassant un rôle traditionnel d'exécution, la société EUROVIA a développé une nouvelle approche de ses activités, intégrant plus de valeur ajoutée et de technique, afin de répondre aux nouveaux besoins exprimés par ses clients et par les usagers de la route. La préservation de l'environnement et la sécurisation des infrastructures routières sont notamment au cœur de ses programmes de Recherche & Développement.

Ces travaux de recherches s'insèrent donc dans une politique plus générale du groupe qui a su, à l'aide de nombreux procédés techniques innovants (Recyclovia®, Autocan®, Scorgrave®...), intégrer le développement durable au cœur de ses préoccupations.

Ce mémoire de thèse s'articule en quatre parties explicitées ici :

- la première partie pose les bases du vocabulaire routier en expliquant des notions simples mais néanmoins nécessaires pour la bonne compréhension du travail comme les notions de route, de granulats ou encore de fatigue de chaussée. Ce chapitre fait également un état des lieux sur la consommation des granulats à l'échelle nationale et régionale ainsi que sur le cadre normatif qui entoure les projets routiers.
- la deuxième partie est consacrée à la craie d'un point de vue général et à la caractérisation minéralogique, mécanique et hydraulique de la craie d'Haubourdin. L'accent est mis sur la description et sur la compréhension du comportement particulier de la craie en comparant les états sec et saturé de ce matériau afin de mettre en évidence et de comprendre l'interaction fluide / solide ;
- la troisième partie porte sur les recherches expérimentales effectuées sur le matériau brut afin d'en améliorer les propriétés mécaniques. Des traitements physico-chimiques expérimentés sur la craie au laboratoire de l'Ecole Centrale de Lille sont décrits et analysés afin de souligner l'impact de chacun sur les caractéristiques mécaniques de la craie ;
- enfin, la quatrième partie de ce mémoire présente différentes formulations de craie traitée aux liants hydrauliques. Leurs performances mécaniques sont testées au moyen d'essais de traction, essais classiques du domaine routier. Dans cette partie, l'effet des liants hydrauliques est combiné à un traitement préalablement réalisé sur le matériau et étudié dans le chapitre précédent. Ceci afin de mettre en évidence la compatibilité ou non des deux procédés. Enfin les résultats d'une substitution de craie dans une formulation calcaire sont également présentés.

Ce travail a donc pour ambition, de permettre une meilleure compréhension du comportement de la craie en utilisant notamment des outils originaux pour les professionnels de la route comme les essais poro-mécaniques, et de dégager des pistes pouvant mener à de nouveaux traitements. Tout cela dans le but d'utiliser la craie de manière plus systématique dans la réalisation d'assise de chaussées routières à faible trafic afin de préserver d'autres sources de granulats.

# **1. PREMIER CHAPITRE :**

## **La route, les granulats et les normes**



## INTRODUCTION

Ce premier chapitre, essentiellement bibliographique, est dédié à la présentation du domaine routier et du contexte général de notre travail de recherche. Il est composé de trois parties où sont abordés successivement les thèmes de la route, des granulats et des normes encadrant la technique routière.

La première partie de ce chapitre pose ainsi les bases de la notion de chaussée routière et redéfinit les sollicitations que subissent les routes. Cela permet notamment de faire un point sur l'état actuel du réseau routier français, tout en expliquant les conditions d'emploi en service des matériaux concernés par nos recherches.

Dans la deuxième partie, un état des lieux sur la consommation des granulats à l'échelle nationale et régionale est dressé. Cette partie a deux objectifs principaux : tout d'abord poser le cadre économique lié aux infrastructures routières et aux ressources minières ; et ensuite mettre en avant la problématique majeure de l'épuisement des ressources naturelles en granulats et tout en décrivant les actions envisagées pour les préserver.

Enfin, la troisième partie détaille le cadre normatif régissant l'emploi des granulats et les modalités techniques de réalisation des chaussées routières. Ce rappel des références normatives existantes à l'échelle européenne (normes) et nationales (guides techniques) permet de voir que malgré des exigences assez élevées, certains textes officiels laissent entrouverte la porte aux matériaux comportant des performances limitées.

## 1.1. Route et structure routière

La technique routière étant au cœur de ce travail de recherche, il convient de débiter ce mémoire en définissant clairement la notion de route. Pour cela, rappelons ce qu'est une chaussée routière.

### 1.1.1. Rappel historique et définition de la notion de route

#### a) Rappel historique

Depuis toujours, les hommes ont eu besoin de circuler et de transporter des marchandises. Initialement, les premières routes étaient des pistes qui différaient très peu des terres avoisinantes. Facilement utilisables par beau temps, ces pistes devenaient rapidement impraticables lors d'intempéries et se transformaient alors en chemins boueux et dangereux.

L'idée de mettre en place sur le sol de la pierre, moins réactive avec l'eau, est alors apparue et s'est très vite développée. De nos jours, des vestiges de nombreuses voies romaines telles la Via Appia ou la Via Aurelia en Italie sont encore là pour en témoigner.

Au fil des siècles, de nombreuses innovations techniques sont apparues notamment celle de l'empierrement par couches successives à granulométrie décroissante, développée par John Loudon MacAdam et qui fut utilisée en France dans les années 1850.

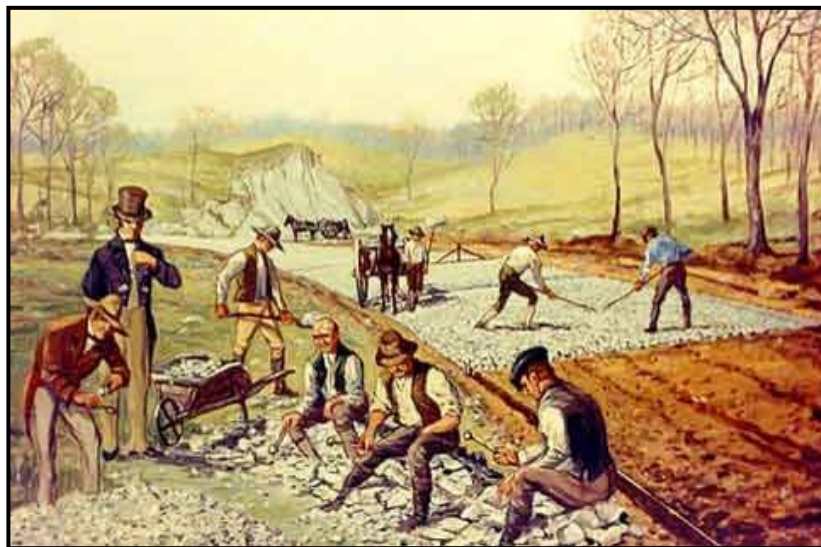


Figure 1.1 : « First American Macadam Road », tableau de Carl Rakeman

Les premiers problèmes de poinçonnement et de nids de poule coïncidèrent avec le développement des premiers engins lourds au début du XX<sup>ème</sup> siècle. La nécessité de mettre en place des chaussées plus adaptées au chargement qu'elles recevaient a donc abouti au développement de techniques de traitement de sols et de matériaux ainsi qu'à l'apparition des liants hydrauliques routiers.

Ainsi, le besoin de créer un écran entre les charges (piétons, véhicules...) et le sol est une préoccupation qui a toujours existé et qui est encore d'actualité. La chaussée routière est cet écran qui n'a cessé de se développer au fil des années.

Après ce bref rappel historique introductif, intéressons-nous au réseau routier français.

b) Le réseau routier français

Le ministère de l'Écologie, de l'Énergie, du Développement durable et de la Mer estime au 1<sup>er</sup> janvier 2008 le réseau routier français à environ 1 million de kilomètres répartis comme suit :

Type de voie	Longueur (km)
Autoroutes	10 891
Routes nationales	9 747
Routes départementales	377 377
Voies communales	628 987
<b>TOTAL</b>	<b>1 027 002</b>

Tableau 1.1 : Répartition du réseau routier par type de voie en France métropolitaine [USIRF]

La figure 1.2 résume des données de l'INSEE et montre que la route reste le réseau privilégié concernant le transport des hommes et des marchandises.

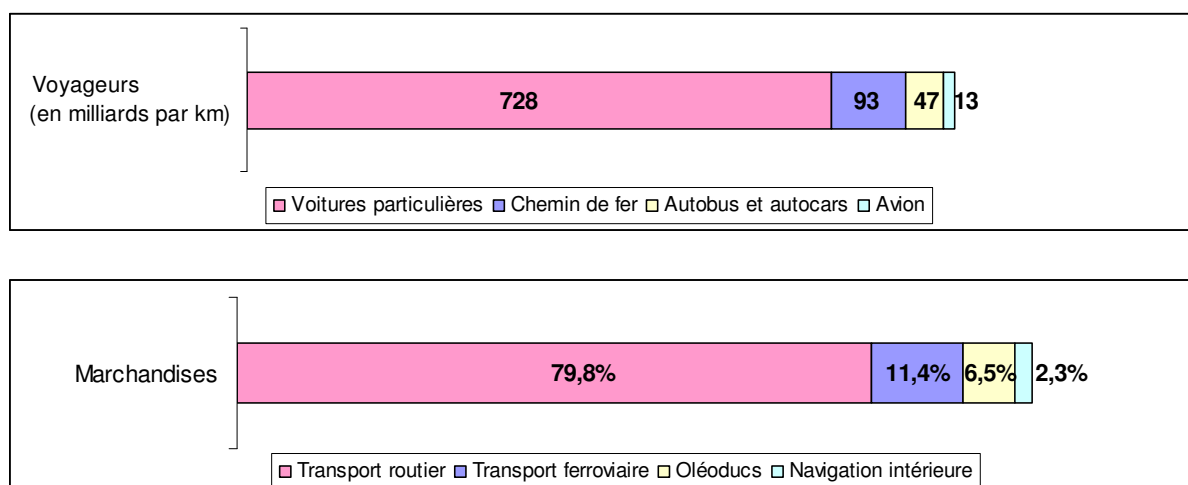


Figure 1.2 : Importance du réseau routier dans le transport des hommes et des marchandises [INSEE]

Même si de nombreux efforts sont mis en œuvre par les politiques pour désengorger le réseau routier national via la création de nouvelles voies navigables ou encore la promotion du transport ferroviaire, la route reste un réseau stratégique dont l'avantage principal est de desservir l'ensemble du territoire national de manière assez équitable comme le montre la figure suivante :

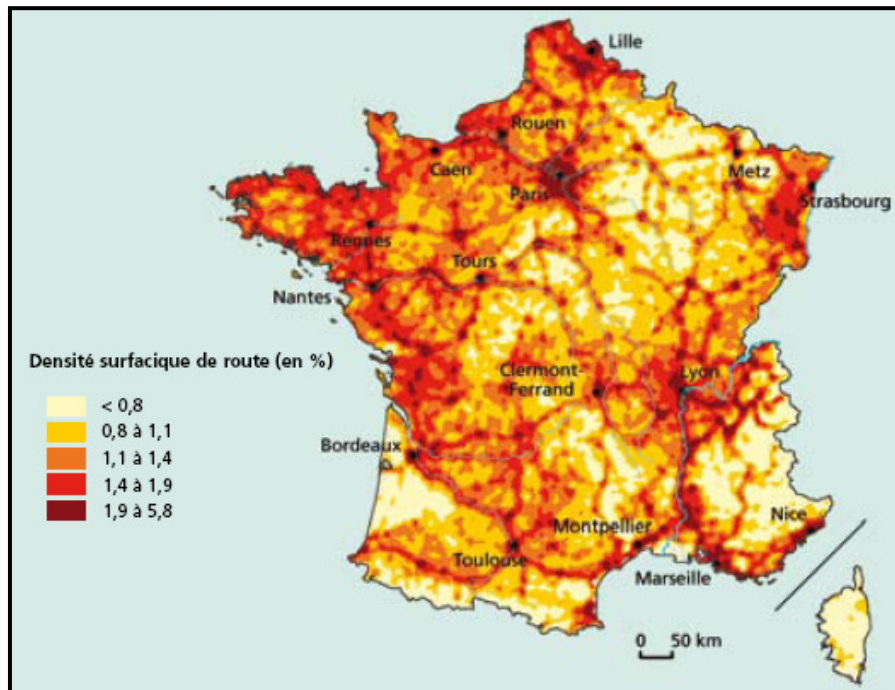


Figure 1.3 : Densité surfacique de route en France métropolitaine [IFEN]

Après avoir vu l'importance du réseau routier à l'échelle nationale, intéressons-nous de plus près à la route en elle-même.

### c) La chaussée routière

Les ouvrages classiques du domaine routier ([FAURE], [MAILLOT]) s'accordent pour définir la chaussée routière comme étant une structure multicouche plane conçue et dimensionnée pour :

- garantir l'écoulement du trafic dans de bonnes conditions de sécurité et de confort pour les usagers ;
- assurer cette fonction sur une période de service minimale fixée dès l'avant-projet.

La figure 1.4 ci dessous représente une coupe de chaussée routière et met en évidence les multiples couches qui la composent :

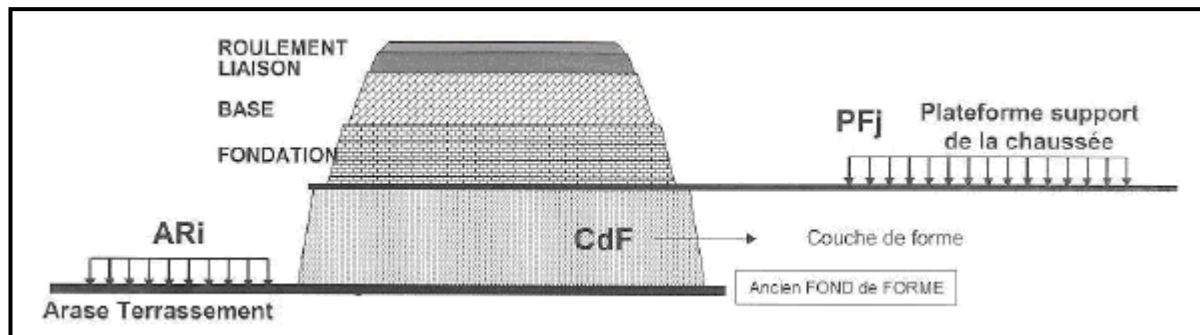


Figure 1.4 : Coupe d'une chaussée routière

En considérant la surface supérieure du terrassement (appelée arase) comme étant le niveau bas de la chaussée routière, cinq couches se superposent pour constituer la chaussée : premièrement la couche de forme, ensuite l'ensemble couche de base / couche de fondation qui constitue l'assise de chaussée et enfin le duo couche de liaison / couche de roulement. Chacune de ces couches possède un rôle particulier :

- la couche de forme : à court terme, la couche de forme doit assurer la traficabilité des engins qui approvisionnent en matériaux les couches supérieures pendant la durée des chantiers. Elle doit également permettre le compactage efficace de la couche de fondation et assurer la protection de l'arase de terrassement vis-à-vis des agents climatiques dans l'attente de la réalisation du corps de la chaussée. À long terme, elle doit permettre d'homogénéiser la portance du support pour concevoir des chaussées d'épaisseur constante et de maintenir dans le temps, en dépit des fluctuations de l'état hydrique des sols supports sensibles à l'eau, une portance minimale pouvant être estimée avec une précision suffisante au stade du dimensionnement de la structure de chaussée
- la couche d'assise : l'assise de chaussée est généralement constituée de deux couches : la couche de fondation surmontée de la couche de base. Ces deux couches apportent à la chaussée la résistance mécanique nécessaire afin de subir les charges induites par le trafic. Elles répartissent les pressions sur le sol support pour pouvoir maintenir les déformations dans des limites admissibles. Pour les chaussées à faible trafic, le rôle de la couche de fondation peut être assuré par un traitement du sol en place.

- la couche de surface : la couche de surface est également constituée de deux couches, la couche de liaison et la couche de roulement. Cette dernière est la couche supérieure de la structure de chaussée sur laquelle s'exercent directement les agressions du trafic et du climat. Quant à la couche de liaison, elle permet, comme son nom l'indique, de lier la couche de roulement à la couche d'assise.

L'ensemble couche d'assise et couche de surface est parfois repris sous le nom de corps de chaussée. La figure 1.5 [FAURE] synthétise de manière schématique les ensembles de couches.

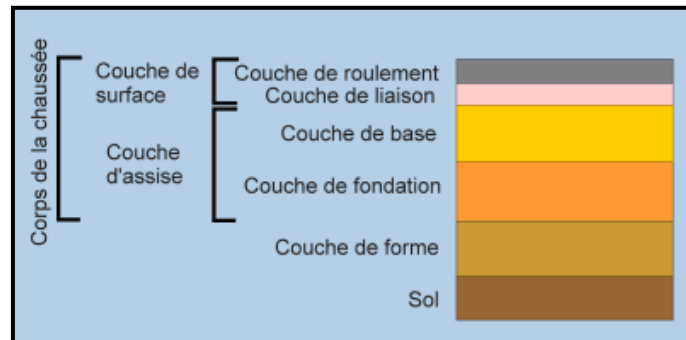


Figure 1.5 : Schéma de nomenclature routière [FAURE]

Ce travail de thèse portant sur la valorisation de la craie en couche d'assise de chaussée, il est nécessaire de préciser qu'il existe 6 déclinaisons de cette couche dans les chaussées routières, chacune ayant une composition et une manière de répartir les charges particulières comme nous le verrons par la suite.

Le tableau suivant [DONGMO] reprend les compositions de chacune des assises :

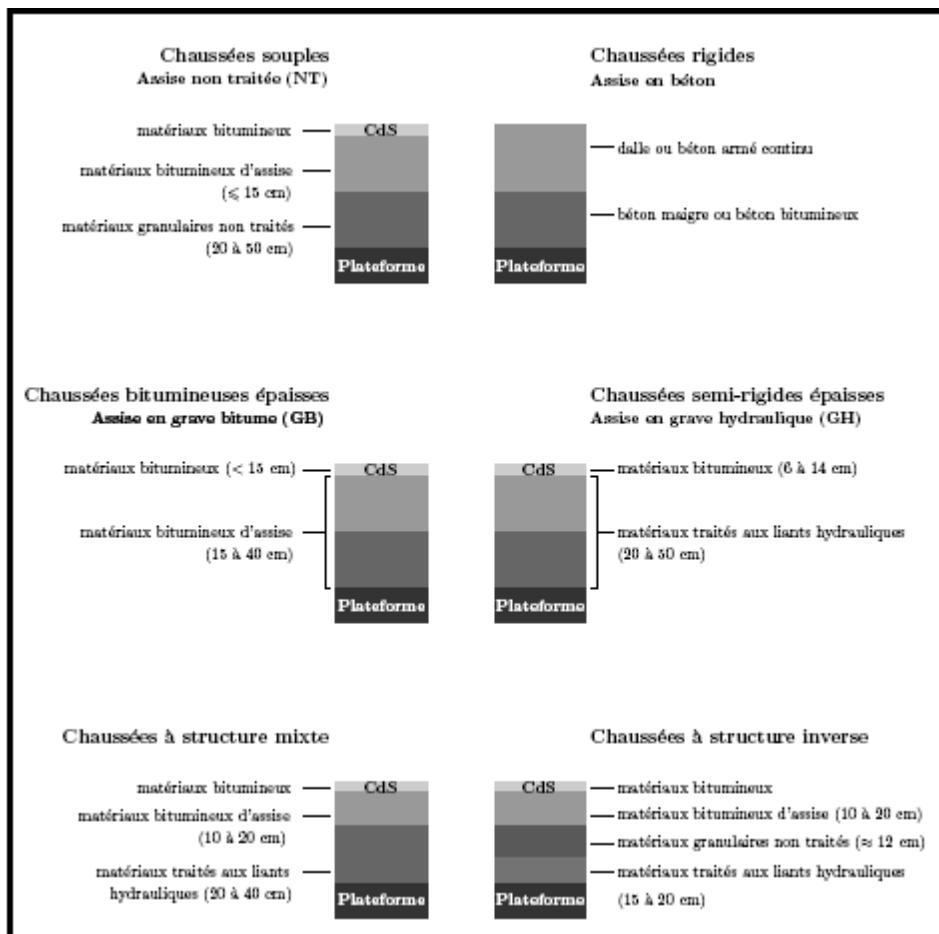


Tableau 1.2 : Les différents types d'assises de chaussées

Maintenant que nous venons de définir plus précisément ce qu'est une chaussée routière et comment elle est structurée, intéressons-nous aux sollicitations qui lui sont appliquées.

### 1.1.2. Chargement et trafic

#### a) Chargement

Les notions de chargement et de trafic sont intimement liées dans la conception des chaussées routières. Il convient donc de les définir clairement afin de mieux comprendre par la suite les sollicitations subies par la route.

Le chargement pris en compte lors de la conception des chaussées routières est celui du trafic poids lourd (PL). La norme française [NF P98 082] définit le poids lourd comme étant un véhicule dont la somme des poids des essieux est supérieure ou égal à 3,5 tonnes (ceci revenant à dire que le poids total autorisé en charge est d'au moins 3,5 tonnes).

Traditionnellement il est établi, en terme d'endommagement de la chaussée, que le passage d'un poids lourd à essieu de référence (essieu isolé à roues jumelées de 13 tonnes) équivaut au passage d'un million de véhicules légers (cf. figure suivante). C'est pour cette raison que le dimensionnement des chaussées se fait par l'estimation du trafic poids lourd.

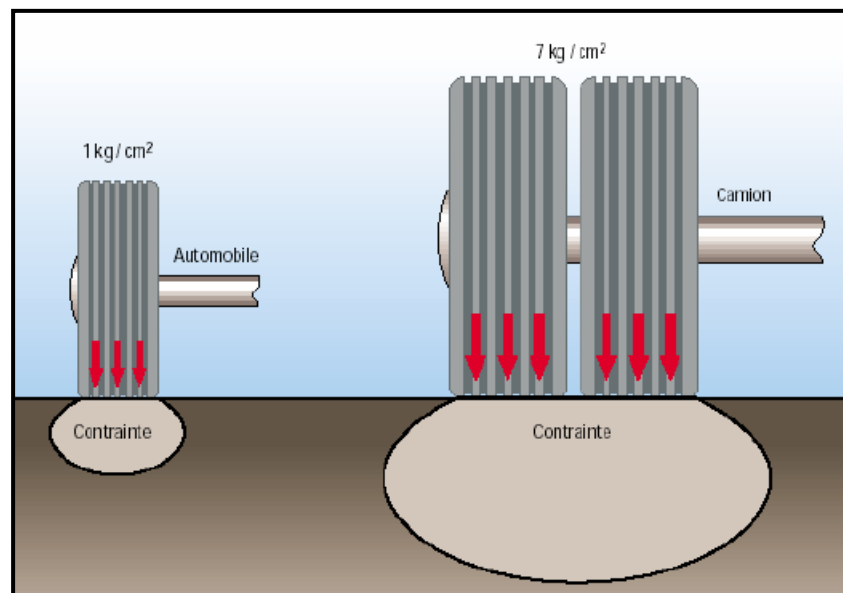


Figure 1.6 : Schéma de principe illustrant les contraintes subies par une chaussée lors du passage d'un véhicule léger et d'un poids lourd

Des charges supplémentaires liées aux effets dynamiques (virages et freinage par exemple) existent également et conduisent parfois à multiplier par 2 les efforts subis par la chaussée. Cependant, ces surcharges sont prises en compte via des coefficients de sécurité dans les méthodes de dimensionnement.



## b) Trafic

Ainsi, la connaissance du trafic PL est une information déterminante pour le choix des matériaux constitutifs de la chaussée. Plus le trafic est important, plus les résistances demandées aux granulats seront élevées.

Pour définir le trafic, on se réfère alors à une série de classes normalisées [NF P98 082] allant de T5 à TEX, T5 correspondant au plus faible trafic.

La notion de trafic  $T_i$  est déterminée à partir du trafic PL par sens de circulation, compté en moyenne journalière annuelle (MJA) pour la voie la plus chargée à l'année de mise en service. Le trafic MJA se compte en poids lourd par jour (PL/J).

Le classement suivant est utilisé pour le choix des caractéristiques géométriques de la route et des matériaux qui constitueront les chaussées :

Classe	T5	T4	T3-	T3+	T2-	T2+	T1-	T1+	T0-	T0+	TS-	TS+	TEX
Trafic MJA (PL/J)	0 à 25	25 à 50	50 à 85	85 à 150	150 à 200	200 à 300	300 à 500	500 à 750	750 à 1200	1200 à 2000	2000 à 3000	3000 à 5000	> 5000

Tableau 1.3 : Tableau des classes de trafic  $T_i$  [FAURE]

Pour ce qui est du dimensionnement, les guides techniques actuels considèrent une seconde méthode de comptabilité par cumulation du trafic sur l'ensemble de la durée de vie de la chaussée. On ne parle alors non plus de classe de trafic  $T_i$  mais de classe de trafic cumulé :  $TC_i$ .

Pour les chaussées les plus courantes, le calcul du trafic cumulé s'effectue sur une durée de vie estimée à 20 ans mais celle-ci peut être poussée à 30 ans lorsque l'on dimensionne des chaussées à fort trafic. Le calcul le plus simple se base sur un taux d'accroissement linéaire du trafic pendant la durée de vie. La figure suivante explicite le calcul du trafic cumulé :

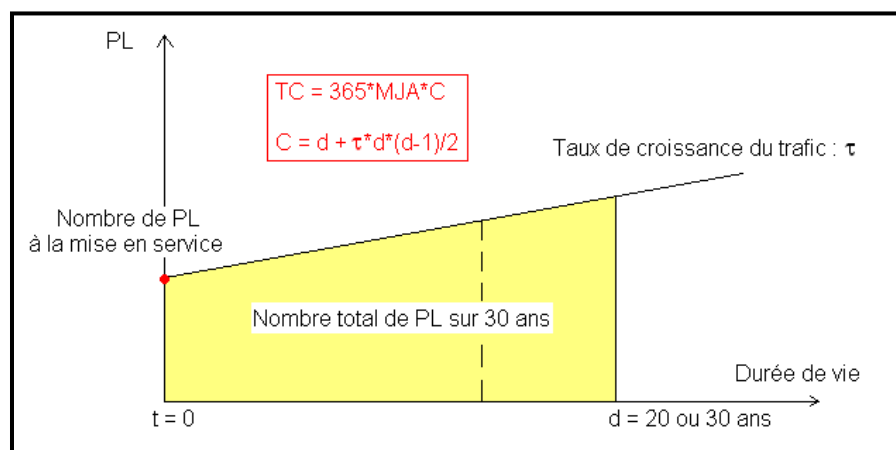


Figure 1.7 : Schéma de calcul du trafic cumulé

Le trafic cumulé s'exprime en millions de poids lourds (cumulés sur une période de « d » années). On retient alors les classes suivantes :

Classes	TC1	TC2	TC3	TC4	TC5	TC6	TC7	TC8
Trafic (en millions de PL)	0 à 0,2	0,2 à 0,5	0,5 à 1,5	1,5 à 2,5	2,5 à 6,5	6,5 à 17,5	17,5 à 43,5	> 43,5

*Tableau 1.4 : Classes de trafic cumulé TCi [NF P98 082]*

Maintenant que nous avons défini les charges pouvant s'appliquer sur une chaussée routière classique, voyons à présent quels sont les effets de tels chargements d'un point de vue mécanique.

### 1.1.3. Fatigue et sollicitations

Dimensionner une chaussée pour une durée de vie de « d » années sous un trafic cumulé revient à déterminer les épaisseurs de matériaux à mettre en place sur un sol support afin de respecter 2 conditions essentielles : les déformations du sol support et des matériaux utilisés doivent être inférieures à leurs déformations admissibles.

En effet, le passage répété des véhicules provoque trois types de dégradations principales :

- de l'usure superficielle ;
- de l'orniérage dû aux contraintes verticales et des déformations permanentes ;
- et une fatigue des couches due aux effets de chargements/déchargements.

Ainsi, en imposant des limites de déformations au sol support et aux matériaux utilisés dans la chaussée, on assure une certaine qualité à la structure pendant toute sa durée de vie.

Classiquement, la présence d'une charge roulante provoque une flexion des couches constituantes de la chaussée. Cette déformation répétée implique des efforts de compression au droit de la charge et des efforts de traction au niveau des interfaces entre les couches comme l'illustre la figure suivante :

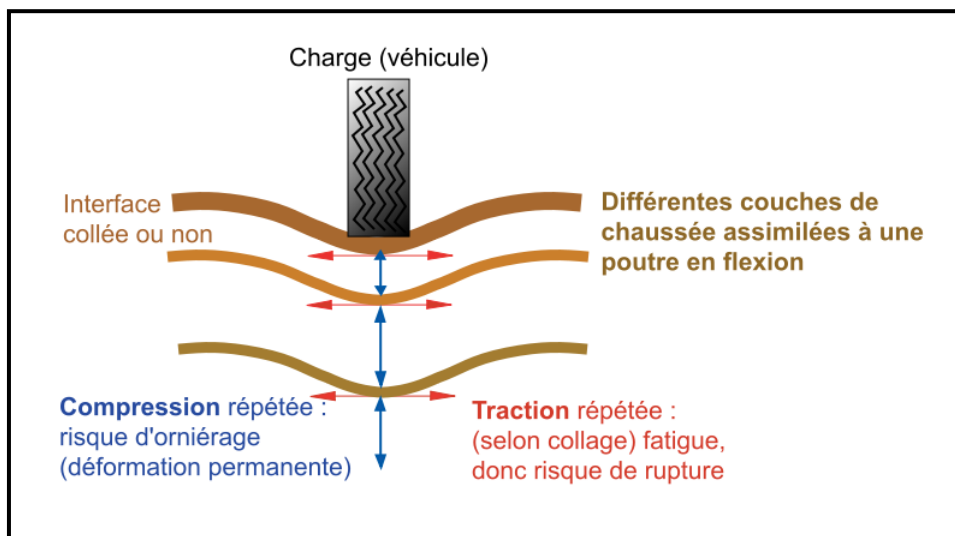
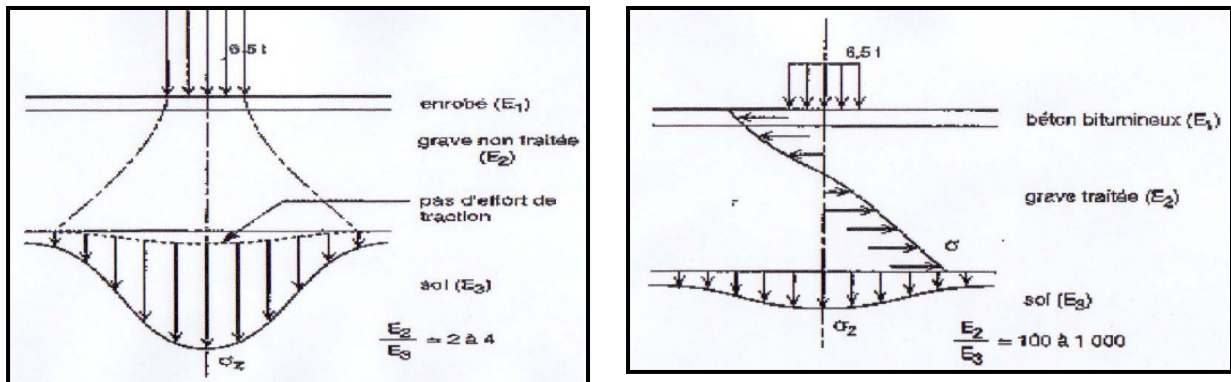


Figure 1.8 : Schéma explicitant les efforts induits par une charge roulante dans une chaussée

Suivant le type de chaussée mis en place (souple, semi-rigide, rigide), les efforts au sein de la structure vont se répartir différemment. Par souci de clarté, nous n'évoquerons ici que le cas particulier des assises traitées aux liants hydrauliques puisque c'est vers ce type d'usage (classique pour les routes à trafic modéré) que nous chercherons à valoriser la craie.

Dans le cas des assises traitées, l'utilisation d'un liant hydraulique permet d'augmenter considérablement la rigidité de la couche. Cette augmentation de performance implique une répartition plus homogène des efforts sur la chaussée par comparaison à une assise souple où les granulats ne sont pas traités.



(a)

(b)

Figure 1.9 : Schéma de comparaison du comportement d'une assise souple (a) et d'une assise traitée (b)

En effet, on constate que dans une couche non traitée, les granulats ne sont pas liés mais indépendants les uns des autres. La répartition de la charge se fait donc de manière non uniforme et on retrouve un effort de compression important au droit de la charge au niveau de la plateforme support (cf. figure 1.9.a).

Dans le cas de l'assise traitée, la forte atténuation des efforts verticaux (compression) est compensée par d'importants efforts de traction par flexion au niveau inférieure de l'assise (cf. figure 1.9.b).

La répétition d'une telle sollicitation fatigue donc la structure qui fissure malgré le fait que les contraintes générées ne dépassent pas la contrainte admissible des matériaux utilisés.

Ce sont finalement ces deux points qui s'avèrent être décisifs pour le dimensionnement de l'assise d'une chaussée traitée : la résistance à la traction et le comportement à la fatigue.

Comme nous venons de le voir au travers de ce premier paragraphe, la structure d'une chaussée routière peut parfois être complexe et doit subir d'importantes sollicitations sur des périodes de temps pouvant aller jusqu'à 30 ans dans certains cas.

Les matériaux utilisés pour la réalisation des chaussées doivent donc être soigneusement choisis en fonction des disponibilités locales et de leurs paramètres mécaniques. Nous allons donc nous intéresser dans le paragraphe suivant aux granulats de manière plus précise.

## 1.2. Les granulats

Mal connus du grand public, les granulats sont la deuxième matière première la plus consommée dans le monde après l'eau. Chaque année, on utilise en France plus de 400 millions de tonnes de granulats, ce qui représente par habitant, une consommation de 16 kg par jour [SGM]. Intéressons-nous donc, dans ce paragraphe, à les définir et à situer leur contexte de consommation à différentes échelles.

### 1.2.1. Définition et répartition géographique

#### a) Définition

On appelle « granulats » des matériaux qui se présentent sous forme de grains dont la taille est comprise entre 0 et 90mm. Ces matériaux ont diverses origines :

- ils peuvent exister à l'état naturel (à terre ou en mer) dans des gisements qui fournissent un produit directement exploitable après un simple lavage et un criblage;
- ils peuvent également être produits par concassage de roches massives exploitées dans des carrières ;
- ils peuvent enfin avoir d'autres origines, principalement de la filière du recyclage (mâchefers, produits de démolition, déchets divers).

Ainsi, les granulats sont dits :

- « naturels », lorsqu'ils proviennent de roches meubles (i.e avec peu de cohésion) ou de roches massives (i.e avec une très forte cohésion) et qu'ils ne subissent aucun traitement autre que mécanique ;
- « artificiels », lorsqu'ils proviennent de la transformation mécanique et thermique de roches ou de minerais ;
- et « recyclés », lorsqu'ils proviennent de la démolition d'ouvrages ou lorsqu'ils sont réutilisés.

On désigne généralement les granulats par la plus petite et la plus grande dimension du mélange sous la forme d/D, l'intervalle d/D étant appelé classe granulaire.

La détermination de la granularité (distribution dimensionnelle des grains du granulat) s'effectue par analyse granulométrique (tamisage ou vidéo-granulométrie).

On distingue en technique routière les classes granulaires suivantes [XP P 18 545] :

- les fines 0/D où  $D \leq 0,063\text{mm}$  ;
- les fillers 0/D où  $D < 2\text{mm}$  avec au moins 70% de passant à 0,063mm ;
- les sables 0/D où  $D \leq 6,3\text{mm}$  ;
- les graves 0/D où  $6,3 < D < 90\text{mm}$  ;
- et enfin, les gravillons d/D où  $d \geq 1\text{mm}$  et  $2 < D \leq 90\text{mm}$ .

Les granulats sont principalement utilisés dans le bâtiment et les travaux publics comme matériaux de base pour la construction. Ils servent notamment à la confection des mortiers, des bétons, des couches de chaussées routières, des voies ferrées, des remblais, et plus généralement à tous les travaux de génie civil.

Ils servent également en amendement agricole ou pour la gestion de l'érosion côtière qui sont des utilisations moins traditionnelles et moins connues en France.



*Figure 1.10 : Illustrations de différentes utilisations des granulats en France*

A chacun de ces usages correspondent des spécifications particulières, décrites par des normes. Comme nous le verrons dans le paragraphe suivant, les propriétés des granulats dépendent, entre autres, de leurs caractéristiques dimensionnelles (granularité, surface spécifique, angularité des grains), physico-mécaniques (résistance à la contrainte, angle de frottement) et chimiques (composition minéralogique, teneur en impuretés).

#### b) Répartition géographique

Les gisements de matériaux sont répartis sur tout le territoire national. Certaines régions de France sont cependant parfois plus riches que d'autres concernant certains produits particuliers. On trouve ainsi plus particulièrement :

- les alluvions glaciaires (sables et graviers) dans les anciennes moraines des glaciers des Alpes ou des Pyrénées ;
- les sables et graviers alluvionnaires fluviaux dans les bassins des principaux fleuves (Seine, Rhin et Moselle, Rhône et Saône, Adour et Garonne, Loire) ;
- les sables, graviers et galets du littoral dans les deltas, les dunes, les cordons littoraux et les plages. Souvent situés dans des zones sensibles ou protégées, ils sont cependant rarement exploités ;
- les couches de sables et sablons, roches sédimentaires non consolidées déposées il y a des millions d'années, dans la région de Fontainebleau et en Touraine ;

- les roches sédimentaires consolidées telles que les calcaires ou les grès dans les bassins sédimentaires (Bassin Parisien, Bassin Aquitain), dans les régions montagneuses (Jura, Provence, Ardennes, Alpes, Pyrénées, ...) ainsi que dans les plaines (Flandres, Champagne);
- les roches métamorphiques dures, telles que les quartz et les gneiss dans les massifs montagneux anciens où elles sont exploitées (Vosges, Massif Armoricaïn, Massif Central, Estérel, Corse) ;
- les roches volcaniques récentes (basalte...) dans la zone de volcanisme récent du Massif Central ;
- et enfin, les matériaux de recyclage sur tout le territoire, mais plus particulièrement près des zones urbanisées (matériaux de démolition) ou les bassins industriels (sous-produits de l'industrie).

### c) Gestion de la ressource

La gestion de la ressource française en granulats se fait principalement via le Schéma Départemental des Carrières (SDC). Cet outil, piloté par les Directions Régionales de l'Industrie, la Recherche et l'Environnement (DRIRE), a pour objectif de rapprocher à l'échelle du département les ressources disponibles et les besoins. Cela permet notamment de minimiser les transports terrestres coûteux d'un point de vue économique, énergétique et environnemental.

Le dispositif SDC permet ainsi de réaliser un recensement département par département des besoins en matière de granulats pour leurs utilisations terrestres qui couvre tout le territoire français. Ce dispositif très intéressant permet de créer une certaine cohésion entre les régions en terme de gestion de la ressource en granulats. Cependant, cet outil présente certaines limites qui nécessitent des adaptations.

En effet, l'échelle départementale semble être inappropriée puisqu'il existe parfois quelques incohérences en termes de frontières géographiques départementales et même régionales. De plus, il est difficile pour des départements pauvres en granulats utilisables, de s'insérer dans ces schémas car les ressources sont parfois très faibles et nécessitent donc un approvisionnement très lointain. Enfin, les SDC favorisent naturellement le choix du transport routier pour l'acheminement des granulats vers les lieux de consommation alors que d'autres moyens de transport peuvent parfois être plus adaptés (transport ferroviaire ou fluvial).

Les SDC sont donc des instruments certes nécessaires, mais qui méritent d'être mieux adaptés aux problèmes actuels de gestion des ressources comme nous allons le voir dans le paragraphe suivant.

## 1.2.2. Etat des lieux sur la consommation des granulats

### a) Etat des lieux à l'échelle nationale

La consommation nationale de granulats a connu une importante augmentation depuis l'après guerre. La reconstruction du pays explique en partie la croissance phénoménale de ce secteur mais le fort développement de l'immobilier et des infrastructures de transport connu ces dernières années, a renforcé ce phénomène.

Ainsi, la production de granulats dans les années 1940 a été multipliée par 8 en une cinquantaine d'années pour avoisiner, depuis 1990, les 400 millions de tonnes annuelles. Ce chiffre a quasiment peu évolué depuis, comme le montrent les graphiques suivants :

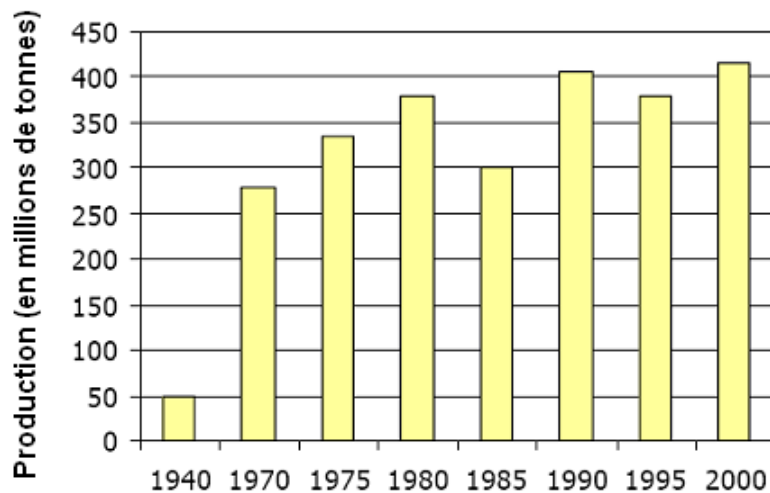


Figure 1.11 : Evolution de la production de granulats de 1940 à 2000 [UNPG]

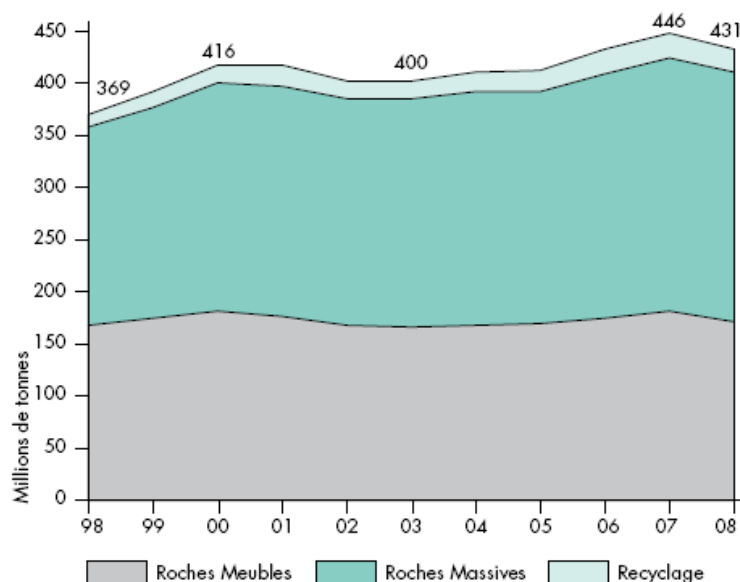


Figure 1.12 : Evolution de la production de granulats de 1998 à 2008 [UNICEM 1]



Ajoutons également que la France importe un peu plus de matériaux que ce qu'elle vend à l'étranger, avec un taux d'exportation de 8 millions de tonnes et une importation de l'ordre de 11 millions de tonnes. Ces données témoignent déjà d'un manque général de matière à l'échelle nationale.

Contrairement aux idées reçues, c'est le domaine de la route qui est le principal destinataire de cette production. En effet, avec environ 50% de la production totale, ce domaine surpasse largement celui du bâtiment, qui est destinataire d'environ 20% de la production restante [UNICEM 1].

La région Rhône-Alpes est celle qui produit le plus de granulats à l'échelle nationale avec, en 2008, environ 11% de la production totale. Elle est suivie de près par la région Pays de la Loire avec 10,5% de la production nationale et dont la production de granulats issus de roches massives et de produits recyclés est plus importante.

Avec 4,5% de la production nationale, la région Nord - Pas de Calais se situe, elle, à la 10<sup>ème</sup> place de ce classement présenté en figure suivante :

		R. meubles	R. massives	Recycl.	TOTAL
1	RHÔNE-ALPES	31,4	13,8	2,7	47,9
2	PAYS DE LOIRE	12,2	33,5 ...		45,7
3	BRETAGNE	3,3	27,1 ...		30,4
4	PROVENCE	10,0	19,9 ...		29,9
5	MIDI-PYRÉNÉES	14,4	11,5	0,7	26,6
6	POITOU-CHARENTES	5,6	18,0 ...		23,6
7	AQUITAINE	12,8	9,7 ...		22,5
8	ALSACE	17,5	0,6	1,8	19,9
9	LANGUEDOC	3,3	16,4 ...		19,7
10	NORD	1,2	12,8	5,4	19,4
11	BOURGOGNE	4,7	11,9 ...		16,6
12	BASSE-NORMANDIE	2,5	14,0 ...		16,5
13	FRANCHE-COMTÉ	2,2	13,9 ...		16,1
14	ÎLE-DE-FRANCE	9,9	1,9	4,3	16,1
15	LORRAINE	6,4	6,4	3,0	15,8
16	CENTRE	7,4	8,2 ...		15,6
17	AUVERGNE	2,9	9,4 ...		12,3
18	CHAMPAGNE	5,8	5,5 ...		11,3
19	HAUTE-NORMANDIE	9,3	... 0,4		9,7
20	PICARDIE	7,4	0,7...		8,1
21	LIMOUSIN	0,5	5,0		5,5
22	CORSE	0,8	1,0		1,8

Tableau 1.5 :Classement 2008 des régions les plus productrices de granulats (en millions de tonnes)  
[UNICEM]

b) Etat des lieux à l'échelle régionale

Comme nous venons de le voir, la région Nord – Pas de Calais se situe en milieu de classement au niveau national, avec une production en 2008 de 19,4 millions de tonnes soit un peu plus que la moyenne nationale (15,5 millions de tonnes).

La répartition des différentes carrières de la région ainsi que leur production respective sont donnés par la figure suivante issue du rapport de la DRIRE du Nord – Pas de Calais pour l'année 2007 [DRIRE]. On en dénombre 302 à la rentrée 2010.

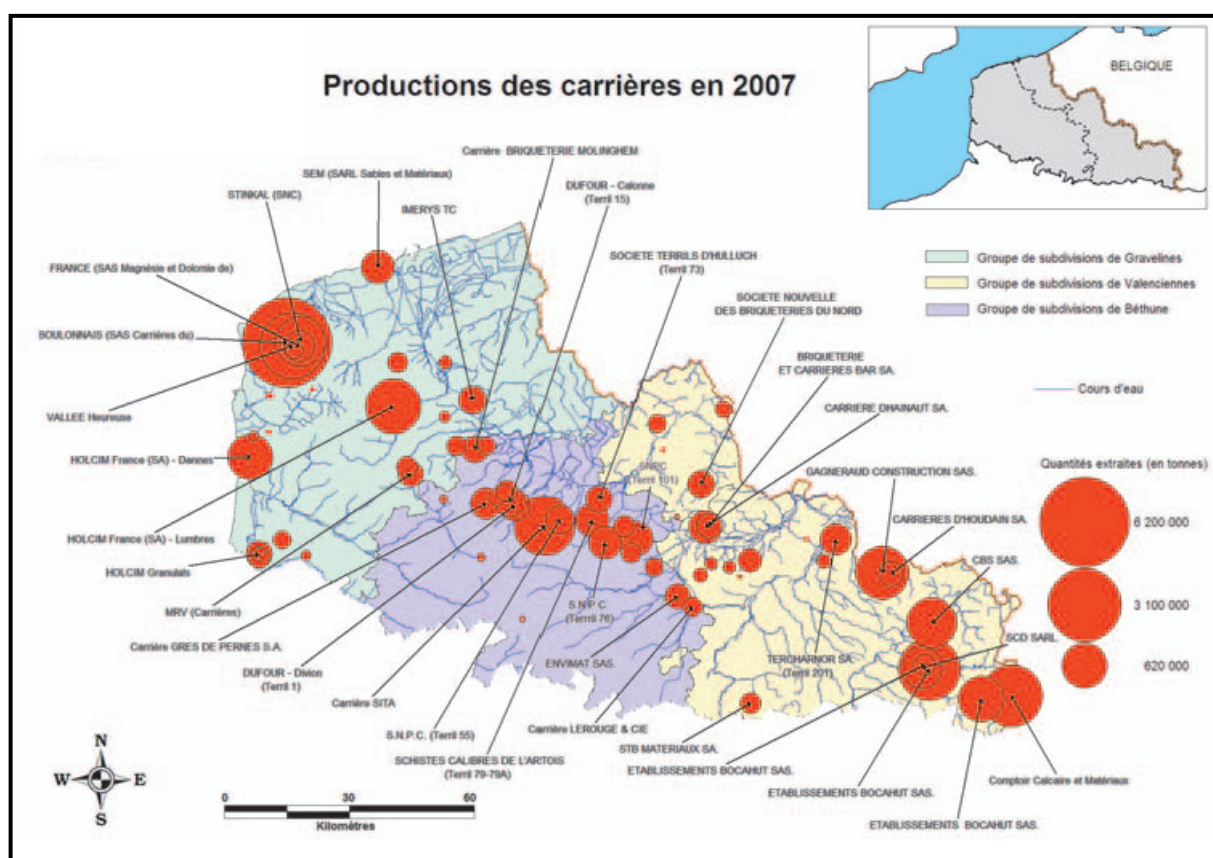


Figure 1.13 : Répartition géographique et production des carrières du Nord - Pas de Calais pour l'année 2007 [DRIRE]

Représentative de l'évolution au niveau nationale, la production régionale de granulats est stable depuis une dizaine d'années comme le montre le graphique suivant :

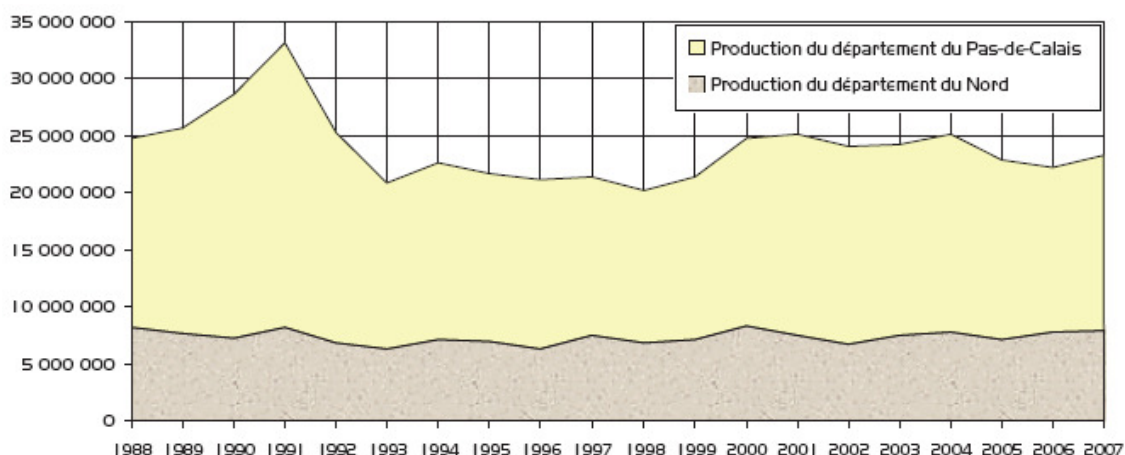


Figure 1.14 : Evolution de la production de granulats des départements Nord et Pas de Calais de 1988 à 2007 [DRIRE]

Ce graphique est, comme nous l'avons dit, très représentatif de l'évolution de la production à l'échelle nationale qui s'est stabilisée depuis une dizaine d'années. De plus, il met en évidence la plus grande capacité de production du département Pas de Calais. Ceci est notamment dû à la présence des importants sites de production calcaire de la société Calcaires du Boulonnais.

Enfin, la majorité de la production régionale (65%) est constituée de granulats issus de roches massives telles que les calcaires, les craies ou encore les marnes, avec pour principal destinataire le secteur routier.

Les deux tableaux suivants précisent les quantités produites en fonction de chaque roche et les quantités consommées par secteur pour l'année 2007 :

Production régionale en tonnes	2007	Rappel 2006	Production régionale en tonnes	2007	Rappel 2006
Calcaires durs et marbres	16 213 935	15 838 386	Granulats viabilité (route)	12 834 290	12 284 033
Craies et marnes	1 930 017	1 311 565	Industrie	5 931 102	6 238 663
Argiles pour ciment	1 832 256	1 909 351	Granulats béton	3 151 690	3 128 512
Schistes miniers	1 693 705	1 694 817	Divers	1 138 913	371 589
Sables et graviers	912 362	676 358	Agriculture (amendements)	247 926	174 622
Grès et schistes	310 805	315 605	Pierres ornementales	300	4 000
Argiles (terre cuite)	236 035	273 515	<b>Total</b>	<b>23 304 221</b>	<b>22 201 429</b>
Dolomies	175 106	181 832			
<b>Total</b>	<b>23 304 221</b>	<b>22 201 429</b>			

Tableau 1.6 : Production par type de roches et par secteurs de consommation des granulats régionaux pour l'année 2007 [DRIRE]

Ce tour d'horizon de la consommation nationale et régionale en granulats nous a permis de constater l'état actuel des choses : la production est relativement importante mais reste stable depuis quelques années. Cependant, ces données sont amenées à évoluer et le secteur du granulat devra s'adapter afin d'anticiper les changements. C'est ce que nous allons tenter d'expliquer dans le paragraphe suivant.

### 1.2.3. Problématiques à moyen et long terme

#### a) Les sources d'inquiétudes

Par la voix de son président D. Hoestlandt, l'Union Nationale des industries de Carrières et de Matériaux de Construction (UNICEM) a alerté en mai 2008 les Pouvoirs Publics sur les incertitudes et les problématiques liées à l'approvisionnement en granulats sur le territoire français. [UNICEM 2]

Les chiffres présentés précédemment ont montré une évolution importante de la consommation des granulats ces dernières années. Malgré la crise financière de 2009 qui a eu un impact sur tous les secteurs de la construction, cette tendance risque de ne pas s'essouffler puisque le Grenelle de l'Environnement, mis en place en 2007, ambitionne la création de 500 000 logements neufs par an ainsi que la mise en chantier de nombreuses infrastructures de transports (voies ferrées, canaux...). La demande en granulats va donc rester soutenue pour les 15 à 20 prochaines années.

Ainsi, l'accès à la ressource en granulat tend à devenir problématique pour 3 raisons principales :

- tout d'abord, à cause de l'absence de visibilité à long terme sur les réserves en granulats. A l'heure actuelle, les SDC ne possèdent pas d'outil de recensement sur les quantités de granulats exploitables. Il est donc difficile de déterminer les lieux géographiques ainsi que l'importance des réserves de granulats disponibles ou potentiels sur les prochaines années ;
- ensuite, à cause des coûts économiques, énergétiques et environnementaux engendrés par le déficit d'approvisionnement. Le rallongement des distances de transport entre la source et le lieu de consommation (chantier) accroît de manière importante le coût des matériaux ainsi que leur impact sur l'environnement. On considère généralement que le coût kilométrique d'une tonne de granulats augmente d'environ 15% tous les 10 kilomètres ;
- enfin, des problèmes naissent des divers obstacles liés à l'exploitation de nouvelles carrières. Ainsi, les délais d'autorisation d'exploitation de nouveaux sites sont de plus en plus longs (5 ans en moyenne), leur durée d'exploitation de plus en plus courte, les plans locaux d'urbanisme (PLU) réservent peu de place aux espaces exploitables et enfin, comme d'autres activités industrielles en milieu rural, le secteur subit sans cesse la pression des populations peu enclines à l'implantation de carrières dans leur environnement proche.

Tous ces éléments concourent donc au constat que des adaptations autour de la gestion de la ressource en granulats sont nécessaires, tant d'un point de vue de la production (quantification et localisation des réserves, diversification des moyens de transport...) que d'un point de vue administratif (amélioration du suivi des dossiers concernant l'ouverture de nouveaux sites, traitement de la ressource minérale dans les textes comme une ressource naturelle à part entière qui doit donc être préservée et gérée au mieux...).

De cette réflexion générale sont donc nés différents éléments de réponse, chacun ayant plus ou moins abouti à des actions concrètes, que nous allons aborder à présent.

## b) Les solutions envisagées

Suite à ce constat, différentes solutions et propositions ont vu le jour afin d'améliorer la réactivité des différents acteurs du secteur du granulat et d'anticiper les problèmes à venir.

Ainsi, concernant la localisation des ressources, le Bureau de Recherches Géologiques et Minières (BRGM) a réalisé tout un travail de prospection dans le cadre de son « Observatoire des Matériaux » afin de mettre en place une cartographie consultable par tous, sur internet. Ainsi, depuis novembre 2009, l'ensemble des carrières en activités ou fermées sont cartographiées sur le site [matériaux.brgm.fr](http://matériaux.brgm.fr) et des fiches détaillées de chaque exploitation sont disponibles afin d'obtenir des renseignements tel que la nature du gisement où encore les coordonnées de l'exploitant.

Concernant les SDC, l'UNICEM a proposé d'améliorer leur efficacité en y ajoutant d'autres critères comme par exemple la satisfaction des besoins liés à la réalisation de projets de développement régional. De plus, les autorisations d'ouverture de nouveaux sites pourraient être étudiées en prenant en compte des aspects peu mis en avant à l'heure actuelle comme les modalités d'approvisionnement (directement liés à la problématique de transport des granulats). Ceci permettrait d'avoir une véritable stratégie d'exploitation de la ressource minérale à l'échelle nationale.

D'un point de vue des granulats, afin de protéger la ressource, un accent important a été mis ces dernières années au développement de nouveaux matériaux. Ce travail se focalise essentiellement sur trois grandes familles de solutions alternatives :

- les matériaux de démolition et de recyclage (bétons de structure ou déblais de travaux publics) ;
- les matériaux locaux (limons, sablons, craie, graveluche...) ;
- et les sous-produits industriels (mâchefers et laitiers sidérurgiques).

Une réflexion doit ainsi être menée pour rendre plus opérationnels les plans de gestion des déchets du BTP. En effet, pour pouvoir valoriser des tonnes de matériaux supplémentaires, les pouvoirs publics se doivent de favoriser la création de plates-formes de recyclage, d'inciter à la déconstruction dans le bâtiment et les travaux publics ou encore d'ouvrir les appels d'offres aux variantes proposant l'utilisation de granulats recyclés.

Après avoir estimé les quantités de granulats mises en jeu à l'échelle nationale et régionale et aborder les problématiques liées à la forte demande à venir, intéressons-nous aux critères normatifs utilisés pour caractériser la qualité des granulats et voyons, par la même occasion, quels sont les différents guides qui régissent la technicité et la conception routières.

## 1.3. Le cadre normatif

### 1.3.1. Normalisation des granulats

#### a) Généralités

Le granulat étant l'élément de base du domaine de la construction, il est important de maîtriser l'ensemble de ses propriétés et de ses influences tant du point de vue de l'élaboration que de son utilisation (mise en œuvre). Cette maîtrise permet de garder un contrôle des coûts tout en respectant des critères de qualité.

Les propriétés des granulats utilisées pour leur classification sont réparties en deux grandes familles :

- les propriétés dites « intrinsèques » qui dépendent essentiellement de certaines propriétés physiques des roches dont les granulats sont issus (il s'agit notamment des résistances mécaniques, de la porosité...);
- et les propriétés dites « de fabrication » qui sont des paramètres sur lesquels le processus de fabrication a une influence majeure (le principal d'entre eux est la granularité mais il en existe d'autres comme la forme ou encore la propreté).

Afin d'obtenir les propriétés adéquates, les installations de production n'ont cessé d'évoluer ces dernières années, en faisant appel à des technologies de plus en plus complexes et de mieux en mieux maîtrisées (fragmentation, séparation gravitaire...).

Ainsi, depuis 2004, dans tout l'Espace Economique Européen, les granulats doivent obligatoirement satisfaire au marquage CE conformément à la Directive Produits de Construction (DPC).

Ce marquage basé sur la norme XP P18 545 de février 2004 [XP P 18 545] ainsi que sur d'autres normes européennes permet de certifier les granulats au même titre que n'importe quel produit manufacturé.

Trois normes européennes intéressent plus particulièrement le domaine des granulats pour la réalisation de chaussées routières :

- la norme NF EN 13242 (Granulats pour graves traitées aux liants hydrauliques et graves non traitées) [NF EN 13242] ;
- la norme NF EN 13043 (granulats pour enrobés bitumineux et enduits superficiels) ;
- et enfin la norme NF EN 12620 [NF EN 12620] (granulats pour béton de ciment y compris les chaussées en béton).

Ces normes définissent des catégories européennes de granulats déterminées via des essais normalisés, eux aussi à l'échelle de l'Union Européenne. On notera cependant que les nouveautés apportées par ces normes s'avèrent sans incidence technique majeure sur les matériaux routiers. Enfin, la norme actuellement utilisée en France (NF XP P18-545) permet de faire le lien entre les textes européens et les appellations françaises.

Nous allons donc présenter maintenant les spécifications retenues pour les granulats en distinguant les propriétés intrinsèques, des propriétés de fabrication. Ces spécifications sont toutes issues de la norme qui nous concerne le plus dans ce travail : la norme NF EN 13242 sur les granulats pour graves traitées aux liants hydrauliques et graves non traitées.

#### b) Propriétés intrinsèques des granulats

Comme nous l'avons dit plus haut, les propriétés intrinsèques des granulats sont celles qui sont directement liées aux qualités propres de la roche. Elles concernent principalement la dureté et la résistance à l'usure. Ces deux paramètres sont déterminés via des essais normalisés et la norme NF EN 13242 permet de définir des classes de résultats.

Décrivons brièvement les méthodes de détermination de ces deux paramètres :

- La résistance à la fragmentation par chocs : Essai Los Angeles ou essai de fragmentation dynamique [NF EN 1097-2]

Cette mesure est destinée à évaluer l'aptitude des granulats à se fragmenter sous l'action du trafic. Seul l'essai Los Angeles est pris en compte pour l'élaboration de la classification (l'essai de fragmentation dynamique étant un test plus rapide qui doit être confirmé par un essai Los Angeles).

L'essai Los Angeles se pratique sur les classes granulaires 4/6, 6/10 ou 10/14 en les introduisant dans un tambour en présence de boulets d'aciers normalisés. La rotation de l'ensemble dans le tambour entraîne une fragmentation du granulat introduit. A l'issue de l'essai, on recueille le matériau et on le crible en le lavant sur un tamis d'ouverture 1,6 mm. La masse de passant permet de calculer le coefficient Los Angeles (cf. § 3.2).

On peut retenir les ordres de grandeurs suivants :

LA	Appréciation
< 15	Très bon à bon
15 à 25	Bon à moyen
25 à 40	Moyen à faible
> 40	Médiocre

Dans la classification européenne, LA<sub>xx</sub> signifie que pour le granulat LA ≤ XX.

- La résistance à l'attrition et à l'usure : Essai micro Deval en présence d'eau [NF EN 1097-1]

Cette mesure permet de quantifier l'usure par frottement réciproque des granulats (attrition) au sein de la chaussée et l'usure des gravillons par frottement des pneumatiques sur la surface des revêtements. Les classes granulaires testées sont les mêmes que pour l'essai Los Angeles.

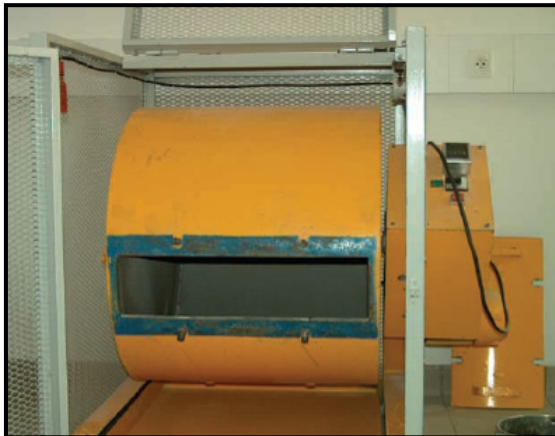


L'essai s'effectue en présence d'eau pour refléter au mieux les conditions régnant au sein des chaussées. On introduit dans un tambour le granulat, l'eau et des billes d'acier (charge abrasive) que l'on entraîne en rotation. A l'issue de l'essai, on effectue la même procédure que pour l'essai Los Angeles (lavage et tamisage) pour déterminer le coefficient MDE. Plus ce coefficient est faible, plus le granulat résiste à l'usure (cf. § 3.2).

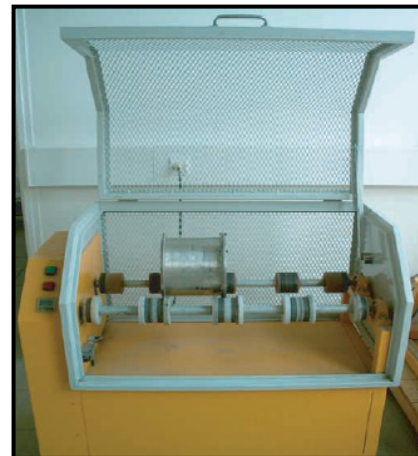
Voici quelques ordres de grandeurs retenus :

MDE	Appréciation
< 10	Très bon à bon
10 à 20	Bon à moyen
20 à 35	Moyen à faible
> 35	Médiocre

Dans la classification,  $M_{DEXX}$  signifie que pour le granulat,  $MDE \leq XX$ .



(a)



(b)

Figure 1.15 : Matériel utilisé pour les mesures de coefficient Los Angeles (a) et Micro-Deval (b)



A partir de ces essais, on obtient les correspondances suivantes entre les classes (codes) de la norme XP P18-545 et la norme européenne EN 13242 pour le cas des couches d'assises :

CARACTERISTIQUES INTRINSEQUES				
Codes		Los Angeles	Micro-Deval	Polissage accéléré
-		LA <sub>20</sub>	M <sub>DE</sub> 15	PSV 56
B	Bnc			PSV 50
C	Cnc	LA <sub>25</sub>	M <sub>DE</sub> 20	
D	Dnc	LA <sub>30</sub>	M <sub>DE</sub> 25	
E	Enc	LA <sub>40</sub>	M <sub>DE</sub> 35	

Norme XP P18-545  
 Norme NF EN 13242

Tableau 1.7 : Classification des granulats suivant les caractéristiques intrinsèques ([XP P 18 545] et [EN 13242])

Le tableau ci-dessus donne les équivalences entre la codification de la norme XP P18-545 et les classes de la norme EN 13242.

Ainsi, un granulat de code C dans les anciennes normes françaises s'exprime depuis 2004 comme un granulat de caractéristiques LA<sub>25</sub> et M<sub>DE</sub>20, et cela dans tous les pays de l'Union Européenne.

Voyons à présent comment sont déterminées les caractéristiques de fabrication des granulats.

c) Propriétés de fabrication des graves, des gravillons et des sables

Les propriétés de fabrication sont les propriétés qui résultent du mode de fabrication des granulats. Elles sont plus nombreuses que les propriétés intrinsèques et sont également déterminées par des essais normalisés que nous allons décrire.

• La granulométrie [NF EN 933-1]

L'analyse granulométrique permet de déterminer la taille et les pourcentages pondéraux respectifs des différentes familles de granulats constituant l'échantillon.

Dans la classification de la norme EN 13242, on distingue 3 grandes familles : les gravillons ( $G_C$ ), les sables ( $G_F$ ) et les graves ( $G_A$ ).

En fonction du pourcentage de passant en masse aux tamis  $2D - 1,4D - D - d$  et  $d/2$  de chaque famille, les granulats sont classés avec différents indices (cf tableau 1.8).

Granulat	Dimensions mm	Pourcentage en masse du passant					Catégorie G
		$2D^{a)}$	$1,4D^{b) c)}$	$D^{d)}$	$d^{c) e)}$	$d/2^{b) c)}$	
Gravillon	$d = 1$	100	98 à 100	85 à 99	0 à 15	0 à 5	$G_C$ 85-15
	et $D > 2$	100	98 à 100	80 à 99	0 à 20	0 à 5	$G_C$ 80-20
Sable	$d = 0$	100	98 à 100	85 à 99	—	—	$G_F$ 85
	et $D \leq 6,3$	100	98 à 100	80 à 99	—	—	$G_F$ 80
Grave	$d = 0$	—	100	85 à 99	—	—	$G_A$ 85
		100	98 à 100	80 à 99	—	—	$G_A$ 80
	et $D > 6,3$	100	—	75 à 99	—	—	$G_A$ 75

Tableau 1.8 : Classification des granulats par granulométrie [EN 13242]

• La forme : déterminée par le coefficient d'aplatissement A [NF EN 933-3]

La forme d'un granulat est déterminante pour son utilisation en chaussée. En effet, des éléments de mauvaise forme (aiguilles ou plaquettes) présentent divers inconvénients :

- ils se fragmentent plus facilement du fait de leur grand élanement
- ils ont tendance à prendre une orientation de préférence (la plus grande dimension étant à l'horizontale).

Le coefficient d'aplatissement est par définition le pourcentage d'éléments tels que :

$$G/E > 1,58$$

G étant la grosseur du granulat (plus petite maille à travers laquelle le granulat peut passer) et E l'épaisseur (plus petite distance entre deux plans parallèle tangent à la surface du granulat).



Figure 1.16 : Définition de la grosseur et de l'épaisseur d'un granulat [BERTHIER]

On retiendra les ordres de grandeur suivants :

si  $A < 10\%$  les gravillons sont de forme excellente

si  $A > 30\%$  les gravillons sont de mauvaise forme

Dans la classification de la norme EN 13242, le coefficient d'aplatissement est repéré par l'indice FI. Ainsi,  $FI_{XX}$  signifie que pour le gravillon  $A \leq XX\%$

- La propreté

Dire d'un granulat qu'il est propre signifie qu'il possède très peu d'éléments fins qui peuvent être hydrophiles ou non (argiles, fines provenant du broyage des roches...).

L'intérêt de l'absence de fines réside dans le fait qu'en grande quantité, elles ont des effets négatifs sur le granulat. Ainsi la présence de fines hydrophiles rend le granulat sensible à l'eau alors que les poussières et autres fines non plastiques empêchent un bon collage granulat - liant pour des matériaux traités.

Dans le cas des gravillons, la propreté est évaluée par le pourcentage de passant au travers du tamis de 0,063 mm. Ainsi dans la classification de la norme EN 13242,  $f_x$  signifie que le granulat à un pourcentage de passant à 0,063 mm inférieur ou égal à X%.

Dans le cas des sables et des graves, deux essais normalisés sont utilisés : l'essai d'équivalent de sable et la détermination de la valeur au bleu de méthylène :

- L'équivalent de sable à 10% de fines [NF EN 933-8] :

L'essai d'équivalent de sable (SE) à 10% de fines permet de mesurer la propreté d'un sable sur la fraction passant au tamis de 2 mm, et d'en déterminer l'importance par une valeur numérique exprimant le rapport volumétrique entre les éléments sableux qui sédimentent et les éléments fins qui flocculent.

La proportion d'éléments fins passant au tamis de 0.08 mm peut être ramenée à 10 % à l'aide d'un sable correcteur si nécessaire.

- La valeur au bleu de méthylène [NF EN 933-9] :

Cet essai permet d'estimer la nocivité (activité) et la quantité d'argile contenue dans les fines d'un granulat. Il est basé sur la capacité des éléments fins à absorber le bleu de méthylène.

Cependant en fonction du type d'élaboration du matériau (traité aux liants hydrauliques ou aux liants hydrocarbonés), il existe différentes exigences sur la valeur au bleu de méthylène (MB).

- L'angularité

Cette qualité est très importante pour les granulats puisque avec des faces se coupant à angles vifs, l'angle de frottement interne du matériau est plus important mais sa maniabilité diminue. Ainsi, bien que le compactage soit plus difficile avec des éléments anguleux, on obtient un matériau plus stable après cette opération.

L'angularité est appréciée grâce à différents indices :

- l'indice de concassage, qui correspond au pourcentage de matériaux qui va être cassé au moins une fois lors de l'opération de concassage (c'est donc le pourcentage d'élément de taille supérieur au D du granulat final qui est contenu dans l'échantillon initial à concasser)
- le rapport de concassage, défini par  $D1/D$  ( $D1$  étant la dimension des plus petits matériaux à l'entrée du concasseur et  $D$  la dimension des plus grands grains à la sortie du concasseur)
- le coefficient d'écoulement qui est basé sur la mesure du temps d'écoulement d'une quantité définie de granulats à travers un orifice calibré.

Dans la classification de la norme EN 13242, seuls les coefficients de concassage et d'écoulement sont retenus.

Ainsi, l'indice  $C_{X/Y}$  désigne une certaine exigence sur l'indice de concassage (cf. tableaux de normes) et l'indice  $E_{CG} X$  ou  $E_{CS} X$  (pour gravillon ou sable) signifie que le coefficient d'écoulement est supérieur à  $X$ .

Pourcentage en masse de grains semi-concassés %	Pourcentage en masse de grains entièrement roulés %	Catégorie C
90 à 100	0 à 3	$C_{90/3}$
50 à 100	0 à 10	$C_{50/10}$
50 à 100	0 à 30	$C_{50/30}$
—	0 à 50	$C_{NR/50}$
—	0 à 70	$C_{NR/70}$
Valeur déclarée	Valeur déclarée	$C_{Déclarée}$
Non requis	Non requis	$C_{NR}$

Tableau 1.9 : Classes de granulats  $C_{X/Y}$  établies à partir de l'indice de concassage [EN 13242]

A partir de ces essais, on obtient les correspondances suivantes entre les classes (codes) de la norme XP P18-545 et la norme européenne EN 13242 pour le cas des couches d'assises :

**CARACTERISTIQUES DE FABRICATION DES GRAVILLONS**

Codes	Granularité	à D et d	à D/1,4 ou D/2		Propreté	Aplatissement
			NF EN 13242	NF EN 13043		
-	G <sub>c</sub> 85/20 <sup>(1)</sup>	e 10	GT <sub>c</sub> 25/15 ou GT <sub>c</sub> 20/15 ou GT <sub>c</sub> 20/17,5	G <sub>2,5/15</sub> ou G <sub>20/15</sub>	f <sub>0,5</sub>	F <sub>h15</sub> <sup>(6)</sup>
III	G <sub>c</sub> 85/20 <sup>(2)</sup>				f <sub>0,5</sub> <sup>(3)</sup>	F <sub>h20</sub> <sup>(7)</sup>
IV	G <sub>c</sub> 80/20	e 15			f <sub>1</sub> <sup>(4)</sup>	F <sub>h25</sub> <sup>(8)(9)</sup>
V	Autres catégories de la norme NF EN 13242 : FTP renseignée					
	<sup>(1)</sup> G <sub>c</sub> 85/15 si emploi en formule discontinue		<sup>(3)</sup> f <sub>1</sub> si MB <sub>F</sub> 10	<sup>(6)</sup> F <sub>h20</sub> si D ≤ 6,3	<sup>(7)</sup> F <sub>h25</sub> si D ≤ 6,3	<sup>(9)</sup> F <sub>h30</sub> si D ≤ 6,3
	<sup>(2)</sup> G <sub>c</sub> 80/20 pour GNT ou GTLH		<sup>(4)</sup> f <sub>2</sub> si MB <sub>F</sub> 10	<sup>(8)</sup> f <sub>4</sub> si MB <sub>F</sub> 10	<sup>(9)</sup> F <sub>h35</sub> pour GNT et GTLH	

- Norme XP P18-545
- Norme NF EN 13242

Tableau 1.10 : Classification des gravillons suivant les caractéristiques de fabrication ([XP P 18 545] et [EN 13242])

**CARACTERISTIQUES DE FABRICATION DES SABLES ET GRAVES**

Codes	Granularité		Propreté des éléments < 2 mm	
	NF EN 13242	NF EN 13043	SE	ou MB
a	-	G <sub>F</sub> 85 <sup>(3)</sup>	SE <sub>60</sub>	MB <sub>2</sub> <sup>(4)</sup>
b	G <sub>F</sub> 85 GT <sub>F</sub> 10 <sup>(1)</sup>	GT <sub>C</sub> 10	SE <sub>30</sub>	MB <sub>2,5</sub>
c	G <sub>F</sub> 80 GT <sub>F</sub> 10 <sup>(2)</sup>	-	SE <sub>40</sub>	MB <sub>3</sub>
d	Autres catégories de la norme NF EN 13242 : FTP renseignée			
Notes NF EN 13242	<sup>(1)</sup> G <sub>A</sub> 85 et GT <sub>A</sub> 10 si D > 6,3 mm		<sup>(3)</sup> G <sub>A</sub> 85 si 2 < D ≤ 6,3 mm	
	<sup>(2)</sup> G <sub>A</sub> 80 et GT <sub>A</sub> 10 si D > 6,3 mm		<sup>(4)</sup> Implique l'appartenance à la catégorie MB <sub>F</sub> 10	

- Norme XP P18-545
- Norme NF EN 13242

Tableau 1.11 : Classification des sables et graves suivant les caractéristiques de fabrication ([XP P 18 545] et [EN 13242])

Enfin, hormis les caractéristiques intrinsèques et de fabrication, il existe d'autres paramètres qui n'entrent pas dans ces deux catégories et qui sont également codifiés dans la classification des granulats (résistance au gel, quantité de sulfates...). Ils sont présentés dans le tableau suivant :

**AUTRES CARACTERISTIQUES DES SABLES, GRAVES ET GRAVILLONS**

Codes	Masse volumique réelle (NF EN 1097-6 - Annexe A)	ρ <sub>p</sub>	Valeur déclarée	
	Résistance au gel/dégel (NF EN 1097-6 art.8 ou 1367-1 ou 1097-2)		WA <sub>24</sub> 1 ou F2	ou LA <sub>25</sub>
	Friabilité des 0/D de nature pétrographique différente du gravillon naturel ou d'origine différente du gravillon recyclé ou artificiel (P18576)		sur 0/2	V <sub>ss</sub> 45
			sur 0/4	V <sub>ss</sub> 40
SSa	Sulfates solubles dans l'eau des granulats recyclés issus du bâtiment (XP P 18-581)		V <sub>ss</sub> 0,2	
SSb			V <sub>ss</sub> 0,7	
SSc			V <sub>ss</sub> 1,3	
	Soufre total	des laitiers de HF	S 2 pour GTLH	
	Désintégration du silicate bicalcique et du fer		Aucune désintégration	
	Désintégration des laitiers d'aciérie	NF EN 1744-1	pour enrobés	V <sub>3,5</sub>
			pour GNT	V <sub>5</sub>
			Pour enduits superficiels	V <sub>65</sub>

- Norme XP P18-545
- Norme NF EN 13242

Tableau 1.12 : Autres caractéristiques des sables, graves et gravillons ([XP P 18 545] et [EN 13242])

#### d) Synthèse

La quantité importante de paramètres à classer dans le cas de la normalisation des granulats nous impose de réaliser une synthèse générale des paramètres pris en compte pour la réalisation des assises de chaussées (couche de base et couche de fondation). Aussi, afin d'avoir un meilleur éclairage sur les paramètres de classification les plus importants, nous avons réalisé le tableau synthétique suivant qui donne pour un granulat quelconque, les caractéristiques attendues en fonction de son utilisation (couche de base ou couche de fondation) et du trafic à supporter.

Afin de faciliter sa lecture, nous avons repris la codification de la norme XP P18-545 dont les correspondances européennes ont été données précédemment. Ainsi, la combinaison de ce tableau et de ceux présentés plus haut permet d'obtenir toutes les exigences sur les caractéristiques des granulats.

Trafic	En couche de fondation	En couche de base
≤ T3	E – III – b – Ang 4	E – III – b – Ang 4
T3		D – III – b – Ang 4
T2		
T1	D – III – b – Ang 4	D – III – b – Ang 3
T0 ≤		D – II – b – Ang 2

Tableau 1.13 : Tableau récapitulatif des spécifications retenues pour l'utilisation de granulats en fonction du trafic et de la couche visée

Illustrons l'intérêt d'un tel tableau par un exemple. Pour qu'une source de granulats puisse être utilisée en grave traitée au liant hydraulique dans une couche de base sous un trafic T3, elle doit posséder :

- les caractéristiques intrinsèques du code E c'est-à-dire :  $LA_{40}$  et  $M_{DE} 35$
- les caractéristiques de fabrication des gravillons du code III c'est-à-dire :  $G_C 80/20$  ;  $f_1$  et  $Fl_{35}$
- les caractéristiques de fabrication des sables et graves du code b c'est-à-dire :  $G_F 85$  ;  $SE_{50}$  et  $MB_{2,5}$
- et enfin, une angularité du code Ang 4 c'est-à-dire :  $C_{NR/50}$  et  $E_{CG} 85$

Ces caractéristiques sont donc les premières vérifications à réaliser sur un échantillon de granulats avant d'envisager son éventuelle utilisation en structure routière. Cependant, de nos jours, ces spécifications imposées par les textes semblent beaucoup trop strictes et mettent en marge diverses ressources en granulats.

Ces matériaux « hors normes » sont généralement des matériaux naturels, dont une ou plusieurs de leurs caractéristiques les situent totalement ou en partie hors du référentiel technique définissant les possibilités et les conditions d'emploi de ces matériaux dans le domaine routier. On peut ainsi citer par exemple la craie et certains calcaires tendres qui sont mis à l'écart dès la détermination de leurs paramètres intrinsèques (LA et MDE).

On retrouve alors ces matériaux sur le marché des granulats pour deux raisons principales :

- soit parce que la carrière existe déjà mais l'exploitant cherche un nouveau débouché pour les excédents de matériau,
- soit parce que les décideurs ou les utilisateurs de matériaux au sens large, cherchent des possibilités de substitution aux granulats nobles ou rares, comme c'est le cas pour notre étude.

Ainsi, comme nous l'avons vu précédemment, des voix s'élèvent depuis quelques années afin de faire évoluer quelque peu les textes réglementaires. Ceci permettrait d'accorder une place plus importante aux matériaux hors spécifications et apporter ainsi une solution à la raréfaction des ressources en granulats.

Nous venons de décrire dans ce paragraphe l'ensemble du cadre normatif réglementant l'emploi des granulats en assise de chaussées. Voyons à présent quels sont les différents documents officiels qui régissent les aspects techniques de la réalisation de chantiers routiers.

### 1.3.2. Les guides techniques

Depuis de nombreuses années, le SETRA (Service d'Etude sur les Transports, les Routes et leurs Aménagements) et le LCPC (Laboratoire Central des Ponts et Chaussées) élaborent des outils méthodologiques traitant de manière concrète le savoir-faire technique lié à la réalisation de chaussées routières.

Ces outils se présentent sous la forme de guides techniques, rédigés à destination des professionnels du domaine routier. Les deux guides dont il est souvent fait référence sont :

- le Guide Technique de Réalisation des remblais et couches de formes (GTR) ;
- et le Guide Technique de traitement des Sols (GTS).

Ces deux ouvrages majeurs des travaux publics sont également complétés par d'autres documents plus spécifiques dont nous allons voir l'intérêt dans les paragraphes suivants.

#### a) Le Guide Technique de Réalisation des remblais et couches de formes

Ce document édité pour la première fois en 1992 et réédité en 2000 définit les conditions d'emploi des matériaux en remblais et en couche de forme [GTR].

Venu en remplacement du guide de « Recommandation pour les Techniques Routières » (RTR) de 1976, il se compose de deux tomes : le fascicule I « Principes généraux » et le fascicule II « Annexes techniques ».

Le premier fascicule s'articule autour de 4 chapitres définissant les différentes classes de matériaux, leurs conditions d'utilisation en remblai, leurs conditions d'utilisation en couche de forme et les modalités de réglage et de compactage.

Cette première partie concerne essentiellement les aspects techniques et méthodologiques de la réalisation des remblais et des couches de formes, tout en décrivant les critères d'exigences attendus pour ce type d'utilisation.

Le second fascicule rassemble quant à lui des prescriptions opérationnelles et directement applicables sur chantier comme par exemple les traitements à réaliser en fonction des conditions climatiques ou encore le nombre de passes à réaliser lors du compactage d'un matériau.

Il convient cependant de préciser que le GTR ne tient compte que des paramètres techniques les plus importants (caractéristiques géotechniques des matériaux, conditions météorologiques, techniques d'exécution classiques...). Aussi, les ingénieurs faisant appel à ce document se doivent de garder un œil critique et d'adapter, en fonction de l'expérience dont ils disposent, les mesures nécessaires afin de tenir compte de la particularité de chaque chantier.

De plus, ce guide n'a pas pour ambition de se substituer aux ouvrages classiques de conception et de dimensionnement. Il ne doit donc pas être assimilé à un guide complet de réalisation car de nombreuses caractéristiques essentielles n'y apparaissent pas comme par exemple, dans le cas des remblais, les pentes de talus ou les dispositions assurant leur stabilité et leur drainage.



## b) Le Guide Technique de traitement des Sols

La technique du traitement des sols a connu un fort développement à partir des années soixante et s'est très vite étendue aux différentes couches de la chaussée routière.

Ainsi, il a semblé nécessaire de synthétiser l'expérience emmagasinée depuis toutes ces années au travers de guides utilisables par la communauté professionnelle.

Le premier guide technique de traitement des sols (que nous appellerons GTS 1) est donc paru en janvier 2000, et se consacre uniquement à l'utilisation de cette technique pour la réalisation de remblais et de couches de forme [GTS 1].

Un second guide (que nous appellerons GTS 2) fut ensuite édité en août 2007. Il est dédié cette fois à l'utilisation des techniques de traitement pour la réalisation d'assises de chaussées [GTS 2].

- Le « GTS 1 »

Le GTS 1 présente les différents aspects du traitement des sols à la chaux et/ou aux liants hydrauliques utilisés en construction routière pour réaliser des remblais, des couches de forme ainsi que certaines couches de forme-fondation intégrées dans une structure de chaussée. Ce document se divise en trois parties.

La première traite de notions générales relatives aux sols et aux produits de traitement. La deuxième traite de l'application des traitements de sols pour la réalisation de remblais et pour la réalisation de couches de forme. Enfin la troisième partie décrit le phasage technique de l'action de traitement tout en donnant des compléments caractéristiques (types d'engins à utiliser, modalités d'exécution...). Des aspects concernant la qualité (Plan d'Assurance Qualité etc...) sont également associés à cette partie.

- Le « GTS 2 »

Le GTS 2 se veut quant à lui dans la continuité du GTS 1 puisqu'il le complète avec les modalités techniques de traitement dans le cas de la réalisation d'assises de chaussées. Comme son prédécesseur, le GTS 2 comporte trois parties.

La première précise les types de sols concernés et détaille le contenu des études de traitement de sol (depuis les reconnaissances géologiques jusqu'aux essais en laboratoire). La deuxième partie décrit le dimensionnement et la conception des chaussées, en indiquant notamment les classes de trafic, et en précisant les paramètres spécifiques aux sols traités ainsi que les classes de performances existantes.

Enfin, la troisième partie donne les conditions pratiques de réalisation des travaux et de contrôle des matériaux sur chantier selon le type de matériel utilisé. Elle définit notamment les niveaux de qualité ainsi que les protections superficielles à appliquer compte tenu des sollicitations prévisibles.

Dans le cadre de ce travail de thèse, ce guide est celui que nous serons amenés à utiliser le plus souvent car à l'heure actuelle, c'est le seul véritable outil technique publié dont on dispose dans le cas des assises de chaussées.

### c) Les autres ouvrages techniques

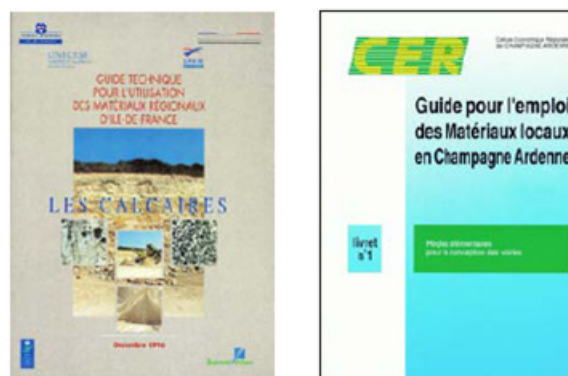
Hormis les deux ouvrages majeurs cités précédemment, il existe une série de documents techniques plus spécifiques utilisés dans des contextes particuliers.

Comme nous l'avons expliqué plus haut, le manque à venir en granulats de qualité pour la réalisation de chaussées routières a poussé les organismes spécifiques (UNICEM, BRGM, Cellules Economiques Régionales – CER, Centres d'Etudes Techniques de l'Equipement – CETE etc...) à développer des solutions alternatives.

Une de ces solutions a consisté en la rédaction de guides permettant l'utilisation de matériaux locaux aux qualités moindres dans des contextes particuliers.

Ainsi, l'UNICEM avec la participation du BRGM et du CETE a publié entre 1996 et 1998, une série de guides techniques pour l'utilisation de matériaux régionaux d'Ile de France qui concernaient notamment les calcaires tendres et les limons. Ces guides techniques décrivent les modalités et le contexte d'utilisation de ces matériaux régionaux aux faibles performances et usuellement écartés de la conception routière.

Sur le même modèle, la CER de Champagne Ardenne a publié en 2004 toute une série de guides techniques pour favoriser l'utilisation des matériaux alluvionnaires, de la graveluche, ou encore des calcaires tendres en technique routière (cf. figure suivante).



*Figure 1.17 : Guides techniques de l'UNICEM et de la CER Champagne Ardenne pour l'utilisation des matériaux régionaux*

Ces ouvrages spécifiques concluent ce paragraphe sur le cadre normatif existant autour des granulats et, d'une manière générale, autour de la réalisation des chaussées routières.

L'ensemble de ces textes très complets et spécifiques laissent ainsi peu de marge de manœuvre aux professionnels d'un point de vue des granulats à utiliser, si ce n'est via la parution de guides permettant l'utilisation de matériaux locaux sous certaines conditions.

Précisons que l'utilisation de la craie en technique routière a déjà fait l'objet d'un guide de la CER de Champagne Ardenne [CER] mais aucune proposition n'existe encore, en vue d'une utilisation en assise de chaussée.

Notre travail de thèse espère ainsi ouvrir des pistes et proposer une nouvelle alternative afin de répondre en partie à la question de plus en plus pressante du manque de granulats.

## CONCLUSIONS

### La route

- Une chaussée routière est un empilement successif de couches de matériaux qui possèdent toutes un rôle particulier.
- L'assise de chaussée, composée de la couche de base et de la couche de fondation, apporte à la route la résistance mécanique nécessaire pour supporter le trafic.
- La circulation des véhicules engendre au cœur des assises traitées d'importants efforts de traction par flexion qui fatiguent la chaussée.

### Les granulats

- Le domaine routier consomme à lui seul environ 200 millions de tonnes de granulats par an
- Avec 19,4 millions de tonnes produits en 2008, la région Nord - Pas de Calais est la 10<sup>ème</sup> région de France la plus productrice en granulats.
- L'absence de visibilité sur les réserves en granulats, les coûts importants dus à l'approvisionnement et la difficulté d'exploiter de nouvelles carrières sont les trois principales sources d'inquiétude liées à la gestion de la ressource minérale.

### Les normes

- Les normes régissant le type de granulats utilisés pour la réalisation d'assises traitées sont la norme française XP P18-545 et la norme européenne EN 13242.
- Ces deux normes sont également accompagnées de guides qui traitent de manière concrète le savoir-faire technique lié à la réalisation des chaussées routières.
- Les spécifications imposées par l'ensemble de ces textes officiels restreignent le spectre des matériaux utilisables pour la confection de chaussées et mettent de côté différentes ressources comme la craie.

## **2. DEUXIEME CHAPITRE :**

**La craie : origine, utilisation et caractérisation**

## INTRODUCTION

Après avoir présenté le domaine routier et le contexte général de notre étude, nous allons nous intéresser dans ce deuxième chapitre au matériau craie. Au travers de quatre parties, nous essayerons d'apprécier ce matériau et d'en comprendre le comportement mécanique.

Ainsi, dans la première partie de ce chapitre, nous définirons ce que sont les roches carbonatées d'un point de vue général puis nous nous focaliserons sur l'origine et la structure de la craie, tout en présentant les différentes classifications dont elle a été l'objet ces dernières années.

La deuxième partie dressera un aperçu des différents emplois de la craie dans le domaine des travaux routiers. Les utilisations (ou tentatives d'utilisation) en remblai, couche de forme et couche d'assise seront présentées et illustrées par des exemples de terrain.

Dans la troisième partie, nous nous intéresserons particulièrement à la craie d'Haubourdin qui fait l'objet de ce travail de recherche. Des caractérisations d'un point de vue minéralogique, mécanique et hydraulique seront ainsi présentées et commentées, afin d'en savoir plus sur ce matériau.

Enfin, la quatrième et dernière partie de ce chapitre mettra l'accent sur un aspect particulier de la craie : l'affaiblissement de ses propriétés mécaniques en présence d'eau. Ce phénomène sera mis en évidence par des essais de compressions simples et des explications physico-chimiques de ce comportement propre à la craie seront proposées.

## 2.1. Les roches sédimentaires carbonatées

### 2.1.1. Définition

Il existe différents type de roches classées suivant leur origine : magmatique, métamorphique ou sédimentaire.

La famille des roches sédimentaires comprend les roches formées en mer ou à la surface de la Terre par accumulation et compaction d'éléments d'origine minérale et organique ou d'éléments issus de précipitations chimiques.

Ces roches peuvent être classées soit par mode de formation ...

- détritiques : issues de l'érosion de roches préexistantes (sable, grès, argile...)
- biogènes : issues de l'accumulation d'organisme vivants (calcaire, craie, charbon...)
- chimiques : issues de précipitations chimiques (sel, gypse...)

...soit par nature :

- roches siliceuses
- roches argileuses
- roches phosphatées
- roches carbonées
- roches salines
- roches ferrifères
- roches carbonatées

Notre travail étant centré autour de la craie (roche carbonatée), intéressons-nous plus particulièrement à cette famille sédimentaire.

Comme leur nom l'indique, ces roches contiennent essentiellement du matériel carbonaté, à hauteur de 50% au minimum. Le plus souvent il se trouve sous la forme de carbonate de calcium  $\text{CaCO}_3$  (aragonite ou calcite) - comme dans le cas de la craie, mais d'autres formes carbonatées peuvent apparaître : le carbonate de magnésium  $\text{MgCO}_3$ , le carbonate double  $(\text{CaMg})(\text{CO}_3)_2$  également appelé dolomite ou encore le carbonate de fer  $\text{FeCO}_3$ .

Hormis les carbonates, certains calcaires contiennent également de l'argile ou encore du quartz. En fonction des proportions de chacun des constituants (carbonates, argile et quartz) les roches possèdent des noms particuliers comme l'indiquent les tableaux schématiques suivants :

<b>Dolomite</b>	10%	50%	90%	<b>Calcite</b>
Dolomie	Dolomie calcaire	Calcaire dolomitique	Calcaire	

<b>Argile</b>	33%	66%	<b>Calcite</b>
Argile	Marne calcaire	Marne	Calcaire marneux
			Calcaire

<b>Sable</b>	10%	50%	90%	<b>Calcite</b>
Grès	Grès calcaire	Calcaire gréseux	Calcaire	

Tableau 2.1 : Tableaux nominatifs de quelques roches carbonatées en fonction des teneurs en constituants

De nombreux auteurs ont tenté de classifier les roches carbonatées en fonction de la nature des éléments présents (minéraux présents, coquilles d'organismes vivants...) et de la texture (ou matrice) liant ces éléments.

On retient généralement la classification de Dunham [BIBLIO] qui se base sur une observation des textures de dépôt. Ainsi, suivant que les constituants de la roche sont joints ou séparés et suivant la quantité de grains et de boue carbonatée constituant la roche, Dunham, définit 5 classes texturales :

- Mudstone
- Wackestone
- Packstone
- Grainstone
- Boundstone

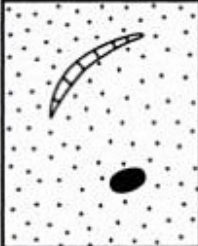
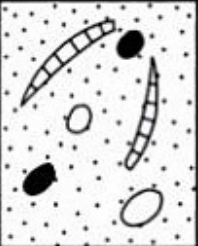
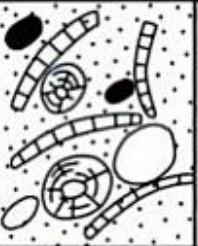
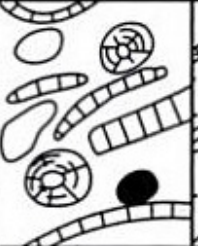


Texture de dépôt reconnaissable					Texture de dépôt non reconnaissable
Moins de 10 % de grains	Plus de 10 % de grains	Grains jointifs	Uniquement des grains	Pas de grains discernables Calcaire construit	
Mudstone	Wackestone	Packstone	Grainstone	Boundstone	Crystalline
					

Tableau 2.2 : Classification de Dunham [BIJU DUVAL]

En faisant un parallèle entre d'autres classifications, notamment celle de Folk ([FOLK]) et la classification de Dunham, la craie assimilable à un calcaire à micro-organismes et à grains fins (biomicrite) se situerait parmi les « packstones ».

Outre ces catégories se basant sur des observations de texture, d'autres classifications spécifiques à la craie ont vues le jour en prenant en compte des considérations mécaniques.

Une des premières caractéristiques utilisée a été la densité sèche ou masse volumique sèche [BELL].

Ainsi, dès 1965, Higginbottom [HIGGINBOTTOM] propose de distinguer les craies faibles dont la densité sèche est inférieure à 1,44 des craies dures dont la densité sèche est supérieure à 1,6.

Plus tard, en 1990, Mortimore et Fielding [MORTIMORE 1] proposent à leur tour non pas 2 mais 6 classes de dureté allant d'extrêmement faible à extrêmement dure :

- extrêmement faible :  $\gamma < 1,55 \text{ t/m}^3$
- très faible : entre 1,55 et 1,60  $\text{t/m}^3$
- faible :  $\gamma$  entre 1,60 et 1,70  $\text{t/m}^3$
- assez dure:  $\gamma$  entre 1,7 et 1,8  $\text{t/m}^3$
- dure :  $\gamma$  entre 1,8 et 1,95  $\text{t/m}^3$
- extrêmement dure :  $\gamma > 1,95 \text{ t/m}^3$

Enfin en 1994, Lord et al. [LORD] suggérèrent de réduire le nombre de classe à 4 (cf. figure suivante) :

- faibles densités :  $\gamma < 1,55 \text{ t/m}^3$
- densité moyenne :  $\gamma$  entre 1,55 et 1,7  $\text{t/m}^3$
- forte densité :  $\gamma$  entre 1,7 et 1,95  $\text{t/m}^3$
- très forte densité :  $\gamma > 1,95 \text{ t/m}^3$

La différenciation des craies ne pouvant se limiter uniquement à un critère de densité, d'autres paramètres de classification ont été utilisés afin de rendre compte de l'état général des fronts de tailles et plus particulièrement de la fissuration.

Ainsi, en 1968, Ward et al. [WARD] proposèrent un système de classification en 5 catégories, basé sur l'état de désagrégation de la craie de Mundford (Grande Bretagne). Cette classification fut développée spécialement pour ce matériau et n'était pas extensible aux autres formations crayeuses.

Le nombre de fissures et leur étroitesse forment la base de cette classification. Des compléments furent apportés par divers auteurs afin de généraliser cette classification très locale ([WAKELING], [SPINK]), mais la réponse la plus complète fut apportée par Lord et al. (1994). Cette classification, qui est la dernière à avoir été réalisée à ce jour, est basée sur la densité sèche, la discontinuité des ouvertures (fissures) et leur espacement.

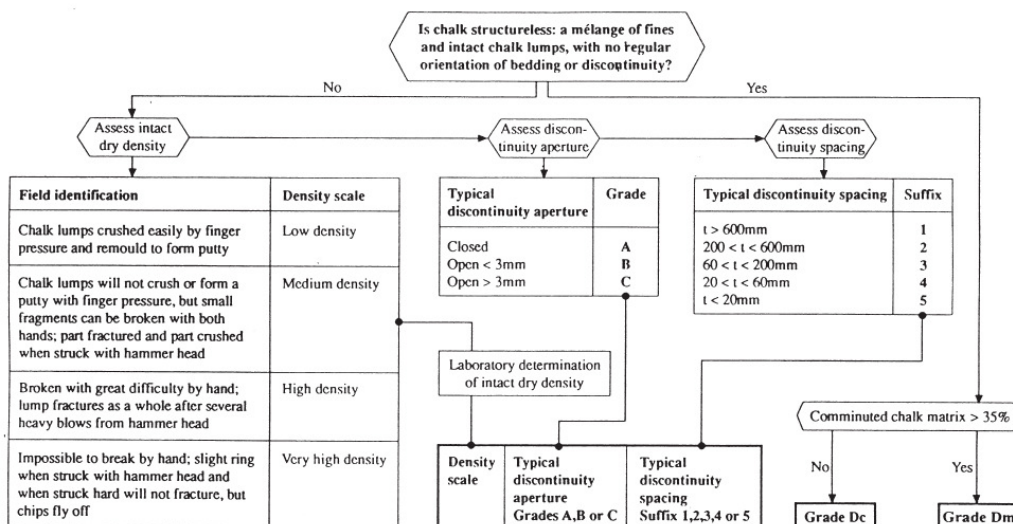


Tableau 2.3 : Classification de Lord [LORD]

Voyons à présent de manière plus précise comment ce matériau s'est formé et quelle est son organisation microscopique afin d'en comprendre plus tard le comportement mécanique.



## 2.1.2. Diagenèse de la craie

- Aspects géologiques

Les premiers dépôts de craie dans le Nord de la France apparaissent dans le Boulonnais au Cénomaniens (premier étage du Crétacé supérieur) soit il y a environ 100 millions d'années, suite à la transgression crétacée (envahissement du continent par la mer).

La figure suivante précise les découpages de l'Ere Secondaire ainsi que les roches associées à chaque période :

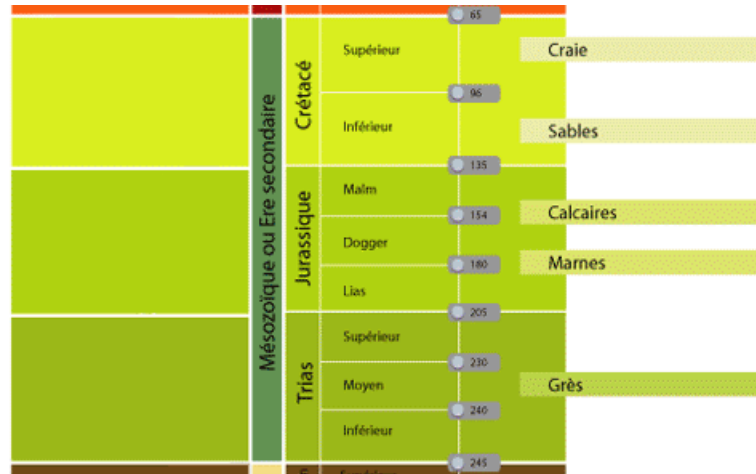


Figure 2.1 : Echelle des temps géologiques de l'Ere Secondaire.

On estime à 100 000 km<sup>2</sup> la surface couverte par la craie dans le Nord de la France. [DOREMUS]. Bien que très présents dans nos régions, les affleurements de cette roche reste assez rare à l'échelle du globe comme nous le montrent les cartes suivantes :

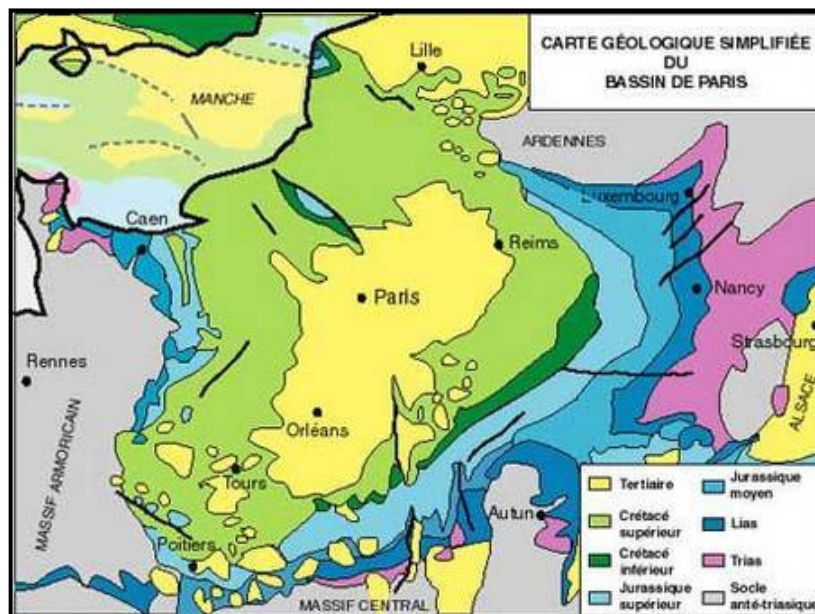
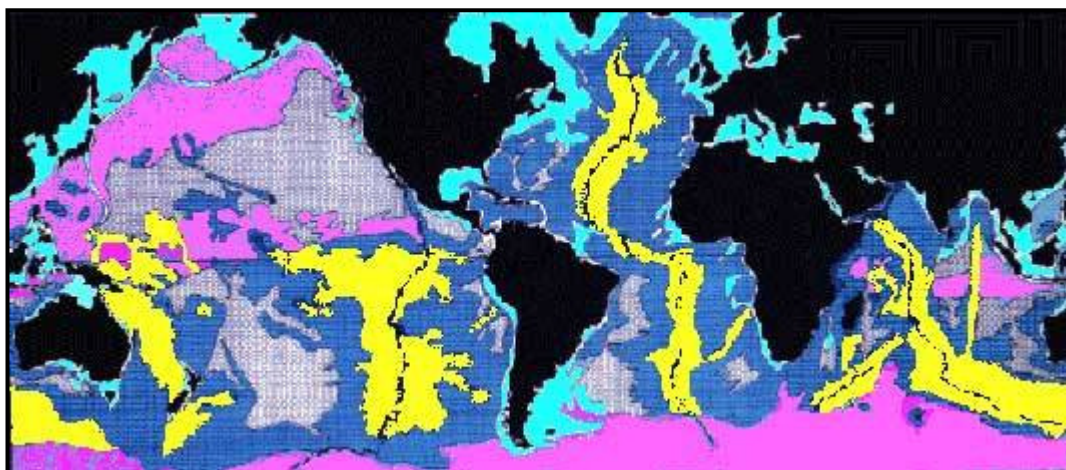


Figure 2.2 : Carte géologique simplifiée du Nord de la France : forte présence locale de la craie



Figure 2.3 : Planisphère localisant les deux seuls bassins de craie aux Etats-Unis et en Europe [MORTIMORE 2]

La plupart des craies du Nord de la France et plus particulièrement celle d'Haubourdin datent d'une soixantaine de millions d'années. Selon Schroeder [SCHROEDER], la vitesse de dépôt de la craie en Europe occidentale fut relativement rapide à l'échelle des temps géologiques (de l'ordre de 15 cm/1000 ans) et ce, grâce à la régénération importante des nanoplanktons sous le climat chaud de la fin du Crétacé. De plus, il est vraisemblable de penser que de nos jours, il existe certaines régions où des craies sont actuellement en cours de formation.



Jaune : vases calcaires ; Rose : boues siliceuses ; Bleu foncé : vases marneuses (argile + calcaire) ; Bleu clair : carbonates + limon et argile ; Gris : argile + sédiments métallifères + calcite

Figure 2.4 : Sédimentation marine actuelle [CARON]

Il n'est donc pas surprenant de trouver dans le Nord de la France des dépôts crayeux d'une épaisseur de l'ordre de 500 mètres. La plupart de ces gisements, pour ne pas dire tous, sont traversés de nombreuses fractures et fissures dues aux différents mouvements tectoniques du passé [SCHROEDER 1].



Figure 2.5 : Photo d'une falaise de craie normande : mise en évidence des fissures

- Description générale de la craie

Les travaux de J.L. Dessenne [DESSENNE] et ceux de F.G. Bell [BELL] donnent des descriptions intéressantes de la craie.

La craie peut être définie comme une roche sédimentaire poreuse, à texture fine et friable, généralement de couleur blanche. Facilement rayable à l'ongle, elle doit sa teinte à sa constitution minérale, presque essentiellement faite de calcite pure (95% de carbonate de calcium voire plus) ce qui fait d'elle une exception parmi les roches carbonatées.

Comme nous l'avons vu précédemment, on peut trouver localement dans les roches carbonatées certains minéraux accessoires comme la glauconie, les phosphates ou les argiles. On a alors des variétés de craies glauconieuses ou argileuses de couleur verdâtre ou grise. Certaines craies prennent une couleur jaunâtre due à la présence de limonite (ensemble d'hydroxydes de fer microcristallin) à proximité de la surface.

La craie est née du dépôt, il y a de cela des millions d'années, de squelettes d'algues planctoniques (nannoplanctons). Ces squelettes sont en fait un assemblage de plaquettes monocristallines de calcite arrangées en disque d'un diamètre variant de 0,5 à 4  $\mu\text{m}$  que l'on appelle coccolithes.

A l'origine, les coccolithes étaient assemblés sous formes de sphères appelées coccosphères à l'intérieur desquelles se trouvaient les parties organiques du plancton mais lors de la sédimentation et sous les pressions d'eau auxquelles elles étaient soumises, les coccosphères se dissocièrent en leurs coccolithes constitutifs.

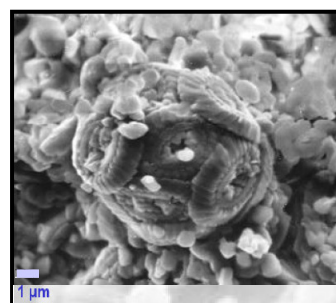


Figure 2.6 : Observations de coccosphères au M.E.B

On considère généralement que les craies sont constituées de trois « phases » : des restes organiques, une matrice « amorphe » et des minéraux détritiques.

Les restes organiques sont très variés : fragments de mollusques, foraminifères, coccolithes pour les formes calcaires ; spicules d'éponges et radiolaires parmi les formes siliceuses. Globalement, la variété des constituants organiques se réduisent à deux groupes importants : les foraminifères qui forment parfois jusqu'à 10% du dépôt et les coccolithes qui forment, quant à eux, 80% voire plus des sédiments. On notera que dans le matériau issu de la carrière d'Haubourdin, seuls les coccolithes sont présents.

L'étude de la matrice montre des grains de forme et de dimensions équivalentes à celle des plaquettes composant les coccolithes. Aussi, la tendance est à penser que la craie est entièrement composée de restes organiques et que cette matrice calcique n'est en fait que les débris de coccolithes empilés les uns sur les autres.

Enfin, les minéraux détritiques peuvent quant à eux être des minéraux lourds (magnétite, zircon, grenat...) ou légers (quartz, feldspaths, glauconie...). Parmi ces derniers exemples cités, certains peuvent devenir abondants (tout en restant en dessous du seuil de 1% du dépôt total) donnant ainsi les variétés minéralogiques de craie citées plus haut.

Après avoir décrit de manière générale la structure de la craie et expliqué son origine géologique, intéressons-nous à son utilisation dans le domaine des travaux publics.



## 2.2. Utilisation de la craie dans les travaux publics

L'usage de la craie dans les travaux publics n'est pas récent et ces dernières décennies, on estime à plusieurs millions de mètres cubes la quantité de craie utilisée en terrassement et en réalisation de chaussées dans le nord de la France [D'HEM].

Les professionnels disposent donc d'une certaine expérience concernant l'emploi de ce matériau. Assez bien maîtrisée en remblai et couche d'assise, l'utilisation de la craie l'est un peu moins en couche de forme, d'où l'intérêt de notre travail.

Voyons donc, au travers de quelques exemples, les différents cas d'emploi de la craie.

### 2.2.1. Utilisation en remblai

Le remblai est un ouvrage fréquemment utilisé en travaux publics qui provient de la mise en place de matériaux pour rehausser ou niveler le terrain naturel. Il doit pouvoir supporter les sollicitations extérieures (intempéries, trafics ou structures...) sans déformation préjudiciable (tassements, glissements...).

La qualité d'un remblai dépend non seulement de la nature des matériaux qui le composent mais également de leur mise en œuvre. La teneur en eau et le compactage sont deux paramètres essentiels pour garantir portance et stabilité de l'ouvrage.

Sur chantier, deux possibilités sont rencontrées :

- l'emploi de la craie dans son état naturel
- le traitement de la craie avant réalisation du remblai

Dans le premier cas qui est évidemment privilégié pour des raisons économiques, il est possible de réutiliser le matériau malgré une forte teneur en eau, grâce à des engins adaptés afin d'éviter la production de fines. En effet, les fines sont responsables du phénomène de matelassage qui empêche la traficabilité et le compactage du matériau (voir paragraphe 2.4). Sans traitement, la hauteur des remblais est alors limitée [RAT].

Dans le second cas, différents traitements peuvent être utilisés afin de diminuer la teneur en eau du matériau. On distingue alors les traitements chimiques qui consistent à mobiliser l'excès d'eau à l'aide de liants hydrauliques et qui s'accompagnent généralement d'une augmentation des performances mécaniques du mélange ; et les traitements physiques qui consistent à ajouter dans la craie des éléments à hautes surfaces spécifiques comme les cendres volantes afin de lier l'eau en excès par effets capillaires.

Le tableau suivant est un extrait du GTR qui donne les conditions d'utilisation de certaines craies en remblai en fonction de la situation météorologique.

Sol	Observations générales	Situation météorologique		Conditions d'utilisation en remblai	Code						
					E	G	W	T	R	C	H
R <sub>11</sub>	Ces matériaux se réemploient sans difficulté à condition que l'on obtienne à l'extraction une granulométrie assez continue et dont le diamètre des plus gros éléments ne gêne pas le réglage en couche mince ou moyenne. Des difficultés de circulation pour les engins à pneus peuvent cependant apparaître en cas de pluie du fait de la formation d'une pellicule glissante en surface.	++	pluie forte	Situation ne permettant pas la mise en remblai avec des garanties de qualité suffisantes	NON						
		+	pluie faible	R : couches moyennes C : compactage moyen	0	0	0	0	2	2	0
		= ou -	pas de pluie	R : couches moyennes C : compactage intense	0	0	0	0	2	1	0

Tableau 2.4 : Conditions d'utilisation des craies R11 en remblai [GTR]

- Exemple d'utilisation en remblai : LGV Est Européenne

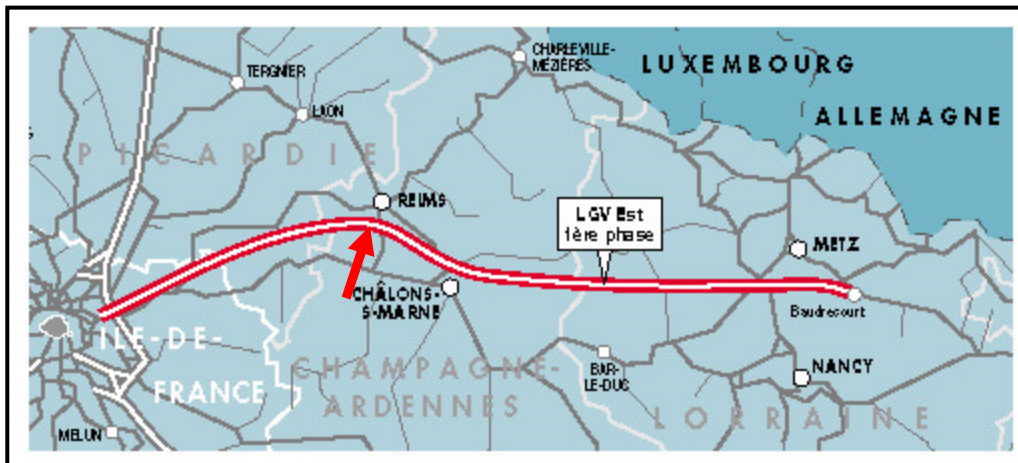


Figure 2.7 : Localisation du chantier sur la phase 1 du tracé de la LGV Est

Le chantier de construction de la LGV Est a donné lieu au traitement à la chaux de 4 millions de mètres cubes de craie près de Reims pour la réalisation de remblais et de plateformes. La craie à traiter possédait des caractéristiques similaires à la craie d'Haubourdin étant classée roche R12 d'après le GTR. Une étude laboratoire adéquate a permis de déterminer le dosage de chaux nécessaire pour atteindre les performances préconisées par les guides techniques. Ce dosage varie de 1 à 2,5% en fonction de l'état hydrique initial de la craie.

L'effet de la chaux sur la craie permet de diminuer rapidement la teneur en eau du matériau par hydratation de la chaux vive principalement. En effet, certaines observations témoignent d'une chute de teneur en eau de 5% pour un dosage à 1% [HENRY]. Cependant, cette chute de teneur en eau n'est pas uniquement due à l'action de la chaux mais résulte de la combinaison de plusieurs facteurs (apport d'un produit sec, malaxage, aération et conditions climatiques venteuses). Par convention, on estime que 1% de chaux supplémentaire réduit la teneur en eau du matériau de 1%.

A l'hydratation de la chaux vive s'ajoute également une augmentation de la résistance du mélange par carbonatation de la chaux hydratée. Ce traitement bien maîtrisé a ainsi permis la stabilité et la durabilité des ouvrages réalisés.



Figure 2.8 : Traitement de craie sur le chantier de la LGV Est [HENRY]

## 2.2.2. Utilisation en couche de forme

Comme nous l'avons vu au chapitre 1, la couche de forme assure la liaison entre l'arase et l'assise de chaussée afin d'atteindre différents objectifs. A court terme elle doit permettre d'homogénéiser la portance du sol support et d'assurer la circulation des engins de chantier pour la réalisation de l'assise. A long terme, elle doit assurer une portance caractéristique et (propriétés mécaniques durables) et doit être insensible à l'eau et au gel.

Ces deux critères imposent (dans le cas de la craie) un traitement avec un dosage en liant d'autant plus élevé que la craie est friable et gélive [CER].

Ainsi, avant chaque réalisation, une étude en laboratoire est nécessaire afin de choisir le traitement le plus adapté et définir le dosage nécessaire pour atteindre les performances voulues. En fonction de l'importance du chantier, différents niveaux d'étude sont spécifiés allant du dosage « par expérience » pour des chantiers classiques à des études plus poussées d'optimisation qui tiennent compte de l'incidence des différentes dispersions qui peuvent intervenir (dosage, taux de compactage et état hydrique) [GTS 1].

Une fois l'étude réalisée, le traitement sur chantier doit satisfaire certaines exigences en termes de granulométrie, teneur en eau et compactage pour « fermer » la surface traitée. On réalise généralement une protection de surface (cloutage ou enduit gravillonné) de qualité afin d'étanchéifier au mieux le mélange pour maîtriser l'état hydrique de la craie traitée et de son support.

- Exemple d'utilisation en couche de forme : Autoroute A5 (Melun-Sens)

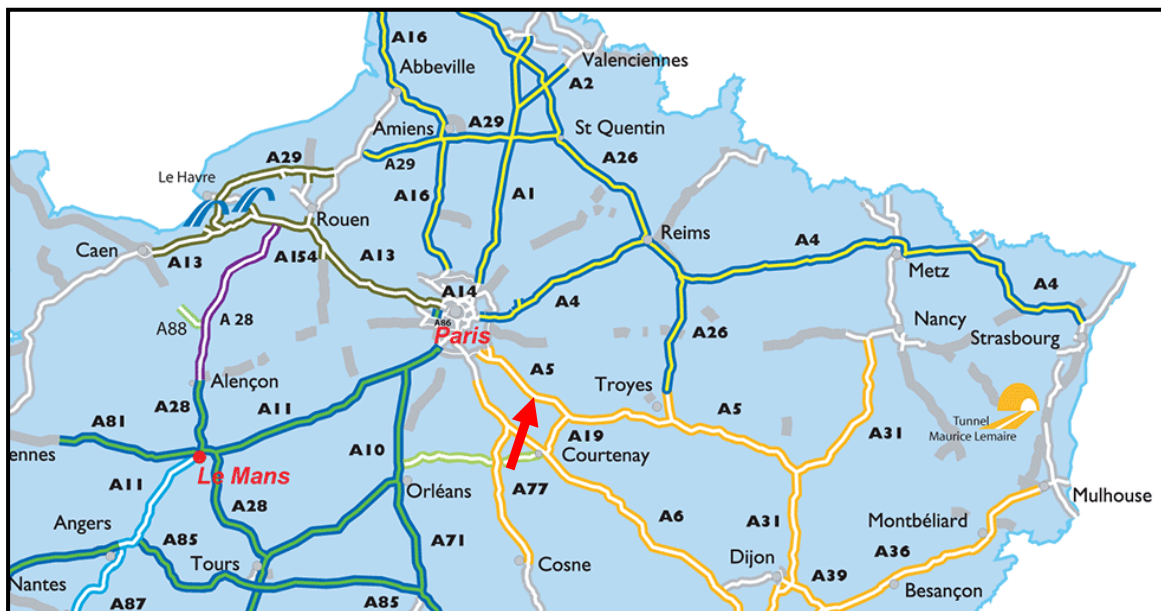


Figure 2.9 : Localisation du chantier de l'autoroute A5

La réalisation de cette portion d'autoroute prévoyait de valoriser au maximum les matériaux issus des déblais tout en respectant les objectifs en terme de granulométrie ( $D < 31,5\text{mm}$  et tamisat à  $5\text{mm} < 60\%$ ). Ainsi, sur une vingtaine de kilomètres, la solution du réemploi des craies extraites en couche de forme traitée a été retenue.

Pour le traitement, un liant hydraulique à forte teneur en laitier (sous-produit de la sidérurgie) a été choisi après une étude comparative entre différents liants et ciments. Notons que l'expérience emmagasinée au sujet du traitement de craie permet d'avoir un a priori positif sur l'utilisation de liants à forte teneur en laitier car ils rendent la craie peu gélive à 28 jours et non gélive à 60 jours ([NF P 98 234 2] et [GTS1]).

Suite à l'étude commerciale de cette solution et au dimensionnement de la couche de forme (détermination de l'épaisseur de matériau à traiter), les moyens matériels nécessaires furent mis en œuvre pour la réalisation du projet.

Les performances mécaniques obtenues furent concluantes comme en témoigne cette série de résultats d'essai brésilien supérieurs ou égaux à  $0,3\text{MPa}$  (valeur limite d'insensibilité au gel).

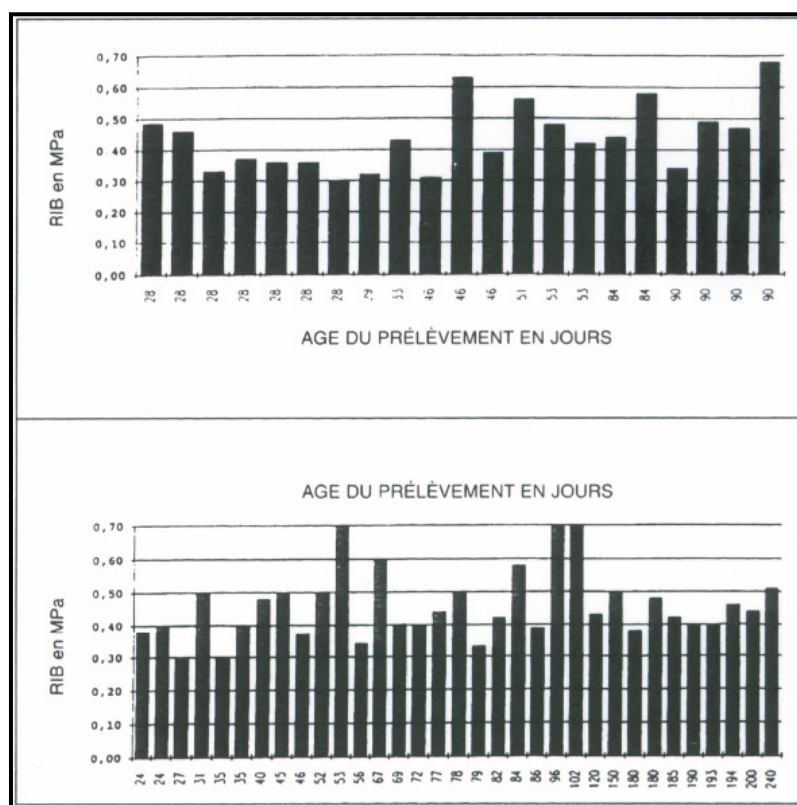


Tableau 2.5 : Résultats d'essais brésiliens sur des carottes de craie traitée en couche de forme



### 2.2.3. Tentatives d'utilisation en couche d'assise

A l'heure actuelle, l'utilisation de la craie en assise de chaussée est déconseillée compte tenu de l'état des connaissances générales. Cependant tous les professionnels s'accordent à penser que l'emploi d'un tel matériau ne doit pas nuire à la qualité finale de la chaussée. Ainsi, des dispositions compensatrices doivent être envisagées soit par la formulation (sur-dosage en liant) soit par le dimensionnement (sur-épaisseur de matériaux bitumineux).

L'emploi de la craie en assise de chaussée devra donc, selon toute vraisemblance, s'appliquer dans des conditions particulières de trafic et d'environnement hydrique afin d'éviter toute ruine précoce de la structure.

- Exemple d'utilisation en couche d'assise : la RD 930 à Nesles (02).

La seule référence sur laquelle nous avons quelques retours concerne le chantier de réalisation de la RD 930 à Nesles dans l'Aisne. Pour ces travaux réalisés en juin 1981, la craie issue de la carrière d'Ennemain (80) a été traitée et mis en place sur la chaussée existante dans le but de la renforcer. Deux formulations ont été établies :

A : 49% Craie + 30% Sable 0/5 Silico-calcaire + 20% Laitier granulé + 1% Gypsonat

B : 59% Craie + 25% Sable 0/5 Silico-calcaire + 15% Laitier granulé + 1% Gypsonat

(remarque : avec du recul et compte tenu des connaissances actuelles, le laitier granulé ne serait plus utilisé car sa résistance à l'attrition est nettement inférieure à celle de la craie. Du laitier prébroyé sinon moulu aurait ainsi dû être employé).

Comme nous l'avons vu précédemment, le sable est ici incorporé dans le but de diminuer la teneur en eau de l'ensemble par voie physique (effet capillaires) et le laitier permet la prise du mélange. Le gypsonat est quant à lui un activant de prise sulfatique.

Les premières difficultés concernant ce mélange sont apparues lors de la phase de reconstitution et de malaxage. Ce dernier a été réalisé en centrale et le principal problème observé fût le mauvais écoulement des matériaux dans la trémie entraînant des baisses de rendement considérables et une grande hétérogénéité du produit final. Ce problème est bien évidemment lié à la haute teneur en eau du matériau qui « s'autocompacte » en cours de mélange.

Concernant le dimensionnement, les épaisseurs retenues dans le but d'obtenir un couple T2/PF2 ont été les suivantes : 25 cm de craie traitée (granulométrie 0/25) + 8 cm de béton bitumineux.

Les résultats sur le terrain furent finalement sans appel puisque dès le premier hiver, soit 6 mois après la réalisation, les dégradations étaient tellement importantes que le linéaire dut être purgé sur les deux tiers. La mise en œuvre d'un matériau gélique pas suffisamment élaboré et le drainage de la structure mal assuré sont les principales causes de la ruine de la chaussée. On notera cependant qu'une partie de la chaussée qui avait bénéficié d'une meilleure maîtrise en termes de mise en œuvre a résisté pendant une vingtaine d'années suite à la diminution du trafic (passage de T2 à T5) au bout de dix ans.

En conclusion, il semblerait que la craie puisse tout de même trouver sa place en assise de chaussée en prenant soin d'élaborer un matériau de manière plus rigoureuse et d'assurer un bon drainage de la chaussée. Dans ces conditions et avec un entretien et un trafic adaptés, il est possible d'arriver à une maîtrise acceptable des dégradations.

## 2.3. Caractérisation géomécanique de la craie d'Haubourdin

Après avoir présenté la craie de manière générale et explicité ses modes d'utilisation dans le domaine des travaux publics, intéressons-nous au cas de la craie d'Haubourdin. Ce paragraphe place le contexte géographique et décrit les paramètres mécaniques, hydrauliques et de texture du matériau.

### 2.3.1. Situation géographique et géologique de la carrière

Le matériau sur lequel nous avons réalisé cette étude est issu de la carrière de craie à ciel ouvert NORMAT, implantée sur les communes d'Emmerin et Loos, dans le département du Nord (59). Cette carrière représentative de la région, est accessible depuis la rue des Lostes qui traverse la commune d'Haubourdin. La vue satellite suivante précise l'emprise de la carrière.



Figure 2.10 : Vue satellite de l'emprise de la carrière NORMAT

Le gisement se compose d'une craie séno-turonienne (datant d'il y a 90 MA) recouverte de terres végétales sur 3m d'épaisseur environ. Comme dans la plupart des gisements de craie, nous retrouvons dans celui d'Haubourdin la présence de rognons de silex.

L'extraction de la craie et le chargement des poids lourds sont réalisés au moyen d'une pelle hydraulique sur un front de taille d'une dizaine de mètres de hauteur. Afin d'assurer une homogénéité au produit, l'extraction est réalisée à plusieurs endroits.

Pour nos essais en laboratoire, nous nous sommes attachés à prélever manuellement, à plusieurs reprises, des blocs de craie issus d'une seule et même zone préalablement creusée à la pelle hydraulique. Ce choix devait nous permettre de minimiser les dispersions existantes en termes de performances mécaniques et d'états hydriques d'un bloc à l'autre.

Nous aurions pu utiliser un stock tampon de craie présent sur le site et qui permet d'écourter les temps d'attente des camions pour le chargement. Cependant, ce stock contient des blocs ayant déjà subi plusieurs cycles de gel/dégel et donc partiellement altérés. Par volonté de travailler sur un matériau plus « sain », nous avons écarté cette possibilité.

La production annuelle de la carrière est de l'ordre de 200 000 tonnes destinées essentiellement au domaine des travaux publics pour la réalisation de couches de forme traitées.

Une identification géotechnique effectuée par le Centre d'Etudes Techniques de l'Équipement Nord Picardie a été réalisée en février 2000 et classe la craie d'Haubourdin en roche R12m / R12s dans le guide technique de réalisation des remblais et des couches de forme [GTR]. Le tableau suivant reprend les principales valeurs de teneurs en eau et de densités :

	Echantillon 1	Echantillon 2	Echantillon 3
Teneur en eau moyenne (%)	24,3	24,1	20,8
Densité humide moyenne (t/m <sup>3</sup> )	2,014	1,927	1,892
Densité sèche moyenne (t/m <sup>3</sup> )	1,620	1,553	1,556
Classement GTR	R12m	R12m	R12s

Tableau 2.6 : Caractérisation GTR de la craie d'Haubourdin [CETE]

Classement selon l'état hydrique et le comportement		
Paramètres et valeurs seuils retenus	Sous-classe	
$pd > 1,7$	craie dense	R <sub>11</sub>
$1,5 < pd \leq 1,7$ et $w_n \geq 27$	craie de densité moyenne	R <sub>12,h</sub>
$1,5 < pd \leq 1,7$ et $22 \leq w_n < 27$		R <sub>12,m</sub>
$1,5 < pd \leq 1,7$ et $18 \leq w_n < 22$		R <sub>12,s</sub>
$1,5 < pd \leq 1,7$ et $w_n < 18$		R <sub>12,ts</sub>
$pd \leq 1,5$ et $w_n \geq 31$	craie peu dense	R <sub>13,th</sub>
$pd \leq 1,5$ et $26 \leq w_n < 31$		R <sub>13,h</sub>
$pd \leq 1,5$ et $21 \leq w_n < 26$		R <sub>13,m</sub>
$pd \leq 1,5$ et $16 \leq w_n < 21$		R <sub>13,s</sub>
$pd \leq 1,5$ et $w_n < 16$		R <sub>13,ts</sub>
MDE $\leq 45$	calcaire dur	R <sub>21</sub>
MDE $> 45$ et $pd > 1,8$	calcaire de densité moyenne	R <sub>22</sub>
$pd \leq 1,8$	calcaire fragmentable	R <sub>23</sub>

Tableau 2.7 : Tableau de classification des matériaux - Classe R [GTR]

### 2.3.2. Caractérisation minéralogique

D'un point de vue macroscopique, la craie issue de la carrière semble très pure avec parfois quelques inclusions siliceuses (silex). Les blocs prélevés sont généralement très blancs et présentent une angularité prononcée due à la rupture fragile de ce matériau.

La craie étant un matériau initialement fracturé, des macro-fissures sont parfois observables sur les blocs.

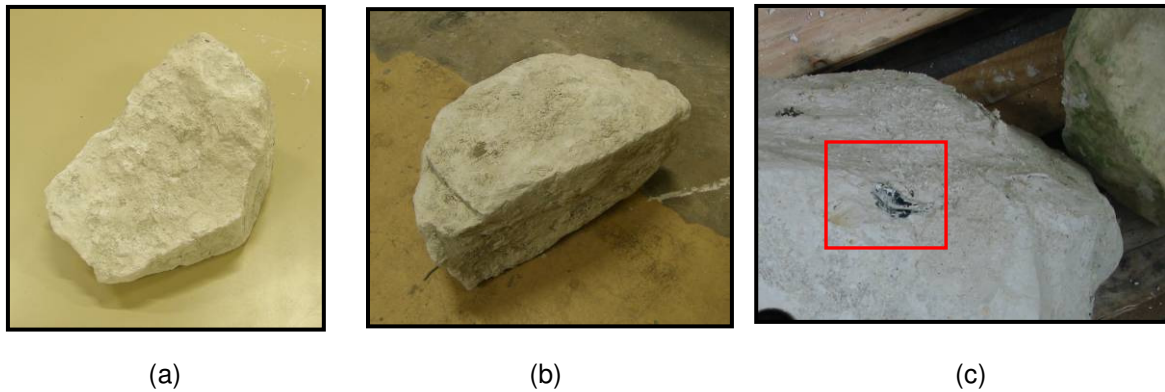


Figure 2.11 : Blocs issus de la carrière d'Haubourdin : angularité prononcée (a et b) et présence de silex (c)

L'observation au M.E.B (microscope électronique à balayage) de la craie d'Haubourdin, met en évidence les anneaux et les cristaux plus ou moins bien conservés de calcite.

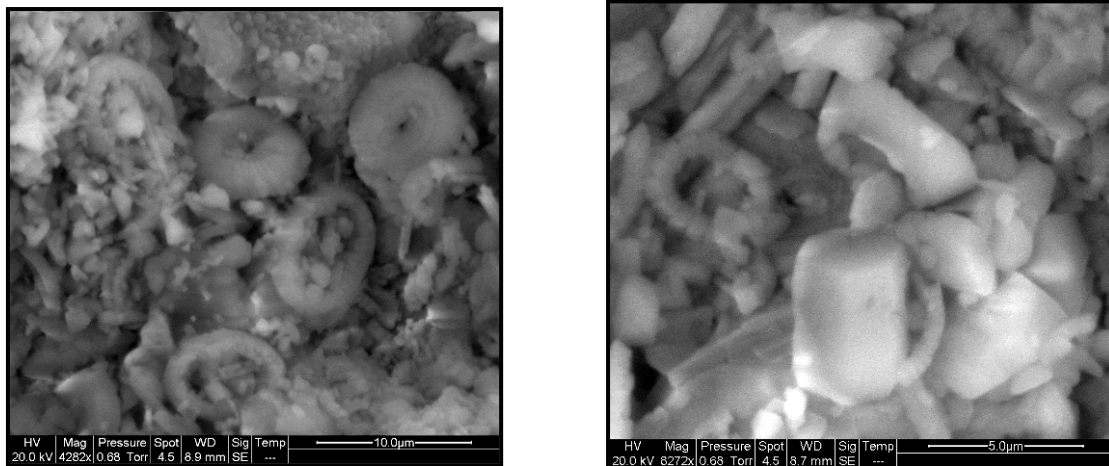


Figure 2.12 : Observations au M.E.B de la craie d'Haubourdin

Comme nous le verrons par la suite, cet empilement grossier de cristaux de calcite est directement lié aux paramètres mécaniques et hydrauliques de la roche.

Afin de déterminer les constituants minéralogiques de la craie d'Haubourdin, nous avons réalisé des analyses par diffractométrie des rayons X (DRX) au Laboratoire des Processus et Bilans des domaines Sédimentaires (LPBS) de l'Université de Lille 1. L'appareillage comprend :

- un diffractomètre Phillips® PW 1729 muni d'une anticathode en cuivre
- une baie de mesure Phillips® W 1710
- un ordinateur muni du logiciel pilote PC-APD

En positionnant un échantillon de notre roche sur une lame mince orientée, nous pouvons à l'aide de cette installation déterminer sa cristallographie et de sa fraction argileuse ( $\leq 2 \mu\text{m}$ ).

Les résultats obtenus confirment la présence en très grande quantité de carbonate de calcium sous forme de calcite, minéral très peu soluble dans l'eau. En effet, la présence du pic principal très prononcé de la calcite (à  $2\theta = 29,5^\circ$ ) et des pics secondaires masquent tout autre minéral (en quantité largement minoritaire).

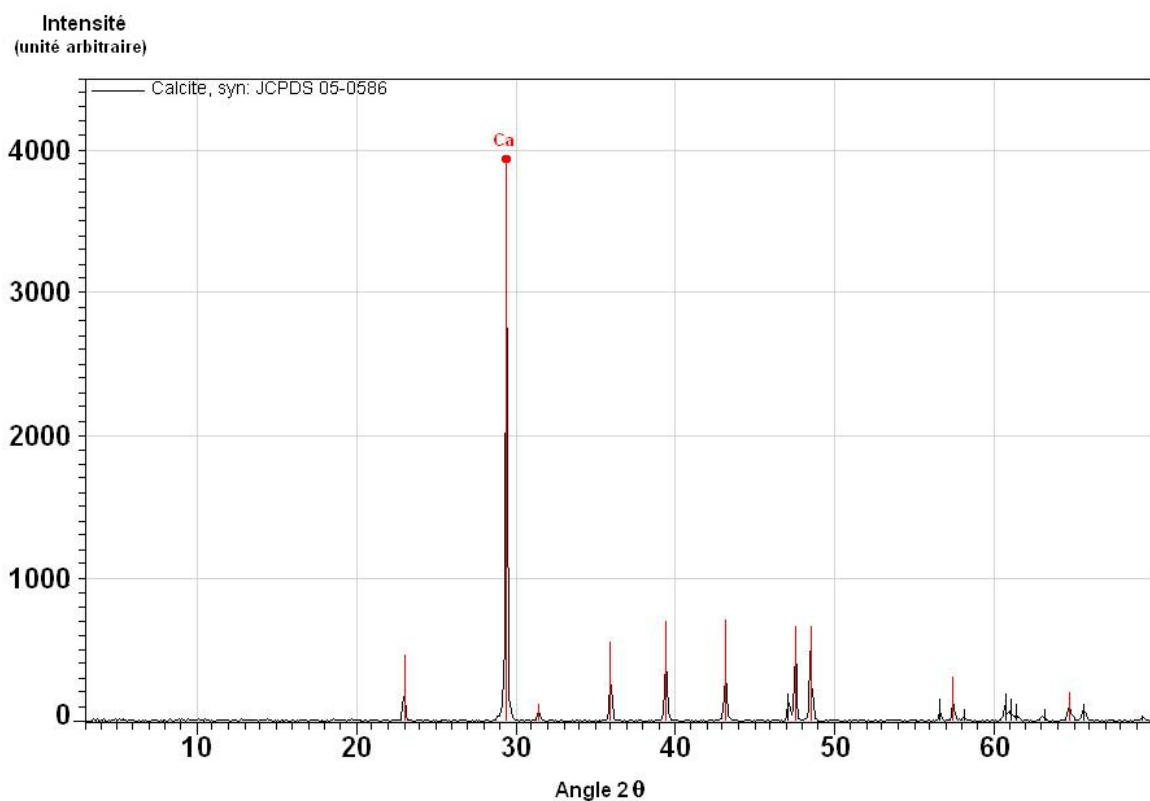


Figure 2.13 : Diffractogramme de la craie d'Haubourdin



Avec cette forte teneur en carbonate de calcium, la craie est une roche atypique dans la famille des roches carbonatées. Pour déterminer la teneur en  $\text{CaCO}_3$  de la craie d'Haubourdin, nous avons complété ces essais par une mesure de calcimétrie au LBPS.

Cet essai repose sur l'attaque à l'acide chlorhydrique du carbonate de calcium contenu dans notre roche suivant la réaction :



En ayant préalablement déterminé la quantité de  $\text{CO}_2$  dégagée par une masse  $m$  de  $\text{CaCO}_3$  pur (étalon), il est possible de quantifier le carbonate de calcium contenu dans notre roche en recueillant le  $\text{CO}_2$  issu de la réaction dans un tube gradué.

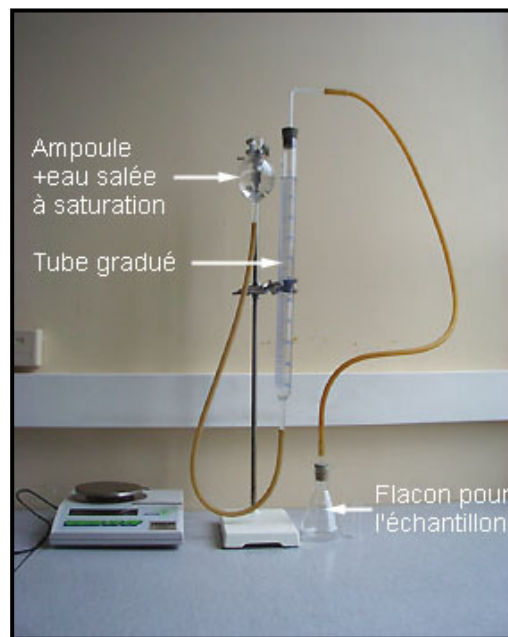


Figure 2.14 : Dispositif de calcimétrie Bernard

Les résultats obtenus sur la craie d'Haubourdin confirment la pureté de cette roche, celle-ci contenant en moyenne **98 % de  $\text{CaCO}_3$**  :

	Ech 1	Ech 2	Ech 3
Teneur en $\text{CaCO}_3$ ( $\pm 1\%$ )	97,6 %	98,1 %	97,8 %

Tableau 2.8 : Détermination de la teneur en  $\text{CaCO}_3$  de la craie d'Haubourdin

L'analyse par DRX des 2% de matière restante (insoluble à l'acide chlorhydrique), a mis en évidence la présence importante de silice sous forme de quartz et d'argiles.

Afin d'obtenir une idée plus précise sur le type d'argiles contenues dans notre échantillon, nous avons également procédé à l'analyse de la fraction argileuse ( $\leq 2 \mu\text{m}$ ).

Après avoir récupéré la fraction fine par décantation, elle est séparée en 3 échantillons :

- fraction argileuse naturelle témoin : courbe noire
- fraction argileuse chauffée à  $490^\circ\text{C}$  pendant 2 heures pour détecter les argiles réfractaires : courbe rouge
- fraction argileuse saturée sous vapeur d'éthylène-glycol pour détecter les argiles gonflantes : courbe verte

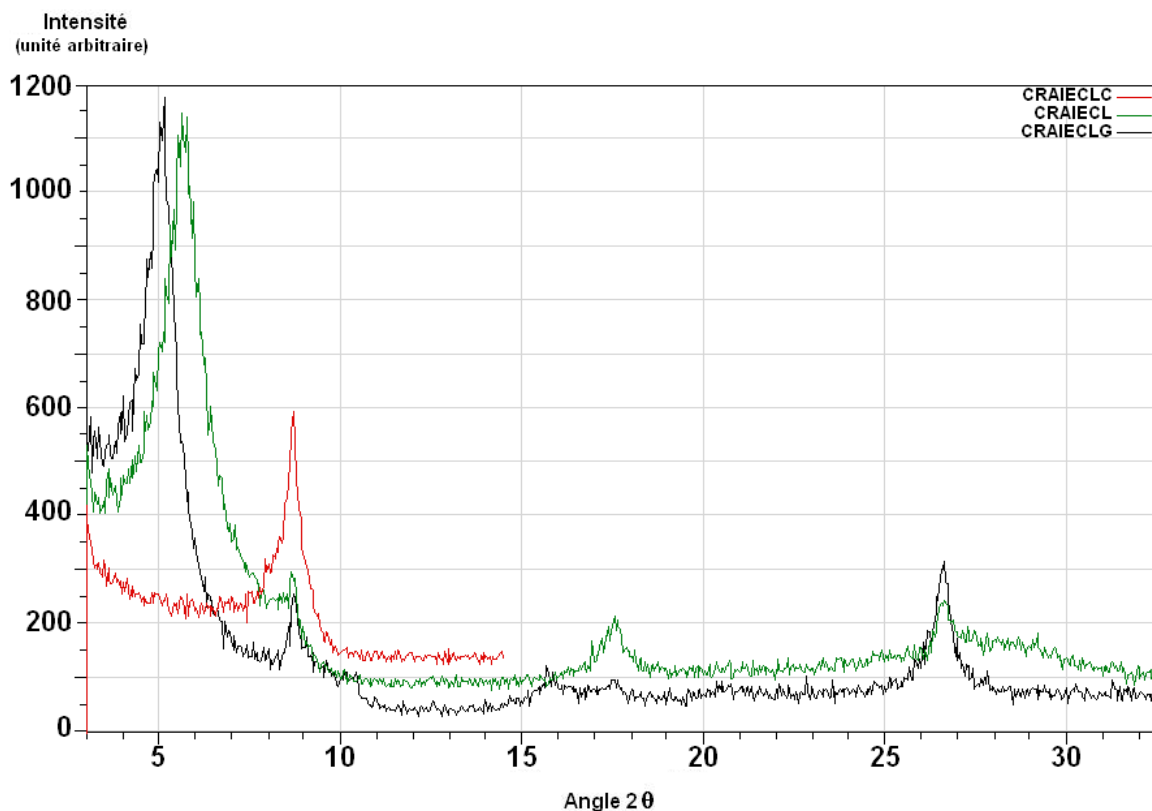


Figure 2.15 : Diffractogramme de la fraction argileuse

L'analyse de ces trois courbes a permis de quantifier et de mettre en évidence 95% de montmorillonite (argile gonflante de type smectite) et 5% d'illite.

Cependant, ces minéraux sont en quantité tellement faible que leur impact sur le comportement du matériau peut être négligé.

On retiendra finalement pour la craie d'Haubourdin la composition suivante :

- 98% de  $\text{CaCO}_3$
- 2% de minéraux accessoires : quartz et argile

### 2.3.3. Caractérisation mécanique

Avant de parler du comportement mécanique de la craie, rappelons que les résultats expérimentaux d'essais de compression sur les roches dépendent fortement des conditions d'essais (températures, teneur en eau, élancement, vitesse de chargement...) comme nous l'explique la littérature, très riche à ce sujet ([DOREMUS], [SHAO], [DESSENNE] et [MASSON]).

#### a) Elaboration des échantillons

Tous les échantillons utilisés dans ce travail de thèse ont été réalisés par carottage à l'eau directement dans des blocs de craie issus de carrière. Après tronçonnage et rectification du parallélisme des faces par passage au tour, les échantillons cylindriques de diamètre 37mm et de longueur 75mm sont placés en étuve à 60°C. Bien que contraignante, l'utilisation d'une machine-outil pour la rectification des surfaces nous a semblé nécessaire étant donné que les techniques habituelles (polissage au papier émeri) ne donnaient pas les résultats escomptés sur un matériau comme la craie.

Les dimensions finales donnent alors un élancement classique de 2 qui permet d'éviter tout phénomène de flambement (pour des élancements trop grands) et la présence de cône de frottement (pour des élancements trop petits). Enfin, pour chaque série de mesure, nous avons pris soin de prélever dans un même bloc les échantillons à tester afin d'éviter au maximum les dispersions dues à l'origine des éprouvettes.

#### b) Appareillage technique et instrumentation

Les propriétés élastiques du matériau sont déterminées par des essais de compression uniaxiale. Les essais de compression ont été menés de manière cyclique sur une presse mécanique Zwick® munie d'un capteur d'effort F de capacité 250 kN et d'un plateau sur rotule permettant de rattraper les défauts de parallélisme et de réduire les éventuelles flexions parasites. L'essai est piloté en vitesse de déplacement, à raison de 2  $\mu\text{m/s}$ , et la valeur à la rupture a été retenue pour évaluer Rc (résistance à la compression simple).

L'acquisition des données (capteur de force et déplacement de la traverse de la presse) est assurée par l'unité de pilotage de la presse.



Figure 2.16 : Presse mécanique Zwick® et système d'acquisition de données



Les échantillons utilisés dans cette étude ont été réalisés par carottage à l'eau directement dans les blocs de craie issus de carrière. Après tronçonnage et rectification du parallélisme des faces par passage au tour, les échantillons cylindriques de diamètre 37 mm et de hauteur 75 mm sont placés en étuve à 60°C. Ces dimensions donnent un élancement classique de 2 qui permet d'éviter tout phénomène de flambement (pour des élancements trop grands) et la présence de cône de frottement (pour des élancements trop petits). Notons également que les échantillons testés ont été carottés dans un même bloc afin de minimiser les éventuelles dispersions.

Afin de mesurer les déformations des éprouvettes, deux systèmes différents ont été utilisés :

- Utilisation des colliers de LVDT

Cet appareillage initialement conçu pour la mesure du module d'Young de matériaux cimentaires, est composé de deux colliers en aluminium auxquels sont liés 4 capteurs de déplacement de type LVDT (Miniature Spring Return Gauging LVDT Displacement Transducer, référence D6/01000A, marque RDP). Ces capteurs, disposant chacun d'une course efficace de 1 mm, sont situés de part et d'autre de la zone centrale de l'éprouvette. En début d'essai, les deux colliers sont séparés de  $L_0 = 30$  mm comme le montre la figure suivante :

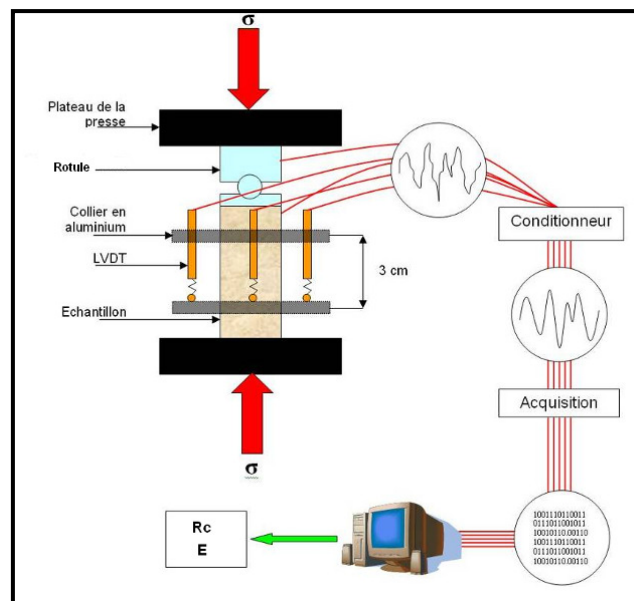


Figure 2.17 : Schéma de principe du système de mesure des propriétés mécaniques [AGOSTINI]



Figure 2.18 : Echantillon de mortier instrumenté à l'aide des colliers de LVDT [AGOSTINI]

L'extrémité de chaque capteur repose sur le collier inférieur permettant ainsi de mesurer la déformation nominale longitudinale de l'éprouvette par :

$$\varepsilon = \Delta L / L_0$$

où  $\Delta L$  est la moyenne des données des quatre capteurs LVDT.

Le capteur de force et les 4 LVDT sont reliés à un conditionneur de signal (National Instruments®), qui envoie les données à un ordinateur via une carte d'acquisition (National Instruments® également). L'enregistrement et le traitement des données se fait au moyen du logiciel Labview®. La contrainte nominale est alors donnée par :

$$\sigma = F/S_0$$

où  $S_0$  est la section initiale de l'éprouvette de diamètre 37 mm.

Ce système a pour avantage de permettre la mesure de la déformation axiale jusqu'en fin de chargement, lorsque la rupture est proche. Adapté à la plupart des matériaux, sa mise en place est simple et rapide.

On notera cependant trois inconvénients :

- la gamme de diamètre d'échantillon à étudier est limitée par le diamètre des colliers
- son utilisation ne permet pas de mesurer le coefficient de Poisson du matériau
- une fois l'étalonnage des LVDT effectué, il faut prendre soin à ne pas trop manipuler l'échantillon de manière à ne pas fausser les mesures de déformations longitudinales

- Utilisation de jauges de déformations

La seconde possibilité consiste à instrumenter les échantillons à l'aide de jauges de déformation. Quatre jauges de déformation précâblées sont collées avec une colle Strain Gauge Cement, KFG-10-120-C1-11 Kyowa. Cette colle particulière dispose d'une grande viscosité lui évitant de pénétrer trop facilement au cœur de notre matériau.

Les jauges sont situées dans le plan médian de l'échantillon et sont espacées de 90° les unes des autres. Deux sont placées longitudinalement, et deux autres transversalement comme le montre la figure suivante :

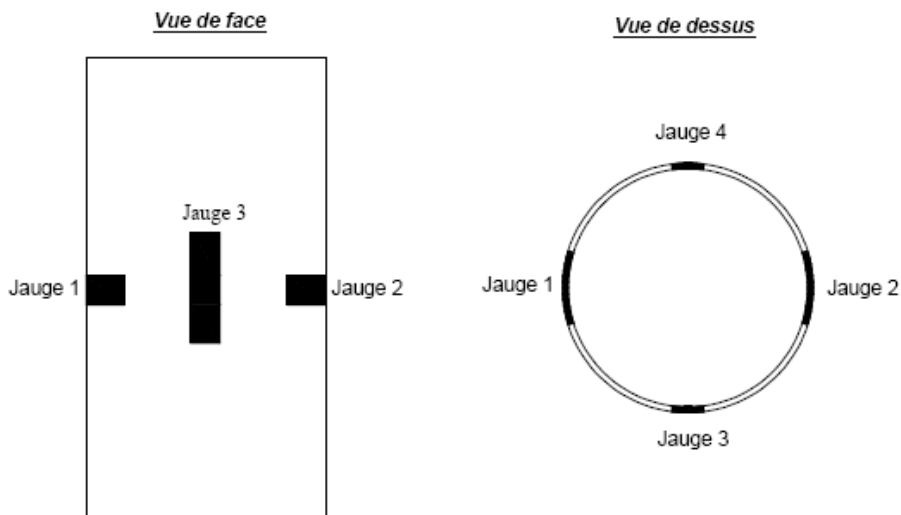


Figure 2.19 : Schéma de disposition des jauges de déformation [CHEN]

Les câbles sont ensuite soudés à une prise DB9 afin de pouvoir être reliés au système d'acquisition des mesures. Enfin, un vernis (M Coat A Vishay-Micromesures) est appliqué sur les jauges et au niveau des soudures afin d'assurer une protection de surface et d'éviter tout courant de fuite éventuels.

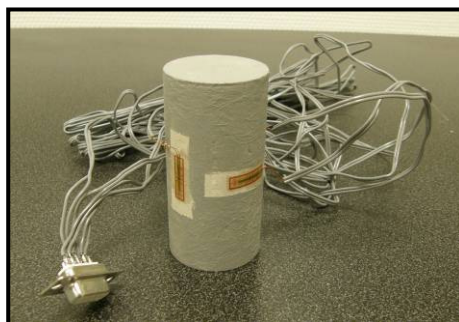


Figure 2.20 : Photo d'un échantillon de craie traité en surface et instrumenté à l'aide de jauges de déformation

Ce système a pour principaux avantages d'être très précis (les jauges étant directement en contact avec le matériau), adaptable à n'importe quel diamètre d'échantillon et il permet de déterminer à la fois module élastique et coefficient de Poisson.

Cependant, la mise en place des jauges est quelque peu fastidieuse et nécessite minutie et précision. De plus, lorsque la rupture de l'échantillon est proche, il arrive que les jauges se décollent suite à l'apparition des premières fissures, ce qui perturbe quelque peu les mesures.

Que ce soit avec les LVDT ou les jauges de déformation, la détermination du module d'Young a été réalisée après trois cycles de chargement/déchargement avec montée à 4 MPa et décharge à 2 MPa afin de rester dans la zone élastique du matériau.

Le module est alors déterminé via une régression linéaire effectuée sur la pente de la courbe contrainte/déformation de la troisième décharge.

Le coefficient de Poisson (uniquement mesuré via l'utilisation de jauges transversales) est déterminé sur la même zone que E par régression linéaire également.

Enfin, notre laboratoire utilisant ces deux méthodes depuis de longues dates, il est admis, par expérience, que pour la détermination du module d'élasticité (jusqu'à 10 MPa), jauges et LVDT donnent des résultats très sensiblement égaux comme le montre la courbe contrainte/déformation suivante réalisée sur un mortier :

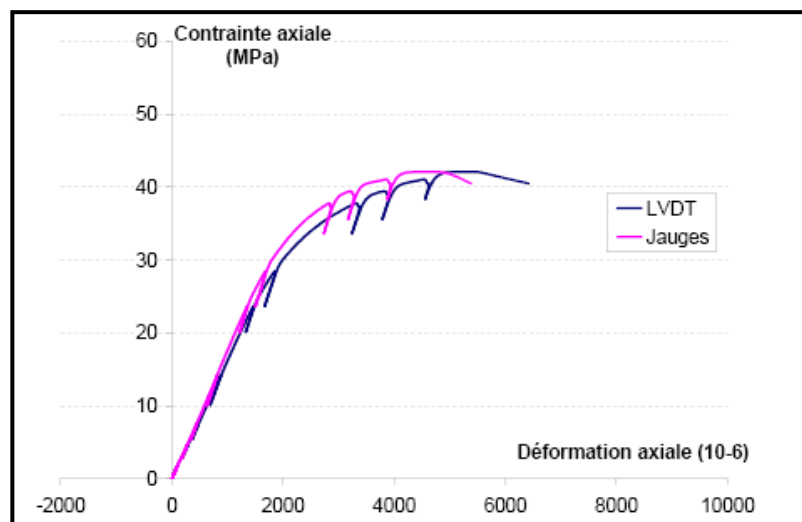


Figure 2.21 : Comparaison entre les mesures des jauges de déformation et les LVDT sur un échantillon de mortier [CHEN]

c) Résultats sur la craie d'Haubourdin :

- Faciès de rupture

D'un point de vue mécanique et à l'état sec (étuvage à 60°C), la craie possède un comportement de type élasto-fragile. Le mode de rupture le plus souvent observé sur notre matériau est la rupture par colonnettes due aux faibles effets de frottement lors des essais en compression simple.

Des colonnettes parallèles à l'effort appliqué progressent pendant l'essai et mènent à la ruine de l'éprouvette. La photo suivante montre un échantillon de craie après rupture en compression uniaxiale :



Figure 2.22 : Photo d'un échantillon de craie après rupture en compression uniaxiale

Ce mode de rupture intervient au terme d'une évolution contrainte/déformation quasi-linéaire avec quasiment aucune déformation plastique comme le montre la courbe suivante :

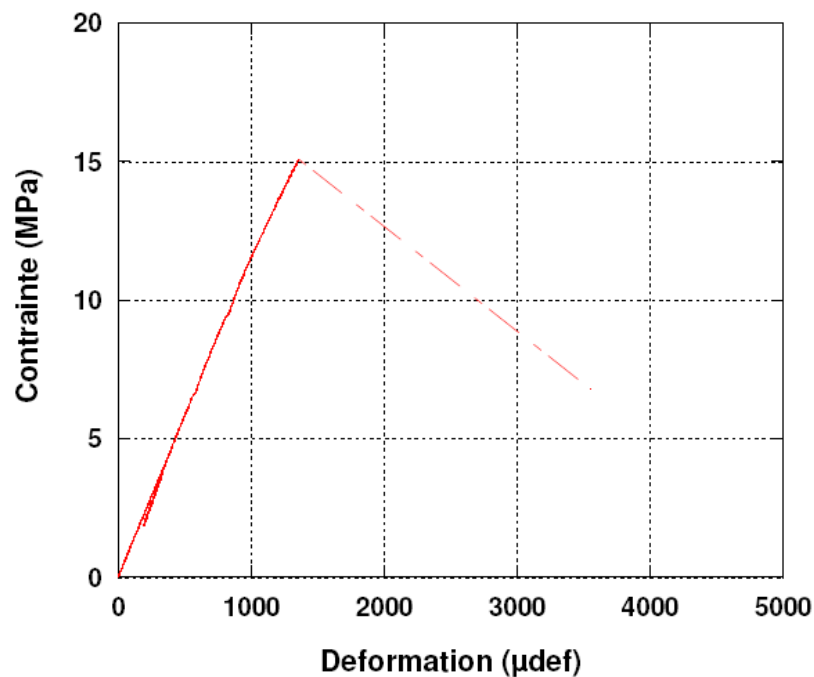


Figure 2.23 : Diagramme contrainte /déformation d'un échantillon de craie d'Haubourdin

En présence d'eau il est également intéressant de remarquer que la ductilité du matériau évolue et que le comportement de la craie devient peu à peu élasto-plastique. Enfin, certains auteurs ont mis en évidence un comportement de type visco-plastique qui se traduit par des phénomènes de liquéfaction à certains niveaux de contraintes ([HOMAND], [SCHROEDER 2]). Ce comportement visqueux est cependant négligé ici puisque c'est un aspect particulier de l'interaction fluide/squelette du matériau et la quasi-totalité des échantillons sont testés à l'état sec.

Ainsi, la répétabilité des essais nous permettent de dire que la craie d'Haubourdin possède une résistance à la compression simple moyenne de l'ordre de **13 MPa** et un module d'Young se situant autour de **9 GPa**. Il existe cependant une légère dispersion concernant ces valeurs principalement due à la provenance des blocs (issus de différentes hauteurs du front de taille).

La littérature met également en évidence un aspect particulier du comportement mécanique de la craie par des essais de compression hydrostatique. En effet, lors de ces essais, l'entrée en plasticité de la craie est marquée par une diminution du volume poreux ou « pore collapse » apparaissant autour de 20 MPa de pression de confinement ([RISNES 1], [SCHROEDER 1]).

Ce phénomène qui se traduit par une soudaine augmentation de la déformation volumique totale de l'échantillon malgré une faible augmentation de la pression de confinement, résulterait de l'effondrement de certaines liaisons entre les grains de calcite constituant le matériau. La figure suivante est le résultat d'un essai de compression hydrostatique réalisé sur une craie de Lixhe :

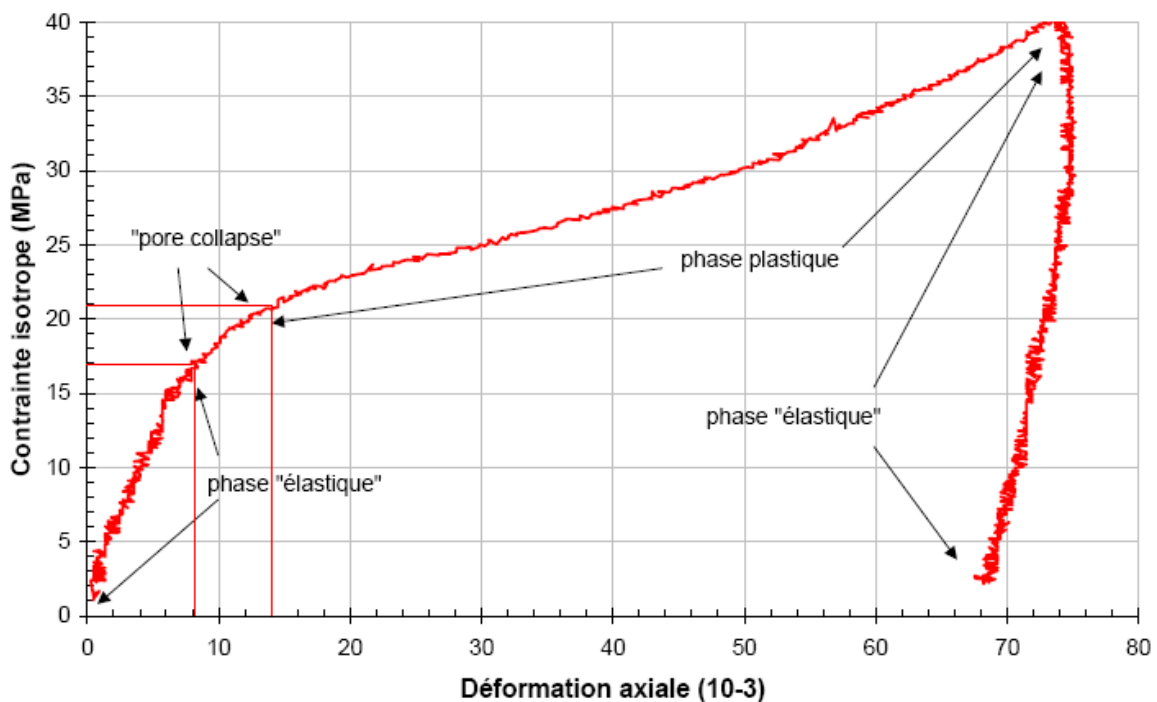


Figure 2.24 : Diagramme contrainte déformation d'un essai de compression hydrostatique réalisé sur une craie de Lixhe [SCHROEDER]

On distingue clairement sur ce résultat le « pore collapse » qui engendre une déformation importante entre 17 MPa et 21 MPa de confinement (quasiment égale à la déformation mesurée entre 5 MPa et 17 MPa). La rupture des premiers ponts de calcite débute ainsi une longue phase de déformation plastique du matériau.

### 2.3.4. Caractérisation hydraulique

Après avoir étudié certaines caractéristiques mécaniques de la craie, nous nous sommes attachés à l'étude des paramètres hydrauliques que sont la porosité et la perméabilité.

Afin de compléter notre connaissance de la microstructure du matériau (déjà appréciée via les observations au M.E.B) des mesures de porosimétrie au mercure ont également été réalisées.

#### a) Détermination de la porosité par saturation à l'éthanol

Dans le domaine des géomatériaux, la craie est connue comme étant une roche contenant de nombreux vides avec une gamme de porosité allant de 30 à 50%.

Cette caractéristique a fait de ce matériau un réservoir idéal de ressources pétrolières [HERMANSEN] et un éventuel lieu de stockage de CO<sub>2</sub> [LI].

Différentes méthodes de mesures existent pour déterminer la porosité (déduction par masses volumiques, analyses d'images...). En ce qui nous concerne, nous avons utilisé dans un premier temps la saturation à l'éthanol sous vide.

Cette méthode permet de déterminer le volume de pores accessible à l'éthanol. L'intérêt d'utiliser un tel fluide réside dans le fait que ce dernier n'est pas polaire et réagit donc très peu avec le matériau. Tout phénomène physico-chimique parasite (dissolution, gonflement...) est ainsi évité.

En pratique, après séchage d'un échantillon sous étuve à 60 °C (contrôlé par stabilisation de sa masse :  $m_{\text{sec}}$ ), on le sature sous vide à l'éthanol, jusqu'à obtention d'une masse constante ( $m_{\text{sat}}$ ). On considère alors l'échantillon comme totalement saturé à l'éthanol et on en déduit la porosité ouverte à l'éthanol sous vide (exprimée en pourcentage du volume de l'échantillon) par la relation :

$$\varnothing = (m_{\text{sat}} - m_{\text{sec}}) / \rho V$$

où  $\rho$  et  $V$  désigne respectivement la masse volumique de l'éthanol et le volume de l'éprouvette (mesuré au pied à coulisse, avec une précision de  $\pm 0,02$  mm).

La densité de l'éthanol utilisé est de 0,7914 à pression atmosphérique et 20 °C, sa viscosité est variable en fonction de la température et de la pression. Elle est de 0,6 centipoises à 20 °C et sous pression atmosphérique.



Figure 2.25 : Dispositif de mesure de porosité à l'éthanol sous vide  
(à gauche : pompe à vide ; à droite : cloche contenant les échantillons baignant dans l'éthanol).

Les mesures réalisées sur 3 échantillons permettent d'affirmer que la craie d'Haubourdin a une porosité moyenne de **41%**.

Pour compléter et confirmer ces valeurs, des essais de porosimétrie par intrusion de mercure ont été réalisées au Laboratoire de l'École des Mines de Douai. Cette technique, très fréquemment utilisée, permet de détecter les pores capillaires dont la taille varie entre environ 4 nanomètres et quelques microns ( $\approx 7500$  nm). Bien que controversée [DIAMOND] du fait du modèle très simplifié du réseau poreux qu'elle propose, cette technique reste un outil privilégié d'étude de la microstructure des matériaux poreux. En effet, lors de l'analyse des résultats de cet essai, le réseau poreux est assimilé à une distribution de pores cylindriques de révolution de rayon  $r$  variable. C'est ce point particulier qui fait l'objet de discussions.

L'appareil utilisé ici est un MICROMERITICS® AutoPore IV 9500. La méthode expérimentale consiste à appliquer différents niveaux de pression de mercure liquide  $P$  (à température ambiante) à un échantillon initialement placé sous vide. La pression  $P$  requise pour introduire du mercure dans les pores de l'échantillon est inversement proportionnelle à la taille de ces derniers. La loi de Jurin permet de relier rayon de pores et pression de mercure :

$$P = (2 \cdot \tau \cdot \cos\theta) / r$$

où  $P$  est la pression capillaire ;  $\tau$  la tension superficielle du mercure à  $25^\circ\text{C}$  ( $=0,48\text{N/m}$ ) ;  $\theta$  l'angle de raccordement du ménisque ( $=140^\circ$  pour des matériaux carbonatés ou silicatés) et  $r$  le rayon de pore.

La technique consiste donc à soumettre un échantillon d'environ  $1\text{ cm}^3$  à une pression de mercure croissante par paliers jusqu'à  $200\text{ MPa}$  (chaque étape durant une vingtaine de secondes). Les volumes de mercure pénétrant dans l'échantillon sont alors déterminés successivement par pesée (avec  $\rho_{\text{Hg}} = 13,5335\text{ g/ml}$ ).

À l'issue de l'injection, la pression de mercure est relâchée et une nouvelle fois, les volumes de mercure éjectés sont mesurés. Ce cycle d'injection/éjection est considéré comme non destructeur de la microstructure du matériau dans la gamme de taille de pores étudiée.

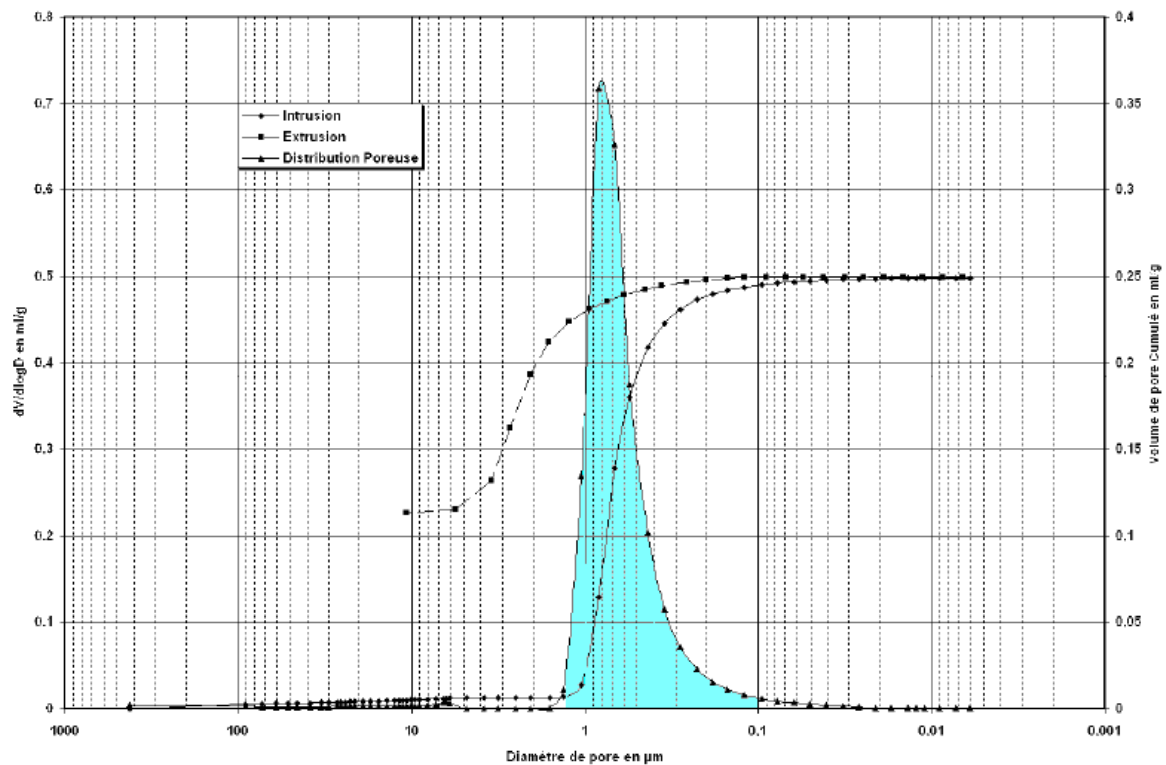
Les résultats de cet essai se présentent généralement sous la forme d'un graphique volume/rayon d'entrée de pores sur lequel apparaît également la courbe dérivée qui met en évidence la taille de pore prédominante. La porosité connectée totale est déduite de la courbe, ainsi que le rayon médian, le rayon moyen, etc.



Figure 2.26 : Porosimètre Micromeritics® AutoPore IV 9500



La figure suivante présente le diagramme volume/rayon de pores obtenu sur un échantillon de craie d'Haubourdin. On remarque grâce à la courbe dérivée que les pores présents dans notre échantillon se situent dans une gamme de diamètres comprise entre 0,1 et 1,2  $\mu\text{m}$  avec une majorité de pores autour de 0,6  $\mu\text{m}$ . Ceci est confirmé par l'évaluation du diamètre moyen de pores compris entre 0,57  $\mu\text{m}$  et 0,71  $\mu\text{m}$ .



Total Intrusion Volume =	0.2490	mL/g
Total Pore Area =	2.137	m <sup>2</sup> /g
Median Pore Diameter (Volume) =	<b>0.7013</b>	$\mu\text{m}$
Median Pore Diameter (Area) =	0.4694	$\mu\text{m}$
Average Pore Diameter (4V/A) =	0.4661	$\mu\text{m}$
Bulk Density at 0.10 psia =	1.7176	g/mL
Apparent (skeletal) Density =	3.0012	g/mL
Porosity =	<b>42.7707</b>	%

Figure 2.27 : Tableau et diagramme de porosimétrie mercure réalisée sur un échantillon de craie d'Haubourdin

La porosimétrie par injection de mercure nous permet également de confronter nos résultats d'essais de porosité à l'éthanol. On constate que la valeur de porosité obtenue par cette méthode sur notre échantillon dépasse quelque peu l'estimation de 41% réalisée à l'éthanol sous vide. Ceci vient principalement du fait que les hautes pressions obtenues via cet appareil permettent de remplir les pores les plus fins qui restent difficilement accessibles à l'éthanol via un pompage à vide. La mesure réalisée précédemment reste cependant largement satisfaisante dans le cadre de nos travaux.

## b) Perméabilité à l'argon

La perméabilité (notée  $K$ ) est une des grandeurs physiques permettant de caractériser l'aptitude d'un matériau à échanger avec le milieu extérieur. Plus précisément, elle se définit comme l'aptitude d'un matériau à se laisser traverser par un fluide sous l'effet d'un gradient de pression. Plus la valeur de perméabilité est élevée, plus le matériau est perméable et, inversement, plus la valeur de  $K$  est faible, plus le matériau est imperméable.

Deux techniques sont régulièrement utilisées au sein de notre laboratoire : la mesure de perméabilité à l'eau ou au gaz. Cependant, comme pour les essais de porosité, nous avons préféré utiliser un fluide « neutre » par rapport à notre matériau : l'argon.

Les mesures sont réalisées sur un échantillon cylindrique soumis à une contrainte hydrostatique de confinement  $P_c$  au sein d'une cellule triaxiale. En pratique, nous procédons de la manière suivante :

- injection de l'argon dans l'échantillon via un réservoir tampon de volume déterminé ( $V_r = 0.2L$ ) et à une pression  $P_i$  donnée (mesurée en amont de l'échantillon et maintenue constante au moyen d'une source extérieure (bouteille d'Argon de grande contenance).
- maintien de la phase précédente afin d'avoir un régime d'écoulement permanent (obtenue très rapidement sur ce type de matériau)
- isolation du système (échantillon+réservoir tampon) de la source extérieure de gaz de telle façon que seul le réservoir tampon alimente l'échantillon en gaz.

Une fois le système échantillon+réservoir isolé, la pression initiale  $P_i$  chute de  $\Delta P_i$  pendant un temps  $\Delta t$ . Généralement, on se fixe un  $\Delta t$  assez faible (de l'ordre de 30 secondes) ce qui engendre un  $\Delta P_i$  suffisamment petit devant  $P_i$  pour rester dans les conditions d'écoulement d'un régime quasi permanent.

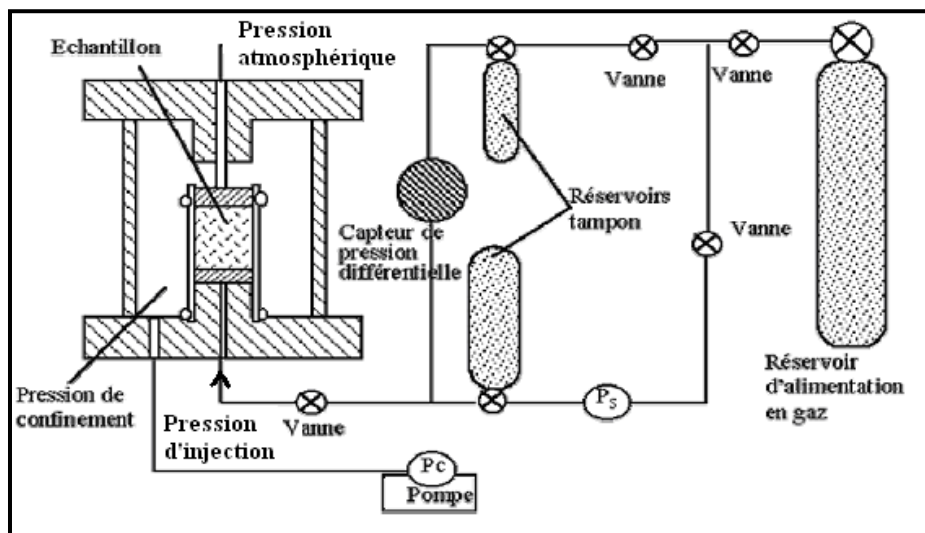


Figure 2.28 : Schéma du dispositif de mesure de perméabilité au gaz [CLAUDOT]

En conditions isothermes on évalue alors le débit volumique moyen par [CHEN 2] :

$$Q_v = (V_r \cdot \Delta P_i) / (P_{moy} \cdot \Delta t)$$

où  $P_{moy}$  est la pression moyenne d'injection donnée par :  $P_{moy} = P_i - \Delta P_i / 2$ .

Nous appliquons ensuite la loi de Darcy en conditions isothermes (même si son applicabilité reste discutée chez certains auteurs [CLAUDOT]) afin de calculer la perméabilité apparente au gaz  $K_{app}$  par la relation suivante :

$$K_{app} = (\mu \cdot Q_v / A) \cdot (2 \cdot L \cdot P_{moy}) / (P_{moy}^2 - P_0^2)$$

où  $\mu$  est la viscosité du gaz (égale à  $2,2 \cdot 10^{-5}$  Pa.sec à 20°C pour l'argon) ;  $L$  est la longueur de l'échantillon ;  $A$  l'aire de sa section droite et  $P_0$  est la pression absolue de sortie, supposé égale à la pression atmosphérique.

La figure suivante présente le dépouillement d'un essai de perméabilité au gaz sur un échantillon de craie d'Haubourdin avec l'évolution de  $P_i$  en fonction du temps.

La perméabilité apparente au gaz obtenue est de l'ordre de  $2 \cdot 10^{-15}$  m<sup>2</sup> soit  $2 \cdot 10^{-8}$  m/s.

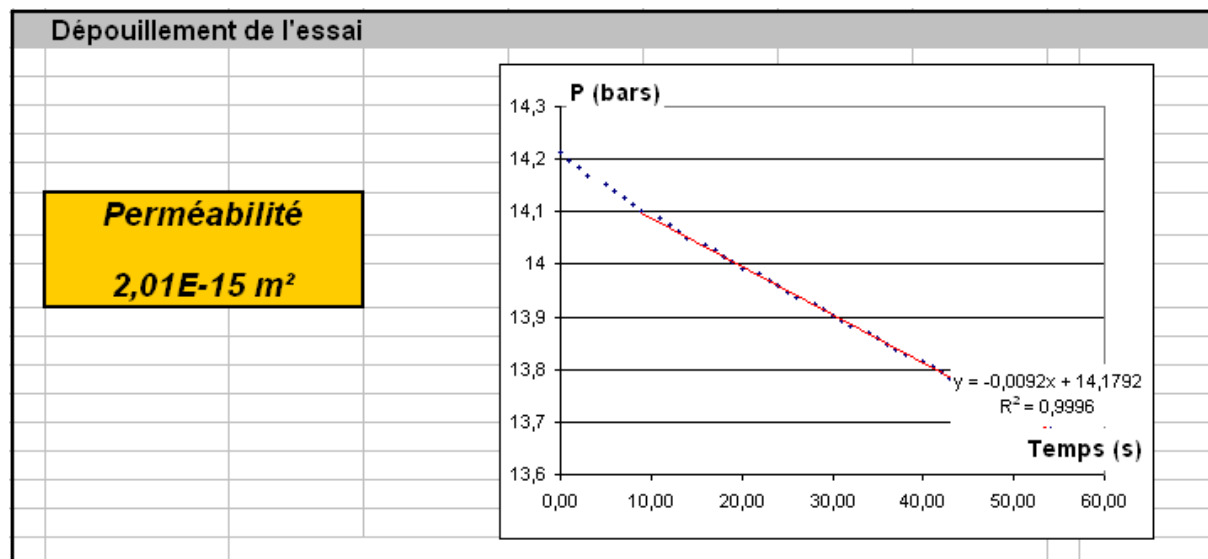
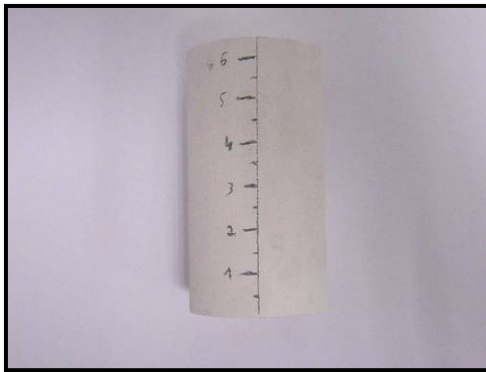


Figure 2.29 : Résultat d'essai de perméabilité au gaz sur un échantillon de craie d'Haubourdin

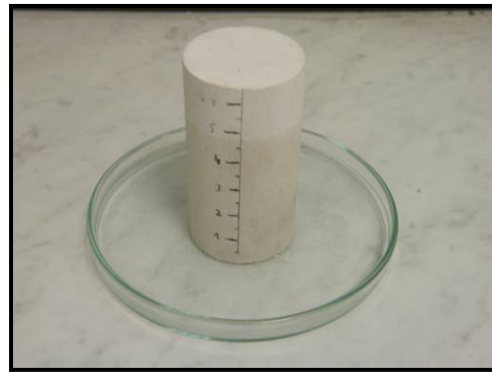
Pour illustrer les valeurs de porosité et de perméabilité de la craie, un essai d'absorption [NF EN 1925] quelque peu modifié s'avère très parlant. En effet, cet essai consiste à mettre en contact une éprouvette de matériau avec une légère pellicule d'eau (quelques millimètres) et d'observer la montée du fluide dans l'échantillon par capillarité en fonction du temps.

Comme nous venons de le voir, les caractéristiques hydrauliques de la craie permettent au matériau d'emmagasiner de manière assez rapide une quantité importante de fluide.

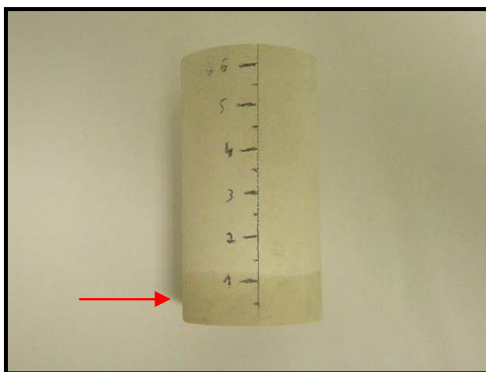
La planche photographique suivante montre l'évolution du fil d'eau au sein d'un échantillon.



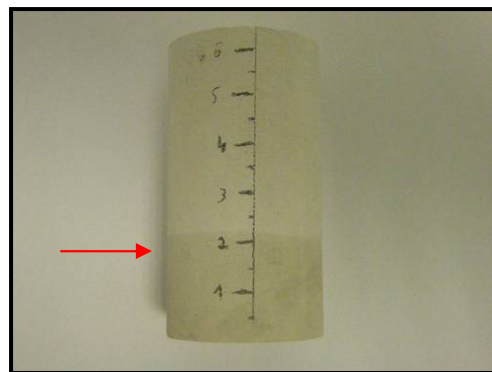
a) Echantillon avant essai



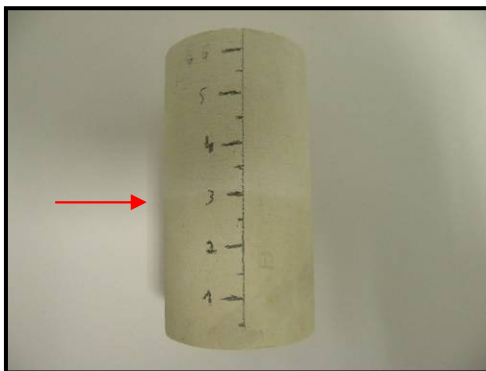
b) Dispositif expérimental



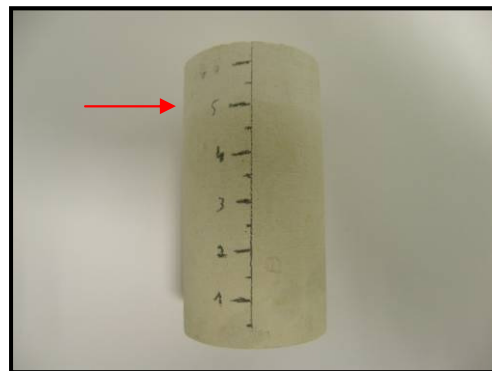
c) Fil d'eau à  $t = 1\text{min}$



d) Fil d'eau à  $t = 5\text{min}$



e) Fil d'eau à  $t = 10\text{min}$



f) Fil d'eau à  $t = 30\text{min}$

Figure 2.30 : Planche photographique de l'essai d'absorption sur la craie d'Haubourdin

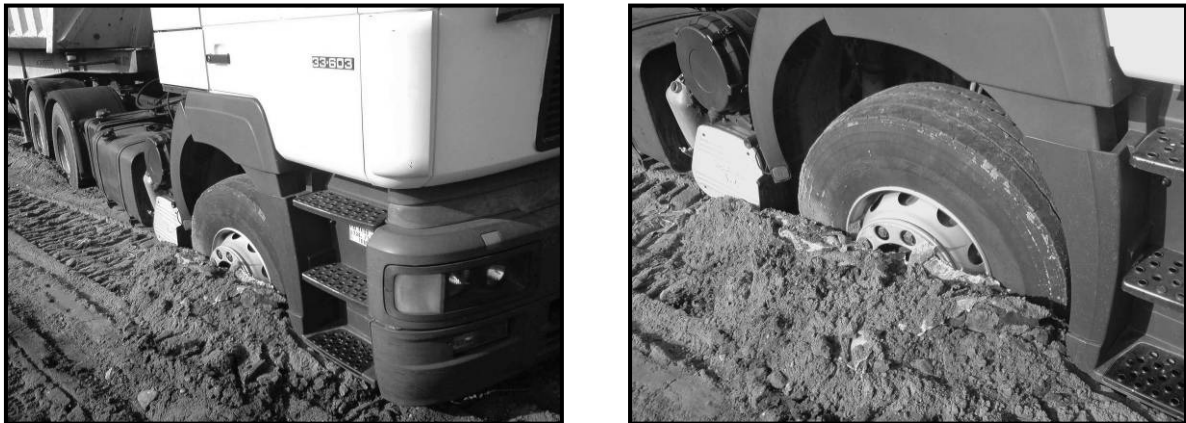
L'effet « absorbant » de la craie est ainsi clairement mis en évidence et témoigne de l'importance du paramètre de transfert qu'est la perméabilité.

Voyons à présent quels effets l'eau va avoir sur le comportement du matériau.

## 2.4. Comparaison des états sec et saturé : notion de « water weakening effect »

Le premier point négatif que les professionnels des travaux publics mettent en avant au sujet de la craie est son mauvais comportement à l'eau. Comme les limons, la craie forme en présence d'eau et sous contrainte mécanique un tapis boueux qui nuit à la bonne circulation des engins de chantiers.

En effet, lors des opérations de terrassement, on assiste à une augmentation de la quantité de fines due à la fragilité du matériau. L'eau initialement présente dans le matériau confère alors aux fines produites un comportement de pâte de faible consistance. C'est ce que l'on appelle le phénomène de « matelassage » qui rend la circulation et le compactage difficiles.



*Figure 2.31 : Enlèvement d'un camion sur un chantier de limon (on observe le même phénomène sur certain chantier de craie)*

A priori l'eau ne servirait qu'à lier les fines entre elles et à propager le phénomène. Cependant, l'étude suivante montre que l'eau a également un rôle prépondérant sur les paramètres mécaniques de la craie (résistance et module). En effet, en plus de lier les fines entre elles, l'eau contribue à l'affaiblissement du matériau comme nous allons le voir.

### 2.4.1. Effet de l'eau sur la craie : le « water weakening effect »

Afin de mettre en évidence l'effet de l'eau sur la craie, nous avons observé l'influence de la saturation sur des échantillons de ce matériau. Pour cela, nous avons saturé des éprouvettes à différents niveaux en les plaçant dans des cloches à humidité relative contrôlée.

L'utilisation de différentes humidités relatives pour saturer ou dessaturer des échantillons est usuelle en laboratoire. Cela permet de remplir successivement les pores du matériau en commençant par ceux de plus faibles rayons. En effet, l'humidité relative est directement liée aux rayons de pores  $r$  du matériau par la loi de Kelvin-Laplace :

$$r = - (2 \cdot \gamma \cdot M) / (R \cdot T \cdot \rho \cdot \ln(HR)) \quad (1)$$

où  $\gamma$  est la tension superficielle de l'eau,  $R$  la constante des gaz parfaits,  $T$  la température (en Kelvin),  $HR$  l'humidité relative.  $M$  et  $\rho$  sont respectivement la masse molaire et la masse volumique de l'eau.

Or, nous avons vu précédemment, grâce à la porosimétrie mercure (2.3.4), que la taille des pores de la craie était comprise entre 0,1 et 1,2  $\mu\text{m}$ . La loi de Kelvin-Laplace nous permet alors de remonter à la valeur d'humidité relative nécessaire pour saturer cette gamme de tailles de pores :

$$HR = \exp - [(2 \cdot \gamma \cdot M) / (R \cdot T \cdot \rho \cdot r)] \quad (2)$$

On obtient ainsi une valeur de  $HR$  de **99%** avec les valeurs numériques suivantes :

$T = 293 \text{ K}$  ( $20^\circ\text{C}$ ) ;  $\gamma = 0,073 \text{ N/m}$  ;  $M = 0,018 \text{ kg/mol}$  ;  $R = 8,34 \text{ J/mol/K}$  ;  $\rho = 1000 \text{ kg/m}^3$  et  $r = 0,1 \cdot 10^{-6} \text{ m}$  (rayon minimal des pores)

Cette valeur signifie donc que les échantillons de craie dont la totalité des pores sont de rayon supérieur à 0,1  $\mu\text{m}$  (cf. résultat de porosimétrie précédent) commenceront à se saturer à partir de 99% d'humidité relative.

La saturation se réalise alors dans une cloche à moitié remplie d'eau, les échantillons étant disposés à la surface du liquide mais sans contact. Le suivi de la saturation est alors effectué par pesée successive des échantillons jusqu'à ce qu'ils atteignent les saturations (et donc les masses) désirées.

Cette méthode permet non seulement d'approcher de manière très fine les niveaux de saturation voulus (car la prise d'eau est plutôt lente) mais elle assure également une saturation homogène des échantillons. Cette qualité de saturation n'aurait pas pu être obtenue par saturation totale (trempage) et séchage sous étuve par exemple.



Figure 2.32 : Echantillon sous cloche à humidité relative contrôlée

Une fois la saturation atteinte, les échantillons sont testés en compression simple. Compte tenu du protocole décrit précédemment (et notamment le suivi des masses pendant la saturation), nous avons logiquement utilisé le collier de LVDT pour mesurer les modules d'Young.

La figure 1 montre l'effet de la saturation en eau sur des échantillons de craie d'Haubourdin. La valeur de référence ( $S_r = 0\%$ ) correspond à un échantillon conservé sous étuve à  $60^\circ\text{C}$  jusqu'à stabilisation de sa masse.

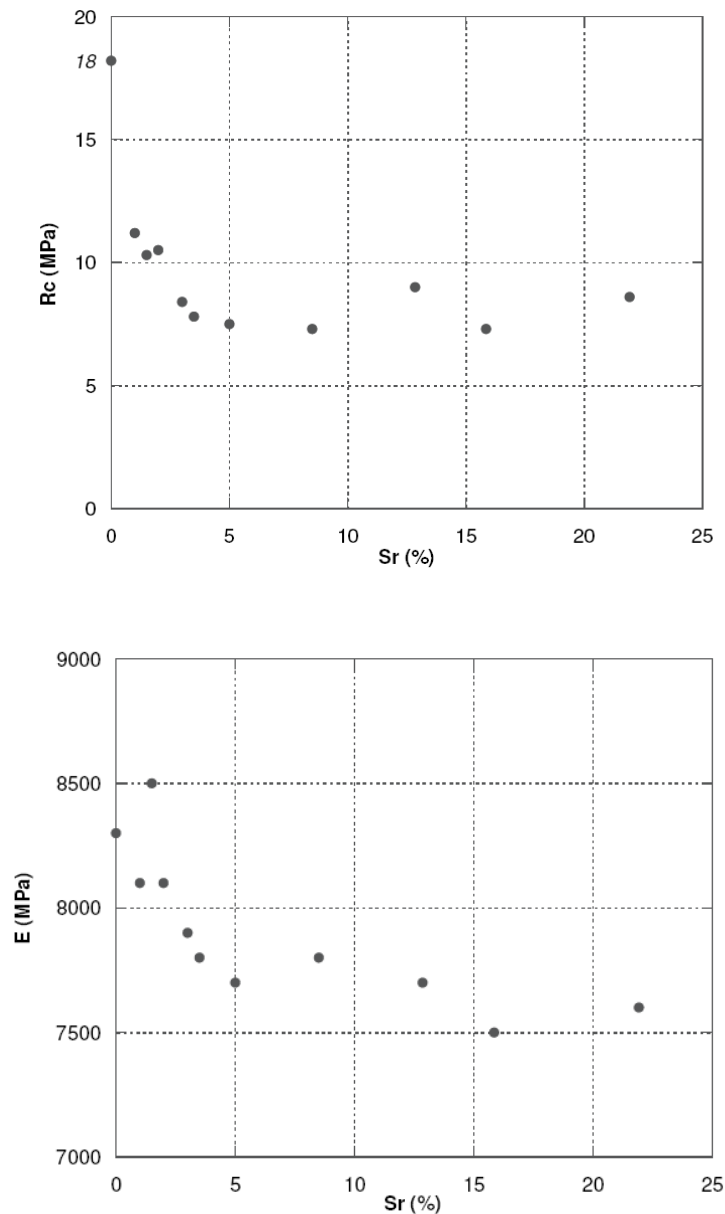


Figure 2.33 : Effet de la saturation en eau sur la résistance à la compression ( $R_c$ ) et le module d'Young ( $E$ ) de la craie d'Haubourdin.

De nombreux auteurs ([MASSON], [RISNES 2], [DUPERRET], [TALESNICK], [XIE]) ont mis en évidence les effets de l'eau sur la craie.

En effet, il est surprenant d'observer qu'à partir de quelques pourcents de saturation en eau ( $S_r$ ), la résistance à la compression de la craie chute. Ce phénomène est appelé « **water weakening effect** » ou effet d'affaiblissement de la craie par l'eau.

Il se traduit donc par une chute brutale de la résistance en compression simple de l'ordre de 30% à partir d'un ou deux pourcents de saturation.

Le module d'Young de la craie semble également sensible à la présence d'eau puisque une légère diminution de ce paramètre est notable, même si cette tendance n'est pas aussi claire que pour les valeurs de  $R_c$ . La présence d'eau a donc, a priori, un effet sur la rigidité du matériau, rendant la craie un peu moins raide qu'à l'état de référence.

- Influence du temps de saturation

Afin de voir l'influence du temps de saturation sur ce phénomène quasi instantané, nous avons conservé des échantillons saturés dans de l'eau pendant 1 semaine, 1 mois et 2 mois. A l'issue de chaque période de saturation, les échantillons (par série de 3) ont été testés en compression simple.

Compte tenu de leur résistance de surface plus faible, nous avons munis les échantillons saturés de bandelettes de caoutchouc afin que les vis permettant de serrer le collier de LVDT ne viennent poinçonner trop durement leur surface.



Figure 2.34 : Poinçonnement (a) et solution adaptée (b) aux tests de compression simple sur échantillons saturés

La figure suivante présente les résultats obtenus sur chaque série d'échantillons après 8, 30 et 65 jours de saturation.

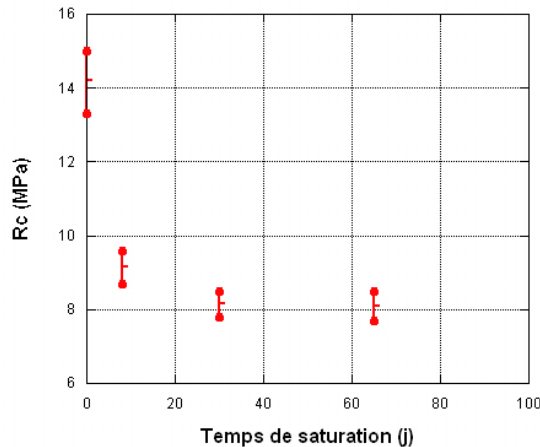


Figure 2.35 : Influence du temps de saturation sur le « water weakening effect »



On constate que le temps de saturation influe peu sur la résistance de la craie. En effet, après 8 jours de saturation, la chute de résistance obtenue est celle correspondant au « water weakening effect » soit environ 30% de la résistance à l'état sec.

A la suite de saturations plus longues, cette résistance affaiblie est très peu modifiée avec une diminution d'un peu moins de 10%.

Le temps ne semble donc pas être un paramètre aggravant les effets du phénomène quasi instantané qu'est le « water weakening effect ».

- Influence des cycles séchage-imbibition

Nous avons également voulu voir si des cycles de séchage-imbibition peuvent dégrader le matériau de manière plus importante. Une série de 10 cycles a donc été réalisée sur des échantillons de craie d'Haubourdin. Un cycle correspond à une imbibition pendant 5 jours dans une cloche remplie d'eau (les échantillons étant totalement immergés) suivie d'un séchage à 60°C pendant 2 jours dans une étuve prévue à cet effet.

Des pré-tests ont été réalisés afin de déterminer les durées de saturation et de séchage adéquates. La figure suivante donne l'évolution de masse de 4 échantillons en phase d'imbibition.

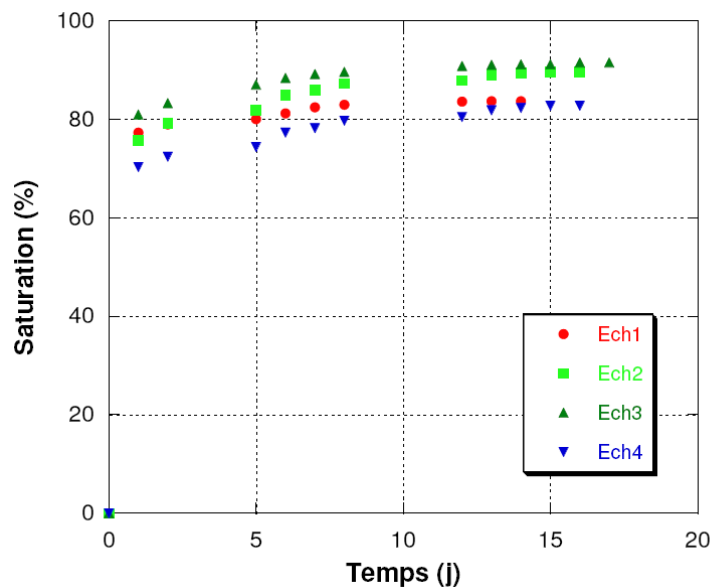


Figure 2.36 : Evolution de la saturation de 4 échantillons en immersion dans de l'eau

On peut constater qu'après 5 jours d'imbibition, la majorité des échantillons a atteint 80% de saturation. Ces temps et taux de saturation nous ont semblé suffisants pour provoquer d'éventuels phénomènes de dissolution pouvant dégrader nos éprouvettes. C'est pourquoi nous les avons choisis pour la réalisation de nos cycles. Les échantillons sont finalement testés à l'état sec, à l'issue du dernier cycle.

Les résultats obtenus sont intéressants puisque la répétition des imbibitions ne semblent pas impacter la résistance de notre matériau comme l'indique le tableau suivant :

	Ech 1	Ech 2	Ech 3
Rc (MPa)	12,9	14,6	13,8
E (GPa)	10	11	10

*Tableau 2.9 : Résistance et module de 3 échantillons après 10 cycles imbibition-séchage*

Ainsi, une fois que l'eau disparaît du matériau (par séchage à 60°C), la craie retrouve ses propriétés mécaniques initiales. Les cycles n'altèrent donc en rien la craie et tout phénomène de dissolution pouvant expliquer le « water weakening effect » est à écarter. Par ailleurs, l'absence de différence entre la masse initiale de l'échantillon et sa masse après 10 cycles confirme cette conclusion.

Si la dissolution de ponts de calcite au sein du matériau n'est pas une explication viable au phénomène de « water weakening effect », voyons à présent ce que nous apporte la littérature à ce sujet.

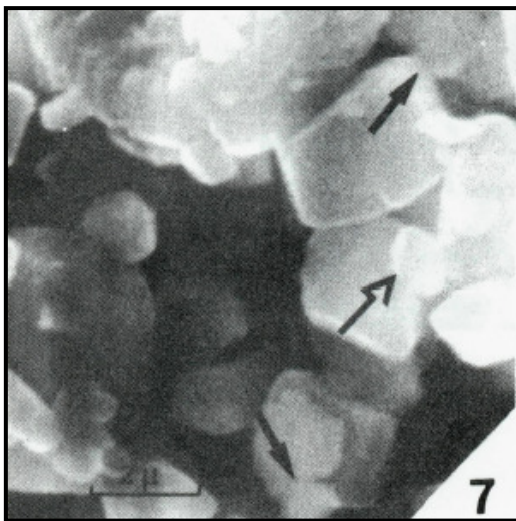
## 2.4.2. Explications du phénomène

Afin de comprendre les mécanismes régissant l'affaiblissement de la craie par l'eau, il est nécessaire dans un premier temps de comprendre d'où vient la cohésion interne du matériau.

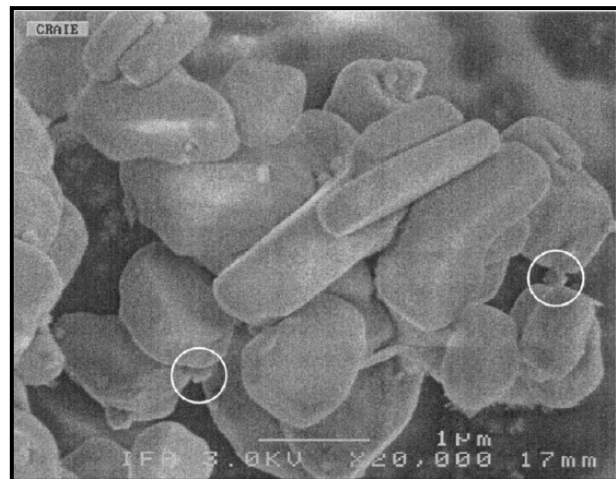
Certains travaux sur les craies du Nord de la France [DOREMUS] avancent que les particules carbonatées sont liées entre elles par des joints de grains plus ou moins complexes. L'énergie de ces liaisons dépend de la géométrie du joint ainsi que de la coïncidence des éléments de part et d'autre du joint.

Aussi, différentes liaisons sont distinguées :

- les liaisons par adhérence : les plus nombreuses, ce sont le résultat du contact entre deux grains successifs. Souvent entre deux grains de grande taille, un grain plus petit assure la liaison
- les liaisons par ponts de calcite : un pont de matière peut joindre deux particules en un endroit où elles sont proches l'une de l'autre
- les liaisons par coalescence : elles sont à mi chemin entre les liaisons par adhérence et les ponts de matière. Elles se distinguent par des zones d'interpénétration avec « fusion » partielle des grains reliés.



[DOREMUS]



[MATA]

Figure 2.37 : Observations au M.E.B de liaisons entre grains de calcite

Comme nous pouvons le constater les observations microscopiques ne sont pas particulièrement probantes et il faut noter que de tels clichés sont encore assez discutés. En effet, ces ponts nés de la recristallisation du carbonate de calcium aux points de contact entre grains restent sporadiques et peu visibles sur d'autres observations.

Compte tenu de ces observations et remarques, la plupart des auteurs s'accordent sur le fait que la cohésion interne du matériau est due à la présence de ménisques d'eau au sein du matériau « sec ». On estime, en effet, qu'il subsiste toujours des ménisques d'eau entre les grains de calcite ([DELAGE], [RISNES 2]) illustrés par la figure suivante :

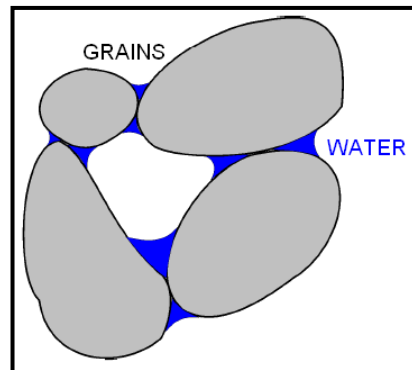


Figure 2.38 : Schéma de la matrice crayeuse contenant les ménisques d'eau physiquement liée

Ainsi, en partant d'un matériau a priori « sec » (séché à 60°C sous étuve), un faible apport d'eau suffit à faire chuter les pressions capillaires internes et donc à « relâcher » le matériau. On peut donc considérer qu'à partir de quelques pourcents de saturation, un nombre critique de ménisques a disparu ce qui engendre la chute brutale de la résistance en compression.

Certains auteurs ont de plus montré que la chute de résistance dépend également du type de fluide saturant ([RISNES 1] ; [PRIOL]). Un fluide comme le méthanol, par exemple, provoque une chute de résistance moins importante que l'eau.

Il est donc légitime de penser qu'aux effets capillaires s'ajoutent des forces d'origine électrostatiques qui se créent entre les fins ménisques d'eau (fluide polarisé) et la périphérie des grains de calcite.

Enfin, à ces deux mécanismes, certains auteurs ajoutent également des effets de dissolution de grains de calcite sous pression, qui contribueraient également à l'affaiblissement des propriétés mécanique de la roche en présence d'eau [HELLEMANN].

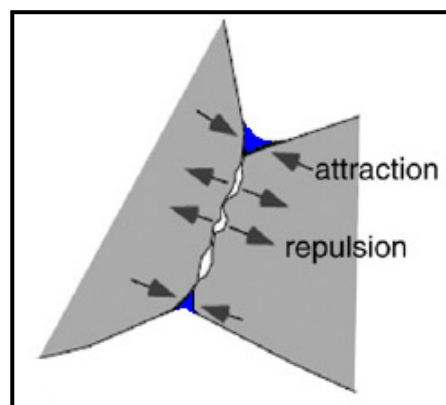


Figure 2.39 : Schéma des interactions entre particules au sein de la matrice crayeuse (modifié de [TAIBI])

## 2.5. Conclusion

En réalisant cette partie bibliographique sur les origines, la caractérisation et l'utilisation de la craie dans les travaux publics, nous avons pu dégager de nombreuses informations nécessaires à une meilleure compréhension du comportement de ce matériau.

Grâce à l'étude de la diagénèse, nous avons pu comprendre la structure de la matrice interne et situer la craie parmi l'ensemble des classifications existantes.

L'étude plus particulière de la craie d'Haubourdin nous a permis de mettre en évidence les paramètres mécaniques et hydrauliques intrinsèques à ce matériau tout en les associant à sa texture interne. Nous avons ainsi dégagé plusieurs informations importantes :

- les performances mécaniques de la roche sont intimement liées à la cohésion des grains de calcite constituant la matrice solide et à leur mode de liaison
- la cohésion du matériau repose essentiellement sur l'existence de forces d'origine physique de type Van der Waals (capillarité et forces de Keesom liées à l'électronégativité)
- la présence d'eau au sein du matériau perturbe ces forces en équilibre et engendre le phénomène de water weakening effect
- ce phénomène semble réversible par simple séchage et n'affaiblit pas le matériau sur le long terme.

De ces observations, nous pouvons conclure que la valorisation de la craie passera nécessairement par l'amélioration des liaisons entre grains (création de ponts de matière afin de diminuer la porosité et de rigidifier la matrice interne) et par l'amoindrissement des effets de l'eau.

Les exemples d'utilisation de la craie dans les différents cadres que sont le remblai, la couche de forme et la couche d'assise nous permettent également de voir d'un œil optimiste la valorisation de ce matériau. En effet, il semblerait qu'une certaine rigueur dans l'élaboration des produits et des techniques de réalisation associée à des conditions d'utilisation particulières (trafic) puisse aboutir positivement.

## CONCLUSIONS

### La craie

- La craie est une roche sédimentaire carbonatée composée de carbonate de calcium ( $\text{CaCO}_3$ ) à hauteur de 90% et plus.
- Relativement peu présente à l'échelle mondiale, on retrouve de nombreux affleurements dans les régions du nord de la France.
- A l'échelle microscopique, la craie est un empilement grossier de débris de coccolithes (plaquettes de calcite) laissant la place à un important réseau poreux pouvant aller jusqu'à 50% du volume de la roche.

### Emplois

- L'utilisation de la craie pour la réalisation de remblais et de couches de forme est aujourd'hui relativement bien maîtrisée par les professionnels du métier.
- L'emploi de la craie impose cependant l'utilisation de produits tels que la chaux ou les liants hydrauliques afin de stabiliser ce matériau d'un point de vue hydrique et d'atteindre les performances désirées.
- L'usage de la craie pour la réalisation d'assises de chaussées n'a connu aucun succès à l'heure actuelle mais des signes encourageants existent sous trafic modéré avec une élaboration du matériau et un drainage de la chaussée adéquats.

### Caractérisation de la craie d'Haubourdin

- La craie d'Haubourdin est une craie blanche très pure (98% de  $\text{CaCO}_3$ ) qui est bien représentative des autres craies de la région.
- Ses caractéristiques mécaniques plutôt faibles ( $R_c = 13 \text{ MPa}$  et  $E = 9 \text{ GPa}$ ) et ses paramètres hydrauliques importants (porosité de 40% et perméabilité de l'ordre de  $10^{-8} \text{ m/s}$ ) n'en font pas un candidat idéal pour la confection d'assises de chaussées.
- Comme toutes les craies, elle possède une grande sensibilité à l'eau qui se traduit par une chute brutale de la résistance mécanique appelée « water weakening effect » après une saturation de quelques pourcents en eau.

### **3. TROISIEME CHAPITRE :**

## **Recherches et expérimentations**

## INTRODUCTION

Comme nous l'avons vu précédemment, deux paramètres limitent l'utilisation de la craie en assise de chaussée :

- ses performances mécaniques, qui sont plus faibles que celles de la plupart des matériaux habituellement utilisés
- et son comportement à l'eau, qui diminue considérablement les performances mécaniques tout en agglomérant les particules les plus fines.

Les effets de l'eau sur le matériau étant difficilement évitables, nous nous sommes attachés dans cette partie à essayer d'améliorer les propriétés mécaniques de la craie afin de compenser les effets du « water weakening effect ».

L'étude de la microstructure de la craie et de ses paramètres intrinsèques réalisée au chapitre précédent nous ont permis de mettre en évidence deux faiblesses du matériau : sa forte porosité et ses liaisons inter-granulaires peu développées.

Ainsi, nous proposons dans les pages suivantes différents traitements susceptibles d'améliorer les caractéristiques mécaniques de la craie par comblement de la porosité et création de ponts de matière dans la matrice du matériau.

A l'issue de l'étude des différentes méthodes évoquées (carbonatation, traitement thermique, traitement chimique et bio-traitement), une seule sera retenue afin d'être utilisée pour une formulation routière de craie traitée.



### 3.1. Carbonatation et gazage CO<sub>2</sub>

Avant de rechercher des traitements originaux susceptibles d'améliorer les propriétés de la craie, nous nous sommes attachés à ré-exploiter un type de traitement déjà utilisé en technique routière sur les matériaux carbonatés : le traitement à la chaux. Après avoir présenté les phénomènes mis en jeu dans cette technique, nous aborderons les expérimentations menées au laboratoire de Génie Civil de l'Ecole Centrale de Lille sur de la craie à l'état brut.

#### 3.1.1. La chaux et le phénomène de carbonatation

Le traitement à la chaux vive (CaO) est une technique très ancienne dont certaines traces datent de l'Antiquité. Son action sur les sols se caractérise par des effets immédiats (diminution ou augmentation de la teneur en eau suivant le type de chaux utilisé, modification de la limite de plasticité...) mais également par des effets sur le long terme comme l'action pouzzolanique ou l'action de syntaxie que nous allons développer à présent.

Ne contenant la plupart du temps que très peu de minéraux argileux, les craies (et certains calcaires tendres) n'ont pas d'effet pouzzolanique (mise en solution de silice, d'alumine ou d'oxydes ferreux qui réagissent avec la chaux pour former des cristaux insolubles servant de liaisons dans le mélange).

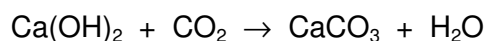
L'action prépondérante sur ce type de matériau est alors l'action de syntaxie décrite de la manière suivante [HENRY] :

- au contact de l'eau initialement présente dans la porosité du matériau, la chaux vive CaO s'hydrate suivant la réaction suivante :



cette réaction très exothermique provoque un abaissement de la teneur en eau et la formation de chaux éteinte Ca(OH)<sub>2</sub>

- la chaux éteinte enrobe ensuite les granulats calcaires (« pralinage ») et crée des liaisons entre eux
- les carbonates présents en excès précipitent alors dans les pores des granulats sous forme de calcite (CaCO<sub>3</sub>) suite à la baisse de teneur en eau et à l'évaporation de l'eau. La calcite précipitée obture la porosité de manière pérenne et apporte ainsi plus de résistance au mélange formé.
- enfin, sous l'action du dioxyde de carbone présent dans l'air, la chaux éteinte présente en surface se carbonate également suivant la réaction :



Dans les travaux publics, la technique du traitement à la chaux est surtout utilisée pour ses propriétés à court terme (diminution de la teneur en eau). Pour améliorer de manière plus efficace les propriétés mécaniques d'un sol ou d'une couche de chaussée, on utilisera préférentiellement des liants hydrauliques plus adaptés que la chaux.



(a)



(b)

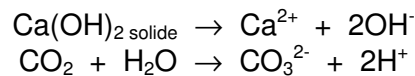
Figure 3.1 : Epandage (a) et malaxage (b) de la chaux sur un chantier de traitement

Il est donc possible compte tenu de la description du phénomène de syntaxie de faire recristalliser de la calcite dans la porosité des matériaux carbonatés et plus particulièrement de la craie brute. La prise aérienne de la chaux éteinte (réaction avec le dioxyde de carbone) constituerait alors un moyen intéressant pour créer des ponts de calcite dans la porosité de notre matériau.

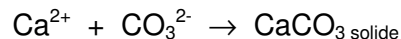
### 3.1.2. Recristallisation de la calcite par injection de CO<sub>2</sub>

La cristallisation de carbonate de calcium solide à partir d'une boue de chaux éteinte est un procédé très étudié à l'heure actuelle en géochimie et la littérature à ce sujet est très riche ([DOMINGO], [HAN], [MONTES 1], [MONTES 2], [REGNAULT]). La calcite cristallisée en laboratoire provient de la réaction de base entre la chaux éteinte et le dioxyde de carbone réalisée bien évidemment en milieu aqueux via les réactions élémentaires suivantes :

- tout d'abord, il y a dissolution des particules de chaux éteinte et du dioxyde de carbone dans l'eau :



- les ions calcium et carbonates ainsi formés précipitent alors pour donner des cristaux de calcite



La figure suivante illustre bien ces différentes étapes. Avant l'injection de CO<sub>2</sub>, seule la portlandite (Ca(OH)<sub>2</sub>) est présente en solution. Immédiatement après injection du dioxyde de carbone, la solution se trouble : c'est le début de la précipitation avec formation de premiers germes de carbonate de calcium n'ayant pas de forme cristalline élaborée. Enfin, quelques minutes plus tard, on assiste au dépôt de véritables cristaux de calcite qui témoignent de la fin de la réaction de carbonatation.

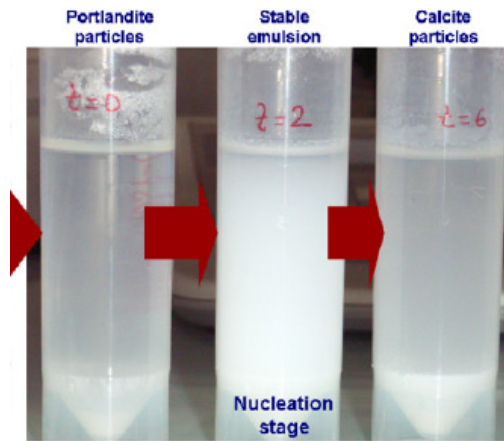


Figure 3.2 : Echantillons prélevés avant ( $t=0$ ) et après injection de  $\text{CO}_2$  ( $t=2$  et  $t=6$  min) [MONTES 2]

Ces réactions doivent cependant être réalisées dans des conditions particulières puisqu'en fonction de la température et de la pression d'injection du  $\text{CO}_2$ , la carbonatation ne se fera pas de la même manière bien que le lait de chaux (solution sursaturée en chaux éteinte) soit le même (composition et concentration identiques).

La figure suivante présente le dispositif expérimental utilisé au Laboratoire de Géophysique Interne et de Tectonophysique de Grenoble (LGIT) pour cristalliser le carbonate de calcium.

Ce dispositif est composé d'un autoclave en titane (pouvant contenir jusqu'à deux litres de lait de chaux) muni d'un agitateur mécanique maintenu en marche au cours de l'essai pour disperser les particules en solution. Cet ensemble est également équipé d'un dispositif d'injection de gaz à haute pression, d'un système de chauffage adapté à l'autoclave et de différents capteurs afin de voir et contrôler les évolutions de pression et de température.

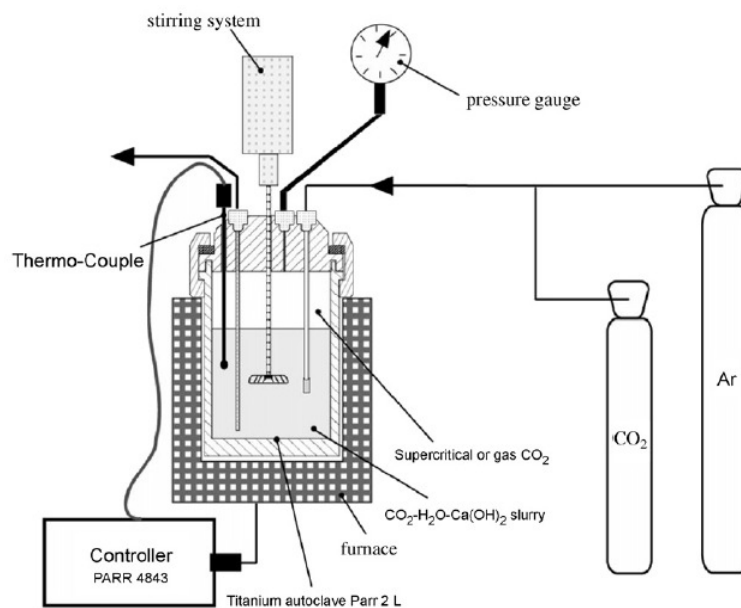


Figure 3.3 : Dispositif expérimental de cristallisation de  $\text{CaCO}_3$  par injection de  $\text{CO}_2$  dans un lait de chaux [MONTES 1]

Les différents travaux effectués à l'aide de ce dispositif ont permis de montrer que le couple température/pression relatif au CO<sub>2</sub> injecté a une importance considérable sur le rendement et la vitesse de la réaction de carbonatation. Le tableau suivant présente les différents rendements obtenus pour deux couples température/pression à différents instants de la réaction. Le rendement est calculé par la formule suivante :

$$R = (M_{\text{CaCO}_3 \text{ créée}} - M_{\text{Ca(OH)}_2 \text{ initiale}}) / (M_{\text{CaCO}_3 \text{ théorique}} - M_{\text{Ca(OH)}_2 \text{ initiale}})$$

où  $M_{\text{CaCO}_3 \text{ créée}}$  est la masse sèche de calcite formé expérimentalement,  $M_{\text{CaCO}_3 \text{ théorique}}$  la masse maximum de calcite pouvant être formée en considérant une carbonatation totale du lait de chaux et  $M_{\text{Ca(OH)}_2 \text{ initiale}}$  la masse initiale de Ca(OH)<sub>2</sub> introduite dans l'autoclave.

Couple T/P	Temps de la réaction (h)	Rendement (%)
90 bar 90°C	0,25	43,3
	0,5	74,3
	4	91,6
	24	92,1
55 bar 30°C	0,25	77,4
	4	95
	24	94,9

Tableau 3.1 : Influence du couple température / pression et du temps de réaction lors de la carbonatation du lait de chaux [MONTES 1]

On constate en analysant ces résultats que l'on atteint le rendement maximum le plus rapidement à 30°C et 55 bar de pression de CO<sub>2</sub>. Ceci est lié au fait que le taux de précipitation de la calcite est proportionnel à la quantité de CO<sub>2</sub> dissoute. Celle-ci augmente quand la température diminue.

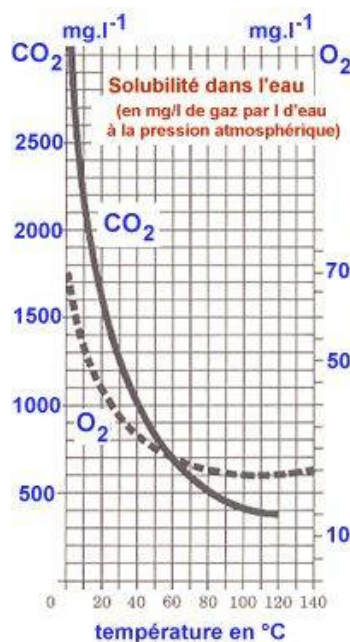


Figure 3.4 : Diagramme de solubilité du CO<sub>2</sub> dans l'eau en fonction de la température

Les observations au M.E.B du précipité ainsi obtenu montrent clairement la présence de grains de calcite bien formés (cf. figure 3.5).

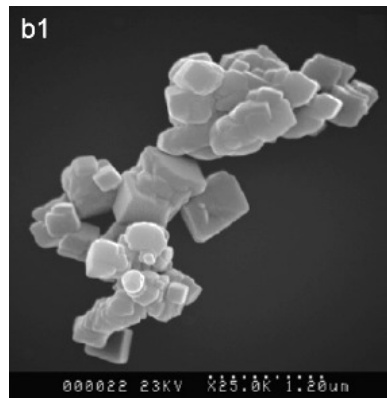


Figure 3.5 : Observation M.E.B du précipité obtenu par carbonatation du lait de chaux [MONTES 1]

Compte tenu de l'ensemble de ces observations, il nous a semblé intéressant d'essayer de reproduire l'ensemble de ces réactions dans la porosité de la craie d'Haubourdin. Ceci afin d'obturer la porosité de notre matériau et de renforcer sa rigidité en créant de nouveaux ponts de matière ( $\text{CaCO}_3$ ) dans la matrice crayeuse.

### 3.1.3. Protocole expérimental

Dans le cadre de la carbonatation de la portlandite, deux expérimentations ont été menées sur la craie d'Haubourdin.

- Carbonatation en ambiance  $\text{CO}_2$

Cet essai consiste à placer des échantillons préalablement saturés par un lait de chaux dans une boîte hermétiquement fermée dans laquelle on injecte du dioxyde de carbone. Le  $\text{CO}_2$  contenu dans la boîte n'est pas sous pression et est introduit à intervalle de temps régulier (une injection par jour) afin de maintenir un volume de gaz constant (à peu près égal au volume total de la boîte).

Pour cet essai, nous avons utilisé des échantillons de craie d'Haubourdin de diamètre  $\varnothing=20\text{mm}$  et de hauteur  $h=40\text{mm}$ . Ces échantillons, tous issus d'un même bloc de craie, sont d'abord séchés jusqu'à stabilisation de leur masse dans une étuve à  $60^\circ\text{C}$ .

A la suite de cet étuvage, ils sont placés sous vide dans une solution de  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  à  $1,2\text{g/L}$ . La chaux utilisée est une fleur de chaux commerciale classique. La dénomination fleur de chaux désigne les particules de  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  les plus fines qui constituent la première couche de chaux récupérée dans les bacs de décantation.

La valeur assez faible de concentration retenue pour notre expérimentation correspond en fait à la valeur de solubilité de la chaux éteinte dans l'eau. Nous avons choisi de nous limiter à cette valeur afin que l'eau de chaux (solution de chaux éteinte en concentration inférieure ou égale à la solubilité du  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ) puisse pénétrer sans difficulté dans nos éprouvettes et de manière homogène.

En effet, des valeurs plus élevées de concentration auraient provoqué l'obturation de la porosité de surface de nos échantillons par accumulation de grains de chaux non dissous. Le processus de carbonatation aurait alors été fortement pénalisé puisque le  $\text{CO}_2$  n'est pas injecté sous pression.

Enfin, à l'issue de cette saturation, les échantillons sont disposés dans une boîte en inox hermétiquement fermée et munie de 2 ouvertures (amont et aval) pouvant être ou non obturées. L'ouverture amont (entrée) est directement reliée via un flexible à une bouteille de dioxyde de carbone et permettra l'injection du gaz. L'ouverture aval (sortie) est quant à elle munie d'un flexible plongé dans un récipient contenant de l'eau afin d'éviter tout échange avec l'extérieur et de permettre le contrôle du gaz en sortie. Une masse est également mise en place sur le haut de la boîte afin de lester le couvercle et d'éviter son soulèvement durant l'injection de gaz.

La figure suivante présente le dispositif expérimental :

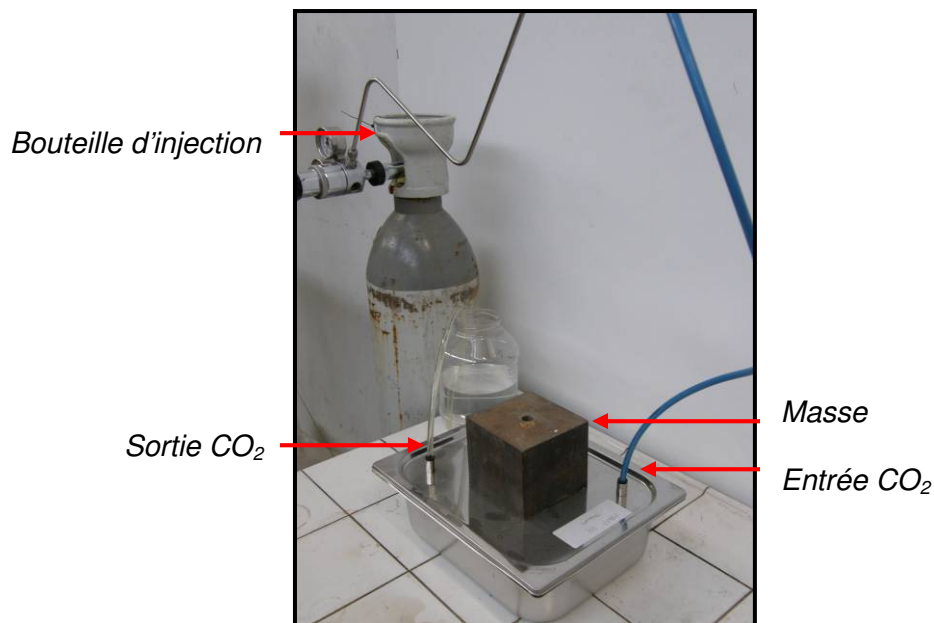


Figure 3.6 : Dispositif expérimental de l'essai de carbonatation en ambiance  $\text{CO}_2$

Ce dispositif permet donc de conserver des échantillons dans un environnement saturé en  $\text{CO}_2$  pendant la durée de notre choix. Dans notre cas, nous avons testé des échantillons en compression simple à la suite d'une maturation de 1, 2 et 4 semaines afin de voir l'effet du temps sur le processus de carbonatation. Pour chaque durée de conservation, des séries de 3 échantillons furent testées en compression simple après un séchage sous étuve à  $60^\circ\text{C}$ .

- Carbonatation en pression de  $\text{CO}_2$

Cette seconde méthode expérimentale se rapproche plus des conditions d'essais présentées en introduction de ce paragraphe. En effet, en injectant du  $\text{CO}_2$  sous pression dans un échantillon pré-saturé au lait de chaux, nous cherchons à augmenter le rendement et donc la quantité de calcite formée au cœur du matériau.

Pour cela, un échantillon de craie d'Haubourdin de dimension  $\varnothing=37\text{mm}$  et  $h=75\text{mm}$  est saturé sous vide dans un lait de chaux de concentration  $75\text{g/L}$ . Afin d'éviter la décantation des particules de  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  et un colmatage de la surface extérieure de l'échantillon, une agitation est maintenue durant la saturation à l'aide d'un agitateur magnétique comme le montre la figure suivante :

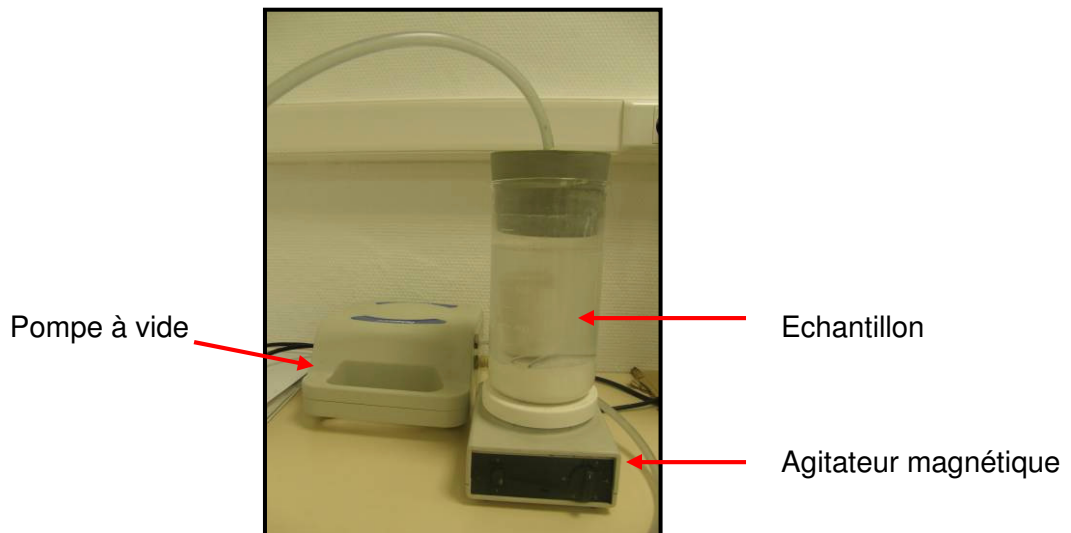


Figure 3.7 : Dispositif de saturation au lait de chaux sous vide  
(la décantation s'amorce dès l'arrêt de l'agitation)

Malgré cette précaution, l'échantillon a dû être nettoyé au papier chiffon à l'issue de la saturation notamment sur la surface supérieure où une quantité non négligeable de  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  avait décantée. Ce nettoyage permet ne pas perturber de manière trop importante l'injection de dioxyde de carbone.

Cette dernière étape expérimentale s'effectue dans une cellule de confinement triaxial. Pour cela l'échantillon est préalablement inséré dans une jaquette en viton et muni d'un dispositif comprenant deux disques de drainage et une tige métallique qui sera reliée à la bouteille de  $\text{CO}_2$  afin d'assurer l'injection du gaz (cf. figure 3.8.a). Le montage est alors placé au cœur de la cellule triaxiale et mis sous confinement à l'aide d'une pompe Enerpac (cf. figure 3.8.b) :



(b)



(a)

Figure 3.8 : Dispositifs utilisés pour l'essai de carbonatation sous pression de  $\text{CO}_2$



Pour cet essai, nous nous sommes rapprochés des conditions expérimentales de la bibliographie puisque nous avons réalisé l'injection de gaz à 20°C et 45 bar avec une pression de confinement fixée à 60 bar (par mesure de sécurité). Cette valeur de confinement qui peut paraître élevée ne perturbe que très peu l'échantillon de craie d'un point de vue mécanique puisque dans ces conditions les déformations sont encore réversibles. De plus, les montées en pression ont été réalisées par palier afin, encore une fois, de ne pas endommager l'échantillon testé.

L'injection est ensuite maintenue pendant 8 heures puis la cellule est démontée et l'échantillon placé sous étuve à 60°C afin d'éliminer les éventuelles traces d'eau en son cœur. A l'issue du séchage jusqu'à masse constante, l'échantillon est testé en compression simple.

### 3.1.4. Résultats et analyses

- Carbonatation en ambiance CO<sub>2</sub>

La figure suivante présente les résultats moyens obtenus sur une série de 9 échantillons (3x3) conservés pendant 1, 2 et 4 semaines en ambiance CO<sub>2</sub>.

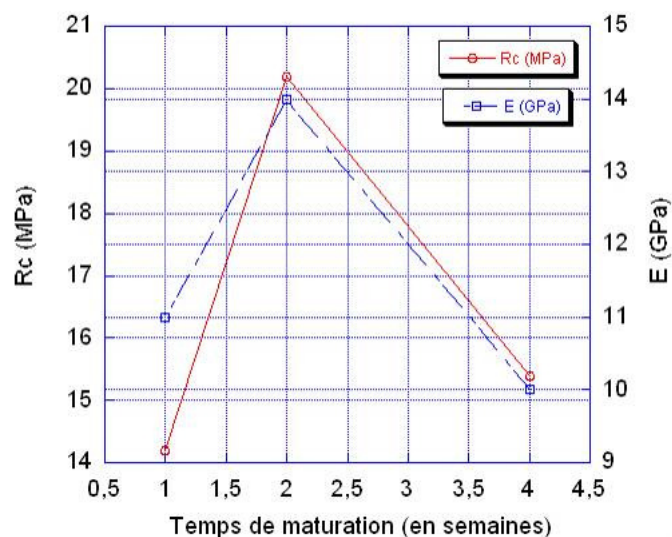


Figure 3.9 : Influence de la carbonatation et du temps de maturation sur Rc et E

L'analyse de ces résultats montre que dans notre système expérimental et dans les conditions d'injection mises en place, une conservation minimum de 2 semaines est nécessaire afin de voir un effet de la carbonatation. En effet, la résistance en compression simple augmente d'environ 45% en passant de 14,2 MPa à 20,2 MPa en moyenne.

Un comblement de porosité semble avoir eu lieu puisque l'on assiste également à une augmentation du module d'Young de l'ordre de 30% en passant de 11GPa après une semaine, à 14GPa après 2 semaines de maturation dans le système. On notera également que la rigidité mesurée après 1 semaine est légèrement plus importante que la rigidité moyenne de notre matériau située, rappelons-le, autour de 9 GPa. Cependant, la valeur de résistance en compression reste elle très proche de la valeur moyenne d'un échantillon standard (13MPa).



Compte tenu de ces observations, nous pouvons émettre l'hypothèse que le phénomène de carbonatation s'effectue progressivement au sein de notre échantillon par formation de calcite dans la porosité du matériau. Les premiers grains de calcite formés au bout d'une semaine ne font que se déposer dans la porosité, réduisant ainsi le volume poreux et contribuant donc à l'augmentation légère de la rigidité du matériau. Pendant la deuxième semaine, le phénomène de carbonatation continue mais cette fois-ci, la calcite forme peu à peu des liaisons entre les grains préexistants ce qui augmente de manière plus nette la rigidité de la craie et sa résistance en compression simple. La figure suivante schématise ce processus :

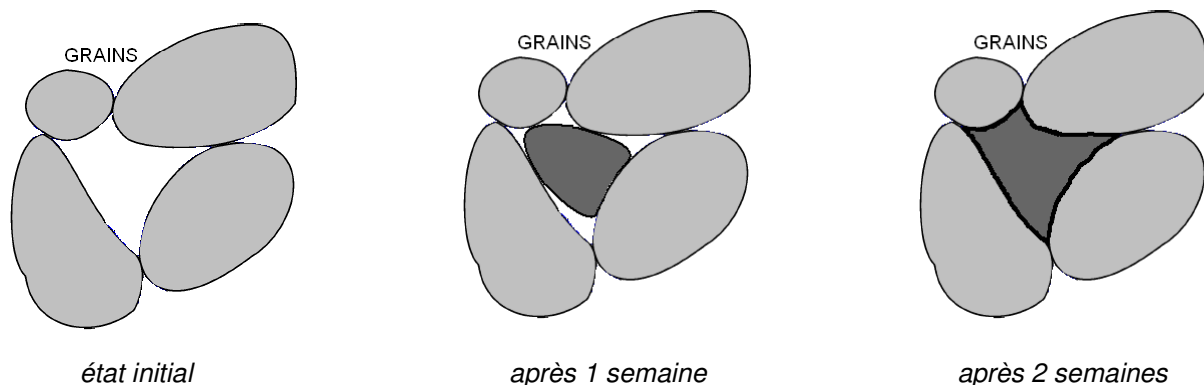
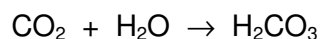


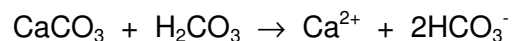
Figure 3.10 : Schéma du développement de la carbonatation en ambiance  $CO_2$

Après 4 semaines de maturation, on constate une chute de la résistance en compression simple ainsi que du module d'Young. Les valeurs obtenues ( $R_c = 15,4$  MPa et  $E = 10$  GPa) sont très proches des valeurs mesurées après une semaine de maturation et donc voisines des valeurs de référence de la craie d'Haubourdin. Il est possible d'expliquer cette chute des propriétés mécaniques par la présence en excès de dioxyde de carbone au cours de la carbonatation.

En effet, si l'on considère qu'au bout de deux semaines la totalité de la portlandite ( $Ca(OH)_2$ ) a carbonaté, le dioxyde de carbone présent dans la boîte va alors continuer à se dissoudre dans l'eau libre du matériau pour former de l'acide carbonique par la réaction :



L'acide ainsi créé va alors attaquer la calcite néoformée (plus faible que la calcite initialement présente) et la dissoudre en libérant des ions calcium et hydrogénocarbonates par la réaction suivante :



Les gains obtenus en termes de résistance et de rigidité lors des deux premières semaines sont alors perdus suite à la dissolution des ponts de calcite précédemment formés.

Cette explication n'est cependant valable qu'avec pour hypothèse initiale une carbonatation totale de la portlandite, mais ceci est difficile à vérifier en cours d'expérimentation. Nous avons tout de même tenté de procéder à des essais d'analyse thermogravimétrique (A.TG) afin de confirmer cette hypothèse.

En sachant que la déshydroxylation du  $\text{Ca(OH)}_2$  s'effectue entre 400°C et 600°C [MOUNANGA], il aurait été possible, en comparant les courbes obtenues pour un échantillon avant et après carbonatation, de quantifier le  $\text{Ca(OH)}_2$  ayant été transformé en calcite. Cependant, compte tenu des faibles quantités mises en jeu (cf. volume des échantillons), les analyses n'ont pas mis en évidence de pertes de masses significatives pouvant être analysées. Le calcul suivant permet de nous en rendre compte :

Soit un échantillon de diamètre  $\varnothing=20\text{mm}$ , de hauteur  $h=40\text{mm}$ , de masse  $m = 20,28\text{g}$  et de porosité moyenne égale à 42% (cf. paragraphe 2.3.4.a). Son volume poreux est égal à :

$$V_p = [ \pi * (20/2)^2 * 40 ] * 0,42 = 5278 \text{ mm}^3 = 5,3*10^{-3}\text{L}$$

On considère qu'à l'issue de la saturation, la totalité du volume poreux est remplie de la solution de  $\text{Ca(OH)}_2$  à 1,2g/L. Durant la phase de carbonatation, si toute la portlandite réagit on forme une masse de calcite égale à :

$$M_{\text{CaCO}_3} = V_p * 1,2 = 6,36*10^{-3}\text{g}$$

Ramenée à la masse de l'échantillon, cette quantité de calcite formée représente 0,03% de la masse totale de l'échantillon. Ainsi, si une quantité de  $\text{Ca(OH)}_2$  est encore présente dans la porosité du matériau, celle-ci sera forcément inférieure à  $6,36*10^{-3}\text{g}$ .

Il est donc difficile de mettre en évidence une quantité aussi infime de portlandite par A.TG d'autant plus que le processus de carbonatation n'est pas homogène et que les A.TG s'effectuent sur des petits morceaux d'échantillon prélevés aléatoirement.

Notre schéma de carbonatation présenté étant finalement difficile à confirmer malgré nos tentatives, nous retiendrons donc que la carbonatation réalisée en ambiance  $\text{CO}_2$  permet d'améliorer les caractéristiques mécaniques de notre matériau en deux semaines dans les conditions présentées précédemment.

Voyons à présent quels sont les résultats obtenus par injection de  $\text{CO}_2$  sous pression.

- Carbonatation en pression de  $\text{CO}_2$

Avant de présenter les résultats obtenus par injection de  $\text{CO}_2$  sous pression, nous devons préciser les conditions de réalisation de cet essai, quelques peu différentes de nos volontés initiales.

En effet, compte-tenu des aspects de sécurité (présence d'une bouteille de  $\text{CO}_2$ , injection sous pression...), l'essai a dû être effectué dans le hall du laboratoire de Génie Civil de l'École Centrale de Lille où la température n'est pas contrôlable. Les 20°C initialement prévus n'ont donc pas pu être réellement établis. De plus, lors de cet essai, la détente adiabatique du gaz provoque une chute de température telle que la tuyauterie reliant la bouteille de dioxyde de carbone à la cellule fût partiellement gelée. Cette perturbation de température inhérente à l'expérimentation ne nous a donc pas permis de rester dans les conditions présentées au paragraphe 3.1.3. Cependant, cet essai conserve tout de même son intérêt puisque la cinétique de carbonatation a toujours lieu (avec un rendement un peu plus faible que prévu).

Après démontage de la cellule, l'échantillon ne présentait pas de particularités par rapport à un échantillon sain comme nous le montre la figure suivante :

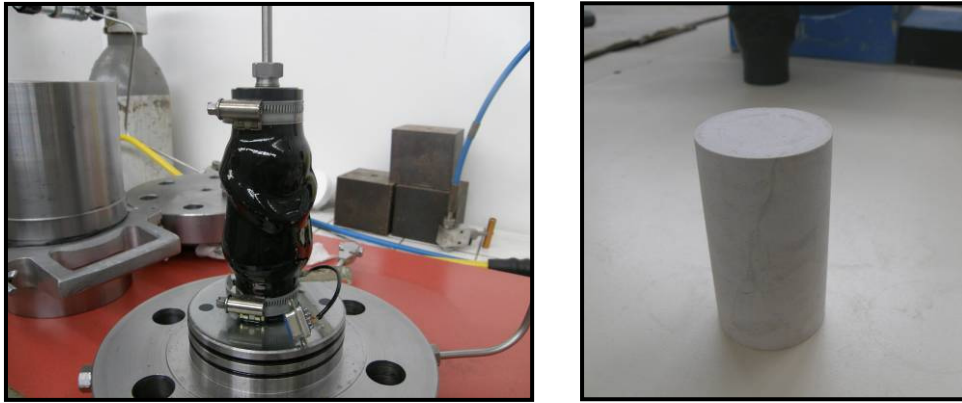


Figure 3.11 : Photographie de la cellule démontée et de l'échantillon après essai

L'essai de résistance en compression simple réalisé sur cet échantillon nous donne une valeur de résistance de 15,6 MPa et un module de 8,5 GPa. Ces valeurs sont très proches des valeurs standards pour la craie d'Haubourdin. L'échantillon ne semble donc pas avoir réagi, d'un point de vue mécanique, à la carbonatation.

Cependant, compte tenu des observations faites pour l'essai de carbonatation en ambiance  $\text{CO}_2$ , il est fortement possible que des cristaux de calcite se soient formés lors des premières heures d'injection de gaz et ensuite dissous par la présence en excès de  $\text{CO}_2$ . Nous n'avons néanmoins aucun outil pour vérifier cette hypothèse.

L'avantage de l'injection sous pression telle qu'elle a été décrite dans la bibliographie est donc difficile à mettre en avant via un tel procédé. Il reste en effet plus simple de contrôler et d'améliorer la carbonatation réalisée dans une boue de  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  que dans la porosité d'un échantillon.

D'un point de vue plus général, les tests en ambiance  $\text{CO}_2$  ont tout de même permis de quantifier les bénéfices tirés de la carbonatation (augmentation de 45% de la résistance en compression simple et de 30% de la rigidité) à condition de doser le  $\text{CO}_2$  nécessaire à la calcification de toute la portlandite présente.

Intéressons-nous à présent à une autre méthode d'amélioration des propriétés mécaniques de la craie brute : le traitement thermique.

## 3.2. Traitement thermique

La mise en évidence de l'affaiblissement de la craie par l'eau (cf. chapitre précédent 2.4) nous a amené à étudier le comportement de la craie sous température.

Les résultats que nous allons présenter trouvent leur originalité dans le fait que contrairement à la plupart des matériaux dont les performances mécaniques se dégradent avec l'augmentation de la température ([CHEN 1]; [LION 1]), la résistance en compression simple de la craie augmente de manière significative. En effet, il est généralement admis que la température provoque une diminution de la résistance à la rupture des roches via la création de fissures. Cependant des tendances différentes sont parfois observées ([LION 1]), ce qui est le cas pour notre matériau.

Ces travaux ont donné lieu à une communication au Congrès Français de Mécanique en août 2009.

### 3.2.1. Dispositif expérimental de l'étude thermique

L'étude au chapitre précédent de l'affaiblissement de la craie par l'eau a mis en évidence l'existence de forces capillaires et électrostatiques responsables en grande partie de la cohésion du matériau. Compte tenu de ces observations, il était légitime de penser que le chauffage de la craie sous hautes températures provoquerait le départ de l'eau libre et de l'eau liée. Cette évaporation au sein du matériau devrait alors conduire à l'endommagement de la craie et à la chute de ses performances mécaniques. Nous avons donc voulu étudier les effets de la température au travers de différents essais.

- Essais de compression uniaxiale

Nous avons choisi cinq températures : 60°C, 105°C, 200°C, 300°C et 500°C. Nous nous sommes limités à 500°C afin d'éviter de décarbonater la craie, phénomène débutant autour de 600°C ([MOUNANGA]).

Pour chaque température, 3 échantillons de dimension  $\varnothing=37\text{mm}$  et  $h=75\text{mm}$  ont été chauffés puis soumis à des essais de résistance en compression simple. Ceci nous permet de déterminer le module d'Young (E), le coefficient de Poisson ( $\nu$ ) et la résistance à la rupture ( $R_c$ ).

Pour l'ensemble des essais, les résultats des échantillons ayant été chauffés à 60°C sont considérés comme des valeurs de référence car initialement, tous les échantillons sont conservés quelques jours à 60°C après tronçonnage et rectification afin de les faire sécher. Ce n'est qu'après stabilisation de la masse des échantillons que les différents traitements thermiques sont appliqués.

Pour les 4 températures cibles (de 105°C à 500°C), la cinétique de chauffage est la même :

- montée en température jusqu'à la valeur cible à la vitesse de 20°C/h
- palier de 24 heures à la température cible
- descente jusqu'à 30°C à la vitesse de 20°C/h

Les vitesses de montée et de descente ont été choisies de manière à ce que le chauffage et le refroidissement ne soient pas trop violents vis-à-vis du matériau.

Une fois à 30°C, un léger traitement de surface est appliqué sur deux des trois échantillons, destiné à les imperméabiliser. Pour cela, une fine couche de revêtement anti-humidité (Rubson®) est déposée sur leur surface afin d'éviter toute reprise d'eau, le temps de l'instrumentation des échantillons (collage de jauges de déformation précâblées).

Le troisième échantillon est quant à lui faiblement ressaturé à 1,5 % sous humidité relative contrôlée avant d'être testé. Ceci afin de voir si les effets du « water weakening effect » peuvent être inhibés par un chauffage préalable.

- Essais poro-mécanique

Afin de voir si le chauffage a un impact sur la matrice solide des échantillons et sur le comportement de la craie sous confinement, des essais poro-mécaniques complètent l'expérimentation.

Pour cela, des échantillons de dimension  $\varnothing=37\text{mm}$  et  $h=75\text{mm}$  sont placés dans une cellule de confinement et soumis à deux types d'essais : les essais drainés et les essais à pression de pores variable.

a) Les essais drainés

Ils consistent à observer la réponse du matériau sous l'effet d'un confinement hydrostatique croissant avec la possibilité pour le fluide saturant (dans notre cas, l'air) de circuler librement dans la porosité de la craie.

Les essais drainés donnent ainsi la possibilité de mesurer la compressibilité  $K_b$  du squelette (constitué de la matrice solide et de la porosité). Ce paramètre de rigidité s'exprime comme étant le rapport entre la variation de la pression de confinement et la déformation volumique totale de l'échantillon. ([LION 2], [LION 3]).

De plus, ce type d'essai permet d'étudier le comportement du matériau sous confinement croissant et de mettre ainsi en évidence le phénomène de « pore collapse », ou effondrement du volume poreux, caractérisé par de grandes déformations sous confinement constant et explicité au chapitre précédent (cf. § 2.3.3.c).

Pour les essais drainés, différents échantillons ont été testés à température ambiante :

- A : 1 échantillon standard conservé à 60 °C (échantillon témoin)
- B : 1 échantillon chauffé à 105 °C
- C : 2 échantillons chauffés à 500 °C

Ces différents échantillons vont ainsi nous permettre de comparer un état extrême de chauffage (C) par rapport à l'état standard (A) mais également de comparer les effets des traitements thermiques entre eux (B et C).

b) Les essais à pression de pores variable

Ils consistent à observer la réponse du matériau soumis à un confinement hydrostatique fixe avec cette fois-ci un fluide saturant (argon) emprisonné dans la porosité de l'échantillon. Les essais non drainés permettent de déterminer la compressibilité  $K_s$  de la matrice solide uniquement. Ici, nous avons seulement comparé les cas A, C et D afin de voir si le chauffage avait un impact sur la morphologie des grains de calcite (dilatation thermique des grains).

La figure suivante présente le dispositif expérimental utilisé pour la réalisation des essais poro-mécanique.

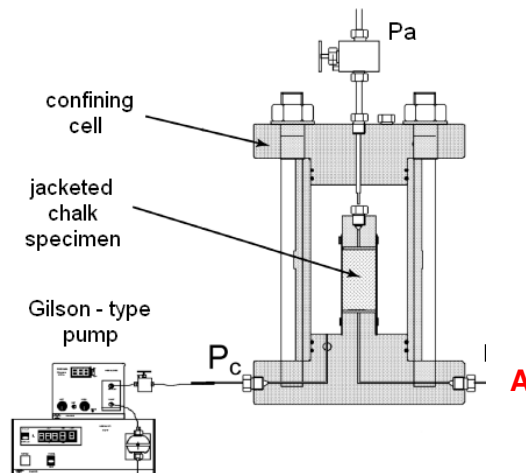


Figure 3.12 : Schéma du dispositif expérimental d'essai poromécanique drainé (pour les essais à pression de pore variable, on injecte de l'argon en A, le robinet supérieur étant fermé)

- Essais Los Angeles et Micro Deval en présence d'eau

Nous avons complété les essais mécaniques par ces deux tests très utilisés en technique routière pour caractériser les granulats d'un point de vue mécanique. Les essais furent réalisés au Centre expérimental de recherche et d'Etude du Bâtiment et des Travaux Publics (CEBTP) de Béthune.

#### a) L'essai Los Angeles

Rappelons tout d'abord que l'essai Los Angeles est l'essai de référence utilisé pour déterminer la résistance des granulats à la fragmentation [NF EN 1097-2]. Il permet de déterminer le pourcentage en masse des particules inférieures à 1,6mm créées lors de la fragmentation du matériau testé.

L'essai consiste à faire rouler dans un tambour rotatif 5000g de matériau (de classe granulaire 10mm à 14mm) et des boulets en acier pendant 500 tours à la vitesse de 31 à 33 tours par minute. A l'issue de l'essai, on recueille le matériau et on évalue la quantité retenue sur le tamis de 1,6mm. Ce refus est séché à 110°C jusqu'à masse constante (m) et on obtient le coefficient Los Angeles par la formule :

$$LA = (5000 - m)/50$$

Ainsi, plus le matériau sera résistant à la fragmentation, plus son coefficient Los Angeles sera faible.

On retiendra les ordres de grandeurs suivants en fonction du matériau testé :

- Quartzite, microgranite, granite finement grenu ~ 15
- Calcaires durs du Boulonnais ~ 20
- Calcaire dur ~ 30
- Calcaire tendre ~ 50



Figure 3.13 : Tambour rotatif utilisé pour un essai Los Angeles

b) L'essai Micro Deval en présence d'eau

L'essai Micro Deval en présence d'eau est l'essai de référence utilisé pour déterminer la résistance à l'usure des granulats [NF EN 1097-1]. Il permet de déterminer le pourcentage en masse des particules inférieures à 1,6mm créées lors du frottement réciproque des granulats (attrition). Analogue à l'essai Los Angeles, il utilise une charge plus légère et une durée de rotation plus longue afin qu'il n'y ait pas de fragmentation mais seulement une usure des granulats.

L'essai consiste à faire tourner dans un cylindre 500g de matériau (de classe granulaire 10mm à 14mm) avec une charge abrasive (billes d'acier) et de l'eau pendant 12 000 tours à la vitesse de 100 tours par minute. A l'issue de l'essai, on recueille le matériau et on évalue la quantité retenue sur le tamis de 1,6mm. Ce refus est séché à 110°C jusqu'à masse constante (m) et on obtient le coefficient Micro Deval en présence d'eau par la formule :

$$\text{MDE} = (500 - m)/5$$

Ainsi, plus le matériau sera résistant à l'usure, plus son coefficient Los Angeles sera faible. On retiendra les ordres de grandeurs suivants en fonction du matériau testé :

- Granite ~ 10
- Calcaire dur ~ 25
- Calcaire tendre ~ 70



Figure 3.14 : Machine d'essais Micro Deval composée de 4 cylindres rotatifs

Voyons à présents les résultats obtenus grâce à l'ensemble de ces essais.

### 3.2.2. Comportement de la craie sous température

- Essais de compression uniaxiale

La figure suivante présente l'évolution de la résistance en compression simple de la craie en fonction de la température (chaque point correspondant à la moyenne des 2 échantillons testés).

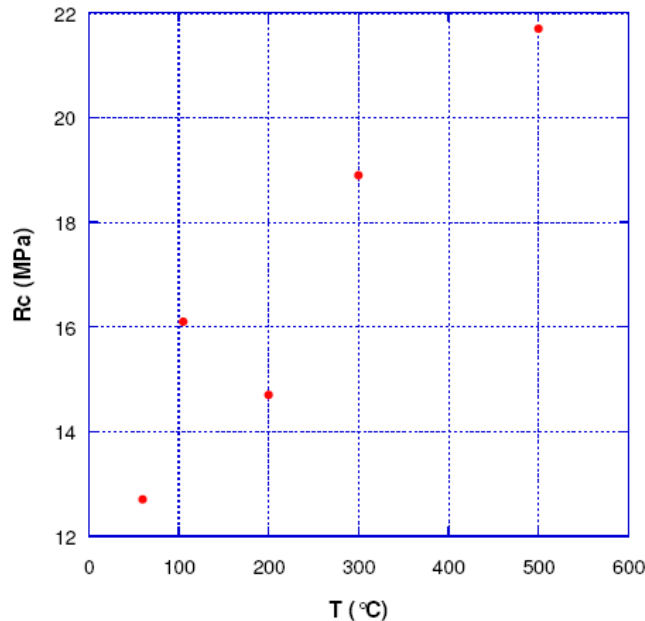


Figure 3.15 : Evolution de la résistance à la rupture de la craie en fonction de la température

Ces résultats montrent clairement que le chauffage augmente la valeur de résistance à la rupture du matériau. En effet, à 500°C, la résistance en compression augmente de 70% par rapport à l'état de référence (60°C) en passant de 12,7 MPa à 21,7 MPa.

Des observations effectuées sur des essais supplémentaires laissent penser qu'il se dégage deux niveaux (ou paliers) d'augmentation en ce qui concerne la résistance à la compression. Dans un premier temps, Rc augmente d'environ 30% pour des valeurs de températures comprises entre 100°C et 300°C. Puis, on assiste à un second palier plus élevé (augmentation de l'ordre de 70%) pour des températures entre 300°C et 500°C.

Par analogie au phénomène d'affaiblissement de la craie par l'eau, ce phénomène sera appelé « **heat hardening effect** » ou phénomène d'écrouissage thermique.

La figure suivante présente les évolutions des paramètres élastiques que sont le module d'Young et le coefficient de Poisson.



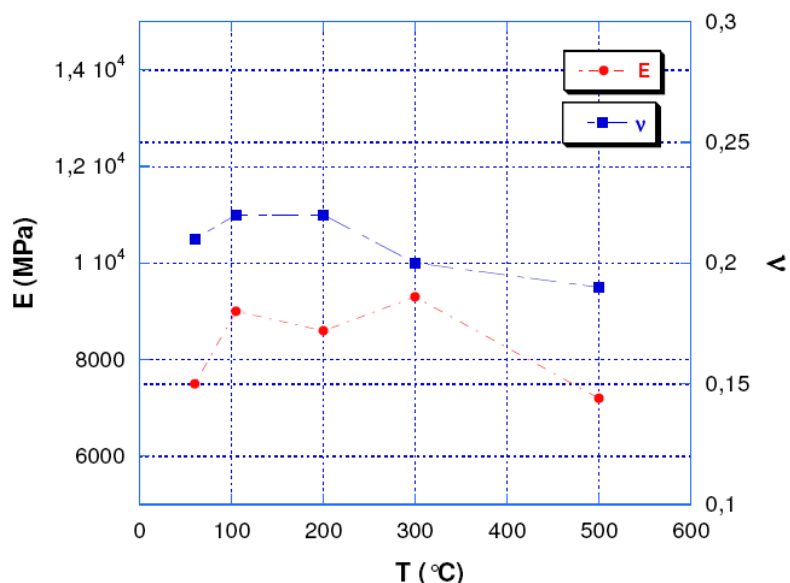


Figure 3.16 : Evolution de la résistance à la rupture de la craie en fonction de la température

Les résultats sur les propriétés élastiques montrent quant à eux que contrairement à  $R_c$ , le module d'Young et le coefficient de Poisson du matériau varient peu malgré les montées en température.

Le chauffage des échantillons semble donc ne pas avoir d'effet sur la matrice solide de la craie, puisque la rigidité initiale du matériau (représentée par E) n'évolue pas de manière significative (même si une légère augmentation apparaît entre 105°C et 300°C).

Il semblerait donc qu'il n'y ait pas d'évolution de la microstructure du matériau suite au chauffage et que les modifications physiques (dilatation) ou minéralogique des grains de calcite ne sont pas des explications plausibles de phénomène.

Voyons à présent les effets d'une légère saturation sur des échantillons préalablement chauffés.

Le tableau suivant présente une comparaison entre les valeurs de résistance en compression simple obtenues sur des échantillons chauffés avant et après une saturation de 1,5% en eau.

T (°C)	Rc avant saturation (MPa)	Rc après saturation (MPa)	$\Delta R_c$ (%)
60	12,7	10	21
105	16,1	13	19
200	14,7	12,6	14
300	18,9	14,5	23
500	21,7	16,7	23

Tableau 3.2 : Comparaison des valeurs de  $R_c$  d'échantillons traités thermiquement avant et après saturation de 1,5% en eau

On constate grâce à ces résultats que les effets du « water weakening effect » restent présents après traitement thermique et sont encore assez importants (chute de résistance de 20% en moyenne). Ainsi, les échantillons chauffés à 105°C et ressaturés à 1,5% en eau ont une résistance à la compression simple quasiment équivalente à celle des échantillons étuvés à 60°C.

Ces résultats mettent ainsi en évidence un autre aspect bénéfique que peut avoir le traitement thermique sur la craie : l'effet « **mémoire** ».

En effet, par le chauffage préalable du matériau, il est possible de prévenir la chute de résistance puisque celle-ci s'effectue depuis une valeur plus élevée de  $R_c$ .

- Essais poro-mécanique

Rappelons tout d'abord que les essais poro-mécaniques effectués permettent d'étudier la déformabilité de la craie plus précisément, via la mesure des coefficients  $K_b$  (module de compressibilité du squelette) et  $K_s$  (module de compressibilité de la matrice solide seule).

a) Essais drainés

La figure suivante met en évidence les effets de l'eau et du chauffage sur le coefficient  $K_b$  et sur le seuil du « pore collapse » des échantillons testés.

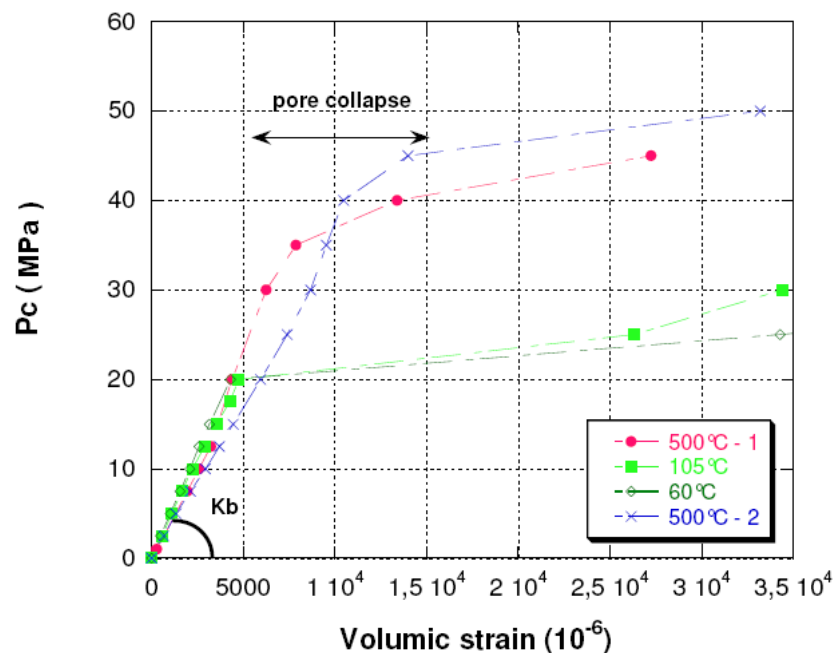


Figure 3.17 : Réponses des échantillons chauffés sous confinement croissant (essai drainé)

Ce premier résultat poro-mécanique est intéressant sous deux aspects. Tout d'abord, on constate que la valeur de  $K_b$  (qui correspond à la pente de la zone élastique) est sensiblement la même pour tous les échantillons. Cela confirme donc bien que le chauffage, même à très hautes températures, ne modifie pas les paramètres élastiques de notre matériau (puisque  $K_b$  est fonction de  $E$  et  $\nu$ ).

Il semblerait ensuite que la montée en température ait un impact sur l'apparition des premières déformations plastiques. En effet, pour la craie, le passage de l'état élastique à l'état plastique sous sollicitation de confinement se fait progressivement, c'est ce que l'on appelle le « pore collapse » (cf. § 2.3.3). Rappelons que pour la craie d'Haubourdin, dont la porosité est de l'ordre de 40%, on estime que le « pore collapse » est atteint aux alentours de 20 à 25 MPa ([SCHROEDER 2]).

Ceci semble être le cas pour l'échantillon témoin (60°C) et l'échantillon chauffé à 105°C puisque les premières déformations plastiques apparaissent vers 200 bars de confinement. Or, on s'aperçoit que pour l'échantillon chauffé à 500°C, l'apparition du « pore collapse » se fait plus tard (aux alentours de 35 MPa). Le chauffage provoquerait donc, a priori, un retard du phénomène, prolongeant ainsi la phase élastique du matériau.

Bien que ces essais fussent exécutés avec une grande rigueur expérimentale, nous devons tout de même préciser que seulement deux échantillons ont été testés et qu'il faudrait pousser l'expérimentation plus loin afin de confirmer ces résultats.

#### b) Essais non drainés

La détermination du coefficient  $K_s$  (qui s'effectue en condition non drainé) pour les deux échantillons montre que ce paramètre semble insensible à la température.

En effet, pour les deux échantillons, les valeurs de compressibilité mesurées sont très grandes, de l'ordre de 40 GPa.

Si l'on compare cette valeur avec la compressibilité moyenne de la calcite qui se situe autour de 70 GPa, on peut supposer que la matrice solide contient des pores occlus en quantité telle que l'on ne retrouve pas la compressibilité de la calcite pure.

De plus, ces résultats confirment qu'il n'y a aucun changement d'un point de vue minéralogique dans la matrice solide et confirment donc les résultats précédents (essais de compression uniaxiale) sur la constance des propriétés élastiques ( $E$  et  $\nu$ ).

- Essais Los Angeles et Micro Deval en présence d'eau

Les essais Los Angeles et Micro Deval en présence d'eau ont été effectués sur des granulats ayant été chauffés pendant 24 heures à 105°C. Le tableau suivant présente les résultats obtenus :

	<b>Avant chauffage</b>	<b>Après chauffage</b>
<b>LA</b>	70	53
<b>MDE</b>	95	100

Tableau 3.3 : Résultats des essais LA et MDE sur des échantillons standards et traités thermiquement

L'analyse de ces résultats confirme également l'écrouissage thermique mis en évidence plus haut. Le chauffage à haute température des granulats crayeux permet d'en réduire la fragmentation lors de l'essai Los Angeles puisque l'on passe d'une valeur de 70% à 53% de passant à 1,6mm. Ce qui rapproche la craie des valeurs obtenues pour un calcaire tendre. Cette valeur reste néanmoins faible mais elle témoigne de l'effet du traitement thermique sur la craie.

En ce qui concerne les valeurs obtenues pour l'essai MDE, on constate que le traitement thermique n'a eu aucun effet. Ceci est dû à la présence d'eau et à la durée assez longue de l'essai. En effet, l'effet « mémoire » de la craie cité plus haut n'a ici pas lieu compte tenu de la grande quantité d'eau utilisée et au long processus d'usure qui dégrade le matériau. Cet effet ne se fait donc pas ressentir à l'échelle des granulats, d'où un coefficient MDE relativement élevé et égal à celui d'une craie standard.

Après avoir vu les effets des traitements thermiques sur les propriétés mécaniques et poro-mécaniques de la craie via l'utilisation de différents essais, nous allons tenter d'expliquer le phénomène d'érouissage thermique d'un point de vue physico-chimique.

### **3.2.3. Analyse physico-chimique du phénomène d'érouissage thermique**

Le phénomène de « heat hardening effect » est difficilement explicable en l'état actuel de nos connaissances. Cependant, suite à différentes constatations expérimentales que nous évoquerons par la suite, deux phénomènes liés au départ d'eau adsorbée nous paraissent jouer un rôle dans l'augmentation de la résistance de la craie : la réduction de la taille des ménisques d'eau entre grains et la recristallisation de  $\text{CaCO}_3$  dans la porosité du matériau.

#### **a) Réduction des ménisques**

L'hypothèse de Delage et al. [DELAGE] évoquée au chapitre précédent (cf. § 2.4.2) suppose qu'il existe des ménisques d'eau adsorbée entre les grains de calcite d'un échantillon ayant été étuvé à 60°C.

En admettant cette hypothèse, on peut considérer qu'en chauffant les échantillons jusqu'à 105°C, les ménisques initialement présents vont diminuer de taille au fur et à mesure du départ de l'eau liée. La surface de contact entre l'eau et les grains de calcite étant de plus en plus faible, on peut penser que les forces capillaires vont augmenter d'intensité pour équilibrer les départs d'eau et ainsi créer une sorte de précontrainte au cœur du matériau.

Cette précontrainte physique se traduirait alors par une augmentation de la résistance en compression sans toutefois modifier la rigidité globale de l'échantillon, ce qui va dans le sens des résultats présentés précédemment.

Cependant, cette théorie atteint ses limites pour des températures allant au-delà de 105°C. En effet, on considère par convention qu'entre 105°C et 140°C, la totalité de l'eau adsorbée au sein du matériau a disparu [MOUNANGA]. Or nos essais mettent en évidence une augmentation importante de  $R_c$  suite à un chauffage à 500°C.

De plus des analyses thermogravimétriques réalisées sur la craie ayant été conservée sous étuve à 60°C (voir figure suivante) ne mettent en évidence aucune perte d'eau significative avant 700°C (décarbonatation du  $\text{CaCO}_3$ ). Ce qui confirme la disparition totale de l'eau aux hautes températures.

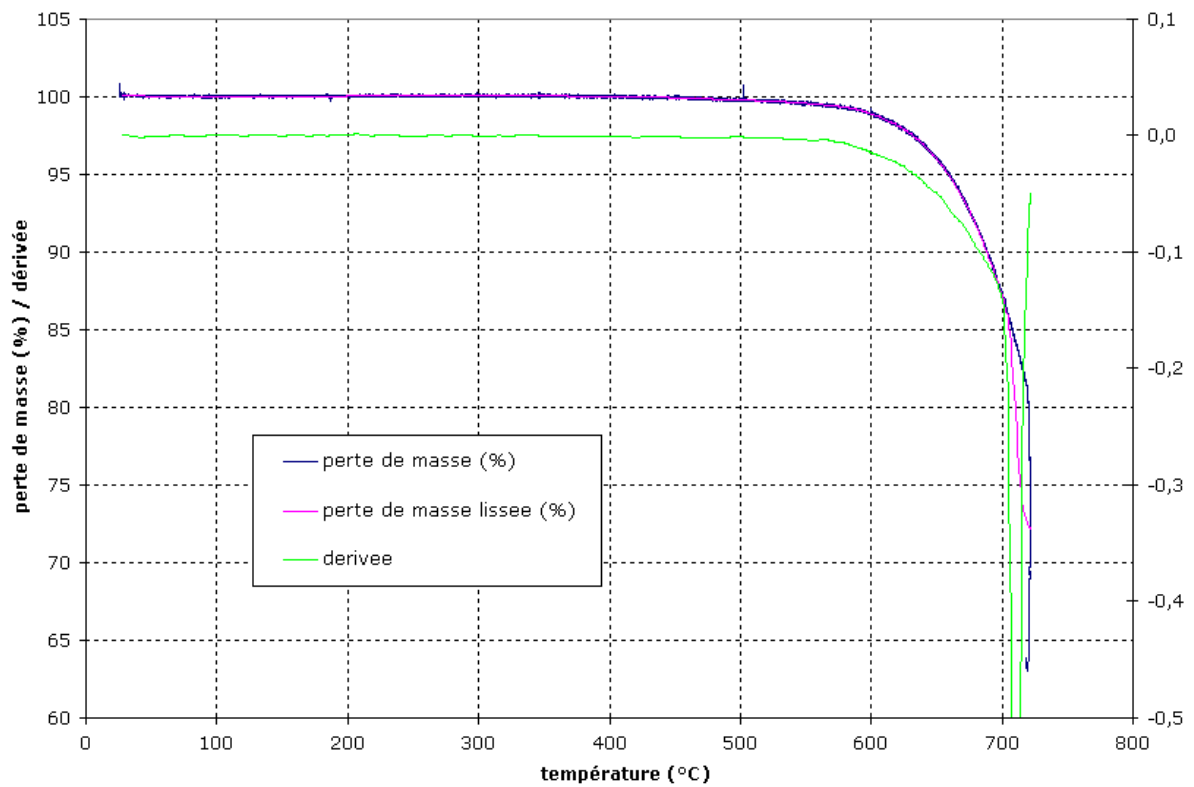


Figure 3.18 : Analyse thermogravimétrique réalisée sur un échantillon de craie  
(aucun départ d'eau n'est visible avant la décarbonatation)

Ces observations nous ont donc amenés à avancer une autre hypothèse pouvant contribuer à l'écroissage thermique au-delà de 105°C : la recristallisation du carbonate de calcium dans la porosité du matériau.

## b) Recristallisation du $\text{CaCO}_3$

Afin de mettre en évidence le phénomène de cristallisation de carbonate de calcium dans la porosité de la craie, nous avons réalisés des observations au M.E.B.

Pour cela, nous avons récupéré de l'eau déminéralisée ayant saturé un échantillon de craie que nous avons déposée sur une plaque métallique puis portée à  $105^\circ\text{C}$  le temps de l'évaporation complète de l'eau. Les observations au M.E.B ont ensuite été réalisées sur cette plaque et les résultats sont présentés ci-dessous :

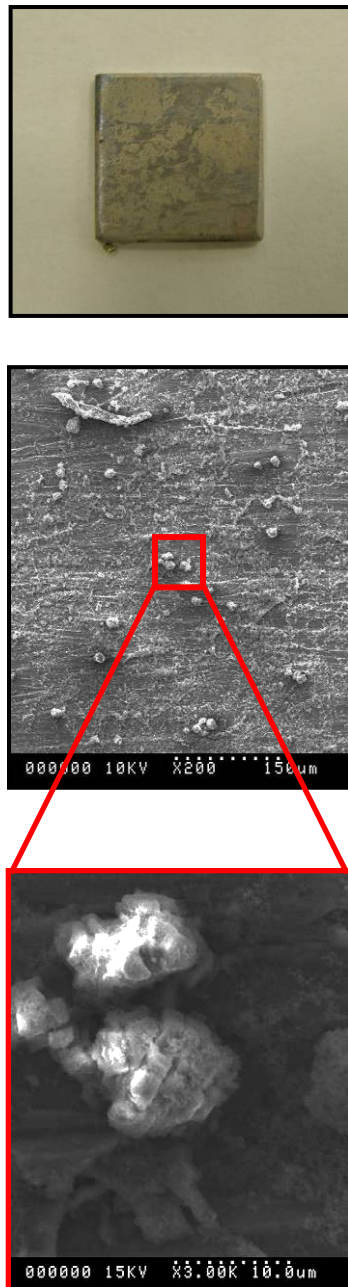
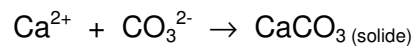


Figure 3.19 : Observations au M.E.B mettant en évidence des cristaux de calcite

A la sortie de l'étuve, on constate qu'un dépôt beige s'est formé sur la plaque métallique. Les observations microscopiques mettent en évidence la présence de grains de calcite plus ou moins bien formés et répartis de manière aléatoire sur la plaque.

Cette cristallisation de calcite est due à la présence d'ions calcium et carbonate dans l'eau de saturation de la craie. Ces ions vont alors réagir sous l'effet de la température (dont le rôle va être de catalyser la réaction) afin de former des cristaux de  $\text{CaCO}_3$  par la réaction :



Ainsi, nous pouvons émettre l'hypothèse suivant laquelle les dépôts de calcite au cœur du matériau favorisent la résistance en compression simple sans toutefois avoir une influence sur la rigidité car la calcite néoformée ne crée pas de véritables ponts entre les grains initialement présents. Ce processus est semblable à celui observé suite à une carbonatation en ambiance  $\text{CO}_2$  d'une semaine (cf. § 3.1.4).

De plus, d'autres observations nous poussent à penser que cette cristallisation se fait principalement en surface de l'échantillon. En effet, des essais de dureté Brinell adaptés à un échantillon de craie chauffé ont été réalisés au Laboratoire de Matériaux Métalliques de l'Ecole Centrale de Lille.

Pour cela, un échantillon de craie de dimension  $\varnothing=37\text{mm}$  et  $h=75\text{mm}$  a été chauffé à  $300^\circ\text{C}$  puis ramené à température ambiante avant d'être tronçonné dans sa longueur. Une tranche d'échantillon a alors été testée afin de réaliser une cartographie de la dureté au cœur du matériau.

L'essai Brinell, généralement utilisé dans le domaine de la métallurgie, consiste à faire pénétrer dans un matériau une bille en acier en appliquant une force  $F$  fixe et d'étudier l'empreinte laissée par la bille sur le matériau afin d'en déduire sa dureté. Ce paramètre est calculé de la manière suivante :

$$H_B = 2 * F / (\pi * D * (D - (D^2 - d^2)^{0,5}))$$

où  $F$  représente la valeur de la force utilisée pour faire pénétrer la bille ( $\sim 200\text{N}$ ) ;  $D$  le diamètre de bille (2,5mm) et  $d$  le diamètre de l'empreinte laissée sur le matériau. Ainsi, plus le matériau est dur, plus le coefficient  $H_B$  est grand ( $d$  étant petit). La détermination du diamètre de l'empreinte se fait par mesure de deux diamètres perpendiculaires observés au microscope en tenant compte bien évidemment du facteur de grossissement.



Figure 3.20 : Photographie du dispositif expérimental d'essai Brinell

Une échelle existe afin de classer les métaux mais dans notre cas, cet essai est utilisé dans un but qualitatif et comparatif afin de voir si la dureté est homogène au sein du matériau. La figure suivante présente les résultats obtenus sur notre échantillon :

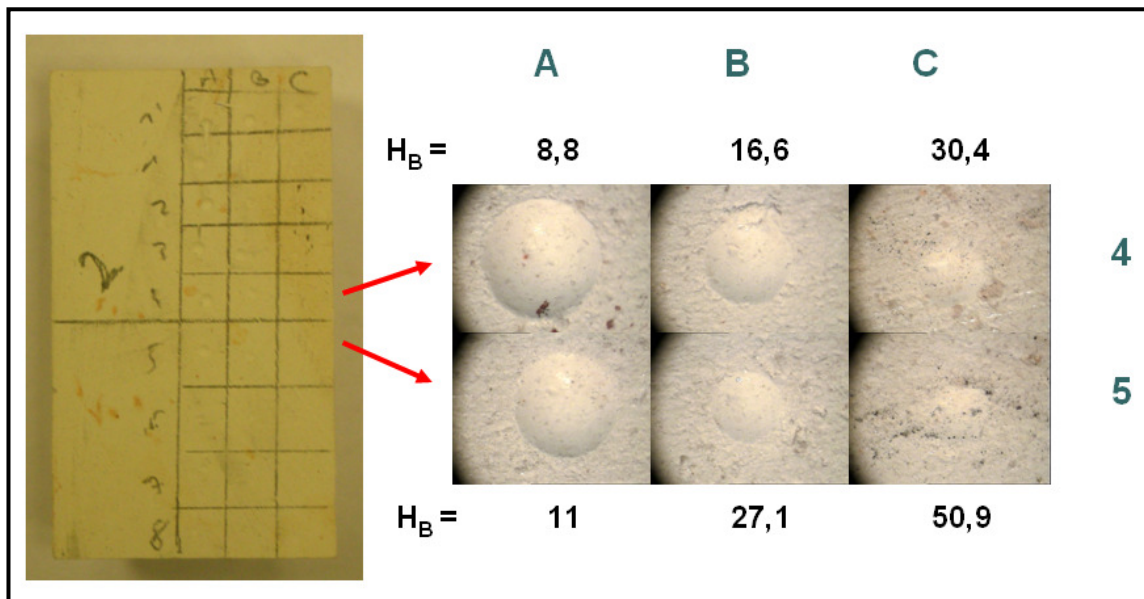


Figure 3.21 : Photographies et résultats des essais Brinell réalisés sur un échantillon de craie chauffé à 300 °C

Les résultats présentés ci-dessus mettent en évidence l'aspect hétérogène de la dureté au sein de l'échantillon traité thermiquement. On constate en effet que le matériau est plus résistant en périphérie (C4 et C5) qu'en son cœur (A4 et A5).

Cette observation nous permet éventuellement de lier la cristallisation de calcite au départ de l'eau au cœur du matériau. L'eau liée migrerait ainsi progressivement vers l'extérieur et la cristallisation s'opèrerait alors préférentiellement en périphérie de l'échantillon.

De plus, une observation visuelle effectuée sur un échantillon ayant été chauffé à 600 °C puis laissé à l'air ambiant a présenté un écaillage en surface extérieure au bout d'une semaine comme le montre la photographie suivante :

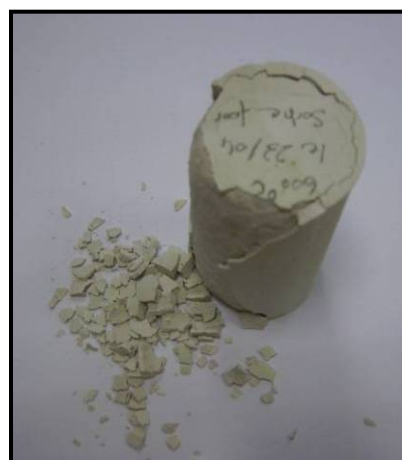


Figure 3.22 : Ecaillage sur un échantillon ayant subi un chauffage à 600 °C



Ce phénomène d'écaillage renforce l'idée que le traitement thermique développe une dureté hétérogène ou dureté « de peau ». On peut donc imaginer que la calcite qui a cristallisé à la périphérie de l'échantillon n'ait pas résisté au retour de l'eau présente dans l'air ambiant et a fini par craquer sous l'effet des forces capillaires.

On remarque cependant que le gradient de dureté mis en avant par les essais Brinell n'apparaît que dans le sens transversal et qu'aucune augmentation n'est visible dans le sens longitudinal. Ceci limite donc quelque peu notre hypothèse.

Ainsi, le phénomène d'écrouissage thermique reste pour le moment difficilement explicable. Les pistes évoquées précédemment ont pour principal objectif d'ouvrir une discussion et de proposer des pistes de réflexion. Les véritables réactions mises en jeu lors de cette augmentation non négligeable de résistance de la craie restent donc à préciser.

### 3.3. Traitements chimiques

Comme nous l'avons vu précédemment, l'amélioration des propriétés mécaniques de la craie passe par la réduction du volume poreux du matériau et par la création de véritables ponts de matière entre les grains de calcite constituant la matrice.

Nous avons donc tenté de développer deux techniques de valorisation basées sur des réactions chimiques que nous allons dans un premier temps décrire. La présentation des résultats obtenus viendra par la suite.

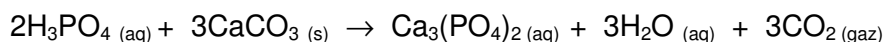
#### 3.3.1. Comblement de porosité par cristallisation de phosphates de calcium et par apport de calcium

Les phosphates de calcium sont des composés chimiques utilisés pour des applications industrielles très variées comme la fertilisation des sols, le traitement des déchets ou encore en médecine pour les revêtements de prothèses et les comblements osseux [ACHOUR].

C'est justement pour combler la porosité de la craie que nous nous sommes intéressés à ces composés qui présentent des performances mécaniques très intéressantes pouvant dépasser les 100 MPa dans le cas particulier du frittage de poudre de phosphates de calcium [PRAMANIK].

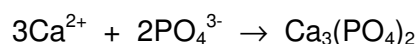
A l'échelle industrielle, les phosphates de calcium sont généralement créés via la neutralisation de l'acide phosphorique  $H_3PO_4$  par de l'oxyde de calcium (ou chaux vive)  $CaO$ . En fonction du degré d'acidité de l'acide phosphorique, on obtient différents types de phosphates de calcium qui sont usuellement classés suivant le rapport molaire calcium sur phosphate (rapport Ca/P) [BANU]. Dans cette étude, nous nous sommes intéressés à l'une des formes les plus simples de phosphate de calcium : le phosphate tricalcique en phase  $\beta$  également appelé  $\beta$ -TCP de formule  $Ca_3(PO_4)_2$ .

Pour créer de tels composés, il est possible de remplacer la chaux vive par du  $CaCO_3$  afin d'apporter les ions calcium nécessaires à la cristallisation des phosphates. La réaction directe entre l'acide phosphorique et le carbonate de calcium (constituant à 98% de la craie) serait alors la suivante :



Cependant, des essais préliminaires en laboratoire réalisés sur la craie d'Haubourdin nous ont permis de voir qu'une attaque acide directe (même avec un acide très peu concentré) provoque la dissolution du  $CaCO_3$  et les phosphates de calcium nés de cette réaction se retrouvent alors en solution. Un tel traitement est donc trop brutal car il décompose totalement la structure de la roche.

L'idée que nous avons développée est donc de cristalliser les phosphates de calcium via une source extérieure en ions calcium et une source non acide d'ions phosphate qui se rencontreraient au sein de la porosité du matériau afin d'obtenir la réaction suivante :



Pour cela, nous avons choisi deux sels ayant une grande solubilité dans l'eau afin d'apporter les ions nécessaires en grande quantité compte tenu du volume poreux disponible :

- le chlorure de calcium  $\text{CaCl}_2$  (solubilité dans l'eau à 20°C : 745 g/L)
- le phosphate de sodium  $\text{Na}_3\text{PO}_4$  (solubilité dans l'eau à 20°C : 850 g/L)

Les essais menés ont donc consistés en une double saturation de deux échantillons de craie de faibles dimensions. En effet, pour réduire les temps de saturation, nous avons travaillé sur des séries d'échantillons de diamètre 20mm et de hauteur 40mm. Nous avons choisi de tester 2 échantillons issus de 2 blocs différents car ces premiers essais étaient plutôt prospectifs.

Pensant que l'ordre de la saturation (et donc du contact entre les réactifs) pouvait avoir une influence sur la cristallisation, nous avons réalisés deux expérimentations :

*Procédé 1 : Saturation au  $\text{CaCl}_2$  puis au  $\text{Na}_3\text{PO}_4$  :*

- Saturation dans une solution de  $(\text{Ca}^{2+} + 2\text{Cl}^-)$  à 500 g/L pendant 1 journée
- Saturation dans une solution de  $(3\text{Na}^+ + \text{PO}_4^{3-})$  à 330 g/L pendant 1 journée
- Séchage à 105°C jusqu'à masse constante (soit 2 jours environ)
- Test en compression simple à température ambiante

*Procédé 2 : Saturation au  $\text{Na}_3\text{PO}_4$  puis au  $\text{CaCl}_2$  :*

- Saturation dans une solution de  $(3\text{Na}^+ + \text{PO}_4^{3-})$  à 330 g/L pendant 1 journée
- Saturation dans une solution de  $(\text{Ca}^{2+} + 2\text{Cl}^-)$  à 500 g/L pendant 1 journée
- Séchage à 105°C jusqu'à masse constante (soit 2 jours environ)
- Test en compression simple à température ambiante

Le choix des concentrations utilisées a été fixé de manière arbitraire mais en respectant tout de même deux points : apporter une grande quantité d'ions au cœur du matériau et respecter la stœchiométrie de la réaction (rapport de 3/2 entre les quantités de calcium et de phosphate). Dans les deux cas, le pH de la solution obtenue était voisin de 10.

Le procédé 1 a mis en évidence une formation de cristaux très blancs dès le début de la deuxième saturation (dans la solution de  $3\text{Na}^+ + \text{PO}_4^{3-}$ ) et qui se sont développés ensuite. Bien que perturbant le bon déroulement de cette saturation, nous avons préféré conserver ces cristaux afin de ne pas « améliorer » la réaction par une intervention extérieure.

Un nettoyage a cependant dû être effectué avant la phase de séchage de manière à pouvoir tester l'échantillon en compression simple dans les meilleures conditions. Les figures suivantes mettent en évidence les cristaux avant et après séchage :

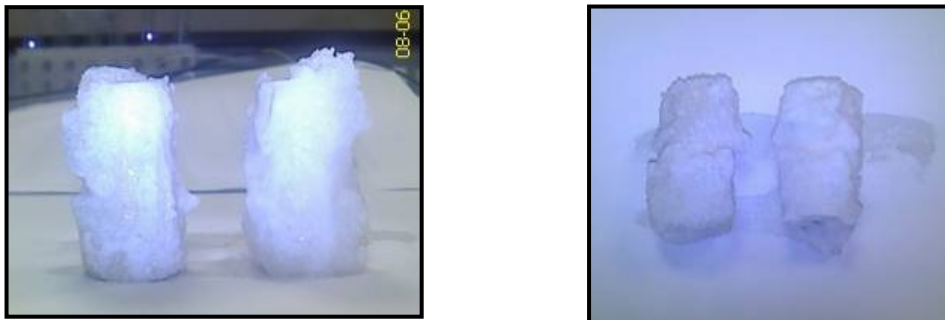


Figure 3.23 : Figure : Cristaux obtenus durant la saturation dans la solution de  $3\text{Na}^+ + \text{PO}_4^{3-}$  (procédé 1)

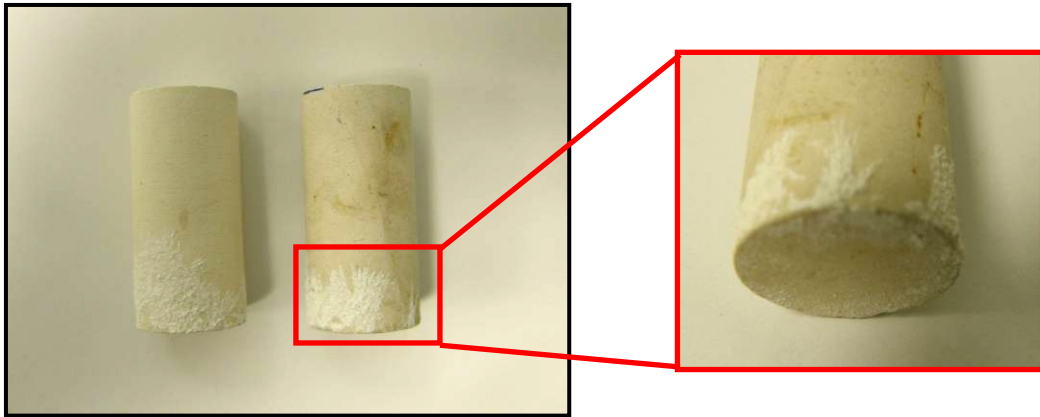


Figure 3.24 : Figure : Aperçu des dépôts après nettoyage et séchage à 105 °C (procédé 1)

Le procédé 2 n'a quant à lui mis en évidence aucun dépôt sur les échantillons durant les phases de saturation. Seules quelques légères tâches blanches apparaissent sur la surface des échantillons comme le montre la figure suivante :



Figure 3.25 : Echantillons en sortie d'étuve à l'issue du procédé de saturation 2 (on remarque de légères traces blanches sur la surface des échantillons)

En complément de ces essais de synthèse de phosphates de calcium, nous avons voulu ajouter d'autres essais constitués d'une unique phase de saturation au chlorure de calcium. L'idée de cette expérimentation est de profiter de la forte solubilité du  $\text{CaCl}_2$  dans l'eau afin de le faire pénétrer au cœur de nos éprouvettes et de le faire recristalliser par séchage.

Pour cela, nous avons saturé des échantillons pendant deux jours dans des solutions de chlorure de calcium à différentes concentrations allant de 25g/L à 300g/L (2 échantillons par valeur de concentration). Puis, après un séchage à 105 °C pendant deux jours (jusqu'à stabilisation de la masse des échantillons), nous les avons testés en compression simple à température ambiante.

Voyons à présents les résultats obtenus à l'issue de ces différents traitements. Nous distinguerons les résultats obtenus par double saturation  $\text{CaCl}_2 / \text{Na}_3\text{PO}_4$  des résultats obtenus par la saturation unique au  $\text{CaCl}_2$ .

### 3.3.2. Effets du traitement au $\text{CaCl}_2$ et au $\text{Na}_3\text{PO}_4$ sur les paramètres mécaniques

La figure suivante présente les résultats d'essais de compression simple obtenus par les procédés 1 et 2. Nous avons choisi de présenter les résultats en regroupant les échantillons testés par leur provenance (bloc 1 ou 2).

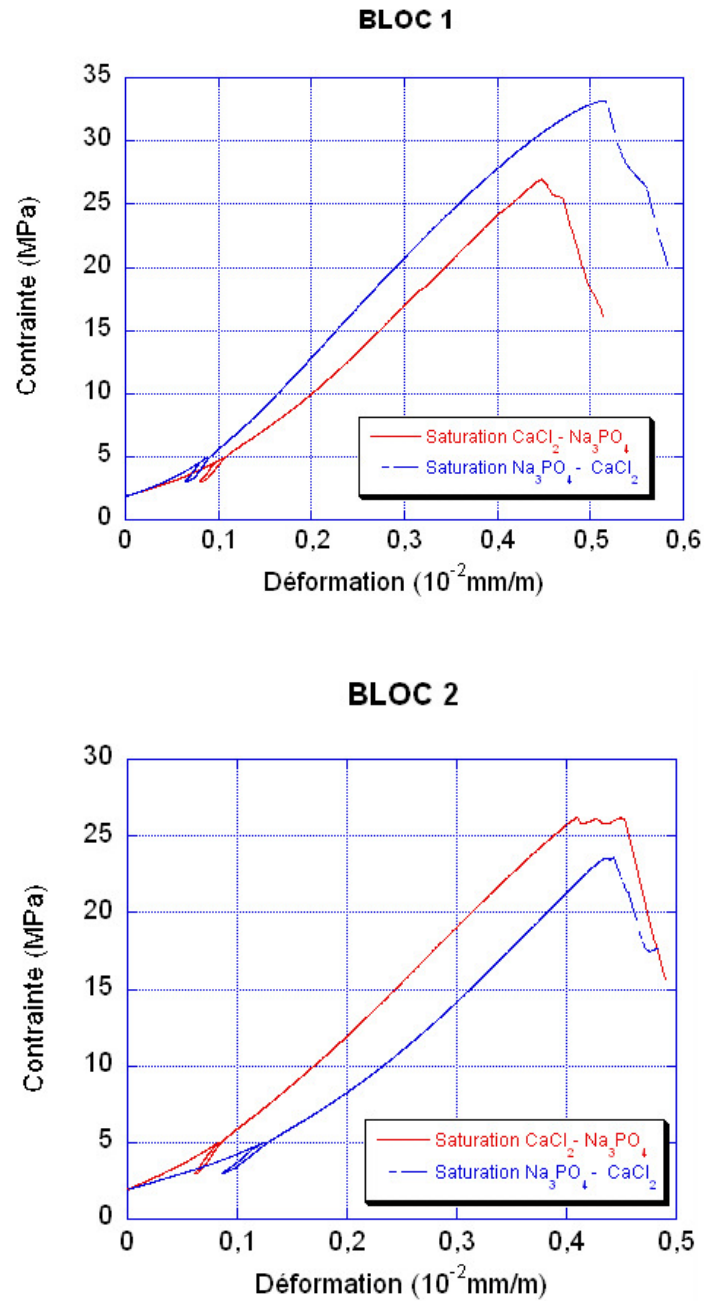


Figure 3.26 : Résultats des essais de compression uniaxiale en fonction de la provenance des échantillons

Cette présentation des résultats en fonction de la provenance des échantillons testés permet de voir très rapidement que l'ordre de la saturation ne semble pas avoir d'importants effets sur les résistances finales des échantillons.

Alors que la présence de cristaux au cours du procédé 1 pouvait nous suggérer que les réactions mises en jeu étaient différentes, les deux éprouvettes issues du bloc 2 semblent posséder une résistance à la rupture très proche (autour de 25 MPa). L'écart visible entre les échantillons du bloc 1 est, selon nous, dû à une dispersion de valeurs plus qu'à un véritable effet de l'ordre de saturation.

Si l'on compare à présent les valeurs moyennes de résistance obtenues après traitement (30MPa pour le bloc 1 et 25MPa pour le bloc 2) à la valeur standard de la craie d'Haubourdin qui est de 13MPa, on constate que ce traitement à un apport bénéfique en terme de résistance. Les résultats témoignent également d'une légère augmentation de la rigidité avec une valeur moyenne de 13 GPa pour le bloc 1 et 11GPa pour le bloc 2. Ces résultats nous laissent donc penser qu'une cristallisation a bien eu lieu au cœur de notre matériau.

Afin de mettre en évidence les cristaux formés, des observations au M.E.B on été effectuées sur les échantillons écrasés. Des cristaux sont visibles cependant, contrairement à ce que l'on pensait, ils ne contiennent pas de phosphates. La majorité des cristaux observés sont des cristaux de NaCl et de CaCl<sub>2</sub> et la réalisation de cartographies minéralogiques confirme ces observations :

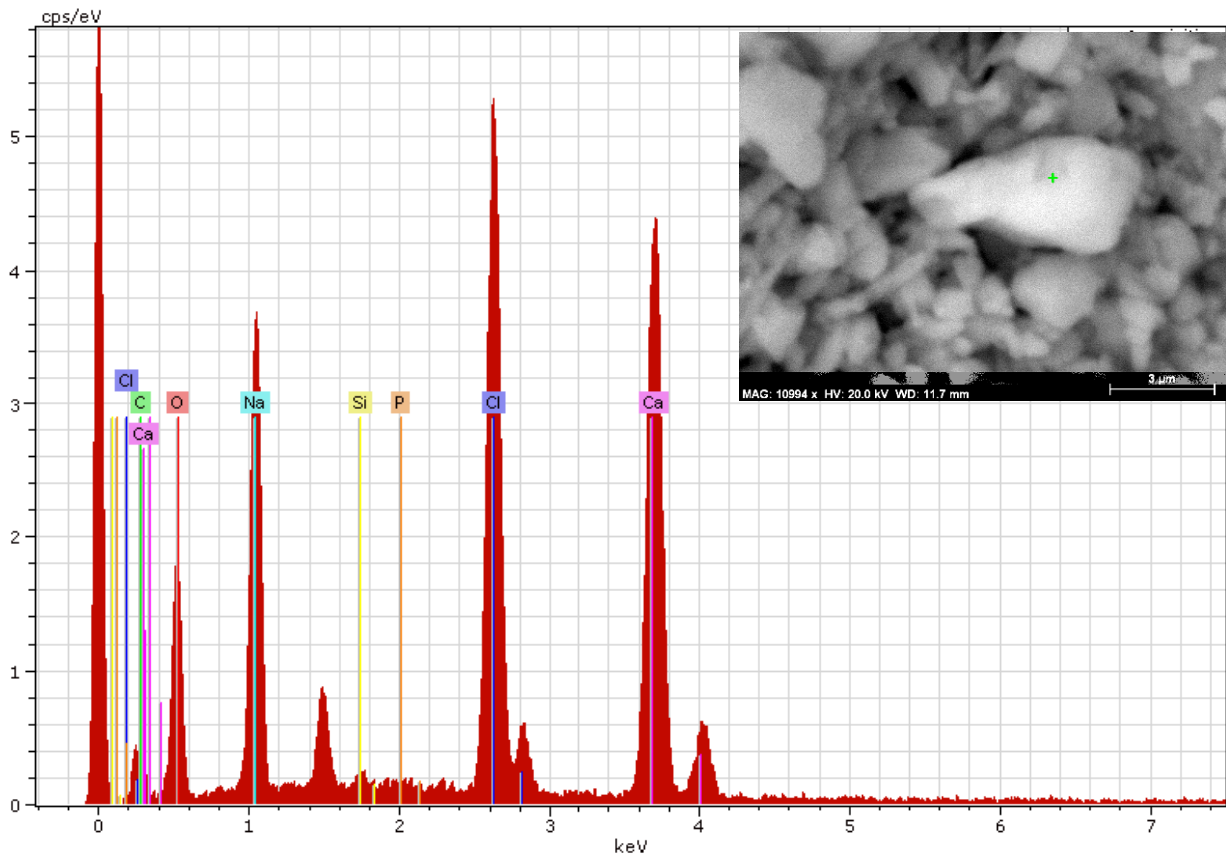


Figure 3.27 : Minéralogie et observation au M.E.B d'un cristal au sein de la porosité d'un échantillon



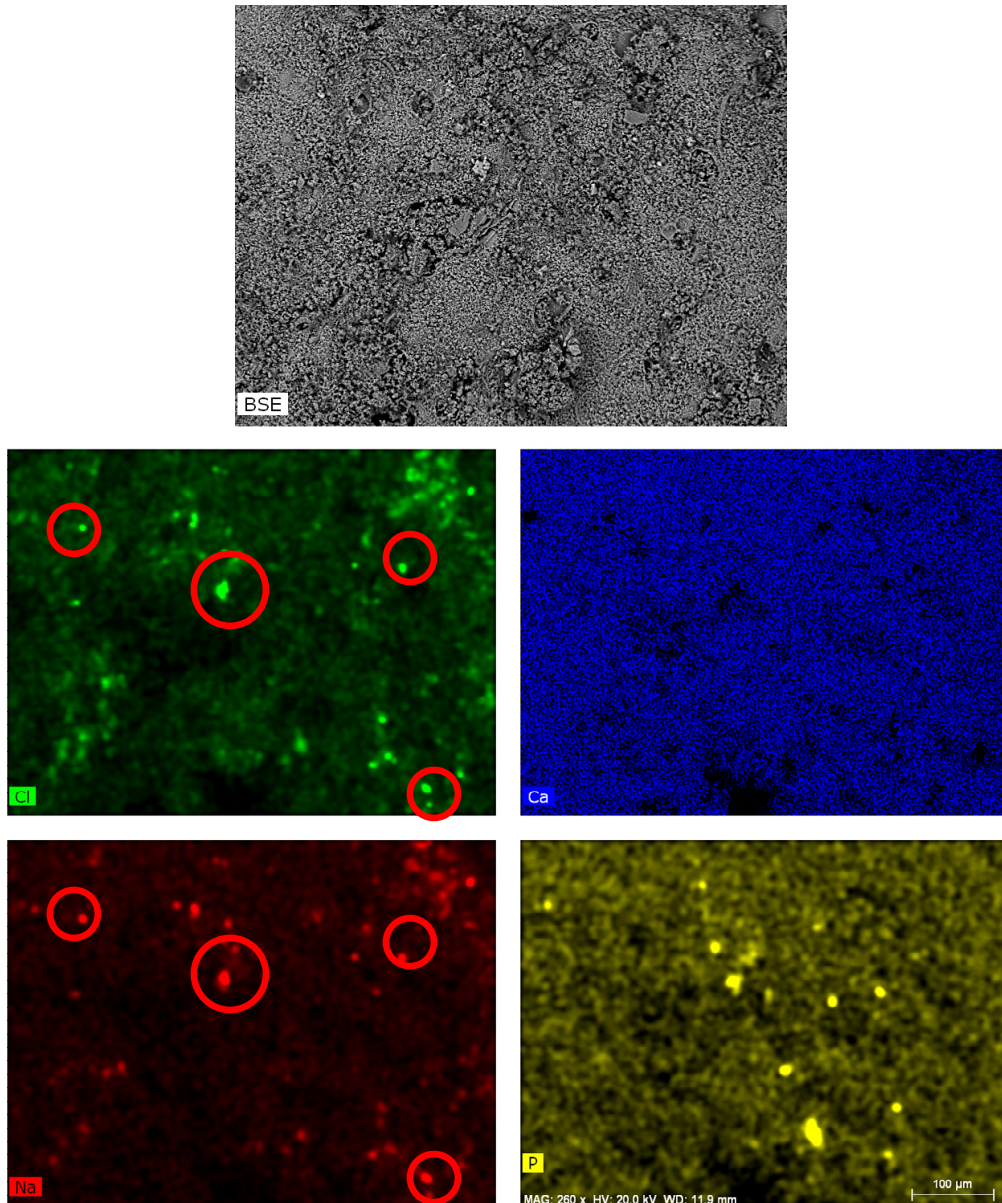
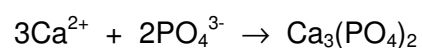


Figure 3.28 : Cartographie minéralogique d'une zone au cœur d'un échantillon traité

La figure ci-dessus met bien en évidence la superposition du chlore (en vert) et du sodium (en rouge) qui semble indiquer la présence de nombreux cristaux de NaCl. Les cristaux de  $\text{CaCl}_2$  ayant recristallisés sont plus difficile à repérer compte tenu de la présence uniforme de calcium dans la craie (bleu). Le phosphate (jaune) a quant à lui une présence très ponctuelle.

Ceci nous amène donc à conclure que lors de nos expérimentations, trois réactions étaient en « compétition » :



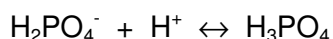
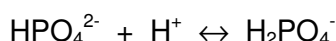
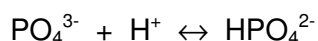
et



Les réactions de cristallisation de chlorure de calcium et de chlorure de sodium s'effectuent assez rapidement car les ions intervenant dans la réaction sont très présents en solution à 20°C et à un pH légèrement basique (rappelons que le pH mesuré était de 10).

Il en est autrement des ions phosphates qui sont très peu stables dans une telle solution. En effet, solubilisé dans une solution aqueuse, le phosphate existe sous quatre formes selon son taux d'acidité.

En allant du plus basique au plus acide, la première forme à prédominer est l'ion phosphate  $\text{PO}_4^{3-}$  (fortement basique), la seconde est la forme hydrogénophosphate  $\text{HPO}_4^{2-}$  (faiblement basique), la troisième est la forme dihydrogénophosphate  $\text{H}_2\text{PO}_4^-$  (faiblement acide) et enfin la quatrième est la forme acide phosphorique  $\text{H}_3\text{PO}_4$  (fortement acide). Les réactions associées sont les suivantes :



Le titrage de l'acide phosphorique nous permet de déduire le diagramme de prédominance des espèces ioniques suivant :

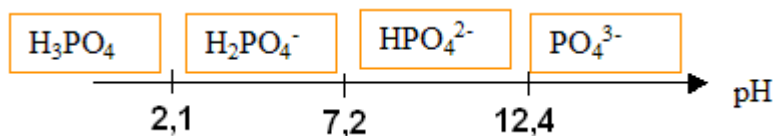
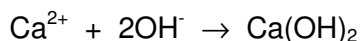


Figure 3.29 : Diagramme de prédominance des couples  $\text{H}_3\text{PO}_4/\text{H}_2\text{PO}_4^-$ ,  $\text{H}_2\text{PO}_4^-/\text{HPO}_4^{2-}$  et  $\text{HPO}_4^{2-}/\text{PO}_4^{3-}$

Ainsi, pour pouvoir obtenir des ions  $\text{PO}_4^{3-}$  en solution et en quantité importante dans la solution, il faudrait déplacer le pH au-delà de 12,4 afin d'avoir une solution très basique et donc propice à la présence d'ions phosphate.

Pour cela, un ajout important de soude (NaOH) dans notre système jusqu'à pH 13 voire 14 pourrait favoriser la réaction. Cependant, cet apport important en ions  $\text{OH}^-$  ne serait pas forcément bénéfique à la réaction puisqu'une nouvelle réaction entrerait en compétition avec les 3 précédentes :



En effet, les ions calcium réagiraient plus facilement avec les ions  $\text{OH}^-$  (ceux-ci étant alors beaucoup plus présents que les ions phosphate) pour former de la portlandite.

Ainsi, faire cristalliser des phosphates de calcium dans la porosité du matériau nécessite une étude de chimie analytique plus poussée pour mettre à plat et étudier les différentes réactions possibles. Ceci afin de mettre en place les conditions nécessaires à l'obtention du produit de réaction voulu.



### 3.3.3. Effets de la saturation unique au $\text{CaCl}_2$ sur les paramètres mécaniques

a) Résultats sur la résistance en compression simple et sur le module d'Young

La figure suivante présente l'évolution de la résistance en compression simple et du module d'Young de la craie en fonction de la concentration en chlorure de calcium.

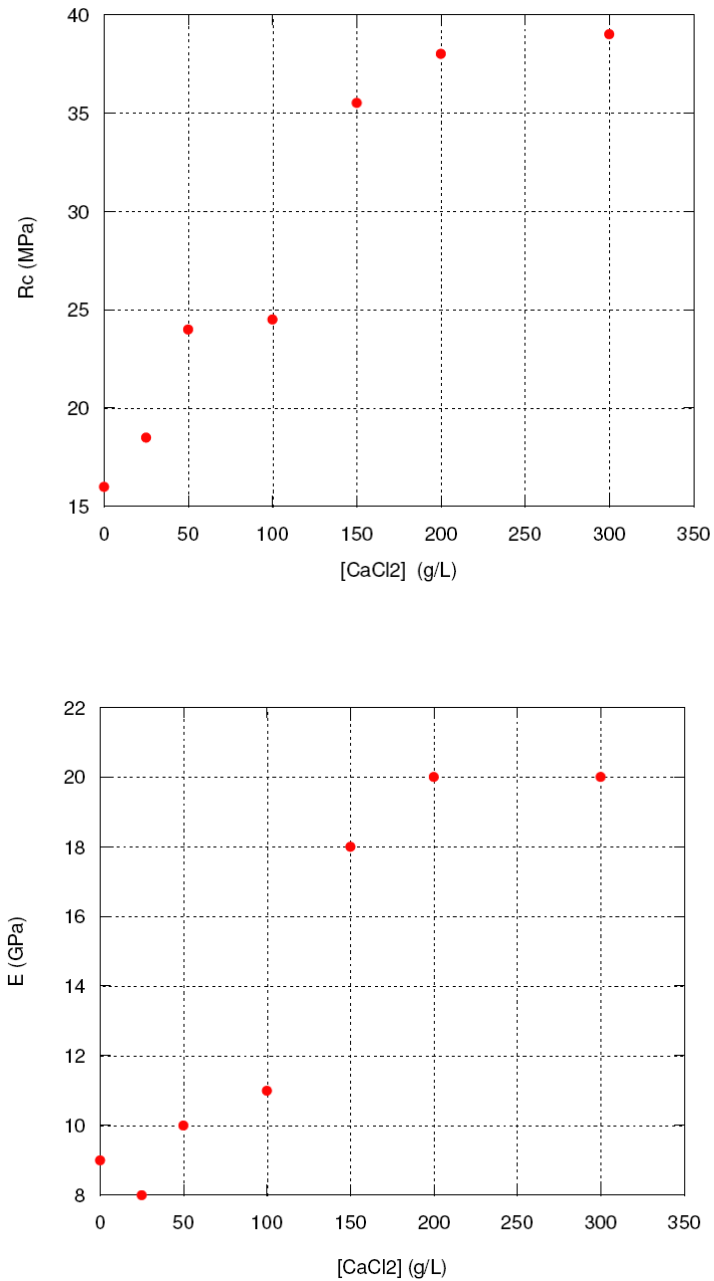


Figure 3.30 : Evolution de la résistance en compression et de la rigidité de la craie en fonction de la concentration en chlorure de calcium

Tout d'abord il est intéressant de remarquer que résistance et module varient de manière tout à fait similaire. En effet, on observe une augmentation légère de ces deux paramètres jusqu'à la concentration de 100g/L de  $\text{CaCl}_2$ . Ensuite, on observe un saut très prononcé à 150g/L qui se traduit par la multiplication de  $R_c$  et  $E$  par 2.

En effet, on atteint alors à une résistance en compression simple supérieure à 35MPa et un module de l'ordre de 20GPa (rappelons les valeurs standards de la craie  $R_c=13\text{MPa}$  et  $E=9\text{GPa}$ ). Enfin, après 200g/L, ces valeurs se stabilisent.

Ces résultats semblent indiquer que la cristallisation du chlorure de calcium dans la porosité a bien eu lieu et il est fort probable que les cristaux formés ont créé de véritables ponts de matière dans la matrice crayeuse. A ce phénomène de cristallisation interne, s'ajoute également l'augmentation des propriétés mécaniques intrinsèques de la craie par effets thermiques dû au chauffage à 105°C. La cristallisation semble ainsi diminuer la porosité du matériau tout en le renforçant structurellement (augmentation de la rigidité).

Pour confirmer notre hypothèse de la réduction du volume poreux, un essai original de mesure de porosité au gaz (basé sur la loi des gaz parfaits) a été utilisé. En effet, des mesures classiques de porosité par saturation à l'éthanol n'étant pas possible (cf. paragraphe suivant), il nous a fallu injecter un gaz dans nos échantillons afin de déterminer leur porosité avant et après traitement.

Cet essai consiste donc à déterminer le volume de l'espace poreux  $V_p$  d'un échantillon sous confinement  $P_c$  (pression hydrostatique). Un échantillon est testé une première fois dans un état naturel puis dans état traité. Les résultats sont ensuite comparés.

Nous avons cette fois utilisé un échantillon de plus grande dimension (diamètre 37mm et hauteur 75mm) car ces dimensions sont compatibles avec le matériel dont nous disposons en laboratoire (cellule, disques de drainage...). De plus, ceci nous permet d'avoir un volume poreux plus grand, et donc une différence de volume plus nette.

Une fois testé à l'état naturel, l'échantillon est traité par saturation unique au  $\text{CaCl}_2$  à 200g/L suivant le protocole décrit précédemment. Après séchage, l'échantillon est remis en place dans une jaquette en viton et placé en cellule triaxiale.

Pour chacun des deux essais, la pression de confinement est maintenue à l'aide d'une pompe Gilson à une valeur de 15 bar qui n'endommage en rien le matériau. La figure suivante présente le schéma du montage :

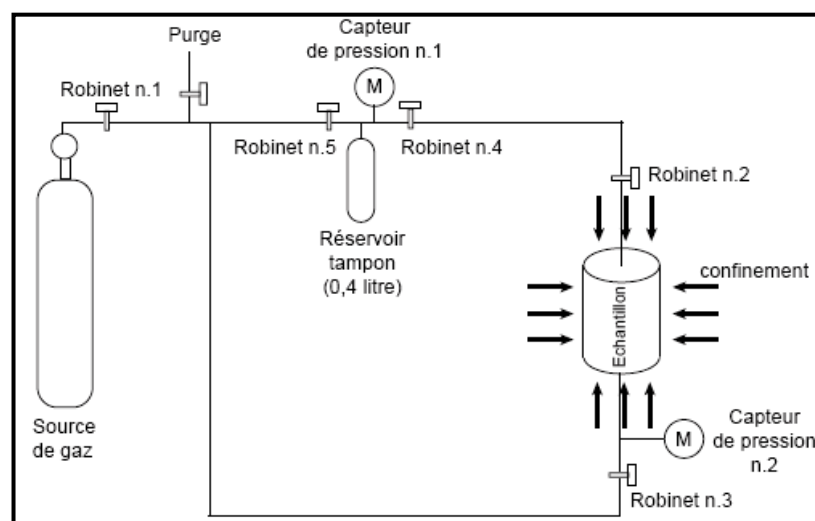


Figure 3.31 : Schéma du dispositif expérimental de mesure de porosité par injection de gaz

Le gaz utilisé est de l'argon d'une pureté supérieure à 99%. Dans ce montage, les robinets n°2 et n°3 qui bloquent l'accès du gaz en entrée et en sortie de l'échantillon, sont disposés le plus près possible de celui-ci, afin de limiter les volumes morts autres que ceux du réseau poreux. De plus, afin d'éviter l'impact des variations de température sur nos mesures, les essais ont été réalisés en salle climatisée, à une température constante de 22°C.

L'essai se déroule de la manière suivante :

1. On commence par ouvrir les robinets n°1, n°4 et n°5, afin de laisser le gaz remplir le réservoir tampon et la tuyauterie (les robinets n°2 et n°3 sont fermés).

2. Après quelques minutes de stabilisation, les robinets n°1, n°4 et n°5 sont fermés pour isoler le réservoir tampon du circuit. Grâce au manomètre n°1, on lit la pression de gaz initiale  $P_1$  dans le réservoir tampon (de volume connu  $V_{\text{réservoir}} = 0,4\text{l}$ ). En parallèle, on évacue le gaz dans les tuyauteries en ouvrant la purge. Par sécurité, on choisira toujours une pression initiale telle que  $P_1 < P_c$ .

3. On referme ensuite la purge et les robinets n°4 et n°5 sont ouverts afin que le gaz stocké dans le réservoir pénètre dans le volume de tuyauterie  $V_{\text{tuyaux}}$  (les robinets n°2 et n°3 sont toujours fermés). Après stabilisation (qui peut prendre jusqu'à une demi-heure), on lit au manomètre n°1 une nouvelle pression  $P_2$  pour le gaz qui occupe maintenant le volume ( $V_{\text{réservoir}} + V_{\text{tuyaux}}$ ). La loi des gaz parfaits appliquée à l'argon à température constante donne alors :

$$P_1 * V_{\text{réservoir}} = P_2 * (V_{\text{réservoir}} + V_{\text{tuyaux}})$$

Relation de laquelle nous déduisons le volume  $V_{\text{tuyaux}}$ .

4. On ouvre enfin les robinets n°2 et n°3 afin de faire pénétrer le gaz dans l'échantillon et une nouvelle chute de pression a lieu. Après stabilisation (qui se fait en quelques minutes compte tenu de la taille de l'échantillon et de sa perméabilité), on peut lire une valeur identique de pression  $P_3$  sur les manomètres n°1 et n°2.

Une nouvelle application de la loi des gaz parfaits nous donne la relation suivante :

$$P_2 * (V_{\text{réservoir}} + V_{\text{tuyaux}}) = P_3 * (V_{\text{réservoir}} + V_{\text{tuyaux}} + V_p)$$

De là, on déduit la valeur  $V_p$  du volume poreux de l'échantillon.

Bien entendu, le volume poreux est quelque peu surestimé lors de cet essai puisqu'il existe entre l'échantillon et les robinets n°2 et n°3 un volume mort très faible et difficile à évaluer. Cependant, notre étude étant comparative (état naturel/état traité) et l'échantillon étudié étant toujours le même, on peut estimer que ce volume mort n'influe pas sur la modification globale du volume poreux. Le tableau suivant résume donc les résultats obtenus (moyenne de 3 essais par échantillon) :

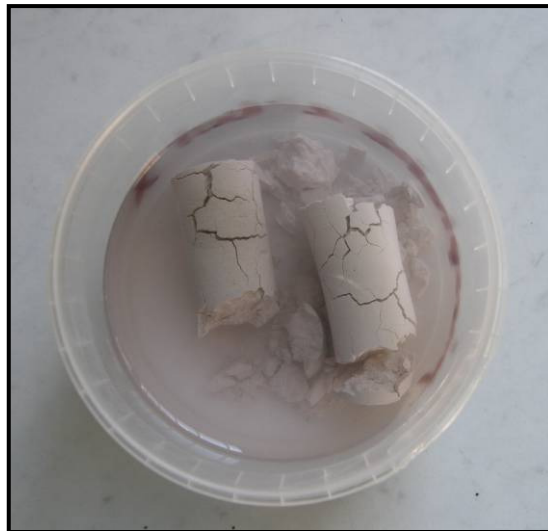
Etat	$P_c$ (MPa)	$V_p$ (L)
naturel	1.5	0.44
traité	1.5	0.37

Tableau 3.4 : Evolution du volume poreux d'un échantillon de craie traité au  $\text{CaCl}_2$  (200g/L)

Ces résultats mettent en évidence une réduction de 15% du volume poreux de la craie. Ceci nous permet de dire que l'effet du traitement au  $\text{CaCl}_2$  provoque une diminution de la porosité connectée de la craie tout en augmentant sa rigidité via la création de ponts de matière entre les grains.

#### b) Influence de la saturation en eau

Avant d'utiliser la méthode de mesure de porosité au gaz décrite précédemment, nous avons tenté de déterminer la porosité des échantillons traités de manière classique, par saturation sous vide à l'éthanol. Cependant, les mesures n'ont pas pu être réalisées car les échantillons se sont désagrégés après plusieurs heures de saturation comme le montre la photographie de la figure suivante :



*Figure 3.32 : Photographie d'échantillons traités au  $\text{CaCl}_2$  après plusieurs heures de saturation à l'éthanol sous vide*

Cette observation met en évidence le caractère non pérenne des effets de la saturation au chlorure de calcium. Les cristaux formés semblent se dissoudre assez facilement à la suite d'une saturation directe à l'éthanol. Les pressions au cœur de l'échantillon créées par la saturation sous vide provoquent une fissuration qui se propage rapidement à l'ensemble de l'échantillon.

Afin de confirmer ces observations, nous avons soumis des séries de 3 échantillons préalablement traités au  $\text{CaCl}_2$  à une ressaturation croissante en eau en partant de 0% de saturation (échantillons séchés à  $60^\circ\text{C}$ ) jusqu'à environ 25% de saturation. Les reprises d'eau ont été effectuées dans des cloches à 100% d'humidité relative afin de ressaturer les échantillons de manière lente et homogène. Enfin, les échantillons sont testés en compression simple afin de déterminer leur résistance  $R_c$  et leur module  $E$ .

La figure suivante montre l'évolution de la résistance en compression simple et du module d'un échantillon traité en fonction de la saturation en eau :

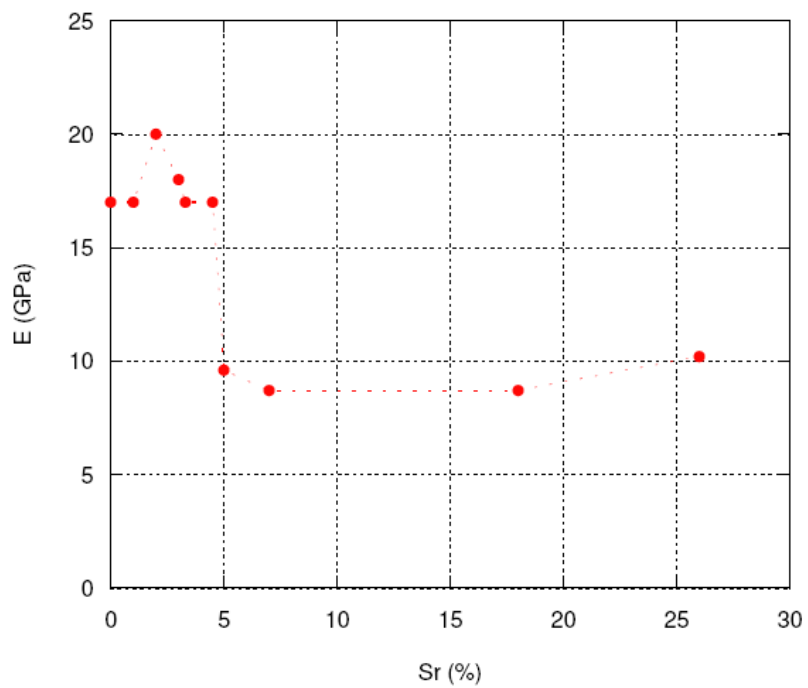
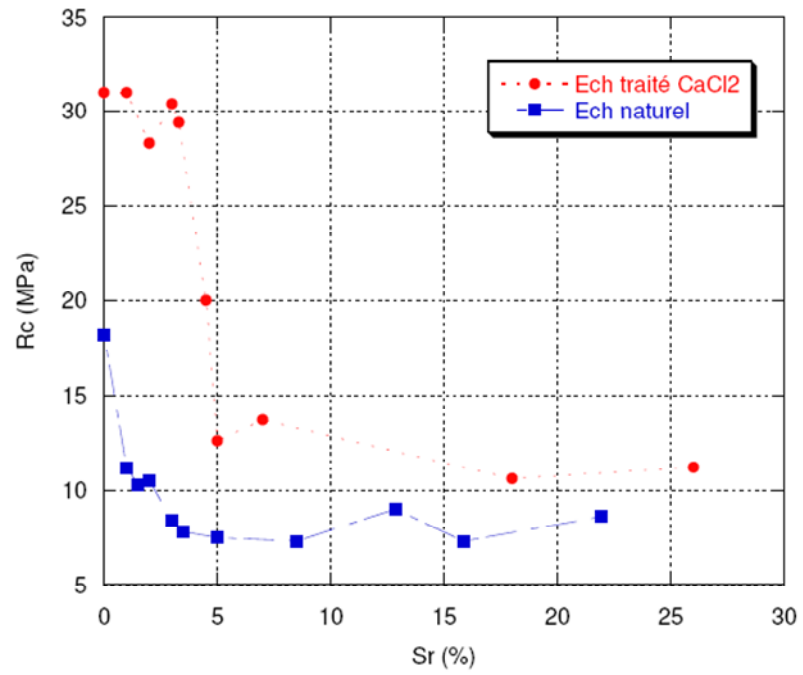


Figure 3.33 : Evolution de la résistance en compression simple et du module d'Young d'un échantillon de craie traité au  $\text{CaCl}_2$  en fonction de la saturation en eau

On constate que contrairement à un échantillon naturel pour lequel le « water weakening effect » apparaît pour une saturation de 1%, la chute de résistance et de module d'un échantillon traité se fait autour de 5% de saturation.

Alors que l'on pourrait penser que la chute de résistance due à la dissolution des cristaux de chlorure de calcium se ferait petit à petit, on constate que la chute de résistance est brutale puisqu'elle passe de 30 MPa à 3% de saturation à 12,5 MPa à 5% de saturation.

Cette diminution quasi-instantanée témoigne donc de l'apport structurel des ponts de matière formés au cœur du matériau.

### c) Rôle structurel de la cristallisation

Nous avons vu précédemment que l'efficacité du traitement était due à deux phénomènes : le comblement de la porosité et la création de ponts de matière entre les grains du matériau.

Pour savoir quel est l'effet prédominant dans l'augmentation de résistance des échantillons testés, nous pouvons déterminer quelle est la quantité de  $\text{CaCl}_2$  dissoute à 5% de saturation afin de calculer la porosité de l'échantillon à 5% de saturation.

Pour cela, considérons un échantillon de craie classique à l'état sec de dimension  $\varnothing=37\text{mm}$  et  $h=75\text{mm}$ . Son volume  $V$  sera donc de  $80,6\text{cm}^3$  pour un volume total de vides connectés de  $33,4\text{cm}^3$  (en considérant une porosité moyenne de 42%).

La craie d'Haubourdin ayant une masse volumique sèche moyenne de l'ordre de  $1,6\text{ g/cm}^3$  on en déduit la masse sèche de l'échantillon  $m = 129\text{g}$ . Nos différents essais nous ont permis de nous apercevoir que le gain de masse obtenu en moyenne suite au traitement au  $\text{CaCl}_2$  était de 4%. On peut donc estimer la masse de  $\text{CaCl}_2$  au sein de l'échantillon après traitement, qui est dans notre cas de 5,2g. Les essais précédents nous permettent de dire que la présence de cette quantité de  $\text{CaCl}_2$  dans l'échantillon provoque une diminution de la porosité de 15% environ. On estime alors la porosité de l'échantillon à **36%**.

La quantité d'eau présente dans l'échantillon à 5% de saturation peut également être calculée. En effet, la saturation étant égale au rapport entre le volume d'eau et le volume des vides, on en déduit un volume d'eau au sein de l'échantillon soit  $1,7\text{cm}^3$ .

Or, sachant que la solubilité du chlorure de calcium à  $20^\circ\text{C}$  dans l'eau est de  $745\text{g/L}$ , on en déduit que la masse maximale dissoute au sein de l'échantillon est de :

$$m_{\text{CaCl}_2 \text{ dissoute}} = 1,7 \cdot 10^{-3} \cdot 745 = 1,3\text{g}$$

Ainsi, lorsque les caractéristiques du matériau traité commencent à chuter, il reste 3,9g de  $\text{CaCl}_2$  au sein de l'échantillon. On en déduit alors la nouvelle valeur de porosité correspondante à cette quantité de chlorure de calcium soit **37%**.

On constate donc, par ce calcul, qu'entre l'état sec et une saturation à 5% la porosité est sensiblement la même alors que les performances mécaniques chutent brutalement.

Ceci met donc en évidence le rôle mécanique de cohésion entre grains apporté par le chlorure de calcium.

Bien que se basant sur un processus chimique similaire (recristallisation), on constate que les deux traitements présentés n'améliorent pas la craie de la même manière. La saturation unique au chlorure de calcium permet d'améliorer de manière plus importante les paramètres mécaniques de la roche tout en réduisant le nombre de manipulation (une seule phase de saturation). L'aspect non pérenne de ces améliorations mécaniques reste cependant un problème dans l'optique d'une utilisation de ce traitement sur des granulats destinés à des chaussées routières.

### 3.4. Notions de bio-traitement

Ce paragraphe fait suite à des recherches bibliographiques effectuées en toute fin de thèse [VAN PAASSEN]. Compte tenu des délais qui nous étaient imposés, aucune expérimentation n'a pu être menée à l'heure actuelle concernant le bio-traitement. Cependant, il nous a paru essentiel de décrire cette méthode innovante et naturelle de traitement car son application à un matériau comme la craie est susceptible de porter ses fruits. Ce paragraphe se veut une perspective pour les recherches qui pourraient être menées par la suite.

Ainsi, dans un premier temps, nous expliquerons en quoi consiste le bio-traitement puis nous présenterons des résultats obtenus par Leon A. van Paassen de l'Université de Delft aux Pays-Bas qui nous laisse penser que ce traitement est prometteur.

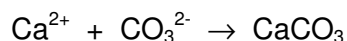
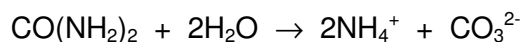
#### 3.4.1. Le traitement par MICP : « microbially induced carbonate precipitation »

Le bio-traitement désigne l'ensemble des méthodes de traitements biologiques qui utilisent les activités enzymatiques des micro-organismes pour modifier les propriétés d'un sol. Généralement, les bio-traitements sont utilisés dans le domaine de la dépollution dans le but de transformer, dégrader, fixer ou immobiliser des polluants rencontrés dans différents milieux comme les eaux usées, les sols ou encore les déchets.

Cette technologie est de plus en plus utilisée et a fait ses preuves dans des domaines plus proches de nos activités. On note ainsi dans la littérature l'utilisation de bactéries pour améliorer les performances mécaniques des mortiers [GHOSH], cicatrifier les fissures internes des bétons [JONKERS] ou encore pour restaurer des monuments historiques construits en pierres calcaires [LE METAYER].

Différentes techniques de précipitations biologiques existent mais dans notre cas, nous nous intéresserons uniquement à la précipitation de carbonates, appelée MICP, utilisée dans le but d'améliorer les propriétés mécaniques des sols.

De nombreuses réactions mettant en jeu des bactéries peuvent donner lieu à la création de carbonates mais la plus communément étudiée est l'hydrolyse de l'urée dans un environnement riche en calcium :



L'hydrolyse de l'urée ( $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$ ) est une réaction très lente et irréversible qui peut toutefois être catalysée par une enzyme, l'uréase. Différents micro-organismes possèdent cette enzyme mais la bactérie la plus souvent utilisée reste la *Sporosarcina pasteurii* qui peut accélérer la décomposition de l'urée en ions ammonium et carbonates jusqu'à  $10^{14}$  fois [VAN PAASSEN].

Dans un milieu riche en ions calcium, les ions carbonates vont alors réagir pour former du carbonate de calcium. Le  $\text{CaCO}_3$  ainsi formé peut apporter des augmentations significatives en terme de résistance si son taux de production est important. En effet, le carbonate de calcium néoformé étant généralement assez soluble, un rendement important est nécessaire afin de compenser les effets de dissolution qui sont des procédés plutôt lents. Ainsi, on considère qu'il faut au moins 60kg de précipité de  $\text{CaCO}_3$  pour améliorer  $1\text{m}^3$  de sol [WHIFFIN].

La figure suivante résume l'ensemble des réactions ayant lieu lors de la MICP, l'hydrolyse de l'urée étant celle qui déclenche le processus :

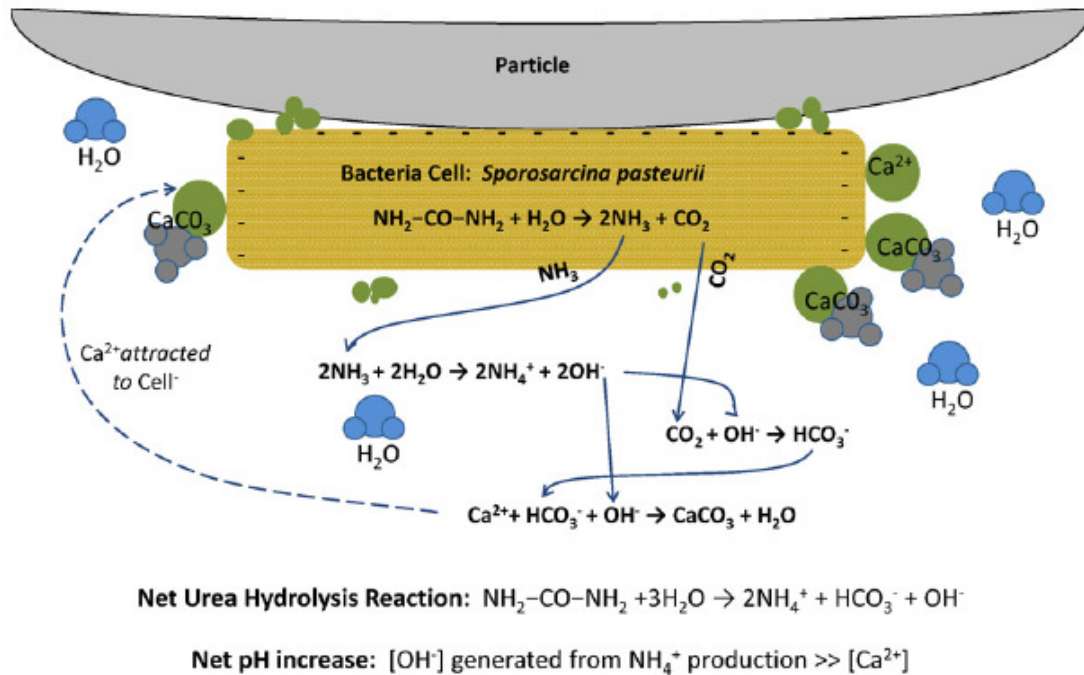


Figure 3.34 : Schéma des réactions successives lors d'une MICP [DEJONG]

Les premiers essais concernant la faisabilité de ce procédé ont été réalisés sur différents sables, le but étant de mettre en évidence l'augmentation générale de leurs caractéristiques mécaniques. Le milieu étant initialement pauvre en calcium, des solutions de  $\text{CaCl}_2$  très concentrées sont donc utilisées pour apporter les ions calcium nécessaires à la réaction. On a ainsi pu observer une réduction du volume des vides de 6 à 17%, due à la formation de calcite entre et autour des grains de sable [DEJONG]. Les observations au M.E.B suivantes témoignent de cette calcification :

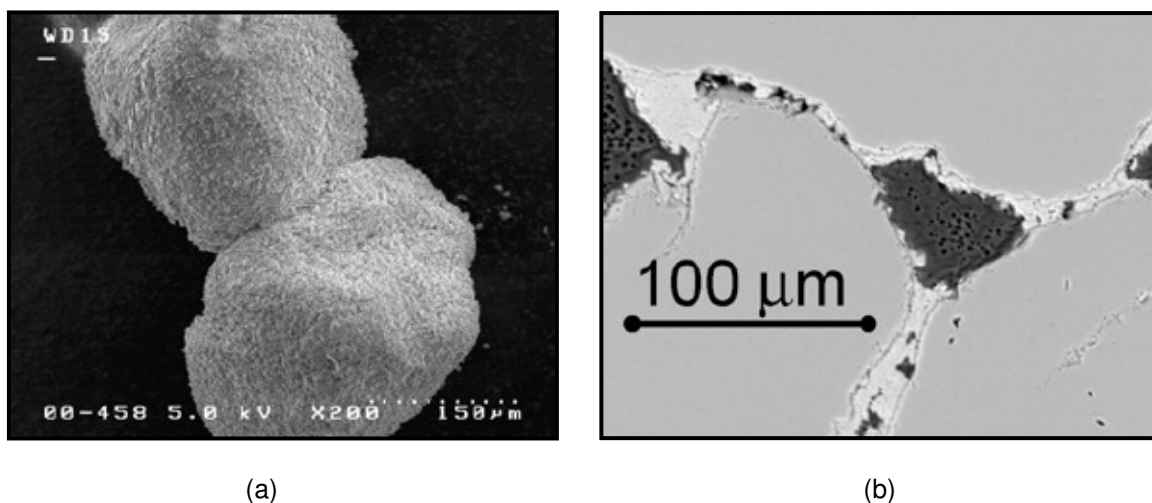


Figure 3.35 : Visualisations au M.E.B de la calcification autour des grains de sable (a) et des dépôts aux interfaces (b)



En ce qui concerne les paramètres mécaniques, une amélioration significative du module d'Young et de la résistance a également été observée avec une diminution de la perméabilité de 50%, comme nous l'indique le tableau suivant :

	$\sigma$ (kPa)	$E_{50}$ (MPa)	k (m/s)
Original sand	460	80	$2.2 * 10^{-5}$
Strengthened	2,860	270	$1.0 * 10^{-5}$

Tableau 3.5 : Influence du traitement sur la résistance, le module et la perméabilité du sable étudié [VAN MEURS]

Ce procédé innovant est donc un véritable outil pour le traitement et le renforcement de sols sableux aux vues des performances du matériau traité. Cette méthode est aujourd'hui brevetée et commercialisée sous le nom de Biogrout® par la société SmartSoils.

Après avoir défini ce qu'était la MICP et quels sont ses effets sur des sables, voyons les résultats qui ont pu être obtenus en adaptant ce procédé à une roche calcaire dans le but de renforcer des anciennes carrières souterraines.

### 3.4.2. Effets du bio-traitement sur le tuffeau maastrichtien

Pendant de nombreuses années, les formations calcaires du créacé supérieur furent exploitées via des galeries souterraines dans le Nord de la Belgique et aux Pays-Bas dans la région de Maastricht. A l'heure actuelle, certaines de ces cavités semblent sur le point de s'effondrer, ce qui causerait de nombreux dégâts en surface.

L'utilisation de la MICP dans le renforcement des ces galeries est donc une technique envisageable pour résoudre ce problème.

La roche calcaire au cœur de cette problématique est un tuffeau (ou calcarénite) qui est une sorte de craie sableuse à grains fins mais qui se différencie des craies classiques par la présence en grande quantité de foraminifères.

Les caractéristiques de cette roche sont cependant assez proches de la craie d'Haubourdin d'où notre intérêt pour cette étude :

- résistance en compression simple (à l'état saturé) : 1,5 à 4 MPa
- porosité : de 45 à 50%
- teneur en  $\text{CaCO}_3$  : > 96%

Des essais de compression simple ont ainsi pu être menés sur des échantillons de cette roche pour mettre en évidence les bénéfices du traitement par MICP.

Pour cela, 4 échantillons de diamètre 38mm et de hauteur 81mm ont été carottés dans un même bloc d'aspect homogène afin d'être étudiés. Les échantillons 2 et 4 sont les échantillons témoins, et les éprouvettes 1 et 3 ont été traitées en respectant les étapes suivantes :

- saturation à l'eau de l'échantillon sous vide
- mise en cellule triaxiale à 0,4 bar de confinement
- injection de la solution contenant les bactéries (90mL soit environ 2 fois le volume poreux de l'échantillon) qu'on laisse reposer pendant 2 heures
- injection de 75mL d'une solution de nutriments (urée + chlorure de calcium) qu'on laisse agir pendant 24 heures. Cette opération est répétée 3 fois.

A l'issue de ces étapes, de l'eau est injectée au cœur de l'échantillon afin d'éliminer tous les produits dissous pouvant rester dans la porosité du matériau puis on procède à l'essai de compression simple. Les résultats obtenus sont donnés par le tableau suivant :

Core	1	3	2	4
UCS (MPa)	4.70	3.74	2.15	2.16
E <sub>50</sub> (GPa)	1.10	1.01	0.76	0.49
v <sub>50</sub> (-)	0.07	0.08	0.16	0.12
Porosity (-)	0.49	0.50	0.53	0.54

*Tableau 3.6 :Résultats de la MICP sur les propriétés mécaniques d'un tuffeau (1 et 3 : échantillons traités ; 2 et 4 : échantillons témoins) [VAN PAASSEN]*

Ces résultats mettent ainsi en avant l'amélioration de la résistance en compression simple des échantillons, qui double à l'issue du traitement. L'augmentation du module d'Young et la diminution du coefficient de Poisson du matériau traduit également une amélioration de la rigidité de la roche. Celle-ci est notamment provoquée par la réduction de la porosité d'environ 10% et par la création de ponts de calcite entre les grains initialement présents (même si des observations M.E.B manquent pour le confirmer).

Les résultats observés sur le tuffeau maastrichtien sont donc intéressants sous deux aspects. Ils montrent d'une part que la MICP est efficace sur d'autres matériaux que le sable et d'autre part, le tuffeau ayant des caractéristiques similaires à la craie d'Haubourdin, ce traitement devient une piste crédible et prometteuse pour la valorisation de notre matériau.

A l'heure où ces lignes sont écrites, des contacts ont été pris avec différents universitaires et professionnels en France et aux Pays-Bas afin de réaliser le même type d'essais, en laboratoire, sur des éprouvettes de craie. Par la suite, si les résultats s'avèrent positifs, des essais à une échelle plus importante pourront être envisagés.

### 3.5. Conclusions

Ce chapitre a été principalement consacré à la recherche de traitements innovants susceptibles d'améliorer les caractéristiques mécaniques de la craie à l'état brut. Le but de telles investigations était d'obtenir le matériau le plus résistant possible afin de l'introduire par la suite dans une formulation routière classique de couche d'assise.

Ce travail de thèse souhaitant s'inscrire dans une démarche soucieuse des questions environnementales, nous avons privilégiés des traitements naturels (carbonatation, bio-calcification) et des traitements utilisant les déchets de certaines industries (traitement au chlorure de calcium). D'autres traitements envisagés en début de thèse n'ont ainsi pas été poursuivis à cause de leur impact négatif sur l'environnement et sur la santé (injection de résine formaldéhyde, traitement au silicate de soude...).

Les différentes investigations menées nous ont donc permis d'étudier des pistes aussi variées qu'originales avec des résultats très différents les uns des autres.

Le but de chacune de ces méthodes de traitement était de combler la porosité de la craie et de créer de véritables liaisons solides au cœur du matériau. La méthode la plus à même de répondre à cet objectif reste la saturation au chlorure de calcium qui permet de doubler les propriétés mécaniques de la craie (résistance en compression simple et module d'Young) tout en diminuant de manière importante la porosité du matériau.

D'autres pistes de comblement auraient pu être étudiées plus profondément (cristallisation de phosphates de calcium et bio-traitement) mais compte tenu de la charge expérimentale importante que représentent ces recherches préliminaires ainsi que la réalisation d'une étude de formulation de grave routière, nous avons choisi de retenir comme traitement avant formulation la saturation au chlorure de calcium.

Ce procédé sera ainsi réalisé sur les granulats, avant de les mettre en place dans une formulation de graves traitées aux liants hydrauliques. Bien que sensible à l'eau, l'efficacité du traitement au chlorure de calcium peut tout de même, selon nous, apporter un gain en terme de résistance, aux éprouvettes de matériaux routiers réalisées.

Ainsi, nous présenterons dans le prochain chapitre, une étude concernant la mise au point d'une formulation de craie traitée au liant hydraulique pour mettre en évidence l'effet d'un traitement préalable des granulats au chlorure de calcium.

## CONCLUSIONS

### Carbonatation

- L'apport de chaux au sein du matériau permet de créer du carbonate de calcium dans la porosité des échantillons par la réaction  $\text{CaO} + \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{CaCO}_3 + \text{H}_2\text{O}$ .
- L'efficacité d'un tel traitement est conditionnée par l'apport en quantité adéquate de  $\text{CO}_2$  qui permet d'augmenter d'environ 30% les performances mécanique de la craie.

### Traitement thermique

- La craie subit un écrouissage thermique de l'ordre de 30% à l'issu d'un chauffage pendant 24 heures au-delà de 105 °C, appelé « heat hardening effect ».
- Cet effet semble être « mémorisé » par la matrice crayeuse et l'effet de l'eau peut ainsi être atténué par un chauffage préliminaire du matériau.

### Traitement chimique

- La cristallisation de phosphates de calcium dans la porosité de la craie est difficilement réalisable compte tenu des nombreuses réactions mises en jeu dans un tel procédé.
- Une saturation unique au chlorure de calcium suivie d'un séchage permet de recréer des ponts solides au cœur de la craie qui réduisent la porosité de 15% et doublent la résistance et le module d'Young du matériau.
- L'effet du chlorure de calcium n'est cependant pas pérenne puisqu'une saturation de 5% en eau suffit pour faire chuter les caractéristiques mécaniques à leurs valeurs initiales.

### Bio-traitement

- La technique de bio-traitement est un procédé de calcification basé sur la réaction d'hydrolyse de l'urée, accélérée par l'utilisation de bactéries dans un milieu riche en calcium.
- Cette technique a déjà fait ces preuves dans le domaine du renforcement des sols et semble tout à fait compatible avec un matériau comme la craie.

## **4. QUATRIEME CHAPITRE :**

**Formulations de craie traitée aux liants hydrauliques**

## INTRODUCTION

Les études de traitement pour assises de chaussées effectuées en laboratoire routier nécessitent généralement un travail préliminaire très poussé allant de la caractérisation du gisement (reconnaissance géotechnique, évaluation de l'homogénéité...) jusqu'à la confection d'éprouvettes de matériau traité testées en laboratoire.

Dans notre cas, l'intérêt de ce travail est principalement de voir s'il nous est possible de combiner l'action du chlorure de calcium décrite au chapitre précédent à celle d'un liant hydraulique classique. Dans cette étude, deux types de matériaux ont été testés :

- une grave à base de craie traitée au liant hydraulique (GTLH)
- un sable à base de craie traité au ciment (STLH)

Enfin, pour compléter ces expérimentations, nous avons également étudié la possibilité de substituer de la craie dans une formulation de grave calcaire traitée au liant hydraulique.

Précisons ici que les termes « grave » et « sable » sont à comprendre au sens granulométrique. Ainsi, la GTLH est un ensemble de granulats de craie de taille comprise entre 0 et 20mm et le STLH est une poudre de craie de granulométrie 0/5mm.

Nous avons choisi d'étudier un 0/20 car c'est une fraction classique pour la réalisation de couche d'assise de chaussée [NF EN 14227-5]. L'idée est ici d'étudier la craie comme tout autre matériau usuellement utilisé en couche d'assise afin de voir l'effet éventuel du chlorure de calcium sur les performances des granulats.

Nous avons ajouté à cela l'étude d'un sable traité (0/5) qui est également une fraction granulaire fréquemment utilisée pour la réalisation de couches d'assise ([NF EN 14227-5] et [GTS 2]). La raison de l'étude d'une telle granulométrie provient du fait que la craie est, comme nous l'avons vu au chapitre 2, un matériau évolutif qui a tendance à créer de nombreuses particules fines. Ainsi, en partant d'une granulométrie plus faible, nous diminuons cet effet qui peut avoir une influence non négligeable sur la résistance du matériau final.

Enfin, la troisième piste de valorisation concerne l'emploi de la craie en substitution de la fraction sableuse dans une formulation de grave calcaire ayant déjà été étudiée au laboratoire routier Eurovia et présentant des performances mécaniques élevées. La craie sera alors utilisée pour remplacer une partie de la fraction calcaire et la nouvelle formulation sera étudiée afin de voir l'évolution des performances mécaniques suite à l'ajout de craie.

Avant de présenter les protocoles d'essais mis en place et les résultats obtenus, définissons dans un premier temps certains paramètres essentiels pour la suite de notre étude :

- les paramètres de granulométrie (principalement pour la formulation de GTLH) ;
- le choix du liant hydraulique le plus adapté à notre matériau ;
- et enfin, les paramètres de malaxage (type de malaxeur et durée des mélanges).

## 4.1. Etude des paramètres principaux

### 4.1.1. Définition de la granulométrie

Quel que soit le domaine étudié (technique routière, bâtiment ou génie civil), la granulométrie des matériaux cimentaires est un paramètre ayant une influence importante sur les performances des mélanges ([MEDDAH], [BISSCHOP], [DI MAIO], [GRASSL], [BASHEER]). Afin de définir la granulométrie qui conviendrait le mieux à notre étude de GTLH, nous avons fixé certains critères basés sur nos observations, sur les conseils de professionnels et sur les normes en cours.

#### a) Teneur en fines

Nous avons vu au chapitre 2 que sur chantier, la craie était généralement associée au phénomène de matelassage dû à la présence en trop grande quantité de fines (particules inférieures à  $80\mu\text{m}$ ). Compte tenu de la gêne occasionnée par ces particules, nous avons choisi d'en limiter la teneur à 20% après discussion avec des professionnels. Cette valeur constitue un bon équilibre entre la quantité nécessaire pour lier les particules les plus grosses entre elles et une quantité trop importante qui rendrait le mélange trop pâteux.

Le concassage direct en 0/20 faisant apparaître un taux de fines supérieur à cette valeur limite, nous avons choisi pour notre étude de GTLH, de réaliser une recombinaison granulométrique en combinant deux granulométries : un 0/5 et un 5/20 (le 0/5 sera ainsi utilisé pour l'étude de sable traité).

Pour cela, des blocs de craie ont été prélevés en carrière puis séchés quelques jours en étuve à  $60^\circ\text{C}$  au Laboratoire Routier Eurovia de Loos (59) afin d'en faciliter le concassage. A l'issue de cette phase de séchage, les blocs sont emmenés au Centre Terre et Pierre (CTP) de Tournai en Belgique afin d'être concassés suivant les deux granulométries.

Précisons que la réalisation complète de cette étude (grave traitée, sable traité et substitution), aura nécessité un peu plus de 600kg de craie prélevés sous forme de blocs et concassés ensuite.



Figure 4.1 : Photographies d'un lot de craie avant concassage (environ 100kg)

Contrairement aux blocs de grande taille prélevés pour être carottés, les blocs destinés à être concassés ont été choisis de taille plus petite afin de pouvoir entrer dans le concasseur plus facilement.

L'appareil utilisé est un concasseur à mâchoires de capacité 1 t/h et de puissance 7,5 kW avec un diamètre maximal d'entrée de matière de 200mm.

Exploitant un mode de fragmentation par compression et écrasement, l'appareil est constitué de deux mâchoires (plaques dentées) disposées face à face en forme de V (cf. figure suivante). Une plaque est fixe, l'autre mobile et animée d'un mouvement oscillant par le jeu d'un système bielle-excentrique.

La compression est produite lors du mouvement de la mâchoire mobile vers la mâchoire fixe et provoque l'éclatement des gros blocs du matériau introduit en partie supérieure du concasseur. L'éloignement de la mâchoire mobile permet alors à ceux-ci de descendre dans la machine où ils subissent encore plusieurs réductions successives de taille avant d'être déchargés à sa partie inférieure.

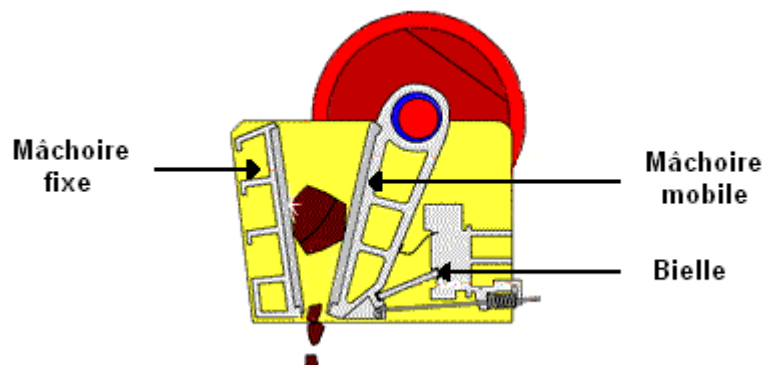


Figure 4.2 : Schématisation de la mécanique de broyage d'un concasseur à mâchoires

Ce type de concassage est celui que l'on retrouve le plus souvent sur les sites de productions de matériaux calcaires, c'est pour cela que notre choix s'est porté sur ce mode de concassage. En effet, la volonté de translater nos opérations de laboratoire à des situations de terrains réalisables à l'échelle industrielle est, dans notre travail, un souci permanent.

De plus, la craie étant un matériau à la dureté relativement faible, son concassage dans ce type d'appareil permet en un seul passage d'obtenir une granulométrie en sortie de 0/20mm, ce qui est un autre avantage de l'utilisation du broyage par compression. Les photographies suivantes présentent le concasseur de laboratoire du CTP.





*Figure 4.3 : Photographie du concasseur utilisé et vue en hauteur des mâchoires*

A l'issue du concassage des blocs, les fractions 0/5 et 5/20 sont alors séparées par tamisage (via l'utilisation d'une colonne vibrante) et conservés dans des sacs jusqu'à leur enlèvement.

Après la teneur en fines et le mode de concassage, un autre critère lié à la définition de la granulométrie est imposé par la norme NF EN 14227-5 [NF EN 14227-5]. Celle-ci concerne le fuseau de spécification de la grave étudiée.

## b) Respect du fuseau de spécification [NF EN 14227-5]

Les granulométries ou recompositions granulaires traitées au liant hydraulique routier (LHR) sont régies par la norme NF EN 14227-5.

Celle-ci spécifie entre autres les caractéristiques des constituants utilisés ainsi que les différentes classes de performances mécaniques des mélanges.

Concernant la taille des granulat, des fuseaux granulométriques sont à respecter suivant la taille du plus gros granulat. Dans notre cas, le mélange que nous souhaitons réaliser appartient à la classe 2 des mélanges traités au liant hydraulique routier (mélange 0/D avec  $D = 10, 14$  ou  $20\text{mm}$ ). Le fuseau correspondant est présenté en figure suivante, issue de la norme précitée :

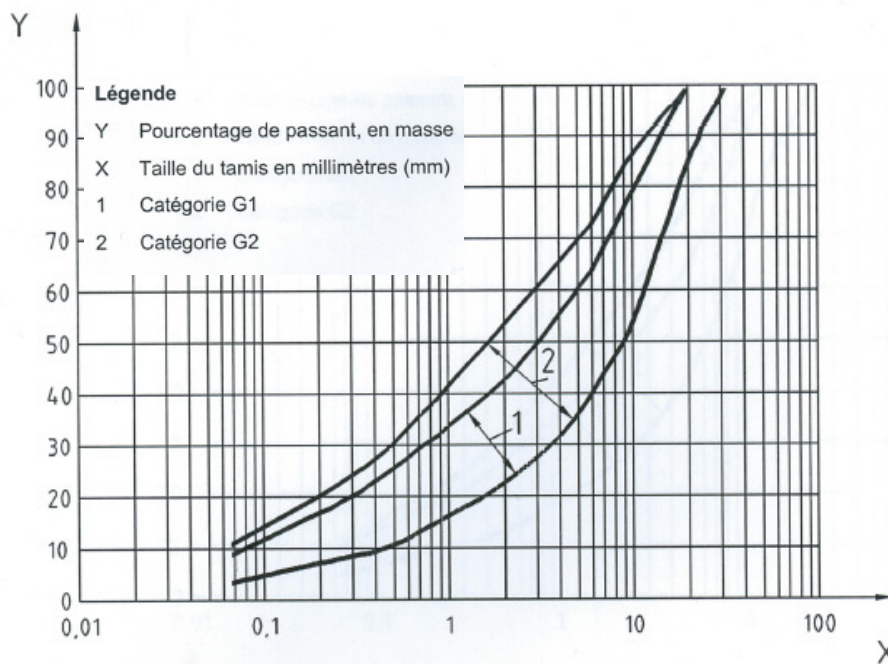


Figure 4.4 : Fuseau de spécification granulométrique pour mélange traité au LHR 2

Ainsi, la courbe granulométrique finale de notre grave devra respecter ces limites et entrer dans les catégories G1 ou G2.

## c) Compacité

La dernière caractéristique nécessaire à l'obtention d'une courbe granulométrique idéale concerne la compacité du mélange granulaire.

En effet, afin d'obtenir des éprouvettes ne contenant pas trop de vides, la proportion de chaque dimension de grains doit être choisie de manière à remplir les interstices entre les grains de diamètre supérieur. Dans le cas des bétons, on utilise généralement la méthode de Dreux-Gorisse afin de déterminer les proportions en sable et en gravier nécessaires pour obtenir une compacité maximum [DUPAIN].

Les courbes de Talbot [DURAND] sont également utilisées parfois pour caractériser un mélange optimum du point de vue de sa compacité. Ces fuseaux sont définis par la relation :

$$P(d) = (d/D)^r$$

où  $P(d)$  est le pourcentage en poids des grains dont le diamètre est inférieur à  $d$ ,  $D$  le diamètre maximum des grains du mélange et  $r$  un coefficient compris entre 0,4 et 0,6.

Dans le cas d'une recombinaison entre un 0/5 et un 5/20, on considère classiquement que la meilleure compacité est obtenue pour le dosage suivant :

- entre 20% et 40% de 0/5
- et entre 60 et 80% de 5/20

comme nous l'indique la figure suivante :

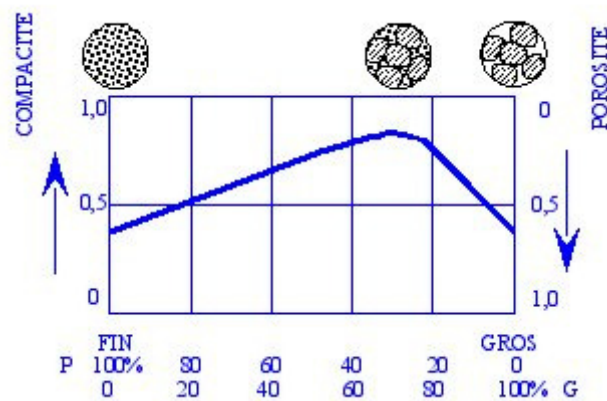


Figure 4.5 : Variation de la compacité en fonction du taux de grains fins et de grains grossiers [DELISLE]

Pour résumer, la granulométrie choisie doit répondre in fine aux critères suivants :

- posséder, après reconstitution, une teneur en fines inférieure à 20% afin de ne pas former de pâte visqueuse lors du mélange
- être incluse dans le fuseau granulométrique des mélanges traités au liant hydraulique routier de type 2
- contenir une proportion de 0/5 et de 5/20 telle que la compacité finale du mélange soit maximale.

De plus, pour obtenir les éprouvettes les plus résistantes possibles, nous avons choisi un dosage en liant fixe égal à 10% en masse du mélange. Cette valeur correspond au dosage maximum que l'on peut utiliser pour un traitement en couches d'assises. Cette quantité de liant (dont les particules sont de taille généralement inférieure à 80 $\mu$ m) sera donc à prendre en considération dans la reconstitution granulométrique.

En se basant sur les analyses granulométriques réalisées au laboratoire routier Eurovia sur le 0/5 et le 5/20 [NF EN 933-1], il nous est possible de tracer la courbe granulométrique du mélange en fonction des compositions en 0/5 et 5/20 à l'aide d'un fichier Excel. Celui-ci trace de manière instantanée la granulométrie de la reconstitution en fonction des différents dosages utilisés. Après analyse, nous avons finalement retenu la reconstitution suivante, qui s'adapte le mieux aux différents critères :

- 30% de 0/5 craie
- 60% de 5/20 craie
- 10% de liant routier

La figure suivante donne la courbe granulométrique finale du mélange ainsi que le fuseau G2 (en rouge) relatif à la norme NF EN 14227-5. Bien que cette courbe dépasse le pourcentage en fines requis par le fuseau, la quantité reste inférieure à 20%, notre limite maximale.

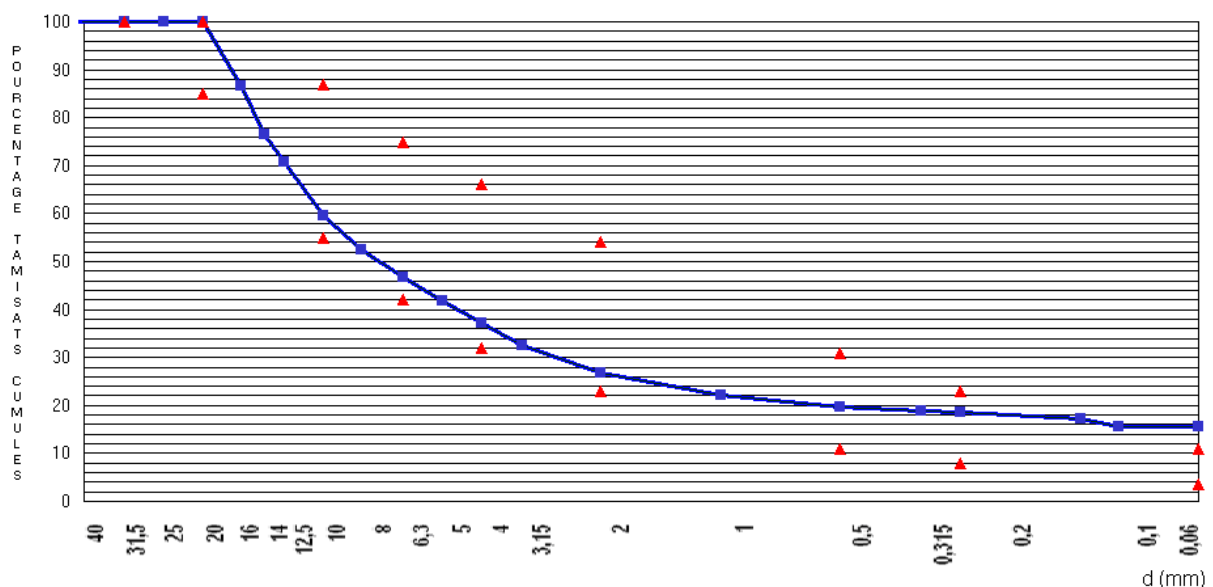


Figure 4.6 : Courbe granulométrique de la reconstitution utilisée pour l'étude de STLH

#### 4.1.2. Choix du liant hydraulique routier (LHR)

Le liant hydraulique est un élément important des graves traitées. Sa capacité à agglomérer les granulats confère au matériau une cohésion permanente dont l'importance dépend de la nature du matériau traité, du type de liant, de la quantité introduite, de la compacité atteinte lors de la mise en œuvre, de la température du milieu et enfin de l'âge du mélange.

Les LHR sont des mélanges comportant en proportions variables les éléments suivants :

- des matériaux hydrauliques faisant prise en présence d'eau (clinker, laitiers de haut-fourneau, cendres volantes sulfocalciques de charbon),
- des matériaux pouzzolaniques faisant prise en présence d'eau et de chaux (cendres volantes silico alumineuses ou fumées de silice),
- un ou plusieurs activants dont le rôle est d'élever le pH du milieu afin de déclencher la prise hydraulique des matériaux pouzzolaniques,
- des ajouts éventuels permettant d'ajuster certaines propriétés comme la cinétique de prise,
- des fillers calcaires.

Les LHR ne sont pas fondamentalement différents des ciments classiques, cependant, ils sont spécialement étudiés afin de présenter des avantages économiques et techniques pour le traitement des sols et pour la fabrication de matériaux d'assises de chaussées [GTS 2]. Ainsi, leur composition est principalement constituée de matériaux ne nécessitant pas de cuisson spécifique afin de réduire leur coût de production. De plus, avec une fabrication pouvant être gérée de manière plus souple que celle des ciments classiques, il est possible d'optimiser leur composition afin de s'adapter à un type de sol particulier ou à des conditions particulières (contraintes de chantier, conditions climatiques...).

La norme régissant leurs spécifications, leurs critères de conformité et leur dénomination est la norme NF EN 13282 [NF EN 13282].

Avec l'utilisation des LHR, on cherche principalement à améliorer le comportement à moyen terme et à long terme des mélanges.

Ainsi, en s'hydratant, les LHR vont donner naissance à des espèces insolubles et résistantes qui vont lier les grains de matériau. On considère généralement que la prise hydraulique se développe en 3 étapes dont la durée dépend de la nature du liant et de la température du mélange :

##### 1. Le démarrage de la prise

Il est lié au temps nécessaire pour la mise en solution et la précipitation des hydrates du liant. La durée de cette étape varie entre 2 et 24 (voire 48) heures après la réalisation du mélange.

##### 2. La prise

Elle est provoquée par le développement de la précipitation qui rigidifie le mélange. Elle s'étend de quelques jours pour les liants à forte teneur en clinker à quelques semaines pour les liants à prise lente.

### 3. Le durcissement

Une fois la prise terminée, on observe une augmentation des résistances mécaniques du mélange : c'est la phase de durcissement. Sa durée varie entre quelques semaines et plusieurs mois suivant le type de liant.

Ainsi, il est donc nécessaire de bien maîtriser les actions des LHR sur le matériau à traiter en choisissant le produit le mieux adapté. Pour cela, deux critères sont généralement retenus :

- un critère technique qui permet de choisir le liant le plus adapté au matériau à traiter
- un critère géographique et économique afin de diminuer les coûts de transport très importants dans le budget global d'un chantier.

Concernant le critère technique, l'expérience des cimentiers et des maîtres d'œuvre est généralement le meilleur outil dont on dispose.

Ainsi, des études menées dans le cadre de la réalisation d'une couche de forme en craie traitée dans la Marne, ont mis en évidence l'intérêt de l'utilisation d'un liant hydraulique constitué principalement de laitier de hauts-fourneaux pour traiter ce type de matériau [VECOVEN]. Les craies comme la plupart des matériaux calcaires semblent en effet présenter une bonne affinité avec ce type de liants activés par un excès de sulfate.

Concernant le critère géographique à présent, les LHR les plus utilisés dans la région Nord Pas de Calais sont les liants produits par la société HOLCIM qui dispose notamment de sites de production non loin de Lille.

En prenant en compte ces considérations, nous avons finalement choisi d'utiliser un liant hydraulique à forte teneur en laitier : le ROC SC fabriqué par la société HOLCIM. Ce liant est constitué d'environ 85% de laitier et de moins de 2% de clinker.

Comme nous l'avons vu précédemment dans la description de la granulométrie du mélange, son dosage sera de 10% dans la composition de la grave afin d'obtenir les éprouvettes les plus résistantes possibles (le dosage moyen généralement utilisé pour des granulats calcaires étant situé autour de 5%).

#### 4.1.3.Choix du malaxeur

Pour les traitements en place ou en centrale, le malaxage est une étape primordiale qui nécessite l'utilisation d'un matériel adapté au type de granulats traités.

Comme pour le traitement en centrale, le malaxage lors d'études en laboratoire est effectué par un malaxeur à poste fixe. La qualité du mélange dépend alors de la vitesse linéaire des outils, de leur forme, de leur nombre, de leur disposition, de leur usure ainsi que du volume total de matériau que peut contenir la chambre de malaxage. [GTS 2]

Comme pour la phase de concassage, le malaxage peut avoir un impact sur la granulométrie du matériau à traiter en fonction du type de malaxeur retenu. Dans notre étude, nous avons le choix entre deux malaxeurs présentés en figure suivante :

- un malaxeur à pale de type « batteur » (Dito Sama BMX 40) à vitesses variables
- et un malaxeur de type « cutter » (Hobart 8185) à vitesse unique.



(a)



(b)

Figure 4.7 : Photographies des malaxeurs : « batteur » (a) et « cutter » (b)

Afin d'observer l'influence du malaxage sur la production de particules fines, nous avons réalisé deux essais qui consistent à étudier l'évolution de la granulométrie du 0/20 recomposé. Pour cela, 4kg de la reconstitution sont malaxés à sec pendant 3 minutes à l'issue desquelles une analyse granulométrique est effectuée [NF EN 933-1].

Le temps de malaxage de 3 minutes est celui qui sera utilisé lors de la réalisation du mélange destiné à la confection des éprouvettes.

La courbe suivante présente l'évolution de la granulométrie initiale de la reconstitution après malaxage au « batteur » (vert) et au « cutter » (rose) :

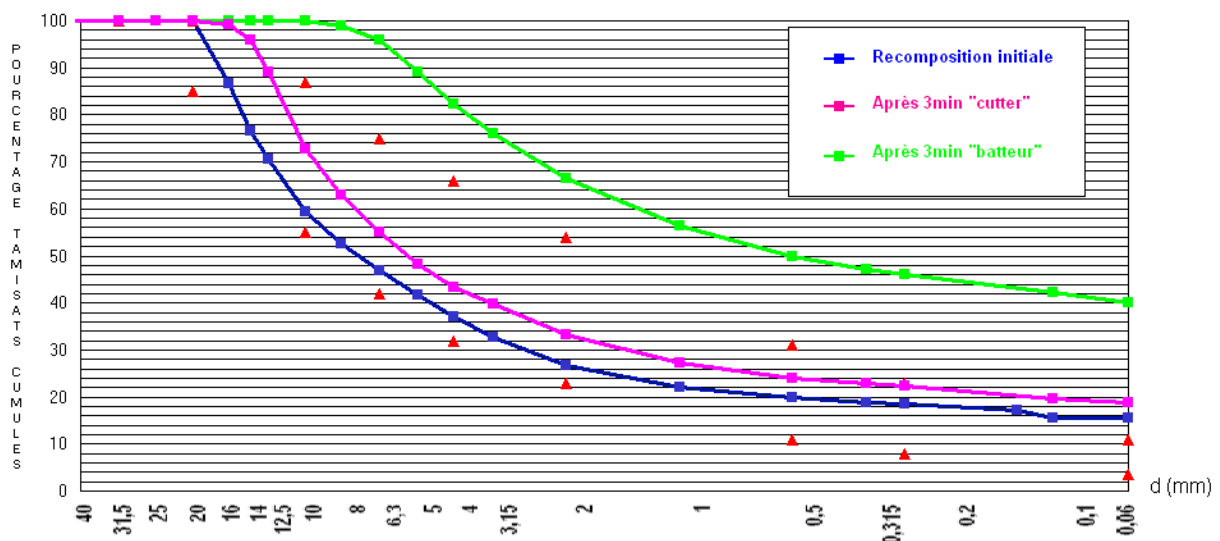


Figure 4.8 : Evolution de la granulométrie en fonction du type de malaxeur utilisé (en rouge le fuseau granulométrique relatif à la norme NF EN 14227-5)

Ces courbes granulométriques montrent, comme nous l'avons expliqué précédemment, que le type de malaxage a une influence importante sur la granulométrie du mélange. On constate ainsi que le malaxage au « batteur » a tendance à broyer les granulats les plus gros, ce qui crée plus de particules fines (environ 40% de la granulométrie en fin de malaxage). Le 0/20 initial devient à l'issue des 3 minutes de mélange un 0/10 à fortes teneur en fines.

En ce qui concerne le malaxage au « cutter », on remarque premièrement que la courbe granulométrique finale reste très proche de la granulométrie initiale avec un léger décalage vers le haut, synonyme de diminution légère de la taille des grains de manière proportionnelle. On constate en effet que les granulats initialement présents restent à peu près dans les mêmes quantités malgré une légère augmentation du taux de fines (celui-ci restant cependant inférieur à 20%). Les grains les plus gros du mélange sont quant à eux toujours présents même si les grains supérieurs à 16mm sont en faible quantité.

Enfin, on remarquera que contrairement au « batteur », le « cutter » permet de conserver la granulométrie dans le fuseau de spécification de la norme NF EN 14227-5 relative aux mélanges traités au LHR.

Finalement, le malaxage retenu pour la réalisation du mélange sera un malaxage au « cutter » d'une durée de 3 minutes (temps nécessaire pour obtenir une bonne mouture et une bonne imprégnation des granulats par l'eau et le liant).

En conclusion, nous venons de définir 3 des principaux paramètres nécessaires à notre étude de grave traitée : la granulométrie, le type de liant et le mode de malaxage. Ces caractéristiques liées à la réalisation des mélanges seront systématiquement les mêmes afin de mettre en évidence uniquement l'effet du chlorure de calcium sur nos éprouvettes.

Voyons donc, à présent, le protocole et les résultats de l'étude concernant l'utilisation de la craie d'Haubourdin en grave traitée au liant hydraulique (GTLH).



## 4.2. Formulation en grave traitée au liant hydraulique (GTLH)

### 4.2.1. Détermination des paramètres de densification

Lors d'une étude de formulation de matériau routier (grave traitée ou non traitée), d'autres critères essentiels s'ajoutent aux paramètres étudiés précédemment : ce sont les paramètres de densification, au nombre de trois :

- les paramètres Proctor (densité sèche et teneur en eau optimum),
- l'indice portant immédiat (IPI),
- et le taux de compactage.

Ces paramètres sont primordiaux car ils ont une influence importante sur les performances finales du matériau. En effet, pour chaque matériau et pour un mode de compactage déterminé, il existe une seule teneur en eau correspondant à la densité maximale.

Dans le cas des graves traitées, un manque d'eau au sein du matériau implique une mauvaise lubrification entre les grains et une hydratation incomplète du liant. A l'inverse, un excès d'eau entraîne un arrangement des grains non optimal, l'eau prenant la place des vides et absorbant en partie l'énergie de compactage.

De plus, comme nous l'avons vu précédemment, l'action des LHR n'est pas instantanée. Il est donc nécessaire d'étudier la stabilité immédiate de la couche après compactage, donnée par la valeur de l'IPI.

#### a) Les paramètres Proctor

Comme nous venons de le dire, les paramètres Proctor correspondent à la densité sèche et la teneur en eau optimales du mélange suivant une énergie de compactage bien précise.

Né des travaux de l'ingénieur américain Ralph Proctor en 1930, cet essai se divise en deux classes : les essais Proctor normaux et les essais Proctor modifiés, la différence principale se situant au niveau de l'énergie de compactage utilisée. Dans le cas d'une étude en assise de chaussée, on se sert de l'essai Proctor modifié, l'énergie de compactage généralement utilisée lors de la réalisation de telle couche étant d'importante intensité.

Le protocole de cet essai, défini par la norme NF P 94 093 [NF P 94 093], est le suivant :

- Un moule en acier, appelé moule CBR, est dans un premier temps solidarifié. Celui-ci est constitué d'une partie périphérique, d'une embase, d'une réhausse et d'un disque d'espacement placé dans le fond du moule (cf. figure 4.9.a).
- Le matériau étudié ayant été préalablement malaxé à la teneur en eau désirée ( $w$ ) et conservé pendant 15 minutes dans un sac hermétique, on l'introduit dans le moule en 5 fois. Après chaque introduction, on procède à un compactage de la couche avec une dame calibrée appelée dame Proctor modifiée dont la hauteur de chute est définie par la norme. Le compactage se fait en 56 coups par couche suivant un schéma particulier : 6 coups tangents à la périphérie et un coup au centre (cf. figure 4.9.b). Ce schéma est donc répété 8 fois par couche.
- A l'issue du compactage, la réhausse est retirée et la surface du moule arasée. Connaissant sa masse et son volume (dimensions normalisées : diamètre 152mm et hauteur 126,6mm), on peut déterminer la masse volumique humide du matériau compacté. La teneur en eau réelle du matériau est déterminée suite à un étuvage à 105°C pendant 24h ce qui nous permet d'obtenir la masse volumique sèche du matériau. On peut alors tracer la courbe  $\rho_s = f(w)$  et déterminer son maximum.

Les valeurs maximales de masse volumique sèche et de teneur en eau sont appelées optima Proctor modifié (OPM). On parlera ainsi de  $\rho_{sOPM}$  et de  $w_{OPM}$  pour désigner la densité sèche optimum Proctor modifié et la teneur en eau optimum Proctor modifié.

Les figures suivantes présentent le matériel utilisé (a), le schéma de compactage des couches (b), la machine automatisée de réalisation d'essais Proctor du laboratoire routier Eurovia (c) et l'arasage final du moule (d).

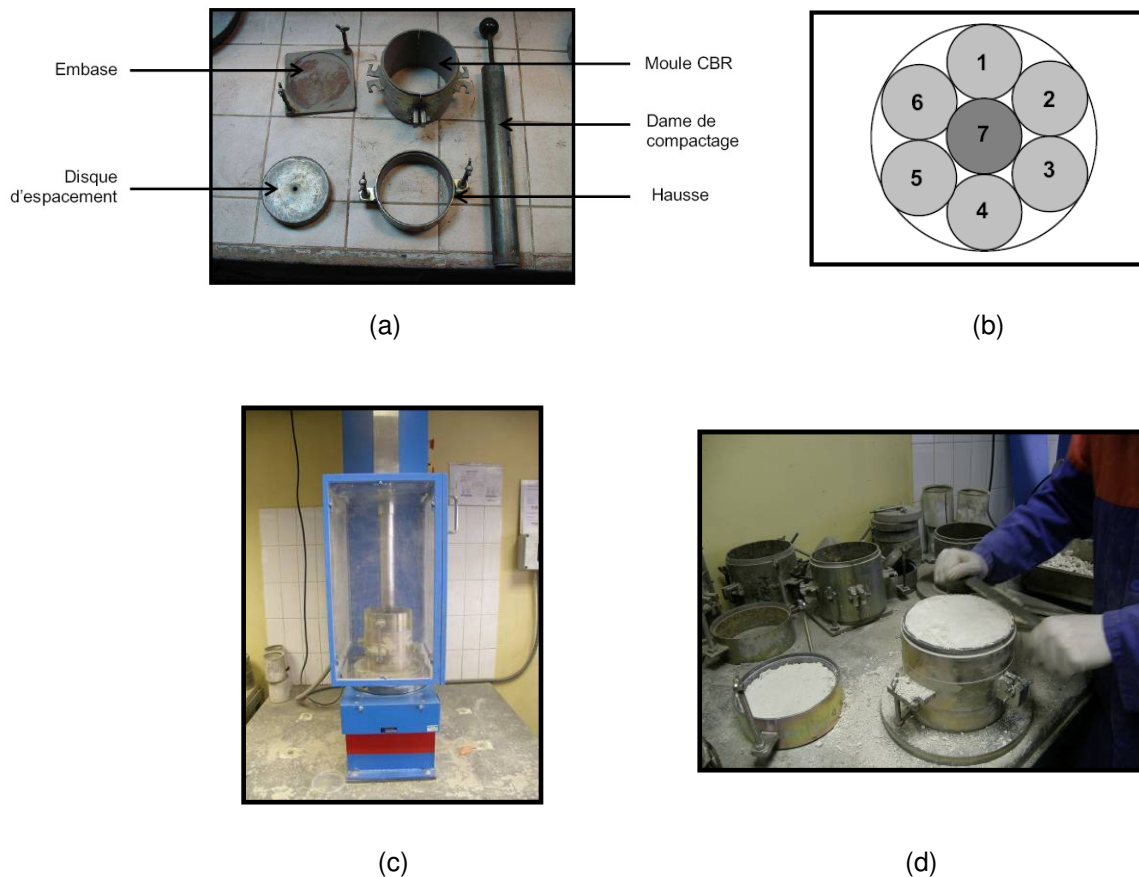


Figure 4.9 : Matériel et schéma de principe du compactage par essai Proctor modifié

Il est intéressant de remarquer que la forte énergie de compactage utilisée lors de cet essai a une influence sur la granulométrie du matériau étudié. En effet, les 280 chutes de la dame sur le matériau ont tendance à créer des fines et à diminuer le diamètre maximal de la granulométrie. Cela a notamment été mis en évidence via l'étude de l'évolution de la granulométrie d'un sable argileux suite à des compactages dynamiques [ESTEOULE].

b) L'indice portant immédiat (IPI)

Comme son nom l'indique, l'IPI permet de déterminer la portance immédiate de la couche étudiée afin de nous assurer de sa traficabilité.

La détermination de ce paramètre se fait par un essai de poinçonnement avec un piston de 19,3 cm<sup>2</sup> de section enfoncé à la vitesse constante de 1,27 mm/min conformément à la norme NF P94 078 [NF P94 078]. Par convention, l'IPI est la plus grande des deux valeurs suivantes :

$$A = (\text{Effort de pénétration à 2,5mm d'enfoncement en kN}) * 100 / 13,35$$

et

$$B = (\text{Effort de pénétration à 5mm d'enfoncement en kN}) * 100 / 19,93$$

Les valeurs de 13,35kN et 19,93kN sont respectivement les forces provoquant l'enfoncement du piston de 2,5mm et 5mm sur un matériau conventionnel de référence non précisé par la norme.

Cet indice s'exprime sans unité et est d'autant plus élevé que le sol est portant. Notons tout de même que cette valeur n'a de sens que si elle est accompagnée des caractéristiques d'état du matériau étudié (masse volumique à l'état sec et teneur en eau).

L'essai de poinçonnement est effectué directement après l'essai Proctor. Pour préparer l'échantillon à tester, on retourne le moule CBR, on retire le disque d'espacement afin d'obtenir une surface plane et on replace l'ensemble sur l'embase.

Le poinçonnement est alors effectué sur une presse mécanique Proviteq (cf. figure suivante) de capacité maximale 250kN à acquisition informatique située au laboratoire routier Eurovia de Loos.

Le piston est directement monté sur la presse et relié à un capteur de force de 50kN. L'essai est alors piloté via un logiciel spécifique pré-paramétré selon la norme NF P94 078 [NF P94 078], ce qui permet d'obtenir les valeurs de A, B et de l'IPI. L'enfoncement (égal au déplacement de la traverse) est mesuré grâce à un encodeur numérique de résolution inférieure à 0,5µm.



Figure 4.10 : Photographie du dispositif expérimental de détermination de l'IPI

### c) Le taux de compactage

Le taux de compactage des éprouvettes est donné par le guide technique du traitement des sols à la chaux et/ou aux liants hydrauliques de septembre 2007. Ce guide, qui concerne les couches d'assises, prévoit deux cas afin de prendre en compte les difficultés de compactage des couches de fortes épaisseurs : les couches d'épaisseur inférieure à 30cm et les couches d'épaisseur supérieure à 30cm.

Dans notre cas, nous estimons qu'en cas d'utilisation de la craie en assise, celle-ci se fera sous la forme d'une couche totale d'épaisseur inférieure à 30cm. Aussi, il est préconisé de compacter les éprouvettes à tester à 97% de la masse volumique sèche OPM. Nous verrons par la suite comment cette condition s'exprime lors de leur confection.

## 4.2.2. Réalisation du traitement et influence sur les paramètres de densification

Avant d'explicitier le mode opératoire des mélanges effectués et du traitement des granulats au chlorure de calcium, il est nécessaire de définir les différentes séries d'éprouvettes que nous avons voulu tester.

### a) Définitions des séries d'éprouvettes étudiées

Dans le cas de la formulation en grave traitée au LHR, nous nous sommes intéressés à l'étude de 4 séries d'éprouvettes :

- **Série G1** ou **Série Témoin** : les éprouvettes seront réalisées avec le 0/20, le ROC SC et une eau de gâchage classique.
- **Série G2** : les éprouvettes seront réalisées avec le 0/20, le ROC SC mais du chlorure de calcium sera dissout à hauteur de 200g/L dans l'eau de gâchage utilisée pour le mélange.
- **Série G3** : les éprouvettes seront réalisées avec le 0/20 préalablement traité au chlorure de calcium (trempé + séchage), le ROC SC et une eau de gâchage classique.
- **Série G4** : les éprouvettes seront réalisées avec le 0/20 préalablement traité au chlorure de calcium (trempé + séchage), le ROC SC et une eau de gâchage dans laquelle nous aurons dissout du chlorure de calcium à hauteur de 200g/L.

L'intérêt de ces cas de figure est de mettre en évidence les éventuels effets du chlorure de calcium qui ont été constatés sur la craie brute. En effet, en introduisant le  $\text{CaCl}_2$  uniquement dans l'eau d'hydratation, on s'attend à ce que celui-ci pénètre au cœur des granulats et cristallise lors de la prise par augmentation de la température du mélange (séries G2 et G4).

Le prétraitement au  $\text{CaCl}_2$  effectué sur les granulats avant de réaliser le mélange nous permettra quant à lui d'observer si les améliorations mécaniques obtenues sur la craie brute se retrouvent à l'échelle des éprouvettes de grave traitée (séries G3 et G4). Voyons donc à présent comment le traitement au  $\text{CaCl}_2$  est mis en place à l'échelle du travail expérimental en laboratoire.

## b) Réalisation du traitement au $\text{CaCl}_2$

Pour réaliser le traitement de la craie au chlorure de calcium, deux possibilités étaient envisageables : le traitement direct des blocs de craie avant leur concassage ou la réalisation du traitement après réduction des blocs en 0/20.

Comme nous l'avons écrit plus haut, le traitement au  $\text{CaCl}_2$  est constitué de deux phases : un trempage et un séchage. Aussi, afin de garantir une saturation complète de la craie, nous avons choisi de procéder à son concassage avant la réalisation du traitement. Ceci permet d'être sûr que le chlorure de calcium en solution a pénétré au cœur des granulats, ce qui est moins certain avec des blocs de dimensions plus grandes.

La méthode de traitement se décompose de la manière suivante :

- mise en place des granulats crayeux dans des bacs en inox et saturation par une solution de chlorure de calcium à 200g/L pendant 5 jours,
- puis, séchage du matériau en étuve à 130°C pendant 3 jours.

La durée des phases de saturation et de séchage et la concentration en chlorure de calcium ont été inspirées de nos constatations réalisées sur le matériau brut (cf. chapitre précédent).

La température d'étuvage qui devait initialement être de 105°C a été amenée à 130°C afin d'accélérer l'évaporation de l'eau. L'éventuel effet de la température (par « heat hardening effect ») dû aux 25°C de différence, est donc cumulé à l'effet du  $\text{CaCl}_2$  dans un souci d'améliorer les performances mécaniques des granulats.

La figure suivante présente la phase de saturation réalisée au laboratoire routier Eurovia :



Figure 4.11 : Préparation de la solution de chlorure de calcium et saturation des granulats

A l'issue de ces opérations, les granulats traités se présentent sous forme d'amas compacts et bien soudés comme le montre les photographies suivantes :



(a)



(b)

Figure 4.12 : Photographies du 0/20 crayeux après traitement au  $\text{CaCl}_2$

On constate donc que le traitement au  $\text{CaCl}_2$  présente deux inconvénients majeurs :

- il modifie de manière irréversible la granulométrie du matériau à étudier par agglutination des particules les plus fines,
- et il classe les grains par décantation, le matériau final n'est alors plus homogène.

En pratique, on ne peut quasiment pas s'opposer à ces deux phénomènes. La décantation pourrait éventuellement être évitée par une agitation des bacs mais un tel système est difficile à mettre en œuvre et à contrôler de manière rigoureuse.

Ne pouvant pas renvoyer les blocs pour un concassage en 0/20 pour des questions d'organisation expérimentale et de planning, la technique que nous avons alors utilisée consiste en un broyage grossier des éléments les plus gros au marteau puis à un tamisage sur un tamis d'ouverture 20mm. Ceci afin de rester dans la gamme de diamètres de granulats initialement choisie (0/20).

Conscients que cette méthode perturbe la granulométrie du matériau à tester, nous avons tout de même poursuivi notre démarche expérimentale afin d'obtenir des résultats même si ces derniers seront à apprécier différemment compte tenu de cette évolution granulométrique.

Avant d'expliquer la confection des éprouvettes, précisons les résultats obtenus sur le matériau (naturel et traité) lors des essais Proctor et IPI.

### c) Résultats des essais Proctor modifié et mesure des IPI

La courbe suivante est le résultat de l'essai Proctor modifié et de la mesure d'IPI réalisée sur le 0/20 à l'état naturel avec un dosage de 10% en ROC SC.

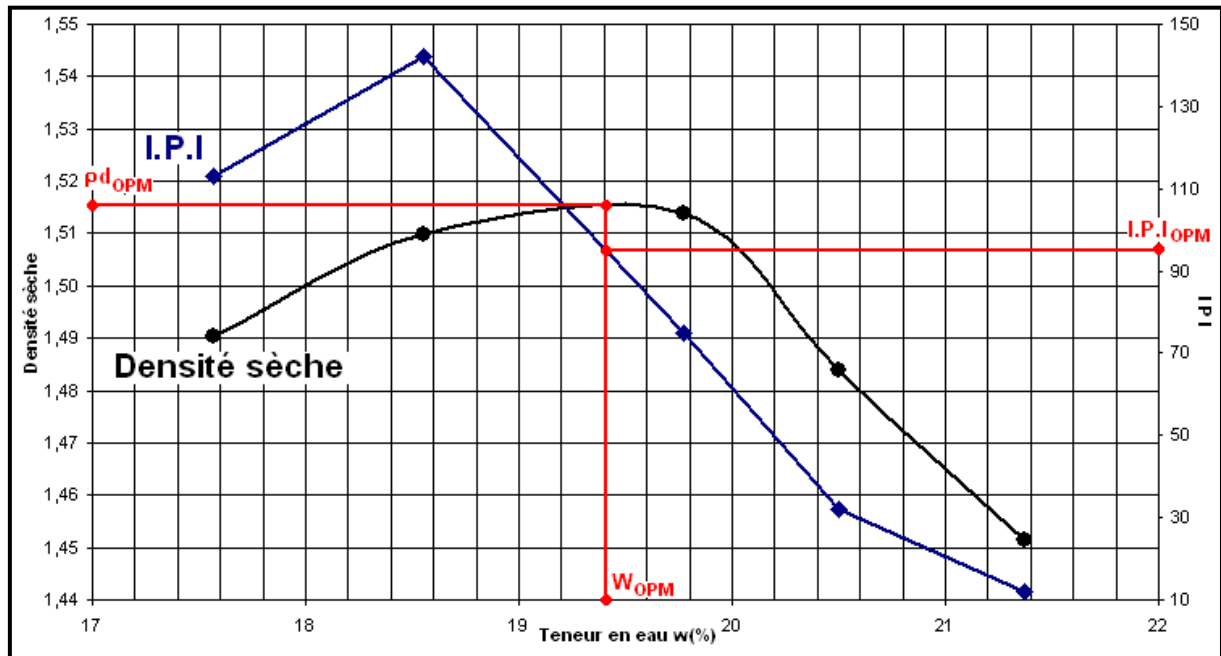


Figure 4.13 : Courbes Proctor et d'I.P.I du 0/20 naturel

Ces essais sont en règle générale réalisés sur 5 points (5 teneurs en eau) autour de la teneur en eau optimum. Celle-ci est généralement connue par expérience et l'essai permet de retrouver la valeur exacte d'optimum.

Pour le 0/20 naturel, on obtient les résultats suivants :

- $W_{OPM} = 19,4 \%$
- $\rho_{d_{OPM}} = 1,52$
- $I.P.I._{OPM} = 95$

Ces résultats sont très proches de ceux obtenus classiquement sur de la craie. Concernant la valeur de l'I.P.I., celle-ci témoigne d'une portance relativement élevée et supérieure aux spécifications du GTS 2 et de la norme NF EN 14227-5 qui préconise un I.P.I. supérieur à 50.

On remarquera également que la courbe Proctor du 0/20 naturel est incurvée ce qui est une des caractéristiques des matériaux contenant une grande quantité de fines (pour des graves contenant peu de fines, la courbe est généralement plus aplatie). Cette observation rejoint notre remarque précédente concernant l'évolution de la granulométrie en cours d'essai Proctor.



La courbe suivante présente les résultats obtenus sur le 0/20 traité (après concassage au marteau et tamisage) avec un dosage de 10% en ROC SC.

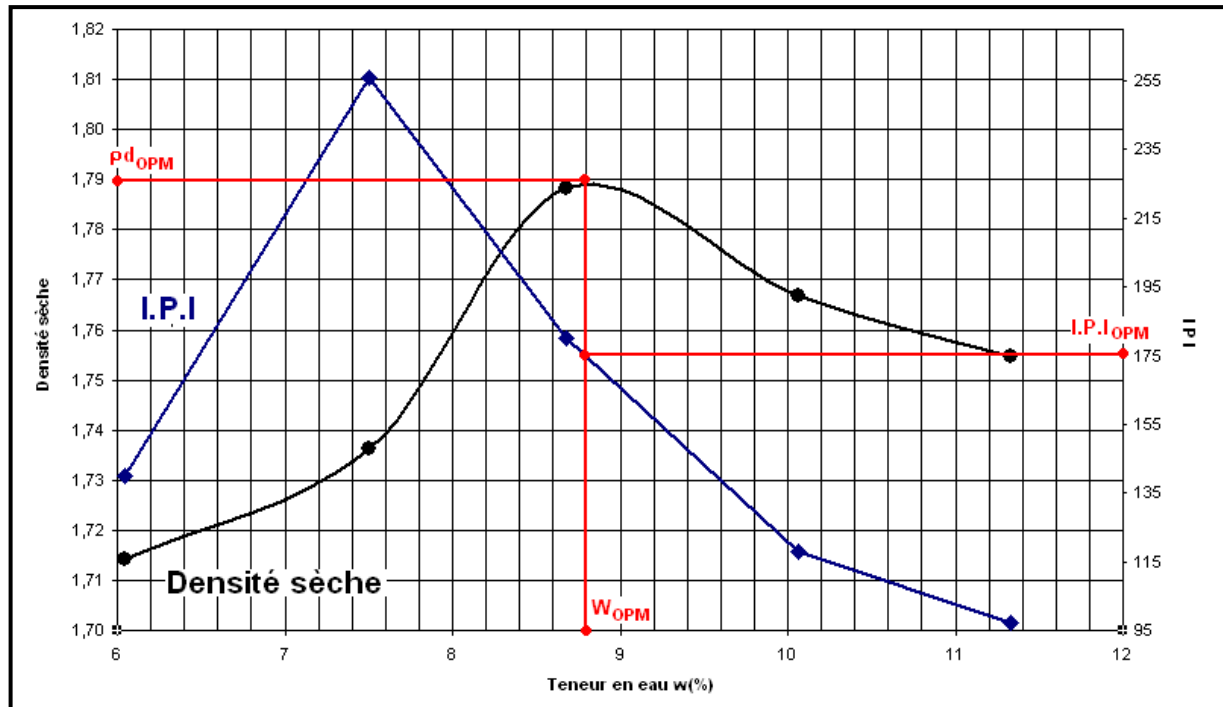


Figure 4.14 : Courbes Proctor et d'I.P.I du 0/20 traité

On obtient les résultats suivants :

- $W_{OPM} = 8,8 \%$
- $\rho_{dOPM} = 1,79$
- $I.P.I._{OPM} = 175$

Par comparaison à la craie naturelle, la craie traitée au chlorure de calcium est moins avide d'eau comme en témoigne la teneur en eau optimum de 8,8%. Cette diminution importante est, selon nous, liée à la réduction de la porosité des granulats.

On constate également que la densité sèche du matériau traité est un peu plus élevée que pour la craie naturelle, ceci étant dû à la présence de chlorure de calcium recristallisé dont la densité sèche est de 2,15. Sa présence en grande quantité dans le matériau traité joue donc un rôle sur la masse volumique du produit final.

Enfin, on remarquera que comme pour la craie naturelle, la courbe Proctor obtenue est fortement incurvée ce qui témoigne de la création de nombreuses particules fines en cours d'essai.

La valeur d'I.P.I, quant à elle, est très largement supérieure aux spécifications du GTS 2 et de la norme NF EN 14227-5 qui préconise un I.P.I supérieur à 50.

Une fois les paramètres de densification optimum des deux types de matériau (naturel et traité) déterminés, la confection des éprouvettes peut être réalisée.



### 4.2.3. Confection des éprouvettes et essais mécaniques

#### a) Confection

La phase de confection des éprouvettes est une étape importante dans l'étude en laboratoire d'une formulation de grave traitée. Il convient donc de bien évaluer en amont le type d'éprouvettes à confectionner ainsi que leur nombre afin de pouvoir déterminer de façon précise les quantités de matériaux à utiliser.

Le critère déterminant dans le choix des dimensions des éprouvettes est celui de la taille du plus gros granulats du mélange, ici  $D_{max} = 20\text{mm}$ . Afin de faciliter la manipulation des éprouvettes lors de leur confection et lors des essais mécaniques, nous avons opté pour la réalisation d'éprouvettes cylindriques de diamètre 10cm et d'élançement 1 (en règle générale, on confectionne des éprouvettes de diamètre 16cm et de hauteur 32cm en forme de « diabolos »).

Afin d'évaluer la quantité de matériau nécessaire à notre protocole expérimental, il nous a fallu définir le nombre d'éprouvettes à confectionner par série. Celui-ci se décompose de la manière suivante :

- 3 éprouvettes pour essai de traction indirecte à 28 jours,
- 3 éprouvettes pour essai de traction indirecte à 60 jours,
- et 4 éprouvettes pour d'éventuels essais complémentaires (gel-dégel...) à 28 ou 60 jours.

De plus, le retour d'expérience des chantiers de graves traitées a montré qu'en règle générale, on obtenait une meilleure efficacité du traitement au LHR avec une teneur en eau égale à  $W_{OPM} + 2$ . Il nous a donc semblé intéressant de valider ces observations via notre protocole expérimental en étudiant pour chaque série, deux cas de figures : celui d'un mélange réalisé à  $W_{OPM}$  et celui d'un mélange réalisé à  $W_{OPM} + 2$ .

Ainsi, chaque série est constituée d'un total de 20 éprouvettes cylindriques  $\varnothing 10 \times h 10\text{cm}$ , comme le résume le tableau suivant :

Série	Traitement au $\text{CaCl}_2$		Nombre d'éprouvettes	
	Granulats	Eau	$W_{OPM}$	$W_{OPM}+2$
G1 - Témoin	Non	Non	10	10
G2	Non	Oui	10	10
G3	Oui	Non	10	10
G4	Oui	Oui	10	10

Tableau 4.1 : Tableau récapitulatif du type de traitement et du nombre d'éprouvettes pour chaque série

Au total, 80 éprouvettes seront donc réalisées pour observer les effets éventuels du chlorure de calcium sur la craie en grave traitée au LHR.

Avant de voir la méthodologie de confection des éprouvettes, il convient d'expliquer les étapes que nous avons suivies pour réaliser les mélanges. Pour cela, nous avons procédé de la manière suivante :

1. Préparation des quantités de 0/20, LHR et eau nécessaires
2. Mélange du 0/20 et du LHR à la truelle dans le bol du malaxeur pour homogénéiser le tout
3. Mise en place du produit dans le « cutter » et démarrage du malaxage à sec
4. Après 30 secondes de malaxage à sec, introduction de l'eau de manière lente et continue
5. Après 3 minutes de malaxage, arrêt du « cutter » et mise en place du mélange dans un sac hermétique fermé pendant 30 minutes.

Les photographies suivantes illustrent les étapes 1, 2, 3 et 4.



(1)



(2)



(3)



(4)

Figure 4.15 : Photographies des étapes de réalisation des mélanges dans un ordre chronologique

Cette procédure respecte la norme NF P98-230-3 [NF P98 230-3] concernant la préparation des mélanges traités aux LHR. Cependant, nous y avons ajouté un temps de repos de 30 minutes en sac hermétique comme c'est le cas lors de la réalisation de l'essai Proctor. A l'issue de ce temps d'attente permettant d'homogénéiser le mélange d'un point de vue hydrique, la confection peut être réalisée.

Compte tenu de la dimension des éprouvettes, la confection se fait par compression statique double effet afin d'obtenir le compactage le plus homogène possible. Dans le cas des éprouvettes « diabolos » d'élançement 2 dont nous avons parlé plus haut, la confection se fait par vibro-compression mais cette méthode s'avère trop violente pour un matériau comme la craie.

La confection par compression statique est régie par la norme NF EN 13286-53 [NF EN 13286-53] et nécessite l'utilisation du matériel suivant : un corps de moule, deux pistons ainsi que 3 paires de cales d'espacement amovibles. Pour le démoulage, seul un contre-piston est nécessaire.

La figure suivante présente un schéma du moule utilisé ainsi qu'une photographie de l'ensemble avec la présence des cales d'espacement.

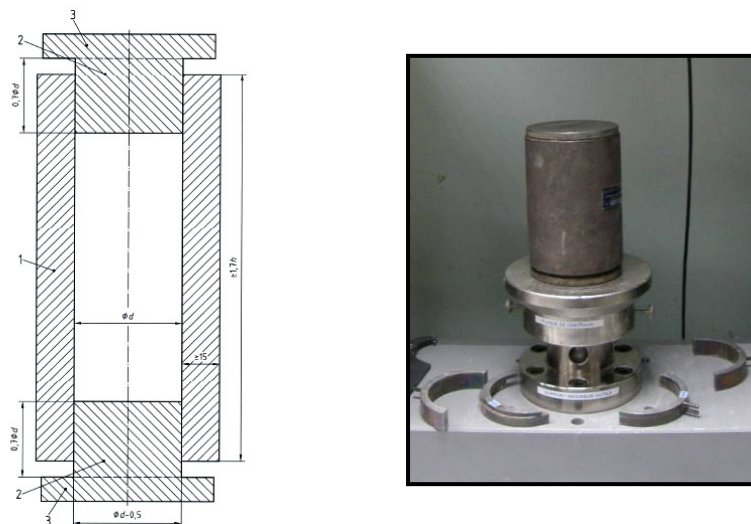


Figure 4.16 : Schéma et photographie du matériel utilisé pour la confection des éprouvettes

La première étape de la confection d'une éprouvette est la détermination de la masse de matériau à utiliser. Celle-ci est définie par la formule suivante :

$$m = 1000 * V * \rho_d * (100 + W)/100 * 0,97$$

où

m désigne la masse du mélange à introduire dans l'éprouvette en g,

V désigne le volume de l'éprouvette en mm<sup>3</sup>,

$\rho_d$  désigne la masse volumique apparente sèche du matériau à l'optimum Proctor en t/m<sup>3</sup>,

W désigne la teneur en eau du mélange, dans notre cas  $W = W_{OPM}$  ou  $W_{OPM+2}$ ,

enfin, le coefficient 0,97 provient du critère de taux de compactage égal à 97%.

Les quantités retenues pour notre étude sont résumées dans le tableau suivant en fonction du type de granulat utilisé et de la teneur en eau retenue :

	$W_{OPM}$	$W_{OPM+2}$
<b>0/20 naturel</b>	1,38 kg	1,41 kg
<b>0/20 traité</b>	1,48 kg	1,51 kg

Tableau 4.2 : Masses de mélange à utiliser pour la confection d'une éprouvette en fonction du type de granulat et de la teneur en eau

Une fois la masse de mélange déterminée, le matériau est mis en place et damé légèrement dans le moule muni du piston inférieur et de la paire de cale la plus haute.

Le piston supérieur est ensuite inséré dans le haut du moule et l'ensemble est placé entre les platines de la presse Proviteq décrite plus haut (cf. détermination de l'I.P.I).

La compression se fait alors en 3 fois (avec changement de cales entre chaque compression) jusqu'à ce que le corps de moule soit en contact direct avec les pistons inférieur et supérieur. Une fois le contact réalisé, les pistons sont retirés et un contre-piston est mis en place sous l'éprouvette afin de retirer le corps de moule en appuyant sur ce dernier. La photographie suivante illustre cette phase de démoulage.



Figure 4.17 : Démoulage d'une éprouvette à l'aide d'un contre-piston

Après le démoulage, l'éprouvette est pesée et placée dans un étui en PVC. L'étui est ensuite glissé dans un sac hermétique fermé et déposé dans une salle de conservation ventilée.

Les éprouvettes ainsi conservées ne seront ressorties qu'à 28 et 60 jours afin d'être testées mécaniquement.

## b) Essais de traction en compression diamétrale – essais brésiliens

Comme nous l'avons vu au chapitre 1, les caractéristiques mécaniques qui intéressent les professionnels de la route sont la résistance à la traction et le module d'Young du matériau traité.

Le couple (Rt, E) peut être déterminé par traction directe lorsque les éprouvettes sont de type « diabolos » et équipées d'anneaux d'extensométrie (cf. cas de la substitution). Dans le cas d'éprouvettes cylindriques d'élançement 1, l'essai le plus couramment pratiqué est l'essai de traction indirecte ou essai brésilien décrit par la norme NF EN 13286-42 [NF EN 13286-42].

Cet essai consiste à effectuer une compression diamétrale en appliquant une charge linéique sur deux génératrices diamétralement opposées de l'éprouvette. La résistance en traction brésilienne Rtb (en MPa) est déterminée à partir de la force appliquée pour atteindre la rupture de l'éprouvette Fr (en N) via la formule suivante :

$$R_{tb} = 2 \cdot F_r / (\pi \cdot \varnothing \cdot h)$$

avec  $\varnothing$  et h en mm.

Théoriquement, la valeur obtenue devrait être égale à la résistance en traction de l'éprouvette. Cependant, lors de l'essai, il se crée systématiquement une zone d'aplatissement à l'endroit où la charge est appliquée (il est impossible d'appliquer une charge strictement linéique). Ainsi, pour palier ce défaut expérimental, il est d'usage, par expérience, de multiplier Rtb par 0,8 afin d'obtenir une valeur plus cohérente de Rt réelle [NF EN 13286-42].

Le module d'Young est quant à lui estimé à 30% de la contrainte à la rupture, c'est-à-dire dans la zone élastique du matériau, quand  $F = 0,3 \cdot F_r = F_{0,3}$ . En notant  $\Delta\varnothing_{0,3}$  l'allongement diamétral perpendiculaire au plan de rupture de l'éprouvette quand  $F = F_{0,3}$  on obtient le module élastique du matériau E (en MPa) par la formule :

$$E = (K / h) \cdot (F_{0,3} / \Delta\varnothing_{0,3})$$

avec  $F_{0,3}$  en N et h en mm.

K est un paramètre qui dépend du coefficient de Poisson du matériau. Aussi, afin d'éviter de commettre une trop grande erreur sur la détermination de E, il est d'usage de déterminer le coefficient de Poisson du matériau lors de l'essai grâce à la mesure de la variation d'un second diamètre orienté de 60° par rapport à la perpendiculaire du plan de rupture.

Concrètement, on utilise des cadres d'extensométrie équipés de capteurs de déplacement de type LVDT pour mesurer ces déformations (cf. figure suivante) [NF EN 13286-43].

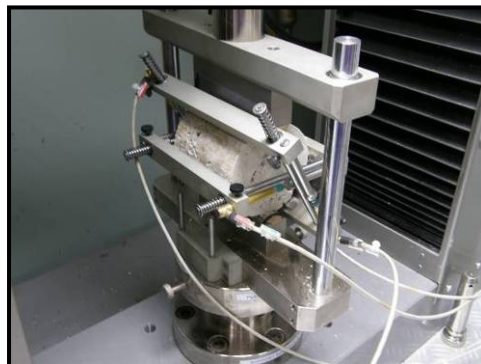


Figure 4.18 : Dispositif de mesure de déformation lors d'un essai brésilien



Dans le cadre de cette étude, nous avons disposé du matériel de mesure du laboratoire routier Eurovia. La presse Proviteq de 250kN présentée précédemment est pilotée via un logiciel spécifique pré-paramétré selon les normes NF EN 13286-42 et NF EN 13286-43 ([NF EN 13286-42], [EN 13286-43]). Ceci nous permet d'obtenir à la fin de l'essai les valeurs de  $R_{tb}$  et de  $E$  par lecture directe sur l'ordinateur de contrôle. Les éprouvettes munies des cadres d'extensométrie sont placées sur le plateau inférieur de la presse immobile pendant l'essai. Le plateau supérieur se déplace quant à lui à la vitesse constante afin d'exercer une montée en contrainte uniforme ne dépassant pas 0,2MPa/s via deux tiges en bois appelées « couteaux ».

Une fois ces propriétés mesurées à 28 et 60 jours, il nous est possible de déterminer la classe mécanique du matériau étudié. Pour cela, on utilise l'abaque de classement présent dans la norme NF EN 14227-5 concernant les mélanges traités au LHR (cf. figure suivante). Les classes mécaniques des assises de chaussées traitées au LHR sont au nombre de six : de T0 à T5, T0 étant la classe la plus faible mécaniquement.

En règle générale, on considère qu'un matériau devient « intéressant » lorsque ses caractéristiques mécaniques à 90 jours lui permettent d'atteindre la classe T3. Le matériau présente alors un intérêt technique mais également commercial quant à son utilisation. En effet, le paramètre de classement est essentiel car le dimensionnement et le coût du chantier en dépendent directement mais ce critère n'est pas absolu car il dépend aussi de plusieurs facteurs (performances des couches inférieures, trafic, type de traitement utilisé...).

Dans cette étude, nous ne nous sommes pas fixé d'objectif chiffré en terme de classement car le but principal de ces expérimentations étaient de voir les effets du traitement au chlorure de calcium et sa compatibilité avec l'utilisation d'un LHR. Cependant, les éprouvettes dont les performances à 60 jours approcheraient la classe T3 mériteraient d'être étudiées plus en détail (notamment sur les aspects de gel-dégel) car on peut supposer que de telles performances évolueront jusqu'à la classe T3 à 90 jours.

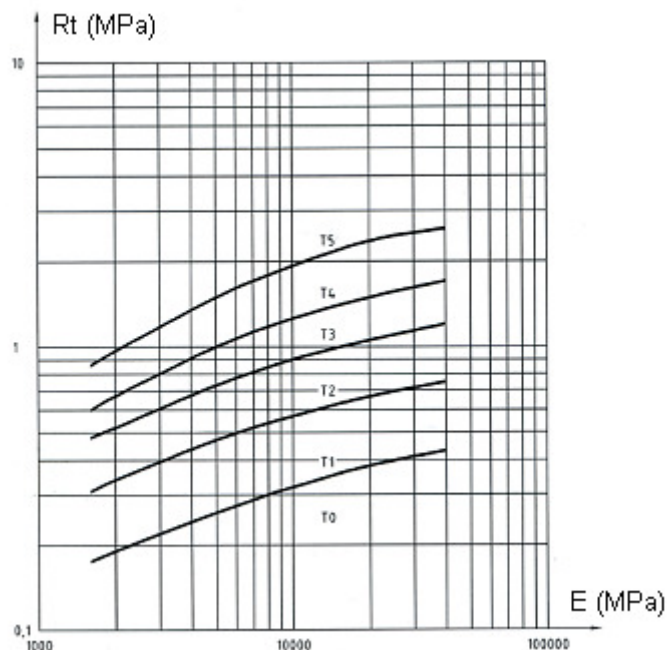


Figure 4.19 : Abaque des classes mécaniques pour mélanges traités au LHR (NF EN 14227-5)

#### 4.2.4. Résultats et interprétations

##### a) Résultats à 28 jours

Après 28 jours de conservation, 6 éprouvettes de chaque série sont inspectées visuellement et ensuite testées en traction brésilienne (3 éprouvettes moulées à  $W_{OPM}$  et 3 éprouvettes à  $W_{OPM+2}$ ).

- Observations visuelles :

A leur sortie des étuis PVC, les éprouvettes n'ont pas le même aspect en fonction de la série auxquelles elles appartiennent.

Ainsi :

- les éprouvettes de la série G1 (série témoin) et les éprouvettes de la série G2 ( $\text{CaCl}_2$  dans l'eau du mélange) sont de couleur blanchâtre et présentent un aspect uniforme. On constate de nombreux vides sur leur surface externe mais elles semblent malgré tout assez compactes.
- les éprouvettes de la série G3 (craie traitée au  $\text{CaCl}_2$ ) sont également blanchâtres mais présentent de nombreux vides en surface extérieure. De plus, elles ne possèdent aucune consistance, certaines se désagrègent dès l'ouverture des étuis. Le LHR semble ne pas avoir fait prise et aucune éprouvette n'a pu être testées (quelle que soit la teneur en eau).
- enfin, les éprouvettes de la série G4 (craie et eau du mélange traitées au  $\text{CaCl}_2$ ) présentent les mêmes défauts que celles de la série G3 avec une prise incomplète du LHR ce qui témoigne d'un éventuel manque d'eau. Cependant, certaines éprouvettes présentant un peu de résistance ont tout de même pu être testées.

Les photographies suivantes illustrent l'état des éprouvettes à leur sortie des étuis de conservation :

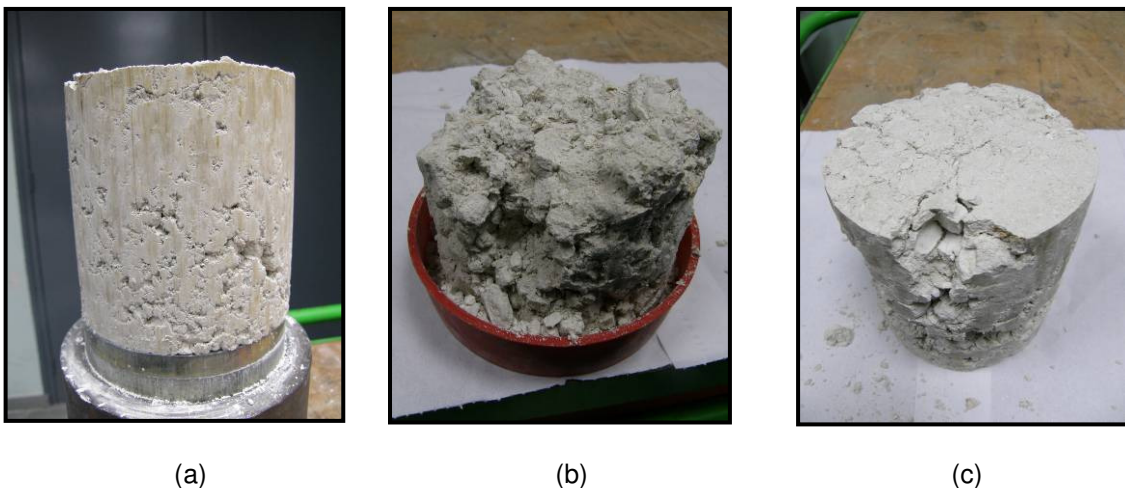


Figure 4.20 : Photographies des éprouvettes des séries G1 et G2 (a), G3 (b) et G4 (c) en sortie d'étui à 28 jours de maturation

- Résultats des essais de traction brésilienne :

Le tableau suivant présente les résultats moyens obtenus sur les éprouvettes des différentes séries à 28 jours de maturation ( $R_t$  est directement calculée à partir des valeurs expérimentales de  $R_{tb}$  par la relation  $R_t = 0,8 \cdot R_{tb}$ ) :

SERIE	W (%)	$R_t$ (MPa)	E (MPa)
G1	19,4	0,26	4 900
	21,4	0,37	5 000
G2	19,4	0,24	5 000
	21,4	0,29	4 000
G3	8,8	X	X
	10,8	X	X
G4	8,8	0,14	2 000
	10,8	0,2	1 400

Tableau 4.3 : Résultats des essais de traction à 28 jours sur les 4 séries d'éprouvettes de GTLH

Ces premiers résultats à 28 jours dégagent plusieurs informations intéressantes. Tout d'abord, ils confirment que dans le cas des matériaux traités au LHR, on constate de meilleures performances mécaniques avec une teneur en eau fixée à  $W_{OPM+2}$ . Cela se voit clairement sur les valeurs de  $R_t$  mais moins bien sur le module.

Les séries G1 et G2 semblent se comporter de manière assez proche à  $W_{OPM}$  ce qui indique que le  $CaCl_2$  dissout dans l'eau du mélange n'a a priori pas d'effet. Cependant quand sa quantité augmente (i.e à  $W_{OPM+2}$ ) la présence du chlorure de calcium semble pénaliser la cinétique de prise puisque les éprouvettes de la série témoin semblent plus résistantes que celles de la série G2.

Enfin, les résultats ou plus exactement l'absence de résultats pertinents des séries G3 et G4 montrent que le traitement au chlorure de calcium des granulats de craie avant mélange est pénalisant pour la prise du LHR. Celle-ci n'a pas lieu (série G3) ou se fait de manière très incomplète (série G4).

Ces premières informations assimilées, voyons à présent les résultats à 60 jours de maturation.



## b) Résultats à 60 jours et classement des différentes séries

Les observations visuelles étant les mêmes après 60 jours de maturation, intéressons-nous directement aux résultats des essais de traction brésilienne.

Pour une meilleure lecture du tableau et compte tenu des observations faites précédemment, seuls les résultats à  $W_{OPM+2}$  sont présentés (ceux-ci étant toujours supérieurs aux résultats obtenus à  $W_{OPM}$ ).

SERIE	W (%)	Rt (MPa)	E (MPa)
G1	21,4	0,38	6 000
G2	21,4	0,32	6 600
G3	10,8	X	X
G4	10,8	0,21	3 000

Tableau 4.4 : Résultats des essais de traction à 60 jours sur les 4 séries d'éprouvettes de GTLH

Comme cela était déjà le cas à 28 jours, on constate que la série présentant les meilleures performances est la série témoin. On observe peu d'évolution de  $R_t$  entre 28 et 60 jours de maturation alors que le module augmente sensiblement en passant de 5 000 MPa à 28 jours à 6 000 MPa à 60 jours.

Seule la série G2 ( $\text{CaCl}_2$  dans l'eau d'hydratation) présente un module globalement plus élevé mais celui-ci reste proche de 6 000 MPa.

Ainsi, le traitement au  $\text{CaCl}_2$  qui était très bénéfique à la craie brute semble être un élément pénalisant dans une formulation de grave traitée.

Selon nous, l'absence de résultats avec le traitement au chlorure de calcium proviendrait de deux phénomènes associés :

- tout d'abord, il est possible que pendant le mélange, lors de l'apport d'eau d'hydratation, celle-ci dissolvent en priorité une partie du chlorure de calcium cristallisé. Ceci aurait alors pour effet de réduire les performances mécaniques des granulats car comme nous l'avons vu au chapitre 3, une saturation de 5% en eau est suffisante pour faire chuter les performances mécaniques du matériau ;
- de plus, la présence en forte concentration de chlorure de calcium dans l'eau d'hydratation empêcherait la prise du liant hydraulique par perturbation des réactions chimiques devant se produire. En effet, on peut raisonnablement penser que la présence des ions chlorures acidifie le milieu et perturbe donc la formation d'ettringite consécutive à la réaction de prise du liant.

Afin de mettre en évidence ce phénomène, nous avons réalisé des pâtes de ciment en utilisant une eau chargée en chlorure de calcium, à la concentration de 200g/L. Trois ciments différents ont été utilisés : le ROC SC, un CEM I et un CEM II afin de voir l'influence des ions chlorures sur le phénomène de prise.

Les photographies suivantes représentent l'état des pastilles obtenues après 4 heures de maturation dans une coupole en verre à l'air libre :



*ROC SC*

*CEM I*

*CEM II*

*Figure 4.21 : Etats de 3 pâtes de ciment hydratées avec une eau riche en ions chlorures après 4 heures de maturation à l'air libre*

Après 4 heures de maturation, les pâtes fabriquées avec du ROC SC et du CEM I sont fragiles et s'effritent très facilement dans la main. La pastille fabriquée à partir du CEM II présente quant à elle une très bonne consistance et une dureté relativement importante.

Ces constatations expérimentales peuvent sans doute être reliées d'un point de vue chimique aux constituants de ces 3 liants. Cependant, ne possédant pas les compétences nécessaires pour expliquer les interactions chimiques empêchant le phénomène de prise, nous nous limiterons aux conclusions suivantes :

- les ions chlorures perturbent la prise des ciments à forte teneur en laitier (ROC SC)
- les ions chlorures perturbent la prise des ciments à forte teneur en clinker (CEM I)
- la prise d'un ciment à teneur moyenne en clinker (CEM II) n'est pas perturbée par une forte concentration d'ions chlorures.

Malgré l'absence de résistance des éprouvettes issues des séries G3 et G4, nous avons tout de même placé nos résultats sur l'abaque de classement issu de la norme NF EN 14227-5. La figure suivante précise le classement des couples ( $R_t$ , E) pour chacune des séries testées.

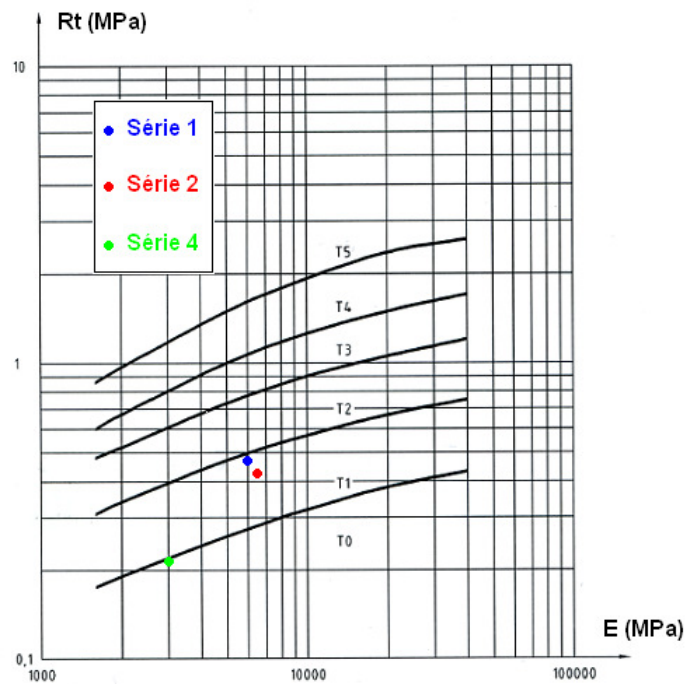


Figure 4.22 : Positionnement des séries étudiées sur l'abaque de classement de la norme NF EN 14227-5

Une lecture rapide de l'abaque permet de voir que la série témoin est bien celle qui possède le meilleur comportement mécanique en atteignant la classe T1 à 60 jours. Bien entendu, ces performances restent trop faibles mais elles nous permettent d'avoir une référence pour l'étude d'éventuelles formulations ultérieures.

Cette étude sur des formulations de graves traitées au liant hydraulique nous amène donc aux conclusions suivantes :

- l'utilisation d'une granulométrie 0/20 associée à un mode de confection par compression statique double effet ne permet pas d'avoir des éprouvettes correctement compactée. De nombreux vides sont visibles sur la périphérie externe des éprouvettes ce qui diminue leur compacité ;
- le traitement au chlorure de calcium par saturation dans des bacs n'est pas adapté à la granulométrie 0/20. Ce traitement nécessite un concassage ultérieur ce qui perturbe la granulométrie du matériau final et donc également sa compacité ;
- enfin, nous avons vu que le ROC SC est un liant qui est incompatible avec le traitement au chlorure de calcium. Les interactions chimiques altèrent le processus de prise par diminution du pH ce qui perturbe la création d'ettringite.

Ces conclusions, bien que contraire aux résultats attendus, seront prises en compte et utilisées pour la suite de nos expérimentations, notamment pour la formulation de sables traités au liant hydraulique que nous allons aborder à présent.

### 4.3. Formulation en sable traité (STLH)

Outre les graves traitées, il n'est pas rare de nos jours d'utiliser des granulométries plus fines pour la réalisation d'assises de chaussées routière. Avec un traitement adapté, il est ainsi tout à fait possible d'utiliser des sols de type sable ( $D_{max} < 6,3\text{mm}$ ) en assise de chaussée [GTS 2].

Ainsi, nous nous sommes intéressés dans cette seconde partie expérimentale à la possibilité de traiter un sable crayeux de granulométrie 0/5 avec du chlorure de calcium et un liant adapté.

#### 4.3.1. Paramètres généraux

Comme pour l'étude des GTLH, il est nécessaire de définir les paramètres généraux du matériau étudié avant d'aborder la réalisation des traitements, la confection des éprouvettes, et les essais mécaniques.

##### a) Granulométrie

Dans cette étude, nous avons choisi de travailler sur une fraction de craie 0/5. L'intérêt d'une telle granulométrie réside principalement dans le fait que cette gamme de taille de grains permet d'obtenir une compacité plus intéressante et plus homogène que pour les graves traitées comme l'avons vu précédemment.

Contrairement au 0/20, il n'existe pas de fuseau de spécification pour ce type de granulométrie. Si l'on se réfère à la norme NF EN 14227-5, on peut classer un tel matériau dans la famille des mélanges traités au liant hydraulique routier de type 3.

Les seules conditions sur la granulométrie concernent alors le pourcentage de passant en masse au tamis de 6,3mm qui doit être supérieur à 85% et le pourcentage de passant en masse au tamis de 0,063mm (fraction fine) qui doit être inférieur à 35%.

Comme nous l'avons vu plus haut lors de l'étude des GTLH, nous avons utilisé deux fractions granulométriques pour réaliser la reconstitution granulaire : un 0/5 et un 5/20 issus du concassage des blocs de craie d'Haubourdin. Une analyse granulométrique du 0/5 permet de constater que cette granulométrie répond aux deux critères évoqués précédemment (cf. figure suivante). Nous avons donc utilisé le 0/5 directement issu du concassage pour réaliser notre étude.

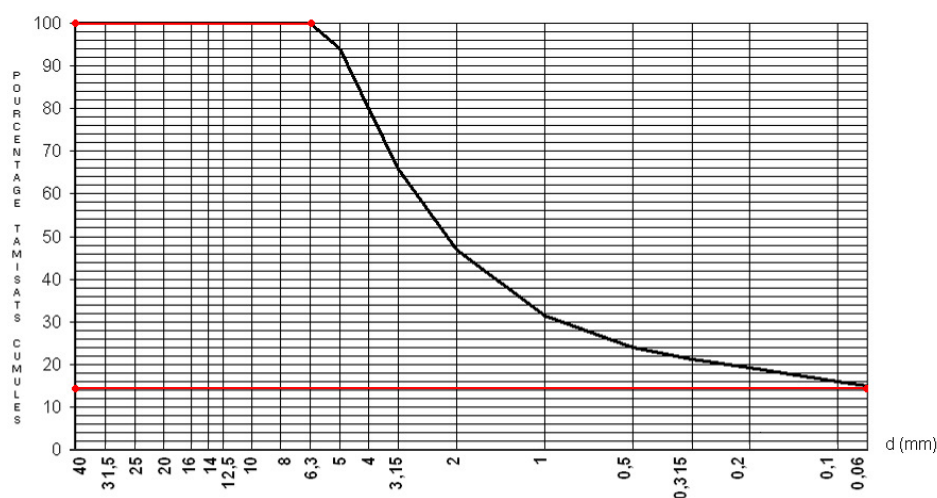


Figure 4.23 : Analyse granulométrique du 0/5 issu du concassage des blocs de craie

## b) Choix du liant

Comme nous l'avons vu précédemment, les liants les plus adaptés au traitement des craies et des calcaires sont les liants riches en laitiers de hauts fourneaux. Cependant, notre étude sur les GTLH a mis en évidence une incompatibilité entre ce type de liant et le traitement au chlorure de calcium, il nous a donc fallu nous trouver un liant insensible au  $\text{CaCl}_2$ .

Compte tenu des observations et des essais réalisés sur les différentes pâtes de ciments lors de l'étude des GTLH, nous avons choisi de retenir un CEM II de type B de la société Holcim. Bien que plus adapté aux bétons, ce ciment permet de nous prémunir de tous les défauts de prise liés à la présence d'ions chlorures en forte concentration. Il sera utilisé comme précédemment à un dosage de 10% en masse.

## c) Malaxage

Le mélange est obtenu à l'aide d'un malaxeur de type « cutter » pendant 3 minutes. La procédure de malaxage demeure la même que pour les GTLH avec 30 secondes de malaxage à sec du mélange craie + ciment, introduction de l'eau d'hydratation de manière lente et continue, poursuite du malaxage jusqu'à 3 minutes et enfin homogénéisation de l'état hydrique du mélange par conservation dans un sac hermétique pendant 30 minutes.

### 4.3.2. Traitement, paramètres de densification et confection des éprouvettes

Avant d'explicitier le mode opératoire utilisé pour le traitement au chlorure de calcium, définissons les différentes séries d'éprouvettes que nous avons voulu tester.

#### a) Définition des séries d'éprouvettes testées

Reposant sur une première expérience avec l'étude des GTLH, cette partie expérimentale sur les sables traités fait intervenir moins de paramètres que la précédente. En effet, les différentes observations faites sur les graves vont nous permettre d'alléger le protocole expérimental.

La présence de chlorure de calcium dans l'eau d'hydratation de la craie naturelle n'ayant pas d'effet sur la résistance globale des éprouvettes, un seul cas de figure se présente à nous : celui d'un sable prétraité au chlorure de calcium. Le nombre total d'éprouvettes à confectionner est donc divisé par 2 et ainsi, seules deux séries d'éprouvettes seront à comparer :

- **Série S1** ou **Série témoin** : les éprouvettes sont confectionnées à partir du 0/5 naturel, du CEM II et de l'eau d'hydratation classique
- **Série S2** : les éprouvettes sont confectionnées à partir du 0/5 traité au chlorure de calcium, du CEM II et de l'eau d'hydratation classique. Ceci afin de voir si le prétraitement permet d'améliorer les performances globales du mélange.

De plus, nous avons validé précédemment le fait que les mélanges effectués à  $W_{\text{OPM}+2}$  étaient en règle générale plus performants d'un point de vue mécanique que les mélanges réalisés à  $W_{\text{OPM}}$ . Ceci nous permet donc de diviser une nouvelle fois le nombre total d'éprouvettes à confectionner par 2.

## b) Réalisation du traitement au chlorure de calcium

Comme nous l'avons vu dans l'étude précédente, le traitement au chlorure de calcium des granulats de craie par saturation dans des bacs, provoque la décantation des particules les plus fines et nécessite, après séchage, un nouveau concassage.

Ne pouvant nous défaire de cette étape de concassage supplémentaire, nous avons choisi de traiter uniquement une fraction 5/20 puis de la faire concasser en une fraction 0/5. Pour cela, le protocole suivant a été respecté :

1. La fraction 5/20 est saturée par une solution de  $\text{CaCl}_2$  à 200g/L dans des bacs en inox pendant 5 jours.
2. On procède au séchage des bacs à 130°C pendant 3 jours.
3. A l'issue du séchage, le matériau traité est dégagé des bacs et transporté au CTP de Tournai pour un concassage en 0/5 sur un petit concasseur à mâchoire de laboratoire.
4. Après le concassage, le 0/5 obtenu à partir du matériau traité est conservé sous étuve jusqu'à la réalisation des mélanges.

Cette méthodologie nous a semblé la plus intéressante car elle permet d'obtenir au final un matériau de granulométrie uniforme par bacs traités et reproductible grâce à un concassage correctement maîtrisé. De plus, la granulométrie finale du produit obtenu respecte toujours la norme NF EN 14227-5 avec 95% de passant à 6,3mm et 15% de passant à 0,06mm (cf. figure 4.24).

On remarquera également qu'à l'issue du concassage, il existe dans la fraction finale une proportion non négligeable de grain de dimension supérieure à 5mm (de l'ordre de 20%). On considèrera cependant que cela n'est préjudiciable pour la suite de nos essais.

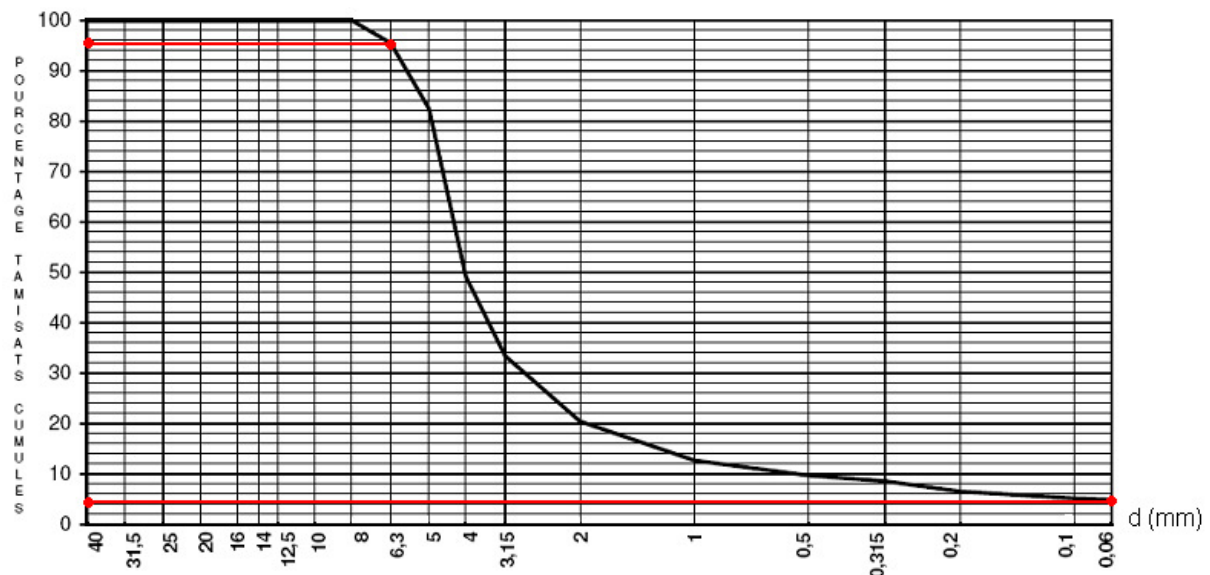


Figure 4.24 : Courbe granulométrique du 0/5 traité au chlorure de calcium

c) Détermination des paramètres Proctor modifié et des valeurs d'I.P.I

La figure suivante présente les courbes Proctor modifié et d'I.P.I obtenues sur le 0/5 naturel à un dosage de 10% en CEM II.

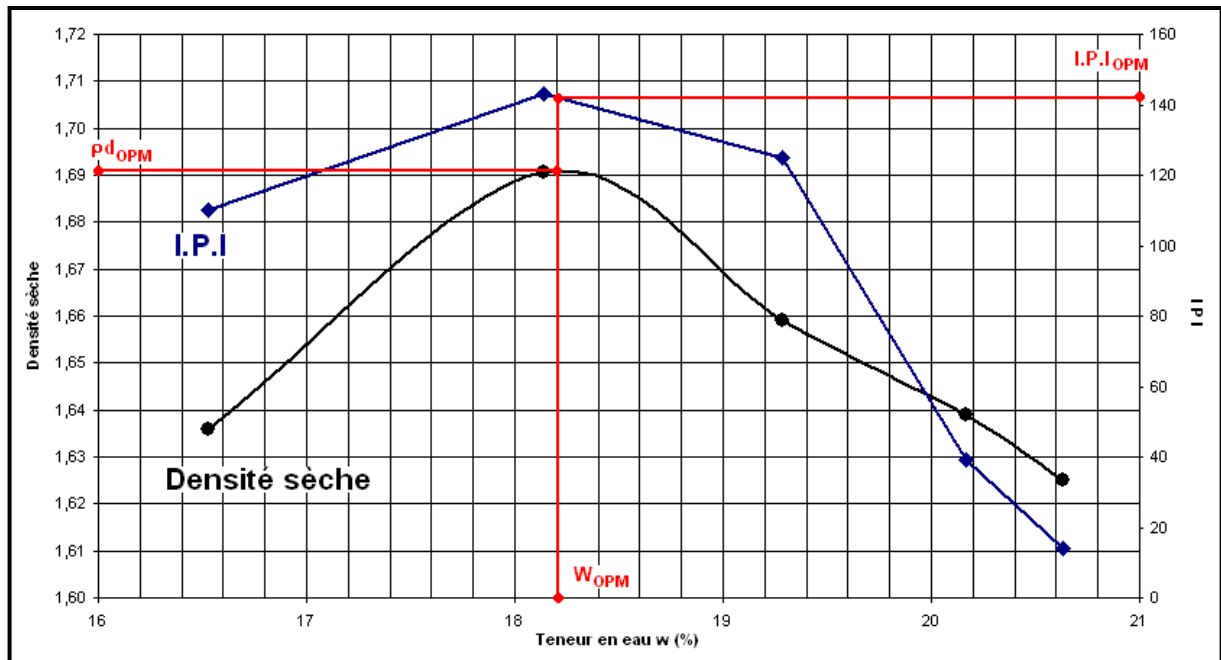


Figure 4.25 : Courbes Proctor et d'I.P.I du 0/5 craie naturel

Comme pour le cas des GTLH, nous avons réalisés 5 points de mesures autour de la teneur en eau optimum Proctor.

Pour le 0/5 naturel, les résultats suivants sont obtenus :

- $W_{OPM} = 18,2 \%$
- $\rho_{d_{OPM}} = 1,69$
- $I.P.I_{OPM} = 143$

Ces résultats restent très proches de ceux obtenus classiquement pour les craies à fortes porosité. On remarquera tout de même que par comparaison au 0/20 naturel, on obtient une teneur en eau optimum un peu plus faible et une densité sèche optimum un peu plus élevée. Ces légères variations proviennent du fait que le réarrangement granulaire se fait plus facilement avec une granulométrie fine. Le matériau se compactant plus efficacement.

On notera également la valeur élevée de l'I.P.I à l'optimum qui dépasse les spécifications du GTS 2 qui préconise un I.P.I supérieur à 30 pour les sols sableux. On constate une nouvelle fois que la courbe Proctor est incurvée (forme de cloche) ce qui témoigne de la présence en quantité importante de fines.

Les observations visuelles précédentes faites sur les éprouvettes de 0/20 traité au  $\text{CaCl}_2$  ont mis en évidence un manque d'eau et un aspect très sec de la texture des éprouvettes. En effet, la teneur en eau Proctor modifiée pour le granulat traité était, rappelons-le, de 8,8% alors que celle du 0/20 naturel était de 19,4%.

Aussi, pour palier ce manque d'eau lors de la réalisation du mélange, nous avons choisi de nous baser sur la teneur en eau optimum du 0/5 naturel dans le cas du 0/5 traité.

Aucun essai Proctor modifié n'a donc été réalisé sur le 0/5 traité mais nous pouvons raisonnablement supposer que la teneur en eau optimum d'un tel matériau se serait située autour de 8% (comme c'est le cas pour le 0/20 traité).

#### d) Confection des éprouvettes

Comme pour l'étude des GTLH, nous avons conservé un nombre total d'éprouvettes par série de 10 décomposé de la manière suivante :

- 3 éprouvettes pour essai de traction indirecte à 28 jours,
- 3 éprouvettes pour essai de traction indirecte à 60 jours,
- et 4 éprouvettes pour d'éventuels essais complémentaires à 28 ou 60 jours.

Ainsi, chaque série est constituée d'un total de 10 éprouvettes cylindriques  $\varnothing 10 \times h 10 \text{cm}$ , puisque cette fois-ci, les mélanges sont uniquement effectués à  $W_{\text{OPM}+2}$ .

Série	Traitement au $\text{CaCl}_2$ du 0/5	Nombre d'éprouvettes
<b>S1 - Témoin</b>	Non	10
<b>S2</b>	Oui	10

*Tableau 4.5 : Tableau récapitulatif du type de traitement et du nombre d'éprouvettes pour les deux séries*

Une fois encore, la confection se fait par compression statique double effet décrite au paragraphe précédent. Compte tenu de la taille des éprouvettes, cette méthode permet d'obtenir un compactage bien homogène.

La masse de matériau à utiliser pour la confection d'une éprouvette est calculée par la même formule que pour les GTLH avec une teneur en eau de 20,2% ( $W_{\text{OPM}+2}$ ) ; une masse volumique sèche de 1,69 t/m<sup>3</sup> et un taux de compactage de 97% issu des préconisations du GTS 2. Etant donné que cette-fois ci, nous retenons les mêmes paramètres de densification pour le 0/5 naturel et le 0/5 traité, la masse nécessaire à la confection d'une éprouvette sera la même dans les deux cas et sera égale à 1,55 kg.



### 4.3.3. Essais de traction indirecte : résultats et interprétations

Comme pour les GTLH, l'évaluation des performances mécaniques des mélanges se fait par détermination du couple ( $R_t$ ,  $E$ ). Pour cela, des essais de traction brésilienne sont réalisés à 28 et 60 jours afin de voir l'évolution de la cinétique de prise.

Une fois ces paramètres mesurés, il est possible de déterminer la classe mécanique du mélange étudié. Pour cela, l'abaque utilisé est le même que pour les GTLH à ceci près que les noms des classes mécaniques changent. Ainsi, on ne parlera pas de classe Ti (i allant de 0 à 5) mais de SOL Ti (cf. figure 4.26). Les normes distinguent deux types de traitement : les sols traités au LHR [NF EN 14227-13] et les sols traités au ciment [NF EN 14227-10] mais la définition des classes mécaniques reste la même.

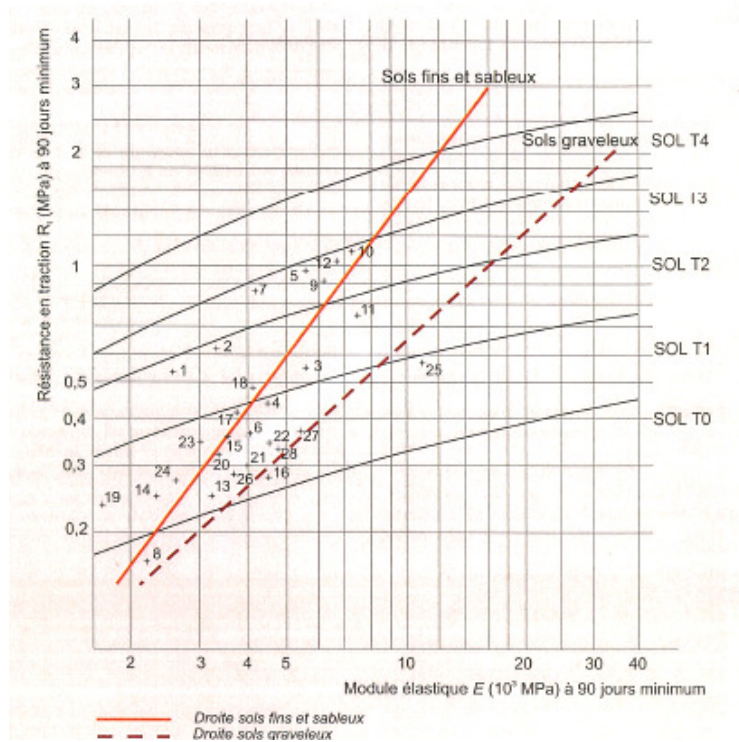


Figure 4.26 : Abaque des classes mécaniques des sols traités avec les droites d'évolution des performances mécaniques des mélanges [NF EN 14227-10]

Dans le cas des sols traités, on utilise fréquemment les catégories de sol SOL T1 et SOL T2 pour la réalisation des assises de chaussées. Ce sont donc ces classes de performance que nous espérons atteindre dans le cadre de notre étude.

De plus, l'expérience de chantier a montré que pour le cas de sables traités, le matériau devenait « intéressant » en terme de performances mécaniques pour une résistance en traction à 60 jours supérieure à 0,5 MPa. Nous prendrons également en compte cette référence pour voir comment se situent nos mélanges d'un point de vue mécanique.

Enfin, les normes préconisent généralement l'étude des éprouvettes à un âge minimum de 90 jours. Cependant, compte tenu de notre planning et de l'évolution de celui-ci en cours de thèse, nous avons testés nos éprouvettes à un âge maximum de 60 jours. Le but principal de ces essais étant, rappelons-le, de donner une première tendance des effets du chlorure de calcium sur les mélanges crayeux.

#### a) Résultats à 28 jours

Après 28 jours de conservations, 3 éprouvettes de chaque série sont inspectées visuellement et ensuite testées en traction brésilienne.

- Observations visuelles :

A leur sortie des étuis PVC, les éprouvettes des deux séries possèdent un aspect assez similaire :

- elles sont de couleur grisâtre (teinte due au CEM II) et présentent un aspect uniforme ;
- contrairement aux GTLH, les éprouvettes des séries S1 et S2 présentent très peu de vides au niveau de la surface extérieure. De plus, elles possèdent une bonne consistance et le CEM II semble avoir fait correctement prise dans les deux cas (0/5 naturel et 0/5 traité au chlorure de calcium) ;
- enfin, les éprouvettes de la série S2 ne paraissent pas manquer d'eau malgré le prétraitement au chlorure de calcium. Ainsi, l'idée de confectionner ces éprouvettes à la teneur en eau optimum du 0/5 naturel semble avoir été judicieuse.

Les photographies suivantes illustrent l'état des éprouvettes à leur sortie des étuis de conservation :



(a)



(b)



(c)

*Figure 4.27 : Photographies des éprouvettes des séries S1 (a et b) et S2 (c) en sortie d'étui à 28 jours de maturation*

- Résultats des essais de traction brésilienne :

Le tableau suivant présente les résultats moyens obtenus en traction indirecte à 28 jours de maturation ( $R_t$  est toujours calculée par la relation  $R_t = 0,8 \cdot R_{tb}$ ) :

SERIE	$R_t$ (MPa)	E (MPa)
S1	0,36	X
S2	0,22	2 500

Tableau 4.6 : Résultats des essais de traction à 28 jours sur les 2 séries de sable traité

Ces premiers résultats à 28 jours nous permettent déjà d'observer une première tendance entre les deux formulations étudiées. Il semblerait en effet que le mélange préparé avec de la craie non traitée au chlorure de calcium possède des propriétés mécaniques plus importantes que celui avec le 0/5 prétraité. Ceci est nettement visible sur la résistance en traction. Cependant, nous ne pouvons pas confirmer cela sur le module puisqu'il ne nous a pas été possible d'obtenir des valeurs cohérentes sur les éprouvettes étudiées. En effet, on obtient pour la série 1 un module moyen de l'ordre de 20 000 MPa ce qui est bien évidemment irréaliste. Nous estimons que cette erreur peut être attribuée à une mauvaise installation des cadres d'extensométrie qui sont très sensibles à la moindre déformation latérale.

On remarquera enfin que les valeurs obtenues à 28 jours sont très proches des valeurs obtenues pour les GTLH. Pour rappel, nous avons obtenus les résultats suivants :

- série témoin G1 :  $R_t = 0,37$  MPa ; E = 5 000 MPa

- série G4 :  $R_t = 0,20$  MPa ; E = 1 400 MPa (craie traitée au chlorure de calcium)

Ainsi, contrairement à ce que l'on aurait pu penser, le fait de passer à une granulométrie plus fine n'a semble-t-il pas eu d'influence sur les caractéristiques mécaniques du mélange. Cependant, le fait d'utiliser un liant différent (moins adapté aux matériaux comme la craie) peut avoir une influence. Voyons à présent si ces observations se confirment sur les résultats à 60 jours de maturation.

## b) Résultats à 60 jours

Le tableau suivant présente les résultats de traction indirecte obtenus à 60 jours sur les sables traités au ciment :

SERIE	Rt (MPa)	E (MPa)
S1	0,51	7 000
S2	0,28	4 000

Tableau 4.7 : Résultats des essais de traction à 60 jours sur les 2 séries de sable traité

Comme cela était déjà le cas à 28 jours, on constate que la série présentant les meilleures performances est la série témoin. On observe une nette augmentation de Rt et de E entre 28 et 60 jours de maturation contrairement à ce qui était observable pour les GTLH. On arrive ainsi à une valeur de Rt située autour des 0,5 MPa préconisée par les professionnels de la route. La série S2 présente également des performances plus élevées mais celles-ci restent faibles par rapport à celles de la série témoin.

Comparativement aux GTLH, on constate que les valeurs de résistance et de module à 60 jours sont de manière générale plus élevées. Malgré le fait d'avoir utilisé un liant moins adapté (rappelons que le ROC SC est le liant préconisé pour le traitement des craies et des calcaires), les performances globales sont meilleures. Ceci peut être expliqué par la finesse de la granulométrie qui permet un meilleur arrangement granulaire et donc une compacité plus élevée que pour les GTLH.

Le traitement au  $\text{CaCl}_2$  qui était très bénéfique à la craie brute semble être, une nouvelle fois, un élément pénalisant dans une formulation de sable traité. Cette faiblesse des résultats obtenus ne peut être expliquée par des défauts de prise car nous avons justement choisi un liant capable d'agir malgré la forte teneur en ions chlorures présents dans le mélange. L'absence de résultats probants avec le traitement au chlorure de calcium est donc à l'heure actuelle difficile à expliquer d'un point de vue chimique.

La figure suivante précise le classement des couples (Rt, E) pour les deux séries étudiées :

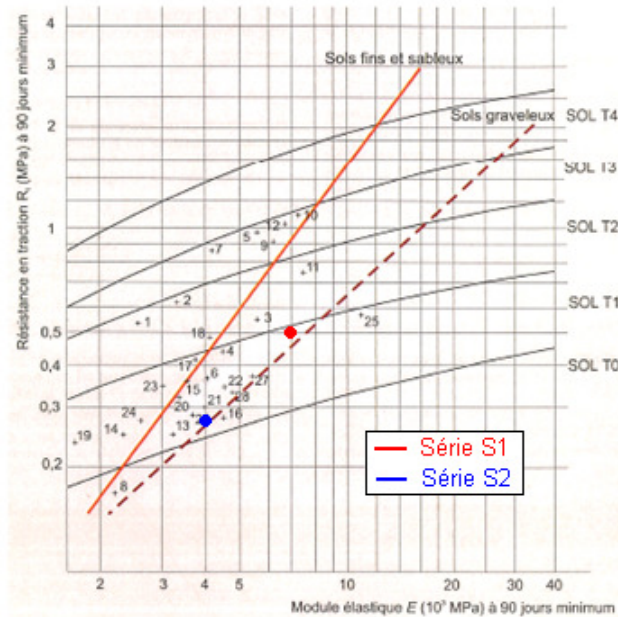


Figure 4.28 : Positionnement des séries étudiées sur l'abaque de classement issu de la norme NF EN 14227-10

La lecture de l'abaque permet de voir que les deux formulations étudiées se classent dans la catégorie SOL T1 à 60 jours. Cependant, comme nous l'avons dit plus haut, ce classement s'utilise en règle générale sur des résultats à 90 jours.

Ne possédant pas ces données, nous pouvons tout de même nous servir de la droite de tendance des sols fins et sableux de l'abaque afin d'estimer l'évolution à moyen terme de ce type de matériau. Ainsi, on peut considérer qu'à 90 jours, la formulation témoin passe en catégorie SOL T2 avec une résistance en traction bien supérieure à 0,5 MPa.

Notons cependant que les droites de tendance doivent être utilisées avec précaution car les coefficients de prédiction qui se cachent derrière ses droites sont sujets à discussions chez les spécialistes du métier [VOIRIN].

#### d) Conclusions

Compte tenu de ces observations, cette étude sur deux formulations de sable traité au ciment nous amène aux conclusions suivantes :

- la compression statique double effet est un mode de confection beaucoup plus adapté à une granulométrie fine comme le 0/5. A l'issue de la confection, les éprouvettes sont compactes et possèdent moins de vides en surface externe ;
- même si elle reste difficile à expliquer, l'incompatibilité entre le traitement de la craie au chlorure de calcium et l'utilisation d'un liant hydraulique (LHR ou ciment classique) ne permet pas de valoriser les effets obtenus sur le matériau brut ;

- et une fois encore, la série témoin est celle qui présente les meilleures caractéristiques. Sa classification en SOL T2 à 90 jours avec un dosage en ciment à 10% permet de valider ses performances mécaniques vis-à-vis des normes. Il nous faudrait cependant poursuivre les essais (résistance et gonflement après immersion, vérification au gel) afin de valider totalement l'utilisation d'un 0/5 craie en assise de chaussée.

Que ce soit en grave traitée au liant hydraulique ou en sable traité au ciment, il n'est pas possible de retrouver dans les mélanges, les gains de résistance obtenus sur le matériau brut par traitement au chlorure de calcium.

Ce mode de traitement n'est pas compatible avec les méthodes de traitement utilisées en technique routière et les autres pistes présentées au chapitre précédent doivent donc être étudiées.

Abordons à présent la dernière piste de valorisation étudiée expérimentalement : la substitution de craie dans une formulation préexistante.

## 4.4. Substitution dans une formulation de GTLH

La dernière piste de valorisation de notre étude concerne la substitution de la craie dans une formulation de grave calcaire ayant déjà été étudiée au laboratoire routier Eurovia et présentant des performances mécaniques élevées. La craie est ici utilisée pour remplacer une partie de la fraction calcaire la plus fine.

### 4.4.1. Définition de la formulation calcaire

Avant de décrire le mode de confection des éprouvettes et les paramètres de densifications utilisés, il est nécessaire de présenter la formulation calcaire au centre de cette nouvelle étude expérimentale.

#### a) Le calcaire « Lemay »

Le matériau au cœur de cette étude est un calcaire argilo-siliceux très dur exploité par la société Carrières Lemay en périphérie de la ville de Tournai (Belgique). Ce matériau de couleur noirâtre est principalement exploité pour les besoins des professionnels de la route mais quelques bancs répertoriés par le Service Géologique de Belgique servent à produire de la pierre de taille destinée aux travaux de restauration et à la construction de nouveaux bâtiments.

La figure suivante replace le site dans son contexte géographique et donne une vue de la carrière :

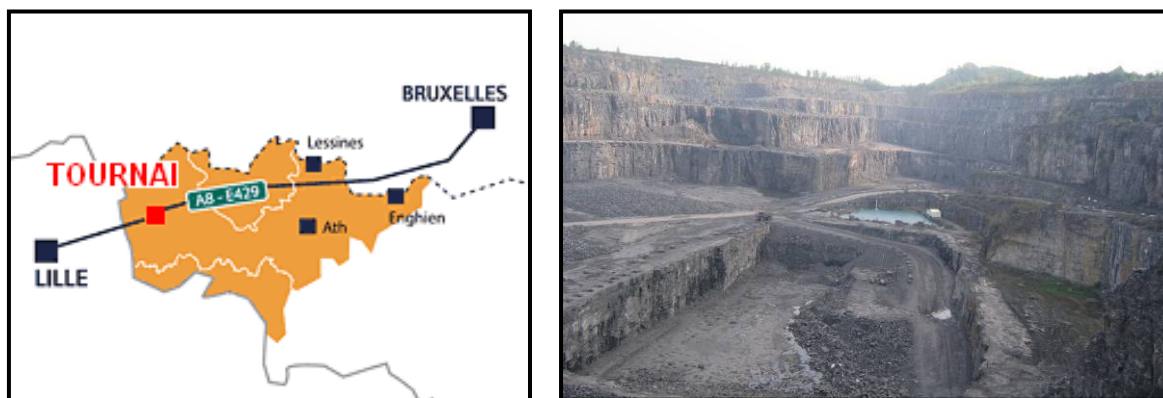


Figure 4.29 : Plan de situation et photographie de la carrière de calcaire « Lemay »

La carrière produit toute une gamme de concassés de différents calibres : 0/2 - 2/4 - 4/6 - 6/10 - 10/14 - 14/20 - 20/32 - 32/40 - 40/63 et enfin 63/180 mm avec une capacité de production de 1,5 millions de tonnes par an.

Le produit concassé est essentiellement destiné aux centrales à béton et aux chantiers de construction (bâtiments ou routes). Une partie de ces produits est cependant utilisée directement sur place par la société Tournai Ternaire pour la fabrication de graves routières et par la société Staroute pour la production d'enrobés.

## b) Formulation étudiée

Afin de réaliser notre étude de substitution, nous sommes parti d'une formulation préexistante d'un mélange granulaire traité au liant hydraulique routier de type 2.

Cette formulation étudiée au laboratoire routier Eurovia de Loos correspond selon la norme NF EN 14227-5 à un 0/20 de type G1 composé de la manière suivante :

- 45% de 6/20 « Lemay »
- 21% de 4/8 « Lemay »
- 30,3% de 0/4 « Lemay »
- 3,7% de ROC AS (LHR produit par la société Holcim)

Nous appellerons par la suite cette formulation la formulation « Lemay ».

Les paramètres de densification associés à cette formulation ont été déterminés par compactage à l'énergie Proctor modifié. On obtient les résultats suivants :

- masse volumique sèche à l'optimum :  $\rho_{d_{OPM}} = 2,23 \text{ t/m}^3$
- teneur en eau à l'optimum :  $W_{OPM} = 6,1 \%$
- indice portant immédiat à l'optimum :  $I.P.I_{OPM} = 155$

On notera que la valeur d'I.P.I témoigne d'une portance tout à fait satisfaisante puisqu'elle dépasse le seuil de 50 préconisé par la norme NF EN 14227-5.

Les performances mécaniques mesurées à 60 jours par essais de traction directe sont résumées dans le tableau suivant :

	<b>Rt (en MPa)</b>	<b>E (en MPa)</b>
<b>Résultats à 60 jours</b>	0,81	21 000
<b>Estimation à 360 jours</b>	1,24	30 000

Tableau 4.8 : Performances mécaniques de la formulation « Lemay » à 60 et 360 jours

Les estimations à 360 jours sont effectuées à l'aide des coefficients de correspondance de la norme NF EN 14227-5 qui stipule que :

$$Rt_{60} / Rt_{360} = 0,65 \quad \text{et} \quad E_{60} / E_{360} = 0,70$$

L'utilisation de tels coefficients permet d'envisager un classement en catégorie T3 au bout de 360 jours. Cependant, comme nous l'avons fait remarquer plus haut, ces coefficients prédictifs sont sujets à discussion car on considère qu'ils ont tendance à surestimer les véritables résultats obtenus sur chantier [VOIRIN]. A titre comparatif, nous les emploierons tout de même afin de confronter ces résultats à ceux de la formulation de substitution.



Dans le cadre de la substitution, nous avons choisi de remplacer la fraction calcaire la plus fine par de la craie d'Haubourdin. Ce choix a été guidé par différents critères :

- tout d'abord nous ne voulions pas, dans un premier temps, substituer une trop grande quantité de craie dans la formulation « Lemay » afin de voir l'influence de l'apport progressif de craie au sein de la formulation ;
- de plus, les éprouvettes étant réalisées par vibro-compression, il était préférable que l'apport de craie ne soit pas dans une gamme de diamètres de grains trop élevée car cette technique de confection assez violente vis-à-vis du matériau les aurait brisés et réduits en fines.

Ces deux critères écartent déjà la possibilité de substitution du 6/20 « Lemay ». Entre les deux fractions restantes, nous avons choisi de remplacer la plus fine malgré sa présence en plus grande quantité car dans cette gamme de taille de grains, d'une part, la craie sera moins sensible à la vibro-compression et d'autre part, grâce à sa forte sensibilité à l'eau, elle pourra jouer le rôle de véritable liant naturel entre les grains de calcaire.

Enfin, possédant déjà au laboratoire un stock important de 0/5 issu des études précédentes, l'utilisation de cette granulométrie nous fait gagner un temps important de préparation du matériau (prélèvement, séchage des blocs, concassage), non négligeable dans notre planning expérimental.

Compte tenu de la meilleure compatibilité du ROC SC avec les calcaires et les craies, nous avons également choisi d'utiliser ce liant plutôt que le ROC AS initialement prévu dans la formulation « Lemay ». Ces deux liants étant de composition assez proche (notamment en pourcentage de laitier), nous considérerons que cette modification influe peu sur les résultats finaux.

Nous étudierons donc dans cette partie la formulation suivante :

- 45% de 6/20 « Lemay »
- 20% de 4/8 « Lemay »
- 31% de **0/5 Craie**
- 4% de **ROC SC**

Afin de respecter le fuseau de granulométrie G1 de la norme NF EN 14227-5, nous avons dû ajuster quelque peu les pourcentages massiques de la substitution. La figure suivante présente la courbe granulométrique de cette formulation substituée :

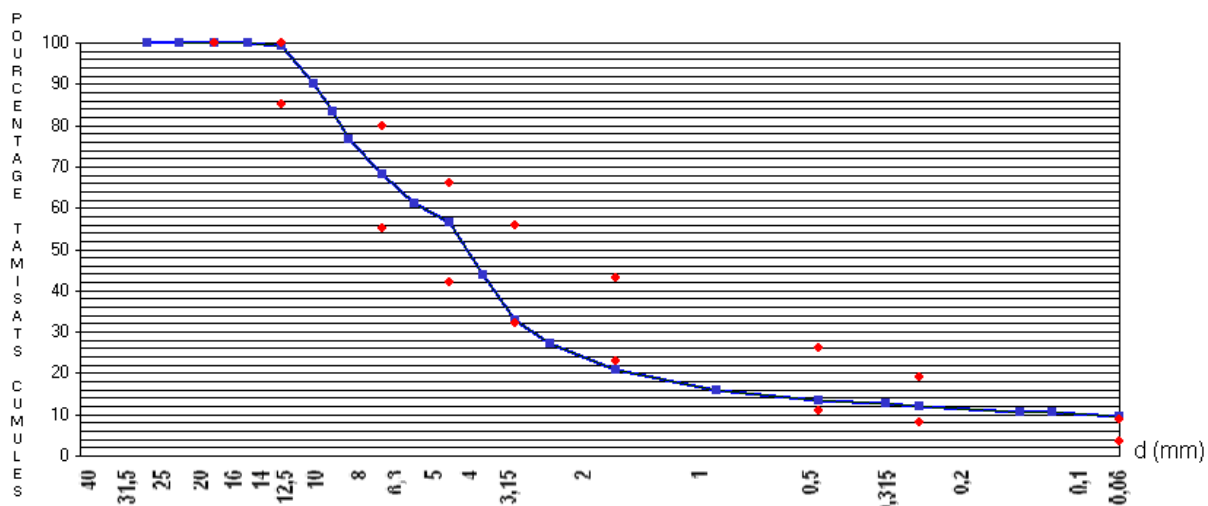


Figure 4.30 : Courbe granulométrique de la formulation de substitution

Après avoir défini la formulation initiale (formulation « Lemay ») et la formulation substituée, intéressons-nous aux paramètres de densification de ce nouveau matériau ainsi qu'au mode de confection des éprouvettes.

#### 4.4.2. Paramètres de densification et confection des éprouvettes

##### a) Paramètres de densification

Des essais Proctor modifiés ont été réalisés afin de déterminer les paramètres de densification de la formulation de substitution. Les graves calcaires étant trop durs pour pouvoir être malaxés dans le « cutter », nous avons utilisé un autre malaxeur pour réaliser les mélanges.

L'appareil utilisé est un malaxeur à pale unique de marque MAP à deux vitesses de rotation (cf. figure suivante). Ce type de malaxeur est principalement utilisé pour la réalisation de mélanges granulaires de type 1 ou 2. Contrairement au « cutter » réservé aux limons ou aux matériaux présentant de faibles résistances, le malaxeur MAP permet de mélanger des granulats très durs.



Figure 4.31 : Malaxeur MAP à pale unique

Nous avons conservé une procédure de mélange identique à celle des mélanges précédents :

1. Introduction de l'ensemble des granulats et du liant dans le malaxeur et démarrage du mélange à sec pendant 30 secondes à vitesse réduite (la vitesse ne sera pas modifiée pendant le malaxage) ;
2. Après 30 secondes, introduction de l'eau de manière lente et continue ;
3. Après 3 minutes de malaxage, ouverture de la trappe pour récupérer le produit et arrêt du malaxeur une fois que ce dernier est vide.

Les essais Proctor modifié et les déterminations d'I.P.I sont alors effectués suivant les méthodes décrites précédemment. Les courbes suivantes sont les résultats obtenus sur la formulation de substitution :

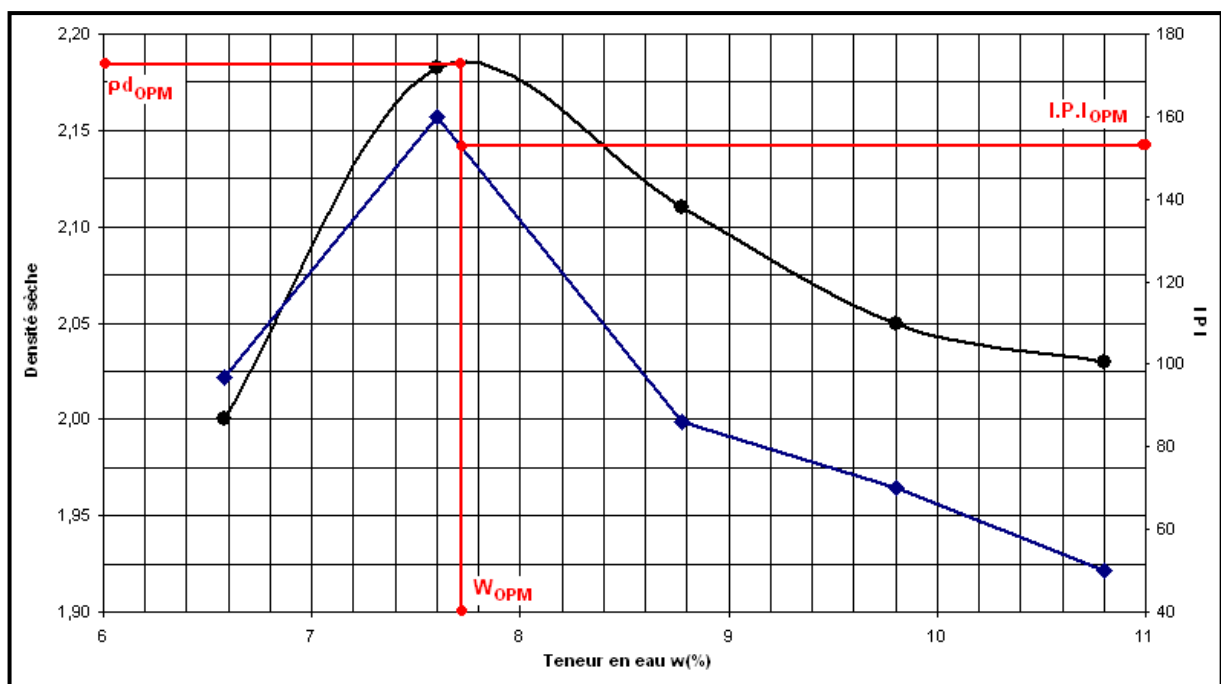


Figure 4.32 : Courbes Proctor et d'I.P.I de la formulation de substitution

Nous obtenons les paramètres suivants :

- masse volumique sèche à l'optimum :  $pd_{OPM} = 2,18 \text{ t/m}^3$
- teneur en eau à l'optimum :  $W_{OPM} = 7,7 \%$
- indice portant immédiat à l'optimum :  $I.P.I_{OPM} = 154$

On constate que ces valeurs sont extrêmement proches des paramètres obtenus pour la formulation « Lemay » même si la teneur en eau optimum à quelque peu augmentée et la densité sèche légèrement diminuée. Cependant, ces variations restent trop faibles pour les relier directement à la présence de craie dans la formulation étudiée.

## b) Confection des éprouvettes

Contrairement aux deux études précédentes où la compression double effet était utilisée pour confectionner les éprouvettes, ici la méthode employée est celle de la vibro-compression [NF EN 13286-52]. En effet, dans le cas de matériaux présentant de hautes performances mécaniques comme c'est le cas pour le calcaire « Lemay », cette méthode de confection est préférée car elle permet de réaliser un meilleur arrangement granulaire et de beaucoup mieux fermer les éprouvettes (absence de vide en surface extérieure des éprouvettes). De plus, cette méthode de confection permet de simuler les deux effets d'un compactage sur chantier (statique et vibration).

Cette méthode de confection consiste en la combinaison de deux effets simultanés : une vibration horizontale et une compression axiale verticale. L'appareil de compactage est donc composé de différents éléments nécessaires à la réalisation de ces deux effets :

- un vibreur permet d'appliquer au mélange une vibration de 100Hz et d'une amplitude comprise entre 0,8 et 1mm pendant une durée d'environ 30 secondes ;
- un piston permet d'exercer sur le mélange une pression verticale croissante n'excédant pas 0,5MPa pendant la vibration ;
- un cylindre vient renforcer le moule durant la confection et une plaque permet de fermer le fond du moule.

La figure suivante illustre l'appareillage par un schéma et une photographie :

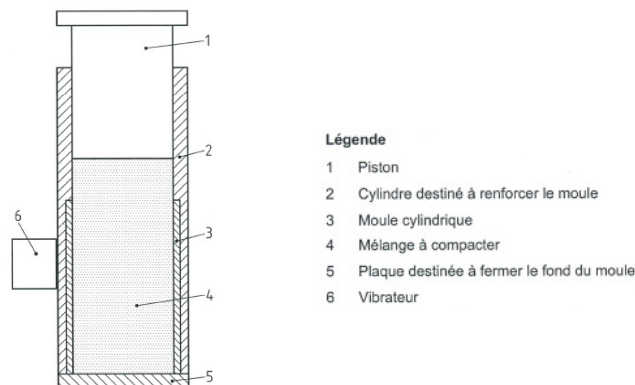


Figure 4.33 : Schéma et photographie de l'appareil de confection par vibro-compression des mélanges traités au LHR

Comme nous l'avons dit au paragraphe 4.1, ce mode de confection est associé à une forme et à des dimensions particulières d'éprouvettes décrites dans la norme NF EN 13286-52. Comme toujours, les dimensions des éprouvettes sont régies par la dimension maximale des grains du mélange. Le 6/20 « Lemay » possédant parfois des éléments supérieurs à 22,4mm, nous avons choisi un diamètre d'éprouvette de 16cm ainsi qu'un élancement de 2 comme le préconise la norme.

Les éprouvettes confectionnées par vibro-compression et destinées à des essais de traction sont en règle générale en forme de diabolos. L'intérêt de cette forme d'éprouvette est de se prémunir des effets de bords et d'obtenir une contrainte de traction homogène dans la partie la plus fine de l'éprouvette lors des essais de traction directe.

La figure suivante schématise une éprouvette de type « diablo »

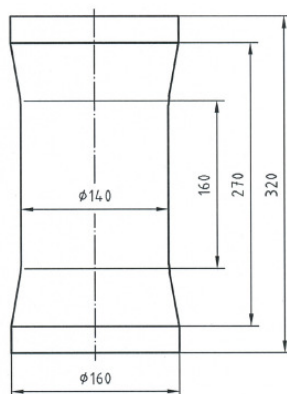


Figure 4.34 : Schéma donnant les dimensions d'une éprouvette 16\*32cm de type « diablo »

Afin d'obtenir cette forme, des moules spécifiques constitués à partir de matière plastique rigide (type PVC) sont utilisés. Les moules se composent de deux parties solidarisiées par plusieurs bandes adhésives afin de faciliter le démoulage.

Comme pour la compression statique double effet, la détermination de la masse nécessaire à la confection d'une éprouvette s'effectue par la formule suivante :

$$m = 1000 * V * \rho_d * (100 + W)/100$$

où

m désigne la masse du mélange à introduire dans l'éprouvette en g,

V désigne le volume de l'éprouvette en mm<sup>3</sup>,

$\rho_d$  désigne la masse volumique apparente sèche du matériau à l'OPM en t/m<sup>3</sup>,

W désigne la teneur en eau du mélange, dans notre cas  $W = W_{OPM+2} = 9,7\%$ .

On remarquera que le coefficient 0,97 provenant du critère de taux de compactage a disparu. La formulation « Lemay » ayant été confectionnées à un taux de compactage de 100%, nous avons choisi de mouler nos éprouvettes dans les mêmes conditions. Nous obtenons finalement, pour la réalisation d'une éprouvette, une masse de matière d'environ 13kg.

Compte tenu des stocks de 0/5 craie dont nous disposons, 6 éprouvettes ont été confectionnées pour être testées en traction directe : 3 à 28 jours de maturation et 3 à 60 jours de maturation. Exposons donc, à présent, la méthodologie des essais de traction directe ainsi que les résultats obtenus.

#### 4.4.3. Essais de traction directe : résultats et interprétations

##### a) Essais de traction directe

L'essai de traction directe sur les éprouvettes de type « diabolos » est régi par la norme NF EN 13286-40 [NF EN 13286-40]. Il consiste comme son nom l'indique à soumettre les éprouvettes de mélange traité au LHR à une sollicitation de traction jusqu'à la rupture afin de déterminer la résistance en traction directe et le module d'élasticité du mélange.

La résistance à la traction directe  $R_t$  (en MPa) est calculée par la formule suivante :

$$R_t = 4 \cdot F_r / \pi \cdot D^2$$

où  $F_r$  est la force à la rupture (en N) et  $D$  le diamètre de la partie centrale de l'éprouvette (ici  $D = 140\text{mm}$ ).

Le module d'élasticité est quant à lui mesuré au cours de l'essai par l'utilisation d'un cadre d'extensométrie [NF EN 13286-43].

Le cadre est constitué de deux anneaux rigides fixés aux parois de l'éprouvette au moyen de trois vis dont les extrémités sont arrondies afin d'éviter de poinçonner localement l'éprouvette. Trois capteurs de déplacement de type LVDT sont fixés à l'anneau supérieur et espacés de  $120^\circ$  par rapport à l'axe central de l'éprouvette. Ils permettent d'obtenir la déformation de la partie centrale de l'éprouvette par mesure de la dilatation entre les deux anneaux. La figure suivante schématise le positionnement du cadre d'extensométrie sur la partie centrale de l'éprouvette « diabolo » :

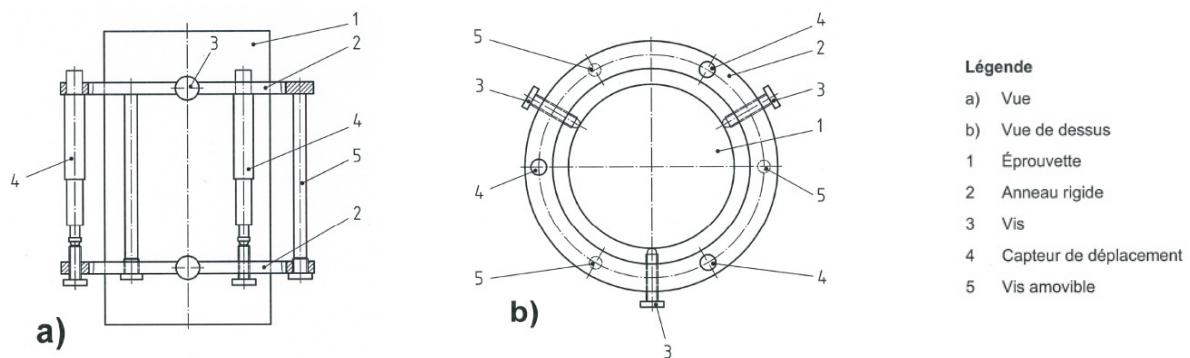


Figure 4.35 : Schéma de positionnement du cadre d'extensométrie pour la détermination du module d'élasticité en traction directe sur éprouvettes « diabolos »

Le module d'élasticité en traction  $E_t$  (en MPa) est alors calculé par la formule suivante :

$$E_t = 1,2 \cdot F_r / \pi \cdot D^2 \cdot \varepsilon_3$$

où  $F_r$  est la force à la rupture (en N) ;  $D$  le diamètre de la partie centrale de l'éprouvette (dans notre cas  $D = 140\text{mm}$ ) ; et  $\varepsilon_3$  la déformation mesurée à 30% de la contrainte à la rupture (quand  $F = 0,3 \cdot F_r$ ).

Afin de pouvoir réaliser ces mesures en traction, l'éprouvette est préalablement équipée de casques en acier permettant de transmettre l'effort de traction au corps de l'éprouvette. Ces casques de diamètre égal à celui de l'éprouvette sont collés en alignement parfait avec les surfaces de l'éprouvette au moyen d'une résine époxy.

Les photographies suivantes illustrent l'état d'une éprouvette à l'issue de la préparation et juste avant un essai de traction :



(a)



(b)

Figure 4.36 : Eprouvette « diablo » après collage des casques (a) et mise en place du cadre d'extensométrie (b)

Voyons à présent les résultats obtenus en traction directe à 28 jours et à 60 jours afin de les comparer à ceux de la formulation « Lemay ».

## b) Résultats et interprétations

- Observations visuelles sur les éprouvettes :

Les figures précédentes montrent qu'à 28 jours, les éprouvettes ont un aspect compact et bien fermées. On distingue peu de vide sur la surface extérieure et les grains les plus fins semblent avoir correctement comblés les interstices entre les grains les plus gros (cette remarque sera à confirmer par une observation du plan de rupture).

- Résultats de traction à 28 jours :

Après 28 jours de maturation, nous obtenons les résultats suivants :

$$R_{t_{28}} = 0,84 \text{ MPa} \quad \text{et} \quad E_{t_{28}} = 22\,000 \text{ MPa}$$

Ces résultats représentent la moyenne effectuée sur les 3 éprouvettes testées.

Ainsi, il semblerait qu'à 28 jours, les performances de la formulation de substitution dépassent légèrement celle de la formulation « Lemay » à 60 jours.

Cela est selon nous dû au dosage en liant très légèrement supérieur dans la formulation de substitution (pour rappel, nous sommes passé de 3,7% à 4% en liant). Cette légère augmentation, qui représente tout de même une hausse de 10% de la quantité totale de ciment, semble suffire pour déplacer à 28 jours des performances initialement atteintes à 60 jours.

Ces résultats ne prétendent pas montrer que l'usage de 0/5 craie en substitution du 0/4 calcaire améliore les paramètres mécaniques du mélange, mais on constate que cela ne perturbe pas la tenue mécanique du mélange final.

De plus, ces résultats montrent également que dans la formulation de mélange traité au LHR, la définition du dosage en liant est une étape primordiale qui doit être réalisée le plus finement possible afin de ne pas surdoser le mélange en ciment et donc donner lieu à des dépenses excessives à l'échelle du chantier.

Voyons à présent si cette tendance se confirme à 60 jours.

- Résultats de traction à 60 jours :

Les essais réalisés après 60 jours de maturation ont donné lieu à des résultats quelque peu surprenants. Le tableau suivant reprend les valeurs de résistance et de module des 3 éprouvettes testées :

ÉPROUVETTE	Rt (MPa)	Et (MPa)
1	0,6	21 000
2	0,55	52 000
3	0,9	51 000

Tableau 4.9 : Résultats des essais de traction des éprouvettes testées à 60 jours



La dispersion des valeurs obtenues nous pose quelques problèmes pour interpréter ces résultats. Si l'on s'en réfère à la norme concernant les mélanges traités aux LHR [NF EN 14227-5], nous devons écarter la valeur qui s'écarte de plus de 20% de la moyenne des résultats et faire ensuite la moyenne des deux valeurs restantes. Ainsi, nous obtenons les valeurs moyennes suivantes (éprouvettes 1 et 2 pour Rt, et éprouvettes 2 et 3 pour Et) :

$$R_{t_{60}} = 0,57 \text{ MPa} \quad \text{et} \quad E_{t_{60}} = 51\,500 \text{ MPa}$$

Par comparaison aux valeurs obtenues à 28 jours, on constate une diminution de la résistance en traction et une augmentation importante du module d'élasticité.

Par expérience, le module obtenu semble beaucoup trop élevé et peu représentatif de la réalité. En effet, pour une grave calcaire classique traitée à 3% de ROC SC, on retient à 60 jours un module de l'ordre de 30 000 MPa [HOLCIM].

De la même manière, la résistance en traction semble beaucoup trop faible puisque classiquement, une grave traitée à 3% en ROC SC présente à 60 jours une résistance de l'ordre de 1 MPa [HOLCIM].

De plus le fait d'obtenir une résistance en traction à 60 jours plus faible qu'à 28 jours est difficilement explicable. Cela peut être observé dans le cas particulier d'une fissuration des éprouvettes suite à des phénomènes de dessiccation mais, dans notre cas, les éprouvettes ont été conservées avec toutes les précautions nécessaires afin d'anticiper ce genre de désagréments. Ainsi, aucune modification de masse ni de fissuration particulière n'a été observée sur les éprouvettes à 60 jours.

Les résultats obtenus doivent donc être interprétés avec prudence et une autre série d'éprouvettes doit être réalisée afin de confirmer ou d'infirmer ces premiers résultats.

Afin de pouvoir estimer les performances à 360 jours et les comparer à celles de la substitution « Lemay », nous allons utiliser les résultats à 28 jours que nous extrapolerons à l'aide des coefficients issus de la norme NF EN 14227-5.

Les résultats prévisionnels à 360 jours sont donc les suivants :

$$R_{t_{360}} = 1,3 \text{ MPa} \quad \text{et} \quad E_{t_{360}} = 31\,000 \text{ MPa}$$

Comme nous l'avons signalé plus haut, ces résultats sont à analyser avec précaution compte tenu du peu de représentativité des coefficients utilisés par la norme et de l'exclusion de certaines valeurs à 60 jours sans qu'aucun biais expérimental ne soit à déplorer.

Cependant, cela nous permet tout de même d'avoir une base de comparaison avec la formulation « Lemay ». La figure suivante positionne les deux formulations à 360 jours sur l'abaque des classes de performances mécaniques de la norme concernant les mélanges traités aux LHR.

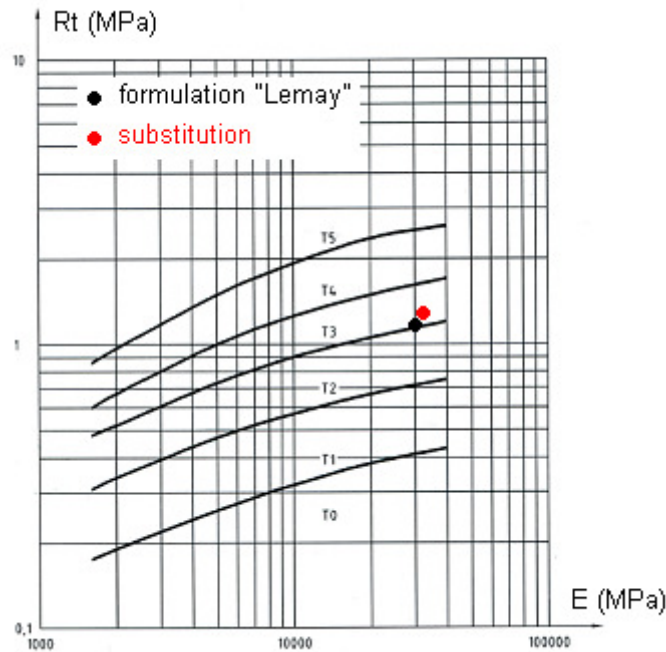


Figure 4.37 : Estimation des classes mécaniques de la formulation « Lemay » et de la substitution obtenues à 360 jours sur l'abaque de classement de la norme NF EN 14227-5

Finalement, compte tenu des mesures effectuées à 28 jours sur la substitution, on peut estimer que le mélange aura tendance à suivre la même évolution que le tout-calcaire.

La présence de craie n'a semble-t-il pas eu d'effets négatifs sur les performances mécaniques du mélange étudié même s'il manque des résultats plus probants à 60 jours afin de confirmer ces propos.

Cette étude nous permet tout de même d'en venir à la conclusion que la substitution du calcaire par de la craie en fraction fine est une voie de valorisation tout à fait envisageable. L'exemple que nous venons d'étudier, nous permet de dire qu'il est a priori possible d'économiser 30% de fraction calcaire dans la conception d'une assise de chaussée visant la classe de performance T3 à 360 jours.

Enfin, une fraction fine de la craie telle que la fraction 0/5 semble être préférable en substitution, compte tenu du mode de confection des éprouvettes et sachant que dans ce type de mélange, ce sont essentiellement les granulats de plus gros diamètre qui donnent la résistance à la structure.

Si ces premiers résultats sont confirmés à 60 jours, ce travail aura permis d'ouvrir la piste à une voie de valorisation intéressante car directement réalisable sur le terrain. Des études plus poussées d'optimisation de la quantité substituée devront être menées afin de maîtriser cette technique. De plus, les essais de traction directe mériteront d'être complétés par des essais de gonflement et de vérification au gel afin de valider totalement l'utilisation de la craie en substitution dans des formulations calcaires.

## CONCLUSIONS

### Formulation en grave traitée

- L'utilisation d'une granulométrie 0/20 associée à un mode de confection par compression statique double effet ne permet pas de compacter efficacement les éprouvettes.
- L'utilisation d'une granulométrie 0/20 et d'un liant hydraulique à forte teneur en laitiers ne sont pas compatibles avec le traitement au chlorure de calcium (problèmes de décantation pendant le traitement et difficultés de prise du liant ensuite).

### Formulation en sable traité

- La confection par compression statique double effet est beaucoup plus adaptée à une granulométrie fine comme le 0/5.
- Même en adoptant un liant capable de faire prise en présence d'ions chlorures, les éprouvettes de matériaux traités au  $\text{CaCl}_2$  ne donnent pas de résultats probants.
- Les éprouvettes témoins présentent des performances mécaniques intéressantes (classement en SOL T2 à 90 jours) et méritent un examen plus poussé en terme de résistance au gel afin de valider l'utilisation du 0/5 craie en assise de chaussée.

### Substitution

- La substitution de 30% de fines calcaires par de la craie au sein d'une formulation de grave traitée ne semble pas modifier le comportement mécanique du mélange.
- Le 0/5 issu de la craie d'Haubourdin semble jouer uniquement un rôle de comblement et d'enrobage des plus gros grains calcaires.
- Afin de valider totalement une telle démarche, des essais complémentaires devront être réalisés par la suite (renouvellement des mesures à 60 jours, vérification au gel, gonflement...).

# CONCLUSIONS GENERALES & PERSPECTIVES

Ces dernières années, la gestion de la ressource minérale est devenue un problème de plus en plus préoccupant en France. Avec une consommation annuelle de plus de 400 millions de tonnes, le secteur du BTP est le plus avide en granulats et cette forte demande ne tendra pas à s'atténuer au cours des quinze prochaines années. Des solutions nécessitent donc d'être mises en place afin de proposer des éléments de réponse à cette problématique économique et environnementale.

C'est donc dans ce contexte que l'entreprise Eurovia et le laboratoire de Génie Civil de l'Ecole Centrale de Lille ont décidé de piloter ce travail de thèse, visant à valoriser la craie dans les assises de chaussées routières. L'expérience de terrain du leader européen des travaux routiers associée aux compétences scientifiques d'un laboratoire de recherche universitaire a ainsi permis de développer de nombreuses idées afin de mieux comprendre le comportement de la craie et d'envisager son emploi en assises routières.

Dans un premier temps, l'étude des données économiques sur le marché des granulats à l'échelle régionale nous a permis de confirmer la tendance observée à l'échelle nationale. La demande en matériaux pour la construction est forte et se fait quasiment en flux tendu. Or, l'étude plus poussée du cadre normatif régissant l'utilisation des granulats en vue de la réalisation d'assises de chaussées traitées, a montré que les normes en place sanctionnent essentiellement des critères intrinsèques aux granulats sans forcément donner d'importance à la présence du liant qui confère une plus grande cohésion au produit final. L'ensemble de ces normes laisse donc peu de place aux matériaux possédant des caractéristiques limites, plus généralement appelés matériaux « hors spécification ». Ouvrir la voie à l'utilisation de ce type de matériaux dans des structures ciblées de chaussées à trafic modéré permettrait alors de conserver les matériaux hauts de gamme pour des utilisations les nécessitant véritablement et ainsi augmenter l'offre en granulats pour les professionnels de la route.

Afin de pouvoir proposer d'éventuels procédés permettant d'intégrer la craie dans les couches d'assises de chaussées, il nous a fallu caractériser ce matériau en choisissant une craie représentative de la région. L'étude de la craie d'Haubourdin, d'un point de vue minéralogique, mécanique et hydraulique nous a donc permis de mettre en évidence les deux principales faiblesses de ce matériau :

- tout d'abord, et par comparaison aux calcaires généralement utilisés en assises routières, la craie présente des caractéristiques mécaniques plutôt faibles qui sont directement liées à sa microstructure constituée d'un empilement grossier de grains de calcite. Cette matrice peu élaborée est très poreuse (de l'ordre de 40%) et

manque de cimentation (ou de ponts solides) entre les particules. Cette structure particulière la rend ainsi très sensible aux moindres efforts d'attrition ce qui se traduit d'un point de vue chantier par la pulvérisation rapide du matériau et la production en grande quantité de particules fines ;

- ensuite, nos travaux ont pu mettre en évidence les effets néfastes de l'eau sur le comportement mécanique de la craie d'Haubourdin. Ceux-ci se traduisent par un affaiblissement brutal des propriétés mécaniques à de très faibles niveaux de saturation en eau (« water weakening effect »). Cet aspect particulier de l'interaction fluide/roche trouverait son explication dans l'existence de forces de type Van der Walls (forces capillaires et électrostatiques) entre l'eau et la matrice crayeuse.

Afin de réduire ces deux sources de faiblesse du matériau, nous nous sommes attachés à développer des procédés permettant d'augmenter les caractéristiques mécaniques de la craie à l'état brut par comblement de sa porosité. Selon nous, la création de ponts solides au sein du matériau est une réponse judicieuse puisqu'elle permet d'améliorer les performances mécaniques de la craie en rendant le squelette plus rigide. De plus, la présence de matière néoformée au cœur de la roche permet de diminuer la porosité globale du matériau, ce qui réduit les surfaces de contact entre la craie et l'eau et par conséquent diminue l'impact des forces de Van der Walls.

Afin d'atteindre cet objectif, différents procédés expérimentaux innovants ont été testés, chacun donnant lieu à des conclusions différentes :

- tout d'abord, le procédé naturel de carbonatation de la portlandite en ambiance  $\text{CO}_2$  permet de recristalliser du carbonate de calcium dans la porosité de la craie. Cette méthode permet d'augmenter les performances mécaniques de la craie de l'ordre de 30% sur des échantillons de taille réduite. Néanmoins, ces résultats ne sont pas obtenus sur du court terme (il faut attendre 2 semaines en moyenne) et le  $\text{CO}_2$  doit être précisément dosé afin de calcifier toute la portlandite et de ne pas attaquer le carbonate de calcium néoformé ;
- le traitement thermique de la craie nous est ensuite apparu comme bénéfique sur les performances mécaniques lors de notre étude sur les effets de l'eau. Ce type de procédé, non envisagé à la base de notre travail car incompatible avec une éthique environnementale, permet toutefois d'augmenter la résistance de la craie de 30 à 70% en deux à trois jours. Ce phénomène difficilement explicable que nous avons appelé « heat hardening effect » par analogie à l'effet de l'eau sur la craie, provoque un écrouissage thermique « mémorisé » par la matrice solide du matériau. Cet écrouissage semble également se traduire par un déplacement du seuil du « pore collapse », indicateur de l'apparition des premières déformations plastiques dans le matériau ;
- des traitements chimiques ont également été mis au point afin de faire cristalliser différents composés dans la porosité de la craie. Par des saturations et des séchages successifs, il semble possible de renforcer la craie par des ponts de chlorure de calcium recristallisés entre les grains de calcite. Ces cristaux néoformés apportent alors un véritable avantage structurel tout en diminuant la porosité globale du matériau. Les échantillons de craie ainsi traités présentent des performances mécaniques deux fois plus importantes que le matériau initial avec une résistance en compression de l'ordre de 38MPa et un module d'Young atteignant 20GPa. Malheureusement, ces performances, très proches de celles de certains calcaires, ne sont pas pérennes car la présence d'eau au cœur du matériau dissout les cristaux néoformés et la roche traitée retrouve alors ces caractéristiques originelles.

Il convient également de préciser dans cette conclusion qu'un autre procédé de traitement innovant a été étudié mais n'a pas pu donner lieu à des expérimentations pour des raisons techniques et de délais. Ce procédé consistait en la création de ponts de carbonate de calcium dans la craie via l'activité microbiologique de certaines bactéries.

Cette technique émergente qui commence à être utilisée dans le domaine du renforcement de sols semble, selon nous, tout à fait adaptable à notre problématique et plus particulièrement au matériau craie. Des résultats intéressants ont déjà été observés sur différents sables mais également sur du tuffeau de minéralogie très proche de la craie, ce qui nous laisse penser que ce traitement peut être une perspective crédible et prometteuse pour la valorisation de notre matériau.

Malgré l'aspect non pérenne des résultats du traitement par saturation au chlorure de calcium, des formulations de matériaux routiers ont été élaborées en combinant ce procédé à un traitement classique au liant hydraulique. L'intérêt d'une telle étude de formulations était de voir si les gains de performances obtenus sur le matériau brut réapparaissent sur les performances du mélange traité.

Deux types de formulations ont donc été étudiées, une grave à base de craie 0/20 traitée au liant hydraulique routier (Roc SC) et un sable à base de craie 0/5 traité au ciment (CEM II).

Les principales conclusions que l'on peut tirer des résultats obtenus sont alors les suivantes :

- dans les deux cas, le traitement préalable de la craie au chlorure de calcium ne permet pas d'augmenter les performances du mélange. Alors que pour le 0/20, on constate clairement une incompatibilité entre le chlorure de calcium et le liant hydraulique routier, il est plus difficile de comprendre l'absence de résultats probants pour le mélange 0/5 ;
- compte tenu de la faiblesse mécanique de la craie, son utilisation en granulométrie fine comme le 0/5, est selon nous plus adaptée à une étude de laboratoire. En effet, certaines étapes inhérentes à la réalisation d'une étude (détermination des paramètres Proctor, réalisation des mélanges et confection des éprouvettes) ont une influence non négligeable sur la granulométrie finale du matériau. Aussi, dans le cas de la craie, l'utilisation d'une granulométrie assez fine initialement permet de se prémunir de ces perturbations liées à l'expérimentation.

Ainsi, bien que présentant des résultats très intéressants sur le matériau brut, le traitement au chlorure de calcium semble atteindre ses limites dans le cadre de notre protocole expérimental. En effet, dans les deux cas, les formulations témoins présentent des caractéristiques supérieures aux formulations ayant bénéficiées de ce traitement. Signalons également que dans le cas du 0/5, les performances à 60 jours de la formulation témoin sont intéressantes avec un classement envisagé en SOL T2 à 90 jours. Cette classe de performance peut éventuellement être visée pour des chaussées à faible trafic, mais il faudrait alors poursuivre cette étude par différents essais (résistance et gonflement après immersion, vérification au gel) afin de valider l'utilisation de ce type de matériaux en assise de chaussée.

Enfin, nos travaux de recherches nous ont également amenés à envisager une utilisation de la craie par substitution dans des formulations existantes. Pour cela, nous avons incorporé dans une formulation calcaire performante 30% de craie sous forme d'un sable 0/5 afin de voir si une telle manipulation pouvait influencer les performances du mélange. Malgré des résultats quelques peu dispersés, il semblerait que l'ajout de fines crayeuses ne modifie pas les propriétés mécaniques du mélange. Celui-ci présente notamment des performances à 28 jours similaires à la formulation témoin. La résistance du mélange étant donnée par les granulats les plus gros, la craie ne jouerait alors qu'un rôle d'enrobage des grains et de comblement de vide ce qui expliquerait ces résultats.

Cependant, des essais supplémentaires à 60 jours et plus méritent d'être réalisés pour garantir ces premiers résultats. Si les bonnes caractéristiques mécaniques de ce type de mélange sont confirmées, des études plus poussées devront être menées (résistance et gonflement après immersion, vérification au gel) pour valider l'usage de la craie en substitution. Enfin, si ces différents critères normatifs sont à leur tour respectés, des perspectives nouvelles et directement réalisables sur le terrain s'ouvriront alors, ce qui nécessitera des études plus poussées en terme d'optimisation des quantités substituées.

# **REFERENCES**

# **BIBLIOGRAPHIQUES**



- [ACHOUR] A. Achour et al., La chirurgie osseuse additive en parodontie : les matériaux de comblement – Mémoire de fin d'étude en vue de l'obtention du diplôme d'état de Chirurgien Dentiste, Université Badji Mokhtar Annaba Faculté de Médecine, 2005
- [AGOSTINI] F. Agostini, Inertage et valorisation des sédiments de dragage marin, Thèse de Doctorat, Université des Sciences et Technologies de Lille et Ecole Centrale de Lille, 2006
- [BANU] M. Banu, Mise en forme d'apatites nanocristallines : céramiques et ciments, Thèse de Doctorat, Institut National Polytechnique de Toulouse, 2005
- [BASHEER] L. Basheer et al., Influence of coarse aggregate on the permeation, durability and the microstructure characteristics of ordinary Portland cement concrete, Construction and Building Materials, 2005, Volume 19, pp 682-690
- [BELL] F.G Bell et al., A review of selected engineering geological characteristics of English Chalk, Engineering Geology, 1999, Volume 54, pp 237-269
- [BERTHIER] J. Berthier, Projet et construction de routes, Techniques de l'ingénieur, traité Construction C5 500
- [BIJU DUVAL] B. Biju Duval, Géologie sédimentaire, Publications de l'Institut Français du Pétrole, Editions Technip Paris, 1999, pp735, ISBN 2-7108-0760-2
- [BILLARD] J. Billard, Abrégé d'histoire des routes, [www.lcpc.fr/fr/sources/hist-routes.dml](http://www.lcpc.fr/fr/sources/hist-routes.dml), consulté le 15/09/2009
- [BISSCHOP] J. Bisschop, J.G.M. van Mier, Effect of aggregates and microcracks on the drying rate of cementitious composites, Cement and Concrete Research, 2008, Volume 38, pp 1190-1196
- [CARON] J.M. Caron, La planète Terre, Collection Comprendre et Enseigner, Editions Ophrys, Paris, 1992, pp271, ISBN 2-7080-0593-6
- [CARPENA] J. Carpena, J-L. Lacout, Les céramiques apatitiques spécifiques : Matériaux à base de phosphates de calcium pour le stockage des déchets radioactifs, L'actualité chimique, 2005, n°285-86, pp 66-71
- [CETE] Centre d'Etudes Techniques de l'Equipement Nord Picardie, Identification géotechnique de la craie d'Haubourdin pour S.A Recynor, 11 février 2000

- [CER] Cellule Economique Régionale de Champagne Ardenne, Guide pour l'emploi de matériaux locaux en Champagne Ardenne – Livret n°4 : Utilisation de la craie en technique routière, Janvier 2005
- [CHEN 1] X. Chen, Effet du chauffage sur le comportement mécanique et poro-mécanique de matériaux cimentaires. Propriétés hydrauliques et changements morphologiques, Thèse de Doctorat, Université des Sciences et Technologies de Lille et Ecole Centrale de Lille, 2009
- [CHEN 2] X. Chen et al., Experimental evidence of a moisture clog effect in cement-based materials under temperature, Cement and Concrete Research, 2009, Volume 39, pp 1139-1148
- [CLAUDOT] H. Claudot-Loosveldt, Etude expérimentale des comportements hydraulique et poro-mécanique d'un mortier sain ou dégradé chimiquement, Thèse de Doctorat, Université des Sciences et Technologies de Lille et Ecole Centrale de Lille, 2002
- [D'HEM] P. D'HEM et al., Stabilisation of chalk in north-west France, Proceedings of the International Chalk Symposium, Brighton, 1989, Thomas Telford Press, London, pp449-456
- [DEJONG] J.T DeJong et al., Bio-mediated soil improvement, Ecological Engineering, 2010, Volume 36, pp 197-210
- [DELAGE] P. Delage et al., Subsidence and capillary effects in chalk, Eurock'96 Symposium, Rotterdam, 1996
- [DELISLE] J.P. Delisle, F. Alou, Matériaux de construction 1, Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne, Octobre 1978
- [DESSENNE] J.L. Dessenne, Etude rhéologique et géotechnique de la craie, Thèse de Doctorat, Université de Grenoble I, 1971
- [DI MAIO] A. Di Maio et al., Failure mechanism of concrete, combined effects of coarse aggregates and specimen geometry, Construction and Building Materials, 1996, Volume 10, pp 571-575
- [DIAMOND] S. Diamond, Mercury porosimetry: An inappropriate method for the measurement of pore size distributions in cement-based material, Cement and Concrete Research, 2000, Volume 30, pp 1517-1525
- [DOMINGO] C. Domingo, Control of calcium carbonate morphology by precipitation in compressed and supercritical carbon dioxide media, Journal of Crystal Growth, 2004, Volume 271, pp 268-273
- [DONGMO] B-J Dongmo – Engeland, Caractérisation des déformations d'orniérage des chaussées bitumineuses, Thèse de doctorat, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, Mars 2005

- [DOREMUS] C. Doremus, Les craies du Nord de la France : correlations entre la lithostratigraphie, la microstructure et les propriétés mécaniques, Thèse de Doctorat, Université des Sciences et Technologies de Lille, Juillet 1978
- [DRIRE] Direction Régionale de l'Industrie, de la Recherche et de l'Environnement Nord – Pas de Calais, L'industrie au regard de l'environnement IRE 2008, Décembre 2008
- [DUPAIN] R. Dupain et al., Granulats, Sols, Ciments et Bétons – Caractérisation des matériaux de génie civil par les essais de laboratoires, Educavivre, Editions Casteilla Paris, 2000, ISBN 2-7135-2064-9
- [DUPERRET] A. Duperret et al., Effect of groundwater and sea weathering cycles on the strenght of chalk rock from unstable coastal cliffs on NW France, Engineering Geology, 2005, Volume 78, pp 321-343
- [DURAND] J.M. Durand et al., Technique des petits barrages en Afrique sahéenne et équatoriale, Jouve Impressions, Paris, 1999, ISBN 2-85362-511-7
- [ESTEOULE] J. Estéoule, C. Istvan, Evolution on the grain size of clay-sandy soils subjected to dynamic and static compactions, Bulletin of the international Association of Engineering Geology, 1991, Volume 43
- [FAURE] M. Faure, Routes – Les cours de l'ENTPE, Editions ALEAS Lyon, 1998, Tome 2, pp255, ISBN 2-908016-90-7
- [FOLK] R.L. Folk, Practical petrographic classification of limestones, Bulletin of the American Association of Petroleum Geologists, January 1959, Volume 43, pp1-38
- [GHOSH] P. Ghosh et al., Use of microorganism to improve the strenght of cement mortar, Cement and Concrete Research, 2005, Volume 35, pp 1980-1983
- [GRASSL] P. Grassl et al., Influence of aggregate size and volume fraction on shrinkage induced micro-cracking of concrete and mortar, Cement and Concrete Research, 2010, Volume 40, pp 85-93
- [GTR] SETRA - LCPC, Guide technique de réalisation des remblais et des couches de forme, 2<sup>ème</sup> édition, Juillet 2000
- [GTS 1] SETRA – LCPC, Guide technique de traitement de sols – Application à la réalisation des remblais et des couches de forme, Janvier 2000
- [GTS 2] SETRA, Guide Technique. Traitement des sols à la chaux et/ou aux liants hydrauliques – Application à la réalisation des assises de chaussées, Septembre 2007

- [HAN] Y.S. Han et al., Effect of flow rate and CO<sub>2</sub> content on the phase and morphology of CaCO<sub>3</sub> prepared by bubbling method, Journal of Crystal Growth, 2005, Volume 276, pp 541-548
- [HELLEMANN] R. Hellemann et al., Experimental pressure solution compaction of chalk in aqueous solutions. Part1. Deformation behaviour and chemistry, water-rock interactions, The Geochemical Society, special publication No. 7, 2002, pp 129-152
- [HENRY] J.M. Henry et al., Exemple d'emploi de craie traitée à la chaux en infrastructure linéaire : la LGV Est européenne – Lot 22 entre Taissy et Gueux, Communication TREMTI, 2005
- [HERMANSEN] H. Hermansen et al., Experiences after 10 years of waterflooding the Ekofisk Field Norway, Journal of Petroleum Science and Engineering, 2000, Volume 26, pp 11-18
- [HIGGINBOTTOM] I.E. Higginbottom, The engineering geology of the chalk, Proceedings of the Symposium on chalk in Earthworks. Institution of Civil Engineers, London, 1965, pp 1-14
- [HOLCIM] Holcim, Fiche technique ROC SC, disponible en ligne sur <http://www.holcim.fr> à la date du 4/11/2008
- [HOMAND] S. Homand, J.F. Shao, Mechanical behaviour of a porous chalk and effect of saturating fluid, Mechanics of cohesive-frictional materials, 2000, Volume 5, pp 583-606
- [IFEN] Institut Français de l'Environnement, Lettre thématique mensuelle, Octobre 2006
- [INSEE] Institut National de la Statistique et des Données Economiques, [www.insee.fr](http://www.insee.fr), consulté le 8/10/2009
- [JONKERS] H.M. Jonkers et al., Application of bacteria as self-healing agent for the development of sustainable concrete, Ecological Engineering, 2010, Volume 36, pp 230-235
- [LE METAYER] G. Le Métayer-Levrel et al., Applications of bacterial carbonatogenesis to the protection and regeneration of limestones in buildings and historic patrimony, Sedimentary Geology, 1999, Volume 126, pp 25-34
- [LI] Z. Li and al., CO<sub>2</sub> sequestration in depleted oil and gas reservoirs – caprock characterization and storage capacity, Energy Conversion and Management, 2006, Volume 47, pp 1372-1382
- [LION 1] M. Lion, Influence de la température sur le comportement poromécanique ou hydraulique d'une roche carbonatée et d'un mortier. Etudes expérimentales, Thèse de Doctorat, Université des Sciences et Technologies de Lille et Ecole Centrale de Lille

- [LION 2] M. Lion, F. Skoczylas, B. Ledésert, Determination of the main hydraulic and poro-elastic properties of a limestone from Bourgogne France, International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences, 2004, Volume 41, pp 915-925
- [LION 3] M. Lion, F. Skoczylas, B. Ledésert, Effects of heating on the hydraulic and poroelastic properties of bourgogne limestone, International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences, 2005, Volume 42, pp 508-520
- [LORD] J.A. Lord, D. Twine, H. Yeow, Foundations in Chalk. Construction Industry and Information Association, Funders Report CP/13, CIRIA Project Report 11, London, 1994
- [LORINO] T. Lorino, Autopsie d'une chaussée, Publication du Laboratoire Central des Ponts et Chaussées,
- [MAILLOT] R. Maillot, Mémento technique des granulats, Les Presses de l'Ecole des Mines de Paris, 2001, pp 166, ISBN 2-911762-29-0
- [MASSON] M. Masson, Péetrophysique de la craie, Compte Rendu des journées d'études organisées le 3 et 4 novembre 1971 au LRPC de Rouen, 1971
- [MATA] C. Mata, Etude expérimentale et modélisation mécanique des effets du balayage à l'eau dans une craie saturée d'huile : application à l'industrie pétrolière, Thèse de Doctorat, Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, 2001
- [MEDDAH] M.S. Meddah et al., Effect of content and particle size distribution of coarse aggregate on the compressive strength of concrete, Construction and Building Materials, 2010, Volume 24, pp 505-512
- [MONTES 1] G. Montes-Hernandez et al., Calcite precipitation from CO<sub>2</sub>-H<sub>2</sub>O-Ca(OH)<sub>2</sub> slurry under high pressure of CO<sub>2</sub>, Journal of Crystal Growth, 2007, pp 228-236
- [MONTES 2] G. Montes-Hernandez, Textural properties of synthetic nano-calicte produced by hydrothermal carbonation of calcium hydroxide, Journal of Crystal Growth, 2008, Volume 310, pp 2946-2953
- [MORTIMORE 1] R.N. Mortimore, P.M. Fielding, The relationship between texture, density, and strength of chalk, Proceedings of the International Chalk Symposium, Brighton, 1990, Thomas Telford Press, London, pp133-152
- [MORTIMORE 2] R.N. Mortimore, Chalk or chalk ?, Proceedings of the International Chalk Symposium, Brighton, 1989, Thomas Telford Press, London, pp15-45
- [MOUNANGA] P. Mounanga, Etude expérimentale du comportement des pâtes de ciment au très jeune âge : hydratation, retraits, propriétés thermophysiques, Thèse de Doctorat, Université de Nantes Faculté des Sciences et Techniques, 2003

- [NF EN 933-1] AFNOR, Essais pour déterminer les caractéristiques géométriques des granulats – Partie 1 : détermination de la granularité – Analyse granulométrique par tamisage, Décembre 1997
- [NF EN 933-3] AFNOR, Essais pour déterminer les caractéristiques géométriques des granulats – Partie 3 : détermination de la forme des granulats – Coefficient d’aplatissement, Mars 1997
- [NF EN 933-8] AFNOR, Essais pour déterminer les caractéristiques géométriques des granulats – Partie 8 : qualification des fines – Equivalent de sable, Août 1999
- [NF EN 933-9] AFNOR, Essais pour déterminer les caractéristiques géométriques des granulats – Partie 9 : qualification des fines – Essai au bleu de méthylène, Août 1999
- [NF EN 1097-1] AFNOR, Essais pour déterminer les caractéristiques mécaniques et physiques des Granulats – Partie 1 : méthodes pour la détermination de la résistance à l’usure (micro-Deval), Avril 2004
- [NF EN 1097-2] AFNOR, Essais pour déterminer les caractéristiques mécaniques et physiques des Granulats – Partie 2 : méthodes pour la détermination de la résistance à la fragmentation
- [NF EN 1925] AFNOR, Méthodes d’essai pour pierres naturelles – détermination du coefficient d’absorption d’eau par capillarité, Juillet 1999
- [NF EN 12620] AFNOR, Granulats pour bétons, Août 2003
- [NF EN 13043] AFNOR, Granulats pour mélanges hydrocarbonés et pour enduits superficiels utilisés dans la construction des chaussées, aéroports et d’autres zones de circulation, Août 2003
- [NF EN 13242] AFNOR, Granulats pour matériaux traités aux liants hydrauliques et matériaux non traités utilisés pour les travaux de génie civil et pour la construction des chaussées, Août 2003
- [NF EN 13282-2] AFNOR, Liants hydrauliques routiers – Partie 2 : composition, spécifications et critères de conformité des liants hydrauliques routiers à durcissement normal, Juillet 2002
- [NF EN 13286-40] AFNOR, Mélanges traités et mélanges non traités aux liants hydrauliques Partie 40 : Méthode d’essai pour la détermination de la résistance à la traction directe des mélanges traités aux liants hydrauliques, Juillet 2003
- [NF EN 13286-42] AFNOR, Mélanges traités et mélanges non traités aux liants hydrauliques Partie 42 : Méthode d’essai pour la détermination de la résistance à la traction indirecte des mélanges traités aux liants hydrauliques, Septembre 2003

- [NF EN 13286-43] AFNOR, Mélanges traités et mélanges non traités aux liants hydrauliques Partie 43 : Méthode d'essai pour la détermination du module d'élasticité des mélanges traités aux liants hydrauliques, Septembre 2003
- [NF EN 13286-52] AFNOR, Mélanges traités et mélanges non traités aux liants hydrauliques Partie 52 : Méthode de confection par vibrocompression des éprouvettes de matériaux traités aux liants hydrauliques, Mai 2005
- [NF EN 13286-53] AFNOR, Mélanges traités et mélanges non traités aux liants hydrauliques Partie 53 : Méthode de confection par compression axiale des éprouvettes de matériaux traités aux liants hydrauliques, Mai 2005
- [NF EN 14227-5] AFNOR, Mélanges traités aux liants hydrauliques – Spécifications – Partie 5 : Mélanges traités au liant hydraulique routier, Février 2005
- [NF EN 14227-10] AFNOR, Mélanges traités aux liants hydrauliques Spécifications Partie 13 : Sol traité au ciment, Décembre 2006
- [NF EN 14227-13] AFNOR, Mélanges traités aux liants hydrauliques Spécifications Partie 13 : Sol traité au liant hydraulique routier, Décembre 2006
- [NF P94-078] AFNOR, Sols : Reconnaissance et essais – Indice CBR après immersion - Indice CBR immédiat – Indice Portant Immédiant – Mesure sur échantillon compacté dans le moule CBR, Mai 1997
- [NF P94-093] AFNOR, Sols : Reconnaissance et essais – Détermination des références de compactage d'un matériau Essai Proctor Normal – Essai Proctor Modifié, Octobre 1999
- [NF P98 082] AFNOR, Chaussées – Terrassements – Dimensionnement des chaussées routières – Détermination des trafics routiers pour le dimensionnement des structures de chaussées, Janvier 2004
- [NF P98 230-3] AFNOR, Essais relatifs aux chaussées Préparation des matériaux traités aux liants hydrauliques ou non traités Partie 3 : Fabrication en laboratoire de mélange de graves ou de sables pour la confection d'éprouvettes, Décembre 1993
- [NF P98 234-2] AFNOR, Comportement au gel – Essais relatifs aux chaussées – Partie 2 : essai de gonflement au gel des sols et matériaux granulaires traités ou non de D inférieur ou égal à 20mm, Février 1996
- [PRAMANIK] S. Pramanik et al., Development of high strength hydroxyapatite by solid-state-sintering process, *Ceramics International*, 2007, Volume 33, pp 419-426
- [PRELOT] B. Prélôt, T. Zemb, Mécanisme de précipitation de phosphates de calcium dans des cristaux liquides, Rapport CEA-R-6051, 2004, ISSN 0429-3460

- [PRIOL] G. Priol et al., Influence des fluides sur le comportement différé de la craie, XXIIème Rencontres Universitaires de Génie Civil – Ville et Génie Civil, 2004
- [RAT] M. Rat, M. Schaeffner, Classification of Chalks and conditions of use in embankments, Proceedings of the International Chalk Symposium, Brighton, 1989, Thomas Telford Press, London, pp425-440
- [REGNAULT] O. Regnault et al., Etude expérimentale de la réactivité du CO<sub>2</sub> supercritique vis-à-vis de phases minérales pures. Implications pour la séquestration géologique de CO<sub>2</sub>, C.R. Geoscience, 2005, Volume 337, pp 1331-1339
- [RISNES 1] R. Risnes et al., Changes in mechanical properties of chalk caused by deformation and by pressure, Eurock '94 Symposium, Copenhague, 1994
- [RISNES 2] R. Risnes, Deformation and yield in high porosity outcrop chalk, Physics and Chemistry of the Earth, 2001, Volume 26, pp 53-57
- [SCHROEDER 1] C. Schroeder, Du coccolithe au réservoir pétrolier : Approche phénoménologique du comportement mécanique de la craie en vue de sa modélisation à différentes échelles, Thèse de doctorat, Université de Liège Faculté des Sciences appliquées, 2003
- [SCHROEDER 2] C. Schroeder, Le « pore collapse » : aspect particulier de l'interaction fluide – squelette dans les craies ?, Colloque International « Craies et Schistes » - Bruxelles 20-21 Mars, 1995
- [SGM] Secrétariat Général de la Mer, Extraction de granulats marins : Document d'orientation pour une politique nationale, Version 3, Juin 2006
- [SHAO] J.F. Shao, Etude du comportement d'une craie blanche très poreuse et modélisation, Thèse de Doctorat, Université des Sciences et Techniques de Lille, 1987
- [SPINK] T.W. Spink, D.R. Norbury, The engineering description of chalk, Proceedings of the International Chalk Symposium, Brighton, 1990, Thomas Telford Press, London, pp153-159
- [TAIBI] S. Taibi et al., The effect of suction on the hydro-mechanical behaviour of chalk rocks, Engineering Geology, 2009, Volume 106, pp 40-50
- [TALESNICK] M. Talesnick et al., The effect of water content on the mechanical response of a high porosity chalk, International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences, 2007, Volume 44, pp 584-600
- [UNICEM 1] Union Nationale des Industries de Carrières Et de Matériaux de construction, Plaqueette : Le marché des granulats en 2008, Janvier 2009



- [UNICEM 2] Union Nationale des Industries de Carrières Et de Matériaux de construction, Dossier de Presse – Communiqué du 14 mai 2008 à Paris, 2008
- [UNPG] Union Nationale des Producteurs de Granulats, Plaquette : Marché des granulats en 2004, Décembre 2005
- [USIRF] Union des Syndicats de l'Industrie Routière Française, Fiche technique : Le patrimoine routier français, Août 2009
- [VAN MEURS] G. Van Meurs et al., The challenge to adapt soil properties, 5th International Congress on Environmental Geotechnics, Cardiff, June 2006, Edited by H.R Thomas, ISBN : 9-7807-2773-4747, pp 1658
- [VAN PAASSEN] L. Van Paassen, Biogrout : Ground Improvement by Microbially Induced Carbonate Precipitation, Thèse de Doctorat, Université de Technologie de Delft Pays-Bas, Octobre 2009
- [VECOVEN] J. Vecoven, P. Dumur, Un liant hydraulique routier adapté au traitement des matériaux à caractère basique, Revue générale des routes et des aérodromes, Septembre 2003, Volume 820, pp 65-71
- [VOIRIN] J. Voirin et al., Prévision de la résistance à long terme de mélanges routiers traités aux liants hydrauliques, Bulletin des Laboratoires de Ponts et Chaussées, Volume 231, pp 3-16
- [WAKELING] T.R.M. Wakeling, A comparison of the results of standard site investigation methods against the results of a detailed geotechnical investigation in Middle Chalk at Mundford Norfolk, Proceedings of a Conference on in situ Investigations in Soils and Rocks. British Geotechnical Society, London, 1970, pp 17-22
- [WARD] W.H. Ward, J.B. Burland, R.W. Gallois, Geotechnical assessment of a site at Mundford, Norfolk, for a large proton accelerator, 1968, Geotechnique volume 18, pp399-431
- [WHIFFIN] V.S.Whiffin et al., Microbial Carbonate Precipitation as a soil improvement technique, Geomicrobiology Journal, 2007, Volume 24, pp 417-423
- [XIE] S. Xie, Contribution à l'étude du comportement mécanique d'une roche poreuse, Thèse de Doctorat, Université des Sciences et Technologies de Lille, 2005
- [XP P18 545] AFNOR, Granulats – Eléments de définition, conformité et codification, Février 2004