



HAL
open science

Analyse à l'échelle microscopique des phénomènes d'humectation et de dessiccation des argiles

Tatiana Maison

► **To cite this version:**

Tatiana Maison. Analyse à l'échelle microscopique des phénomènes d'humectation et de dessiccation des argiles. Autre. Ecole Centrale Paris, 2011. Français. NNT : 2011ECAP0004 . tel-00594238

HAL Id: tel-00594238

<https://theses.hal.science/tel-00594238>

Submitted on 19 May 2011

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

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



**ÉCOLE CENTRALE DES ARTS
ET MANUFACTURES
« ÉCOLE CENTRALE PARIS »**

THÈSE
présentée par

Tatiana MAISON

pour l'obtention du

GRADE DE DOCTEUR

Spécialité : Géologie / Géotechnique

Laboratoire d'accueil : Mécanique des Sols, Structures et Matériaux (MSSMat)

SUJET : Analyse à l'échelle microscopique des phénomènes d'humectation et de dessiccation des argiles

Soutenue le : 17 janvier 2011 devant un jury composé de :

Mr Félix DARVE (INPG-France)
Mr Jean-Pierre MAGNAN (LCPC-France)
Mr Enrique E. ROMERO MORALES (UPC-Espagne)
Mr Pierre DELAGE (ENPC-France)
Mr Lyesse LALOUI (EPFL-Suisse)
Mr Jean-Marie FLEUREAU (ECP-France)
Mr Farid LAOUAFA (INERIS-France)

Examineur
Examineur
Examineur
Rapporteur
Rapporteur
Directeur de thèse
Co-directeur de thèse

*"Le danger, ce n'est pas ce qu'on ignore, c'est ce que
l'on tient pour certain et qui ne l'est pas."*

Mark Twain

REMERCIEMENTS

Je tiens tout d'abord à remercier Monsieur Jean-Marie Fleureau, professeur à l'Ecole Centrale Paris (ECP), et Monsieur Farid Laouafa, ingénieur de recherche à l'Institut National de l'Environnement Industriel et des Risques (INERIS), d'avoir assuré la direction de ma thèse et de m'avoir suivi sur les chemins à peine explorés de la microscopie électronique environnementale appliquée aux argiles.

Je remercie Monsieur Pierre Delage, Directeur de Recherche à l'Ecole Nationale des Ponts et Chaussées (ENPC), et Monsieur Lyesse Laloui, Directeur du Laboratoire de Mécanique des Sols de l'Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne (EPFL), pour avoir bien voulu accepter la tâche de rapporteur de ce manuscrit.

Je remercie également Monsieur Félix Darve, Professeur au Laboratoire 3S-R et président de ce jury, Monsieur Jean-Pierre Magnan, Professeur au Laboratoire Central des Ponts et Chaussées (LCPC), et Monsieur Enrique Romero-Morales, Directeur du laboratoire de géotechnique de l'Université Polytechnique de Catalogne (UPC) d'avoir accepté d'être membres du jury.

Je remercie Monsieur Mehdi Ghoreychi, directeur de la Direction des Risques du Sol et du Sous-sol de l'INERIS, pour m'avoir accueillie au sein de sa direction pendant ces années de thèse.

J'ai une pensée particulière pour Monsieur Jean-Bernard Kazmierczak, responsable de l'Unité des Risques Naturels, Ouvrages et Stockages, qui a toujours poussé et défendu ces recherches contre vents et marées, et qui, comble de malchance, fût dans de lointaines contrées le jour de la soutenance.

Je suis reconnaissante à Monsieur Patrice Delalain, initiateur de la microscopie électronique environnementale à l'INERIS, de m'avoir formée à cette technique exigeante, de m'en avoir montré toute son étendue et ses possibilités novatrices, de m'avoir toujours soutenu dans mes idées d'essais et de développements et de m'avoir montré que : « Là où il y a une volonté, il y a un chemin ».

Je remercie vivement l'ensemble du personnel de la Direction des Risques du Sol et du Sous-Sol à l'INERIS, dont la bonne humeur, l'entrain et le bon esprit ont rendu ces années de thèse particulièrement agréables, dans les bons moments comme dans les autres...

TABLE DES MATIERES

1. INTRODUCTION	16
2. ETAT DES CONNAISSANCES SUR LE RETRAIT-GONFLEMENT DES SOLS ARGILEUX....	22
2.1 LES ARGILES	26
2.1.1 <i>Structure d'une argile</i>	26
2.1.2 <i>Texture d'une argile</i>	27
2.1.3 <i>Principales argiles</i>	28
2.1.4 <i>Surface spécifique et capacité de fixation</i>	30
2.2 L'EAU, L'AIR ET L'ARGILE	32
2.2.1 <i>Introduction sur les différents couplages</i>	32
2.2.2 <i>Adsorption-désorption</i>	34
2.2.3 <i>Humidification et gonflement</i>	37
2.2.4 <i>Teneur et potentiel de l'eau</i>	45
2.2.5 <i>Relation entre la succion et l'humidité relative : courbe de rétention</i>	48
2.3 OBSERVATIONS AU MEBE.....	56
2.3.1 <i>Comportement visco-hydro-mécanique de la craie : étude expérimentale microscopique (Nguyen, 2009)</i> 57	
2.3.2 <i>Etude de la localisation de l'eau dans la structure poreuse par comparaison de quatre sols (Ferber, 2005)</i>	59
2.3.3 <i>Etude expérimentale de la sorption d'eau et du gonflement des argiles par MEBE et analyse digitale d'images (Montes-H., 2002)</i>	60
2.3.4 <i>Comparaison du retrait-gonflement de deux argiles à l'échelle microscopique (MEBE) et mésoscopique (laboratoire) (Romero & Simms, 2008)</i>	62
2.4 CARACTERISATIONS EXPERIMENTALES.....	64
3. ARGILES ETUDIEES	67
3.1 MONTMORILLONITE GRECQUE	67
3.1.1 <i>Géologie du site</i>	67
3.1.2 <i>Caractérisation minéralogique et géotechnique</i>	69
3.1.3 <i>Comportement « hydrique »</i>	71
3.1.4 <i>Synthèse des caractéristiques de la montmorillonite grecque</i>	72
3.2 ARGILE VERTE DE ROMAINVILLE.....	74
3.2.1 <i>Géologie du site</i>	74
3.2.2 <i>Caractérisation minéralogique et géotechnique</i>	75
3.2.3 <i>Essais par diffraction des rayons X (DRX)</i>	78
3.2.4 <i>Comportement « hydrique »</i>	78
3.2.5 <i>Essais de caractérisation géotechnique de laboratoire</i>	80
3.2.6 <i>Synthèse des caractéristiques de l'argile verte de Romainville</i>	82
4. METHODES EXPERIMENTALES.....	83
4.1 MICROSCOPE ELECTRONIQUE A BALAYAGE ENVIRONNEMENTAL (MEBE).....	83
4.1.1 <i>Principe du MEBE</i>	83
4.1.2 <i>Modélisation du champ thermique au sein d'un échantillon</i>	86
4.1.3 <i>Modélisation de l'effet du scotch carbone sur l'intensité de la déformation surfacique</i>	91
4.1.4 <i>Platine de refroidissement (Platine Peltier)</i>	93
4.1.5 <i>Avantages et inconvénients du MEBE</i>	95
4.2 DEVELOPPEMENT D'UN SYSTEME DE MICRO-PESEE DANS LE MEBE	96
4.2.1 <i>Introduction</i>	96
4.2.2 <i>Démarche générale du développement expérimental et de l'essai</i>	97
4.2.3 <i>Principe de l'essai</i>	99
4.2.4 <i>Protocole d'essai</i>	100
4.2.5 <i>Avantages et inconvénients de la méthode</i>	101
4.2.6 <i>Validité des conditions expérimentales</i>	101
4.2.7 <i>Exemple de résultats</i>	103
4.2.8 <i>Remarques</i>	110
4.3 POROSIMETRIE BET.....	110
4.3.1 <i>Principe de la porosimétrie BET</i>	110

4.3.2	<i>Etat initial par la porosimétrie BET</i>	112
4.4	DIFFRACTION DES RAYONS X.....	116
4.5	MICROSCOPE ELECTRONIQUE A BALAYAGE ENVIRONNEMENTAL HAUTE RESOLUTION.....	117
4.6	PROTOCOLE EXPERIMENTAL DES ESSAIS MESOSCOPIQUES D'HUMIDIFICATION-SECHAGE	118
5.	ESSAIS A L'ECHELLE MICROSCOPIQUE	123
5.1	MISE EN ŒUVRE D'UN PROTOCOLE EXPERIMENTAL POUR LES ESSAIS DE RETRAIT-GONFLEMENT AU MEBE123	
5.1.1	<i>Essais sur agrégats</i>	124
5.1.2	<i>Essais sur échantillons cubiques</i>	131
5.1.3	<i>Problèmes expérimentaux rencontrés</i>	131
5.2	MONTMORILLONITE GRECQUE (AGREGATS DE 50 μ M).....	133
5.2.1	<i>Observations et courbes de retrait-gonflement</i>	133
5.2.2	<i>Cinétiques de retrait-gonflement</i>	137
5.3	ARGILE VERTE DE ROMAINVILLE (AGREGATS DE 50 μ M).....	145
5.3.1	<i>Observations et courbes de retrait-gonflement</i>	145
5.3.2	<i>Cinétiques de retrait-gonflement</i>	148
5.4	PETITS AGREGATS DE MONTMORILLONITE GRECQUE (10 μ M)	153
5.4.1	<i>Observations et courbes de retrait-gonflement</i>	153
5.4.2	<i>Cinétiques de retrait-gonflement</i>	156
5.5	GROS AGREGATS DE MONTMORILLONITE GRECQUE (100 μ M).....	161
5.5.1	<i>Observations et courbes de retrait-gonflement</i>	161
5.5.2	<i>Cinétiques de retrait-gonflement</i>	162
5.6	PILOTAGE EN TEMPERATURE.....	167
5.6.1	<i>Observations et courbes de retrait-gonflement</i>	167
5.6.2	<i>Cinétiques de retrait-gonflement</i>	169
5.7	COMMENTAIRES GENERAUX SUR LES RESULTATS A L'ECHELLE MICROSCOPIQUE	174
5.7.1	<i>Courbes de retrait-gonflement</i>	174
5.7.2	<i>Validité des mesures</i>	175
5.8	ANALYSE COMPARATIVE DES REPONSES DES DEUX ARGILES	176
5.8.1	<i>Montmorillonite grecque/Argile verte de Romainville</i>	176
5.8.2	<i>Influence de la taille des agrégats sur la réponse hydrique</i>	179
5.8.3	<i>Essais contrôlés en pression ou en température</i>	182
6.	ESSAIS COMPLEMENTAIRES A L'ECHELLE MESOSCOPIQUE	186
6.1	COURBES DE RETENTION.....	186
6.2	OBSERVATIONS MICROSCOPIQUES (MEBE ET MEBE-HR).....	188
6.3	POROSIMETRIE B.E.T.....	197
6.4	COMPARAISONS DES DEFORMATIONS MESUREES A L'ECHELLE MICROSCOPIQUE ET MESOSCOPIQUE....	199
6.5	SYNTHESE.....	200
7.	SYNTHESE DES ESSAIS REALISES.....	201
8.	METHODES SIMPLES POUR L'ESTIMATION DU RETRAIT-GONFLEMENT.....	206
8.1	ETAT DE L'ART SUR LA MODELISATION DU COMPORTEMENT DES ARGILES	207
8.2	APPROCHE ANALYTIQUE.....	209
8.2.1	<i>Principales hypothèses de l'approche utilisée</i>	210
8.2.2	<i>Evaluer l'amplitude du tassement et du gonflement dans le sol</i>	211
8.2.3	<i>Relation entre la déformation volumique de l'échantillon et son tassement ou son gonflement</i>	214
8.2.4	<i>Proposition de profils hydriques</i>	215
8.2.5	<i>Calcul du profil de mouvement</i>	216
8.2.6	<i>Comparaison avec des mesures de tassement et de gonflement in situ</i>	219
8.2.7	<i>Conclusion sur l'approche analytique</i>	220
8.3	APPROCHE NUMERIQUE.....	221
8.3.1	<i>Esprit de l'approche</i>	221
8.3.2	<i>Formalisation du problème hydrique</i>	223
8.3.3	<i>Implémentation numérique</i>	224
8.3.4	<i>Modélisations numériques de cas heuristiques</i>	226
9.	CONCLUSIONS.....	235

LISTE DES FIGURES

Figure 1: Représentation schématique des différents transferts thermiques et hydrauliques régnant au voisinage du sol. (Hillel, 1998)	23
Figure 2: Rôle de la zone non saturée dans le cycle hydrologique (Lu & Likos, 2004).	24
Figure 3: Déformations et divers écoulements au voisinage d'une surface de sol non saturé (Lu & Likos, 2004).	25
Figure 4: Exemple de dégât induit par le retrait du sol (Foth, 1990)	25
Figure 5: Représentation schématique de l'organisation texturale d'une argile (Touret, 1988).....	27
Figure 6: Texture des sols gonflants (d'après Gens & Alonso, 1992)	28
Figure 7: Photographies MEB de texture matricielle (a; Argile Verte de Romainville) et texture agrégée (b ; Argile de Bavent) (Vincent et al., 2009)	28
Figure 8: Structure des feuillets de kaolinite et de montmorillonite (Mitchell, 1976)	29
Figure 9 : Forme des particules argileuses: flake (flocons), lath (latte), needle (aiguille) (Velde, 1995)	30
Figure 10 : Surface des particules argileuses: interne et externe (Eslinger & Peaver, 1988)	31
Figure 11: Représentation schématique d'un sol non saturé (gauche) et début de la pénétration de l'air dans un sol granulaire (droite) (Delage et Cui, 2001)	33
Figure 12: Représentation schématique du bilan non exhaustif des phénomènes physiques au niveau des pores : transport (convectif, diffusif) de température, de matière, changement de phase, et réactions chimiques (Kaviany, 1995).	34
Figure 13: Divers mécanismes de sorption des ions à l'interface minéral/eau : (1) l'adsorption des ions via une formation d'une sphère extérieure complexe (a); (2) la perte de l'humidification d'eau et formation d'une sphère intérieure complexe (b); (3) diffusion et substitution isomorphe dans les minéraux (c); (4) et (5) diffusion rapide latérale et formation soit d'une surface polymère (d), ou adsorption sur une corniche (qui maximise le nombre de liens de l'atome) (e). Sur la croissance des particules, la surface des polymères finissent intégrés dans les structures (f); enfin, l'adsorption des ions peuvent diffuser en solution, soit à la suite d'équilibre dynamique ou comme le produit de réactions redox de la surface (g). (Sparks, 2003)	35
Figure 14: Chaleur lors de l'humidification en fonction de la teneur en eau initiale (Janert, 1934 d'après Hillel, 1998)	36
Figure 15: Exemple d'évolution de la teneur en eau en fonction de la température (Hillel, 1998).....	37
Figure 16: Influence de la succion sur la distance interfoliaire et sur la structure d'une bentonite MX80 (Saiyouri et al., 1998)	38
Figure 17: Distances interfoliaires et interparticulaire pour l'argile FoCa7 (Saiyouri, 1996)	39
Figure 18: Distances interfoliaires et interparticulaire pour l'argile MX80 (Saiyouri, 1996).....	40
Figure 19: Exemple de gonflement pour différentes argiles (Hillel, 1998).....	41
Figure 20: Hydratation des échantillons d'argile FoCa sous contrainte constante (Cui et al., 2002).....	42
Figure 21: Variation de $\lambda(s)$ avec la succion (Cuisinier, 2002).....	44
Figure 22: Variation de $\lambda(s)$ avec la succion imposée (Nowamooz, 2007).....	44
Figure 23: Représentation graphique de la loi de Tetens : Pression de la vapeur à saturation en fonction de la température	50
Figure 24: Exemple de courbes de rétention d'un sable argileux (Delage et Cui, 2001 d'après Croney, 1952)... ..	50
Figure 25: Mécanisme invoqué lors de l'hystérésis : exemple de la bouteille d'encre (Delage et Cui, 2001 d'après Hillel, 1980).....	51
Figure 26: Mécanisme invoqué lors de l'hystérésis : Angle de mouillage et de drainage (Delage et Cui, 2001 d'après Bear, 1969).	51
Figure 27: Synthèse des chemins d'humidification-séchage de la kaolinite blanche (Vincent et al., 2009 d'après Fleureau et al., 1993).....	53
Figure 28: Modèle proposé pour définir la courbe de rétention du sol d'après Nuth et Laloui (2008) (β_H : coefficient de compressibilité ; K_H : module élastique ; s : succion ; S_r : degré de saturation ; S_{eH} : point d'entrée d'air ; S_{D0} : succion limite de référence ; S_{RES} : degré de saturation résiduel)	55
Figure 29: Courbes $\Delta e-p_c$ en charge et décharge (Dangla, 2002) (Δe : variation de l'indice des vides ; p_c : pression capillaire)	56
Figure 30: Drainage-imbibition réalisé sur une argile blanche d'après Fleureau et al., 1993 (Dangla, 2002).....	56
Figure 31: Exemple de reconstitution 3D de la surface d'un échantillon après 4 cycles d'humidification-séchage (Nguyen, 2009)	57
Figure 32: Profil de la surface de l'échantillon pendant quatre cycles d'hydratation/déshydratation (Nguyen, 2009).....	58
Figure 33: Evolutions microstructurales associées aux différents niveaux de contrainte pour un échantillon sec (Nguyen, 2009)	58

Figure 34: Diagramme expérimental pression-température pour condenser l'eau, humidifier ou sécher un échantillon argileux dans le MEBE (Montes-H., 2002).	62
Figure 35: Chemins des essais d'humidification-séchage menés aux échelles micro (MEBE) et mésoscopiques (laboratoire) sur une argile kaolinique/illitique et une bentonite (Romero & Simms, 2008)	63
Figure 36: Evolution de la déformation volumique au cours des différents paliers d'humidification-séchage (Romero & Simms, 2008).	64
Figure 37: Localisation et carte géologique simplifiée de l'île de Milos (Christidis & Dunham, 1993)	68
Figure 38: Diffractogramme de rayons X (à gauche) et spectre infrarouge (à droite) de l'argile grecque (Souli et al., 2004)	71
Figure 39: Synthèse des chemins d'humidification-séchage de la montmorillonite grecque (Fleureau et al., 1993) (e : indice des vides ; w : teneur en eau ; -uw : succion ; Sr : degré de saturation ; pF : logarithme de la succion).	73
Figure 40: Coupe géologique de la butte de Cormeilles-en-Parisis et localisation de l'argile verte de Romainville (AVR) (Audiguier et al., 2007)	74
Figure 41: Carte de localisation des différents sites de prélèvement	75
Figure 42: Granulométrie de l'argile verte de Romainville (Mantho A.T. 2005)	77
Figure 43: Charte du potentiel de gonflement des sols pour des échantillons provenant de différents sites (E, W) (d'après Daksanamurthy et al., 1973)	77
Figure 44: Diagramme de plasticité de Casagrande pour l'argile verte de Romainville pour des échantillons provenant de différents sites (E, W) (Vincent et al., 2009)	77
Figure 45: Diffractogramme des rayons X de l'argile verte de Romainville (Laribi et al., 2007) (AVR(EG) : argile traitée à l'éthylène-glycol ; AVRp : argile purifiée)	78
Figure 46: Représentation globale des courbes de rétention de l'argile verte de Romainville (Audiguier et al., 2007)	79
Figure 47: Variation de l'indice des vides (a) et du degré de saturation (b) en fonction de la succion appliquée pendant le séchage (Ta et al., 2008)	80
Figure 48: Courbes de 5 cycles (cy) de gonflement libre à l'oedomètre (argile verte de Romainville) (Audiguier et al., 2007)	81
Figure 49: Essai oedométrique à succion imposée sur l'argile verte de Romainville (Vincent et al., 2009)	82
Figure 50: Photos du Microscope Electronique à Balayage Environnemental (MEBE): vue d'ensemble (à gauche) et vue de la chambre et d'un étage Peltier (à droite).	84
Figure 51 : Diagramme de flux comparatif: A) Microscopique Electronique à Balayage Environnemental, B) Microscopie Electronique à Balayage Conventionnel (Montes-H., 2002)	84
Figure 52 : Représentation schématique de l'ionisation d'un gaz dans la chambre du MEBE (Montes-H., 2002).	85
Figure 53 : Diagramme de phases de l'eau (Montes-H., 2002).	86
Figure 54: Maillage et conditions aux limites de l'échantillon	87
Figure 55: Répartition des onze points pour l'analyse de l'évolution temporelle de la température	87
Figure 56: Exemple de champ de température au sein de l'échantillon après 435 secondes	88
Figure 57: Evolution de la température en fonction du temps au niveau des onze points de l'échantillon	88
Figure 58: Maillage du modèle	89
Figure 59: Conditions aux limites de l'échantillon	89
Figure 60: Champ de température au sein de l'échantillon après 507 secondes	90
Figure 61: Evolution de la température en fonction du temps pour un point situé au sommet de l'échantillon	90
Figure 62: Vue 3D d'un "agrégat" d'argile avec la zone observée et la zone frettée	91
Figure 63: Vue 3D des maillages des deux "agrégats"	92
Figure 64: Exemple de vue 3D de la norme Euclidienne du déplacement dans les deux configurations	92
Figure 65: Platine Peltier installée dans la chambre du MEBE (taille de l'échantillon: 0,5 x 0,5 mm) (source INERIS)	93
Figure 66 : Trois manières différentes de condenser l'eau sur la surface d'un échantillon : 1) A-B Condensation à température constante; 2) C-D Condensation à pression et température variables; 3) E-F Condensation à pression constante (Montes-H., 2002).	94
Figure 67 : Images MEBE. Trois manières différentes d'hydrater un échantillon in situ : A-B humidification de la bentonite MX80 à température constante (9°C), augmentation de la pression de 4,5 torr à 8,2 torr; C-D condensation d'eau sur une "argilite" à pression et température variables, C (T=50°C, P=2,3 torr) et D (T=8°C, P=8,6 torr); E-F humidification de la bentonite à pression constante (6 torr), diminution de la température de 50 à 5°C (Montes-H., 2002).	95
Figure 68: Dispositif de pesée de l'échantillon développé dans le MEBE de l'INERIS	99
Figure 69: Illustration des paliers d'humidité relative appliqués durant l'essai	100
Figure 70: Exemple de mesures durant le calibrage du système de pesée	102
Figure 71: Relation entre la variation de tension mesurée et le poids de l'échantillon	103

Figure 72: Courbe illustrant la variation de la teneur en eau sous l'effet de l'humidification dans le MEBE pour la Montmorillonite grecque.....	104
Figure 73: Courbe d'évolution de la teneur en eau de la Montmorillonite grecque en fonction de l'humidité relative HR dans le MEBE.....	105
Figure 74: Variation de surface de la Montmorillonite grecque en fonction de l'humidité relative HR.....	105
Figure 75: Courbe reliant la variation de la déformation surfacique à la teneur en eau pour la Montmorillonite grecque.....	106
Figure 76: Courbe illustrant la variation de la teneur en eau sous l'effet de l'humidification dans le MEBE pour l'argile verte de Romainville.....	107
Figure 77: Variation de la teneur en eau en fonction de la succion (d'après Geremew et al, 2009).....	108
Figure 78: Courbe d'évolution de la teneur en eau de l'argile verte de Romainville en fonction de l'humidité relative HR dans le MEBE.....	108
Figure 79: Variation de surface de l'argile verte de Romainville en fonction de l'humidité relative HR.....	109
Figure 80: Courbe reliant la variation de la déformation surfacique à la teneur en eau pour l'argile verte de Romainville.....	109
Figure 81: Exemple de répartition des pores en fonction de leur diamètre par porosimétrie BET sur un bloc à 7 % d'HR d'argile verte de Romainville.....	114
Figure 82: Courbe de sorption-désorption du N ₂ sur l'argile verte de Romainville (poudre).....	115
Figure 83: Courbes BET et BJH de l'argile verte de Romainville (poudre).....	116
Figure 84: Diffractogramme de l'argile verte de Romainville.....	117
Figure 85: Schéma de la planification des chemins hydriques avec les dessiccateurs.....	119
Figure 86: Conditionnement des échantillons dans les dessiccateurs.....	120
Figure 87: Disposition des dessiccateurs dans l'enceinte thermoréfrigérée.....	121
Figure 88: Dispositif des plaques tensiométriques.....	122
Figure 89: Répartition des particules de montmorillonite grecque en fonction de leur diamètre par granulométrie laser et morphologie microscopique.....	124
Figure 90: Evolution de l'humidité relative en fonction du temps. Protocole expérimental instantané pour les cycles d'humidification-séchage sans paliers d'équilibre.....	125
Figure 91: Evolution de l'humidité relative en fonction du temps. Protocole expérimental progressif pour les cycles d'humidification-séchage avec paliers d'équilibre.....	126
Figure 92: Cinétique de gonflement des agrégats de montmorillonite grecque (taille : 50 µm) en fonction du logarithme du temps (à gauche). Humidification de 50 % à 85 % d'humidité relative.....	127
Figure 93: Données expérimentales du gonflement de la bentonite MX80. Comparaison des courbes de cinétique sur des agrégats de 50 µm (Montes-H., 2002)......	127
Figure 94: Evolution de l'humidité relative en fonction du temps. Protocole expérimental pour les cycles d'humidification-séchage avec paliers d'équilibre.....	129
Figure 95: Evolution de l'humidité relative en fonction du temps. Zoom sur les paliers menés en fonction de la pression.....	129
Figure 96: Définition de la déformation surfacique sur la base des paramètres du temps, de la surface et de l'humidité relative des agrégats.....	130
Figure 97: Différentes qualités d'images en fonction de l'humidité relative (taille des agrégats : 50 µm).....	131
Figure 98: Evolution de la déformation surfacique en fonction de la succion. Courbe de retrait-gonflement de la montmorillonite grecque sur agrégats de 50 µm.....	133
Figure 99: Evolution des agrégats de montmorillonite grecque en fonction de l'humidité relative. Trois états du cycle d'humidification-séchage sont présentées : (A) état initial ; (B) avant la saturation totale ; (C) après séchage (Images MEBE, grandissement : 1000).....	135
Figure 100: Illustration de la déstructuration totale sur des agrégats de montmorillonite grecque. Trois états du cycle d'humidification-séchage sont présentées : (A) état initial ; (B) avant la saturation totale ; (C) après séchage (Images MEBE, grandissement : 800).....	136
Figure 101: Agrandissement (de la Figure 98) sur l'évolution de la déformation surfacique en fonction de la succion entre 1,54.10 ⁴ kPa et 1,46.10 ⁴ kPa. Courbe de retrait-gonflement de la montmorillonite grecque.....	137
Figure 102: Illustration du choix des trois humidités relatives pour l'étude de la cinétique du retrait-gonflement d'agrégats de 50 µm de montmorillonite grecque.....	138
Figure 103: Evolution de la déformation surfacique en fonction du temps. Courbe de gonflement de la montmorillonite grecque sur agrégats de 50 µm pour trois humidités relatives (60 %, 85 % et 89,11 %). Courbes « cumulatives » en haut ; courbes « individuelles » en bas.....	140
Figure 104: Evolution de la déformation surfacique en fonction du temps. Courbe de retrait de la montmorillonite grecque sur agrégats de 50 µm. Courbes « cumulatives » en haut ; courbes « individuelles » en bas.....	142
Figure 105: Evolution du taux de déformation en fonction du temps pour la montmorillonite grecque (agrégats de 50 µm) en gonflement.....	143

Figure 106: Evolution du taux de déformation en fonction du temps pour la montmorillonite grecque (agrégats de 50 μm) en retrait.	143
Figure 107: Evolution de la déformation surfacique en fonction de la succion. Courbe de retrait-gonflement de l'argile verte de Romainville sur agrégats de 50 μm	146
Figure 108: Evolution des agrégats d'argile verte de Romainville en fonction de l'humidité relative. Trois états du cycle d'humidification-séchage sont présentées : (A) état initial ; (B) avant la saturation totale ; (C) après séchage (Images MEBE, grandissement : 1000).	147
Figure 109: Evolution de la déformation surfacique en fonction du temps. Courbe de gonflement de l'argile verte de Romainville sur agrégats de 50 μm . Courbes « cumulatives » en haut ; courbes « individuelles » en bas. ...	149
Figure 110: Evolution de la déformation surfacique en fonction du temps. Courbe de retrait de l'argile verte de Romainville sur agrégats de 50 μm . Courbes « cumulatives » en haut ; courbes « individuelles » en bas.	151
Figure 111: Evolution du taux de déformation en fonction du temps. Evolution en gonflement pour l'argile verte de Romainville sur agrégats de 50 μm	152
Figure 112: Evolution du taux de déformation en fonction du temps. Evolution en retrait pour l'argile verte de Romainville sur agrégats de 50 μm	152
Figure 113: Evolution des petits agrégats de montmorillonite grecque en fonction de l'humidité relative. Trois états du cycle d'humidification-séchage sont présentées : (A) état initial ; (B) avant la saturation totale ; (C) après séchage (Images MEBE, grandissement : 4000).	155
Figure 114: Evolution de la déformation surfacique en fonction de la succion. Courbe de retrait-gonflement de la montmorillonite grecque sur agrégats de 10 μm	156
Figure 115: Evolution de la déformation surfacique en fonction du temps. Courbe de gonflement de la montmorillonite grecque sur agrégats de 10 μm . Courbes « cumulatives » en haut ; courbes « individuelles » en bas.	157
Figure 116: Evolution de la déformation surfacique en fonction du temps. Courbe de retrait de la montmorillonite grecque sur agrégats de 10 μm . Courbes « cumulatives » en haut ; courbes « individuelles » en bas.	159
Figure 117: Evolution du taux de déformation en fonction du temps. Evolution en gonflement pour la montmorillonite grecque sur agrégats de 10 μm	160
Figure 118: Evolution du taux de déformation en fonction du temps. Evolution en retrait pour la montmorillonite grecque sur agrégats de 10 μm	160
Figure 119: Evolution de la déformation surfacique en fonction de la succion. Courbe de retrait-gonflement de la montmorillonite grecque sur agrégats de 100 μm	162
Figure 120: Evolution de la déformation surfacique en fonction du temps. Courbe de gonflement de la montmorillonite grecque sur agrégats de 100 μm . Courbes « cumulatives » en haut ; courbes « individuelles » en bas.	163
Figure 121: Evolution de la déformation surfacique en fonction du temps. Courbe de retrait de la montmorillonite grecque sur agrégats de 100 μm . Courbes « cumulatives » en haut ; courbes « individuelles » en bas.	165
Figure 122: Evolution du taux de déformation en fonction du temps. Evolution en gonflement pour la montmorillonite grecque sur agrégats de 100 μm	166
Figure 123: Evolution du taux de déformation en fonction du temps. Evolution en retrait pour la montmorillonite grecque sur agrégats de 100 μm	166
Figure 124: Evolution de la déformation surfacique en fonction de la succion. Courbe de retrait-gonflement de la montmorillonite grecque sur agrégats de 50 μm avec pilotage en température (paliers d'1/2 heure).....	168
Figure 125: Evolution de la déformation surfacique en fonction de la succion. Courbe de retrait-gonflement de la montmorillonite grecque sur agrégats de 50 μm avec pilotage en température (paliers d'1 heure).....	169
Figure 126: Evolution de la déformation surfacique en fonction du temps. Courbe de gonflement de la montmorillonite grecque sur agrégats de 50 μm avec pilotage en température. Courbes « cumulatives » en haut ; courbes « individuelles » en bas.....	170
Figure 127: Evolution de la déformation surfacique en fonction du temps. Courbe de retrait de la montmorillonite grecque sur agrégats de 50 μm avec pilotage en température. Courbes « cumulatives » en haut ; courbes « individuelles » en bas.....	171
Figure 128: Evolution du taux de déformation en fonction du temps. Evolution en gonflement pour la montmorillonite grecque (agrégats de 50 μm) avec pilotage en température.	172
Figure 129: Evolution du taux de déformation en fonction du temps. Evolution en retrait pour la montmorillonite grecque (agrégats de 50 μm) avec pilotage en température.	173
Figure 130: Evolution de la déformation surfacique en fonction de la succion. Comparaison des courbes de retrait-gonflement de la montmorillonite grecque et de l'argile verte de Romainville sur agrégats de 50 μm . ..	177
Figure 131: Evolution de la déformation surfacique en fonction de la succion. Comparaison des courbes de gonflement d'agrégats de 10 μm , 50 μm et 100 μm (montmorillonite grecque).	180

Figure 132: Evolution de la déformation surfacique en fonction de la taille des agrégats. Comparaison des données entre Maison (montmorillonite grecque) et Montes-H. (bentonite MX80) (d'après Montes-H., 2002)	180
Figure 133: Evolution de la déformation surfacique en fonction de la succion. Courbes de gonflement de la montmorillonite grecque sur agrégats de 50 μm . Comparaison du pilotage en température et en pression.....	183
Figure 134: Représentation globale des courbes de rétention de l'argile verte de Romainville (dessiccateurs + plaques tensiométriques) : comparaison des résultats obtenus dans la thèse avec ceux d'Audiguier et al. (2007)	187
Figure 135: Détails des parois du réseau de structures hexagonales. Images MEBE-HR, grandissement: x 51200	189
Figure 136: Observation au MEB de structures hexagonales (grandissement : x 8000 ; Laboratoire Hydrasa, Poitiers, Vincent et al., 2009).....	189
Figure 137: Evolution de la quantité de N_2 adsorbée en fonction de la succion.	197
Figure 138: Evolution de la surface spécifique externe en fonction de la succion.....	198
Figure 139: Evolution du volume microporeux en fonction de la succion.....	199
Figure 140: Courbes de 5 cycles de gonflement libre à l'oedomètre (argile verte de Romainville) (Audiguier et al., 2007)	200
Figure 141: Courbe reliant la variation de la déformation surfacique à la teneur en eau pour la montmorillonite grecque et l'argile verte de Romainville	210
Figure 142: Exemple de teneurs en eau initiale et après périodes sèche et humide pour le site de Pessac (mesure par sondes TDR)	212
Figure 143: Déplacements et teneurs en eau enregistrées à 0,2 m, 0,5 et 1 m de profondeur sur le site de Mormoiron (d'après Leroy et al, 2009).....	213
Figure 144: Relation entre l'épaisseur de la couche de sol 0,2-1 m et la teneur en eau à 0,5 m sur le site de Mormoiron (Valeurs à un pas de temps de 3 h) (d'après Leroy et al, 2009).....	214
Figure 145: Evolution de la teneur en eau en fonction du temps et de la profondeur sur le site de Mormoiron (sur la base de données issues de Leroy et al, 2009).....	215
Figure 146: Exemple de profils types de variation de teneur en eau (état sec et état humide) dans un massif de sol	216
Figure 147 : Estimation du retrait et du gonflement de la couche de Montmorillonite grecque	217
Figure 148 : Estimation du retrait et du gonflement de la couche d'argile verte de Romainville	218
Figure 149 : Tassement et gonflement estimés pour le site de Pessac sur la base des mesures de teneurs en eau réalisés par sonde TDR sur le site	219
Figure 150 : Exemple de déformations enregistrées par des dispositifs colocalisés (site de Pessac, dispositif TELEMAT, profondeurs de mesure de 0,50 m, 1 m, 2 m, 3 m) (GHYMAC)	220
Figure 151 : Représentation symbolique de l'évolution du "coefficient de dilatation" hydrique α_h (hypothèse d'un comportement réversible)	221
Figure 152 : Profil de la variable ξ mesuré in-situ	222
Figure 153 : Cube de dimension unité et maillage élément finis	225
Figure 154 : Comparaison du gonflement entre l'expression analytique et le calcul par élément finis (E.F.) pour la montmorillonite grecque	225
Figure 155 : Comparaison du gonflement entre l'expression analytique et le calcul par élément finis (E.F.) pour l'AVR	226
Figure 156 : Estimation du retrait et du gonflement de la couche d'argile verte de Romainville	226
Figure 157 : Conditions aux limites et maillage (domaine 10 x 10 m)	227
Figure 158 : Distribution spatiale de la teneur en eau en fin d'humidification : Teneur en eau initiale d'environ 7 % et supposée uniforme sur tout le massif.	227
Figure 159 : Gonflement : Distribution spatiale et verticale (m) du déplacement vertical en fin d'humidification (dep max : 2,1 cm).	228
Figure 160 : Retrait : Distribution spatiale et verticale (m) du déplacement vertical en fin de séchage (retrait max : 0,5 cm).	228
Figure 161 : Domaine, conditions aux limites (gauche) et maillage (droite) d'une structure en béton reposant sur un sol argileux.....	229
Figure 162 : Déformée du sol et de la structure et isovaleurs du déplacement vertical (cas du retrait) (Echelle min. : -0,0122 cm ; échelle max. : $8,705 \cdot 10^{-4}$ cm).....	229
Figure 163 : Déformée du sol et de la structure et isovaleurs du déplacement vertical (cas du gonflement) (Echelle min. : $-9,102 \cdot 10^{-3}$ cm ; échelle max. : 0,1 cm).	230
Figure 164 : Distribution de la déformation horizontale à différentes profondeurs du sol (cas du gonflement). .	230
Figure 165 : Distribution de la déformation horizontale à différentes profondeurs du sol (cas du retrait).	231
Figure 166 : Illustration schématique de la déformée du sol et de la structure et isovaleurs du déplacement vertical : cas du gonflement (gauche) et du (retrait).....	231

Figure 167 : Géométrie et maillage du domaine (70x70x30 m)	232
Figure 168 : Isovaleurs du déplacement vertical après gonflement	232
Figure 169 : Distribution du déplacement vertical après application successivement d'une pression et du gonflement.	233
Figure 170 : Distribution du déplacement vertical après application successivement d'une pression et du retrait.	233
Figure 171 : Distribution du déplacement vertical après application successivement d'une pression et du gonflement (matériau non gonflant sous la construction)	234
Figure 172 : Distribution du déplacement vertical après application successivement d'une pression et du retrait (matériau non gonflant sous la construction)	234
Figure 173: Spectre infra-rouge (IR) de l'argile verte de Romainville (Laribi et al., 2007).....	251
Figure 174: Thermogramme de l'argile verte de Romainville (Laribi et al., 2007).....	252
Figure 175: Courbes cumulées et dérivées de distribution des diamètres de pores de l'argile verte de Romainville (AVR) (Audiguier et al., 2007)	253
Figure 176: Courbes cumulées et dérivées de distribution des diamètres de pores de l'argile verte de Romainville à l'état naturel (AVR-10) et à l'état de colluvion (AVR-C) (Audiguier et al., 2007).....	254
Figure 177: Courbes cumulée et dérivée de distribution des pores de l'argile verte de Romainville pour trois états d'hydratation (Audiguier et al., 2007)	255
Figure 178: Courbes cumulées (a) et dérivées (b) de distribution des pores de l'argile verte de Romainville, à l'état initial et pour les cycles 1, 3 et 5 (Geremew et al., 2008)	256
Figure 179: Courbes cumulées (a) et dérivées (b) de distribution des accès de pores de AVR au cours du drainage à différentes succions (Geremew et al., 2008)	257
Figure 180: Courbes cumulées (c) et dérivées (d) de distribution des pores de AVR au cours de la réhumidification (Geremew et al., 2008)	258
Figure 181: Courbes porosimétriques cumulées (a) et dérivées (b) de l'argile verte de Romainville (Audiguier et al., 2008)	258
Figure 182: Courbes de 5 cycles de gonflement libre à l'oedomètre (argile verte de Romainville) (Audiguier et al., 2007)	259
Figure 183: Taux de gonflement au cours des 5 cycles (argile verte de Romainville) (Audiguier et al., 2007) .	260
Figure 184: Evolution de l'épaisseur de l'échantillon au cours des 5 cycles (argile verte de Romainville) (Audiguier et al., 2007)	260
Figure 185: a) Courbes de gonflement libre de l'argile verte de Romainville au cours de 5 cycles successifs d'imbibition-séchage complet ; b) Taux de gonflement $\Delta h/h_0$ (■, ▲) et $\Delta h/h_i$ (□, Δ) pour les échantillons 1 et 2 ; c) Variations de l'épaisseur des échantillons au cours des cycles successifs ; d) Taux de retrait des échantillons pour chaque cycle (Geremew et al., 2008) (h_0 : hauteur initiale de l'échantillon ; h_i : hauteur de l'échantillon au cycle i).....	261
Figure 186: Courbe de retrait de l'argile verte de Romainville (Makki et al., 2008).....	262
Figure 187: Influence du mode de séchage sur la valeur de la capacité d'échange cationique des argiles pures (AVRp : argile verte de Romainville purifiée ; MBAP : marne bleue d'Argenteuil purifiée ; Sp : smectite purifiée ; Kp : kaolinite purifiée ; Ip : illite purifiée) (Laribi et al., 2008)	263
Figure 188: Images au MEB de l'argile verte de Romainville. a) Plan parallèle au litage, b) Plan perpendiculaire au litage (Audiguier et al., 2007)	264
Figure 189: Images au MEB de l'argile verte de Romainville: a) état sec; b) état naturel lyophilisé; c) après gonflement libre et lyophilisation (Audiguier et al., 2007)	265
Figure 190: Argile verte de Romainville au MEB (x 3000): a) à l'état naturel; b) après 3 cycles de gonflement libre; c) après 5 cycles de gonflement libre (Geremew et al., 2008).....	266
Figure 191: Argile verte de Romainville: a) état initial, b) après gonflement, c) état remanié avant gonflement, d) état remanié après gonflement (Audiguier et al., 2008)	267
Figure 192: Argile verte de Romainville intacte; a) $w=w_0$, b) visualisation du réseau de fissures après plusieurs cycles de séchage-humidification $w < w_r$, c) imbibition $w > w_r$ (w_0 : teneur en eau initiale; w_r : teneur en eau correspondant à la limite de retrait) (Audiguier et al., 2008)	268
Figure 193: Argile verte de Romainville remaniée; a) $w=w_0$, b) après séchage, c) imbibition $w > w_r$ (w_0 : teneur en eau initiale; w_r : teneur en eau correspondant à la limite de retrait) (Audiguier et al., 2008).....	268
Figure 194: Procédure de traitement d'image. (a) configuration initiale des fissures en niveaux de gris, (b) configuration des fissures en mode binaire noir et blanc (Tang et al., 2008).....	269
Figure 195: Evolution de la teneur en eau en fonction pendant le séchage (Tang et al., 2008)	270
Figure 196: Relation entre le SCR et la teneur en eau (Tang et al., 2008)	270
Figure 197: Evolution de ICWC et TCWC en fonction de la température (Tang et al., 2008)	270

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1 : Surface spécifique de quelques particules argileuses (Eslinger & Peaver, 1988)	30
Tableau 2 : CEC des minéraux argileux (Eslinger & Peaver, 1988).....	32
Tableau 3: Exemple de valeurs de succion et d'humidité relative issues de la relation de Kelvin.....	49
Tableau 4: Composition en oxydes (Souli et al, 2008)	69
Tableau 5 : Caractéristiques géotechniques de la montmorillonite grecque (Fleureau et al., 1992)	70
Tableau 6: Caractéristiques physiques de la montmorillonite grecque (Souli et al, 2008).....	70
Tableau 7: Caractéristiques minéralogiques et géotechniques de l'argile verte de Romainville (Vincent et al., 2009 ; Makki et al., 2008 ; Ta et al., 2008 ; Mantho, 2005 ; Audiguier et al., 2007 ; Ferber, 2005).....	76
Tableau 8: Caractéristiques mécaniques de l'argile verte de Romainville (Audiguier et al., 2007)	81
Tableau 9: Gonflement libre de l'Argile verte de Romainville (Audiguier et al., 2008)	81
Tableau 10: Erreurs relatives en pourcent, induites par le frettage de la partie inférieure	93
Tableau 11: Exemples de résultats de traitements BET et BJH sur les isothermes d'adsorption d'azote pour des montmorillonites saturées en cations alcalins (Li, Na, K, Cs), en calcium (Ca) et sous forme pure (2/3Na, 1/3Ca) (Salles, 2006)	112
Tableau 12: Résultats de porosimétrie BET obtenus sur l'argile verte de Romainville sous forme de poudre et de blocs	113
Tableau 13: Correspondance entre solutions salines et humidités relatives	122
Tableau 14: Comparaison des résultats de déformation surfacique maximale en fonction du protocole expérimental utilisé	125
Tableau 15: Tableau récapitulatif des caractéristiques extraites des courbes de retrait-gonflement, de cinétique et de taux de déformation de la montmorillonite grecque sur agrégats de 50 µm.....	144
Tableau 16: Tableau récapitulatif des caractéristiques extraites des courbes de retrait-gonflement, de cinétique et de taux de déformation de l'argile verte de Romainville	153
Tableau 17: Tableau récapitulatif des caractéristiques extraites des courbes de retrait-gonflement, de cinétique et de taux de déformation de la montmorillonite grecque sur agrégats de 10 µm.....	161
Tableau 18: Tableau récapitulatif des caractéristiques extraites des courbes de retrait-gonflement, de cinétique et de taux de déformation de la montmorillonite grecque sur agrégats de 100 µm.....	167
Tableau 19: Tableau récapitulatif des caractéristiques extraites des courbes de retrait-gonflement, de cinétique et de taux de déformation de la montmorillonite grecque avec pilotage en température	173
Tableau 20: Tableau récapitulatif des caractéristiques tirées des courbes de retrait-gonflement, de cinétique et de taux de déformation de la montmorillonite grecque et de l'argile verte de Romainville.	178
Tableau 21: Tableau récapitulatif des caractéristiques tirées des courbes de retrait-gonflement, de cinétique et de taux de déformation d'agrégats de 10 µm, 50 µm et 100 µm (montmorillonite grecque).	181
Tableau 22: Tableau récapitulatif des caractéristiques tirées des courbes de retrait-gonflement, de cinétique et de taux de déformation de la montmorillonite grecque avec pilotage en pression et en température	184
Tableau 23: Evolution de la microstructure et de la porosité en fonction de la succion. Echantillons des dessiccateurs. Images MEBE, mode environnemental.....	191
Tableau 24: Evolution de la microstructure et de la porosité en fonction de la succion. Echantillons des plaques tensiométriques. Images MEBE, mode high vacuum	193
Tableau 25: Evolution de la microbiologie en fonction de la succion. Echantillons des dessiccateurs et des plaques tensiométriques. Images MEBE, mode environnemental et high vacuum.....	195
Tableau 26: Inventaire des essais réalisés au cours de ces recherches	201
Tableau 27: Caractéristiques minéralogiques et géotechniques de l'argile verte de Romainville, de l'argile de Pessac et de l'argile de Mormoiron (Vincent et al., 2009)	207

CONVENTIONS

Echelles

Echelle	Taille	Essais
Microscopique	Micron	Essais au MEBE
Mésoscopique	Millimètre et centimètre	Essais classiques de laboratoire
Macroscopique	Mètre	Echelle de l'ouvrage, essais in situ

Porosité

Classe	Taille
Espace interfoliaire	De l'Å à plusieurs dizaines d'Å
Micropores	$r < 2 \text{ nm}$
Mésopores	$2 \text{ nm} < r < 50 \text{ nm}$
Macropores	$r > 50 \text{ nm}$

1. INTRODUCTION

Le comportement des sols argileux, notamment celui spécifique au retrait et au gonflement, a fait l'objet de nombreuses recherches. Ces recherches ont débuté il y a plusieurs décennies et concernent de nombreuses disciplines scientifiques. Il semblerait que les principales raisons sont liées aux spécificités des sols argileux (composition, texture, environnement climatique et géotechnique) mais également à leur répartition importante dans la nature induisant à la fois des difficultés dans la compréhension de mécanismes physiques complexes et le développement d'analyses aussi diverses que les domaines scientifiques concernés. L'analyse minéralogique a sans aucun doute apporté beaucoup dans la discrimination des argiles et montre toute l'étendue et la diversité des minéraux argileux (Caillère & Hénin, 1963 ; Mitchell, 1993 ; Tovey, 1971), jouant un rôle important dans le comportement du sol, notamment lors du retrait et du gonflement (Serratrice & Soyez, 1996 ; Mitchell, 1976 ; Yong & Warkentin, 1975). En ce qui concerne la géochimie, cette discipline s'est plus intéressée aux aspects microscopiques tels que les charges électriques des feuillets, le rôle des cations compensateurs et des substitutions isomorphiques changeant les propriétés des minéraux argileux (Tovey, 1971 ; Saiyouri, 1996 ; Laribi, 2003). Certaines de ces analyses ont eu pour but d'analyser le comportement des barrières argileuses en présence de radionucléides nécessitant l'analyse à une échelle atomique tant expérimentale que numérique. A une toute autre échelle, « l'approche » géologique décrit les modes de formation des minéraux et sols argileux, lesquels influent également sur les propriétés rhéologiques de ceux-ci (Millot, 1964 ; Duchaufour, 1977 ; Velde & Meunier, 2008). Les agronomes (pédologues) étudient les interactions des sols argileux avec la végétation et l'environnement climatique (Tessier et al., 2006 ; Mantho, 2005).. En géotechnique, les sols argileux sont beaucoup plus étudiés pour leur résistance mécanique et leur comportement rhéologique (Delage, 2006 ; Péron et al., 2007 ; Romero & Simms, 2008 ; Bigot & Zerhouni, 2000 ; Komine & Ogata, 1994, 2003).

Chaque discipline scientifique aborde la problématique avec sa sensibilité. Il est quelque peu difficile de concilier ou unifier l'intégralité des concepts considérés. Cependant, ces différents travaux sont destinés, pour partie, à mieux comprendre et appréhender les conséquences dans les domaines du génie civil et du stockage mais aussi plus récemment dans le contexte des changements climatiques, notamment le réchauffement.

Le réchauffement d'origine naturelle ou anthropique peut induire des périodes de sécheresse dans les régions tempérées jusqu'à des climats arides dans des régions subtropicales à équatoriales (Mouroux et al., 1988). La sécheresse peut se manifester au moins à deux niveaux : hydrologique et géotechnique. Sur un site donné, ils peuvent être simultanés ou séparés : une sécheresse hydrologique n'induit pas obligatoirement une sécheresse géotechnique et inversement. Les conséquences de ces deux types de sécheresse sont également différentes. Dans le cadre de nos travaux, nous nous intéressons à la sécheresse géotechnique, ne concernant que le comportement hydromécanique du sol dans le but d'en analyser les effets potentiels sur les structures et ouvrages d'art.

Nos recherches sont motivées par l'ampleur des conséquences constatées ces dernières années sur certains sols argileux (Vincent et al., 2009). Ces sols (comme d'autres matériaux) ont la propriété de se dilater (gonflement) et de se contracter (retrait) selon l'évolution de la teneur en eau, dépendant, entre autres, de la pluviométrie, de l'hygrométrie, de la température, etc. (Bigot & Zerhouni, 2000). Ces phénomènes de retrait et de gonflement se traduisent par deux conséquences majeures : la modification des propriétés physiques du sol qui influe directement sur les propriétés organiques du sol (Tessier et al., 2006) et les déformations du sol qui peuvent induire des tassements différentiels aux niveaux des structures et des ouvrages (Cui & Delage, 2003).

Dans le domaine de l'agriculture, la modification des propriétés physiques et organiques du sol induit un changement des espèces cultivées (pour des types de cultures moins demandeuses en eau par exemple). Cela peut aller dans certaines régions du monde jusqu'à une perte de la fertilité du sol (Tessier et al., 2006).

Dans le domaine du génie civil, les déformations causées par le retrait/gonflement des sols argileux (interagissant avec les structures et ouvrages) induisent en général des tassements différentiels au niveau de la base de l'ouvrage, qui peuvent conduire à des dégradations, affectant soit les éléments structuraux soit l'esthétisme de l'ouvrage (micro-fissures). Les ouvrages les plus touchés sont généralement des pavillons individuels, comme cela a été constaté lors de la sécheresse de 2003 (Vincent et al., 2009).

Les sols argileux sont parmi les plus répandus sur la planète, et sont naturellement présents en France. Leur mode de formation est issu d'un processus lent d'altération, d'érosion, de transport et de sédimentation. La composition de ces sols va varier en fonction du climat et de la roche-mère (Velde & Meunier, 1998 ; Meunier, 2005). Cependant, les constituants principaux sont les minéraux argileux (pouvant être formés par altération, transformation ou néoformation), associés à d'autres minéraux d'origine détritique (quartz) et/ou chimique (calcite, dolomite) et minéraux accessoires. Les propriétés de ces sols argileux sont dépendantes de la nature des minéraux argileux (Millot, 1964 ; Caillère & Hénin, 1963 ; Mitchell, 1976). Comme le montre une enquête du CEBTP-AQC réalisée en 1991 sur 768 sinistres, 97% sont situés sur des sols argileux (3% sur sols sableux ou limono-sableux).

Les dommages engendrés par le retrait et le gonflement en France ont concerné plus de 7300 communes entre 1990 et août 2006 (soit environ 1/5 des communes françaises ; source BRGM). Cela représente près de 90 départements français touchés. En termes financiers, cela a coûté environ 3 milliards d'euros d'indemnisation entre 1989 et 2002, faisant de ce risque naturel, le deuxième plus important en France après les inondations (idem en 2003). En 1973, Jones et Holtz (Jones & Holtz, 1973) avaient estimé que le gonflement des sols, aux Etats-Unis, était responsable tous les ans de plusieurs milliards de dollars en coûts de dommages, quantité dépassant tous les autres risques naturels (inondations, feux, séismes). En 2010, toujours aux Etats-Unis, ce phénomène représente 7 milliards de dollars (Katti et al., 2010).

Tous ces montants montrent que ce phénomène est loin d'être anodin et a touché (et touchera certainement) une grande partie de la population. Pour y remédier et atténuer ses effets, sa

compréhension est incontournable. Elle passe nécessairement par l'identification des principaux mécanismes intervenants dans le retrait et le gonflement et des processus physico-mécaniques associés. Bien que fondamental, dans le cadre de nos travaux, les interactions mécaniques entre le sol et la structure ne seront pas abordées ; nous nous limiterons uniquement au comportement du sol argileux.

Le retrait et le gonflement des sols argileux est donc un sujet vaste dont la complexité peut être mesurée par le nombre d'ouvrages et de publications qui lui sont consacrés. Les travaux décrits dans ce manuscrit en constituent une modeste contribution. La démarche que nous adoptons se base sur le constat suivant : la plus grande partie des travaux expérimentaux ont été effectués par des essais « classiques » de laboratoire (essais de gonflement à l'oedomètre, essais triaxiaux, courbes de rétention, porosimétrie mercure et BET...), réalisés à ce que nous considérons ici, l'échelle « mésoscopique ». Ces essais permettent d'approcher suffisamment bien le comportement de l'argile et sont utilisés depuis de nombreuses années, ont été éprouvés et servent aujourd'hui de référence dans la caractérisation des sols argileux (normes AFNOR, 1993 à 1999). Un des points faibles de ces essais, notamment ceux relatifs aux essais d'humidification-séchage, est qu'ils nécessitent un temps relativement long (de l'ordre de 1 à 3 mois) à cause de la faible perméabilité des argiles (Mitchell, 1976 ; Serratrice & Soyez, 1996), de la faible cinétique des phénomènes et également de la taille des échantillons (Hachichi & Fleureau, 1999 ; Chen, 1988). Pour pallier à cet inconvénient, nous avons effectué des essais d'humidification-séchage (gonflement-retrait) dans un Microscope Electronique à Balayage Environnemental (MEBE). Cet appareil présente les possibilités d'un MEB classique, si ce n'est qu'une différence de pression entre la chambre du MEBE et la colonne du faisceau d'électrons permet d'effectuer des observations dans un vide pauvre, en contrôlant les conditions d'humidité relative à l'aide de la pression et de la température dans la chambre. L'avantage de cet appareil est qu'il permet de s'affranchir des difficultés citées précédemment : les essais sont réalisés sur l'argile sous forme de poudre, ce qui réduit le temps de l'essai complet (humidification et séchage) à 24 heures maximum. Des essais similaires ont déjà été conduits auparavant, notamment par Montes-H. (Montes-H., 2002), Romero (Romero & Simms, 2008) sur des argiles destinées aux barrières ouvragées pour le stockage des déchets radioactifs, ou encore Ferber (Ferber, 2005), sur des sols fins compactés destinés aux remblais. Les travaux présentés ici constituent les premiers essais réalisés sur des argiles naturelles, prélevées sur des sites affectés par le retrait-gonflement. Deux argiles seront considérées dans nos travaux : la montmorillonite grecque, naturellement homogène et composée principalement de smectite et l'argile verte de Romainville, naturellement hétérogène et composée de minéraux argileux gonflants et non gonflants ainsi que de carbonates. Ce choix a été motivé par la bonne connaissance de leurs caractéristiques géotechniques et hydriques issues de précédentes études (Christidis & Dunham, 1993 ; Fleureau et al., 1992 ; Souli et al., 2008 ; Vincent et al., 2009 ; Audiguier et al., 2007 ; Mantho, 2005 ; Laribi et al., 2007) et leurs différences (composition minéralogique, hétérogénéité/homogénéité) qui en font deux argiles très intéressantes à étudier et comparer.

A l'échelle mésoscopique, l'application d'une succion, qu'elle soit progressive ou instantanée, induit la même déformation des échantillons. A l'échelle microscopique, nous avons observé que l'application directe d'une humidité relative induit des déformations inférieures à celles mesurées

à l'échelle mésoscopique alors que l'application progressive de l'humidité relative induit des déformations d'intensité similaire. Nous avons développé un protocole expérimental pour ces argiles naturelles, protocole basé sur une application par paliers et des temps d'équilibre variables selon la nature de l'argile. Les essais d'humidification-séchage au MEBE deviennent ainsi comparables aux essais classiques de laboratoire, à l'échelle mésoscopique mais avec un temps de réalisation plus court. En parallèle, des essais et observations à l'échelle mésoscopique ont été réalisés sur l'argile verte de Romainville afin d'avoir un point de comparaison entre les deux échelles et avec les résultats obtenus dans la littérature. Ils consistent en l'établissement des courbes de rétention, l'observation d'échantillons cubiques de 1 centimètre de côté au MEBE et des mesures de porosimétrie BET. Ces deux derniers essais permettent de suivre l'évolution texturale et porale de l'argile en fonction de l'humidité relative et complètent les essais effectués au MEBE (à une autre échelle).

A partir des essais d'humidification-séchage effectués au MEBE sur l'argile sous forme de poudre, l'évolution de la déformation surfacique des agrégats en fonction de la succion ainsi que la cinétique sont analysées pour étudier l'influence de plusieurs paramètres : la composition minéralogique en comparant la montmorillonite grecque et l'argile verte de Romainville, l'effet d'échelle en comparant trois tailles d'agrégats et le protocole expérimental en comparant les réponses pour des pilotages en pression ou des pilotages en température dans le MEBE.

Le développement d'essais de retrait-gonflement au sein du MEBE sur des argiles naturelles constitue un premier aspect innovant de ces travaux de recherche, qui est complété par le développement d'un dispositif expérimental original au sein du MEBE : un système de « micro-pesée ». Ce dispositif, qui a été breveté, permet de mesurer l'évolution du poids de l'argile sous forme de poudre (poids d'environ 60 mg avec des variations de 0,55 à 20 mg selon l'argile), parallèlement aux observations microscopiques. Cette évolution du poids de l'argile permet d'obtenir l'évolution de sa teneur en eau en fonction de l'humidité relative ou de la succion, et ainsi l'évolution de la déformation surfacique des agrégats en fonction de la teneur en eau.

En termes d'applications pratiques, cette donnée peut être couplée à des mesures in situ de l'évolution de la teneur en eau en fonction de la profondeur, effectuées sur un site affecté par du retrait-gonflement. Deux premières approches simples (une numérique et une analytique) sont proposées afin d'établir une estimation rapide, avec un ordre de grandeur acceptable, du retrait-gonflement sur un site donné. La simplicité de ces approches a l'avantage de ne nécessiter que peu de paramètres, que l'on peut obtenir de façon fiable et rapide. Elles n'ont en aucun cas l'objectif de se substituer aux modèles rhéologiques décrivant le comportement des argiles (Roscoe & Burland, 1968 ; Laloui, 2001 ; Alonso et al., 1990, 1999 ; Hueckel, 2002 ; Dormieux et al., 2002 ; Péron et al., 2009 ; El Youssoufi et al., 2005, Bowen, 1976 ; Magnan & Mestat, 1997).

Ce manuscrit est structuré de la façon suivante :

Le chapitre suivant (chapitre 2) présente brièvement et de manière non exhaustive l'état des connaissances actuelles sur le retrait-gonflement des argiles et les essais au MEBE menés sur des argiles. A partir de cet état de l'art, plusieurs constats sont faits sur le retrait-gonflement des

argiles à cette échelle d'observation. Les essais de laboratoire actuels permettent de caractériser de façon satisfaisante un sol argileux, par des paramètres directs (taux de gonflement, pression de gonflement...) et des paramètres indirects (valeur de bleu, teneur en carbonates, composition minéralogique,...) si l'on considère la potentialité de retrait ou de gonflement d'un sol. Certains de ces essais sont cependant relativement longs (jusqu'à 2-3 mois), compte tenu de la perméabilité et de la réactivité de l'argile. Pour la représentativité de l'essai, la préparation des échantillons peut s'avérer délicate, notamment lorsque le sol est hétérogène. Il en est de même pour la reproductibilité de l'essai : les éprouvettes doivent être identiques. Enfin, beaucoup de ces essais s'effectuent sur des échantillons fortement remaniés¹, ce qui pose la question de la représentativité du comportement de l'argile lors des essais par rapport aux conditions in situ.

A partir de ces constats, la nécessité d'essais rapides et représentatifs des phénomènes in situ, ainsi que le développement d'approches facilement et rapidement applicables dans le milieu professionnel sont apparus opportuns. Pour cela, l'approche de nos travaux de recherche est la suivante : des essais de retrait-gonflement sont menés sur la montmorillonite grecque et l'argile verte de Romainville dont la description géologique et géotechnique est présentée dans le chapitre 3. Leur étude sous forme de poudre permet une approche de la texture matricielle, similaire à leur texture in situ.

Les essais auxquels elles sont soumises sont menés à l'échelle microscopique dans un MEBE et à l'échelle mésoscopique par des essais de laboratoire. Les essais MEBE ont fait l'objet de plusieurs développements innovants, dont le système de micro-pesée. La présentation du MEBE, du système de micro-pesée et de ses applications et les essais de laboratoire sont décrits dans le chapitre 4.

Le développement d'un protocole expérimental propre aux argiles naturelles permet l'étude de l'évolution de la déformation surfacique des agrégats en fonction de l'humidité relative ou de la succion ainsi que la cinétique, exposés au chapitre 5. Précisons que l'incertitude sur l'humidité relative étant importante, les valeurs d'humidité relative sont juste indicatives et permettent de fournir des degrés d'hydratation. La composition minéralogique, l'effet d'échelle et le type de pilotage (en température ou en pression) ont été pris en compte comme paramètres influençant la réponse de l'argile en termes de retrait-gonflement.

Dans le but de comparer les résultats obtenus à des échelles micro et mésoscopiques et de s'assurer de la validité des résultats vis-à-vis de la littérature, des essais classiques de laboratoire ont été menés sur l'argile verte de Romainville, présentés chapitre 6. Ces essais, comportant les courbes de rétention, la porosimétrie BET et des observations au MEBE d'échantillons cubiques, permettent d'établir à la fois une carte d'identité de l'argile et d'étudier l'évolution texturale et porale de l'argile en fonction de l'humidification-séchage. Ces résultats à l'échelle mésoscopique

¹ Le terme « remanié » qualifie un échantillon de sol dont on n'a pas conservé l'organisation telle qu'elle était in situ (Baize, 2004). Le remaniement peut comporter divers degrés selon les protocoles expérimentaux appliqués.

sont comparés à la littérature et permettent des pistes de réflexion sur des phénomènes observés à l'échelle microscopique.

Les développements et résultats présentés dans ce manuscrit ont nécessité de nombreux essais, décrits dans le chapitre 7. On soulignera que les essais au MEBE ont nécessité le plus de travail et d'ajustement, de par la complexité de réglage de l'appareil, la complexité de la cinétique de l'argile et l'innovation apportée à ces essais.

A partir des développements de ces travaux de recherche que sont le protocole expérimental dans le MEBE et le système de micro-pesée, deux approches simples (numérique et analytique) sont proposées dans le chapitre 8, mises au point afin d'estimer le retrait-gonflement d'un site donné. Ces deux approches n'ont pas pour vocation de se substituer aux modèles rhéologiques éprouvés mais donnent des éléments de réponse quantitatifs sur le retrait et le gonflement extrêmement rapides avec une précision qui semble être acceptable. Notons que les deux approches proposées sont une première voie d'exploration, et qu'elles nécessitent naturellement plus de consolidation pour confirmer leurs aptitudes. Des exemples d'application sont présentés, notamment sur la montmorillonite grecque, l'argile verte de Romainville et l'argile de Pessac.

2. ETAT DES CONNAISSANCES SUR LE RETRAIT-GONFLEMENT DES SOLS ARGILEUX

Le retrait-gonflement des sols argileux est un phénomène étudié depuis plus d'une soixantaine d'années, mais dont tous les secrets n'ont pas été percés à ce jour, tant la problématique est complexe et met en jeu de multiples mécanismes. Le retrait-gonflement est en effet un problème multidimensionnel dont tous les composants sont couplés à différents niveaux et jouent un rôle essentiel dans sa manifestation et son ampleur (Tessier et al., 2006 ; Millot, 1964) :

- L'environnement du sol argileux : le climat (océanique, continental, méditerranéen...), la météorologie (précipitations, température, vent...), la végétation, la matière organique...
- Son origine géologique : sédimentaire, détritique...
- Son contexte géomorphologique : localisation dans une vallée, en pente, dans des anciens marais...
- Son utilisation « anthropique » : construction de maisons individuelles, d'immeubles, d'ouvrages d'art, agriculture...

D'autres particularités de ce problème sont intrinsèques au sol argileux :

- Constitution du sol argileux : degré d'hétérogénéité, degré d'homogénéité, espèce d'argile (kaolinite, illite, smectite...), présence ou non de carbonates,...
- Composition structurale (l'argile est composée de 3 niveaux structuraux, dont chacun peut interagir avec les autres) ;
- Composants physiques intervenant dans le comportement de l'argile : le comportement résulte de l'interaction de plusieurs mécanismes (hydrique, thermique, mécanique ou plus généralement physico-chimique) ;
- Effet d'échelle : l'argile étant composée de divers niveaux structuraux, le comportement observé et qui se manifeste à une échelle n'est pas forcément observable (voire extrapolable) à une autre échelle.

De plus, à l'échelle in-situ, les caractéristiques de gonflement d'un sol argileux à un endroit particulier ne seront pas forcément celles observées à un autre endroit, dans le cadre d'une disposition lenticulaire par exemple (hétérogénéité spatiale).

Toutes ces variables sont, en général, couplées, et complexifient considérablement l'analyse fine d'un problème de retrait-gonflement. Dans la littérature (Yong & Warkentin, 1975 ; Tessier et al., 2006 ; Vincent et al., 2009), les travaux se concentrent sur quelques composantes (construction d'ouvrages sur sols argileux gonflants, influence de la végétation sur le retrait-gonflement...) de ce problème mais il est à l'heure actuelle difficile d'intégrer l'ensemble des mécanismes décrits ci-dessus. Les connaissances sur chacune de ces composantes, prises indépendamment, ont certes avancé depuis cinquante ans, mais leur conjugaison pour un aspect prédictif du retrait-gonflement sur un site, quel qu'il soit, reste encore d'actualité.

Les phénomènes physiques présents sont illustrés de manière simplifiée sur la Figure 1, qui synthétise les principaux transferts et processus affectant la partie superficielle du sol.

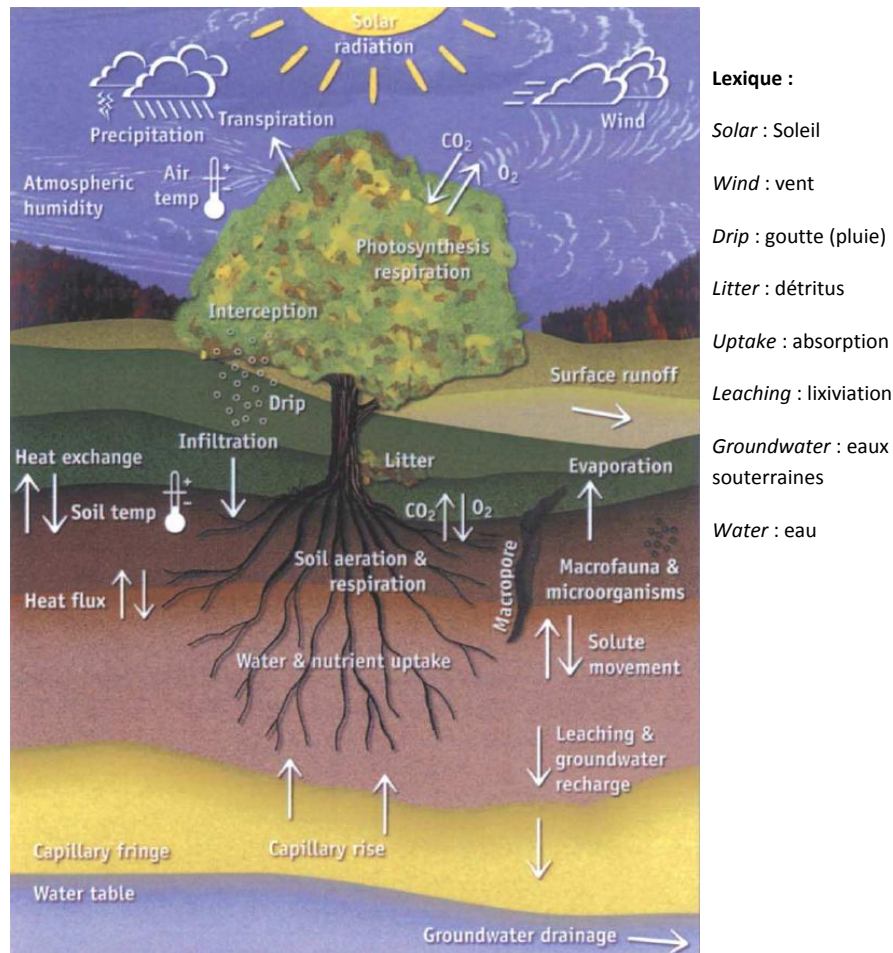


Figure 1: Représentation schématique des différents transferts thermiques et hydrauliques régnant au voisinage du sol. (Hillel, 1998)

Le bilan (Figure 1), relativement exhaustif, n'inclut pas les mécanismes physiques tels que les déformations, les contraintes, les pressions interstitielles. On imagine aisément la complexité des couplages des différents processus physiques à prendre en compte dans une analyse rigoureuse du comportement thermo-hydro-mécano-chimique (THMC) du milieu poreux (sol, argiles).

La Figure 2 représente un zoom plus détaillé du schéma de l'environnement du milieu non saturé et de son rôle dans le cycle hydrologique naturel.

La position d'équilibre stationnaire de la nappe d'eau est contrôlée par la topographie générale du système, les propriétés du sol, et les différents équilibres entre les mécanismes naturels qui régissent les écoulements et les transferts.

L'échelle spatiale correspondant au cycle hydrologique peut être locale ou régionale, d'une extension de la taille d'un ouvrage à l'échelle d'un continent. De manière générale, la quantité ou le volume d'eau situé entre la nappe phréatique et la surface du sol dans la zone non saturée ne représente qu'une petite partie de la quantité totale d'eau dans un cycle hydrologique (moins de 0,01 %) (Lu & Likos, 2004).

La zone non saturée forme la transition inévitable entre l'atmosphère et les grandes nappes aquifères situées en profondeur. L'écoulement de l'eau dans cette petite partie du cycle est très important.

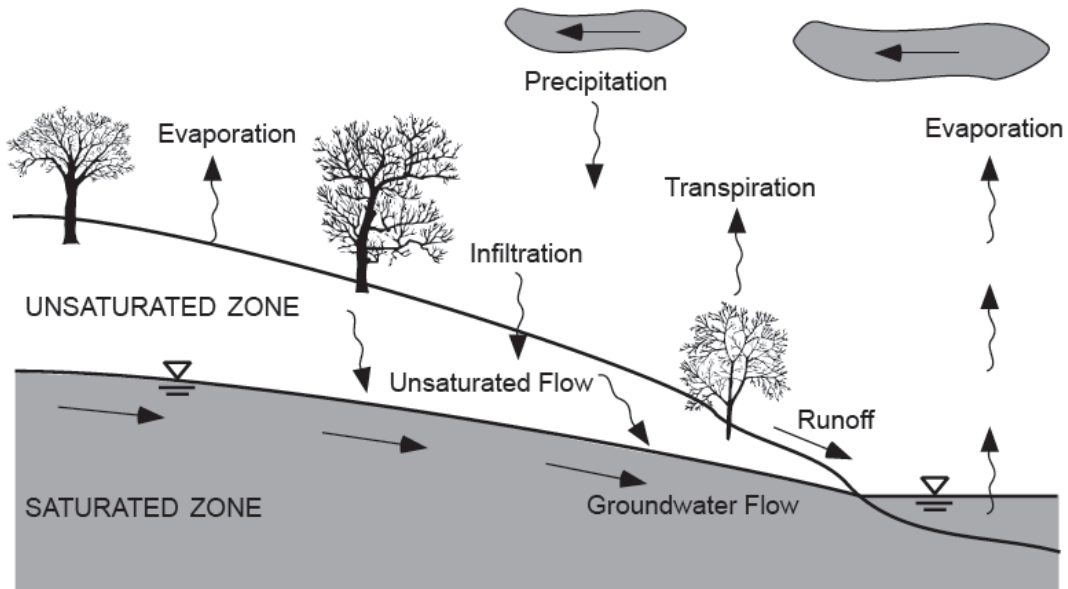


Figure 2: Rôle de la zone non saturée dans le cycle hydrologique (Lu & Likos, 2004).

Si l'on exclut toute sollicitation d'origine mécanique agissant à la frontière du sol, alors dans les sols non-saturés, les déformations sont principalement provoquées ou régies par des changements d'humidité du sol ou de pression hydraulique.

La déformation des sols non saturés induite par l'humidification et le séchage est souvent dénommée gonflement et retrait du sol et est un phénomène important (Vincent et al., 2009).

La Figure 3, par exemple, illustre plusieurs mécanismes importants fréquemment rencontrés au voisinage de la surface de certains sols contenant une fraction sensible à l'eau.

On recense bon nombre de mécanismes, tels que l'élévation ou le tassement de la surface du sol, la génération de pressions de gonflement sous des trottoirs ou des fondations, et des fissures dues à des tractions (Lu & Likos, 2004).

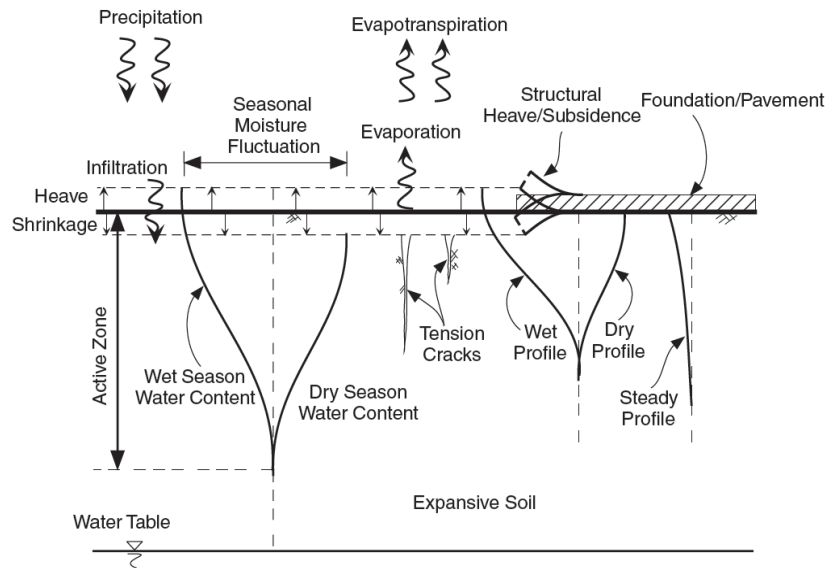


Figure 3: Déformations et divers écoulements au voisinage d'une surface de sol non saturé (Lu & Likos, 2004).

D'autres phénomènes (Figure 3), comme l'infiltration, l'évaporation, et la fluctuation saisonnière associées au profil d'humidité, entrent dans la catégorie générale des phénomènes d'écoulements non saturés (Foth, 1990). La Figure 4 illustre un exemple de dégât causé à une habitation par le retrait.



Figure 4: Exemple de dégât induit par le retrait du sol (Foth, 1990)

Le présent chapitre a pour but d'exposer les connaissances actuelles sur le retrait-gonflement des sols argileux, et sur les différentes composantes auxquelles nous nous sommes intéressés dans le cadre de nos travaux. La base de ces recherches sera l'étude des argiles, de leur variété à leurs propriétés physico-chimiques. Nous élargirons cette synthèse au tryptique argile-eau-air, avec les différents couplages et les éléments caractéristiques (teneur en eau, succion...) qui en résultent,

enfin, nous ferons le point sur quelques caractérisations expérimentales et modélisations numériques qui sont utilisées aujourd'hui.

A partir de cette synthèse, nous soulignerons les problèmes rencontrés à ce jour pour la caractérisation et la prévision du retrait-gonflement, qui nous ont servis de base pour la problématique de nos travaux de recherche. Rappelons toutefois que notre objectif est de mieux cerner le comportement du retrait-gonflement à l'échelle microscopique à l'aide d'essais au MEBE, d'établir des liaisons ou passerelles entre les différentes échelles (micro, méso et macroscopique) et proposer des modèles d'estimation du retrait-gonflement opérationnels sur un site donné.

2.1 LES ARGILES

Le terme « argiles » regroupe différentes catégories de matériaux naturels : un ensemble d'espèces minérales, une famille de roches, une catégorie de sols ou encore une classe granulométrique. Une grande diversité de matériaux avec des compositions, des propriétés physico-chimiques et des comportements mécaniques variés est contenue sous ce terme général (Homand & Duffaut, 2000 ; Millot, 1964 ; Meunier, 2005 ; Velde, 1995 ; Sparks, 2003).

Les argiles peuvent se présenter globalement sous deux formes structurales : les roches et les sols argileux. Leur caractéristique commune est la proportion, plus ou moins importante, des minéraux argileux qu'ils contiennent ; cependant, on les différencie par :

- le niveau de consolidation subie au cours de leur histoire géologique. Elles sont consolidées et indurées en ce qui concerne les roches (Osipov & Sokolov, 1978).
- l'absence ou la faible valeur de la cohésion pour les sols argileux. On considère en général qu'un sol argileux est constitué de plus de 30 % d'éléments fins dont la taille est inférieure à 2 μm (Lambe & Withman, 1969).

2.1.1 Structure d'une argile

Les minéraux argileux sont des phyllosilicates hydratés de petite taille. Quel que soit le domaine concerné, la structure cristalline des argiles est importante car elle conditionne les propriétés physiques du minéral (Caillère & Hénin, 1959).

Les minéraux argileux sont donc principalement des phyllosilicates, qui sont donc constitués par un empilement de feuillets. La Figure 5 précise la terminologie utilisée pour définir la structure des argiles. On distingue 3 niveaux d'organisation :

1. les feuillets, tétraédriques ou octaédriques ;
2. les particules, qui correspondent à des combinaisons ou agencements de feuillets ;
3. les agrégats, qui résultent de l'association de plusieurs particules.

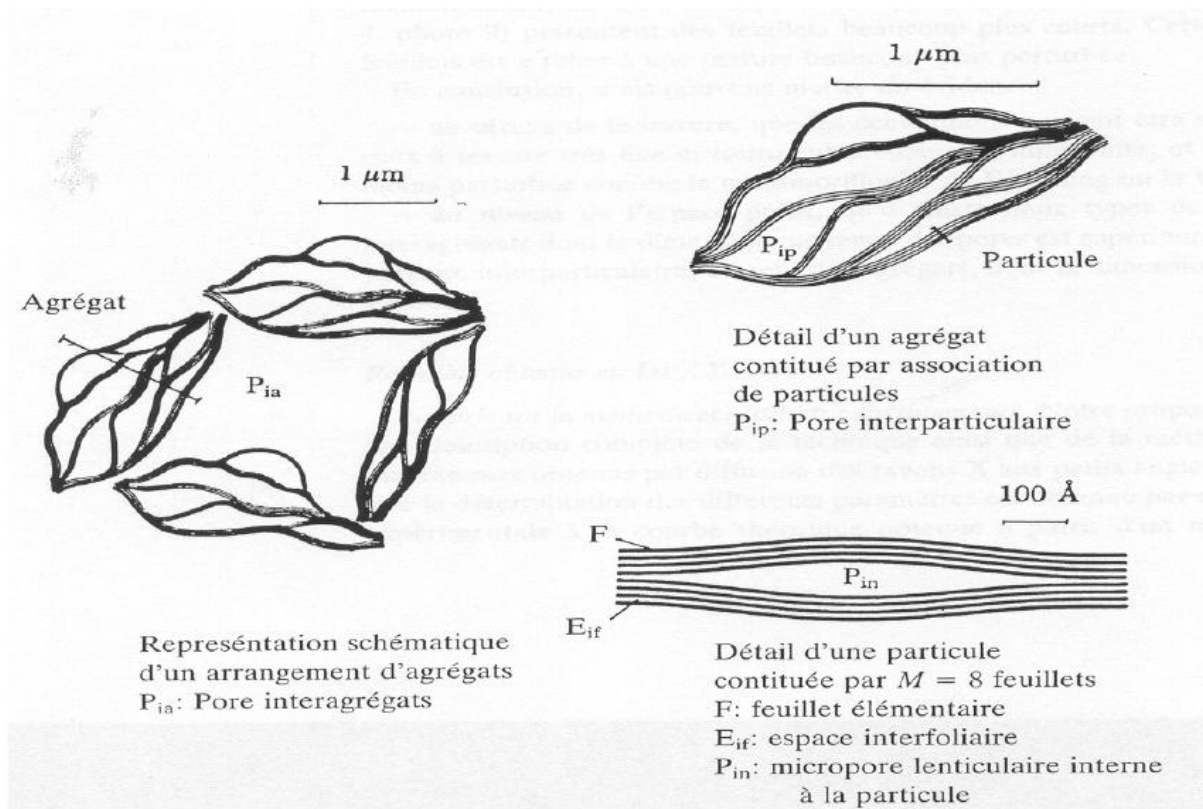


Figure 5: Représentation schématique de l'organisation texturale d'une argile (Touret, 1988)

2.1.2 Texture d'une argile

Tout comme la structure cristalline des argiles, la texture est un paramètre important car il conditionne les propriétés physiques du minéral (Caillère & Hénin, 1959). La texture concerne l'assemblage des minéraux (argileux ou pas) sous forme d'agrégats ainsi que l'arrangement ou distribution spatial(e) de ces agrégats (Audiguier, 1979). Aubouin et al. (1968) définissent la texture comme « la forme, la dimension et la disposition d'un certain nombre de minéraux naturellement groupés en une population au sein de la roche ».

Cette organisation peut faire l'objet de différentes classifications (Van Olphen, 1963 ; Collins & McGown, 1974 ; Le Roux, 1975 ; Sergeyev et al., 1978).

Ces classifications sont valables pour les sols argileux. Gens et Alonso (1992) ont établi une classification pour les sols gonflants, à partir des travaux de Collins et McGown (1974). Cette classification se base sur l'organisation des particules élémentaires argileuses :

- Texture « matricielle » (Figure 6a) : texture dont la base est une pâte homogène avec les particules élémentaires disséminées dans cette pâte. Cette texture est caractéristique des sols naturels ou des sols compactés du côté humide de l'optimum Proctor (Figure 7a).
- Texture « agrégée » ou « compactée » (Figure 6b) : texture compactée avec les particules élémentaires assemblées sous forme de mottes ou d'agrégats. Cette texture est caractéristique des sols compactés, du côté sec de l'optimum Proctor (Figure 7b).



Figure 6: Texture des sols gonflants (d'après Gens & Alonso, 1992)

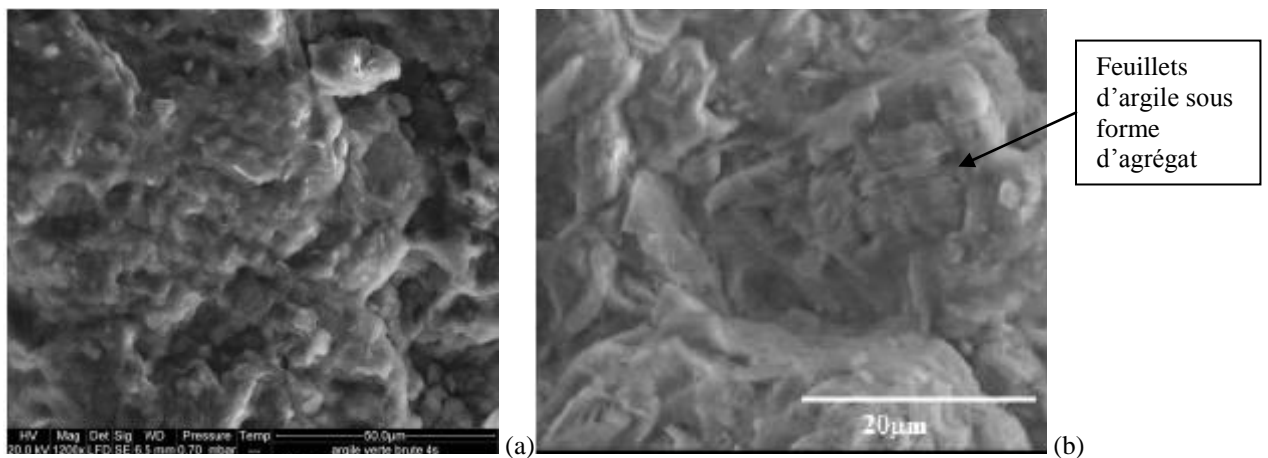


Figure 7: Photographies MEB de texture matricielle (a; Argile Verte de Romainville) et texture agrégée (b ; Argile de Bavent) (Vincent et al., 2009)

2.1.3 Principales argiles

Parmi les minéraux argileux, les plus connus sont :

1. la Kaolinite (1/1², d³=7 Å) (Figure 8). Pas de substitution dans les couches. Le feuillet est neutre. La kaolinite se forme dans les sols bien drainés, par pH acide, surtout en climat subtropical et tropical. Ses cristaux sont souvent grands pouvant atteindre 15 µm.
2. les Illites (2/1, d=10 Å). Association d'un feuillet O (alumineux) et deux feuillets T (siliceux). Il peut y avoir des substitutions (remplacement de Si par Al). Des cations (K⁺) sont adsorbés dans l'espace interfoliaire afin de compenser le déséquilibre des charges. C'est le minéral ubiquiste par excellence. Sa structure est proche de la muscovite (présentant plus d'eau et moins de K⁺).

² Combinaison des feuillets tétraédriques (T) et octaédriques (O) : T/O ou 1/1 ; T/O/T ou 2/1 ; T/O/T/O ou 2/1/1.

³ d : distance interfoliaire

3. les Smectites (2/1, $d=14 \text{ \AA}$) (Figure 8). L'empilement des feuillets est désordonné; chaque feuillet est tourné dans son plan par rapport au précédent. Les substitutions d'atomes sont importantes. Ce désordre et la faible charge des feuillets facilitent leur écartement et l'adsorption des molécules variées (eau, cations, molécules organiques) au niveau de l'espace interfoliaire qui s'écarte ($d=18 \text{ \AA}$). Les smectites, ou montmorillonites, sont généralement calciques, plus rarement sodiques. Elles sont formées dans les sols mal drainés plutôt alcalins. Les feuillets de smectites peuvent s'intercaler régulièrement ou irrégulièrement avec d'autres feuillets argileux, souvent illitiques. L'ensemble forme des interstratifiés.
4. la Glauconie. Minéral vert ferrique proche de l'illite exclusivement formé en milieu marin peu profond.
5. les Chlorites (2/1, $d=14 \text{ \AA}$). L'espace interfoliaire est garni par une couche composée de Mg et OH. L'Al est remplacé localement par le Fe. Les chlorites existent en plus grands cristaux dans les roches magmatiques. Elles sont également formées pendant la diagenèse des roches sédimentaires. On les retrouve en éléments détritiques dans les sols sous climat peu agressif.
6. la Vermiculite (2/1, $d=12 \text{ \AA}$). Fréquente dans les sols de la zone tempérée. La couche octaédrique contient du Fe et du Mg. La vermiculite est proche des illites et chlorites mais montre des propriétés gonflantes.
7. Les argiles fibreuses. Les feuillets sont discontinus et forment des rubans. Les principaux types sont la sépiolite et l'attapulgite ou paligorskite. On les trouve dans les milieux confinés.

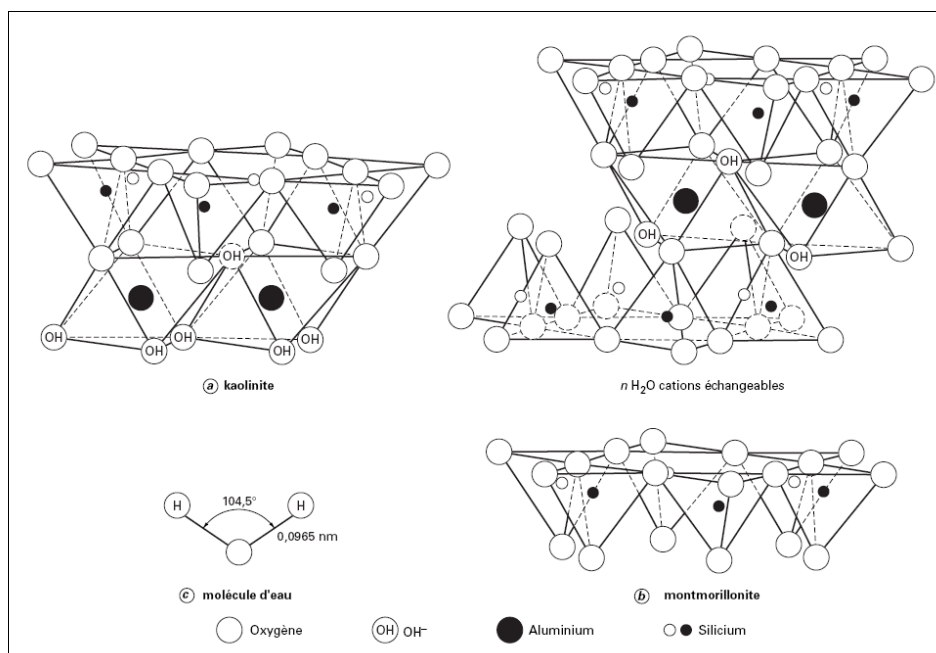


Figure 8: Structure des feuillets de kaolinite et de montmorillonite (Mitchell, 1976)

2.1.4 Surface spécifique et capacité de fixation

Les argiles se présentent sous trois formes structurales suivantes (Figure 9) :

1. En **flocons**, caractérisés par la même dimension dans deux directions et une épaisseur équivalente à $1/20^{\text{ième}}$ de la longueur ;
2. En **lattes**, avec une dimension privilégiée, plus longue et une épaisseur toujours équivalente à $1/20^{\text{ième}}$ de la longueur ;
3. En **aiguilles**, avec deux petites dimensions et la $3^{\text{ième}}$ privilégiée, beaucoup plus grande. Cette structure est assez rare.

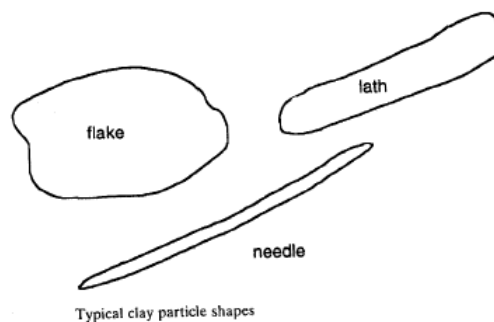


Figure 9 : Forme des particules argileuses: flake (flocons), lath (latte), needle (aiguille) (Velde, 1995)

La taille des argiles relativement petite et fine leur confère une surface spécifique importante par rapport au volume des particules qu'elles définissent. La surface relative augmente avec la diminution du diamètre. La surface spécifique des argiles est supérieure à celles de minéraux de même taille mais de forme différente. Le rapport épaisseur/largeur est de l'ordre de 20 pour les argiles. Les propriétés physiques des argiles sont principalement contrôlées par leur surface.

Le Tableau 1 donne des valeurs caractéristiques des surfaces des grandes familles argileuses. La surface totale comprend la surface externe, comprise entre les particules argileuses, et la surface interne, correspondant à l'espace interfoliaire (Figure 10). Les smectites ont les surfaces totales maximales :

Surface : Smectites > Vermiculites >>> Illites > Kaolinites = Chlorites.

Tableau 1 : Surface spécifique de quelques particules argileuses (Eslinger & Peaver, 1988)

Argile	Surface spécifique (m ² /g)		
	Interne	Externe	Totale
Smectite	750	50	800
Vermiculite	750	<1	750
Illite	5	25	30
Kaolinite	0	15	15
Chlorite	0	15	15

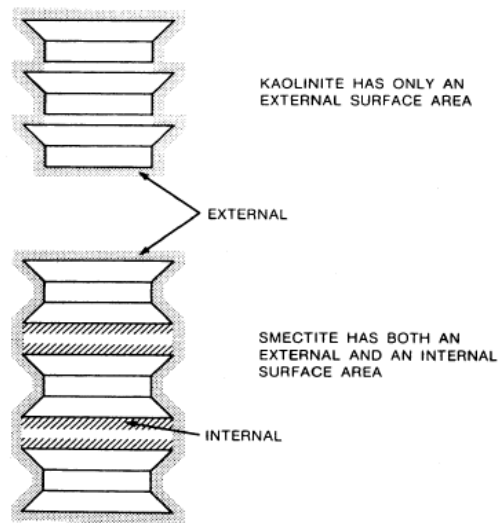


Figure 10 : Surface des particules argileuses: interne et externe (Eslinger & Peaver, 1988)

La capacité d'échange cationique (CEC) mesure la capacité d'une argile à échanger des cations avec l'eau du milieu. Elle mesure la concentration en cations non fixés dans la couche diffuse⁴ et dépend de la charge totale (c'est-à-dire, charge de surface et structurale). La CEC est fonction du pH et est généralement donnée pour un pH neutre ($\text{pH} \approx 7$) (Laribi et al., 2006).

Les valeurs de CEC pour les principales familles argileuses sont reportées dans le Tableau 2.

⁴ Dans une eau de surface, les colloïdes portent des charges négatives situées à leur surface. Ces charges négatives attirent les ions positifs en solution dans l'eau. Ceux-ci sont étroitement collés au colloïde et forment la couche liée ou de STERN (Stern, 1924), qui attire à son tour des anions accompagnés d'une faible quantité des cations : c'est la couche diffuse ou de GOUY (Gouy, 1910).

Tableau 2 : CEC des minéraux argileux (Eslinger & Peaver, 1988)

Capacités d'échange cationique (meq/100 g) des minéraux argileux		
Smectites		80-150
Vermiculites		120-200
Illites		10-40
Kaolinite		1-10
Chlorite		<10
Capacités d'échange cationique et densités de charge surfacique		
Groupe de minéral argileux	Capacité d'échange cationique (CEC) (cmol(+).kg ⁻¹⁵)	Densité de charge surfacique (τ) (cmol(-).m ⁻²⁶)
Kaolinites	3-20	2-6 x 10 ⁻⁴
Illites	10-40	1-2 x 10 ⁻⁴
Smectites	80-120	1-1.5 x 10 ⁻⁴
Vermiculites	100-150	3 x 10 ⁻⁴

2.2 L'EAU, L'AIR ET L'ARGILE

2.2.1 Introduction sur les différents couplages

Le schéma de la Figure 11a schématise un sol granulaire ou poreux non saturé contenant de l'eau, de l'air et le minéral solide. Les ménisques sont localisés au niveau des plus petits pores du squelette solide (au niveau des contacts intergranulaires) : plus le sol se désature, plus les ménisques deviennent petits (Fredlund & Rahardjo, 1993).

⁵ centimole de charge positive par kilogramme ; 1 cmole(+)/kg = 1 meq/100g

⁶ centimole de charge négative par mètre carré

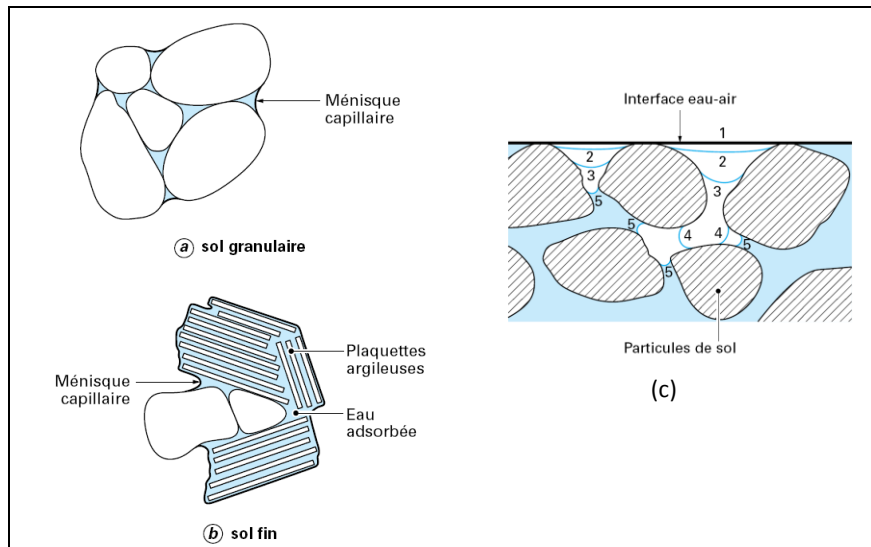


Figure 11: Représentation schématique d'un sol non saturé (gauche) et début de la pénétration de l'air dans un sol granulaire (droite) (Delage et Cui, 2001)

Comme l'intensité de la succion au sein du milieu non saturé est inversement proportionnelle au rayon de courbure de ce ménisque (Sparks, 2003), cela induira une forte augmentation de la valeur de la succion. C'est pourquoi la succion tend vers une maximale lorsque l'on tend vers un état sec.

Le début de la pénétration de l'air dans un sol granulaire initialement saturé d'un liquide, qu'on laisse sécher, représenté sur la Figure 11c, intervient au niveau des plus gros pores qui affleurent à la surface du sol, au contact eau-air.

L'augmentation de la succion se traduit par la diminution des rayons de ménisques, qui s'introduisent dans des pores de plus en plus petits, suivant les contours 1 à 5. Chaque contour est spécifique d'une seule valeur de succion, et donc d'un rayon de courbure qui lui est lié par la loi de Jurin (Tessier, 1984) (Figure 11c). La Figure 11b représente schématiquement le cas général d'un sol fin, avec un agrégat de plaquettes argileuses d'une dizaine de micromètres de diamètre, au contact d'un grain de limon. La succion est définie par le rayon du ménisque à proximité du grain de limon, et l'on observe que l'agrégat est saturé. Ceci est dû à la plus petite taille des pores situés entre les plaquettes, d'une part, et à l'attraction physico-chimique exercée par les argiles sur les molécules d'eau, d'autre part.

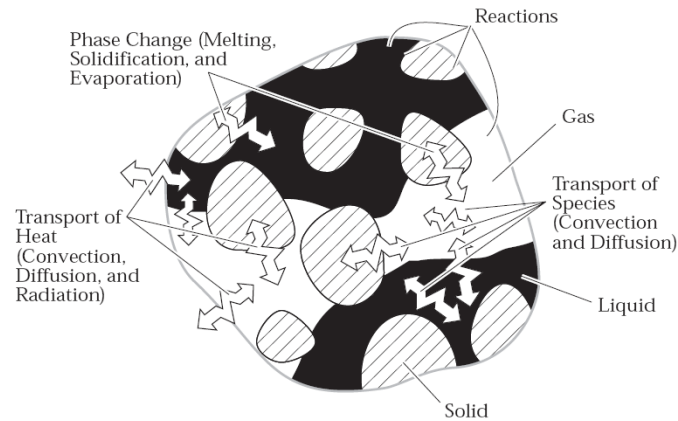


Figure 12: Représentation schématique du bilan non exhaustif des phénomènes physiques au niveau des pores : transport (convectif, diffusif) de température, de matière, changement de phase, et réactions chimiques (Kaviany, 1995).

La schématisation de la physique illustré sur la Figure 11 est une idéalisation de la réalité. En plus des brèves explications données ci-dessus, la Figure 12 explicite un peu plus les mécanismes physiques que l'on retrouve dans la problématique générale des différents couplages et différents transferts (Kaviany, 1995).

2.2.2 Adsorption-désorption

L'adsorption peut être définie comme l'accumulation d'une substance ou de la matière au niveau d'une interface entre la surface du solide et celle de la solution. L'adsorption peut inclure l'élimination des solutés (une substance dissoute dans un solvant) à partir de molécules de la solution et du solvant (phase continue d'une solution, dans laquelle le soluté est dissous) à partir de la surface solide, et la fixation de la molécule de soluté à la surface. L'adsorption ne comprend pas la précipitation ou la polymérisation. L'adsorption, la précipitation en surface, et la polymérisation sont tous des exemples de sorption, terme général utilisé lorsque le mécanisme de rétention à la surface est inconnu. Il existe différents mécanismes de sorption impliquant à la fois des processus physiques et chimiques qui peuvent se produire à la surface des minéraux (Figure 13).

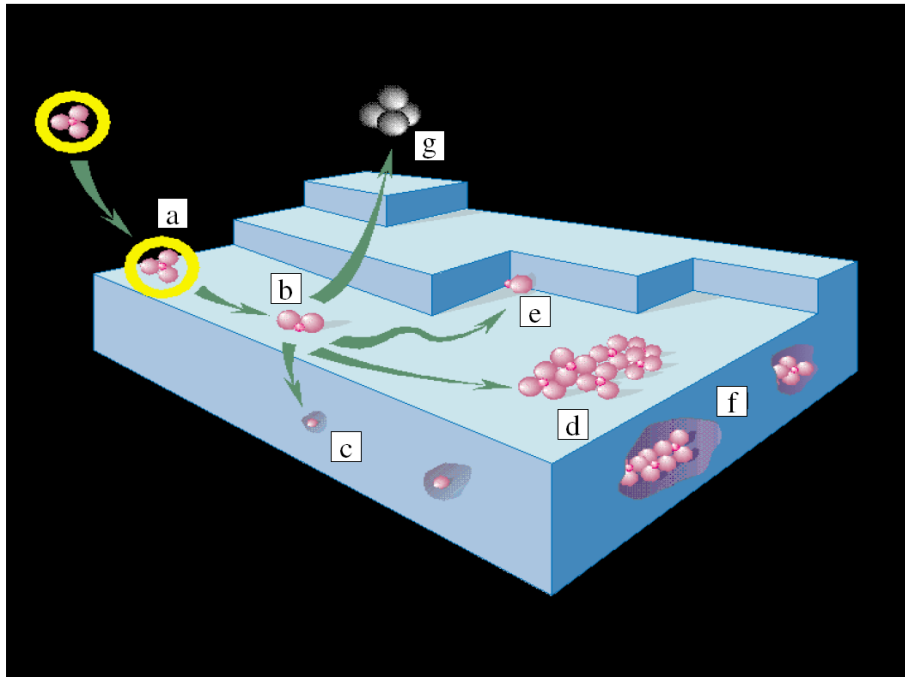


Figure 13: Divers mécanismes de sorption des ions à l'interface minéral/eau : (1) l'adsorption des ions via une formation d'une sphère extérieure complexe (a); (2) la perte de l'humidification d'eau et formation d'une sphère intérieure complexe (b); (3) diffusion et substitution isomorphe dans les minéraux (c); (4) et (5) diffusion rapide latérale et formation soit d'une surface polymère (d), ou adsorption sur une corniche (qui maximise le nombre de liens de l'atome) (e). Sur la croissance des particules, la surface des polymères finissent intégrés dans les structures (f); enfin, l'adsorption des ions peuvent diffuser en solution, soit à la suite d'équilibre dynamique ou comme le produit de réactions redox de la surface (g). (Sparks, 2003)

L'adsorbat est le matériau qui s'accumule au niveau d'une interface ; la surface solide sur laquelle l'adsorbat s'accumule est l'adsorbant, et les molécules ou les ions dans la solution qui ont le potentiel d'être adsorbés sont les sorbants.

Si le terme général de sorption est utilisé, l'élément qui s'accumule à la surface, la surface solide, est alors soit la molécule, soit un ion de la solution.

L'adsorption est donc un phénomène physique d'interface dans le sens où ce dernier se produit à la frontière entre deux milieux ou phases. L'adsorption résulte de la différence entre les forces d'attraction ou de répulsion qui se produisent, au niveau des surfaces exposées, entre les molécules ou les ions des différentes phases. Une des conséquences des forces de cohésion ou d'adhérence mises en jeu réside dans le fait que les zones de contact entre les phases peuvent présenter une concentration ou une densité de matière différente de celle contenue à l'intérieur des phases elles-mêmes. Etant donné que différentes phases sont en contact, différents types d'adsorption peuvent se produire : l'adsorption du gaz par la surface du solide, du gaz par la surface du liquide, du liquide ou de solution par la surface du solide (Gregg & Sing, 1982).

Une distinction peut cependant être faite entre l'adsorption qui traduit un mécanisme de rapprochement ou de répulsion, et l'absorption qui se réfère aux cas dans lesquels une phase pénètre ou imprègne l'autre. Il est souvent impossible de séparer distinctement le phénomène de l'adsorption de celui de l'absorption, en particulier dans le cas de systèmes très poreux. Le terme de sorption est alors fréquemment employé. Une autre distinction a été tentée entre adsorption physique impliquant principalement les forces de van der Waals et caractérisée par de faibles énergies d'adsorption (environ 20 kJ/mol ou moins), et l'adsorption chimique impliquant la formation de liens d'une nature chimique plus forts et plus permanents (c'est-à-dire, de manière analogue aux liens de valence) avec des énergies d'adsorption de l'ordre de 80-400 kJ/mol (Eslinger et Peaver, 1988).

Toutefois, cette distinction est souvent arbitraire, parce que les deux catégories peuvent se produire simultanément, et certains types de liaison peuvent être classés comme étant physique ou chimique. Les forces à l'interface, d'attraction ou de répulsion, peuvent elles-mêmes être de différents types, y compris électrostatique ou ionique (Coulomb) ou intermoléculaires (van der Waals et London) (Velde, 1995).

L'adsorption d'eau sur les surfaces solides est généralement d'une nature électrostatique. Cette adsorption de l'eau est le mécanisme causant la forte rétention de l'eau par les sols argileux. Des chercheurs (exemple, Low, 1961) ont conjecturé que l'eau adsorbée acquiert une structure quasi-cristalline (tel que les cristaux de glace) et peut prendre une épaisseur égale à trois à sept couches moléculaires.

L'adsorption de l'eau sur les surfaces d'argile est un processus exothermique, ce qui se traduit par une libération d'une certaine quantité de chaleur. Anderson (Anderson, 1926) a observé une relation linéaire entre la chaleur lors de l'humidification et la capacité d'échange. Janert (Janert, 1934) a retracé les relations entre la chaleur due à l'humidification et la nature des échanges de cations.

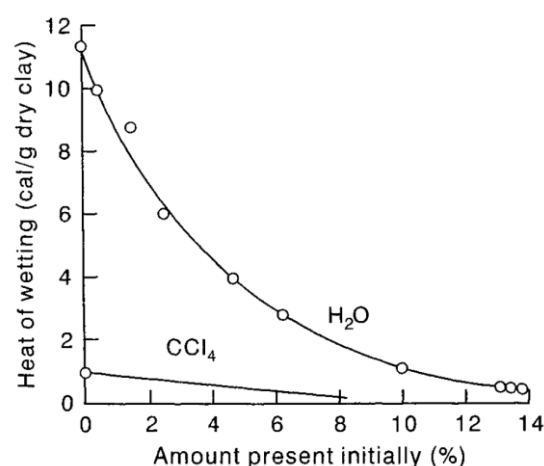


Figure 14: Chaleur lors de l'humidification en fonction de la teneur en eau initiale (Janert, 1934 d'après Hillel, 1998)

La différence entre une adsorption polarisée ou non polarisée est illustrée dans la Figure 14, où l'eau et du tétrachlorure de carbone sont comparés, en association avec une brique d'argile.

2.2.3 Humidification et gonflement

Dans des conditions ambiantes (de laboratoire ou in situ), les particules d'argile ne sont jamais totalement ou parfaitement sèches. Même après avoir été placées dans une étuve à 105°C pendant 24 h (norme AFNOR NF P 94-050), les particules d'argile conservent encore des quantités appréciables d'eau adsorbée (Figure 15). La forte affinité des surfaces d'argile pour l'eau est démontrée par le caractère hygroscopique des sols argileux : leur capacité de sorption et de condensation de la vapeur d'eau de l'air. L'air « soi-disant sec » du sol présente une teneur en eau de quelques pourcents, le pourcentage exact dépendant de la nature et de la quantité d'argile présente, ainsi que de l'humidité de l'air environnant.

A un état sec résultant d'un passage à l'étuve, l'eau associée à l'argile est si fortement liée qu'elle peut être quasiment considérée comme faisant partie intégrante de l'argile elle-même. Plus on ajoute d'eau dans le volume argileux (d'eau autour de chaque particule), plus la pellicule d'eau entourant la particule s'épaissit et l'eau rajoutée est de moins en moins liée.

L'ensemble du comportement physique d'un sol argileux (résistance, consistance, plasticité, conductivités thermique et hydraulique) est fortement influencé par le degré d'humification (c'est-à-dire, la polymérisation en composés organiques amorphes qui migrent ou se lient aux argiles et aux hydroxydes métalliques).

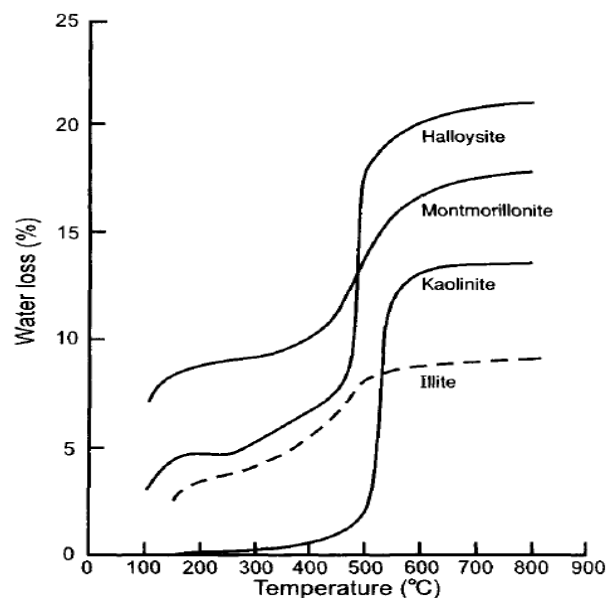


Figure 15: Exemple d'évolution de la teneur en eau en fonction de la température (Hillel, 1998)

L'eau est liée à la surface des argiles par des mécanismes comprenant l'attraction électrostatique, l'orientation des molécules d'eau vers des lieux chargés, ainsi que la liaison d'hydrogène aux atomes d'oxygène sur le feuillet argileux.

Un autre mécanisme d'humidification résulte de la présence de cations adsorbés. Les cations associés à l'argile ont également tendance à s'hydrater, ils contribuent donc à l'ensemble de l'humidification du système argileux. Quantitativement, cet effet dépend du type de cations présents et de la capacité d'adsorption des cations par l'argile. L'énergie d'adsorption d'eau est nettement plus grande pour la première couche de molécules d'eau, qui se fixent sur les sites hydrophiles représentés par les cations compensateurs, les groupes hydrophiles ou les cations de bords de feuillets. La jonction de ces sites hydrophiles hydratés forme un film d'eau monomoléculaire continu à la surface des particules. Puis sur ce film, apparaît le phénomène d'adsorption multicouche, correspondant à la superposition de n couches monomoléculaires d'eau (Prost, 1990).

La seconde couche est liée à la première couche par liaison hydrogène, et la troisième à la deuxième, et ainsi de suite, mais l'influence du champ de force d'attraction de la surface d'argile diminue avec la distance, de sorte qu'au-delà de quelques couches, le champ devient quasiment nul.

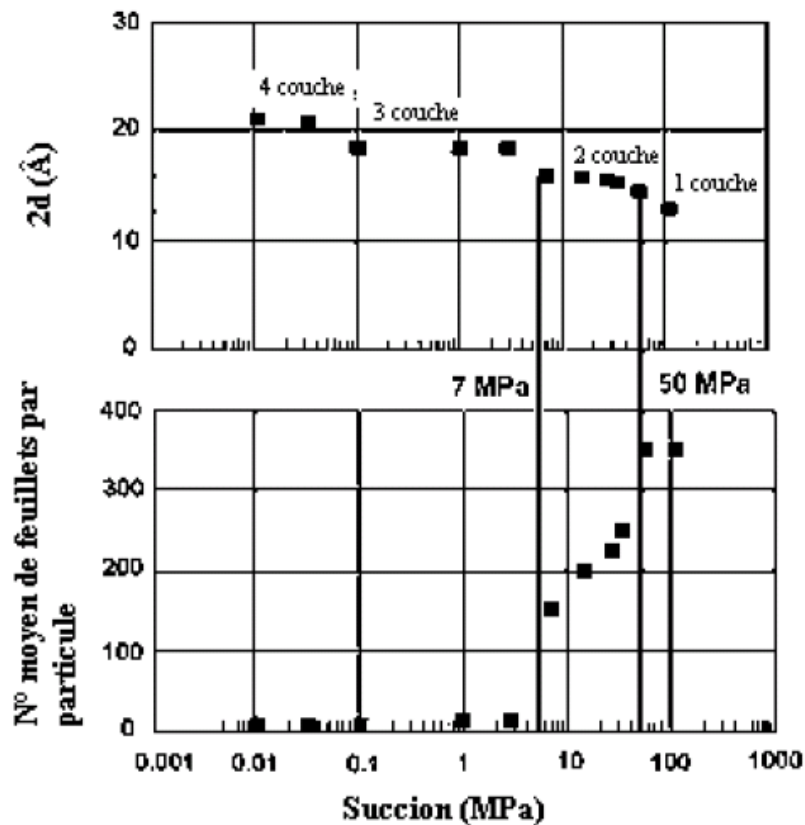


Figure 16: Influence de la succion sur la distance interfoliaire et sur la structure d'une bentonite MX80 (Saiyouri et al., 1998)

Saiyouri (1996) a étudié l'hydratation d'une smectite MX80 et d'une argile FoCa7 compactées par la méthode de la diffraction RX aux petits angles. Les résultats montrent, qu'au cours de l'hydratation (diminution de la succion), la distance entre les feuillets élémentaires augmente par adsorption progressive de couches d'eau. Ainsi, pour une succion

inférieure à 50 MPa, l'hydratation intraparticulaire passe de une à deux couches d'eau ; à partir de 7 MPa, elle est de 3 couches pour atteindre 4 couches dans le cas d'une succion quasi nulle. Dans le même temps, les particules d'argile se divisent, passant de 350 à 10 feuillets pour MX80 et de 100 à 10 feuillets pour FoCa7 jusqu'à une succion de 10 MPa. Pour des succions inférieures, l'hydratation se fait uniquement par éloignement progressif des feuillets (Figure 16).

Saiyouri (1996) suppose l'existence de deux domaines énergétiques : un premier où l'eau est organisée, donc liée aux feuillets et un deuxième où l'eau est libre et remplit des espaces poreux plus grands. Le mécanisme de gonflement serait donc composé d'un processus d'insertion d'eau couche par couche où l'on assiste à une micro-division des particules, qui elle-même provoquerait une diminution de la surface de ces particules, puis d'une répulsion à surface constante entre les cristaux plus petits. Toujours selon Saiyouri, l'eau, au début de l'hydratation, serait essentiellement interfoliaire, avec peu ou pas d'eau externe. A des teneurs en eau plus élevées, l'eau externe deviendrait plus significative et d'épaisseur compatible avec les distances intervenant dans la théorie de la double couche diffuse. Les Figure 17 et Figure 18 représentent les distances interfoliaires et interparticulaires pour chaque valeur de succion imposée. Les distances interfoliaires restent inférieures ou égales à 22 Å et les distances interparticulaires évoluent au fur et à mesure de l'hydratation.

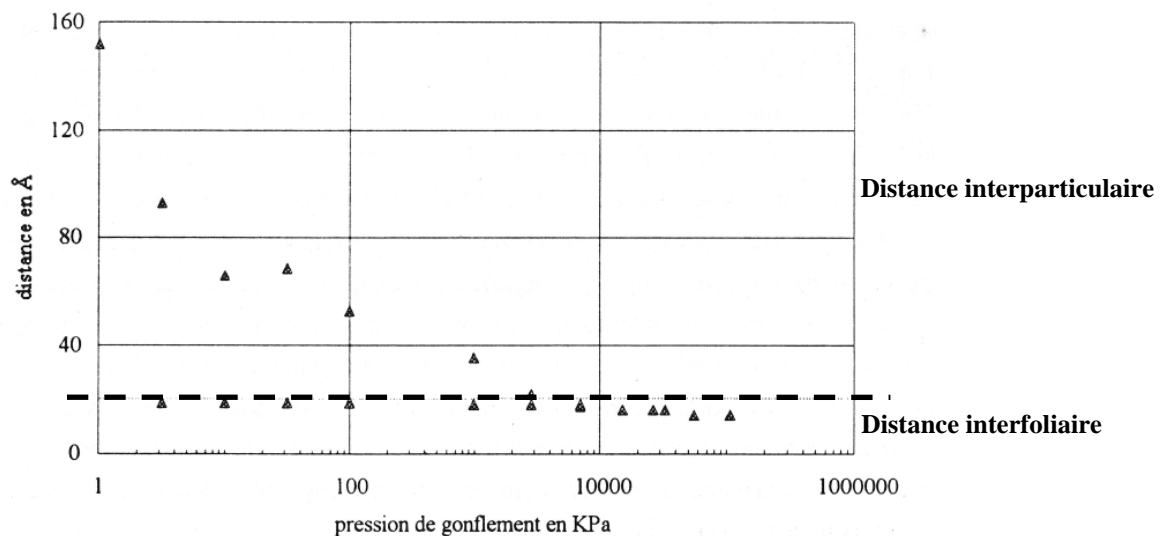


Figure 17: Distances interfoliaires et interparticulaire pour l'argile FoCa7 (Saiyouri, 1996)

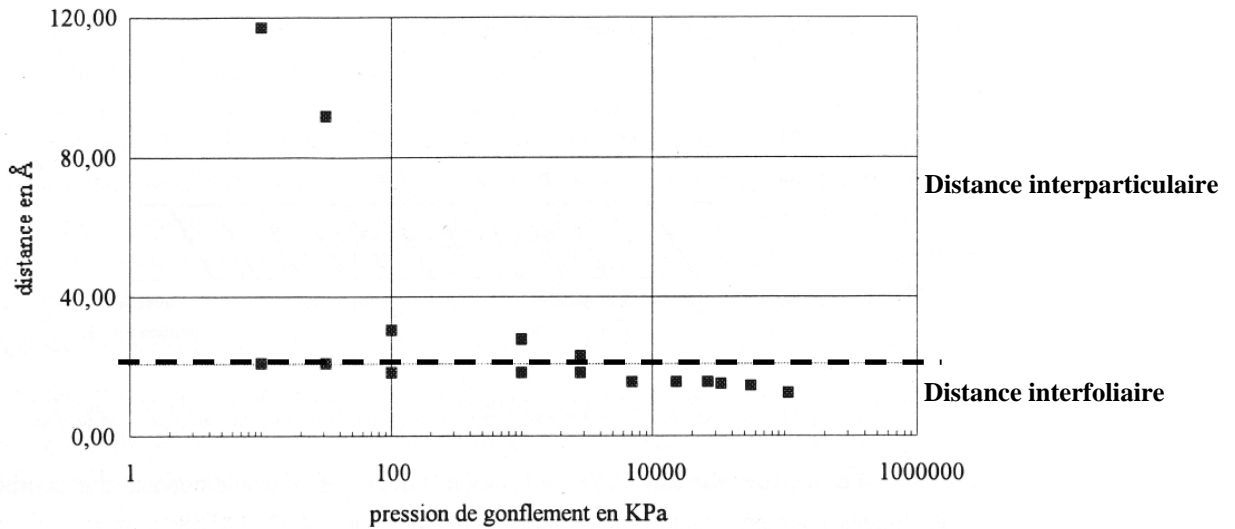


Figure 18: Distances interfoliaires et interparticulaire pour l'argile MX80 (Saiyouri, 1996)

Lorsqu'un volume d'argile confiné est mis en contact avec une solution externe, des pressions induites par le gonflement se développent au sein de cette argile.

La pression de gonflement est définie comme la pression devant être appliquée à un volume de sol qui a la possibilité de s'imbiber d'eau, pour l'empêcher de développer un gonflement. C'est également la pression exercée par le volume de sol s'hydratant, mais contenu dans un volume indéformable empêchant ainsi toute déformation volumique.

Les pressions de gonflement sont liées à la différence de pression osmotique⁷ entre l'eau adsorbée et la solution externe. Dans une micelle partiellement hydratée, l'épaisseur de la pellicule d'eau est inférieure à l'épaisseur potentiellement présentée lors de l'expansion totale de la double couche diffuse.

Comme chaque micelle augmente de volume, la partie des cations à charge positive repousse celles des micelles voisines. Ainsi, les micelles ont tendance à se repousser les unes les autres. Bien que cela induise un gonflement du système argileux, il peut se produire une fermeture des pores avec une conséquence non négligeable sur la porosité et la perméabilité, entre autres, du milieu poreux argileux.

La concentration des ions entre des micelles d'argile est plus importante que dans la solution externe. La différence de concentration dépend de la distance interparticulaire (fonction du degré d'humidification de l'argile) et du potentiel d'extension de la double couche diffuse qui dépend elle-même de la valence et de la concentration de cations adsorbés (Bultel, 2001 ; Van Damme, 2002).

⁷ Lorsque deux doubles couches de particules voisines interagissent, la pression osmotique tendant à favoriser la pénétration de l'eau dans l'espace interparticulaire (Tran Ngoc Lan, 1987) agit vis-à-vis des deux particules comme une force de répulsion, les empêchant de se rapprocher.

L'attraction d'origine osmotique dans un assemblage d'argile est généralement deux fois plus élevée pour des cations monovalents que bivalents, car les cations monovalents sont normalement deux fois plus nombreux pour le premier que pour les seconds.

Un effet similaire limitant le gonflement est causé par les faibles valeurs du pH dues à la présence de l'aluminium trivalent.

Une solution présentant un degré de salinité très élevé efface le mécanisme du gonflement. Cependant, si un sol dans lequel prédominent les sels de sodium est lessivé de l'excès de sels avec de l'eau douce, sans addition d'ions de calcium (sous forme de gypse, par exemple), un gonflement d'intensité non négligeable peut se produire. Ce dernier résulte de la prédominance des ions sodium dans la phase adsorbée. La variation de volume de l'argile pendant le processus d'humidification est un phénomène qui dépend du temps (Figure 19).

Cette dépendance temporelle est principalement due à la faible perméabilité des milieux argileux. La nature et l'intensité du gonflement semble être fonction de la quantité et de la nature de l'argile présente dans le matériau.

En général, le gonflement augmente avec la surface spécifique. Il est également conditionné par la disposition et/ou l'orientation des particules et par l'éventuelle présence de cimentation interparticulaire par des matériaux comme les oxydes de fer ou d'aluminium, les carbonates, qui empêchent l'expansion de la matrice argileuse.

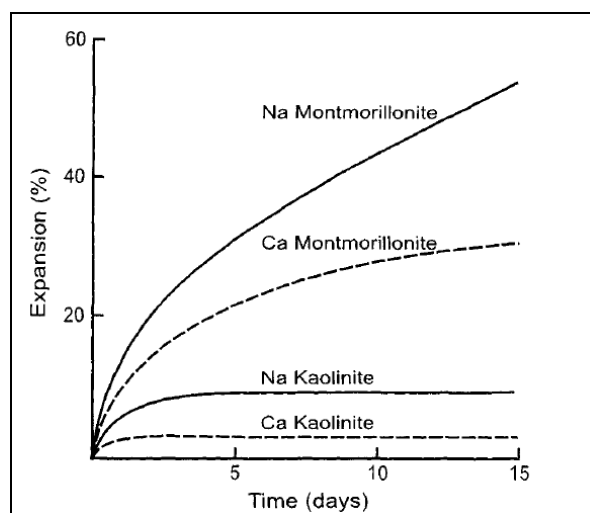


Figure 19: Exemple de gonflement pour différentes argiles (Hillel, 1998)

L'évolution de la déformation volumique, au cours de l'hydratation sous chargement constant d'échantillons d'argile FoCa7 compactés a été étudiée par Cui et al. (2002) (Figure 20). Le compactage influence la réponse de l'échantillon à l'hydratation, induisant deux types principaux de comportement : pour la contrainte verticale la plus élevée ($\sigma_v = 22,24$ MPa), le volume de l'échantillon augmente et semble se stabiliser après 120 heures ; pour la contrainte verticale la plus faible ($\sigma_v = 10,20$ MPa), le volume diminue en début d'hydratation, jusqu'à atteindre une valeur minimale après 80 heures, puis augmente jusqu'à stabilisation au bout de 180 heures. Cette diminution initiale pourrait être expliquée par l'effondrement des macro-

pores dans les échantillons moins compactés lors de l'hydratation sous chargement constant. Ces effondrements sont négligeables lors de l'hydratation des échantillons fortement compactés car le volume total des macro-pores dans ces échantillons a fortement diminué.

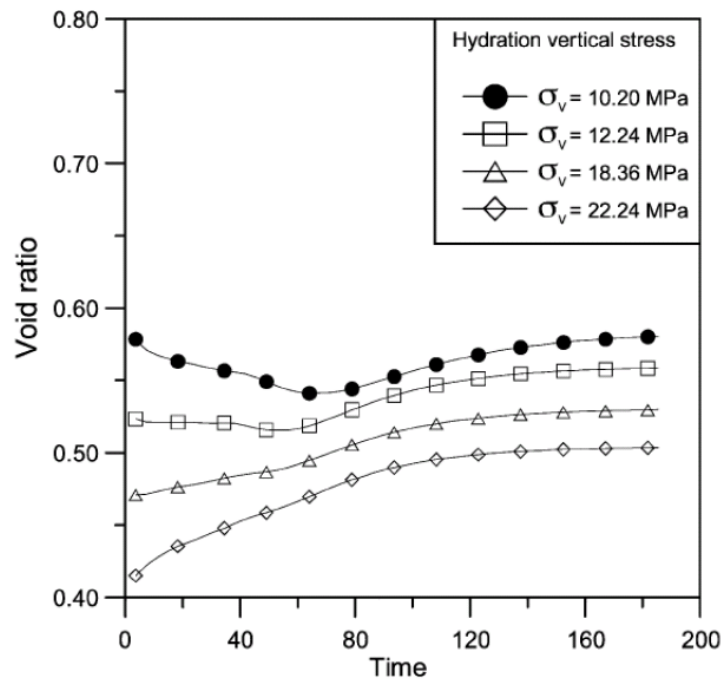


Figure 20: Hydratation des échantillons d'argile FoCa sous contrainte constante (Cui et al., 2002)

Cui et al. (2002b) ont également mené ce type d'essai sur un mélange de sable et de bentonite (48% bentonite) compacté. Les résultats montrent que, lorsque l'humidification se fait sous confinement ou volume constant, le gonflement se traduit par une réduction de la macroporosité. L'humidification entraîne une division des agrégats (Saiyouri, 2002) ainsi que leur déformation, entraînant un comblement de la macroporosité qui se ferme progressivement jusqu'à l'obtention d'une structure du sol isotrope à succion nulle. Cuisinier (2002) a obtenu des résultats semblables pour un mélange à 40% de limon et 60% de bentonite, compacté et humidifié sans confinement.

Une analyse a été entreprise par Cuisinier et Laloui (2004) sur un silt compacté pour déterminer les modifications de texture induites par des variations de contrainte et/ou de succion. La liaison entre le comportement de la structure et le comportement hydromécanique a été aussi examinée. Un œdomètre à succion contrôlée, utilisant la surpression d'air, a été développé à cette fin et la porosimétrie au mercure a été employée pour déterminer la structure de l'échantillon. La structure initiale des échantillons est constituée de macropores et de micropores. Il a été montré que l'augmentation de succion produit une diminution forte de la macroporosité et une augmentation de la microporosité. Cependant, quelques macropores n'ont pas été significativement affectés par l'augmentation de succion; ce phénomène pourrait être dû à la structure initiale des échantillons. Il apparaît également que le chargement en conditions saturées produit une modification importante de la structure : plus la contrainte

appliquée est importante, plus la macroporosité diminue. La structure du sol dépend de la contrainte maximale subie par le sol. Enfin, quelques tests ont montré l'influence de la succion, aussi bien que le rôle du degré de saturation, sur le processus de déformation et le comportement mécanique. Les résultats montrent que, dans le cas d'un chargement mécanique en conditions non saturées, les macropores ne sont pas détruits par le chargement mécanique.

L'effet de la non-saturation sur la compressibilité à différents niveaux de saturation a été analysé par Cuisinier (2002) à l'aide d'un oedomètre à succion contrôlée. La caractérisation du comportement hydromécanique d'un matériau gonflant (mélange de bentonite et de limon) a été réalisée dans un intervalle de succion étendu, de 0 à 300 MPa. Deux domaines peuvent être identifiés en fonction de la succion appliquée (Figure 21) :

- Au-dessous de 4 MPa, les éprouvettes ont une structure interne relativement homogène au début du chargement. Dans ce domaine, la pente de l'indice de compression vierge $\lambda(s)$ est indépendante de la succion mais légèrement inférieure à celle qui a été mesurée dans les essais où la succion imposée était supérieure à 4 MPa.
- Au-dessus d'une succion de 4 MPa, les éprouvettes ont une double structure au début du chargement mécanique. Dans ce domaine, la pente $\lambda(s)$ diminue lorsque la succion est augmentée.

Cependant, selon Nowamooz (2007), les valeurs de $\lambda(s)$ avaient été estimées en considérant la valeur moyenne de $\lambda(s)$ (indice de compression vierge) comme la valeur de $\lambda(s)$ pour les succions entre 0 et 4 MPa sans considérer l'existence de la courbe du comportement normalement consolidé. Au-dessus de la succion de 4 MPa, la pression de saturation n'a pas été atteinte pour les contraintes appliquées, et donc il y a seulement une pente $\lambda(s)$ qui diminue avec la succion. En considérant l'existence de la courbe du comportement normalement consolidé et de la pression de saturation, $\lambda(s)$ reste constante pour les succions proches de la saturation et ensuite diminue avec l'augmentation de la succion (Figure 22) comme dans la majorité des études existantes (Alonso et al., 1990). Ceci montre que la contrainte n'a pas d'influence sur la compressibilité de l'argile non saturée. La pression de gonflement est prépondérante par rapport à l'état de contrainte aux faibles profondeurs de sol.

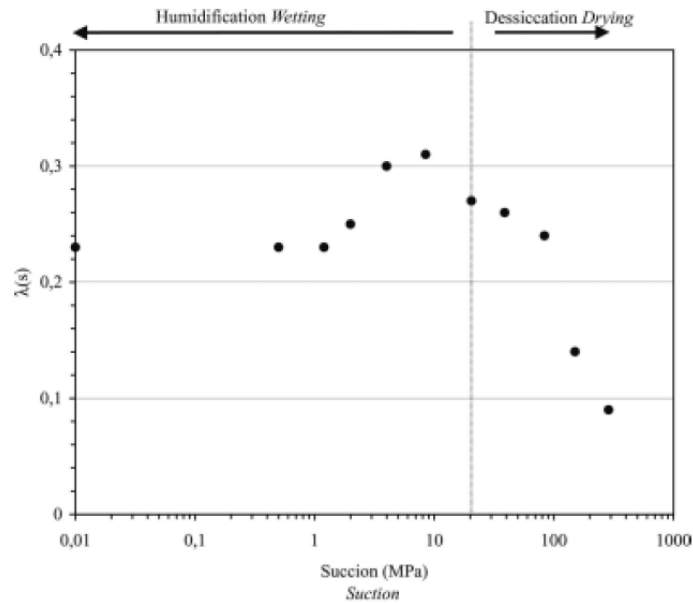


Figure 21: Variation de $\lambda(s)$ avec la succion (Cuisinier, 2002)

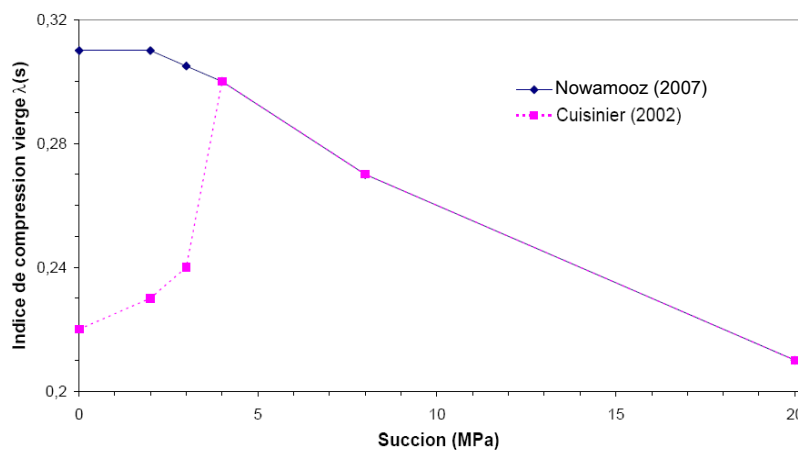


Figure 22: Variation de $\lambda(s)$ avec la succion imposée (Nowamooz, 2007)

Des observations similaires ont été faites par Tovey et al. (1973 ; d'après Delage et Graham, 1995) sur des argiles naturelles d'Israël moyennement gonflantes. Ceux-ci ont observé notamment une réorganisation interne des particules lors de l'hydratation sous confinement.

Par ailleurs, Camara (1982), Tessier (1984), Wilding & Tessier (1988) et Saiyouri et al. (1998), ont remarqué que, suite à l'humidification, le gonflement pouvait provoquer un microcisaillement responsable d'une réorientation des particules argileuses.

2.2.4 Teneur et potentiel de l'eau

La quantité d'eau contenue dans une unité de masse ou de volume ainsi que son potentiel (énergie) sont des facteurs importants influençant le développement des plantes et les propriétés physiques du sol. De nombreuses autres propriétés des sols dépendent fortement de la teneur en eau telles que les propriétés mécaniques (consistance, résistance, perméabilité, etc.).

Dans les sols argileux, le gonflement et le retrait, induits par l'addition ou l'extraction d'eau, respectivement, induisent entre autres des changements de la porosité, de la densité et de la distribution et dimension des pores. La teneur en eau régit également les échanges d'air ou de gaz du sol, de ce fait affectant la respiration des racines, l'activité des micro-organismes, et l'état chimique du sol (par exemple, le potentiel d'oxydation/réduction).

L'état physico-chimique de l'eau du sol est caractérisé en termes de son énergie libre par unité de masse, appelée le potentiel (faisant référence «à l'énergie potentielle» de l'eau dans le sol). Des diverses composantes de ce potentiel, le potentiel matriciel traduit la ténacité avec laquelle l'eau est tenue par la matrice de sol.

L'humidité et le potentiel matriciel sont reliés l'un à l'autre, et la représentation graphique de cette relation est appelée courbe caractéristique de l'humidité du sol. La relation n'est pas unique, cependant, elle est affectée par le taux de variation de l'humidité du sol et est sensible aux changements de volume et de structure du sol. Les deux, potentiel matriciel et humidité, varient largement dans l'espace et dans le temps dès lors que le sol est mouillé par la pluie, drainé par gravité, et séché par évaporation et extraction des racines, etc.

La plus petite humidité que l'on rencontre dans la nature est l'air sec. L'autre extrême, le plus humide, correspond à la saturation, c'est-à-dire lorsque les pores sont saturés d'eau. Pour les matériaux non gonflants tels que les sables, la saturation est facile à définir. Ce n'est pas le cas des matériaux gonflants qui peuvent poursuivre leur imbibition et gonfler même après que les pores soient saturés d'eau.

La fraction d'eau contenue dans le sol peut être exprimée en termes de masse relative ou de volume relatif. La teneur en eau w est une valeur adimensionnelle, définie comme le ratio de la masse d'eau M_w sur la masse de solide (sec) M_s :

$$\omega = \frac{M_w}{M_s}$$

En terme volumique :

$$\theta = \frac{V_w}{V_t} = \frac{V_w}{V_s + V_w + V_a}$$

Avec :

V_t : volume total de l'échantillon de sol,

V_s : volume de la composante solide,

V_w : volume de l'eau,

V_a : volume de l'air.

Le lien entre ces deux variables est le suivant :

$$\theta = w \left(\frac{\rho_d}{\rho_w} \right) = w \gamma_d$$

Avec :

γ_d : densité sèche.

L'expression s'applique aisément pour les matériaux non gonflants puisque le volume total est constant quelle que soit l'humidité. Cela n'est malheureusement pas le cas, dans le cas des matériaux gonflants, puisque le volume varie en fonction du degré d'humidité.

La notion de potentiel hydrique du sol est une manière de mesurer l'énergie potentielle de l'eau. Elle exprime l'énergie potentielle de l'eau du sol par rapport à celle de l'eau dans un état de référence. L'état de référence suppose généralement un hypothétique réservoir d'eau pure, à la pression atmosphérique, à la même température que celle de l'eau du sol (ou à toute autre température), et à une altitude constante.

Le concept de potentiel a été appliqué la première fois à l'eau dans le sol par Buckingham (Buckingham, 1907). Gardner (Gardner, 1920) a montré que ce potentiel dépendait de la teneur en eau. Richards (Richards, 1931) a développé le tensiomètre pour le mesurer in-situ.

Le concept de potentiel hydrique du sol est d'une importance fondamentale. Ce concept remplace la catégorisation qui prévalait au début des développements de la physique des sols et qui visait à reconnaître et à classifier les différentes formes de l'eau du sol, par exemple, « l'eau gravitaire », « l'eau capillaire », « l'eau hygroscopique ».

Le fait est que toutes les eaux contenues dans le sol, sont affectées par le champ gravitationnel, elles sont considérées comme « gravitationnelles ».

Sous une pression hydrostatique supérieure à la pression atmosphérique, le potentiel de l'eau du sol (en supposant qu'il n'y a pas d'effets osmotiques) est plus élevé que celui de l'état de référence et il est donc considéré comme positif.

Par contre, l'eau dans un sol non saturé est contrainte par les forces de capillarité et d'adsorption. Donc sa pression hydrostatique équivalente est inférieure à celle de l'état de référence, d'où un potentiel énergétique négatif.

D'après la définition ou la terminologie de l'ISSS (International Soil Science Society), le potentiel total de l'eau dans le sol est « *la quantité de travail par unité de volume d'eau pure, nécessaire pour transporter de façon réversible, isotherme, à altitude constante et à la pression atmosphérique, une quantité infinitésimale d'eau depuis un état d'eau pure loin du sol, à celui d'eau interstitielle dans le sol non saturé* ».

Cette définition, basée sur l'énergie libre de Gibbs (Calvet, 2003), fournit beaucoup plus un concept qu'un moyen pratique pour son évaluation. Une hypothèse de travail communément adoptée est de considérer le potentiel de l'eau comme étant égal à la contribution additive de différents facteurs :

$$\phi_t = \phi_g + \phi_p + \phi_o + \dots$$

Avec :

ϕ_t : potentiel total,

ϕ_g : potentiel gravitationnel,

ϕ_p : potentiel matriciel,

ϕ_o : potentiel osmotique.

L'expression est « ouverte » dans le sens où d'autres contributions sont théoriquement possibles au vue des mécanismes physico-chimiques régnant dans le système eau+sol.

Par définition, le potentiel gravitationnel par unité de masse est :

$$\phi_{g,m} = g \times z$$

ou par unité de volume :

$$\phi_{g,v} = \rho_w \times g \times z$$

Avec :

z : élévation,

g : gravité,

ρ_w : masse volumique de l'eau.

Le potentiel de pression ou matricielle est la pression hydrostatique P à laquelle est soumise l'eau. Le potentiel matriciel par unité de volume ϕ_{ps} est donc :

$$\phi_{ps} = P$$

Le potentiel de pression d'un sol humide fut dénommé par les physiciens des sols, potentiel de capillarité pour être renommé actuellement potentiel matriciel. Il est la conséquence des interactions entre les forces capillaires et adsorbantes régnant entre l'eau est la matrice solide. Les terminologies suivantes : potentiel matriciel, succion matriciel et succion sol-eau sont généralement utilisées pour décrire la même variable.

La définition de la succion est très précise, et selon l'ISSS, la succion est définie comme la mesure de la pression négative.

2.2.5 Relation entre la succion et l'humidité relative : courbe de rétention

L'humidité relative est définie comme la pression partielle de la vapeur d'eau u_{v_a} rapportée à la pression de la vapeur d'eau saturante $u_{v_a,sat}$. Elle est exprimée en pourcent (%) (Lu & Likos, 2004).

$$HR_a(\%) = \frac{u_{v_a}}{u_{v_a,sat}} \times 100$$

La relation entre l'humidité ambiante HR et la succion ($u_a - u_w$) correspondante est indépendante du sol. Elle est définie par une des relations fondamentales de la thermodynamique, la loi de Kelvin, dont l'expression est la suivante :

$$u_a - u_w = \frac{R \times T}{g \times M} \times \ln(HR)$$

Avec :

u_a : pression de l'air,

u_w : pression de l'eau,

HR : humidité relative, égale au rapport de la pression partielle de la vapeur d'eau P dans l'atmosphère considérée, à la pression de vapeur saturante P_0 qui dépend de la température T ($P_0 = 0,92$ cmHg à T = 10°C ; $P_0 = 1,75$ cmHg à T = 20°C ; $P_0 = 9,25$ cmHg à T = 50°C),

M : masse molaire de l'eau ($M = 18,016$ g.mol⁻¹),

g : accélération due à la pesanteur ($g = 9,81$ m.s⁻²),

R : constante molaire des gaz ($R = 8,3143$ J.mol⁻¹.K⁻¹),

T : température (K).

Par exemple à 20°C, on a $RT/Mg = 137,837$ MPa.

Une humidité relative donnée impose donc aux échantillons de sol une succion donnée, selon les valeurs du tableau ci-dessous. Il lui correspond une teneur en eau d'autant plus forte que l'attraction exercée par le sol sur l'eau est importante, donc que le sol est plastique. En fait, on constate dans le tableau que les succions deviennent très importantes en dessous de 98 % d'humidité relative. A de telles valeurs de succion, l'expérience montre que les pores intergranulaires des sables propres sont complètement dessaturés, et que seules les interactions eau-argile dans les sols fins assez plastiques sont capables de retenir de l'eau. La relation de Kelvin intervient évidemment dans l'évaporation des sols et dans les transferts d'eau sous forme de vapeur au sein de la phase gazeuse du sol qui en résultent.

Tableau 3: Exemple de valeurs de succion et d'humidité relative issues de la relation de Kelvin.

Relation succion/humidité relative relation de Kelvin	
Succion (MPa)	Humidité relative (%)
0	100
10^{-2}	99,9993
10^{-1}	99,927
1	99,277
70	60
126	40
221	20
316	10

La capacité des sols non saturés à attirer et retenir l'eau est quantifiée par les courbes de rétention d'eau, qui en constituent une caractéristique essentielle. Ces courbes sont déterminées en soumettant un échantillon à un cycle de séchage et d'humidification par application de paliers de succion croissante, puis décroissante. A chaque étape, la mesure de teneur en eau se fait en annulant la pression d'air au sein de la cellule pour retirer rapidement l'échantillon à peser ; l'échantillon est ensuite replacé en cellule pour être soumis à l'étape suivante en succion, par application d'une autre pression d'air qui engendrera soit une infiltration, si elle est inférieure (chemin d'humidification), soit un drainage, si elle est supérieure (chemin de séchage). Les courbes de rétention d'eau sont obtenues en reportant les valeurs de teneur en eau dans un diagramme « logarithme de la succion/teneur en eau ». On peut également les représenter en reportant le degré de saturation en abscisse, ce qui permet d'observer la valeur de la succion de désaturation, qui n'est pas généralement nulle.

2.2.5.1 Courbe de rétention-hystérésis

En 1930, Tetens (Tetens, 1930) proposa une expression de la pression de saturation de la vapeur (exprimée en kPa) en fonction de la température T (exprimée en degré Kelvin) (Figure 23). Cette dernière adopte l'expression suivante :

$$u_{v,sat} = 0,611 \exp\left(17,27 \times \left(\frac{T - 273.2}{T - 36}\right)\right)$$

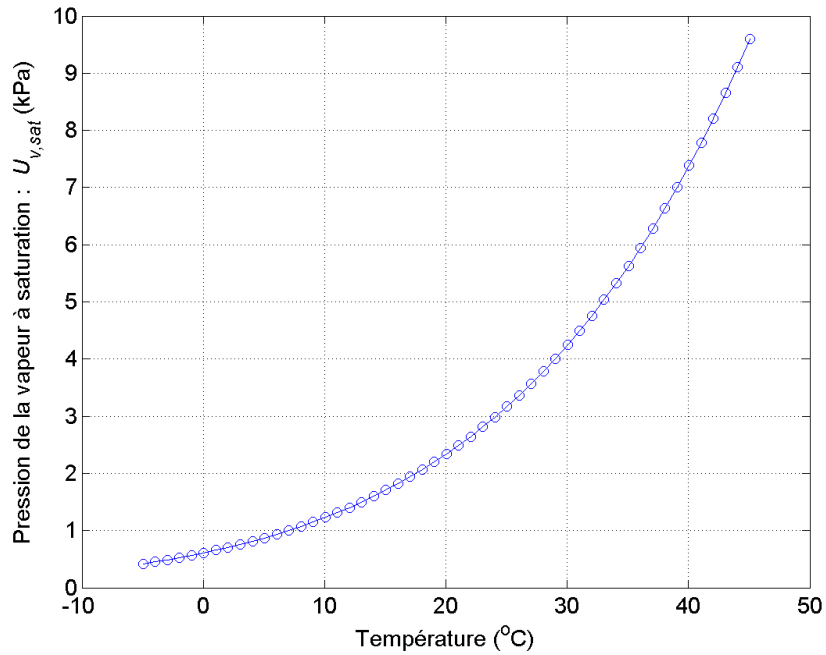


Figure 23: Représentation graphique de la loi de Tetens : Pression de la vapeur à saturation en fonction de la température

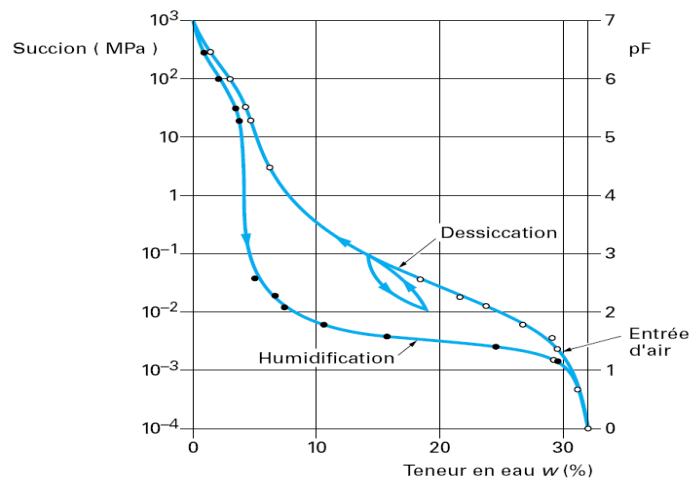


Figure 24: Exemple de courbes de rétention d'un sable argileux (Delage et Cui, 2001 d'après Cronney, 1952).

La Figure 24 présente les courbes de rétention obtenues sur un sable argileux (11 % < 2 mm, 31 % < 0,08 mm). Différentes observations typiques des propriétés de rétention des sols non saturés peuvent être déduites de ces courbes. On note tout d'abord que le chemin parcouru lors du séchage se situe au-dessus du chemin d'humidification, ce qui met en évidence un phénomène d'hystérésis. Il n'existe pas de relation biunivoque entre la succion et la teneur en eau, et la valeur de teneur en eau à une succion donnée dépend du chemin hydrique parcouru pour parvenir à ce point : une désaturation à une succion de 100 kPa depuis l'état saturé

conduit à une teneur en eau de 15 %, alors qu'un remouillage depuis l'état sec conduit à une valeur de 8 %. Cet hystérésis est typique des milieux poreux constitués de pores de tailles variables interconnectés en parallèle ou en série.

L'hystérésis est due selon Hillel (Hillel, 1998) à plusieurs raisons :

1. la non uniformité géométrique des pores pris individuellement. Ces pores présentent généralement des formes très irrégulières et sont interconnectés par de petits orifices (conduits), se traduisant par l'effet « bouteille d'encre » (Figure 25).

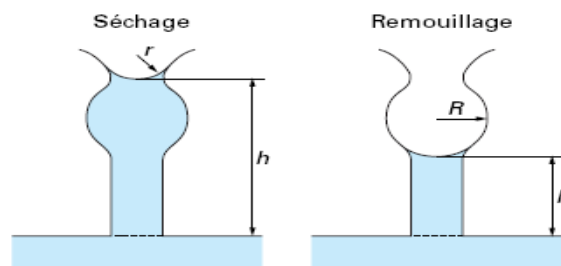


Figure 25: Mécanisme invoqué lors de l'hystérésis : exemple de la bouteille d'encre (Delage et Cui, 2001 d'après Hillel, 1980)

2. l'angle de contact, et le rayon de courbure du ménisque, qui sont plus grands lorsque le ménisque avance (Figure 26).

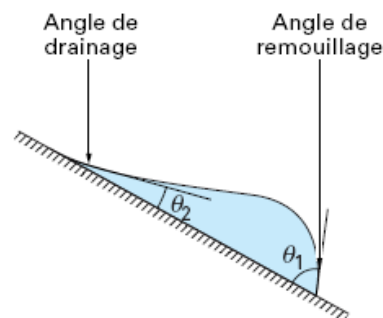


Figure 26: Mécanisme invoqué lors de l'hystérésis : Angle de mouillage et de drainage (Delage et Cui, 2001 d'après Bear, 1969).

L'hystérésis de l'angle de contact survient à cause de la rugosité de surface de la particule solide, la présence d'impuretés adsorbées sur la surface du solide, et par le mécanisme avec lequel les molécules se lient ou se détachent lorsque l'interface se déplace.

3. l'encapsulation de l'air dans des pores «aveugles» ou en «cul-de-sac», ce qui réduit la teneur en eau des sols qui viennent d'être mouillés. Le fait de ne pas atteindre le vrai équilibre (mais pas, à strictement parler, la vraie hystérésis) peut accentuer l'effet d'hystérésis.

4. le gonflement, le retrait, ou des phénomènes de vieillissement, ce qui entraîne une modification de la structure du matériau, fonction de son histoire hydrique.

La courbe de rétention, représentant les chemins d'humidification-séchage, constitue une source d'information importante sur le comportement du sol en fonction de la succion, représentant la carte d'identité du sol. Fleureau et al. (1993) ont établi les courbes de rétention de 11 sols argileux, allant du limon naturel aux montmorillonites et kaolinites pures, sur des échantillons sous forme de pâte, consolidés ou compactés.

La Figure 27 représente le premier cycle d'humidification-séchage d'une kaolinite préparée sous forme d'une pâte saturée (teneur en eau initiale : $w_i = 1,5 w_L$). Les figures B, D et E montrent l'évolution de l'indice des vides, du degré de saturation et de la teneur en eau en fonction de la pression négative ou succion ($-u_w$). Dans les figures A et C, l'indice des vides et le degré de saturation sont représentés en fonction de la teneur en eau.

La Figure 27A est une courbe de retrait, où le volume externe de l'échantillon est remplacé par l'indice des vides. Sur le chemin de séchage, le sol suit d'abord la ligne de saturation. Lorsque la teneur en eau diminue, l'indice des vides tend vers une valeur constante. La limite de retrait w_{SL} se situe à l'intersection de la ligne de saturation avec l'asymptote de la courbe pour $w = 0$.

La Figure 27B est une courbe de compressibilité, où la contrainte effective est remplacée par la pression négative. La partie supérieure de la courbe est similaire à un chemin normalement consolidé (NC), mais l'indice des vides ne diminue pas avec l'augmentation de la pression, mais tend vers une valeur minimale constante. La pression correspondant à ce point particulier du graphique est désignée par pression négative de retrait $(-u_w)_{SL}$, considérée comme la limite de retrait du sol.

La Figure 27C montre le domaine où le degré de saturation est égal à 1. Quand la teneur en eau est inférieure au point d'entrée d'air, le degré de saturation diminue très brusquement, presque linéairement avec la teneur en eau tant que l'indice des vides reste approximativement constant.

La Figure 27D montre la variation du degré de saturation avec la pression négative : le sol reste dans le domaine quasi-saturé jusqu'à la pression négative de désaturation (1 MPa), puis le degré de saturation diminue rapidement pour atteindre environ 0,1 pour 10 MPa de pression négative. Il apparaît que l'effet de la pression sur l'indice des vides est fortement lié à la saturation du matériau : la phase de compressibilité maximum se produit quand le sol est dans le domaine quasi-saturé, tandis que l'indice des vides devient presque constant quand le degré de saturation diminue en dessous de 0,80.

Tant que la pression négative est inférieure à $-u_{wSL}$, l'évolution de la teneur en eau (Figure 27E) résulte de l'évolution de l'indice des vides. Quand la pression négative augmente, la diminution brusque du degré de saturation induit une diminution brutale de la teneur en eau du sol sous la limite de retrait.

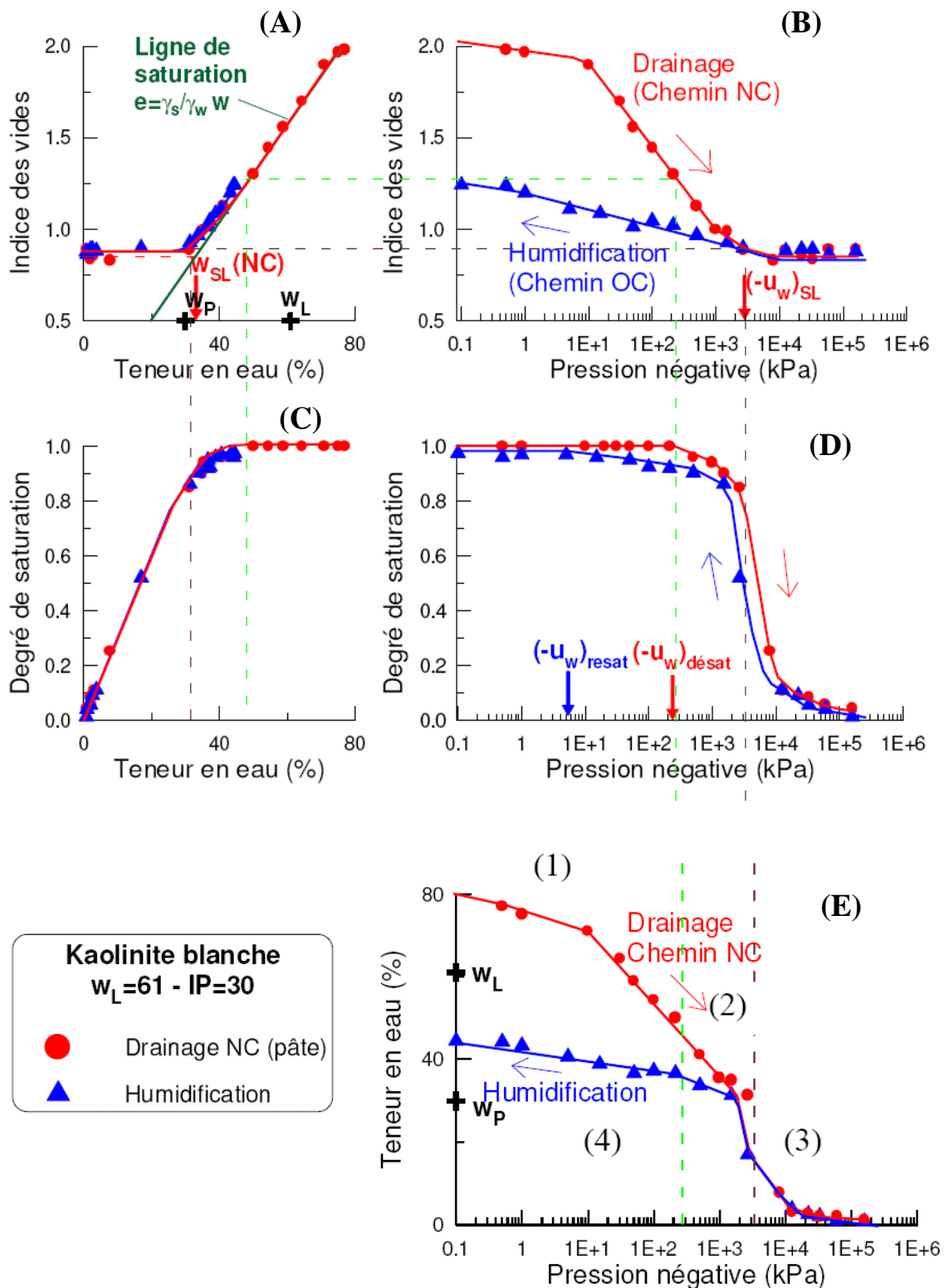


Figure 27: Synthèse des chemins d'humidification-séchage de la kaolinite blanche (Vincent et al., 2009 d'après Fleureau et al., 1993)

Si l'on considère les chemins d'humidification d'échantillons séchés jusqu'à 1000 MPa (Figure 27), l'hystérésis entre les chemins d'humidification et de séchage dépend de la gamme de pression négative considérée. De 1000 MPa à 10 MPa, la variation de la teneur en

eau et de l'indice des vides est faible et le degré de saturation varie de 0 à environ 0,15. Il y a pas ou peu d'hystérésis entre les chemins d'humidification et de séchage. Dans cette gamme de pression, l'eau forme des ménisques entre les particules. Les forces attractives entre les particules dues aux ménisques sont normales aux plans tangents au point de contact des particules et ne peut donc pas engendrer un réarrangement de la structure. Elles contribuent toutefois à la résistance du matériau (Fleureau et al., 1993).

De 10 MPa à 1 MPa, le degré de saturation et la teneur en eau augmentent rapidement jusqu'à atteindre 0,9 et 30 % respectivement, tandis que l'indice des vides reste quasiment constant. Cette phase est une phase intermédiaire de resaturation où des pores de plus en plus gros sont progressivement saturés. Le comportement des plus gros pores est gouverné par un phénomène de ménisques, tandis que les plus petits pores se comportent comme un matériau saturé. Dans ce domaine, l'hystérésis entre le chemin de séchage NC et le chemin d'humidification dans le plan [degré de saturation-pression négative] est importante et principalement due à l'effet bouteille d'encre (Mualem, 1974 ; Yong & Warkentin, 1975).

En dessous de 1 MPa, le sol est dans le domaine quasi-saturé. Les forces interparticulaires ne sont plus normales aux plans. Si leur obliquité dépasse l'angle de friction des particules, ces forces peuvent causer des variations volumiques. L'hystérésis entre les chemins d'humidification et de séchage, qui apparaît principalement dans le plan [indice des vides-pression négative], est clairement un effet des déformations plastiques subies par le sol sur le chemin normalement consolidé NC (Fleureau et al., 1993).

2.2.5.2 Formalisation de la courbe de rétention

De nombreux auteurs (Brooks & Corey, 1964 ; van Genuchten, 1980 ; Fredlund & Xing, 1994) ont proposé des modèles pour la formulation mathématique, ou la caractérisation de la courbe de rétention, en général dans un contexte d'hydrogéologie ou d'écoulement dans un milieu poreux non déformable. D'autres approches plus pertinentes ont été proposées, qui intègrent entre autres la déformation de la matrice poreuse, ce que ne faisaient pas les modèles précédents. « L'amélioration » ou la proposition de nouveaux modèles est une autre façon de voir les choses en considérant le comportement du sol d'une manière globale en y intégrant sa déformabilité.

Le modèle, proposé par exemple par Nuth et Laloui (2008), se place dans un formalisme phénoménologique pour la formulation de la relation entre le degré de saturation et la succion. Les effets de la déformation de la matrice poreuse sur la courbe de rétention sont quantifiés et pris en compte. La forme intrinsèque de la courbe de rétention du sol est d'abord définie, suivie par la relation empirique entre le point d'entrée d'air et l'indice des vides. La formulation mathématique (Figure 28) est basée sur les principes suivants :

- Une approche dans le cadre élastoplastique de la courbe de rétention est utilisée pour retrouver les courbes expérimentales et les variations importantes du degré de saturation ;
- Le durcissement cinétique contribue à distinguer la courbe de séchage de la courbe d'humidification, induisant une hystérésis capillaire ;

- La totalité de la courbe de rétention est naturellement affectée par la déformation volumique de la matrice. Le point d'entrée d'air, qui est un des paramètres du modèle, dépend explicitement de la déformation ε_v volumique du squelette.

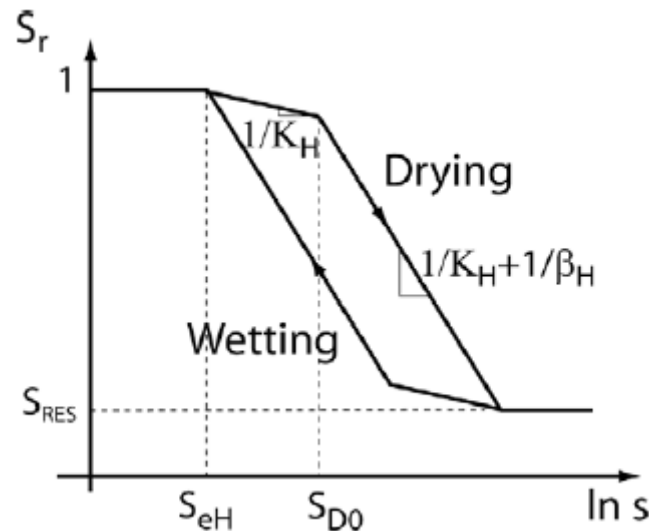


Figure 28: Modèle proposé pour définir la courbe de rétention du sol d'après Nuth et Laloui (2008)

(β_H : coefficient de compressibilité ; K_H : module élastique ; s : succion ; S_r : degré de saturation ; S_{eH} : point d'entrée d'air ; S_{D0} : succion limite de référence ; S_{RES} : degré de saturation résiduel)

Le modèle de Nuth et Laloui se base sur une approche phénoménologique dans le cadre élastoplastique des sols non saturés. Une autre approche de la problématique a été proposée par Dangla (2002), basée sur des considérations énergétiques. Le modèle définit le concept de pression interstitielle équivalente π (Figure 29 et Figure 30). Le calcul de la pression interstitielle équivalente π ⁸ permet de réaliser le couplage entre l'hystérésis et la plasticité. Ce modèle dégénère en un modèle de Cam-Clay modifié lorsque le degré de saturation atteint 1 (100 %). Il repose sur :

- des paramètres du modèle de Cam-Clay ;
- la limite élastique en compression (fonction de la pression capillaire) ;
- la pression interstitielle équivalente π , obtenue à partir de la courbe de pression capillaire en l'absence d'hystérésis.

⁸ $\pi = S_g p_g + S_l p_l - U(S_l, T)$ avec S_g : saturation en milieu gazeux ; p_g : pression gazeuse ; S_l : saturation en eau liquide ; p_l : pression liquide ; U : énergie ; T : température. L'existence d'une pression interstitielle équivalente de fluide π est justifiée par l'hypothèse d'une séparation de l'énergie des interfaces et de celle du constituant solide (Dangla, 2002).

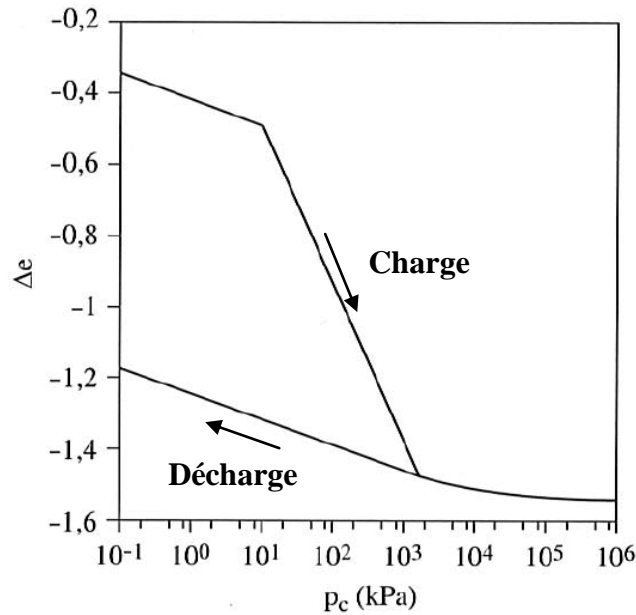


Figure 29: Courbes Δe - p_c en charge et décharge (Dangla, 2002)
(Δe : variation de l'indice des vides ; p_c : pression capillaire)

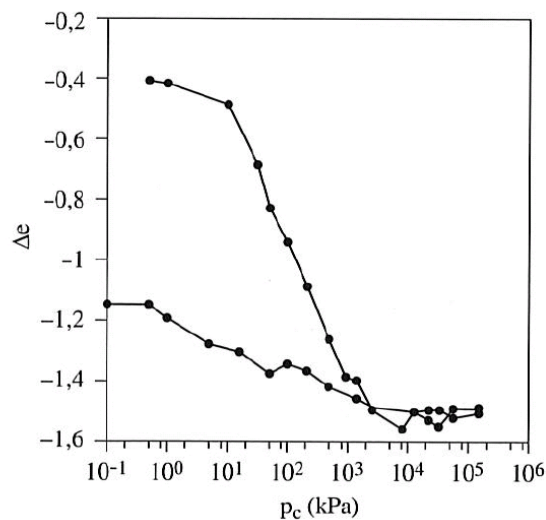


Figure 30: Drainage-imbibition réalisé sur une argile blanche d'après Fleureau et al., 1993
(Dangla, 2002)

2.3 OBSERVATIONS AU MEBE

De nombreux domaines font appel à des expérimentations réalisées avec ou dans un MEBE. Les possibilités de l'appareil (contrôle de l'humidité relative, platine de traction-compression...) sont exploitées pour étudier des matériaux aussi divers que des roches réservoirs, des carottes alimentaires ou encore des fibres de papier. Nguyen (2009), Ferber (2005), Montes-H. (2002) et Romero & Simms (2008) ont effectué d'importants essais et observations sur des argiles ou de la craie, dont nous rapellons, ci-dessous, les principaux résultats.

2.3.1 Comportement visco-hydro-mécanique de la craie : étude expérimentale microscopique (Nguyen, 2009)

Nguyen (2009) a mené des essais d'humidification-séchage et de compression simple à l'échelle microscopique (MEBE) sur des échantillons de craie d'Estreux (situé à proximité de Valenciennes, Nord (59)).

Grâce au MEBE et à la micro-cellule de compression/traction, plusieurs essais d'observations soumis aux cycles d'hydratation/déshydratation sous/sans contraintes ont été réalisés.

L'observation d'échantillons a permis de mettre en évidence l'interaction eau-roche. Le mécanisme de transport de dissolution et de précipitation en phase de saturation et de dépôt lors d'une phase de désaturation a été observé. Le processus de carbonatation a également été mis en évidence. L'observation et l'analyse de bactérie ont confirmé la présence de flore de bactéries dans la craie, ce qui pourrait être responsable d'une dégradation lente de la craie.

La technique d'analyse d'image par la stéréophotogrammétrie a permis de quantifier des changements de morphologie de la surface observés au moyen de la reconstruction 3D (Figure 31 mais plus en évidence sur la Figure 32). Les profils issus de ces analyses ont confirmé des changements sensibles avec l'élargissement et l'approfondissement temporaires de l'espace poreux sur la surface observée pour le mécanisme de transport et de dépôt (Figure 32).

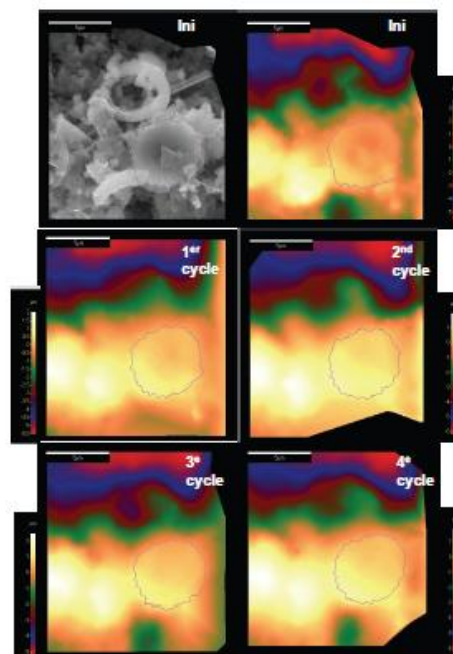


Figure 31: Exemple de reconstitution 3D de la surface d'un échantillon après 4 cycles d'humidification-séchage (Nguyen, 2009)

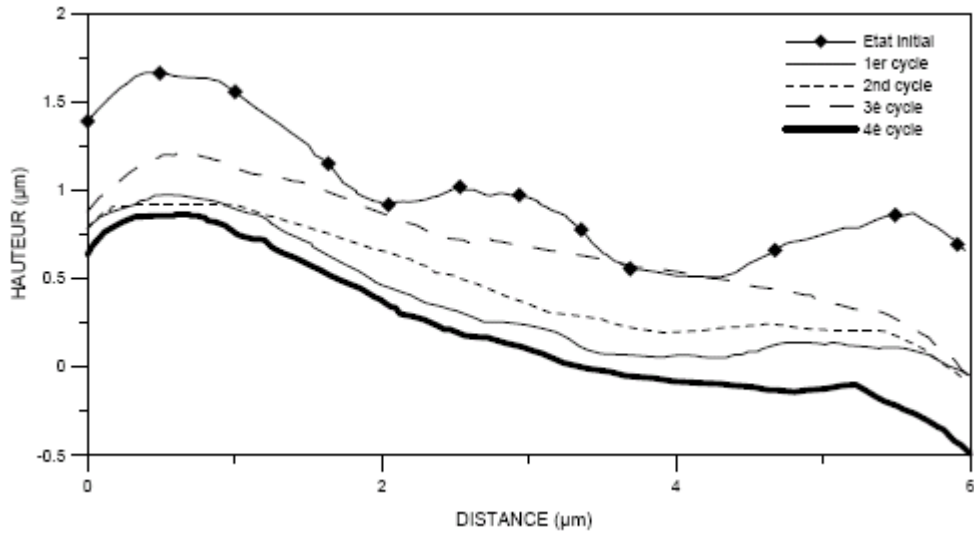


Figure 32: Profil de la surface de l'échantillon pendant quatre cycles d'hydratation/déshydratation (Nguyen, 2009)

Le comportement visqueux de la craie a été étudié en réalisant des essais de compression simple dans la chambre du MEBE. Les influences de l'eau et de la vitesse de déformation ont été caractérisées. Les résultats présentent une bonne concordance avec ceux réalisés à une échelle de laboratoire (essais oedométriques et triaxiaux).

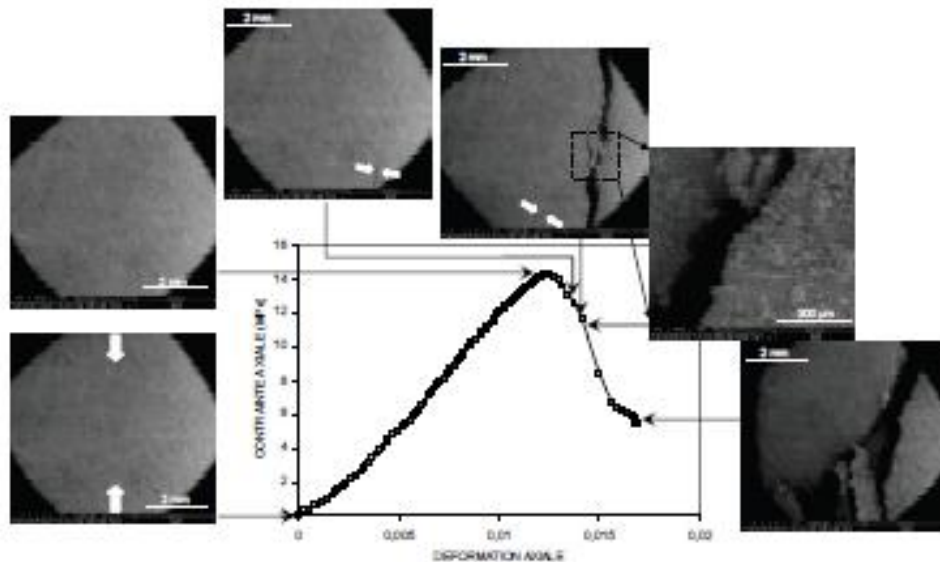


Figure 33: Evolutions microstructurales associées aux différents niveaux de contrainte pour un échantillon sec (Nguyen, 2009)

2.3.2 Etude de la localisation de l'eau dans la structure poreuse par comparaison de quatre sols (Ferber, 2005)

Ferber (2005) a réalisé des essais d'humidification-séchage à l'échelle microscopique (MEBE) sur des échantillons de quatre sols compactés non saturés différents (argile A34, limon de Goderville, péliste A89 et sable de Missilac).

L'objectif de cette étude était de mesurer les interactions entre l'eau et les particules, de mettre en évidence la localisation de l'eau dans la structure poreuse et d'étudier l'effet des variations d'état hydrique à l'échelle des particules.

Le format de l'échantillon (cube, poudre) n'est pas précisé. Pour appliquer un cycle d'humidification-séchage, le protocole expérimental consistait à placer l'échantillon dans une humidité relative de 90 % à l'état initial, puis de l'augmenter progressivement jusqu'à 100 %. Après observation de la saturation de l'échantillon, l'humidité relative était diminuée jusqu'à 60 % pour le déshydrater.

Selon l'auteur, l'observation des effets de l'humidification et du séchage fait ressortir trois points :

- Localisation de l'eau : sur tous les échantillons, l'humidité se manifeste dans un premier temps par l'apparition d'un film gris-noir à la surface des agrégats argileux et, dans un deuxième temps, par le remplissage des plus gros pores. Ceci indiquerait certainement que l'eau est attirée de manière privilégiée par les agrégats argileux ;
- Gonflement-retrait : le gonflement des agrégats est difficile à voir car les images ne peuvent pas être superposées. Cependant, et comme l'a déjà montré Montes-Hernandez (2002), lorsque les images sont observées successivement dans une animation, on peut observer de réels gonflements des agrégats argileux lors de l'humidification et, inversement, un retrait lors du séchage ;
- Modification de structure : le cycle d'humidification et séchage entraîne des mouvements de particules et des déformations des vides inter-agrégats.

Ferber a observé ainsi que, dans un sol non saturé, l'eau est attirée d'abord par les agrégats argileux et que le remplissage des gros pores par l'eau au cours de l'humidification ne se produit que dans un second temps. Cela pourrait s'expliquer par la présence d'eau liée et d'eau libre. L'eau liée est fortement attirée par les particules argileuses au sein des agrégats, ce qui peut s'expliquer par la forte succion due à la faible dimension des pores intra-agrégats et, pour les argiles plus actives⁹, par le potentiel d'adsorption dû à la présence de cations compensateurs. Ce ne serait qu'une fois les potentiels capillaire et/ou d'adsorption compensés par l'eau liée que l'eau libre pourrait remplir les plus gros pores.

Enfin, l'humidification et le séchage entraîneraient, malgré l'absence de contrainte mécanique, des mouvements de particules et des modifications de la forme et de la dimension des vides inter-agrégats. Ceci montrerait la sensibilité de la microstructure aux variations d'état hydrique, même dans une fraction argileuse composée de minéraux peu actifs (kaolinite et illite).

⁹ Le coefficient d'activité A_c est défini par (Mitchell, 1993) : $A_c = \frac{I_p}{C_{2\mu m}}$ avec I_p , l'indice de plasticité et $C_{2\mu m}$, la proportion d'argile.

Ces observations ont été effectuées sur des échantillons de sols compactés non saturés, vraisemblablement sous forme de cube où la structure et la texture de l'argile sont conservées, contrairement à la poudre qui permet d'observer les effets de l'humidification et du séchage pour chaque agrégat individualisé. La texture compactée et la préservation de la structure du sol dans le mode de préparation des échantillons peuvent induire un effet de la structure avec un réarrangement des grains. De plus, le protocole expérimental ne permet qu'une humidification réduite de 90 % à 100 % d'humidité relative puis un séchage. Les sols étudiés étant non saturés, une humidification plus étendue aurait pu être intéressante. Une analyse des images MEBE aurait pu apporter également des informations sur les déformations surfaciques de certains éléments du sol.

Les phénomènes observés par Ferber corroborent ceux observés à l'échelle macroscopique et microscopique (Cuisinier & Laloui, 2004 ; Nowamooz, 2007 ; Rinnert et al., 2005).

2.3.3 Etude expérimentale de la sorption d'eau et du gonflement des argiles par MEBE et analyse digitale d'images (Montes-H., 2002)

L'étude, réalisée par Montes-H. (2002), constitue une avancée très importante dans l'étude du comportement de l'argile dans un MEBE. Cette étude porte sur la sorption d'eau et le gonflement d'une argile commerciale proposée comme barrière protectrice dans le stockage de déchets nucléaires (bentonite MX80), et des argilites du Bassin Parisien proposées comme site de stockage profond de déchets nucléaires. La bentonite MX80 est une montmorillonite sodique qui provient de la compagnie CETCO France. Elle est étudiée sous les deux formes de textures (matricielle et compactée). Les argilites du Bassin Parisien sont composées d'argiles (interstratifiés illite/smectite, kaolinite), quartz, carbonates mais leur composition varie avec la profondeur. L'approche adoptée utilise le MEBE, couplé à l'analyse digitale d'images. Dans ce travail, Montes-H. montre qu'il est possible d'obtenir des informations qualitatives et quantitatives sur le gonflement des argiles à l'échelle de l'agrégat. Quatre thématiques principales sont explorées par Montes-H. dont les conclusions sont les suivantes :

1. Présenter une nouvelle approche pour estimer le potentiel de gonflement/retrait de la bentonite MX80 brute et échangée (étude cinétique et étude à l'équilibre) : l'étude de la cinétique a permis d'identifier trois étapes de gonflement, décrites physiquement par deux modèles cinétiques de premier ordre (un modèle pour le gonflement et un modèle pour le retrait).
2. Etudier la sorption d'eau de la bentonite MX80 brute et échangée, à température et pression contrôlées (étude cinétique et étude à l'équilibre) : la sorption isotherme a permis d'analyser l'influence des cations sur le potentiel de gonflement. La cinétique d'adsorption, décrite par un modèle de deuxième ordre dépend directement de l'humidité relative, de la masse de l'échantillon et du cation compensateur.

3. Etudier la texture, en conditions sèches et humides de la bentonite MX80 soumise à différents taux de compaction : différentes techniques analytiques complémentaires, comme le MEB conventionnel, la porosimétrie au mercure, le BET, la sorption isotherme ont permis d'observer l'évolution morphologique du réseau poreux (macroporosité) au cours de l'hydratation/ déshydratation. A partir de différentes approches analytiques, on constate une diminution de la taille des macropores et/ou mésopores, et l'ouverture de pores inter- agrégats lorsque la densité apparente augmente.
4. Etudier l'influence de la condensation/évaporation instantanée d'eau sur les argilites du site de Bure (Meuse/ Haute Marne, France) : les résultats montrent que la sensibilité à l'eau augmente lorsque la proportion argileuse augmente. Elle est marquée entre autres par une fissuration qui peut être partiellement réversible ou irréversible après quelques cycles de condensation/ évaporation.

Le travail préalable de ces recherches menées par Montes-H. a été de définir les différentes procédures et conditions de travail en microscopie électronique à balayage environnementale (MEBE) applicables au système eau-argile. Cette première phase de mise au point, qui a nécessité de multiples essais, a permis de définir les conditions limites de travail dans le cas des argiles, les précautions d'opération permettant d'assurer la reproductibilité des mesures et un protocole expérimental adapté à l'étude de l'humidification/séchage des argiles.

Le protocole expérimental mis au point par Montes-H. nécessite que, lors des expériences d'humidification et de séchage, plusieurs étapes de mesure soient fixées, intermédiaires entre l'état de saturation et l'état sec. Ainsi lors de l'humidification, l'expérience débute à l'état sec ($P=2,3 \text{ Torr}^{10}$, $T=50 \text{ °C}$) qui est considéré comme l'état de référence. Puis la température de la platine est réduite de 50°C à 9°C , température qui reste constante durant la suite de l'expérience; la pression quant à elle est modifiée et augmentée à chaque étape de mesure jusqu'à l'état de saturation ($8,6 \text{ Torr}$). Lors du séchage, l'expérience débute à l'état saturé ($T=9\text{°C}$, $P=8,6 \text{ Torr}$), et ensuite, la pression est diminuée progressivement jusqu'à $2,3 \text{ Torr}$. A ce stade, la température de la platine est aussi augmentée de 9 à 50 °C (Figure 34).

Ce protocole expérimental implique de faire varier simultanément la pression et la température pour appliquer l'humidité relative. Au vu des cinétiques différentes engendrées par la pression et la température, plus spécifiquement dans le cadre du MEBE (Chapitre 4.1.4), on peut se questionner sur les conséquences de la variation simultanée de ces deux paramètres sur le comportement en retrait-gonflement des agrégats argileux (Chapitre 5.6).

¹⁰ $1 \text{ Torr} = 1,3332 \cdot 10^2 \text{ Pa}$

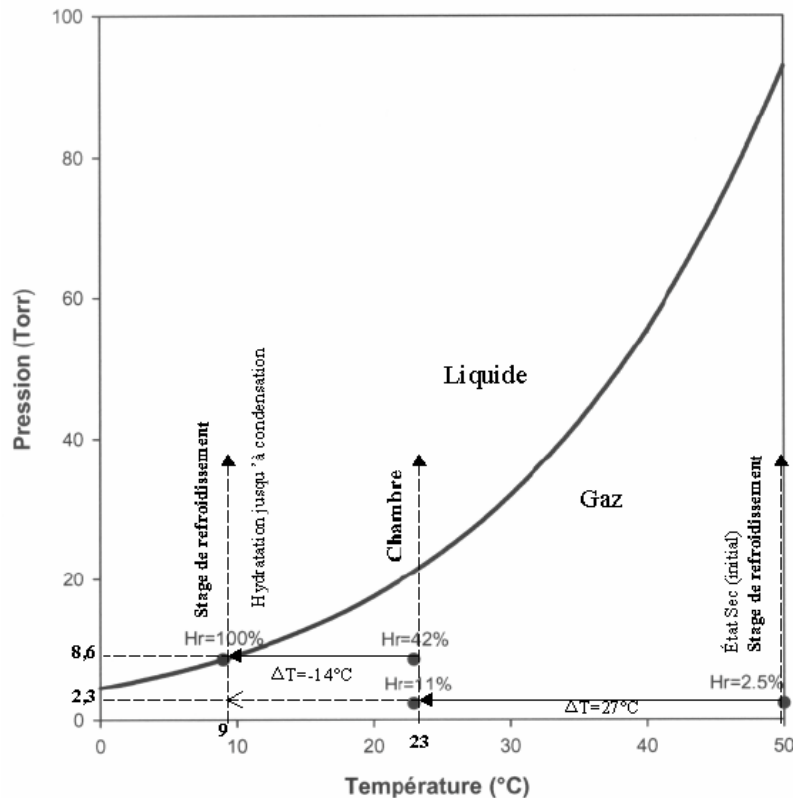


Figure 34: Diagramme expérimental pression-température pour condenser l'eau, humidifier ou sécher un échantillon argileux dans le MEBE (Montes-H., 2002).

2.3.4 Comparaison du retrait-gonflement de deux argiles à l'échelle microscopique (MEBE) et mésoscopique (laboratoire) (Romero & Simms, 2008)

Romero & Simms (2008) ont mené des essais d'humidification-séchage aux échelles microscopique (MEBE) et mésoscopique (en laboratoire) sur des agrégats de deux argiles différentes (argiles kaolinitique/illitique et bentonite), selon les chemins présentés (Figure 35). Ces deux argiles ont été compactées du côté sec de l'optimum Proctor puis déstructurées afin d'obtenir des agrégats de forte densité.

Cette étude est menée essentiellement sur les notions de réversibilité ou d'irréversibilité des déformations volumiques de ces argiles à chaque échelle durant un cycle d'humidification-séchage. Les déformations volumiques à l'échelle mésoscopique sont directement mesurées sur les échantillons cylindriques de sol (38 mm de diamètre et 40 mm de haut), qui sont soumis, à l'aide de solutions salines, à des chemins d'humidification-séchage sans contrainte. La Figure 35 montre les chemins suivis à l'échelle macroscopique commençant au point A à une humidité relative de 47 % pour l'argile kaolinitique/illitique (graphe de gauche) et à 33 % pour la bentonite (graphe de droite). Après avoir atteint le point B (autour de 97 %), après plusieurs paliers d'équilibre intermédiaires, les deux argiles sont progressivement séchées en utilisant les mêmes paliers d'équilibre jusqu'à leur humidité relative initiale respective. A l'échelle microscopique, le retrait-gonflement est observé directement au MEBE, combiné à l'analyse d'image à l'aide d'un logiciel commercial. Pour évaluer quantitativement la déformation volumétrique ϵ_v , l'expression suivante a été utilisée (Romero & Simms, 2008) :

$$\varepsilon_v = \alpha \varepsilon_{2D} = 1.5 \frac{(A - A_0)}{A_0}$$

où A et A₀ sont les aires de l'agrégat respectivement à l'état d'équilibre et à l'état initial. Pour des raisons de simplification, une valeur de α = 1,5 a été choisie en adoptant l'hypothèse d'isotropie de la déformation.

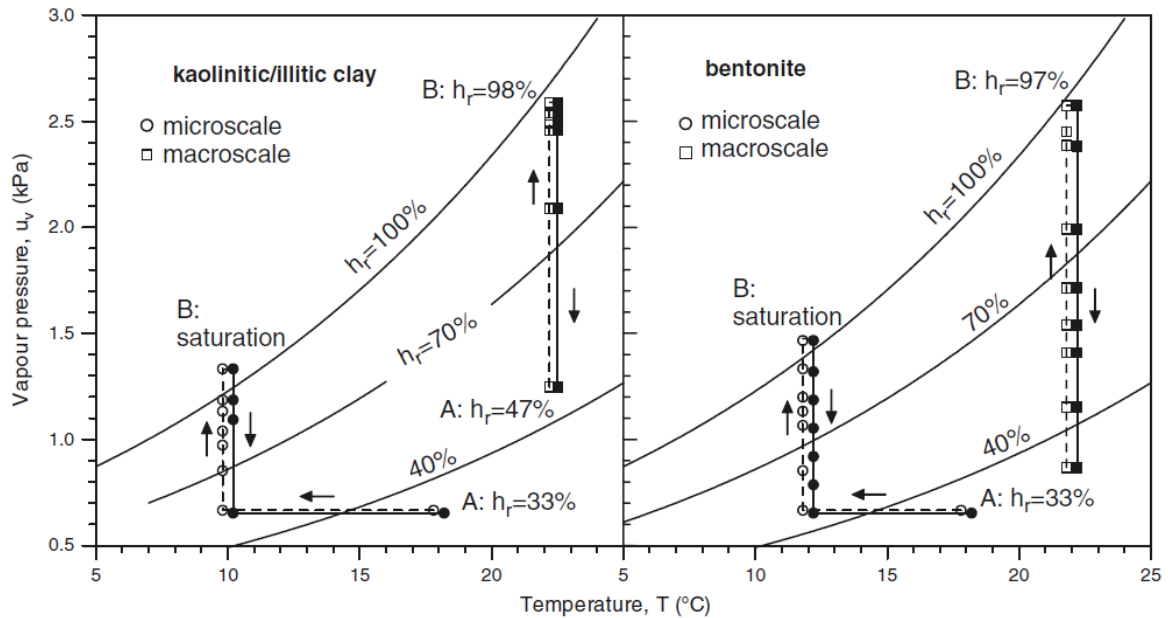


Figure 35: Chemins des essais d'humidification-séchage menés aux échelles micro (MEBE) et mésoscopiques (laboratoire) sur une argile kaolinique/illitique et une bentonite (Romero & Simms, 2008)

Les notions de déformations volumiques réversibles et irréversibles aux échelles micro et mésoscopique sont observées dans la Figure 36 pour les chemins d'humidification-séchage suivis. Les déformations à l'échelle microscopique sont presque réversibles, en dépit d'une hystérésis qui est plus évidente pour les agrégats de bentonite. À l'échelle mésoscopique, l'irréversibilité de la déformation volumique augmente. Cette observation est en accord avec la formulation pour les conditions volumiques de modèles à double structure présentés par Alonso et al. (1999, 2005). Dans cette formulation, on considère que le comportement à l'échelle microscopique est convenablement décrit par un modèle élastique. Au niveau mésoscopique, un modèle élastoplastique est adopté. De plus, on considère le couplage entre les deux échelles. De ce fait, des déformations volumiques au niveau microscopique peuvent induire des déformations irréversibles à l'échelle mésoscopique. En conséquence, les résultats présentés soulignent l'utilité du MEBE pour comprendre les différentes caractéristiques du comportement hydromécanique observées à l'échelle mésoscopique et pour valider les hypothèses utilisées dans les formulations de lois de comportement pour des matériaux à double structure (Romero & Simms, 2008).

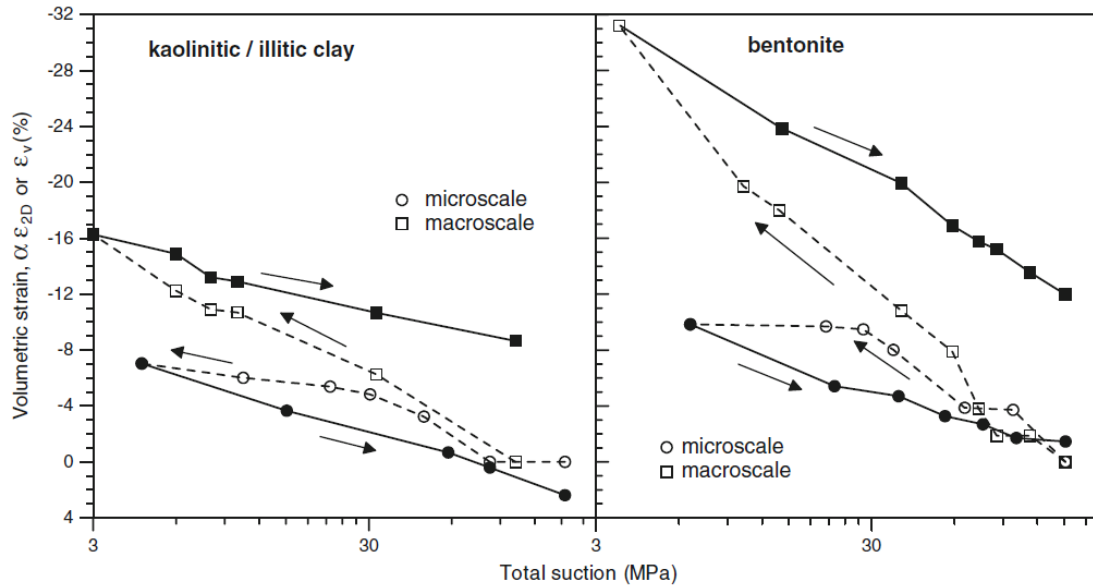


Figure 36: Evolution de la déformation volumique au cours des différents paliers d'humidification-séchage (Romero & Simms, 2008).

Notons que ces observations ont été réalisées sur des argiles compactées. La transition micro-macro est plus difficile dans ce cas, contrairement aux argiles à texture matricielle. Les travaux présentés dans ce manuscrit de thèse étant réalisés sur des argiles à texture matricielle, la transition micro-macro sera plus facile.

2.4 CARACTERISATIONS EXPERIMENTALES

Les essais géotechniques adoptent en général deux approches pour estimer les propriétés de retrait d'un sol : la première approche consiste à étudier la fraction argileuse dans le sol et à considérer que cette fraction est principalement responsable du gonflement/retrait. Les essais utilisés dans cette première approche sont :

1. Détermination de la fraction argileuse par analyse granulométrique : cette méthode consiste à tamiser un certain volume de sol précédemment lavé, c'est à dire agité dans l'eau, pour que toutes les particules soient effectivement séparées les unes des autres. Après un passage dans une série de tamis de plus en plus fins, on pèse le refus de chaque tamis. Une méthode donnant des résultats similaires est celle de la granulométrie LASER, version moderne de la méthode précédemment décrite et qui permet un gain de précision et de temps (Tessier et al., 2006).
2. Détermination de l'activité de la fraction argileuse par l'essai au bleu : les molécules de bleu de méthylène recouvrent les surfaces externes et internes des particules d'argile. On mesure donc le volume d'une solution de concentration nécessaire pour saturer les sites réactifs aisément accessibles du sol. Le protocole utilise 100 grammes de sol passant au

tamis de 80 microns qui, dans la majorité des cas, contient la totalité des argiles et matières organiques. Deux résultats sont obtenus :

- la valeur au bleu du sol (ou VBS) qui permet de caractériser le type de sol, allant de sableux à limoneux et jusqu'à très argileux.
- l'activité du sol¹¹ A_{CB} , c'est à dire la réactivité de l'argile. La qualité de l'argile est un critère permettant de prédire ses propriétés physiques liées à sa nature.

3. Détermination des paramètres mécaniques intrinsèques par les limites d'Atterberg : ces mesures permettent de déterminer deux teneurs en eau caractéristiques que sont les limites de plasticité (w_p) et de liquidité (w_l) d'un sol. Pour une teneur en eau inférieure à cette limite, il y a retrait du sol par dessiccation. La différence entre ces deux limites donne l'indice de plasticité :

$$IP = w_L - w_P$$

La deuxième méthode consiste à étudier un aspect du comportement mécanique du sol vis-à-vis du retrait/gonflement. Nous disposons d'essais de caractérisation du gonflement du sol. Ils utilisent l'instrumentation de l'essai œdométrique mais dans ce cas, le sol est libre de gonfler lors de son humectation. Ces essais sont au nombre de quatre et permettent chacun de déterminer un paramètre de caractérisation géotechnique, l'échantillon de sol étant testé après avoir été remanié ou laissé dans son état naturel selon les cas :

1. Essai de gonflement libre : il s'agit de l'essai le plus simple. Il consiste en un essai œdométrique « inversé », c'est à dire que l'échantillon de sol est soumis à une imbibition, ce qui entraîne son gonflement. Lors de cet essai, on peut observer une modification de l'arrangement des particules argileuses avec l'augmentation de la teneur en eau, c'est ce qui produit le gonflement du sol. Lorsque celui-ci est stabilisé, on procède à la charge de l'échantillon qui va alors tasser jusqu'à retrouver sa hauteur initiale pour une charge définie comme la pression de gonflement.
2. Essais de gonflement en parallèle : cet essai offre un gain de temps par rapport au précédent car il se déroule sur plusieurs éprouvettes simultanément. En effet, celles-ci sont toutes sollicitées différemment et sont ensuite humidifiées. Il en résulte une augmentation de volume si la charge est inférieure à la pression de gonflement, ou bien encore un tassement de l'échantillon si la charge est trop importante. Le problème réside essentiellement dans le fait d'avoir des échantillons identiques pour pouvoir comparer les résultats obtenus. Pour cela, on a généralement recours à des éprouvettes de sol remanié et préalablement compacté. Cette méthode reste toutefois un bon indicateur du

¹¹ L'activité du sol est un terme généralement utilisé pour désigner la capacité d'un sol à absorber et disposer de l'eau dans des conditions d'humidité variantes.

comportement réel du sol car on peut lui appliquer des conditions proches de celles de la réalité, en particulier au plan de la préconsolidation. Dans cet essai, la charge appliquée à l'éprouvette est constante.

3. Essai à volume constant : cet essai prend le volume de l'échantillon en le maintenant constant dans un œdomètre. Pour ce faire, la charge se fait par très petits paliers successifs en compensant le gonflement dû à la réhumidification. La charge est donc toujours celle de la pression de gonflement. Cette méthode, bien que fournissant des résultats intéressants n'est que peu utilisée. Cela est essentiellement dû à son temps de réalisation, car le chargement est très lent, ainsi qu'à la difficulté qu'il y a pour obtenir un équilibre entre la pression de gonflement et la charge appliquée.
4. Essai de Huder-Amberg : la procédure de Huder-Amberg (essai recommandé par la Société Internationale de Mécanique des Roches et par l'AFTES) consiste à exercer sur l'échantillon de sol un cycle de charge/décharge préliminaire pour diminuer les effets du remaniement et avoir un échantillon le plus proche de l'état initial. L'essai est ensuite réalisé avec un chargement mécanique puis une humidification qui entraîne son gonflement ou son retrait. Si l'éprouvette gonfle, on la décharge pour étudier l'évolution de son gonflement. Malheureusement, la durée des paliers (de quelques semaines jusqu'à un mois pour les matériaux de très faible perméabilité) créent souvent des temps d'essais bien trop longs. Le résultat de cet essai est l'obtention d'un coefficient de gonflement (C_g) qui est un bon indicateur de potentialité de mouvement du sol.

Remarques :

Ces quatre essais ne donnent pas tous des résultats identiques pour un même type de sol. Il est à noter que, lorsque l'on effectue ce type d'essais, la méthode de gonflement à volume constant tend à donner le meilleur aperçu du caractère expansif du sol alors que la méthode en parallèle donne des mesures plus faibles. Ces essais bien qu'instructifs présentent toutefois l'inconvénient d'être très longs. Il faut au moins seize heures pour un cycle d'humidification puis de stabilisation de l'éprouvette sous une charge.

Aux quatre essais précédents, des travaux (Bruand et Prost, 1987) ont couplé des mesures de suivi de la porosité par porosimétrie au mercure. Le mercure est un liquide hydrophobe qui nécessite l'application d'une pression pour l'introduire dans le milieu poreux de l'échantillon. Plus la taille des pores est petite, plus il faut exercer une pression importante pour l'introduire dans l'échantillon. Le préalable à l'utilisation de cette technique est la préservation de la microstructure correspondant à l'état humide si l'on veut rendre compte de la porosité du sol telle qu'elle se rapproche de l'état naturel. La lyophilisation et donc la sublimation de l'eau permet, en théorie, de préserver l'arrangement des particules, tout au moins pour ce qui est des pores dont la taille est de l'ordre du micromètre, ce qu'une dessiccation par évaporation à l'étuve ne permet pas. On notera que cette méthode présente de gros inconvénients de toxicité et ne peut être utilisée en routine. En revanche, elle a beaucoup apporté dans la connaissance du mécanisme de gonflement/retrait.

3. ARGILES ETUDIÉES

Les travaux de recherche se basent sur l'étude de deux argiles naturelles et gonflantes : la montmorillonite grecque et l'argile verte de Romainville. Elles ont été choisies car leurs caractéristiques géotechniques et hydriques ont été bien renseignées par de précédentes études (Christidis & Dunham, 1993 ; Fleureau et al., 1992 ; Souli et al., 2008 ; Vincent et al., 2009 ; Audiguier et al., 2007 ; Mantho, 2005 ; Laribi et al., 2007), dont les résultats sont synthétisés dans ce chapitre et dans l'annexe, et pour leurs différences (composition minéralogique, hétérogénéité/homogénéité) qui en font deux argiles très intéressantes à étudier et comparer.

3.1 MONTMORILLONITE GRECQUE

La montmorillonite grecque est considérée dans ces travaux comme une argile « modèle » ou « de référence », pour les raisons suivantes :

1. C'est une argile naturelle ;
2. C'est une argile naturellement homogène ;
3. La possession d'une base de données de laboratoire relativement riche.

Etant donné que cette argile est conditionnée sous forme de poudre, et qu'elle peut, par conséquent, être étudiée sous une forme remaniée et/ou compactée, elle est considérée comme un matériau structuré.

3.1.1 Géologie du site

Cette argile provient des dépôts d'Ankeria, dans l'île de Milos. Cette île est située dans l'archipel des Cyclades, au sud de la mer Egée (Figure 37).

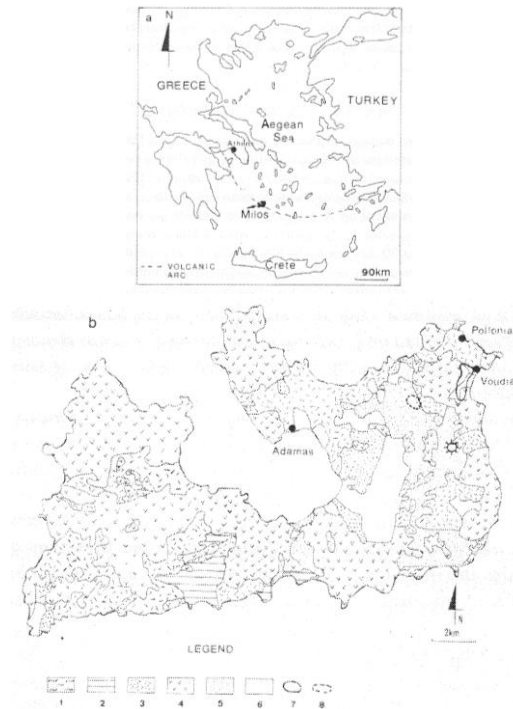


Figure 37: Localisation et carte géologique simplifiée de l'île de Milos (Christidis & Dunham, 1993)

1 : socle métamorphique ; 2 : séquence sédimentaire du Néogène ; 3 : roches pyroclastiques ; 4 : laves indifférenciées ; 5 : formation chaotique décrite comme « lahar vert » ; 6 : alluvions ; 7 : localisation de la zone 1 ; 8 : localisation de la zone 2 (Christidis & Dunham, 1993)

Géologiquement, cette île fait partie de la partie Sud-Ouest de l'arc volcanique égéen, qui a été créé à partir de la subduction de la plaque africaine sous la marge déformée de la plaque eurasiatique. La structure géologique de l'île se décompose en quatre parties :

1. Un socle métamorphique alpin, caractérisé par un événement métamorphique haute pression/basse température daté de l'Eocène moyen (45 ± 5 Ma), surmonté par un événement haute température/basse pression daté de la limite entre Oligocène et Miocène (25 ± 5 Ma).
2. Une séquence sédimentaire marine du Néogène d'âge Miocène Supérieur.
3. Une séquence volcanique, le produit de l'activité éruptive qui a commencée au Pliocène supérieur et a engendré aussi bien des laves que des pyroclastes, entrant dans la composition des rhyolites jusqu'aux andésites faiblement siliceuses. L'activité volcanique, qui s'est produite aussi bien sous des conditions subaériennes que marines, a commencé dans la partie Ouest de l'île et a migré vers la partie Est durant le Quaternaire inférieur. Une altération orthoclinale de ces matériaux a provoqué des dépôts de bentonites gonflantes dans la partie Est et des petits dépôts de kaolinites principalement dans la partie Ouest de l'île.
4. Alluvions

Les dépôts de bentonite à l'Est de Milos se sont développés principalement à partir de l'étendue des roches pyroclastiques, et dans une moindre mesure, des laves qui varient en composition d'andésitiques à rhyodacitiques-rhyolitiques. Les matériaux-parents ont été mis en place sous des

conditions marines, mais il n'est pas clair si l'altération est principalement une dévitrification du verre original, ou hydrothermale ou les deux. Les dépôts forment des masses stratiformes d'épaisseur allant jusqu'à 30 m sur plusieurs sites. Leur contact avec les roches susjacentes est abrupt (Christidis et Dunham, 1993).

La montmorillonite grecque qui est utilisée dans nos travaux, a été prélevée dans la zone 2, dans la partie Nord-Est de l'île de Milos (Figure 37). Il s'agit d'une montmorillonite calcique naturelle dont les caractéristiques géotechniques (Tableaux 1,2 et 3) permettent de la classer dans la gamme des argiles plastiques à fort potentiel de gonflement (Fleureau et al., 1992).

3.1.2 Caractérisation minéralogique et géotechnique

Les teneurs en silice (Si), aluminium (Al), fer (Fe), magnésium (Mg), potassium (K), sodium (Na), manganèse (Mn), calcium (Ca) et titane (Ti) ont été obtenues grâce à un spectrophotomètre Jobin-Yvon (Tableau 4). La capacité d'échange cationique (CEC) a été déterminée par la méthode d'échange par l'éthylène diamine de cuivre (Souli et al., 2008). La surface spécifique a été mesurée avec la méthode par éthylène glycol.

Tableau 4: Composition en oxydes (Souli et al, 2008)

SiO ₂ (%)	57,65 (< 1 %)
Al ₂ O ₃ (%)	19,32 (< 1 %)
Fe ₂ O ₃ (%)	1,70 (< 5 %)
CaO (%)	1,12 (< 10 %)
MgO (%)	4,48 (< 1 %)
Na ₂ O (%)	0,60 (< 10 %)
MnO (%)	0,01 (< 10 %)
K ₂ O (%)	0,28 (< 10 %)
TiO ₂ (%)	0,16 (< 20 %)
L.O.I. (%)	12,38 (< 2 %)
Total (%)	97,7

Tableau 5 : Caractéristiques géotechniques de la montmorillonite grecque (Fleureau et al., 1992)

Granulométrie	< 80 μm (%)	100
	< 2 μm (%)	40
	d50 μm	4
Plasticité	w _L (%)	170 (\pm 1 %)
	w _P (%)	60 (\pm 3 %)
	I _P (%)	110 (\pm 3 %)
Densité des grains	G _s	2,73
Compactage Proctor Normal (OPN)	w (%)	40
	γ_d (kN/m ³)	11
Compactage Proctor Modifié (OPM)	w (%)	29
	γ_d (kN/m ³)	14,3
Compactage sous forte contrainte	w (%)	8,2
	γ_d (kN/m ³)	21,0

Tableau 6: Caractéristiques physiques de la montmorillonite grecque (Souli et al, 2008)

	Fraction argileuse (< 2 μm) (%)	CEC (mmol/kg)	Surface spécifique (m ² /g)
Montmorillonite grecque	90	1100 (\pm 5 %)	600 (\pm 5 %)

La montmorillonite grecque est une montmorillonite calcique. Les valeurs de CEC (1100 mmol/kg) et de surface spécifique (600 m²/g) indiquent que la fraction argileuse est principalement composée de montmorillonite (Tableau 6). Les pourcentages des oxydes confirment cette observation (Tableau 4). Ses caractéristiques géotechniques permettent de la classer comme une argile plastique à fort potentiel de gonflement.

La composition minéralogique a été réalisée en utilisant un diffractomètre Siemens D5000, équipé d'un générateur de rayons X, sous une tension de 40 kV et une intensité de 20 mA. Le diffractogramme a été enregistré pour des angles de 2,8° à 70°, par pas de 0,02° (Souli et al, 2008).

Le diffractogramme de rayons X (Figure 38) présente une première réflexion (plan 001) à 1,5 nm, trait caractéristique des montmorillonites calciques. Les bandes de réflexion (003) et (005) sont localisées à 0,497 nm et 0,295 nm respectivement. La bande (060) à 0,149 nm traduit le caractère dioctaédrique de cette argile. Ce caractère est confirmé par la bande de vibration de Al₂OH à 915 cm⁻¹ observée sur le spectre infrarouge. L'apparition d'un épaulement à 3220 cm⁻¹ est également caractéristique d'une argile calcique (Souli et al, 2004).

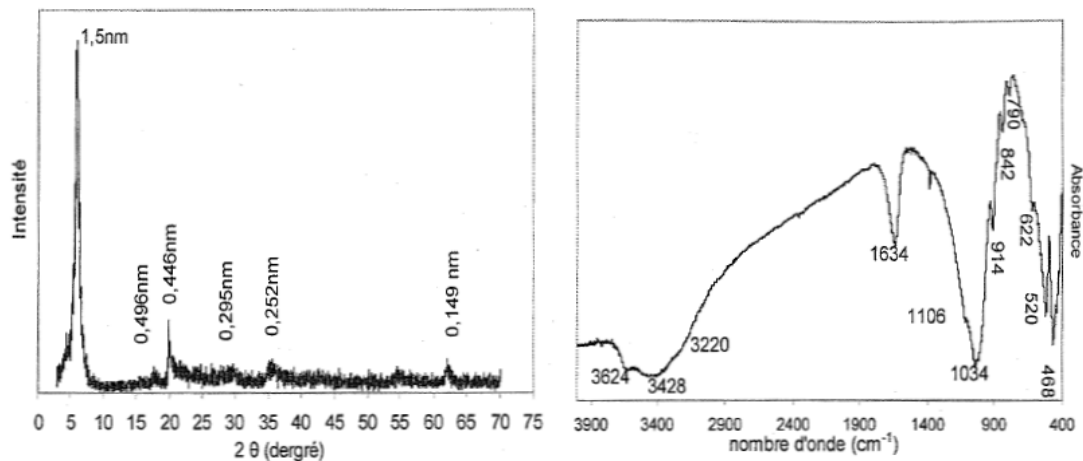


Figure 38: Diffractogramme de rayons X (à gauche) et spectre infrarouge (à droite) de l'argile grecque (Souli et al., 2004)

3.1.3 Comportement « hydrique »

Les résultats de l'essai d'humidification-séchage effectué sur des échantillons de 1 à 3 cm³ sont présentés sur la Figure 39 (Fleureau et al., 1993), où l'indice des vides e , le degré de saturation S_r et la teneur en eau w sont représentés en fonction de la teneur en eau d'une part, et de la succion d'autre part. Sur la base de ces essais, on observe que le comportement de la montmorillonite grecque présente les caractéristiques suivantes :

- De l'état initial représenté par le point (A) jusqu'au point d'entrée d'air (B) (qui correspond à une succion de 2 MPa), le sol initialement saturé le reste et se comporte comme un sol normalement consolidé (NC). Dans cette gamme de pression, la notion de contrainte effective reste valide.
- Quand la succion augmente, le degré de saturation diminue légèrement, jusqu'au point où la phase liquide devient discontinue (C). Puis, l'eau forme des ménisques aux points de contact entre les particules, avec des pressions interstitielles négatives très fortes au sein des ménisques. Dans ces conditions, aux points de contacts, les forces interparticulaires générées par l'eau sont perpendiculaires aux plans tangents aux particules. Elles ne semblent pas se traduire par un réarrangement des particules : en effet, entre le point C et le point final D (pF¹² 7), l'indice des vides (e) reste constant, la teneur en eau au point C étant la limite de retrait.
- De C à D, le degré de saturation baisse brusquement de 90 % à quasiment 0.

Sur le chemin d'humidification, les différentes phases sont similaires :

- Entre D et B', le degré de saturation augmente, tandis que l'indice des vides varie peu. L'hystérésis, dans le système (pF, S_r), est principalement dû à la topologie¹³ du réseau

¹² La tension de succion du sol peut être exprimée en unités de pression ou en hauteur d'eau. Les pédologues emploient volontiers une unité particulière, le pF, qui est le logarithme de la pression négative P exprimée en cm d'eau.

¹³ La topologie du réseau poreux est une définition de l'architecture de la porosité. Elle donne une certaine disposition des différents pores du réseau et une hiérarchie de ces pores.

- poreux ;
- Entre le point de resaturation (B') et le point final (A'), le sol se comporte comme un sol saturé surconsolidé. L'hystérésis entre les courbes d'humidification et de séchage, dans l'espace (pF, e), traduit l'existence de déformations irréversibles. De la même manière que pour le séchage, quand le degré de saturation est plus grand que 0,9, la succion est équivalente à une contrainte isotrope.

3.1.4 Synthèse des caractéristiques de la montmorillonite grecque

La montmorillonite grecque est une argile gonflante d'origine volcanique. Elle présente une capacité de gonflement importante (150 % de teneur en eau après gonflement) et une homogénéité naturelle, qui permet de la considérer comme une argile « modèle » dans nos travaux.

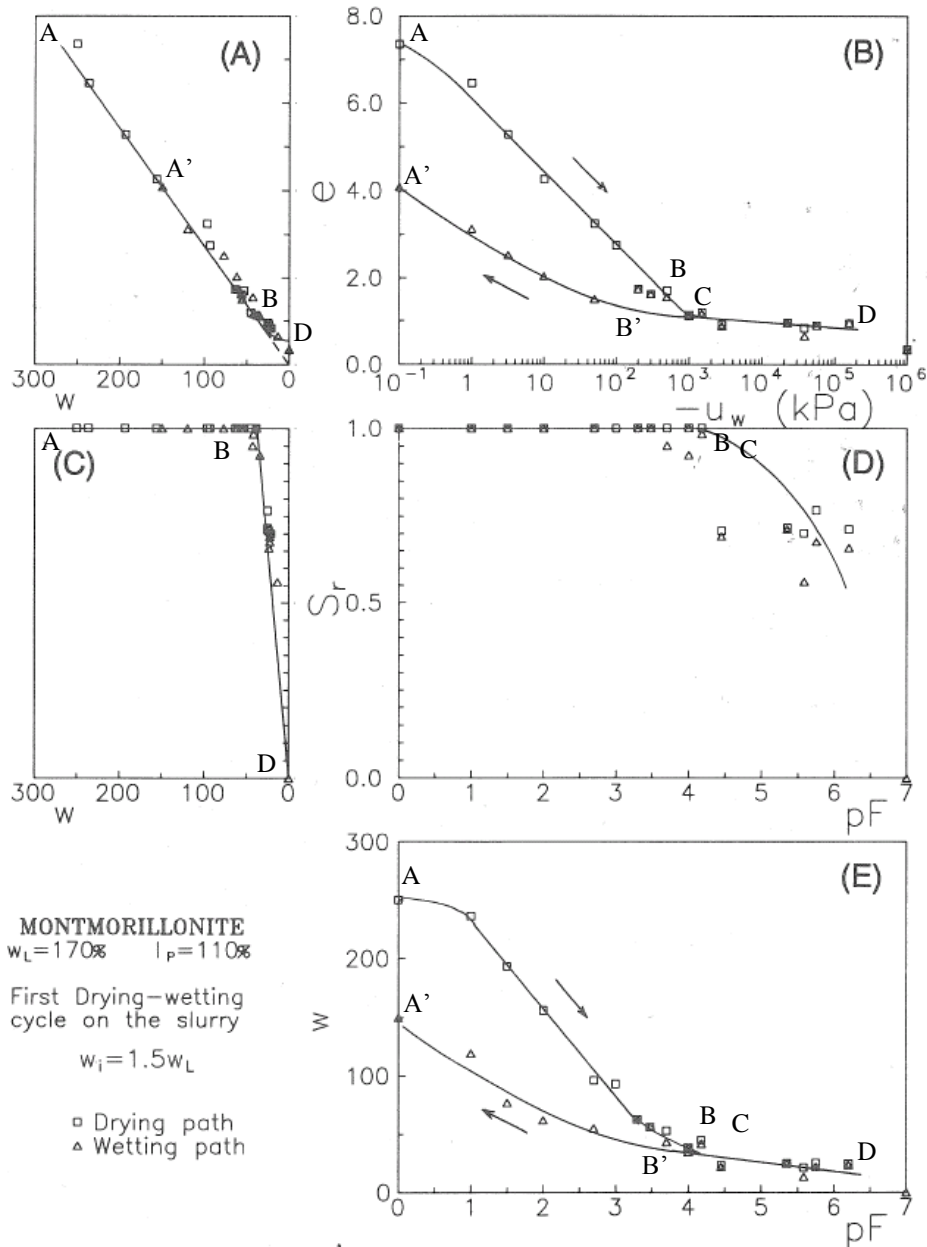


Figure 39: Synthèse des chemins d'humidification-séchage de la montmorillonite grecque (Fleureau et al., 1993) (e : indice des vides ; w : teneur en eau ; $-u_w$: succion ; S_r : degré de saturation ; pF : logarithme de la succion).

3.2 ARGILE VERTE DE ROMAINVILLE

L'argile verte de Romainville, que nous dénommerons AVR dans la suite du manuscrit, est une argile hétérogène minéralogiquement et présente :

- Une large représentativité de minéraux gonflants (interstratifiés illite-smectite) et non gonflants (kaolinite, illite, carbonates) susceptibles d'être présents sur des sites affectés par le retrait-gonflement ;
- Un niveau de complexité important au niveau de l'influence de chacun de ces minéraux dans le retrait-gonflement et l'interaction entre ces minéraux eux-mêmes.

Cette argile a été étudiée dans le cadre du programme ANR ARGIC. Dans ce groupe de travail, de nombreux essais classiques de laboratoire et observations microscopiques au MEB ont été réalisés.

Les principales caractéristiques de l'argile verte de Romainville sont présentées dans ce chapitre. Une caractérisation plus détaillée est présentée en annexe.

Etant donné que cette argile est conditionnée sous forme de bloc, prélevé directement in situ, elle est, par conséquent, étudiée sous sa forme intacte. Elle présente une texture de type matricielle.

3.2.1 Géologie du site

L'argile verte de Romainville s'est formée en Ile-de-France, dans le bassin de Paris. Cette région, avec la région Midi-Pyrénées et la région Poitou-Charentes, est une des régions les plus affectées par le retrait-gonflement. Cette argile est constituée essentiellement de formations d'âge tertiaire où alternent des formations calcaires, gypseuses et argileuses (Figure 40) (Audiguier et al., 2007).

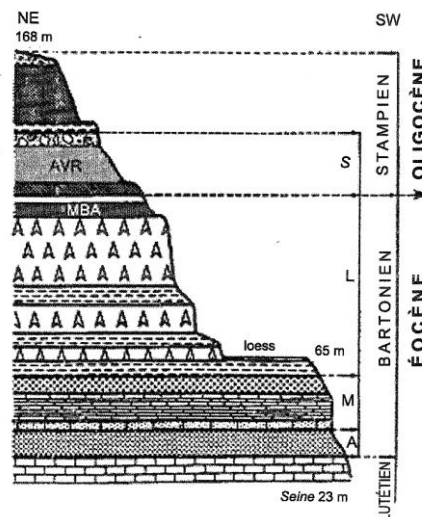


Figure 40: Coupe géologique de la butte de Cormeilles-en-Parisis et localisation de l'argile verte de Romainville (AVR) (Audiguier et al., 2007)

Dans ces formations se trouve l'argile verte de Romainville, appartenant au Stampien inférieur, étage de l'Oligocène inférieur, période Paléogène, ère du Cénozoïque (Tertiaire). Elle résulte d'une sédimentation argilo-carbonatée laguno-marine et correspond à des dépôts en milieu peu

profond, confiné, réducteur (traces de pyrite) avec apport de matériaux détritiques (quartz, feldspaths, micas) (Audiguier et al., 2008). Elle est présente sur l'ensemble du Bassin parisien et ne présente pas d'homogénéité horizontale, en raison du contexte géomorphologique. Elle est particulièrement sensible au retrait-gonflement, d'autant plus lorsqu'elle est située à l'affleurement, sous faible recouvrement ou en pente (Audiguier et al., 2007).

3.2.2 Caractérisation minéralogique et géotechnique

Les caractéristiques minéralogiques et géotechniques de l'argile verte de Romainville sont présentées dans le Tableau 7. Les sites de prélèvement de cette argile sont répartis à l'Ouest (W) et l'Est (E) de Paris (Figure 41). La provenance de l'argile utilisée dans les expérimentations a son importance, par rapport à l'interprétation des résultats obtenus, comme nous le verrons plus loin. L'argile verte de Romainville dont nous disposons, fournie par le Centre de Géosciences (Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris), provient de la carrière de Villeparisis, à l'Est de Paris (AVR_E 1). Sa profondeur de prélèvement est située entre 12 et 15 m.

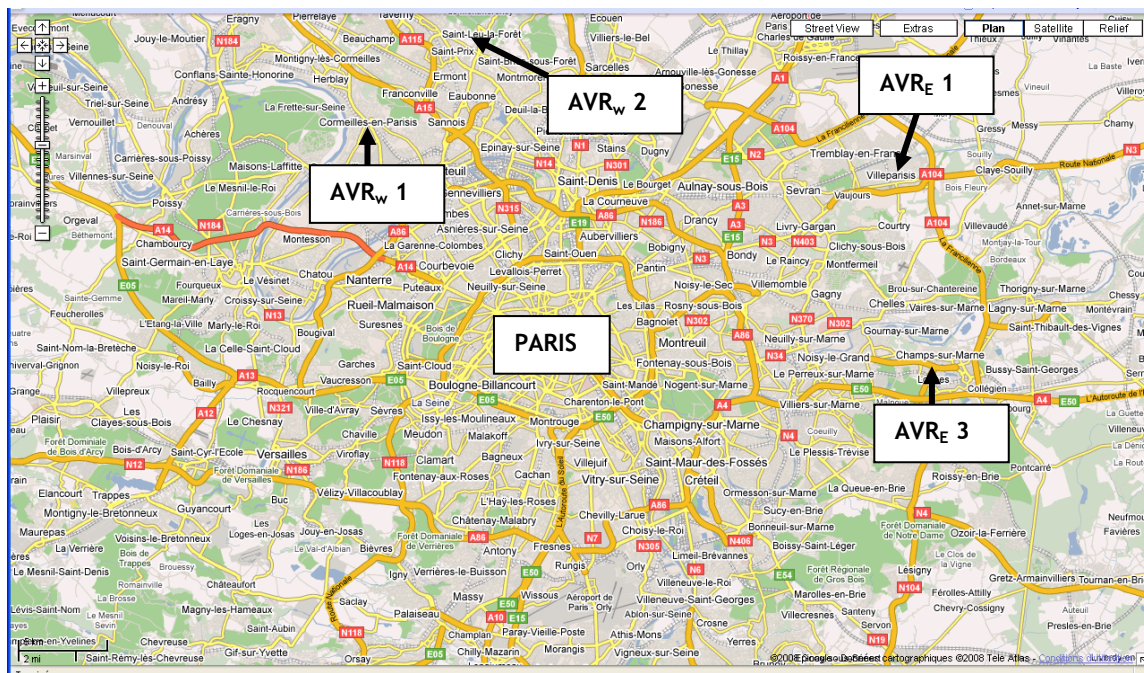


Figure 41: Carte de localisation des différents sites de prélèvement

L'argile verte de Romainville présente un pourcentage de particules inférieures à 2 µm compris entre 67 et 90 %, c'est donc un matériau fin (Figure 42). Elle est constituée de kaolinite, d'illite et d'interstratifiés illite/smectite. Elle contient également du quartz et des carbonates sous forme de calcite et de dolomite. Les limites d'Atterberg la classent dans les matériaux à fort potentiel de gonflement (Audiguier et al., 2007) (Figure 43).

D'après le diagramme de Casagrande (Figure 44), cette argile est considérée comme très plastique. Elle présente une porosité élevée d'environ 42 %. Ses poids volumiques sec et humide sont relativement faibles ($1,55 \cdot 10^3 \text{ kg/m}^3$ et $2,00 \cdot 10^3 \text{ kg/m}^3$ respectivement). La valeur de bleu et la surface spécifique sont en accord avec la composition minéralogique (kaolinite, illite, smectite).

Tableau 7: Caractéristiques minéralogiques et géotechniques de l'argile verte de Romainville (Vincent et al., 2009 ; Makki et al., 2008 ; Ta et al., 2008 ; Mantho, 2005 ; Audiguier et al., 2007 ; Ferber, 2005)

	AVR _E 1 (Villeparisis Le Pin, Vincent et al., 2009)	AVR _E 2 (Seine-et Marne, (Makki et al., 2008))	AVR _E 3 (Champs-sur-Marne, (Ta et al., 2008) et (Mantho, 2005))	AVR _w 1 (Cormeilles en Parisis, (Audiguier et al., 2007)	AVR _w 2 (Saint-Leu-la-Forêt, (Ferber, 2005))
Minéralogie					
Argiles	Kaolinite Illite Interstratifiés Illite/Smectite	Montmorillonite Illite	Illite Smectite	Kaolinite Illite Interstratifiés Illite/Smectite	Illite (75%) Smectites (10%) Palygorskite (15%)
% Carbonates	15-20	3,13	13	16	46,9
% < 2 µm	80	78,3	68	80-90	67
Matières organiques	0,2%	0,88		0,5%	
Essais d'identification de sol					
Limites d'Atterberg	w _L =75% w _P = 40% w _{R-R} =16% w _{R-E} =16% I _P =35 % I _R =55-60 % I _C =1,29	w _L =76% w _P = 37% I _P =39 % I _R =59 %	w _L =95% w _P = 41% I _P =54 %	w _L =65% w _P = 33% w _{R-R} =19% w _{R-E} =21% I _P =30-35 % I _R =45-50 % I _C =0,97	w _L =70,3% w _P = 32,3% w _{R-E} =25% I _P =38 %
Teneur en eau naturelle, moyenne	w _N =25-30 %	w _N =27%	w _N =38%	w _N =32 %	w _N =26%
Indice de Skempton	0,45			0,39	
Masse volumique des particules solides	γ _s =2,63 g/cm ³			γ _s =2,68 g/cm ³	γ _s =2,76 g/cm ³
Masse volumique humide, moyenne	γ _h =2,00 g/cm ³			γ _h =1,94 g/cm ³	
Masse volumique sec, moyenne	γ _d =1,55 g/cm ³	γ _d =1,23 g/cm ³		γ _d =1,48 g/cm ³	γ _d =1,55 g/cm ³
Indice des vides		0,77			
Valeur de bleu	9,3 g/100 g	9,5 g/100 g	14,3 g/100 g	7,3 g/100 g	5,45 g/100 g
Capacité d'échange cationique CEC		39,5			18,9
Surface spécifique calculée	228 m ² /g	167 à 195 m ² /g	340 m ² /g	179 m ² /g	
Porosité totale calculée, moyenne	n = 42%			n = 45 %	

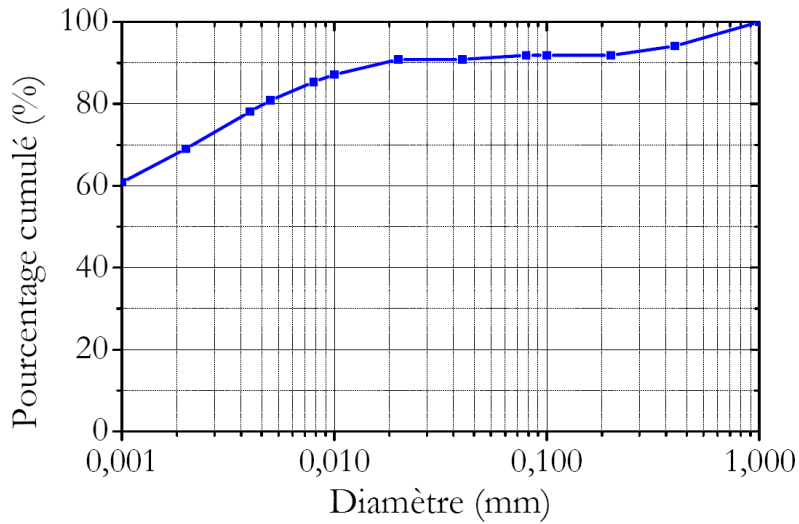


Figure 42: Granulométrie de l'argile verte de Romainville (Mantho A.T. 2005)

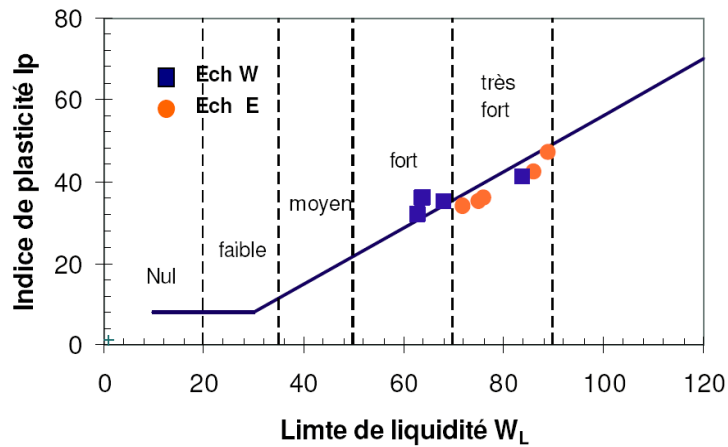


Figure 43: Carte du potentiel de gonflement des sols pour des échantillons provenant de différents sites (E, W) (d'après Daksanamurthy et al., 1973)

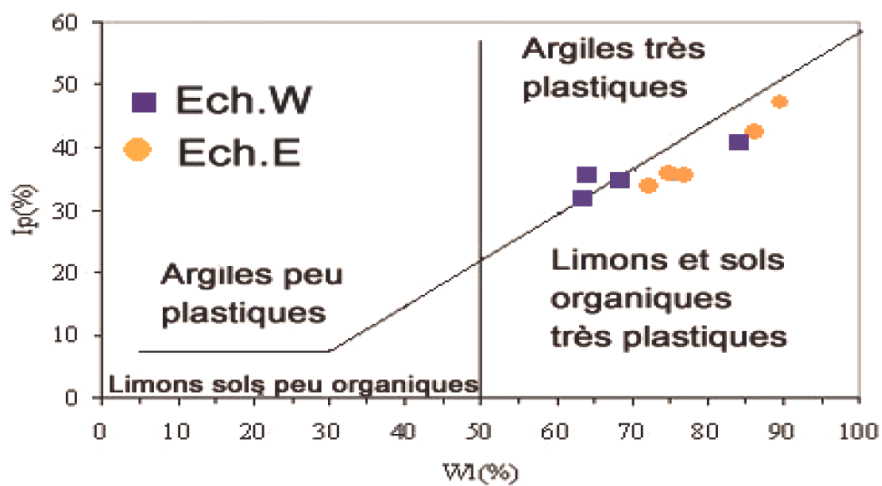


Figure 44: Diagramme de plasticité de Casagrande pour l'argile verte de Romainville pour des échantillons provenant de différents sites (E, W) (Vincent et al., 2009)

3.2.3 Essais par diffraction des rayons X (DRX)

Des échantillons d'argile verte de Romainville ont été caractérisés à l'état naturel (Laribi et al., 2007) et sous leurs formes « purifiées » en éliminant les « impuretés » représentées par des minéraux autres que les minéraux argileux (tels que le quartz, les carbonates, la matière organique, etc.), pour ne récupérer que la fraction argileuse inférieure à 2 μm . La Figure 45 présente le diffractogramme DRX obtenu sur les échantillons purifiés, traités à l'éthylène-glycol (EG) et chauffés à 550°C (représentés par les 3 courbes).

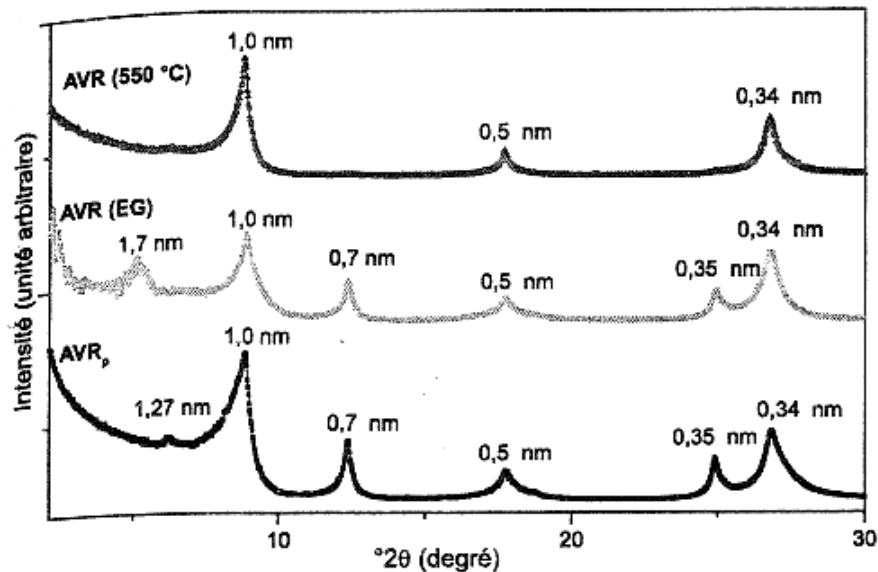


Figure 45: Diffractogramme des rayons X de l'argile verte de Romainville (Laribi et al., 2007) (AVR(EG) : argile traitée à l'éthylène-glycol ; AVRp : argile purifiée)

Les résultats obtenus révèlent la présence de smectite, d'illite et de kaolinite. En effet, une réflexion (001) à 1,27 nm pour l'échantillon purifié est observée, caractéristique des smectites dont l'espace interfoliaire sodique ne retient qu'une couche d'eau. Cette réflexion passe à 1,7 nm pour l'échantillon traité à l'éthylène-glycol, confirmant l'existence des feuillets expansibles de type smectite. Après chauffage à 550°C, ces feuillets sont déshydratés, passant à 1,0 nm. Des raies à 1,0 nm, 0,5 nm et 0,34 nm (correspondant aux réflexions (001), (002) et (003)) montrent la présence d'illite. Celle-ci n'est affectée ni par le traitement à l'éthylène-glycol, ni par le chauffage à 550°C. La kaolinite est mise en évidence par les réflexions (001) et (002) à 0,7 nm et 0,35 nm. Elle n'est pas affectée par le traitement à l'éthylène-glycol mais, en revanche, par le chauffage à 550°C (Laribi et al., 2007).

3.2.4 Comportement « hydrique »

Les courbes de rétention de l'argile verte de Romainville ont été établies sur des échantillons provenant d'une carrière située à l'Ouest de Paris (Figure 46). Elles ont été obtenues par la méthode des pressions osmotiques et la méthode des solutions salines saturées couplée à la mesure du volume par pesée hydrostatique dans le mercure (Audiguier et al., 2007).

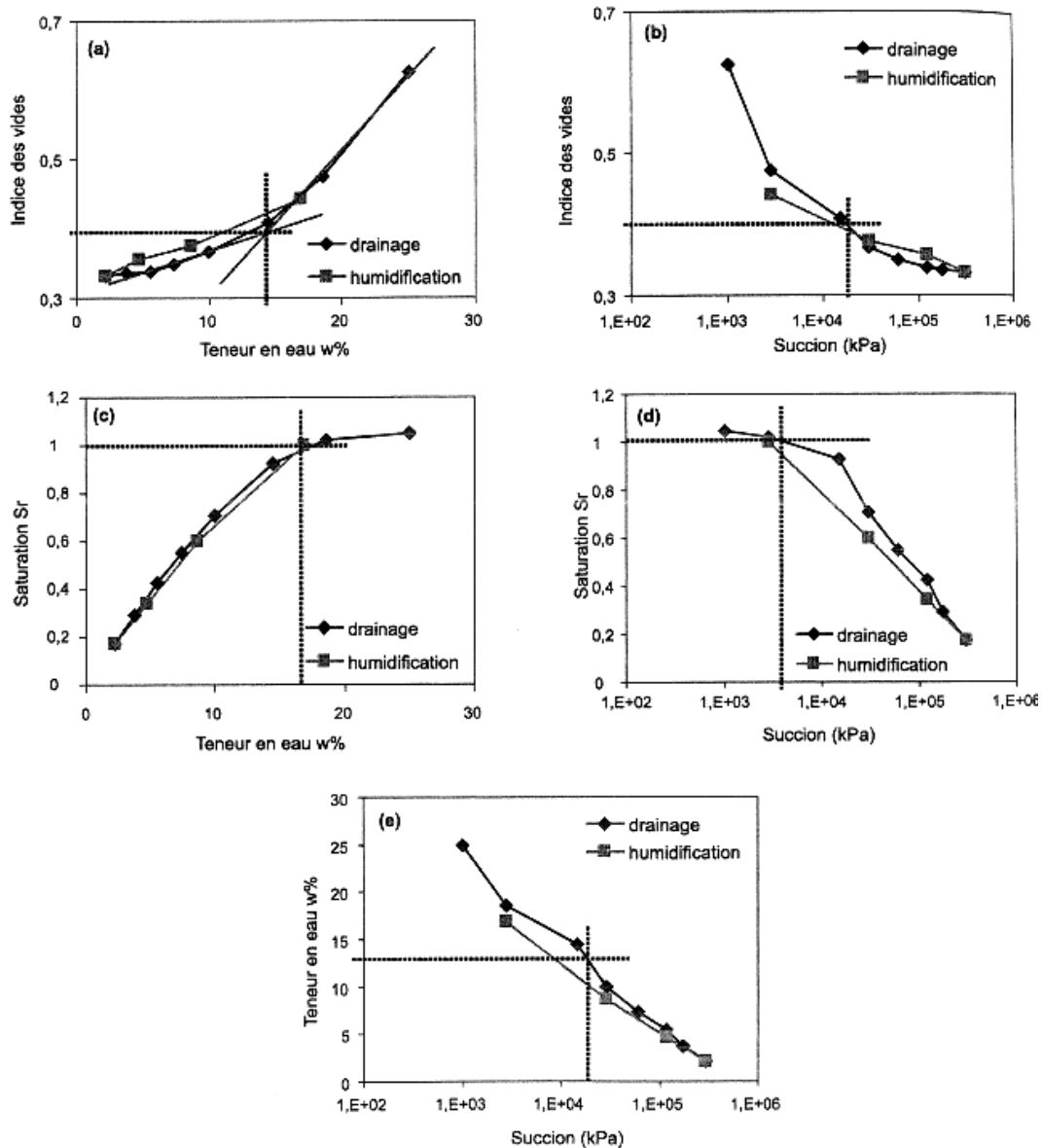


Figure 46: Représentation globale des courbes de rétention de l'argile verte de Romainville (Audiguier et al., 2007)

La Figure 46(a) montre une limite de retrait à une teneur en eau de 14% et un indice des vides de 0,4, obtenue pour une succion de 20 MPa (Figure 46b). Le point d'entrée d'air est obtenu à une teneur en eau de 17% (Figure 46c) et une succion de 4 MPa (Figure 46d). Pour des succions supérieures à la limite de retrait, le processus de séchage-humidification est réversible (Figure 46e).

Les courbes de rétention obtenues sur des échantillons intacts d'argile verte de Romainville prélevés à l'Est de Paris sont présentées sur la Figure 47. Les échantillons ont été plongés dans du pétrole (Kerdane) afin d'évaluer leur volume. Le volume des échantillons a diminué significativement lors de l'augmentation de la succion, de l'état initial (0 MPa) jusqu'à 216 MPa. En effet, l'indice des vides a diminué de 1,02 à 0,35 ce qui a généré un retrait volumique total de 33 %. La diminution de volume pendant le séchage a été moins importante dans la gamme de

fortes succions ($s > 24,9$ MPa). En ce qui concerne le degré de saturation S_r , le sol reste saturé jusqu'à une succion de 13,1 MPa. Cette valeur, qui est assez élevée, correspond au point d'entrée d'air et est en concordance avec les résultats de la Figure 47a. En dessous de cette valeur, la variation volumique est importante : elle peut atteindre jusqu'à 25 %. Au-delà du point d'entrée d'air, la variation volumique du sol devient faible. Le degré de saturation à une forte succion (216 MPa) reste important (30 %), montrant la plasticité importante de cette argile. La succion initiale du sol mesurée est de 40 kPa, c'est-à-dire que le sol était dans l'état saturé. Dans une période normale, l'argile se trouve souvent dans son état saturé (succion in situ inférieure au point d'entrée d'air). Cela signifie que le sol in situ se trouve dans la zone très sensible au retrait-gonflement (Ta et al., 2008).

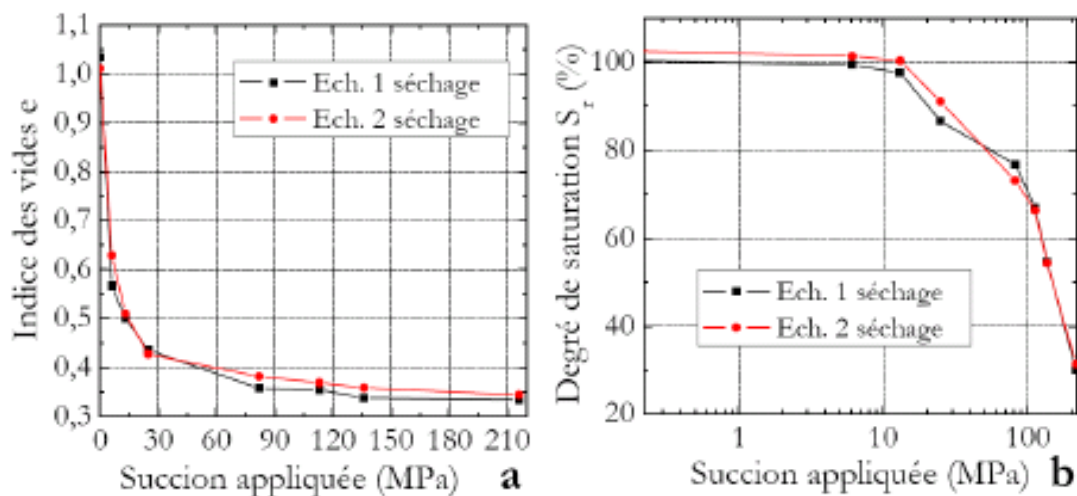


Figure 47: Variation de l'indice des vides (a) et du degré de saturation (b) en fonction de la succion appliquée pendant le séchage (Ta et al., 2008)

Ces différences de rétention peuvent s'expliquer par les localisations différentes des sites de prélèvement. L'argile verte de Romainville ne présente pas d'homogénéité horizontale, par conséquent, les échantillons de ces deux sites n'ont pas exactement les mêmes caractéristiques minéralogiques et géotechniques (Tableau 7).

3.2.5 Essais de caractérisation géotechnique de laboratoire

Des essais de gonflement libre ont été menés sur des échantillons naturels et remaniés d'argile verte de Romainville. Ces essais consistaient à humidifier l'échantillon, placé sous une charge très faible (de l'ordre du poids du piston) à l'intérieur d'une cellule œdométrique. L'échantillon est en contact, par l'intermédiaire d'une pierre poreuse, avec de l'eau à la pression atmosphérique. Le taux de gonflement, dans les conditions œdométriques, est simplement le rapport entre la variation de hauteur de l'éprouvette et sa hauteur initiale.

Les résultats (Tableau 8 et Tableau 9) montrent que le gonflement d'un échantillon remanié est supérieur à celui d'un échantillon à l'état naturel. Ceci peut être dû à la présence de carbonates : ces minéraux contribuent en effet à l'édification d'un squelette rigide qui atténue le gonflement.

Cependant, il est fragile puisqu'il est détruit par le remaniement. Les carbonates n'étant plus présents, l'argile peut gonfler plus librement lors de l'essai sur échantillon remanié.

Tableau 8: Caractéristiques mécaniques de l'argile verte de Romainville (Audiguier et al., 2007)

Mécanique	
Gonflement libre, état naturel %	15-25
Gonflement libre, état remanié %	> 30

Tableau 9: Gonflement libre de l'Argile verte de Romainville (Audiguier et al., 2008)

Formations	AVR
Teneur en eau avant gonflement (échantillon intact) %	25
Teneur en eau après gonflement (échantillon intact) %	39
Teneur en eau avant gonflement (échantillon remanié) %	27
Teneur en eau après gonflement (échantillon remanié) %	51
Taux de gonflement libre (échantillon intact) %	16
Taux de gonflement libre (échantillon remanié) %	32

Des essais de gonflement libre à l'œdomètre ont été effectués avec des cycles d'humidification-séchage. La variation de la taille de l'échantillon, à l'état naturel, a été mesurée au cours des cycles d'humidification-séchage. Une étude structurale par porosimétrie au mercure a été réalisée (cf. paragraphe précédent). Les courbes de gonflement obtenues au cours de cycles successifs sont présentées ci-dessous.

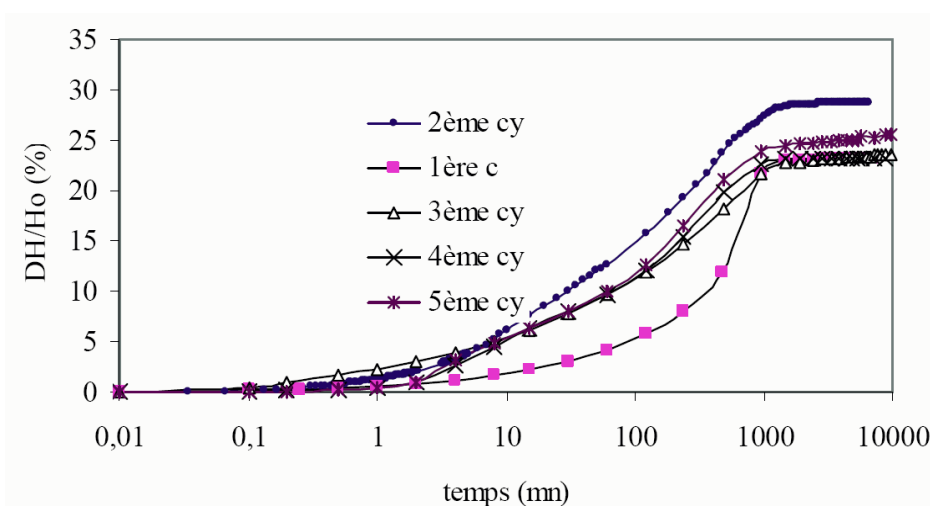


Figure 48: Courbes de 5 cycles (cy) de gonflement libre à l'œdomètre (argile verte de Romainville) (Audiguier et al., 2007)

Des essais de gonflement libre à l'œdomètre à succion imposée ont été effectués (Figure 49) (Vincent et al., 2009). A l'œdomètre, l'application des succions a provoqué une variation de hauteur de chaque échantillon. Pour l'essai $s = 0$, un gonflement de 0,1% est observé. Pour les trois autres essais, des retraits importants sont bien présents. Ils sont de 2,67% ($s = 500$ kPa), 9,84% ($s = 9$ MPa), et 10,76% ($s = 39$ MPa). Le temps nécessaire pour que le sol atteigne son état d'équilibre a été de 2 jours ($s = 0$), 7 jours ($s = 500$ kPa), 10 jours ($s = 9$ MPa), et 14 jours ($s = 39$ MPa).

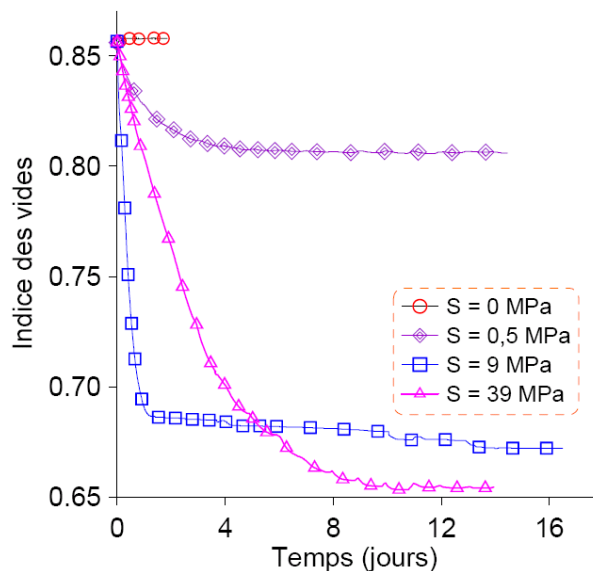


Figure 49: Essai œdométrique à succion imposée sur l'argile verte de Romainville (Vincent et al., 2009)

3.2.6 Synthèse des caractéristiques de l'argile verte de Romainville

La composition de cette argile présente deux points particuliers en dehors de la présence de minéraux argileux que sont la kaolinite et l'illite :

- La présence d'interstratifiés illite/smectite ;
- La présence de 15 à 20 % de carbonates.

Ces deux points nous ont amené à choisir cette argile pour les essais afin d'étudier leurs effets. Ces deux aspects ont déjà été rencontrés dans la littérature (Vincent et al., 2009 ; Audiguier et al., 2007 ; Mantho, 2005 ; Laribi et al., 2007). L'état des connaissances actuelles montre qu'ils ont une influence dans le retrait-gonflement du sol, que se soit en le favorisant (cas des interstratifiés illite/smectite avec la smectite qui est une espèce argileuse gonflante) ou au contraire en le limitant (cas des carbonates avec un rôle de cimentation). Ainsi, dans le cadre de l'étude du retrait-gonflement sur cette argile, et donc sur son comportement lors de cycles d'humidification et de séchage, ces deux aspects sont susceptibles de jouer un rôle clé dans le mécanisme de retrait-gonflement.

De plus, cette argile présente une texture matricielle : elle ne présentera pas d'effet de la structure avec réarrangement des grains lors des essais d'humidification-séchage.

Pour plus de détails quantitatifs, le lecteur est invité à se référer à l'annexe.

4. METHODES EXPERIMENTALES

Dans ce chapitre, nous présentons les différentes méthodes et protocoles expérimentaux qui ont été utilisés dans le cadre de nos recherches. Les essais expérimentaux peuvent être répartis en deux groupes :

- Les essais réalisés à l'échelle microscopique avec le Microscope Electronique à Balayage Environnemental (MEBE), le système de micro-pesée dans le MEBE et le MEBE-HR ;
- Les essais réalisés à l'échelle mésoscopique utilisant la porosimétrie BET, les courbes de rétention et les observations au MEBE.

Des protocoles expérimentaux ont été mis au point pour chacune de ces échelles spatiales et sont détaillés ci-dessous. Précisons et soulignons fortement que l'incertitude sur l'humidité relative étant non négligeable, les valeurs d'humidité relative prises en compte dans ces protocoles expérimentaux doivent être considérées comme indicatives et non de manière absolue ; c'est plus le différentiel d'humidité relative qui est important.

4.1 MICROSCOPE ELECTRONIQUE A BALAYAGE ENVIRONNEMENTAL (MEBE)

4.1.1 Principe du MEBE

La particularité du MEBE (Figure 50) est d'avoir un système de pompage différentiel qui sépare la chambre de la colonne; ainsi la colonne est soumise à vide élevé (10^{-5} torr)¹⁴, alors que dans la chambre règne une pression de quelques Torr (0,1-20 torr) (Figure 51). La pression dans le MEBE est contrôlée par un flux de gaz au niveau des différents diaphragmes du système (Donald, 2000 ; ElectroScan Corporation (notice), 1999). Ce gaz est en général inerte, mais on peut introduire un gaz réactif dans la chambre du MEBE; en fait, le choix du gaz est limité par ses propriétés, telles que la toxicité, l'inflammabilité et la réactivité chimique avec les composés de la chambre (ElectroScan Corporation (notice), 1999). Dans le cadre des travaux présentés ici, le gaz utilisé est la vapeur d'eau qui a à la fois le rôle de gaz d'ionisation pour la formation de l'image, et de fluide d'hydratation de l'échantillon.

¹⁴ 1 Torr = $1,3332 \cdot 10^2$ Pa



Figure 50: Photos du Microscope Electronique à Balayage Environnemental (MEBE): vue d'ensemble (à gauche) et vue de la chambre et d'un étage Peltier (à droite).

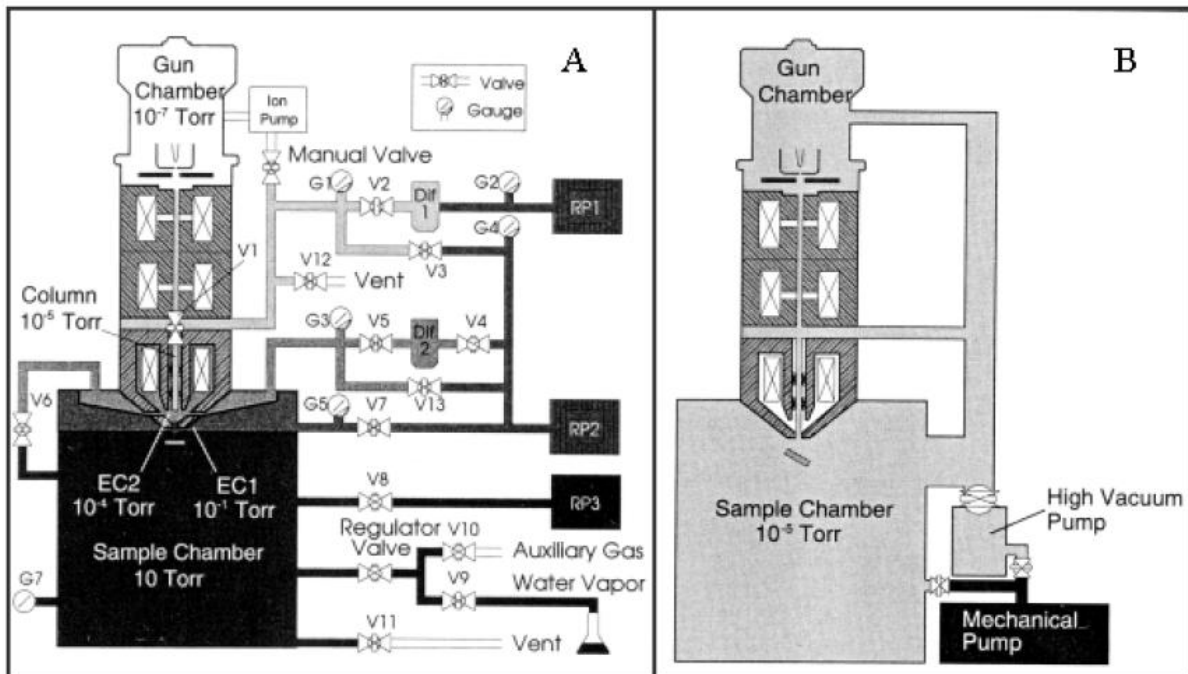


Figure 51 : Diagramme de flux comparatif: A) Microscopie Electronique à Balayage Environnemental, B) Microscopie Electronique à Balayage Conventionnel (Montes-H., 2002)

Comme dans un MEB conventionnel, ce sont les électrons secondaires issus de l'échantillon en interaction avec les électrons primaires du faisceau, qui sont utilisés pour former l'image. Dans le MEBE, le faible vide dans la chambre permet de maintenir un échantillon dans un état hydraté, mais n'est pas suffisant pour permettre la formation d'une image. Il faut trouver un compromis pour satisfaire deux exigences : tout d'abord, s'assurer que la dispersion des électrons émis, qui passent par une région gazeuse dans la chambre, ne dégradent pas la résolution de l'image et ensuite avoir un détecteur capable d'opérer à faible vide (Donald, 2000). Le détecteur Everhart-Thorley (ET) utilisé dans le MEB ne fonctionne pas dans l'environnement gazeux du MEBE. Dans le MEBE, on utilise un détecteur secondaire environnemental (DSE). La plus récente

génération du DSE est le « Gaseous Secondary Electron Detector » (GSED), qui permet une bien meilleure résolution de l'image. Il suffit d'appliquer un potentiel positif de quelques centaines de volts dans le système, pour que le détecteur collecte les électrons secondaires émis par l'échantillon, et qui sont accélérés dans son champ. L'autre point particulier du MEBE est que le gaz de la chambre sert d'amplificateur du signal; les électrons secondaires accélérés entrent en collision avec les molécules de gaz de la chambre en les ionisant, et produisent des électrons additionnels appelés électrons secondaires environnementaux, et des ions positifs. Les électrons de cette cascade sont ainsi collectés comme un signal amplifié de l'émission secondaire. Les ions positifs quant à eux sont attirés par la surface de l'échantillon et neutralisent les charges négatives accumulées à la surface des échantillons peu conducteurs ou isolants (Figure 52).

Le taux de dispersion des électrons joue un rôle très important dans la résolution d'une image. En fait cette dispersion est liée à la distance de travail (distance entre le diaphragme qui sépare la colonne de la chambre et l'échantillon). Le taux de dispersion des électrons est défini par le nombre de collisions avant de réagir avec la surface de l'échantillon. Le nombre de collisions des électrons dépendra du nombre de molécules du gaz par unité de volume, de la taille effective des molécules et de la distance de déplacement de l'électron vers le gaz (ElectroScan Corporation (notice), 1999).

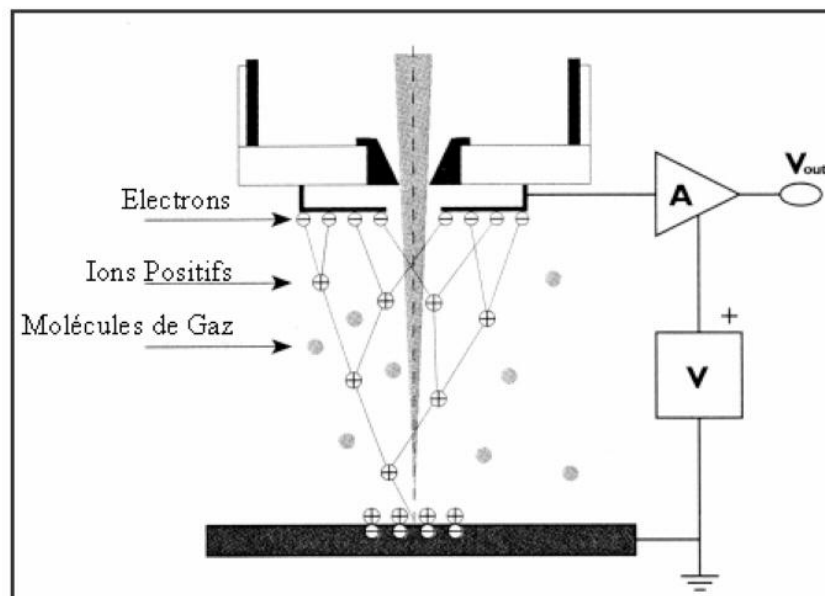


Figure 52 : Représentation schématique de l'ionisation d'un gaz dans la chambre du MEBE (Montes-H., 2002).

En pratique, hydrater ou sécher un échantillon dans la chambre du MEBE est assez aisé car cela ne nécessite que de changer la pression en se référant au diagramme de phases de l'eau (Figure 53). Notons que la chambre est isotherme ($\pm 23^{\circ}\text{C}$) et que chaque stade d'humidification à l'équilibre dépend de l'humidité relative contrôlée mais aussi des propriétés physicochimiques du matériau et de la taille des particules.

A chaque changement de pression, une nouvelle mise au point est nécessaire ainsi que le réglage du contraste et de la brillance; afin d'optimiser l'image, la distance de travail doit être réduite (inférieure à 10 mm).

Pour conclure cette section, mentionnons également que la complexité du système (étage Peltier + échantillon) par rapport aux mécanismes de transfert d'énergie dépend de l'équipement installé ; ainsi dans nos travaux par exemple, on utilise une platine de refroidissement, ce qui implique de toujours considérer un gradient de température entre la chambre isotherme ($\pm 23^\circ\text{C}$) et la platine de refroidissement (platine Peltier) de l'échantillon où la température peut varier de -5 à 60°C (Montes-H., 2002).

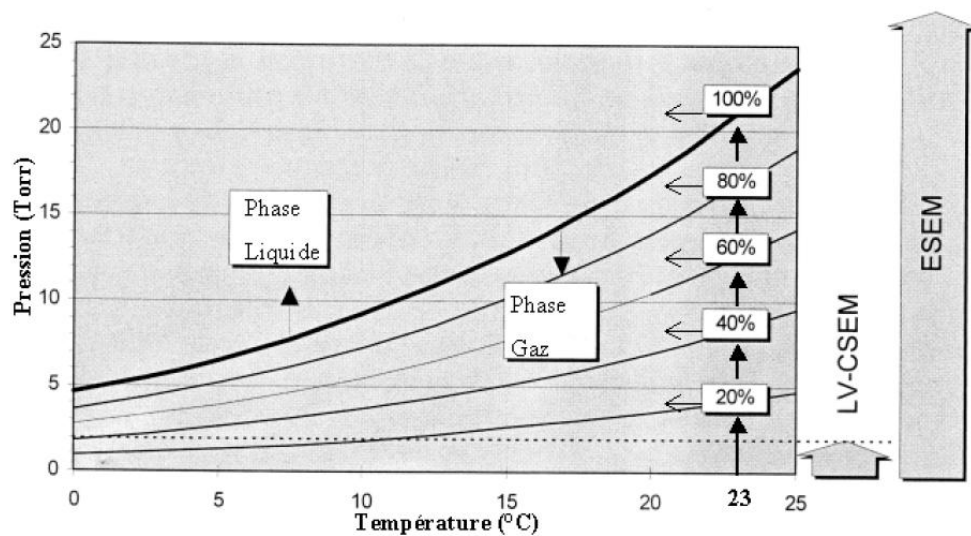


Figure 53 : Diagramme de phases de l'eau (Montes-H., 2002).

4.1.2 Modélisation du champ thermique au sein d'un échantillon

Le champ thermique ainsi que son évolution temporelle au sein de l'échantillon a été estimé à l'aide d'une modélisation numérique par éléments finis. Les essais sont menés sur de la poudre d'argile ou sur des blocs cubiques d'un centimètre de côté. Le temps nécessaire pour l'équilibre du champ de température au sein de l'échantillon est variable selon sa taille. Pour la poudre, l'équilibre thermique est atteint très rapidement. Pour les blocs cubiques, pour estimer le temps nécessaire à l'obtention d'un champ homogène de température égale à la température imposée, nous avons eu recours à la modélisation numérique et ce, dans deux configurations : échantillon seul et échantillon au sein de la chambre du MEBE.

Rappelons que l'équation régissant le transfert thermique par conduction est la suivante :

$$\rho C_p \frac{\partial T}{\partial t} + \nabla(-k\nabla T) = Q$$

Avec :

T : température (K)

k : conductivité thermique ($\text{Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$) – $k = 1,5 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$

ρ : masse volumique (kg m^{-3}) – $\rho = 1500 \text{ kg m}^{-3}$

C_p : capacité calorifique à pression constante ($\text{J kg}^{-1} \text{K}^{-1}$) - $C_p = 2000 \text{ J kg}^{-1} \text{K}^{-1}$

Q : source de chaleur par unité de volume (W m^{-3})

La température de la platine Peltier (appliquée à la base de l'échantillon) est prise égale à 10°C (283 K). La température initiale de l'échantillon est considérée d'environ 25°C (298 K) (température ambiante) (Figure 54). Le profil de l'équilibre thermique est suivi sur onze points, répartis sur la hauteur de l'échantillon (1 cm) (Figure 55).

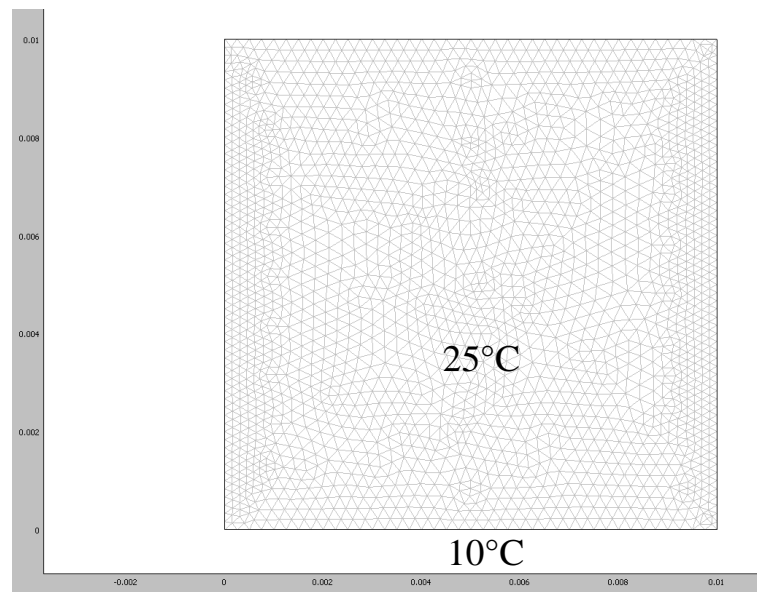


Figure 54: Maillage et conditions aux limites de l'échantillon

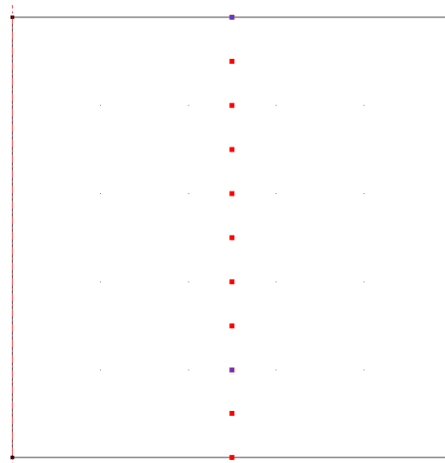


Figure 55: Répartition des onze points pour l'analyse de l'évolution temporelle de la température

Les résultats de cette modélisation montrent que l'équilibre thermique est atteint en moyenne en 435 secondes (7,25 minutes), ou de 6 à 10 minutes selon les points considérés, le type de matériau (matériau homogène ou hétérogène) et son épaisseur (Figure 56 et Figure 57).

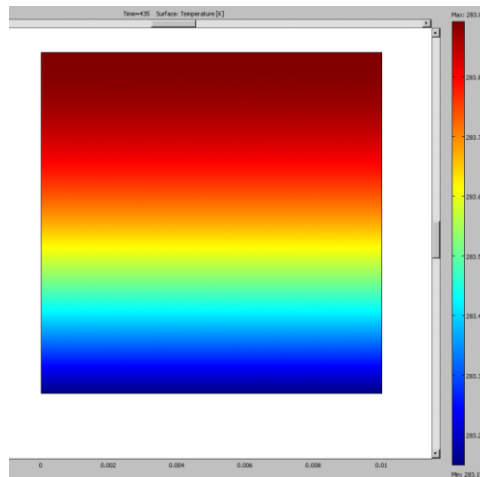


Figure 56: Exemple de champ de température au sein de l'échantillon après 435 secondes

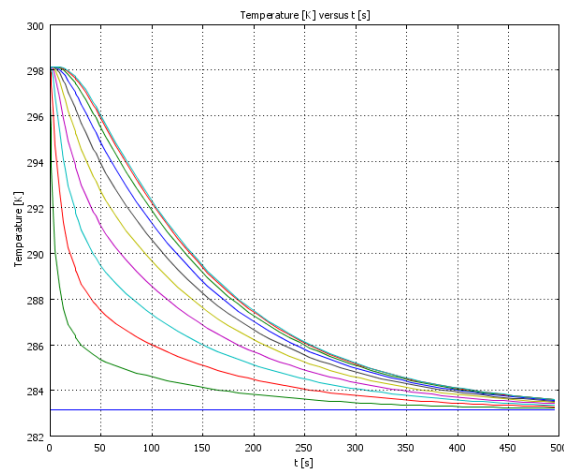


Figure 57: Evolution de la température en fonction du temps au niveau des onze points de l'échantillon

La même modélisation a été réalisée pour un échantillon placé au sein de la chambre du MEBE. La température de la platine Peltier (appliquée à la base de l'échantillon) est de 10°C (283 K). La température initiale de l'échantillon est de 25°C (298 K) (température ambiante). La température régnant dans la chambre est de 20°C (293 K) (Figure 58 et Figure 59). Le profil de l'équilibre thermique est suivi en un point, au sommet de l'échantillon (1 cm).

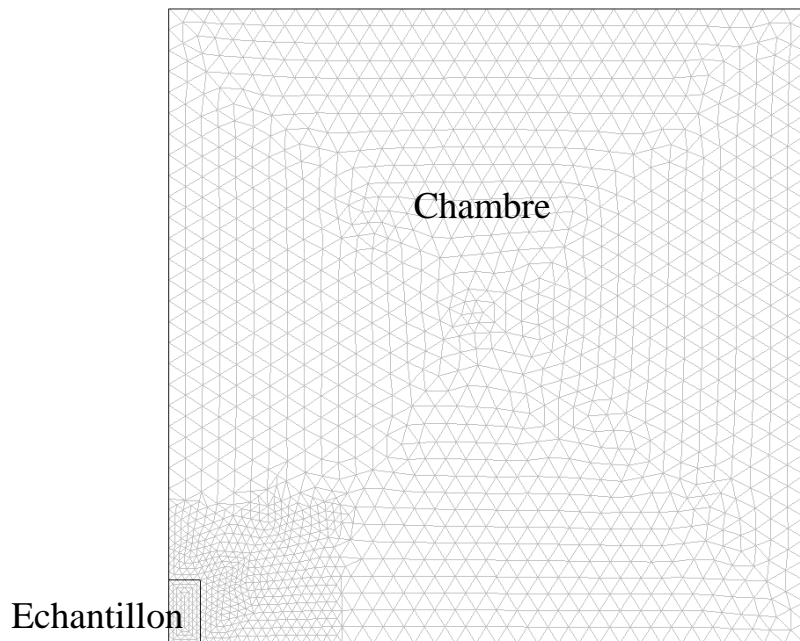


Figure 58: Maillage du modèle

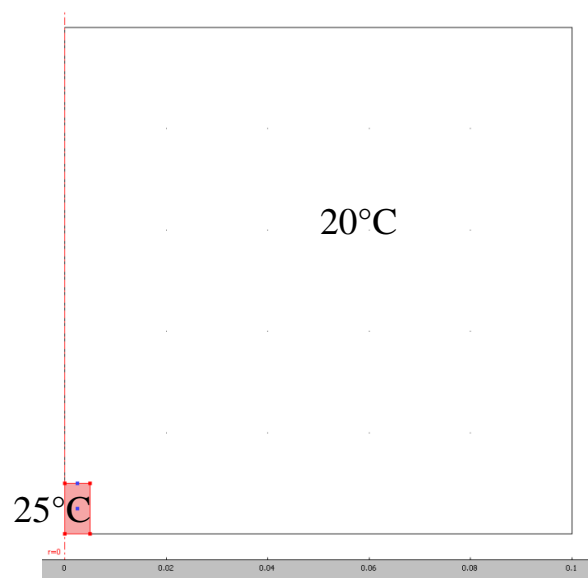


Figure 59: Conditions aux limites de l'échantillon

Les résultats de cette modélisation montrent que l'équilibre thermique est atteint en moyenne en 507 secondes (8,45 minutes), ou de 6 à 10 minutes selon le point considéré, le type de matériau (matériau homogène ou hétérogène) et son épaisseur (Figure 60 et Figure 61).

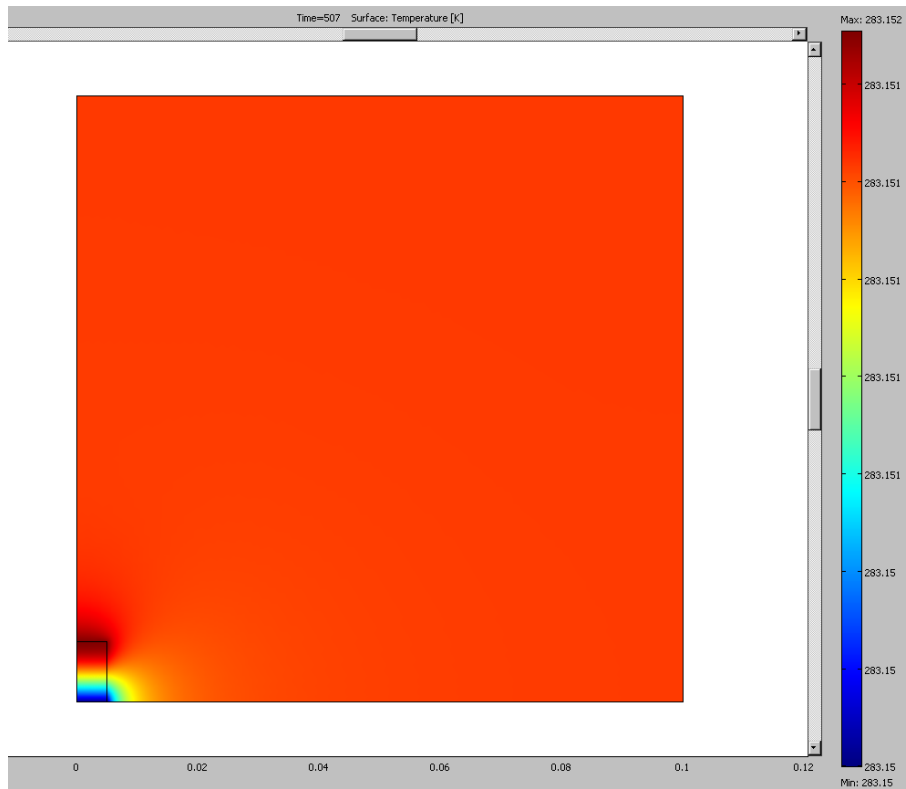


Figure 60: Champ de température au sein de l'échantillon après 507 secondes

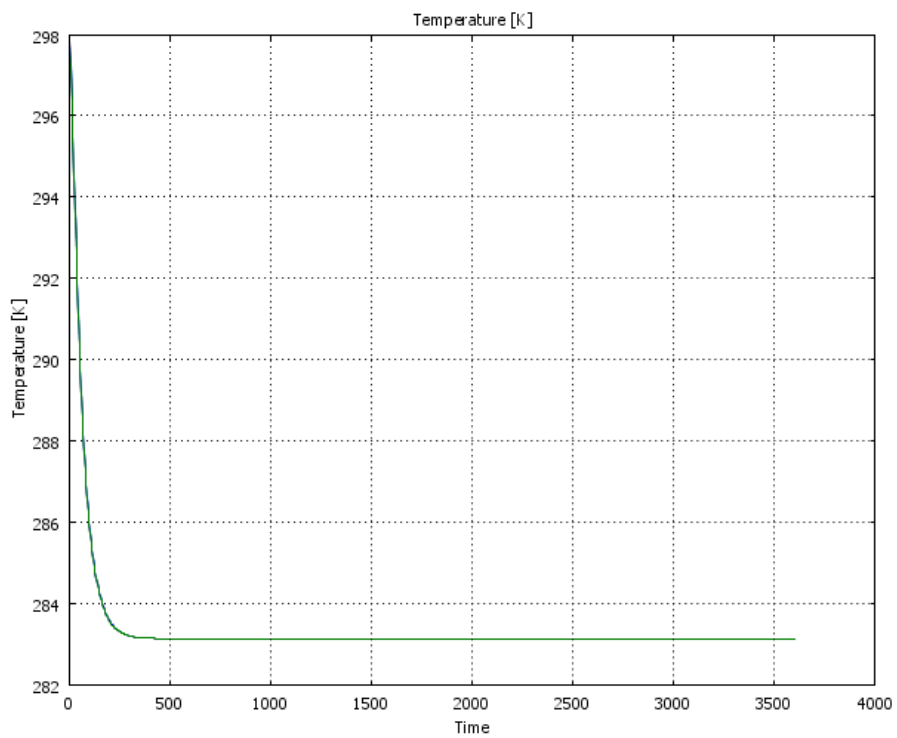


Figure 61: Evolution de la température en fonction du temps pour un point situé au sommet de l'échantillon

L'erreur relative sur la température est de 2,8 % (soit une incertitude de $\pm 0,5^{\circ}\text{C}$) (ElectroScan Corporation, 1999) et l'erreur sur la pression est de 0,25 % (mesure de laboratoire). L'erreur sur la pression étant relativement petite, celle-ci n'induit pas de conséquences sur l'humidité relative. En revanche, l'erreur sur la température induit des conséquences sur l'humidité relative imposée. Cela peut poser un problème, notamment aux fortes humidités relatives. Si on se réfère aux abaques fournis par le constructeur, une augmentation de $0,5^{\circ}\text{C}$ par rapport à la température imposée peut engendrer une augmentation de l'humidité relative d'environ 2,5 %. Cela peut expliquer pourquoi la zone d'observation arrive à une saturation totale par l'eau alors que l'humidité relative « soit disant imposée » est de 90 %.

4.1.3 Modélisation de l'effet du scotch carbone sur l'intensité de la déformation surfacique

Les agrégats d'argile sont collés sur du scotch double face carbone. Celui-ci induit des effets mécaniques et frette (bloque) la déformation de la frontière de l'agrégat au contact. Le MEBE ne permet qu'une visualisation et une analyse d'un plan bidimensionnel. Une modélisation numérique 3D a donc été réalisée pour évaluer la différence entre un comportement isotrope et un comportement « réel » dans le MEBE.

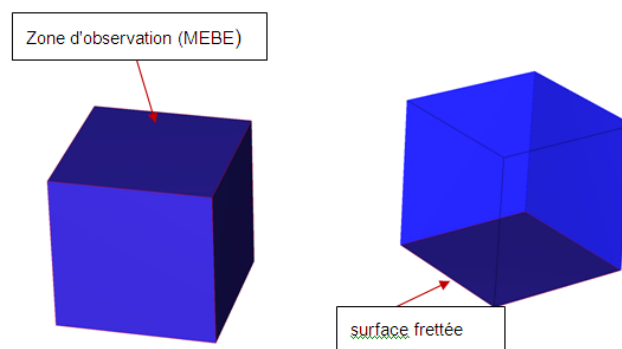


Figure 62: Vue 3D d'un "agrégat" d'argile avec la zone observée et la zone frettée

L'objet représenté ci-dessus idéalise la forme géométrique réelle de l'agrégat d'argile (Figure 62). Nous montrons ci-dessous, à l'aide de deux modélisations numériques simples, que l'effet du frettage de la surface inférieure n'influe pas sur la déformation surfacique de la zone d'observation (Figure 63 et Figure 64). Le modèle est un cube de dimension 1 et le gonflement (déformation volumique) varie de 10 à 60 %.

Deux configurations sont analysées :

1. un gonflement libre (1),
2. un gonflement avec la surface inférieure bloquée dans les trois directions de l'espace (2).

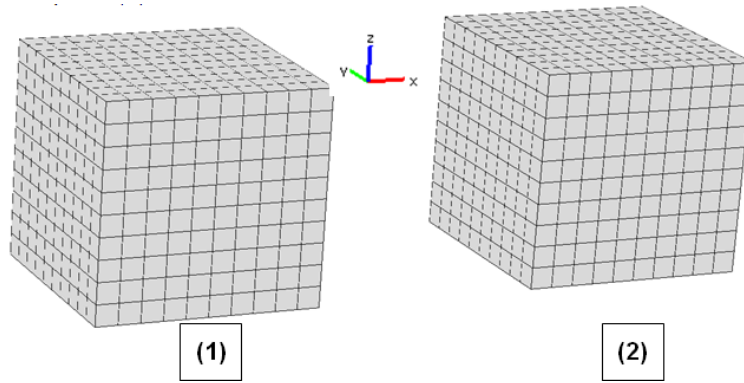


Figure 63: Vue 3D des maillages des deux "agrégats"

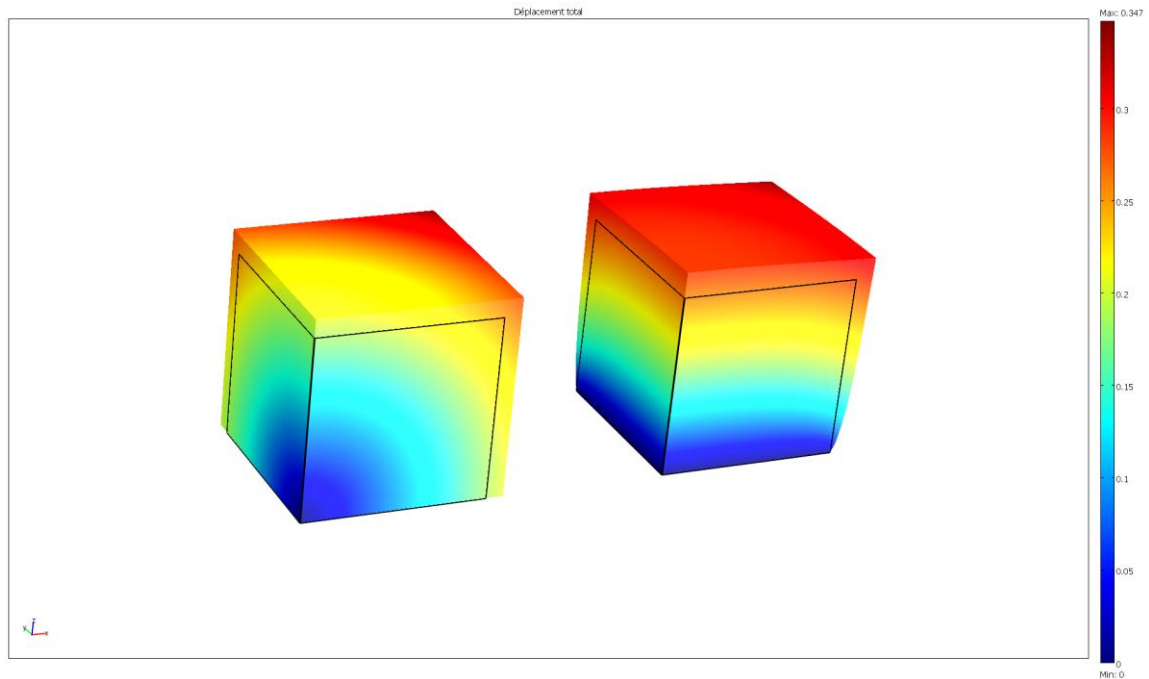


Figure 64: Exemple de vue 3D de la norme Euclidienne du déplacement dans les deux configurations

La déformation de la surface supérieure ($x, y, z = 1$) est $\tilde{\varepsilon}_s(z = 1)$ définie de la façon suivante :

$$\tilde{\varepsilon}_s = \frac{\Delta S}{S_0}$$

Dans le cadre des petites perturbations (HPP), on a :

$$\tilde{\varepsilon}_s(z = 1) = \int_{S_0} \left(\frac{\partial u_x(x, y, z = 1)}{\partial x} + \frac{\partial u_y(x, y, z = 1)}{\partial y} \right) dx dy$$

et dans le cadre des grandes déformations (GDF) en utilisant la relation de Nanson :

$$\tilde{\varepsilon}_s(z = 1) = \frac{1}{S_0} \int_S |J| F^{-T} dS \text{ avec } |J| = \det(F) \text{ (F : gradient de transformation linéaire tangente).}$$

Les erreurs relatives entre la déformation surfacique calculée dans le cadre d'un gonflement libre et un gonflement "fretté" sont données dans le Tableau 10.

Tableau 10: Erreurs relatives en pourcent, induites par le frettage de la partie inférieure

Gonflement	10 %	20 %	30 %	40 %	50 %	60 %
Erreur (%) (HPP)	7,52	7,52	7,52	7,52	7,52	7,52
Erreur (%) (GDF)	8,06	8,63	9,27	10,34	11,19	12,36

Dans le cadre des petites déformations (HPP), le problème étant linéaire et le gonflement homogène, l'erreur relative est donc constante, de l'ordre de 7,5 %. En grandes déformations, l'erreur peut atteindre 12 %.

Les valeurs sont naturellement fonction de la hauteur de l'échantillon. Cependant, ces valeurs donnent un ordre de grandeur qui est, à notre avis, majorant. En effet, nous avons supposé une géométrie particulière avec une surface parfaitement bloquée. Les agrégats présentent des formes géométriques non régulières et seulement une petite partie de la surface est en contact avec le support et est bloquée, se rapprochant ainsi d'un essai non fretté.

4.1.4 Platine de refroidissement (Platine Peltier)

La platine de refroidissement est utilisée pour contrôler la température de l'échantillon dans la chambre du MEBE et donc l'hygrométrie (connaissant la pression). Ce dispositif comprend un système thermoélectrique et un système d'adaptation relié à l'interface de contrôle informatique (Figure 65). Le système thermoélectrique installé dans le MEBE est piloté par le système d'adaptation. Par contre, la température est contrôlée manuellement. La platine permet de travailler dans un intervalle de températures variant de -5 à $+60^{\circ}\text{C}$. Un porte-échantillons sert d'interface entre la platine Peltier et l'échantillon, ce dernier étant fixé par un scotch double face carbone ou une colle carbone. Ce système de fixation a une double fonction :

- Eviter le déplacement de l'échantillon par formation d'une pellicule d'eau lors de l'humidification ;
- Eviter toute surcharge d'électrons à la surface de l'échantillon, nuisant fortement à la qualité de l'image.

Les échantillons observables dans le MEBE peuvent être de toute forme (poudre, pâte, bloc consolidé, compacté...) et aller jusqu'à 5 cm de côté. Cependant, plus l'échantillon est gros, plus l'équilibre thermique sera long à obtenir.

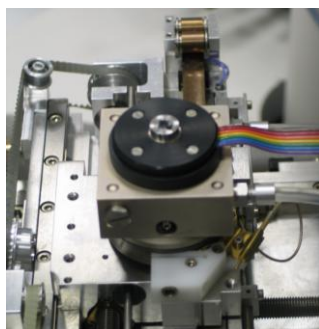


Figure 65: Platine Peltier installée dans la chambre du MEBE (taille de l'échantillon: 0,5 x 0,5 mm) (source INERIS)

Au début de ce chapitre, nous avons mentionné qu'il suffirait de changer la pression pour modifier l'humidité relative dans la chambre du MEBE. Cependant, comme on peut l'observer sur la Figure 53, la température de la chambre restant constante ($\pm 23^{\circ}\text{C}$), ceci implique qu'il faut des conditions de pression de 2 à 21 Torr pour passer d'un environnement sec à un environnement à 100% d'humidité relative. Cette opération est techniquement faisable, mais le fait d'opérer à des pressions supérieures à 10 Torr rend l'acquisition et le traitement de l'image beaucoup plus difficile (surcharge d'électrons, manque de contraste et de brillance). Grâce à la platine de refroidissement installée sur le MEBE, on peut condenser l'eau sur l'échantillon à des pressions inférieures à 10 Torr. Dans ce cas, il y a trois possibilités (Figure 66) :

- 1) on fixe une température, par exemple 9°C , et on ne fait varier que la pression ;
- 2) variation simultanée de la pression et de la température ;
- 3) on fixe une pression, par exemple 6 Torr, et on ne fait varier que la température.

Les trois possibilités peuvent être envisagées sans difficulté et avec une bonne optimisation de l'image (Figure 67). L'inconvénient majeur réside dans l'efficacité et la reproductibilité de chaque type de manipulation. Après une campagne d'essais que nous avons réalisée, il ressort que la meilleure option est d'imposer une température et de suivre une évolution de séchage, d'humidification ou de condensation en faisant varier la pression. La raison de ce choix tient aux faits suivants: le volume de la chambre est très grand par rapport à celui de l'échantillon ; la pression est imposée au niveau de l'ensemble de la chambre et est relativement homogène alors que la température, qui est imposée au niveau de l'échantillon, présente une distribution spatiale qui n'est pas homogène. On atteint plus rapidement une homogénéité de la pression dans l'ensemble de la chambre après modification de la température. Ceci signifie que l'humidité relative considérée dans un diagramme pression-température de l'eau est plus proche de la réalité quand on modifie la pression plutôt que la température, confirmant les résultats de Montes-H. (Montes-H., 2002).

Les capteurs qui sont utilisés pour la mesure de la température sont une sonde de température placée au niveau de la platine. Cependant, la pression n'est pas mesurée dans la chambre.

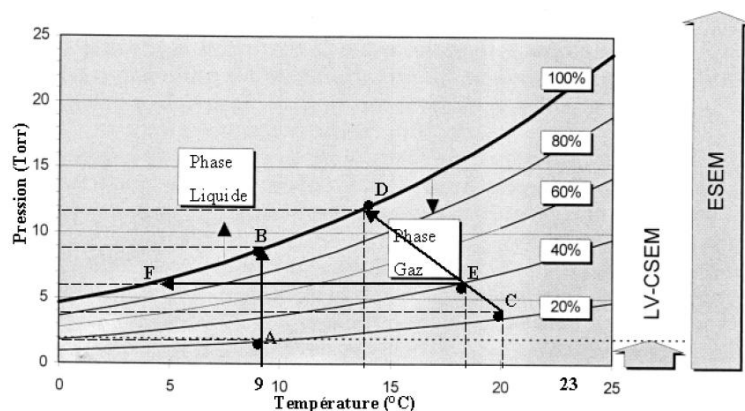


Figure 66 : Trois manières différentes de condenser l'eau sur la surface d'un échantillon : 1) A-B Condensation à température constante; 2) C-D Condensation à pression et température variables; 3) E-F Condensation à pression constante (Montes-H., 2002)

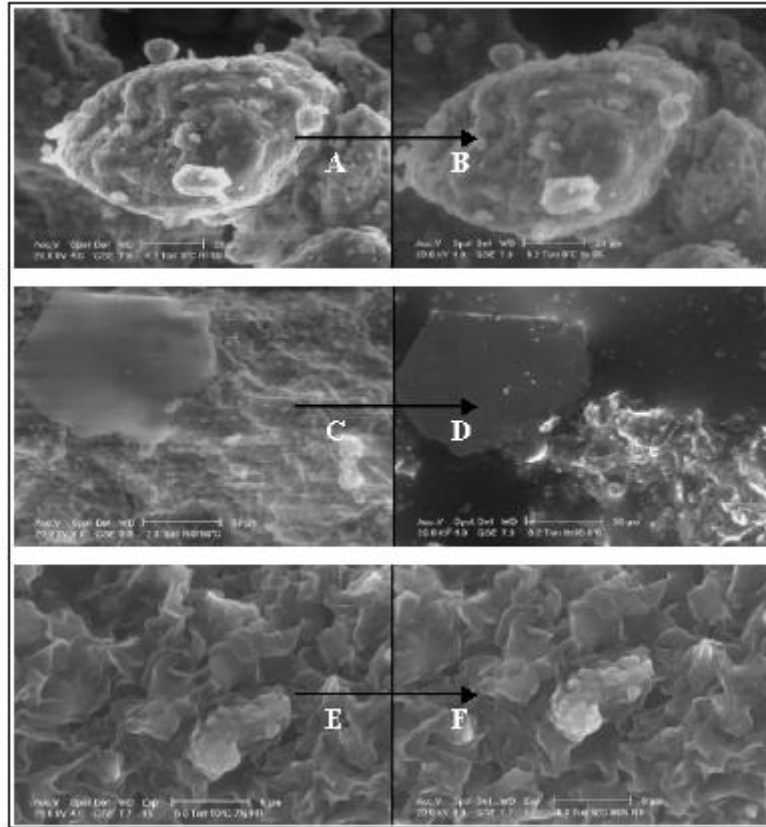


Figure 67 : Images MEBE. Trois manières différentes d'hydrater un échantillon in situ : A-B humidification de la bentonite MX80 à température constante (9°C), augmentation de la pression de 4,5 torr à 8,2 torr; C-D condensation d'eau sur une "argilite" à pression et température variables, C (T=50°C, P=2,3 torr) et D (T=8°C, P=8,6 torr); E-F humidification de la bentonite à pression constante (6 torr), diminution de la température de 50 à 5°C (Montes-H., 2002)

4.1.5 Avantages et inconvénients du MEBE

Comme tout appareillage, le MEBE présente des qualités et des limites tant dans son utilisation que dans son domaine d'application.

Du point de vue des qualités, le MEBE est un appareil qui permet de reconstituer des conditions environnementales hydriques (ou in situ) par contrôle de la température et de la pression au sein de la chambre. Ainsi, les échantillons peuvent être étudiés en étant saturés, avec leur hygrométrie naturelle ou désirée. Ils peuvent être sous différents états : solide, liquide, visqueux, pâteux, etc. Les expérimentations peuvent être menées de façon dynamique, avec des cycles successifs, des paliers d'équilibre et un enregistrement des images simultanément (photo et vidéo). La précision de l'application de la pression (par pas de 1 Pa) permet des mesures plus nombreuses et plus précises que les essais classiques de gonflement au laboratoire. Parallèlement, une microanalyse chimique par dispersion d'énergie des rayons X peut être menée pendant l'observation, sur l'ensemble du champ de vision ou sur une particule donnée. Effectuée sur plusieurs images successives, elle

apporte une visualisation de l'évolution éventuelle des composants chimiques à la surface de l'échantillon (cartographie X). Succédant à l'acquisition, le traitement des images est une étape incontournable et difficile, surtout en mode environnemental (qualité dégradée des images). L'analyse d'images acquises dans le MEBE permet de définir de nombreux paramètres morphométriques tels que : la taille dans deux directions perpendiculaires du plan d'observation, le diamètre apparent, la surface, etc. En supposant que le gonflement est isotrope, une estimation du taux de gonflement libre lors d'un essai est réalisable et ainsi, il est possible de suivre son évolution lors des cycles d'humidification/séchage. La modélisation 3D à partir d'images stéréoscopiques peut être également utilisée pour caractériser l'évolution de la topographie de la surface d'un échantillon en fonction des cycles d'humidification/séchage. Une caractérisation mécanique est également possible à l'aide d'une platine de traction-compression uniaxiale installée dans le MEBE et au logiciel correspondant avec acquisition directe des données et affichage de la courbe « effort-déplacement ». Le module d'Young et la résistance maximale en compression uniaxiale sont alors déterminés à partir de cette courbe, apportant de nouvelles informations sur le comportement de l'échantillon.

Du point de vue des limites, elles sont moindres comparées aux possibilités offertes par le MEBE. La gamme de pression peut paraître assez faible (0,1-20 Torr) en fonction des expérimentations que l'on souhaite mener. La précision de l'humidité relative au niveau de l'échantillon, est fonction de la précision sur les mesures de température et de pression, et n'est pas suffisamment élevée, notamment pour l'intervalle 90 %-100 % d'humidité relative. En effet, dans cette gamme, une faible variation d'humidité relative induit une forte variation de la déformation, d'où l'importance de la précision. La saturation complète de l'échantillon (notamment interne) ne peut être vérifiée étant donné que l'observation est surfacique. A l'heure actuelle, les essais d'humidification/séchage et mécaniques sont indépendants les uns des autres : il n'est pas possible d'effectuer une compression simple tout en faisant varier l'humidité relative, ce qui pourrait apporter des informations intéressantes (influence du chargement sur le drainage de l'eau par exemple). Le champ d'observation dû au détecteur environnemental limite la surface observable de l'échantillon ; d'autant plus s'il faut augmenter le grandissement pour observer des agrégats de petite taille, ce qui empêche une vision globale de l'échantillon. Pour obtenir des photos et vidéos de la meilleure qualité possible, le réglage du contraste et de la brillance est important et devrait être réglé automatiquement en continu ; or, sur le MEBE utilisé, il est manuel. C'est un inconvénient lors d'expériences de longue durée, notamment en l'absence de l'opérateur.

4.2 DEVELOPPEMENT D'UN SYSTEME DE MICRO-PESEE DANS LE MEBE

4.2.1 Introduction

On peut calculer, dans certaines configurations et hypothèses, le tassement d'un massif de sol en connaissant la variation de sa teneur en eau, en s'appuyant sur des modèles élastiques (Fredlund & Rahardjo, 1993) ou élastoplastiques (Alonso et al., 1990 ; Cui et Delage, 1996). Ceux-ci permettent de déterminer les déformations engendrées à la fois par la contrainte mécanique et la succion.

L'utilisation des modèles de calcul nécessite toutefois la détermination de paramètres d'entrée qui s'appuient sur des essais de laboratoire réalisés sur des échantillons de sols argileux dont le volume avoisine la dizaine de centimètres cubes.

Compte tenu de leur volume et de la faible cinétique du phénomène (15 jours pour un essai œdométrique classique, plusieurs semaines pour construire les courbes de rétention), les effets du retrait et du gonflement sur ces échantillons classiques peuvent nécessiter des temps de réaction et d'équilibre relativement longs allant jusqu'à plusieurs dizaines de jours.

Pour pallier à cet inconvénient, nous proposons une méthode de pesée d'un échantillon dans le microscope électronique à balayage environnemental (MEBE). La variation de poids d'un microéchantillon de sol (sous forme de poudre) de très petit volume (quelques micromètres cubes), et de ce fait très réactif, peut être mesurée lors de cycles d'humidification et de séchage.

L'observation et la mesure de la déformation surfacique doivent être associées à la mesure de la variation de poids de l'échantillon pour qu'une relation entre les deux paramètres puisse être établie. Pour ce faire, nous avons développé un procédé de micro-pesage de l'échantillon à l'intérieur du MEBE. Ce dernier a fait l'objet d'un dépôt de brevet (Brevet 10-54771).

La variation de poids de l'échantillon étant ici uniquement liée à sa variation de teneur en eau $w\%$, il devient alors possible de construire la courbe reliant l'évolution de la surface de l'échantillon à l'évolution de sa teneur en eau $w\%$, sur la base d'un essai de courte durée (une journée).

Un modèle analytique (ou numérique) peut alors être formulé moyennant certaines hypothèses pour relier le comportement de l'échantillon microscopique à celui du sol de manière à évaluer la réponse de ce dernier à des modifications de teneur en eau. Ce modèle est décrit au chapitre 8.

4.2.2 Démarche générale du développement expérimental et de l'essai

Parmi les données d'entrées nécessaires à la mise en œuvre de cette méthode d'étude du comportement de l'argile en fonction de l'évolution de sa teneur en eau, la relation reliant la variation de volume (ou de surface) du matériau à sa teneur en eau $w\%$, constitue l'information clé.

Cette relation peut être définie à partir d'un essai au MEBE qui est réalisé sur une très petite quantité de matériau (poids d'environ 60 mg avec des variations de 0,55 à 20 mg selon l'argile). La question de la représentativité de l'échantillon se trouve ici amplifiée par comparaison avec les échantillons plus « volumineux » de laboratoire mais la rapidité de l'essai qui en découle constitue un avantage majeur permettant de multiplier les tests.

De nombreux essais « classiques » de laboratoire, permettent déjà d'estimer la potentialité de retrait et de gonflement des matériaux argileux. Les plus intéressants sont rappelés dans le document de Plat et al (2009) réalisé dans le cadre du programme ANR ARGIC (Vincent et al., 2009). On peut citer parmi ceux-ci :

- l'essai de chargement-déchargement sous succion contrôlée ;
- l'essai d'humidification-séchage sous chargement mécanique contrôlé ;
- les essais de dessiccation sur échantillons intacts : limite de retrait et retrait-linéaire ;
- la mesure de potentiel de gonflement/de retrait ;
- l'essai de retrait, suivi par pesée (Makki et al, 2008).

La plupart de ces essais, notamment ceux qui sont réalisés sous succion contrôlée, (c'est-à-dire, en ayant un contrôle précis de la teneur en eau au sein du matériau) peuvent durer jusqu'à 2 mois, compte tenu des temps d'équilibre associés au volume des échantillons. Ce type d'essai présente également un coût financier non négligeable.

Dans le MEBE, la quantité d'argile testée est très faible et l'équilibre hydrique au sein de l'échantillon est atteint très rapidement (de l'ordre d'une heure) pour chaque palier hydrique. La courbe peut ainsi être rapidement construite. Le problème qui doit toutefois être résolu concerne la relation qui existe entre l'humidité relative HR qui règne au sein de la chambre du microscope et la teneur en eau w% dans le matériau. Pour ce faire, nous avons mis au point un dispositif de pesée au sein du MEBE (Figure 68). Ce dispositif a été développé en fin de thèse et ne fait donc pas l'objet de résultats détaillés dans le chapitre 5. Les premiers résultats seront toutefois présentés dans ce chapitre.

Celui-ci est constitué de quatre éléments principaux :

- un dispositif permettant d'imposer une température donnée à l'échantillon. Il s'agit d'un module à effet Peltier, solidaire d'un échangeur thermique. Ce dernier transmet vers l'extérieur du MEBE la quantité de chaleur extraite de l'échantillon pour le maintenir à une température donnée. Un circuit fermé de caloducs hydrauliques transmet la chaleur à un refroidisseur qui maintient l'eau à 15°C ;
- un capteur de force qui permet une mesure de quelques dizaines de grammes ;
- un bras de levier permettant de multiplier l'effet du poids de l'échantillon, grâce à l'excentrement de la charge ;
- un dispositif d'acquisition permettant d'enregistrer les variations de poids de l'échantillon.

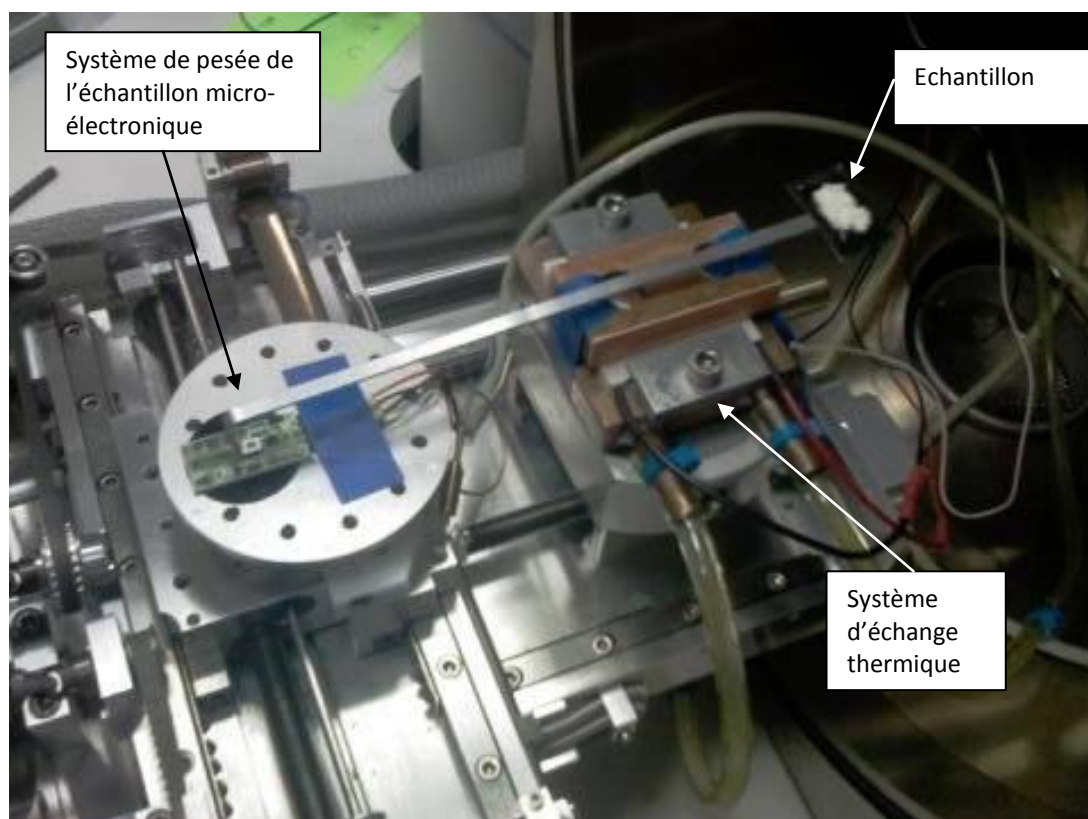


Figure 68: Dispositif de pesée de l'échantillon développé dans le MEBE de l'INERIS

4.2.3 Principe de l'essai

L'essai consiste à faire varier les conditions de pression P au sein du MEBE, à température constante T , de manière à imposer un état hygrométrique connu HR . Ces conditions ont été choisies identiques à celles des essais de retrait-gonflement dans le MEBE (cf 5.1) afin que les résultats des deux essais puissent être associés. A partir du diagramme $HR = f(T, P)$, on impose ainsi à l'échantillon des humidités relatives HR variant entre 5 % et 90 %. Rappelons que l'incertitude sur l'humidité relative étant non négligeable, les valeurs d'humidité relative prises en compte dans ces protocoles expérimentaux doivent être considérées comme indicatives et non de manière absolue ; c'est plus le différentiel d'humidité relative qui est important.

Pour chaque état hydrique, on observe la variation de la déformation surfacique et de poids de l'échantillon¹⁵. Ces informations permettent de construire la courbe de variation de la déformation surfacique de l'échantillon ΔS en fonction de la teneur en eau (w) : $\Delta S = f(w)$.

¹⁵ Pour des raisons liées au souci d'une précision maximale des deux informations, la déformation surfacique a été mesurée indépendamment de la mesure du poids. La simultanéité des deux mesures ne pose pas de problème, sauf au-delà de 90% d'humidité relative.

4.2.4 Protocole d'essai

Le déroulement de l'essai est décrit ci-après. Il consiste en :

- Un étalonnage du système de pesage sur la base de masses étalon connues ;
- le pesage initial de l'échantillon au sein du MEBE (ouvert) dans les conditions ambiantes (humidité relative HR_0 , température T_0 et pression P_0 du laboratoire) ;
- la remise en conditions « ambiantes » de l'échantillon (température et pression dans le MEBE compatible avec l'humidité relative initiale HR_0 du laboratoire) ;
- l'application successive de paliers (Figure 69) d'humidité relative connus (Humidification : HR variant de HR_0 à 5% puis humidification : HR variant de 5% à 90%, et retour à HR_0) avec pesage ;
- Chaque palier est maintenu jusqu'à stabilisation du poids de l'échantillon (60 min environ selon la valeur de HR).

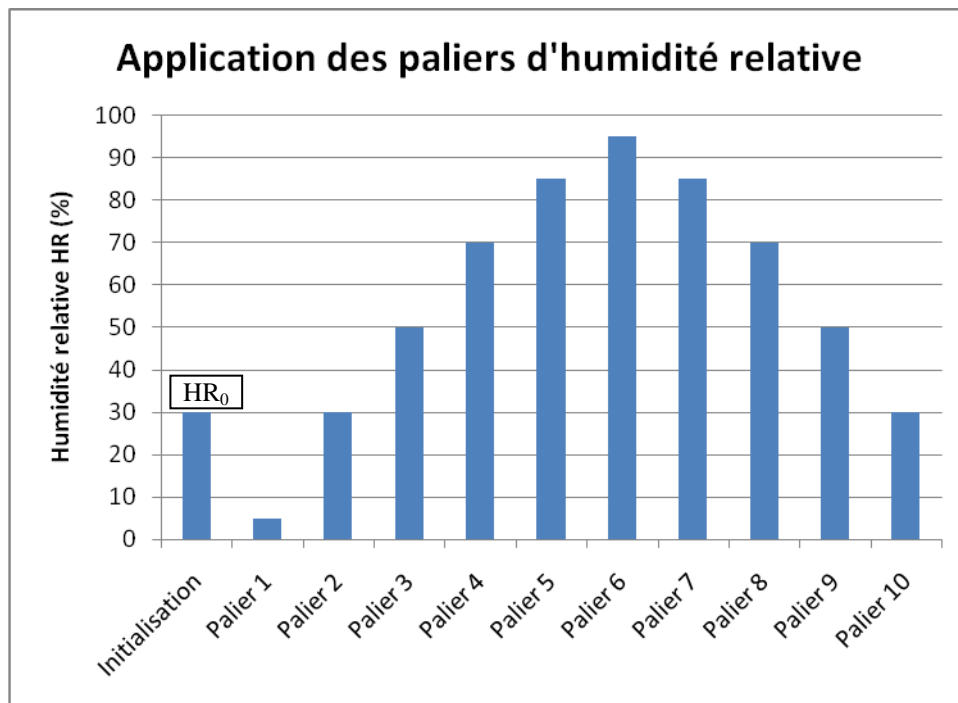


Figure 69: Illustration des paliers d'humidité relative appliqués durant l'essai

Pour chaque palier d'humidité HR_i , des photographies peuvent être prises et un pesage de l'échantillon est réalisé (dans le MEBE). Une analyse d'images permet ensuite de déterminer la variation de surface de l'échantillon et de l'associer à la variation de son poids.

La teneur en eau $w_0\%$ de l'échantillon dans les conditions initiales étant connue, il est alors possible de tracer la courbe $\Delta S = f(w\%)$ (variation de surface en fonction de la teneur en eau).

4.2.5 Avantages et inconvénients de la méthode

Ce système présente l'avantage considérable de permettre la réalisation d'un essai complet dans un temps très court (de l'ordre d'une journée). A partir d'un modèle analytique (décrit au chapitre 8), il devient possible d'estimer rapidement l'amplitude du tassement différentiel que pourrait avoir à supporter une structure construite au voisinage de la zone de prélèvement.

Des inconvénients sont toutefois à souligner :

- il s'agit, tout d'abord, d'un essai innovant dont la validité doit être éprouvée sur différents types de sols argileux prélevés sur des sites connus et instrumentés ;
- les résultats sont fortement dépendants de la faible quantité de matière utilisée, ce qui peut entraîner une certaine variabilité même si la reproductibilité d'un essai sur un même échantillon est très forte ;
- le microscope électronique à balayage environnemental est un appareil de haute technologie qui nécessite une grande compétence de l'opérateur ;
- le coût de l'essai est donc pour l'instant élevé ;
- Le dispositif de pesée, très précis, est fragile, à l'instar du MEBE.

4.2.6 Validité des conditions expérimentales

4.2.6.1 Système permettant d'imposer et de maintenir la température

Plusieurs éléments interagissent dans le système de contrôle de la température. Le premier d'entre eux est un module Peltier de puissance suffisante (actuellement supérieure à 30 Watts) pour refroidir le plateau porte-échantillon situé à l'extrémité du bras.

Pour connaître la température régnant à la fois au niveau du module Peltier et au droit de la zone d'accueil de l'échantillon, nous avons utilisé deux sondes de température PT100, calibrées.

Dans des conditions raisonnables de puissance (24 W), le module Peltier est capable de réduire de quelques degrés la température régnant au niveau du plateau porte-échantillon.

L'évacuation de la chaleur se fait via un échangeur thermique type Schiller de puissance supérieure à 2000 W imposant au fluide caloporteur (de l'eau) une température constante de 15°C.

Nos essais ont montré que la température régnant au niveau du plateau porte-échantillon se stabilise après chaque changement de paliers dans l'enceinte du MEBE. Elle évolue de +/- 2° sur l'ensemble de l'essai, ce qui peut conduire à une erreur sur la valeur d'humidité relative (HR) pouvant atteindre 10% dans la gamme des fortes HR.

Rappelons que ce sont les variations de pression dans la chambre du MEBE qui permettent de piloter l'humidité relative HR.

4.2.6.2 Capteur de force

La mesure de poids de l'échantillon est obtenue grâce à un capteur de force conçu spécialement dont le principe de fonctionnement s'appuie sur la variation de résistance de jauges de déformation. Sa gamme de mesure s'étend actuellement à quelques dizaines de grammes.

Pour mesurer de très faibles valeurs, notamment des variations de poids de l'ordre de quelques milligrammes, il a été nécessaire de concevoir un bras de levier dont les propriétés principales doivent être les suivantes :

- grande longueur ; pour disposer d'un coefficient d'amplification de la mesure important ;
- légèreté ; pour éviter de « consommer » une trop grande partie de la gamme de mesure ;
- flexibilité et résistance mécanique suffisante ;
- conductivité thermique forte pour « transmettre » le froid au plateau porte échantillon.

La validité des mesures a été vérifiée par un calibrage du dispositif via des masses étalons (Figure 70 et Figure 71). Celui-ci permet de définir le rapport d'échelle du dispositif qui est actuellement de 546 mg/V.

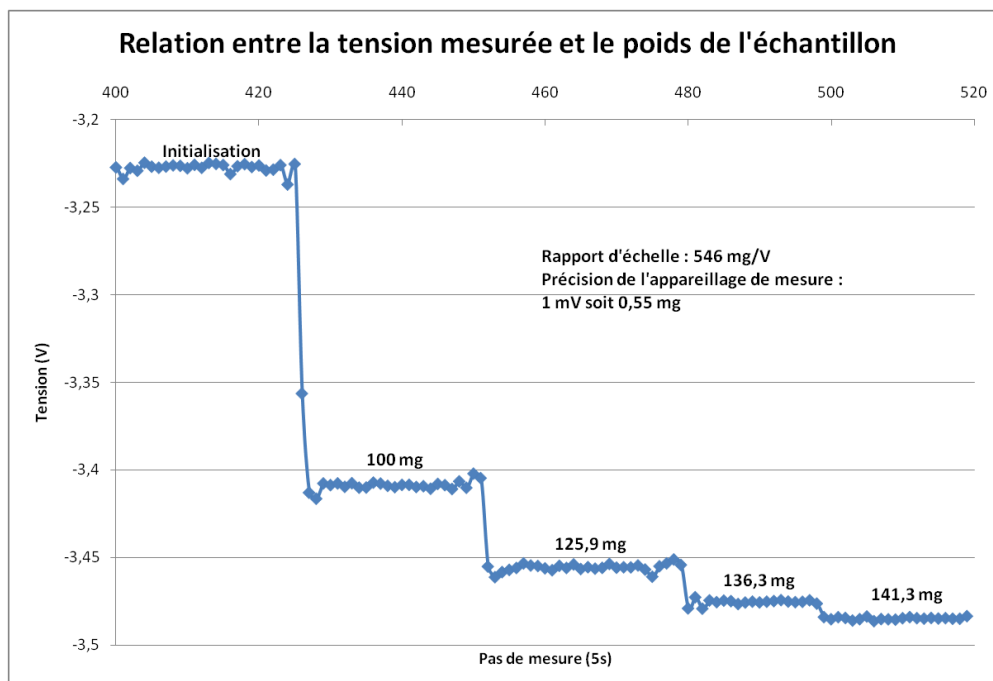


Figure 70: Exemple de mesures durant le calibrage du système de pesée

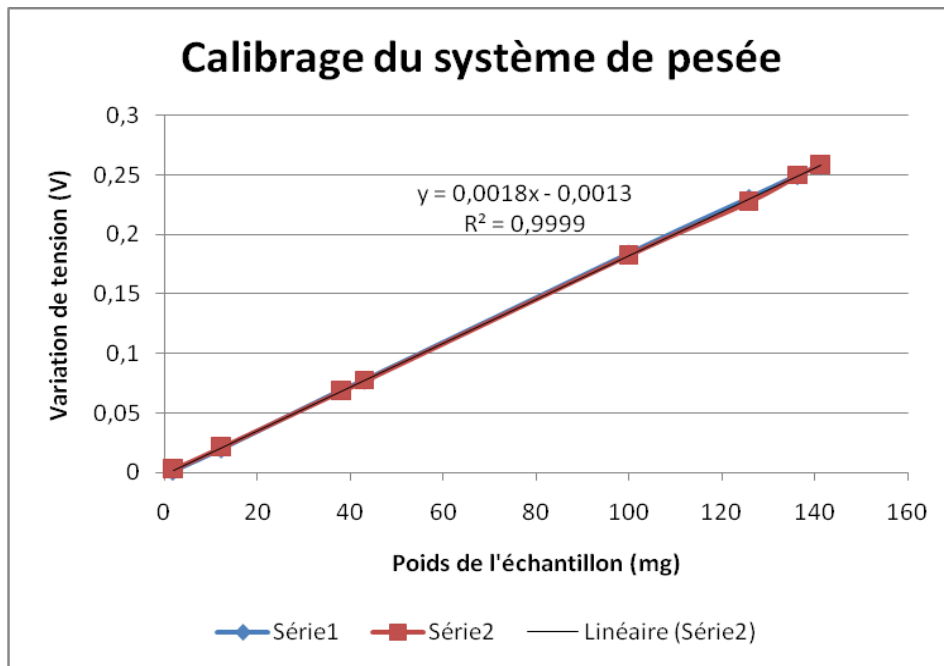


Figure 71: Relation entre la variation de tension mesurée et le poids de l'échantillon

De nombreux tests préliminaires de reproductibilité ont également été réalisés pour s'assurer que le capteur de force n'était pas affecté par :

- la température de l'essai ;
- la pression (au sein du MEBE) de l'essai ;
- les champs électriques et magnétiques régnant dans le microscope électronique (champs constants entre deux variations de pression par exemple).

Ces différents essais ont montré que la variation de la tension U du capteur sous l'effet de ces différentes perturbations est de l'ordre du millivolt, soit 0,55 mg.

En ce qui concerne l'humidité, une isolation électrique et hydrique a été ajoutée au capteur pour éviter les phénomènes de court-circuit qu'une humidité relative locale élevée pourrait générer.

4.2.7 Exemple de résultats

Plusieurs essais ont été réalisés sur la base du protocole décrit au paragraphe 4.2.4. Nous présentons dans cette partie des résultats concernant la Montmorillonite grecque et l'argile verte de Romainville pour lesquelles de nombreux essais de caractérisation existent (voir Chapitres 5 et 6).

4.2.7.1 Essais sur la montmorillonite grecque

La Figure 72 illustre la variation de la teneur en eau dans l'échantillon de montmorillonite grecque en fonction de l'humidité relative imposée dans le MEBE. L'échantillon se présente sous forme de poudre, de granulométrie inférieure à 125 μm . Le pas de mesure est de 15 secondes. On constate une stabilisation au bout d'1 heure par palier. Toutefois, une forte proportion de la variation de teneur en eau intervient très rapidement à chaque palier. Pour des faibles humidités relatives, plus de 60% de la variation totale de poids est atteinte après seulement environ 10 minutes.

Les temps d'équilibre considérés dans les essais déterminant l'évolution de la teneur en eau avec le système de micro-pesée sont d'une heure ; tandis que les temps d'équilibre considérés dans les essais MEBE déterminant l'évolution de la déformation surfacique en fonction de l'humidité relative sont de 10 minutes pour la montmorillonite grecque (cf. chapitre 5). Cette différence est principalement due à deux raisons : dans le cadre de la mise au point de cet essai novateur, les mesures du poids et de la déformation surfacique des agrégats n'ont pas pu être réalisées simultanément mais pendant deux essais distincts. Cependant, à terme, l'amélioration de cet essai prévoit la simultanéité de ces mesures, pour une meilleure représentativité et corrélation des résultats (cela est en cours de réalisation). De plus, la mesure de la déformation surfacique est réalisée sur quelques agrégats individualisés, collés sur un scotch carbone double face : le temps d'équilibre est beaucoup plus court que celui pour un amas de poudre d'environ 60 milligrammes utilisé pour la mesure du poids.

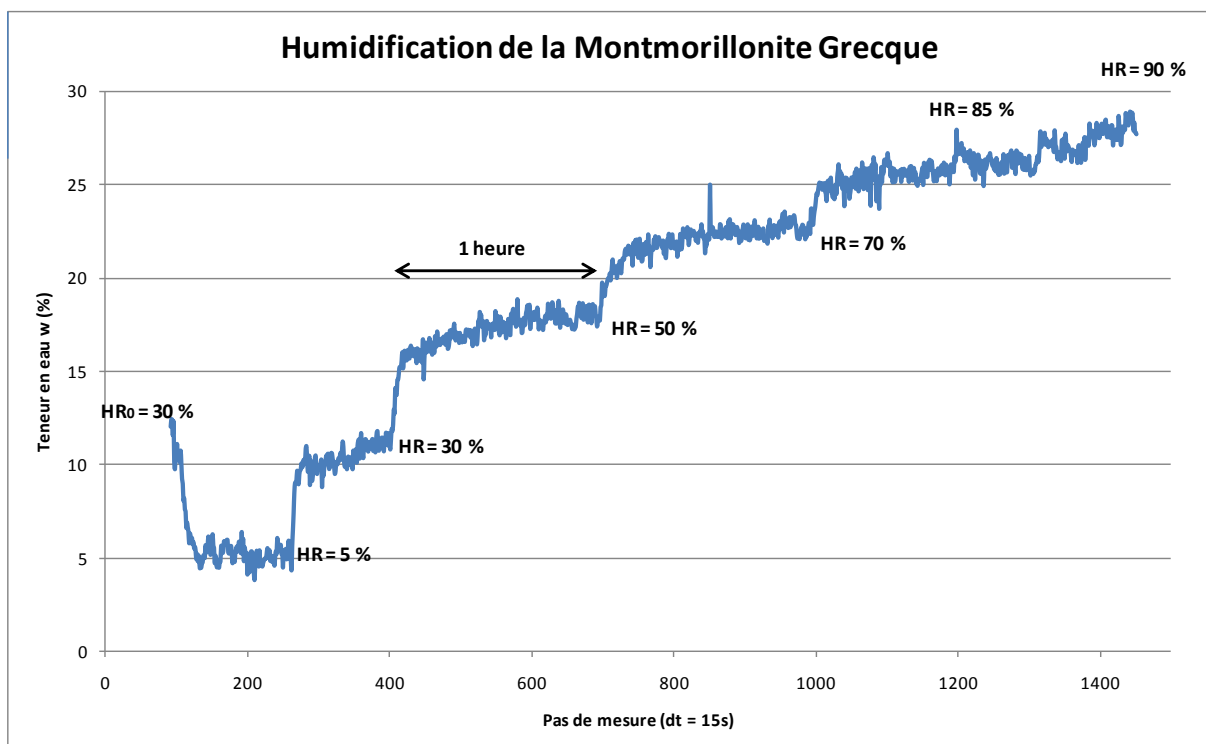


Figure 72: Courbe illustrant la variation de la teneur en eau sous l'effet de l'humidification dans le MEBE pour la Montmorillonite grecque

La courbe de la Figure 72 permet de tracer la variation de teneur en eau $w\%$ en fonction de l'humidité relative HR (Figure 73) et, la combinaison avec la courbe représentant la variation de surface ΔS en fonction de HR (Figure 74) permet d'obtenir une représentation de la fonction $\Delta S = f(w\%)$ (Figure 75). Rappelons que l'incertitude sur l'humidité relative étant importante, les valeurs d'humidité relative sont juste indicatives et permettent de fournir des degrés d'hydratation.

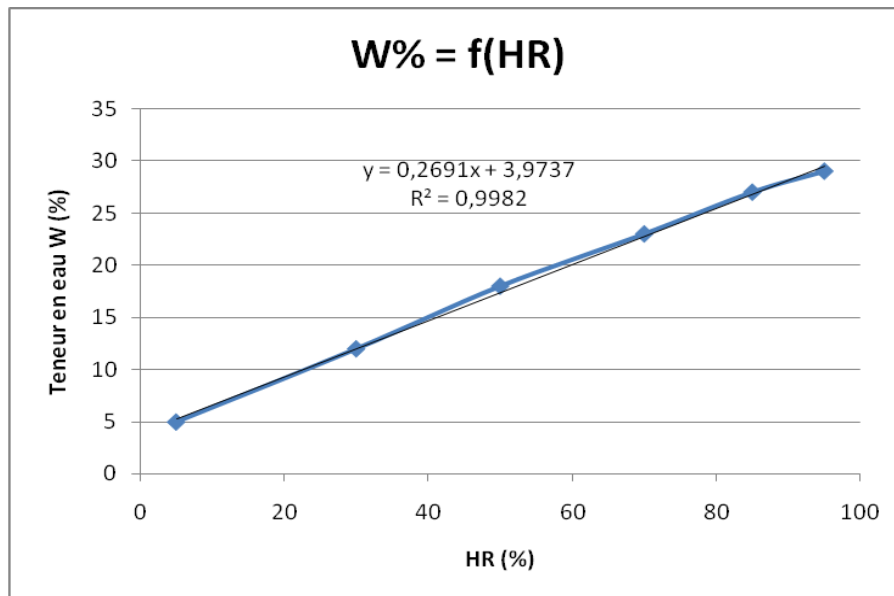


Figure 73: Courbe d'évolution de la teneur en eau de la Montmorillonite grecque en fonction de l'humidité relative HR dans le MEBE

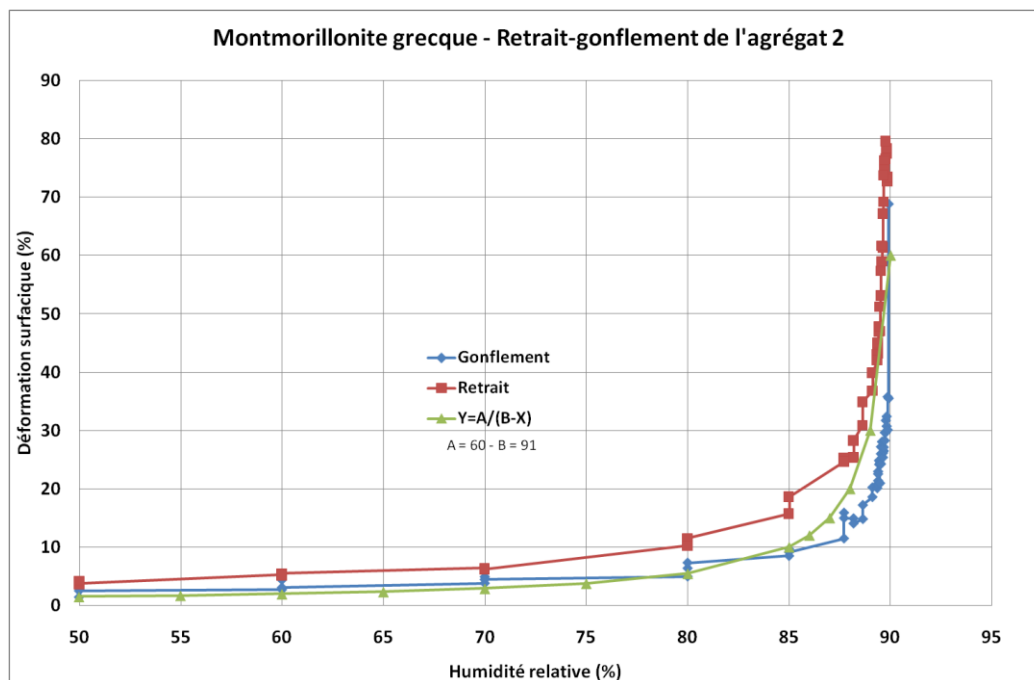


Figure 74: Variation de surface de la Montmorillonite grecque en fonction de l'humidité relative HR

Dans le cadre d'une première approximation, nous avons fait le choix de décrire le comportement « moyen » par une relation du type $Y = A/(B-X)$ dont l'amplitude maximale est pilotée par le paramètre A et la « courbure » par B. Dans le cas présent, les valeurs de A et de B ont été choisies respectivement de 60% et 91%.

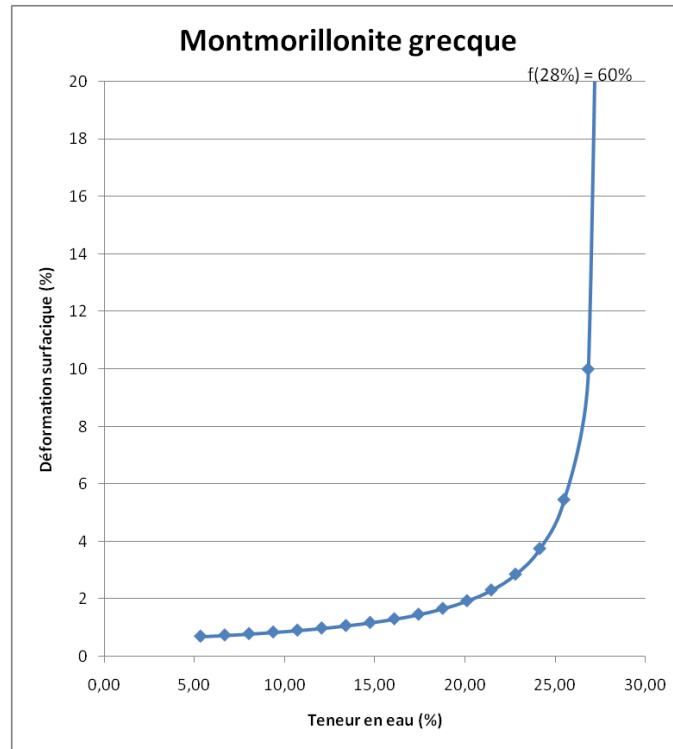


Figure 75: Courbe reliant la variation de la déformation surfacique à la teneur en eau pour la Montmorillonite grecque

Pour améliorer la représentation, nous avons limité l'axe des ordonnées à la valeur maximale de 20%. Il faut toutefois retenir qu'à 28% de teneur en eau, la surface de l'échantillon aura augmenté de 60% par rapport à sa surface initiale.

4.2.7.2 L'argile verte de Romainville

La Figure 76 illustre la variation de la teneur en eau dans l'échantillon d'argile verte de Romainville en fonction de l'humidité relative imposée dans le MEBE. Le pas de mesure est de 10 s. On constate qu'un temps de stabilisation de 1 h par palier n'est pas tout à fait suffisant. Toutefois, une forte proportion de la variation de teneur en eau intervient très rapidement à chaque palier. Pour la plupart des valeurs d'humidité relative, plus de 60 % de la variation totale sont atteints après seulement 10 minutes.

Les temps d'équilibre considérés dans les essais déterminant l'évolution de la teneur en eau avec le système de micro-pesée sont d'une heure tandis que les temps d'équilibre considérés

dans les essais MEBE déterminant l'évolution de la déformation surfacique en fonction de l'humidité relative sont de 30 minutes pour l'argile verte de Romainville (cf. chapitre 5). Cette différence est due aux mêmes raisons que dans le cas de la montmorillonite grecque à savoir que les mesures du poids et de la déformation surfacique des agrégats n'ont pas pu être réalisées simultanément mais pendant deux essais distincts. En revanche, à terme, l'amélioration de cet essai prévoit la simultanéité de ces mesures, pour une meilleure représentativité et corrélation des résultats.

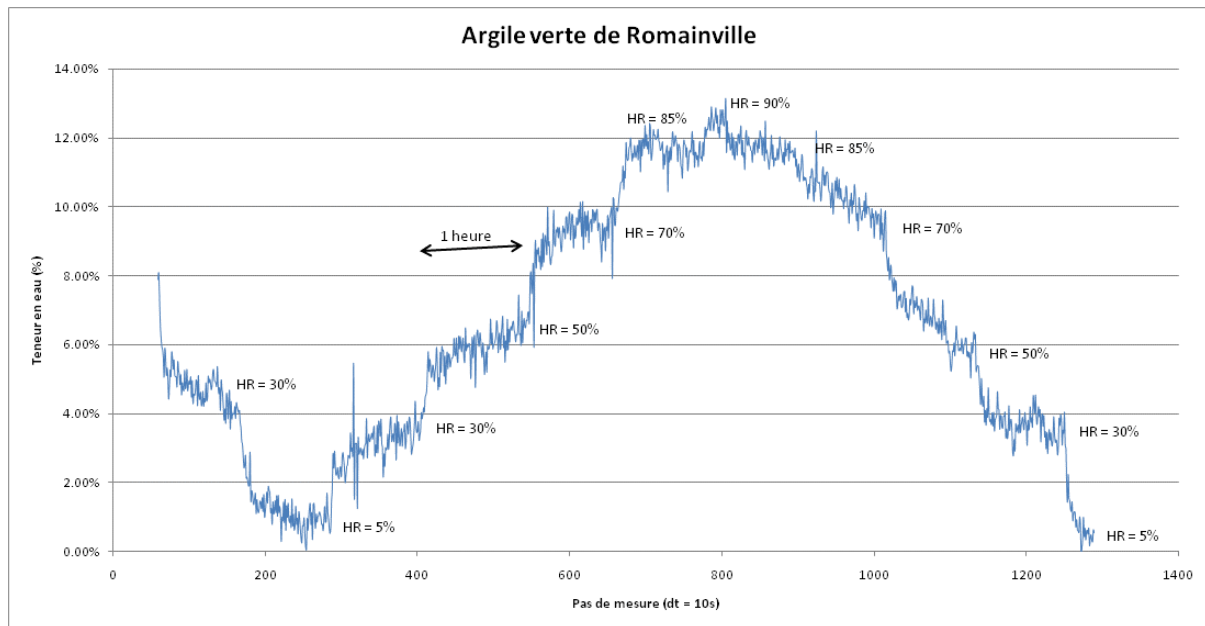


Figure 76: Courbe illustrant la variation de la teneur en eau sous l'effet de l'humidification dans le MEBE pour l'argile verte de Romainville

Ces résultats peuvent être comparés (Figure 77) à ceux proposés par Geremew et al (2009) par la méthode osmotique pour la plage des faibles succions et la méthode par phase vapeur pour les fortes succions. Nos résultats ne concernent qu'un domaine de succion restreint compte tenu de la difficulté pour le MEBE d'atteindre des humidités relatives supérieures à 90 %.

Les résultats fournis par le nouveau type d'essai sont en bon accord avec ceux proposés par Geremew dans la gamme d'humidités relatives qui nous intéresse (de 5 à 90 %). Ils sont pourtant réalisés, là encore, à des échelles différentes.

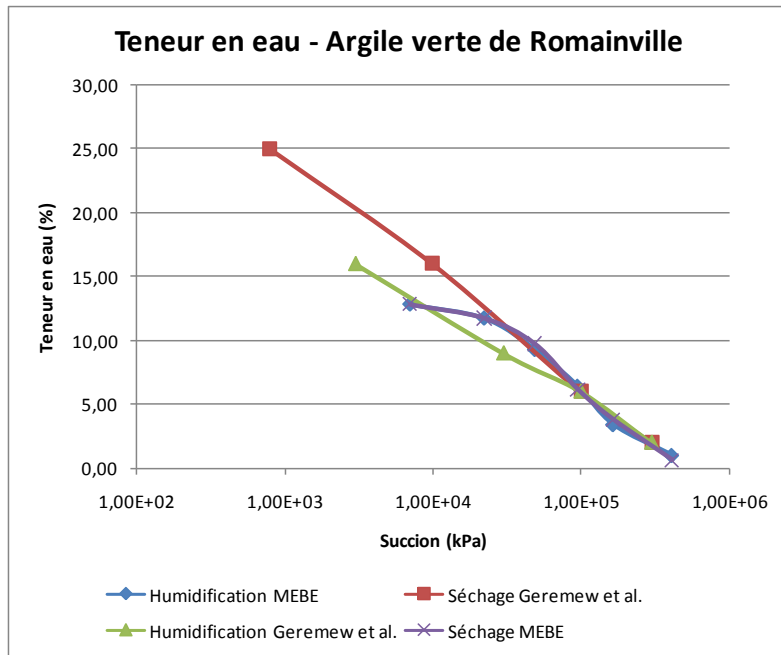


Figure 77: Variation de la teneur en eau en fonction de la succion (d'après Geremew et al, 2009)

La courbe de la Figure 76 permet de tracer la variation de teneur en eau w% en fonction de HR (Figure 78) et, la combinaison avec la courbe représentant la variation de surface ΔS en fonction de HR (Figure 79) permet d'obtenir une représentation de la fonction $\Delta S = f(w\%)$ (Figure 80). Rappelons que l'incertitude sur l'humidité relative étant importante, les valeurs d'humidité relative sont juste indicatives et permettent de fournir des ordres de grandeur d'hydratation.

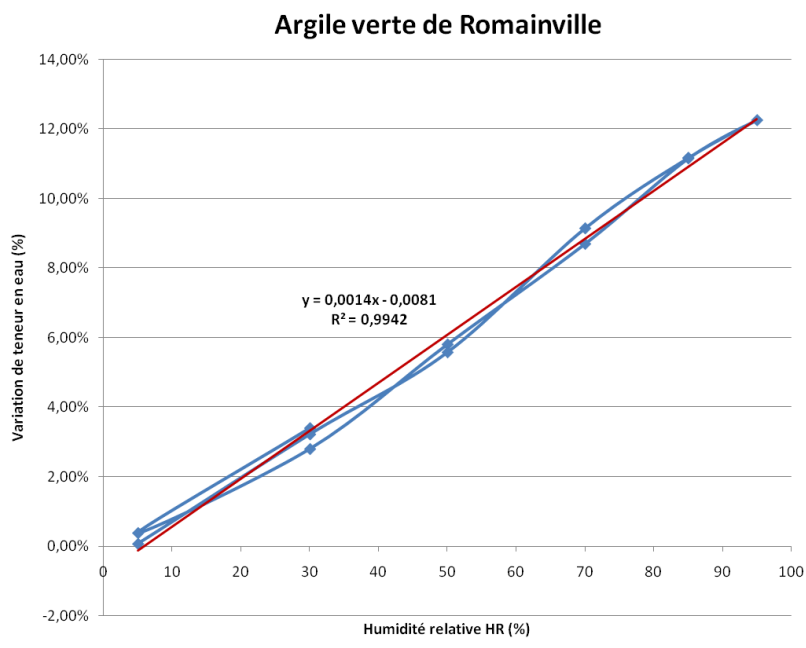


Figure 78: Courbe d'évolution de la teneur en eau de l'argile verte de Romainville en fonction de l'humidité relative HR dans le MEBE

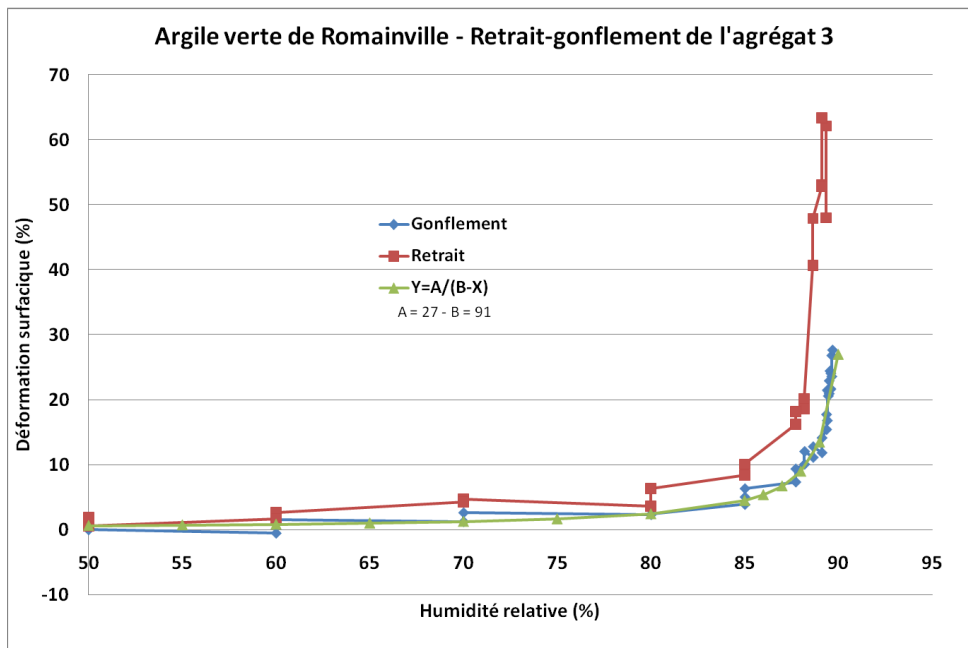


Figure 79: Variation de surface de l'argile verte de Romainville en fonction de l'humidité relative HR

La différence entre les résultats des mesures en gonflement et en retrait est ici plus marquée que pour la Montmorillonite grecque. Les conditions de réalisation expérimentale font qu'une confiance plus grande a été accordée à la courbe de gonflement. Pour cette raison, nous avons choisi d'approximer le comportement de ce matériau en affectant les valeurs de 27 et 91 aux paramètres A et B (courbe verte).

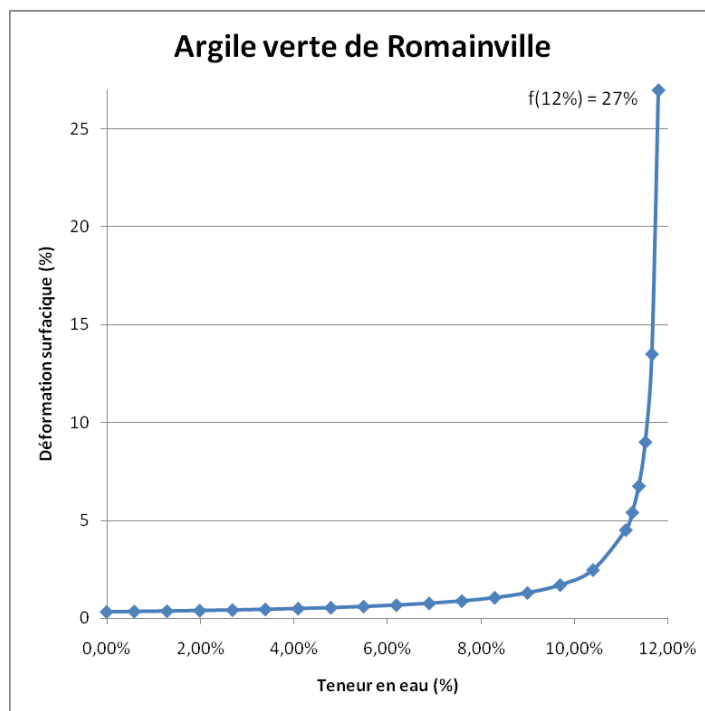


Figure 80: Courbe reliant la variation de la déformation surfacique à la teneur en eau pour l'argile verte de Romainville

4.2.8 Remarques

L'innovation expérimentale présentée dans ce chapitre constitue une certaine avancée dans l'aide à la caractérisation du comportement des matériaux sujets au retrait et au gonflement.

Elle permet en effet, à partir d'un échantillon de très petite taille (poids d'environ 60 mg), de définir la relation qui relie sa déformation surfacique (ou volumique – voir chapitre 8.2) à sa teneur en eau.

Cet essai est très rapide en comparaison des essais classiques de laboratoire puisqu'il peut être réalisé en une journée environ (comparé à des essais de laboratoire classique nécessitant parfois plusieurs semaines).

Nous avons par ailleurs montré que les résultats obtenus sur l'argile verte de Romainville sont cohérents avec ceux issus d'expérimentations réalisées en laboratoire par des essais classiques.

4.3 POROSIMETRIE BET

Dans le but de comparer et compléter les résultats obtenus à des échelles micro et mésoscopiques et de s'assurer de leur cohérence vis-à-vis de ceux rencontrés dans la littérature, des essais classiques de laboratoire ont été menés sur l'argile verte de Romainville, présentés au chapitre 6. Ces essais, comportant les courbes de rétention, la porosimétrie BET et des observations au MEBE d'échantillons cubiques, permettent d'établir entre autres une carte d'identité de l'argile et d'étudier l'évolution texturale et porale de l'argile en fonction de l'humidification-séchage. Ces résultats à l'échelle mésoscopique sont comparés à ceux de la littérature (Vincent et al., 2009 ; Audiguier et al., 2007 ; Mantho, 2005 ; Laribi et al., 2007).

Les expériences sont réalisées dans un appareil de modèle Belsorp-mini II. Dans le cadre de ces travaux, la porosimétrie BET est utilisée pour déterminer la surface spécifique des argiles et étudier l'évolution de la microporosité en fonction de l'humidité relative.

4.3.1 Principe de la porosimétrie BET

Cette théorie, due à Brunauer, Emmett et Teller (Brunauer et al., 1938), constitue une généralisation multimoléculaire de la loi de Langmuir.

Elle est fondée sur les hypothèses suivantes :

1. La surface de pores est recouverte de couches moléculaires superposées. L'équilibre résulte de l'égalité successive des vitesses d'évaporation des couches d'ordre i et de condensation sur les couches d'ordre $(i-1)$.
2. La chaleur d'adsorption dans toutes les couches autres que la première est égale à la chaleur de vaporisation :
 $E_i > E_L$ avec $E_L =$ chaleur molaire latente de vaporisation de l'eau, et $E_i = E_L$ pour $i > 1$.

3. Le nombre de couches pouvant être adsorbées n'est pas limité par la dimension des pores.

L'équation à laquelle ils aboutissent s'écrit alors :

$$\frac{W}{W_m} = \frac{cH_r}{(1-H_r)(1-H_r + cH_r)} \quad (1)$$

$$\text{Avec } c = \exp\left(\frac{E_1 - E_L}{RT}\right).$$

W : teneur en eau massique adsorbée (g/g_{argile sèche})

W_m : teneur en eau mono-moléculaire, correspondant à la formation d'une couche mono-moléculaire complète sur la surface spécifique du solide (g/g_{argile sèche})

H_r : humidité relative

E₁ : chaleur molaire d'adsorption de la couche adsorbée

E_L : chaleur molaire latente de vaporisation de l'eau

R : Constante des gaz parfaits (J/mol.K)

T : Température (°C ou °K)

La surface spécifique d'un échantillon est définie comme la surface totale par unité de masse. Elle régit les propriétés d'échange et permet l'étude des propriétés catalytiques et des phénomènes d'adsorption des argiles. La détermination expérimentale de la surface spécifique repose sur le principe d'adsorption d'azote à basse température.

A partir de la quantité de gaz adsorbé, de la dimension des molécules adsorbées et de leurs possibilités d'arrangement, il est possible d'évaluer la surface sur laquelle les molécules de gaz sont fixées en utilisant le modèle de calcul dit de BET. Il est à noter que par cette méthode, seule la surface spécifique externe accessible aux molécules de gaz adsorbé est prise en compte. La taille des pores peut être évaluée par la méthode BJH (Barrett, Joyner et Halenda) (Barrett et al., 1951).

Les résultats des isothermes d'adsorption sont donnés sous forme de courbes reliant les quantités d'azote adsorbées en fonction du rapport entre pression partielle et pression de vapeur saturante pour l'azote. Le traitement réalisé sur ces isothermes par BET et par BJH nous donne la surface spécifique et le rayon de pores pour les différentes argiles (Tableau 11).

Tableau 11: Exemples de résultats de traitements BET et BJH sur les isothermes d'adsorption d'azote pour des montmorillonites saturées en cations alcalins (Li, Na, K, Cs), en calcium (Ca) et sous forme pure (2/3Na, 1/3Ca) (Salles, 2006)

BET	Li	Na	K	Cs	Ca	Purifiée
S(BET) (m ² /g)	41	27	13	6	10,4	10,3
Coefficient de corrélation	0,9999	0,9999	0,9999	0,9999	0,996	0,9999
Constante BET	387	496	128	477,6	152	167
Volume Monocouche (cm ³ /g)	9,43	6,3	3,03	1,4	2,39	2,4
BJH						
Rayon de pore (nm)	2,5	2,5	5	16	4,5	3

La méthode BET est largement utilisée, mais elle est critiquable car elle nécessite d'appliquer un pré-traitement aux échantillons. En effet, les essais s'effectuent sur des échantillons à l'état sec (échantillon séché puis broyé) ou des échantillons dans un état « figé ». Pour pouvoir effectuer des essais sur les échantillons cubiques et ce, en préservant la microstructure, il convient de « figer » la microstructure en congelant et lyophilisant les échantillons. Comme cela a été précisé au début de ce paragraphe, l'objectif de ces essais dans nos travaux est d'étudier la surface spécifique et la microporosité. La préservation de la microstructure est de ce fait primordiale. Cependant, on peut se demander si la congélation même rapide de l'eau présente dans les échantillons, engendrant ainsi la formation de cristaux de glace, ne va pas détruire une partie de la microstructure. En effet, ces cristaux de glace peuvent, de par leur formation, briser des structures micrométriques et ainsi perturber et fausser les mesures de microporosité.

Si l'on se réfère à la littérature, la cristallisation de la glace semble affecter les points faibles de la structure en agrégats, qui sont les ponts de plaquettes reliant les agrégats entre eux. Dans les conditions de congélation les plus rapides, ce type de perturbation est minimisé (Delage et Pellerin, 1982).

4.3.2 Etat initial par la porosimétrie BET

Dans le cadre de ces travaux, des essais de porosimétrie BET ont été menés afin d'établir un état initial avant toute expérimentation. Ils ont été réalisés sur l'argile verte de Romainville sous forme de poudre de granulométrie inférieure à 63 µm et sur un volume de 0,2 cm³ sous forme de 1 ou 2 blocs.

A partir de cycles de sorption-désorption du N₂ à 77 K, les courbes BET et BJH ont été établies et ont permis de déterminer les surfaces spécifiques externes, le volume microporeux et le diamètre moyen des micropores (Stoeckli, 1974) (Tableau 12, Figure 82 et Figure 83).

Les courbes de sorption-désorption du N₂ (Figure 82) permettent de visualiser le déroulement de l'essai et de déterminer la quantité de N₂ absorbée. Dans cet exemple, on remarque que le cycle présente une hystérésis très faible, ce qui montre que la microstructure de l'échantillon n'a pas été perturbée par l'injection du gaz lors de la sorption.

Les courbes BET et BJH (Figure 83) permettent de déterminer respectivement la surface spécifique externe et les caractéristiques de la microporosité (volume microporeux et diamètre moyen des micropores). Dans cet exemple, la courbe BET des mesures (en rouge) est bien corrélée à la courbe de référence (en noir) ce qui montre une bonne représentativité des mesures. La courbe BJH présente une répartition de la microporosité, avec un volume poreux qui décroît de façon homogène avec l'augmentation de la microporosité.

Tableau 12: Résultats de porosimétrie BET obtenus sur l'argile verte de Romainville sous forme de poudre et de blocs

	Poudre	1 bloc	2 blocs
Quantité de N ₂ absorbée (mol.g ⁻¹)	3,07.10 ⁻³	2,49.10 ⁻⁵	3,28.10 ⁻⁵
Surface spécifique externe (m ² .g ⁻¹)	4,46.10 ¹	3,72.10 ⁻¹	5,11.10 ⁻¹
Volume microporeux (cm ³ .g ⁻¹)	9,81.10 ⁻²	8,24.10 ⁻⁴	1,08.10 ⁻³
Diamètre moyen des micropores (nm)	2,44	2,44	2,44

Les résultats obtenus (Tableau 12) montrent que les paramètres varient selon la forme de l'échantillon. La poudre absorbe une quantité de N₂ bien supérieure aux blocs. Cela s'explique par la grande surface d'échange présentée par la multitude de grains qui composent la poudre. Ce fait est confirmé par les mesures de surface spécifique externe. De même, la poudre présente un volume microporeux jusqu'à 100 fois supérieur aux blocs. La grande surface spécifique de la poudre et la taille des grains permettent un accès plus facile à la microstructure que ne permettent pas les blocs. Les pores, en forme de bouteilles d'encre notamment, ne sont pas accessibles dans les blocs. En revanche, le diamètre moyen des micropores est constant quelle que soit la forme de l'échantillon. Cette taille inscrit les pores dans la mésoporosité (définie entre 2 et 50 nm). On observe, en effet, que la majorité de la porosité est constituée de mésopores (Figure 81).

Si l'on compare les résultats pour les deux configurations de blocs, on observe également des variations. La quantité de N₂ absorbée, la surface spécifique externe et le volume microporeux sont plus importants pour 2 blocs que pour un seul, à volume comparable. La raison est similaire à celle pour la poudre : avec 2 blocs, la surface d'échange présentée est plus grande que pour un seul bloc. La surface spécifique externe en est donc plus grande, le volume microporeux est plus facilement accessible et une plus grande quantité de N₂ peut être absorbée. Le diamètre moyen des micropores en revanche est identique.

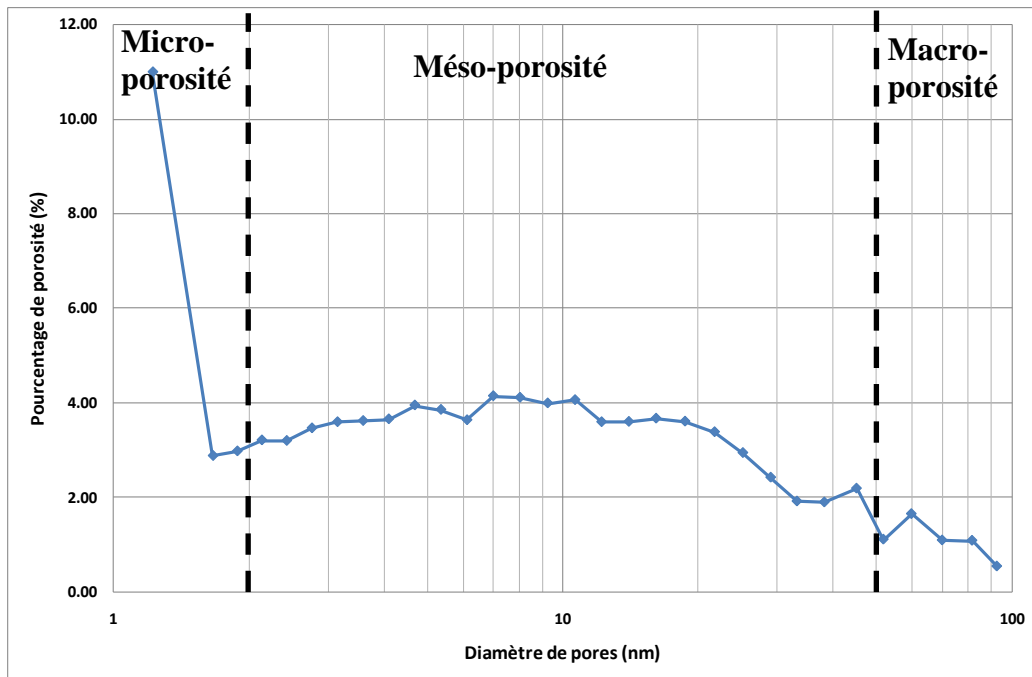


Figure 81: Exemple de répartition des pores en fonction de leur diamètre par porosimétrie BET sur un bloc à 7 % d'HR d'argile verte de Romainville

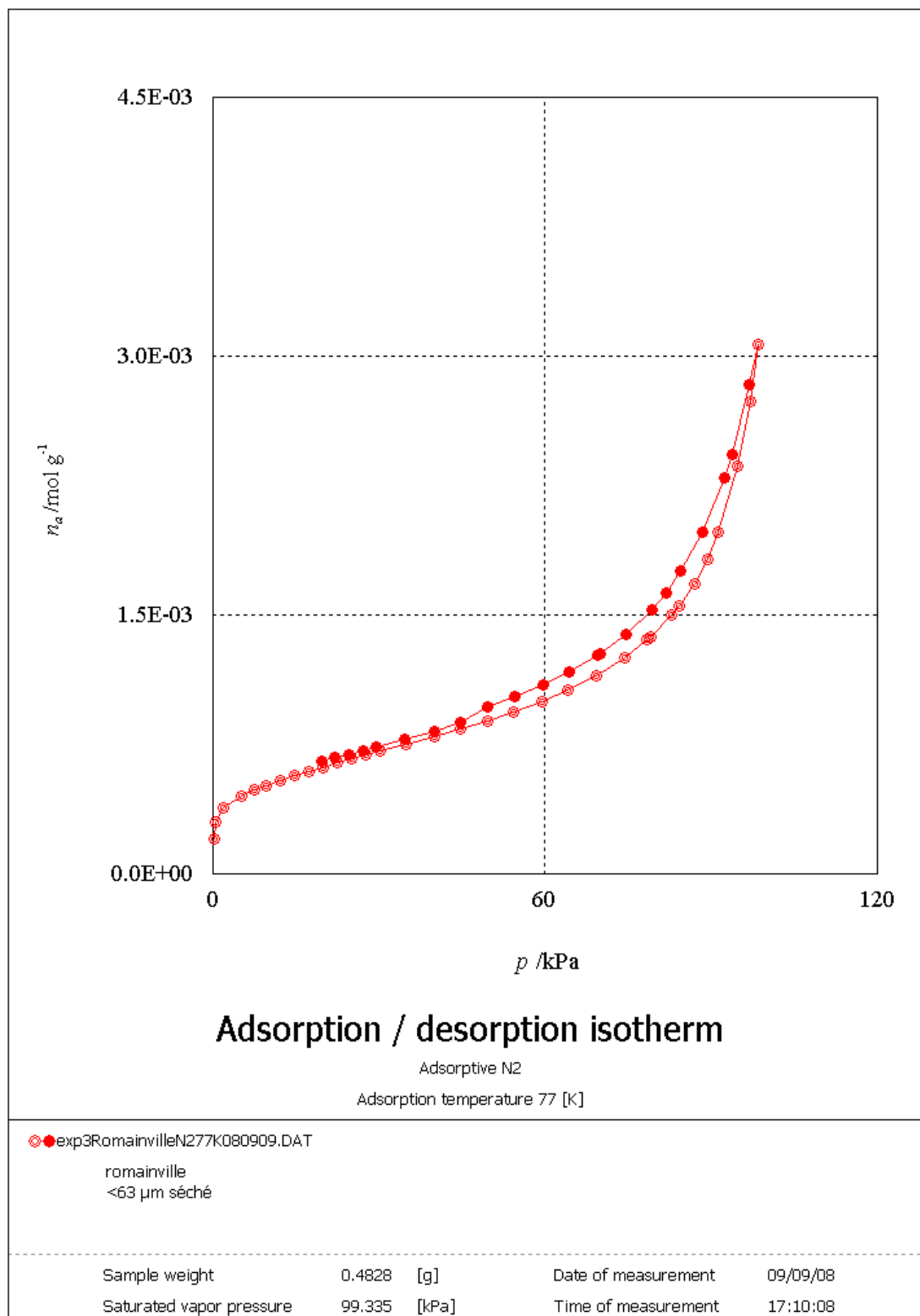


Figure 82: Courbe de sorption-désorption du N₂ sur l'argile verte de Romainville (poudre)

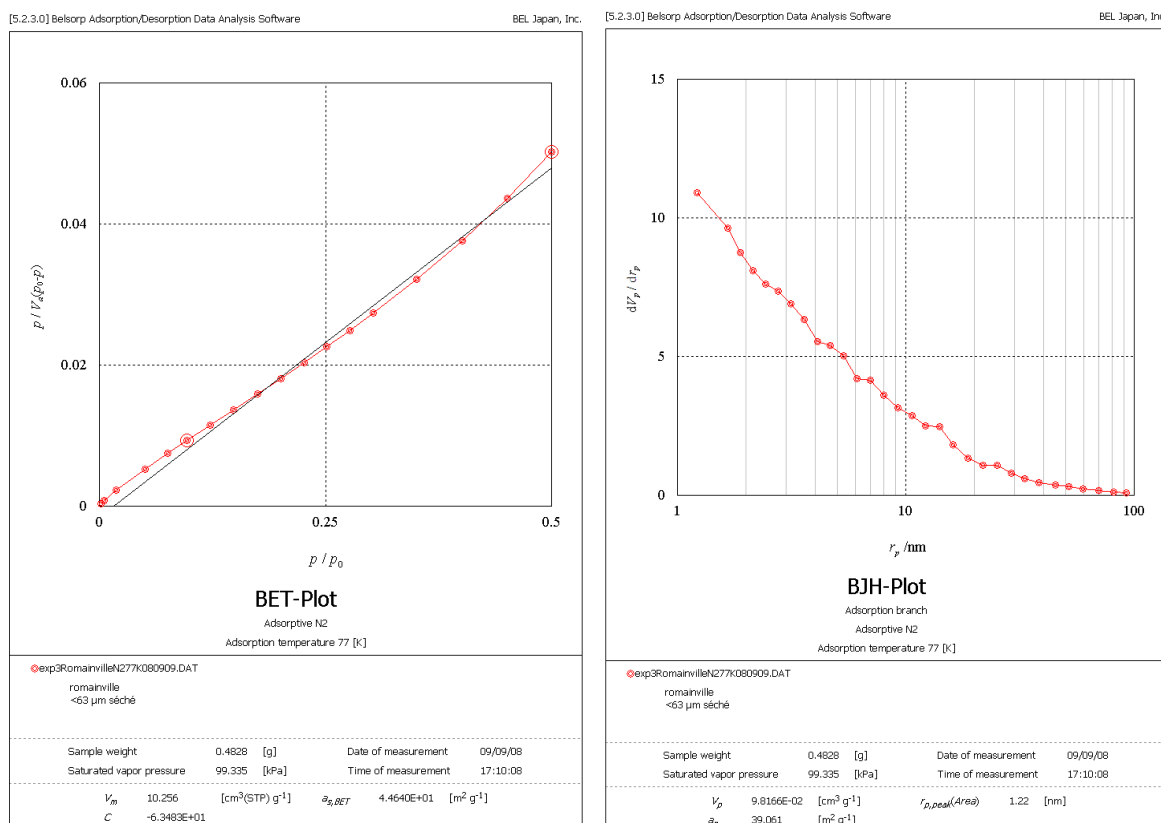


Figure 83: Courbes BET et BJH de l'argile verte de Romainville (poudre)

4.4 DIFFRACTION DES RAYONS X

Le diffractomètre est de modèle Philips DRX PW1730. Dans le cadre de ces travaux, la diffraction des rayons X est utilisée pour déterminer la structure des argiles et notamment la présence de couches d'eau dans ces argiles.

L'utilisation des rayons X est une méthode très performante pour déterminer la structure cristalline de composés minéraux. Pratiquement tous les domaines de la physique du solide ont recours à cette méthode.

Dans le cadre de ces travaux, un essai de diffraction des rayons X a été mené afin d'établir un état initial avant toute expérimentation. Il a été réalisé sur de la poudre d'argile verte de Romainville de granulométrie inférieure à 63 µm. Le diffractomètre est de modèle Philips DRX PW1730.

L'analyse de cet essai a montré la composition minéralogique suivante, pour l'argile verte de Romainville (Figure 84) :

- Illite : réflexion (002) à 1,0 nm ;
- Kaolinite : réflexion (001) à 0,71 nm ;
- Smectite : réflexion (002) à 1,0 nm ;
- Quartz : réflexion (100) à 0,42 nm ;
- Dolomite (carbonates) : réflexion (101) à 0,41 nm ;

- Calcite (carbonates) : réflexion (012) à 0,4 nm ;
- Micas : réflexion (003) à 1,0 nm ;
- Orthoclase (feldspath) : réflexion (001) à 0,68 nm.

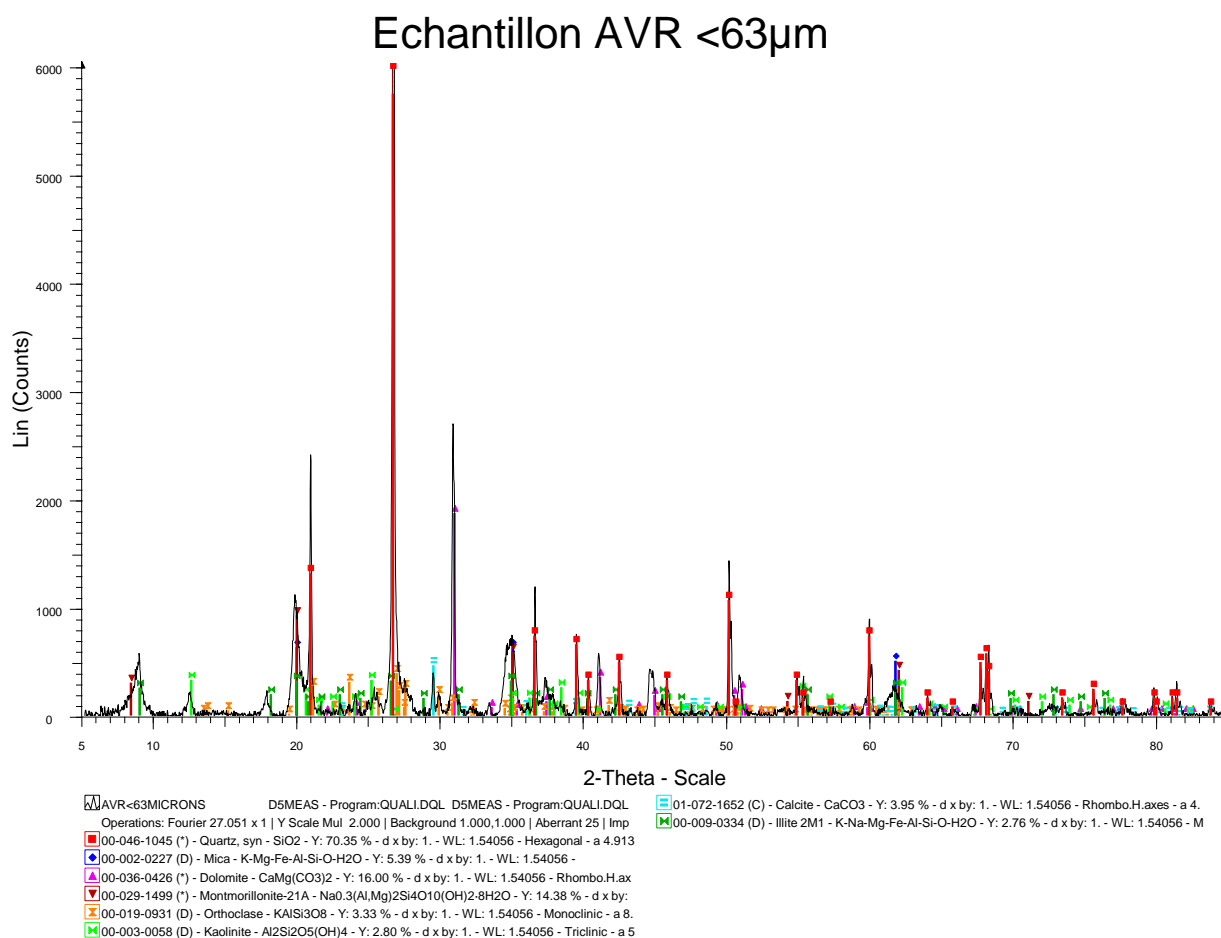


Figure 84: Diffractogramme de l'argile verte de Romainville

Le diffractogramme présente la composition la plus exhaustive possible de l'argile verte de Romainville sous forme de poudre. Il comporte les raies principales, mais aussi les raies secondaires et tertiaires que présentent chacun des minéraux détectés. Les valeurs des raies indiquées ci-dessus sont celles des raies principales et montrent qu'elles sont présentes aux petits angles (c'est-à-dire entre 0 et 25°).

La quantification des phases minérales n'a pas été possible car le dispositif d'analyse présent à l'Ineris ne permet une quantification que sur 2 à 3 composants et n'inclue pas la méthode Rietveld, nécessaire à la quantification.

4.5 MICROSCOPE ELECTRONIQUE A BALAYAGE ENVIRONNEMENTAL HAUTE RESOLUTION

Le Microscope Electronique à Balayage Environnemental Haute Résolution présente les mêmes caractéristiques techniques que le MEBE. La différence réside dans l'utilisation d'un canon à effet de champ (Field-Emission electron Gun, FEG). Ce dispositif présente deux avantages :

- Une résolution nanométrique avec un rapport signal/bruit important dans tous les modes d'observations (High Vacuum, Low Vacuum, Environnemental) ;
- La possibilité de réaliser des images de haute qualité avec une faible tension d'accélération dans tous les modes d'observations.

L'utilisation du MEBE-HR permet l'étude de la microstructure à une échelle plus petite (résolution nanométrique), de la macroporosité (pores dont la taille est inférieure à 50.10^{-9} m) et la mésoporosité (pores dont la taille est comprise entre 2 et 50.10^{-9} m).

Les observations au MEBE-HR ont été effectuées à l'UTC de Compiègne, au Service d'Analyse Physico-Chimique.

4.6 PROTOCOLE EXPERIMENTAL DES ESSAIS MESOSCOPIQUES D'HUMIDIFICATION-SECHAGE

L'objectif de cette expérimentation est d'effectuer des cycles d'humidification-séchage sur des échantillons cubiques d'argile (d'1 cm de côté). Le temps nécessaire pour atteindre l'équilibre pour chaque humidité relative étant de l'ordre de 1 mois, les dessiccateurs présentent cet intérêt indéniable qu'ils permettent de ne pas mobiliser le MEBE pendant une aussi longue durée. Ils permettent, de plus, de traiter une quantité relativement importante d'échantillons d'argile simultanément.

La Figure 85 présente le protocole expérimental. La première étape est constituée par la définition de l'état initial des échantillons, rassemblés par groupes de 5 par dessiccateur. Simultanément, 5 groupes de 5 échantillons destinés aux cycles d'humidification-séchage sont disposés à leur point de départ : 7 % pour l'humidification, 98 % pour le séchage. Lorsque l'état initial est établi (mise en équilibre des échantillons et analyses), le premier cycle d'humidification-séchage (en rouge) peut être initié : les 5 groupes situés à 7 % sont répartis dans les autres dessiccateurs pour leur humidification, ainsi que les groupes situés à 98 % pour leur séchage. Les deuxième et troisième cycles d'humidification-séchage (respectivement en vert et bleu) sont menés successivement sur le même principe, à la différence que les échantillons soumis à l'humidification sont placés directement à 98 % et répartis pour le séchage.

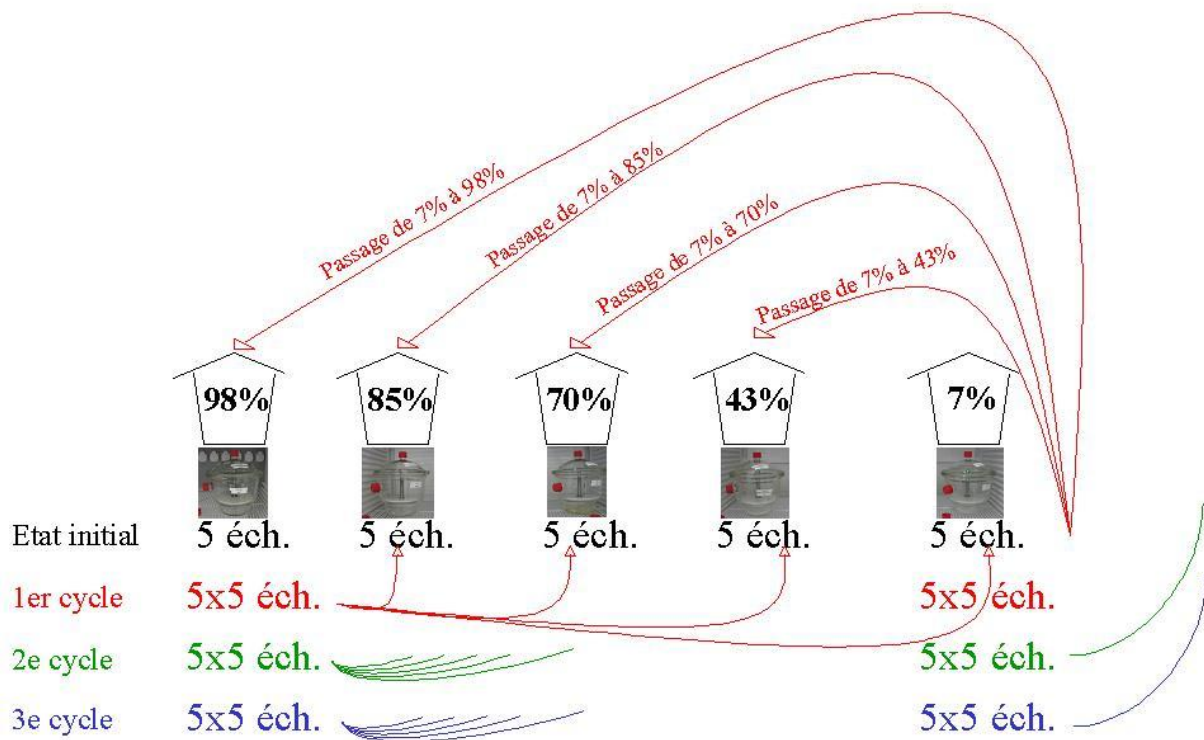


Figure 85: Schéma de la planification des chemins hydriques avec les dessiccateurs

Les échantillons sont pesés une fois par semaine afin de contrôler l'évolution de leur teneur en eau. Lorsque nous estimons que l'équilibre hydrique est atteint (stabilisation de la masse de l'échantillon), ces 5 échantillons sont soumis à différentes analyses selon la déclinaison suivante :

- 1 échantillon est analysé par porosimétrie BET pour déterminer la surface spécifique des particules et la porosité intra et inter-particulaire (0,5 à 50 nm).
- 1 échantillon est analysé par diffraction aux rayons X pour mesurer la distance entre les feuillets.
- ½ échantillon est analysé par porosimétrie au mercure pour déterminer la porosité inter-aggrégats et inter-particulaire (5 nm à 50 µm).
- ½ échantillon est observé au microscope optique pour suivre les changements de macrostructure et de macroporosité.
- 1 échantillon est observé au MEBE et au MEBE-HR pour suivre les changements de meso et microstructure et de meso et microporosité.
- 1 échantillon est utilisé pour déterminer la masse volumique de la série par immersion dans du Kerdane.

L'argile verte de Romainville se présente sous forme de bloc. Les échantillons y sont prélevés et sont taillés à l'aide d'un couteau et/ou d'un scalpel sous forme de cubes de 1 cm de côté. Une face est gardée intacte pour l'observation au MEBE Haute Résolution et au MEB Environnemental ; ceci, dans la mesure du possible, étant donné que la facilité de coupe est conditionnée par la

teneur en eau de l'échantillon. Cette méthode permet de s'affranchir de l'influence du mode de fracturation. En effet, lorsque l'échantillon est lyophilisé par exemple, la fracturation est certes nette mais l'échantillon a quand même subi un traitement, bien que les conséquences soient minimales voire négligeables sur la microstructure (Delage & Pèlerin, 1984). Delage et Pellerin (1984) ont noté que la glace maintient en place les particules au cours de la rupture, évitant ainsi les phénomènes d'arrachement et de déplacement et que le plan de fracture ne correspond pas à un plan de faiblesse de la structure déshydratée, mais traverse bien les différents niveaux d'organisation (Geremew, 2009). Dans le cas où la fracturation se fait manuellement sur un échantillon n'ayant subi aucun traitement, le matériau peut être plus mou, entraînant une surface de fracturation molle dont la représentativité de l'ensemble de l'échantillon pourrait être remise en cause. Dans notre cas, le matériau utilisé (l'argile verte de Romainville) est un matériau relativement dur à l'état saturé et devient malléable à un état sursaturé (98,1 Pa de succion dans les plaques tensiométriques), écartant ainsi le problème d'une surface de fracturation molle. De plus, en préservant une face de l'échantillon intacte, vierge de toute action mécanique induite par la coupe, la surface de fracturation est une surface initiée naturellement par la fracturation dans le bloc prélevé.

Les échantillons sont conditionnés en groupes de 5 dans des bases de boîtes de Pétri (Figure 86).

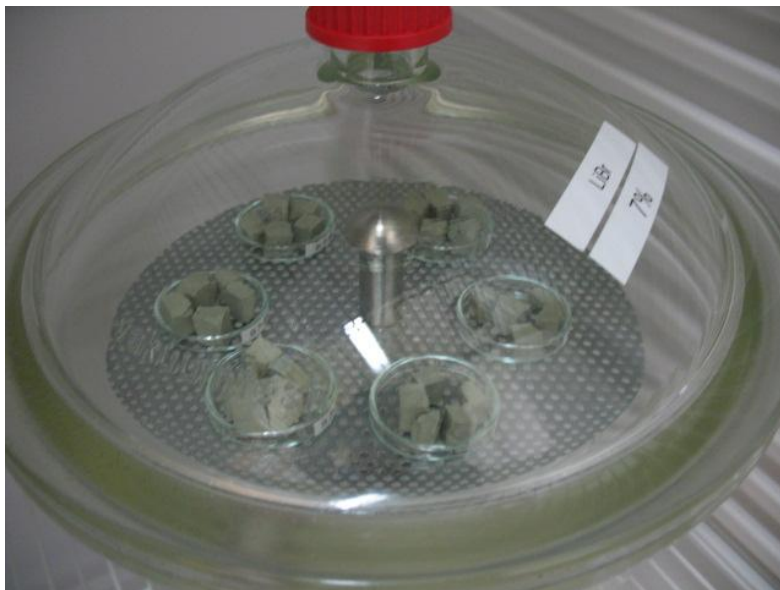


Figure 86: Conditionnement des échantillons dans les dessiccateurs

L'expérimentation est basée sur cinq dessiccateurs à cinq humidités relatives différentes (98 %, 85 %, 70 %, 43 %, 7 %).

Le matériel nécessaire pour mener à bien cette expérimentation est composé de (Figure 87) :

- D'une enceinte thermoréfrigérée : pour maintenir la constance de la température des dessiccateurs (25°C dans notre cas) et par là même assurer la constance de l'humidité relative dans chaque dessiccateur.
- De dessiccateurs : de taille suffisante pour contenir tous les échantillons et présentant au moins un robinet latéral pour faire passer la sonde du thermohygromètre. Un support à

double étage a été mis au point pour contenir les échantillons des trois cycles simultanément.

- D'un thermohygromètre : pour contrôler la température et l'humidité relative dans chaque dessiccateur. Il comporte une sonde indépendante suffisamment longue pour atteindre le centre du dessiccateur.
- De joints et de bouchons percés : pour permettre le passage de la sonde en préservant l'étanchéité du système.
- De sels : produits chimiques spécifiques à chaque humidité relative.



Figure 87: Disposition des dessiccateurs dans l'enceinte thermoréfrigérée

Les sels sont des produits chimiques qui, mélangés avec l'eau distillée, forment des solutions salines. Celles-ci, dans les dessiccateurs, permettent d'imposer une humidité relative donnée. Le Tableau 13 liste les sels utilisés pour recréer les différentes humidités relatives.

Tableau 13: Correspondance entre solutions salines et humidités relatives

Solutions salines	Humidité relative théorique à 25°C (%)	Succion (kPa)
Sulfate de potassium K_2SO_4	98	$2,70.10^3$
Chlorure de potassium KCl	85	$2,24.10^4$
Iodure de potassium KI	70	$4,90.10^4$
Carbonate de potassium K_2CO_3	43	$1,16.10^5$
Bromure de lithium LiBr	7	$3,65.10^5$

Les dessiccateurs permettent d'imposer des succions moyennes à fortes (de $2,70.10^3$ kPa à $3,65.10^5$ kPa). Pour imposer des succions comprises entre 0 et 30 kPa, on utilise des plaques tensiométriques constituées d'un filtre de verre fritté de faible porosité, qui joue le rôle de séparation semi-perméable, serti dans un entonnoir de verre (Figure 88). L'échantillon est placé sur le filtre, à la pression atmosphérique, en contact avec un réservoir rempli d'eau désaérée. En imposant une dénivellation entre le filtre et le tube de mesure, on peut contrôler la dépression de l'eau placée dans le réservoir, et donc la succion de l'échantillon.



Figure 88: Dispositif des plaques tensiométriques

5. ESSAIS A L'ECHELLE MICROSCOPIQUE

La partie expérimentale a été menée à deux échelles spatiales différentes (microscopique et mésoscopique) afin d'observer l'influence de l'effet d'échelle sur les caractéristiques des argiles. Les essais réalisés à l'échelle mésoscopique (courbes de rétention, observations MEBE, porosimétrie BET), échelle classique d'essais en laboratoire, est considérée comme la référence. Les essais effectués à l'échelle microscopique (observations et mesures de retrait-gonflement dans le MEBE) sont comparés aux premiers, notamment pour les essais de retrait-gonflement. Les échantillons soumis aux essais à l'échelle microscopique sont étudiés sous forme de poudre, tandis que ceux soumis aux essais à l'échelle mésoscopique sont étudiés sous forme de petits cubes.

Ce chapitre est consacré aux essais à l'échelle microscopique, menés à l'aide du Microscope Electronique à Balayage Environnemental (MEBE).

Les essais ont donc été menés sur deux argiles, en intégrant dans la démarche expérimentale l'analyse de l'effet de trois paramètres : la composition minéralogique, la taille des agrégats et le couple pression/température caractérisant l'humidité relative. Ces trois paramètres sont susceptibles de jouer un rôle à différents niveaux dans la réponse de l'argile lors de l'humidification-séchage. Les essais ont donc été menés sur de la poudre afin de :

- Permettre des essais rapides : temps d'équilibre compris entre 10 minutes et 1 heure.
- Permettre une étude à l'échelle de l'agrégat, isolé, et non intégré dans la matrice argileuse.
- Permettre des essais représentatifs sur un minimum de matériau.

A partir de ces essais, des résultats tant en termes qualitatifs et quantitatifs ont été obtenus. Les résultats qualitatifs sont issus des observations microscopiques, permettant d'étudier les changements de configuration des agrégats (déstructuration, déplacement), l'arrivée de l'eau sur la zone d'observation, la nature de la réponse de l'agrégat à différents changements hydriques. Les résultats quantitatifs sont issus des analyses d'images, permettant de représenter les courbes de retrait-gonflement¹⁶ et la cinétique de retrait-gonflement dans chacune des situations considérées.

5.1 MISE EN ŒUVRE D'UN PROTOCOLE EXPERIMENTAL POUR LES ESSAIS DE RETRAIT-GONFLEMENT AU MEBE

Deux protocoles expérimentaux ont été mis en place :

1. Le premier pour appliquer des cycles d'humidification-séchage sur de la poudre ;
2. Le second pour observer les échantillons cubiques à leur humidité relative donnée, sans leur appliquer de cycles d'humidification-séchage.

¹⁶ Par retrait et gonflement, nous entendons l'évolution de la déformation « surfacique » négative et positive respectivement.

5.1.1 Essais sur agrégats

Les cycles d'humidification-séchage peuvent être appliqués de trois façons (variation de la pression à température constante, variation de la température à pression constante et variation simultanée de la pression et de la température) mais également à des vitesses différentes d'humidification (humidification instantanée ou par paliers). Pour les raisons évoquées précédemment, la plupart des essais sur la poudre ont été menés à température constante avec une variation de la pression. Par souci de reconstitution de courbes de retrait-gonflement comparables à celles établies en laboratoire, les cycles d'humidification-séchage ont été appliqués par paliers pour permettre l'équilibre hydrique lors de l'humidification ou du séchage. Cette méthode permet de respecter le caractère lent et progressif de la cinétique que ne permet pas une humidification instantanée. Ces courbes ont été établies sur de la poudre de granulométrie inférieure à 125 μm .

La granulométrie inférieure à 125 μm de la poudre implique d'avoir conscience du niveau d'organisation texturale (feuillelet, particule, agrégat) qui sera observé et étudié. La répartition des particules présentes dans la poudre a été étudiée par granulométrie laser et par morphologie microscopique (Figure 89). Ils ont été menés sur la poudre afin de déterminer la granulométrie de la poudre. Les résultats obtenus sont représentés sous leur forme normalisée afin de mettre en évidence le diamètre médian trouvé par ces deux méthodes. Les résultats obtenus sont relativement similaires pour les deux méthodes : le diamètre médian (représentant 50 % des particules) se situe entre 50 μm et 60 μm . D'un point de vue structural, cette valeur correspond à l'échelle des agrégats. Cela implique que toutes les observations, les analyses et les conclusions qui seront établies dans ces travaux de recherche, seront valables au moins à l'échelle de l'agrégat.

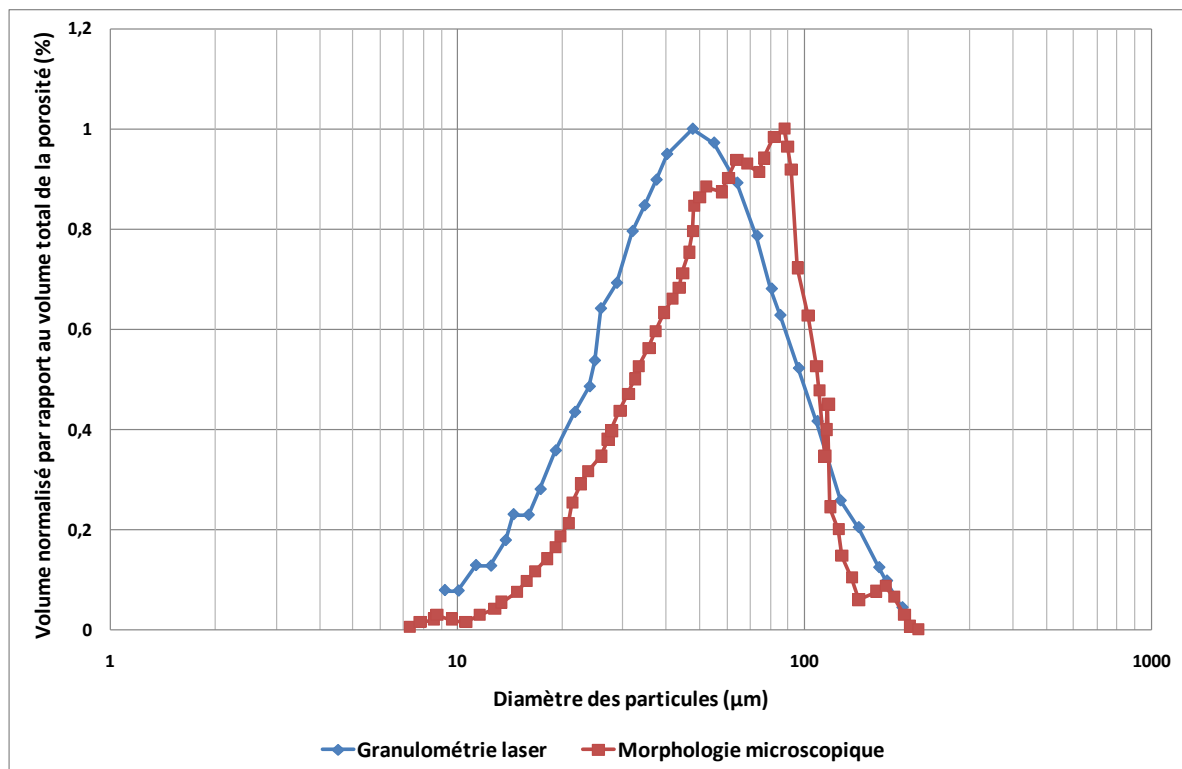


Figure 89: Répartition des particules de montmorillonite grecque en fonction de leur diamètre par granulométrie laser et morphologie microscopique

Dans le cadre des essais de laboratoire, notamment pour construire la courbe de rétention, le protocole expérimental consiste soit à imposer à l'échantillon une pression interstitielle négative connue jusqu'à ce que l'équilibre soit atteint, soit à le sécher ou l'humidifier progressivement. Ces deux méthodes permettent d'obtenir des résultats similaires selon Serratrice (Serratrice & Soyez, 1996). Cependant, il semble que cette observation ne se vérifie pas à l'échelle microscopique (Tableau 14). En comparant les déformations surfaciques d'agrégats de 50 μm , avec le même temps d'équilibre (10 minutes pour la montmorillonite grecque, 30 minutes pour l'argile verte de Romainville) et à une humidité relative de 90 %, on observe que le protocole expérimental « instantané » (application d'une humidité relative en une fois, Figure 90) induit des déformations surfaciques inférieures au protocole expérimental « progressif » (application d'humidités relatives par paliers intermédiaires, Figure 91). De plus, on observe que les résultats obtenus avec le protocole expérimental « progressif » sont similaires à ceux obtenus lors d'essais de laboratoire (Maison et al., 2009). Le protocole expérimental « instantané » permet certes un gain de temps dans le déroulement de l'essai mais il induit une déformation des agrégats très rapide et inférieure aux déformations mesurées lors des essais de laboratoire (échelle mésoscopique). Le protocole expérimental « progressif » induit une durée de l'essai plus importante mais permet une déformation plus régulière et progressive ainsi qu'une similarité avec les résultats des essais de laboratoire.

Tableau 14: Comparaison des résultats de déformation surfacique maximale en fonction du protocole expérimental utilisé

	Montmorillonite grecque	Argile verte de Romainville
Protocole instantané	51,2 %	12,6 %
Protocole progressif	68,8 %	27,6 %

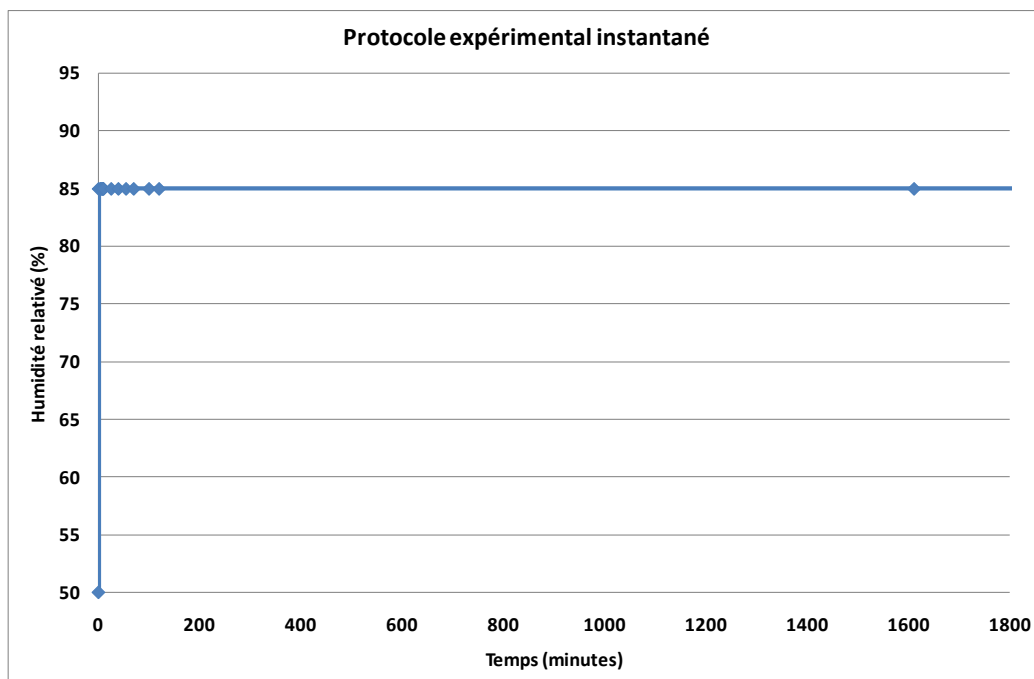


Figure 90: Evolution de l'humidité relative en fonction du temps. Protocole expérimental instantané pour les cycles d'humidification-séchage sans paliers d'équilibre

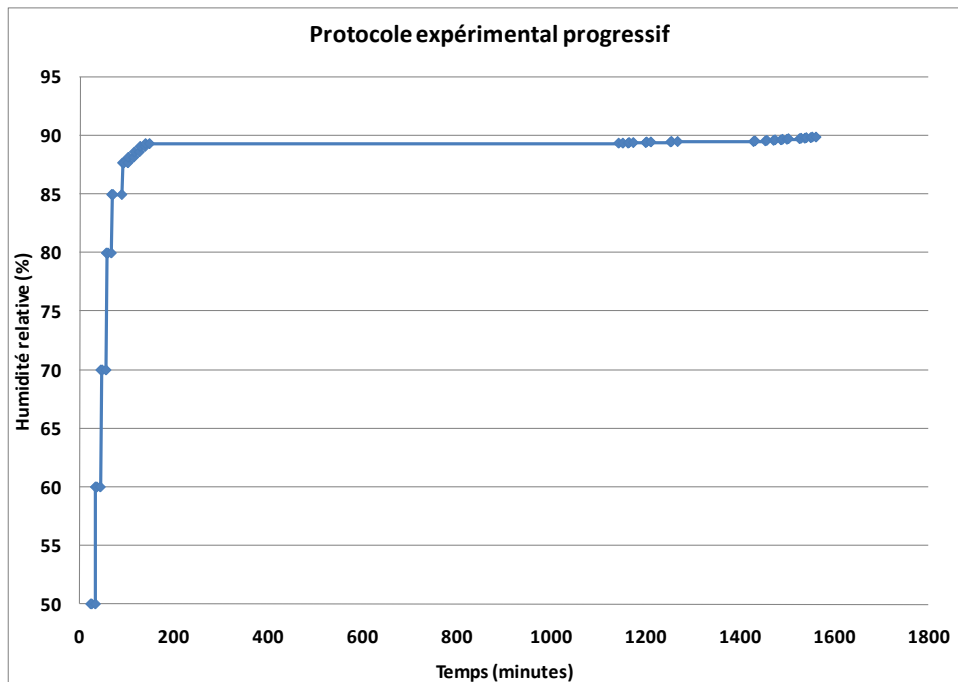


Figure 91: Evolution de l'humidité relative en fonction du temps. Protocole expérimental progressif pour les cycles d'humidification-séchage avec paliers d'équilibre

A partir de ce constat, il nous est apparu nécessaire d'établir un protocole pertinent avec la cinétique de retrait et de gonflement de l'argile et retardant la saturation en eau de la zone d'observation, problème rencontré par plusieurs chercheurs (Ferber, 2005 ; Montes-H., 2002 ; Romero & Simms, 2008).

La température appliquée, constante tout au long de l'essai est de 18°C. Cette température a été choisie pour obtenir des images de meilleure qualité aux fortes humidités relatives. La pression est appliquée par paliers de durée variable selon le type de matériau. Pour la montmorillonite grecque, les paliers sont d'une durée de 10 minutes car cette argile réagit très rapidement aux sollicitations hydriques et l'équilibre hydrique s'établit rapidement. Cela s'explique par ses caractéristiques physiques et son homogénéité. Pour l'argile verte de Romainville, les paliers sont d'une durée de 30 minutes car cette argile réagit plus lentement aux sollicitations hydriques et l'équilibre hydrique nécessite plus de temps pour être atteint. Cela s'explique entre autre par la composition minéralogique de l'argile (présence de minéraux non gonflants et de carbonates) et son hétérogénéité.

La question de la validité de la durée des paliers pour atteindre la stabilisation ou l'équilibre est posée. Une humidité relative de 85 % a donc été appliquée pendant 4 jours (soit 4000 minutes) sur des agrégats de montmorillonite grecque afin de confirmer ou d'infirmer la validité d'une durée de paliers de 10 minutes (Figure 92). On observe que la cinétique évolue vers une stabilisation. On remarque également qu'après 10 minutes, on a atteint environ 93 % de la déformation surfacique totale. Cette proportion est représentative de la déformation totale, indiquant que cette durée de 10 minutes est raisonnable pour obtenir un ordre de grandeur satisfaisant de la quantification du caractère gonflant de l'argile.

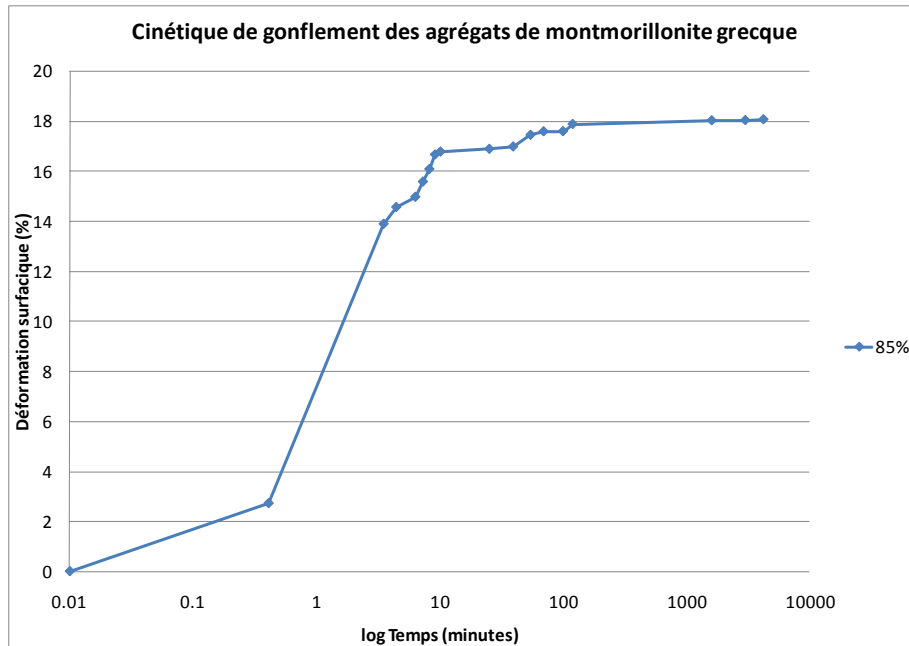


Figure 92: Cinétique de gonflement des agrégats de montmorillonite grecque (taille : 50 μm) en fonction du logarithme du temps (à gauche). Humidification de 50 % à 85 % d'humidité relative.

Montes-H. (2002) a réalisé des essais de retrait-gonflement au MEBE sur des agrégats de 50 μm de bentonite MX-80, argile à caractère gonflant (supérieur à la montmorillonite grecque). Dans ces essais de retrait-gonflement dans un MEBE, Montes-H. montre que la bentonite MX-80 présente un temps de stabilisation entre 2 et 4 minutes selon les humidités relatives (Figure 93), ce qui est relativement rapide. Nos essais de retrait-gonflement étant effectués dans des conditions similaires à celles de Montes-H. et sur des argiles moins gonflantes que la bentonite MX-80, il n'est pas étonnant qu'un temps d'équilibre de 10 à 30 minutes selon l'argile soit relativement suffisant pour notre protocole expérimental.

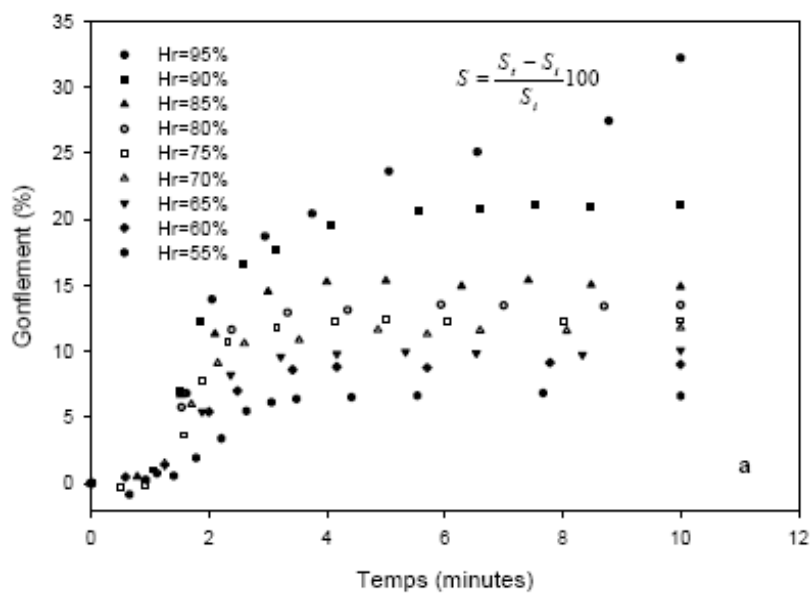


Figure 93: Données expérimentales du gonflement de la bentonite MX80. Comparaison des courbes de cinétique sur des agrégats de 50 μm (Montes-H., 2002).

L'application des paliers se fait en deux étapes (Figure 94) :

- Entre 50 % et 85 % d'HR : les paliers sont appliqués en fonction de l'humidité relative, par imposition de la pression ;
- Au-delà de 85 % : les paliers sont appliqués en fonction de la pression (Figure 95) :
 - Par pas de 10 Pa entre 85 % et 89,11 % ;
 - Par pas de 5 Pa entre 89,11 % et 89,35 % ;
 - Par pas de 1 Pa entre 89,35 % et 90 %.

L'incertitude sur l'humidité relative étant importante, ces valeurs d'humidité relative sont juste indicatives et permettent de fournir des degrés d'hydratation.

Ces deux étapes sont définies par rapport à l'importance des déformations surfaciques aux fortes humidités relatives. En contrôlant les paliers en fonction de la pression, et avec des petits incréments de pression de 1 Pa, les mesures de déformation sont plus nombreuses et plus précises entre 85 % et 90 % que celles des essais classiques de laboratoire effectués sur éprouvettes. Les essais ne sont pas menés au-delà de 90 % d'humidité relative car, à cette valeur, la zone d'observation se sature d'eau, rendant les observations impossibles. Cette procédure expérimentale par paliers permet de ralentir l'immersion des agrégats et donc d'observer plus longuement les agrégats lors de l'humidification.

La saturation totale de la zone d'observation devrait survenir, en toute logique, à 100 % d'humidité relative. Or, elle est obtenue à 90 % d'humidité relative. Deux mécanismes pourraient en être la cause :

- La précision sur l'humidité relative n'est pas suffisante. Elle est telle qu'à 90 % d'humidité relative indiquée, l'humidité réelle est déjà de 100 %.
- Une humidité de 90 % indiquée dans l'environnement de l'échantillon constitue une humidité de 100 % dans l'échantillon, provoquant ainsi une saturation de l'échantillon.

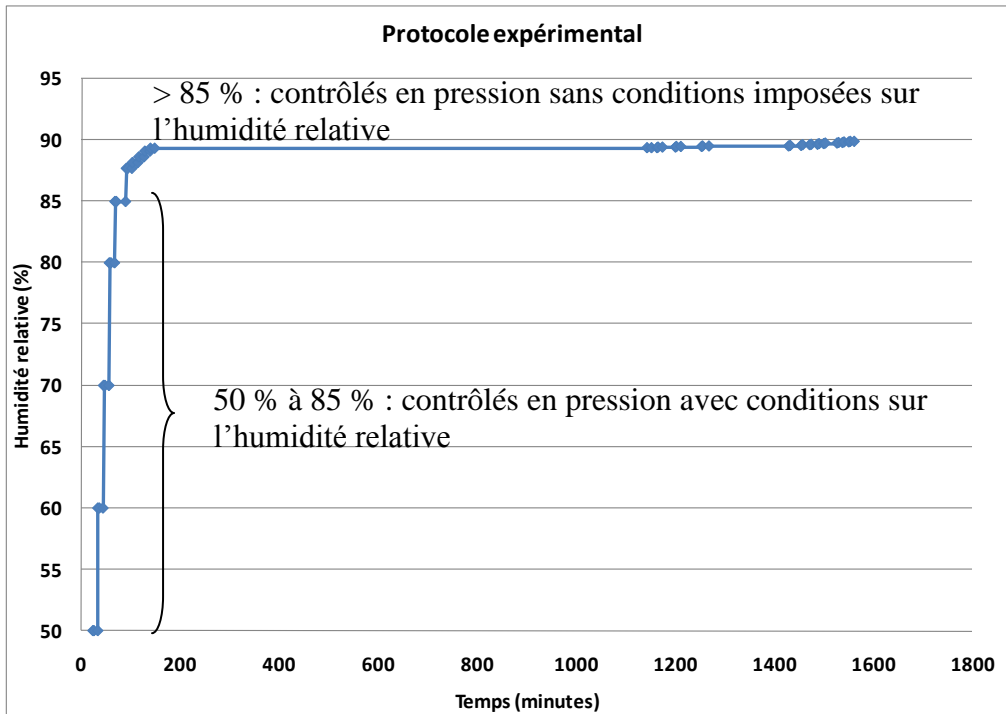


Figure 94: Evolution de l'humidité relative en fonction du temps. Protocole expérimental pour les cycles d'humidification-séchage avec paliers d'équilibre

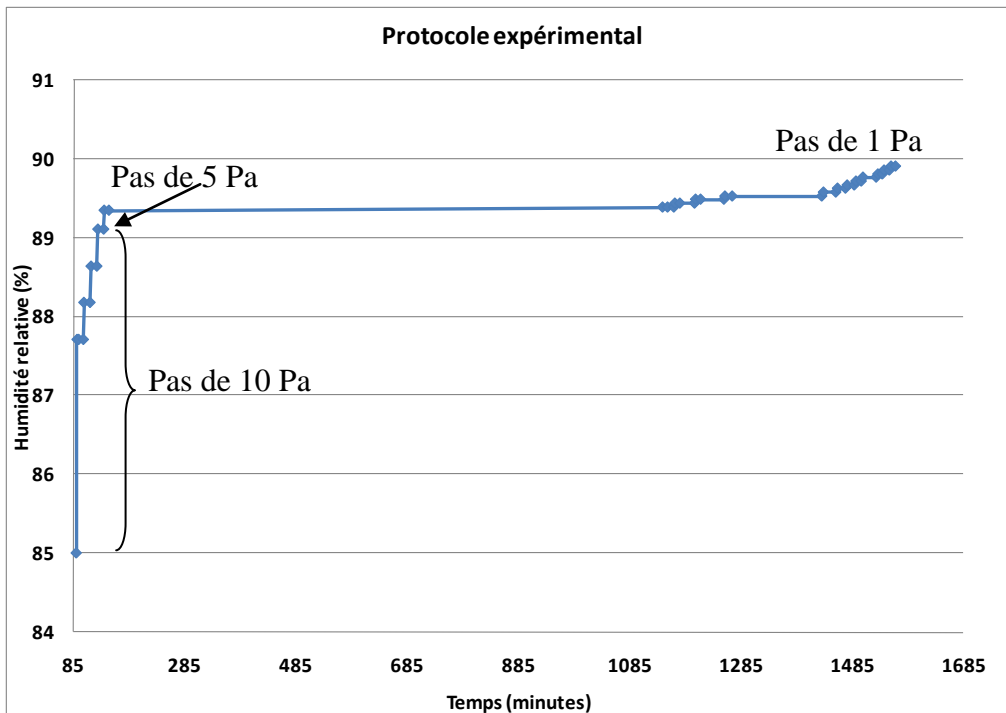


Figure 95: Evolution de l'humidité relative en fonction du temps. Zoom sur les paliers menés en fonction de la pression

Les observations et les mesures ont été effectuées sur une zone d'observation choisie à partir de trois critères :

- La zone d'observation doit comporter au moins deux agrégats ;

- Les agrégats doivent avoir une taille moyenne de 50 μm ;
- Les agrégats ne doivent pas être trop proches les uns des autres pour ne pas perturber le gonflement des autres agrégats.

Les observations et les mesures sont effectuées sur trois à quatre agrégats situés dans la même zone d'observation et par essai, afin d'assurer une bonne représentativité du comportement observé.

Pendant les essais, des photos sont acquises automatiquement à la fréquence d'une par seconde. Cependant, cette cadence de prise de photos est dépendante de la vitesse de balayage. Les photos étant prises à la fin du balayage de l'image, si le balayage est lent, le rythme de prise de photos sera plus lent.

Pour mesurer la déformation surfacique des agrégats, les photos sont soumises à une analyse d'images via le logiciel spécifique de traitement d'image Scandium. Celui-ci permet, en définissant le contour des agrégats, de déterminer l'aire et le périmètre des agrégats. Ici, le terme « déformation surfacique » désigne le changement relatif de surface des agrégats à un temps t_i (Figure 96) :

$$\varepsilon_s = \frac{S_i - S_0}{S_0} = \frac{\Delta S}{S_0}$$

Avec S_i : déformation surfacique au temps t_i ;

S_0 : surface initiale de l'agrégat.

La déformation volumique ε_v est définie par :

$$\varepsilon_v = \alpha \varepsilon_s$$

Avec $\alpha > 1$, dépendant du degré d'anisotropie.

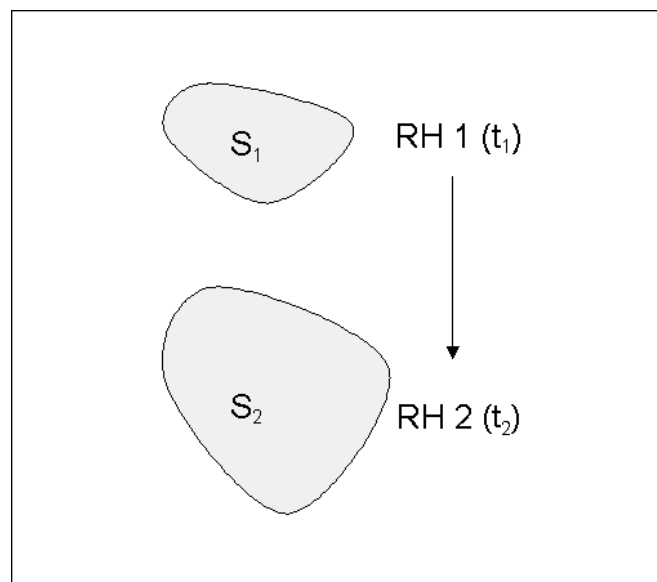
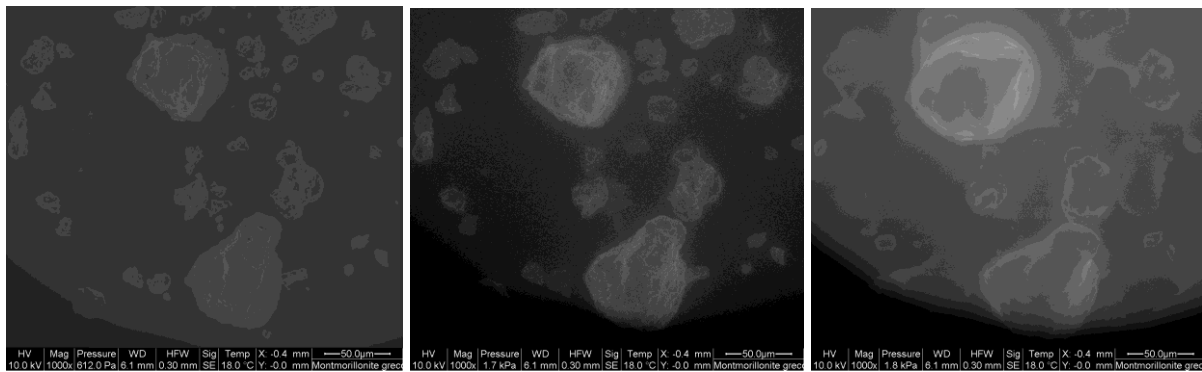


Figure 96: Définition de la déformation surfacique sur la base des paramètres du temps, de la surface et de l'humidité relative des agrégats

L'erreur sur la mesure est fortement dépendante de la qualité de l'image. L'estimation de cette erreur a été réalisée sur trois qualités d'image différentes, avec 50 mesures par image dont la moyenne pour chaque qualité d'image est calculée. Pour une bonne qualité d'image, l'erreur relative a été estimée à 0,34 %. Pour une qualité altérée, elle a été estimée à 0,4 % et pour une qualité très altérée, à 0,48 %. Les différentes qualités d'images prises en compte sont présentées Figure 97. Elles sont fonction de l'humidité relative à laquelle elles ont été prises. Si l'on additionne à ces erreurs (cas le plus défavorable) celles sur la pression (0,25 %) et sur la température (2,8 %) au sein du MEBE, cela induit une erreur relative totale de 5 % pour chaque mesure.



Bonne qualité (30 % d'HR)

Qualité altérée (85 % d'HR)

Qualité très altérée (89,9 % d'HR)

Figure 97: Différentes qualités d'images en fonction de l'humidité relative (taille des agrégats : 50 µm)

5.1.2 Essais sur échantillons cubiques

Le protocole expérimental pour observer les échantillons cubiques implique de prendre en compte l'épaisseur de ces échantillons pour minimiser les gradients de température et de pression. Pour les humidités relatives faibles et moyennes (7 % à 85 %), l'échantillon n'est pas fixé avec du scotch double face carbone ou de la colle carbone afin d'optimiser la conduction de la température de la base vers le sommet de l'échantillon. De plus, la base de l'échantillon doit être aussi plane que possible. La température idéale étant la température ambiante, la platine Peltier n'est pas mise en route ou alors programmée à la température ambiante. Pour les fortes humidités relatives (98 %), l'échantillon doit être fixé par de la colle carbone afin d'éviter qu'une pellicule d'eau ne se forme entre la platine Peltier et la base de l'échantillon. La température est programmée à 18°C afin de pouvoir rester assez proche de la température ambiante et permettre l'application d'une pression acceptable pour le MEBE (maximum 20 Torr soit 2660 Pa) pour atteindre 98 % d'humidité relative.

5.1.3 Problèmes expérimentaux rencontrés

Ce chapitre consacré aux méthodes ne pourrait être clos sans évoquer les différentes difficultés rencontrées, aussi nombreuses que les types d'essais réalisés.

En ce qui concerne le MEBE, la précision sur l'humidité relative au niveau de l'échantillon n'est pas suffisamment élevée, notamment dans l'intervalle 90 %-100 % d'humidité relative. En effet,

dans cette gamme, une faible variation d'humidité relative induit une forte variation de la déformation, d'où la nécessité d'être très précis dans cette gamme d'humidité relative. A notre connaissance, aucune solution n'a encore été trouvée à ce problème, étant donné qu'il est essentiellement lié à la précision et à l'homogénéité de la température, elle-même intrinsèque au système Peltier. De même, dans cette gamme d'humidité relative (90 %-100 %), la saturation complète de la zone d'observation par l'eau est difficilement maîtrisable. Ceci complique, voire empêche, les observations aux fortes humidités relatives et peut engendrer une déstructuration totale de l'agrégat. Pour pallier à ce désagrément, différentes solutions ont été testées, telles que la mise en place d'un objet plus froid à côté de l'échantillon pour y favoriser la condensation de l'eau ou l'utilisation d'un polymère superabsorbant de type couche-culotte pour bébé mais ce ne fut pas suffisant. La seule solution pour retarder ce phénomène à ce jour est la mise en place d'un protocole expérimental par paliers, laissant ainsi à l'argile le temps d'absorber l'eau au fur et à mesure de l'humidification, évitant ainsi une arrivée massive de l'eau. Le champ d'observation dû au détecteur environnemental limite la surface observable de l'échantillon ; d'autant plus s'il faut augmenter le grandissement pour observer des agrégats de petite taille, ce qui empêche une vision globale de l'échantillon. Une observation en plusieurs points de l'échantillon peut s'avérer nécessaire pour assurer une bonne représentativité de l'observation, notamment sous forme d'une mosaïque d'images. Pour obtenir des photos et vidéos de la meilleure qualité possible, le réglage du contraste et de la brillance est important et devrait être assuré automatiquement en continu ; or, sur le MEBE utilisé, il est manuel. C'est un inconvénient lors d'expériences de longue durée, notamment en l'absence de l'opérateur. Le protocole expérimental par paliers permet, par l'arrivée progressive de l'eau, de limiter les changements trop importants de l'image. Les réglages des différents paramètres du MEBE (distance de travail, taille et tension du faisceau d'électron) diffèrent selon le type d'échantillon (poudre, bloc, pâte) et les conditions environnementales imposées. Une procédure a également été mise en place pour obtenir les conditions optimales d'observation selon les cas. Le problème récurrent sur le MEBE est la maintenance de l'appareil : les filaments de la colonne d'électrons ont une durée de vie limitée, l'azote contenu dans le MEBE doit être renouvelé une fois par semaine, le réservoir d'eau permettant l'humidification de la chambre doit contenir une certaine quantité d'eau pour sa bonne marche. Tous ces éléments de maintenance sont fréquents et peuvent survenir au milieu d'un essai, compromettant ainsi sa poursuite. De même, si un composant du MEBE tombe en panne, sa rareté fait que le délai d'immobilisation du MEBE pour commande de pièces, livraison et réparation est important. Enfin, la plupart des essais MEBE rencontrés dans la littérature étaient menés sur des argiles artificielles ou industrielles. Il n'y avait donc pas ou peu de retour d'expérience d'essais de retrait-gonflement au MEBE menés sur des argiles naturelles. Cependant, leur comportement est différent, de par leur histoire géologique et leur composition. L'observation de ces argiles a nécessité de nombreux essais et la création de protocoles expérimentaux avec des temps d'équilibre différents, propres à chaque argile.

5.2 MONTMORILLONITE GRECQUE (AGREGATS DE 50 μM)

Des essais ont été menés sur des agrégats de montmorillonite grecque de 50 μm , ce qui représente la taille moyenne des agrégats. Ces essais permettent d'obtenir des résultats qualitatifs et quantitatifs, tant sur les courbes que sur les cinétiques de retrait-gonflement.

Par souci de clarté, la définition des différents types de représentations des courbes et des paramètres utilisés pour l'analyse de l'ensemble des essais est explicitée en détail uniquement dans ce chapitre 5.2.

5.2.1 Observations et courbes de retrait-gonflement

Ces essais fournissent des courbes de retrait-gonflement dans le plan, dont la déformation maximale (ΔS) est comparable à celle obtenue en laboratoire, lors des essais de gonflement libre à l'œdomètre (ΔH). La courbe de retrait-gonflement de la montmorillonite grecque, notre argile « de référence », sert de base de comparaison (Figure 98).

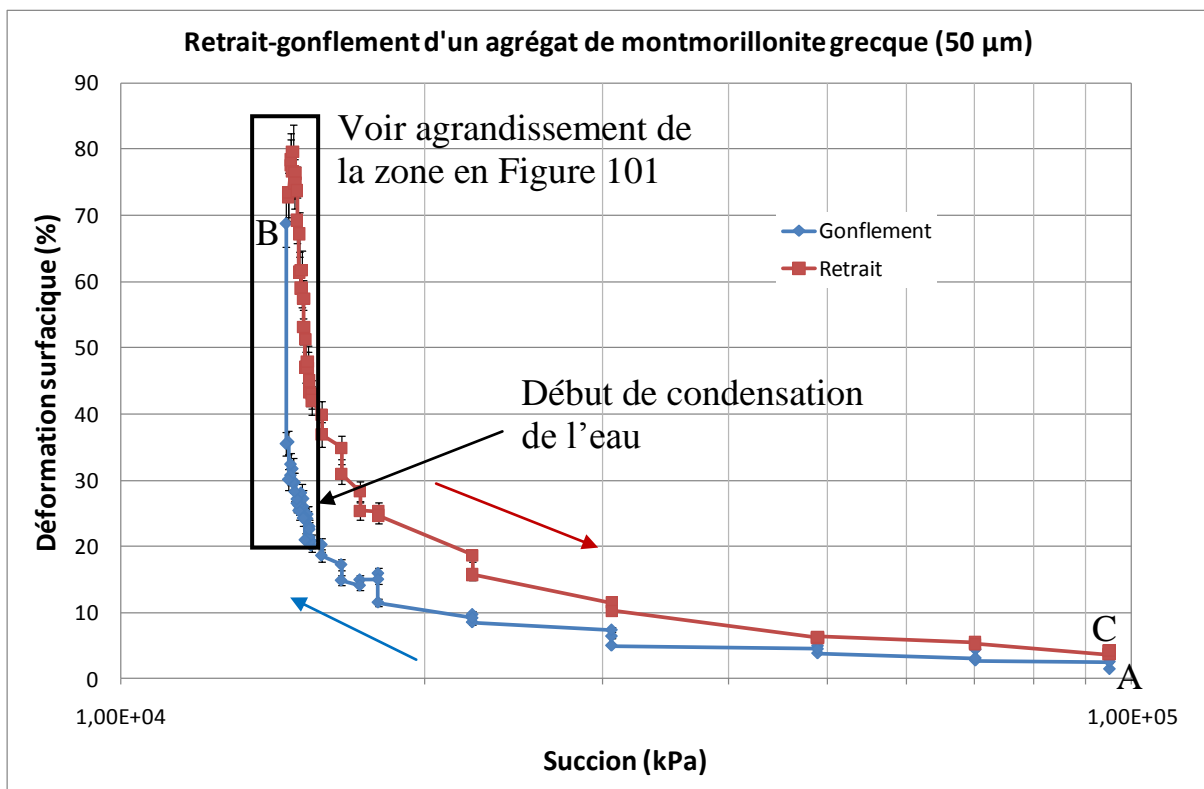


Figure 98: Evolution de la déformation surfacique en fonction de la succion. Courbe de retrait-gonflement de la montmorillonite grecque sur agrégats de 50 μm

Les points A, B et C matérialisent des états particuliers du cycle d'humidification-séchage. Le point A représente l'état initial des agrégats. Le point B représente la configuration des agrégats avant la saturation totale de la zone d'observation. Le point C représente les agrégats après le séchage (Figure 99).

Entre les états A et B, l'humidification des agrégats induit un gonflement jusqu'à la saturation totale de la zone d'observation. Entre les états B et C, le séchage des agrégats induit naturellement un retrait. A cet état, une « déstructuration » affectant partiellement ou totalement l'agrégat peut se développer. Cette déstructuration partielle est due à un séjour sous l'eau ; elle est partielle si l'humidification est lente et par paliers (Figure 99, agrégat localisé par la flèche) et totale si l'humidification est rapide et sans paliers (Figure 100). Le caractère rapide de l'humidification (passage de 50 % à 90 % d'humidité relative, sans paliers d'équilibre) induit une augmentation tout aussi rapide de la pression de l'eau dans l'agrégat (de $9,51 \cdot 10^4$ kPa à $1,46 \cdot 10^4$ kPa). Celui-ci ne semble pas avoir le temps de l'absorber, à chacun de ses niveaux structuraux. La pression de l'eau devenant trop importante, les liaisons intra et interparticulaires semblent se rompre, engendrant une déstructuration totale. La configuration particulière de l'état initial tend alors vers une configuration de type « matrice argileuse » après séchage.

A chaque changement d'humidité relative, l'évolution du gonflement et du retrait semble se décomposer en deux phases (Figure 98) : la première phase très rapide, suivie par une deuxième phase plus lente et progressive.

La déformation évolue modérément entre $9,51 \cdot 10^4$ kPa et $3,06 \cdot 10^4$ kPa (50 % et 80 % d'humidité relative), et plus fortement entre $3,06 \cdot 10^4$ kPa et $1,46 \cdot 10^4$ kPa (80 % et 90 % d'humidité relative). En effet, entre 75 % et 85 % de la déformation surfacique maximale se produit entre $3,06 \cdot 10^4$ kPa et $1,46 \cdot 10^4$ kPa. Si l'on effectue un zoom sur les faibles succions (fortes humidités), une moyenne de 40 % de la déformation se produit entre $1,54 \cdot 10^4$ kPa et $1,46 \cdot 10^4$ kPa (89,4 % et 89,9 % d'humidité relative¹⁷) (Figure 101). Cela confirme l'importance des fortes humidités relatives (donc des faibles succions) dans le retrait-gonflement des argiles.

Le gonflement maximum mesuré est de 68 %. Cependant, cette valeur est à pondérer car elle a été mesurée juste avant la saturation totale de la zone d'observation, alors que l'agrégat est entouré d'une pellicule d'eau. L'épaisseur de cette pellicule n'est pas négligeable (entre 1 et 10 μm). La déformation surfacique ayant augmenté de 25 %, une partie de cette déformation est constituée par la présence de cette pellicule d'eau, l'autre partie par le gonflement de l'agrégat. Cependant, il est difficile de quantifier la contribution réelle de chacune des deux parties.

Le début du chemin de séchage étant directement relié à la fin du chemin d'humidification, il est impacté par cet événement. La présence de cette pellicule d'eau induit une déformation « irréversible » de l'agrégat ce qui explique : (i) l'augmentation jusqu'à 80 % de déformation surfacique lors du chemin de retrait ; (ii) l'hystérésis entre les chemins de gonflement et de retrait.

¹⁷ Nous rappelons que l'incertitude sur l'humidité relative étant importante, ces valeurs d'humidité relative sont juste indicatives et permettent de fournir des degrés d'hydratation.

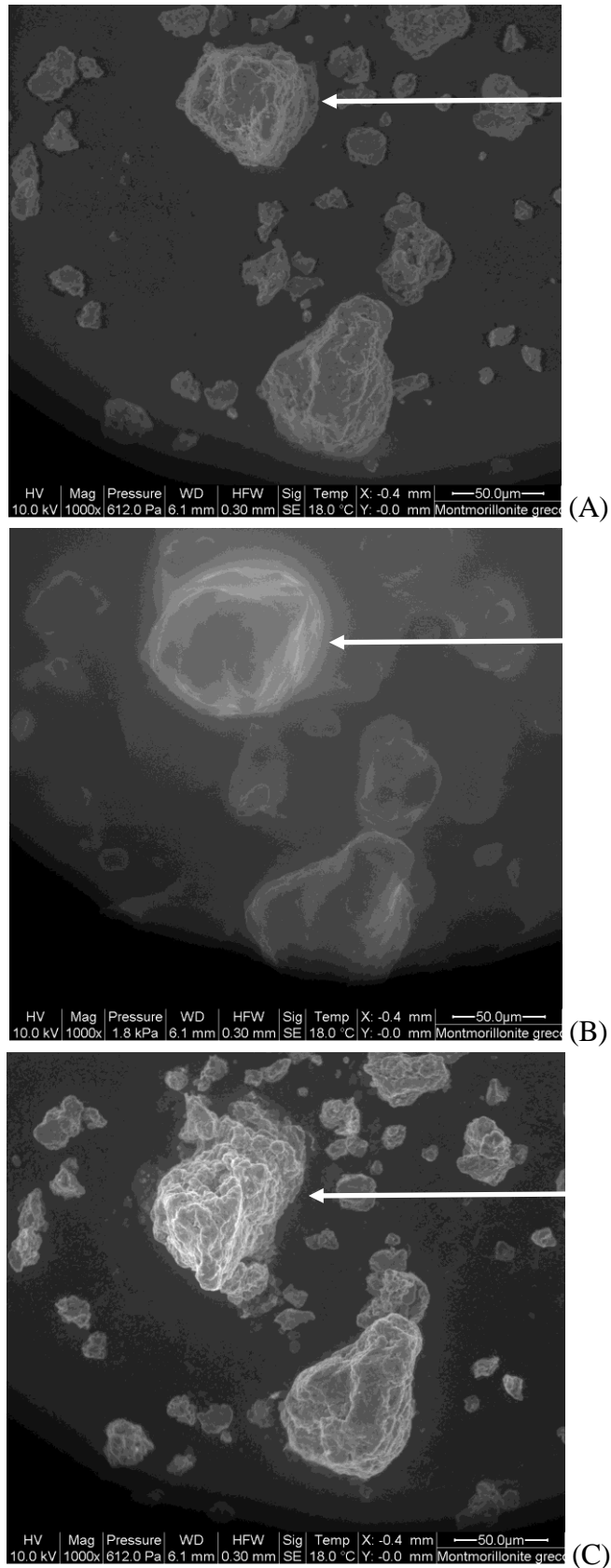


Figure 99: Evolution des agrégats de montmorillonite grecque en fonction de l'humidité relative. Trois états du cycle d'humidification-séchage sont présentées : (A) état initial ; (B) avant la saturation totale ; (C) après séchage (Images MEBE, grandissement : 1000).

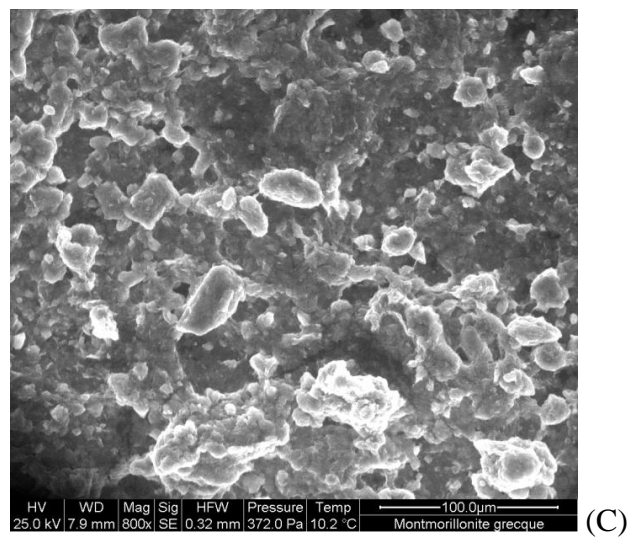
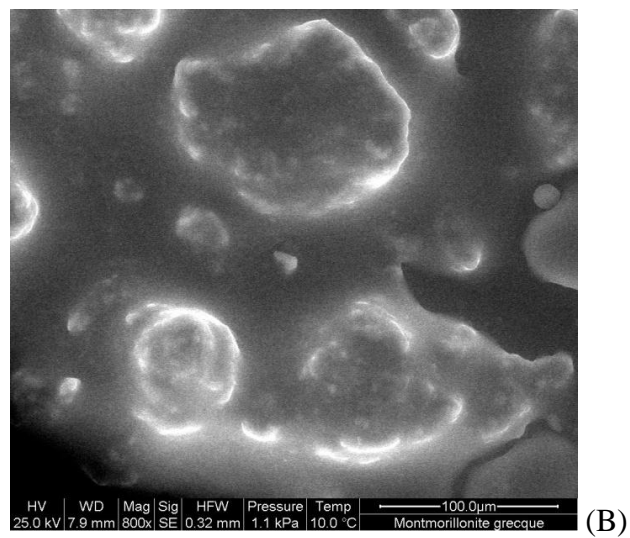
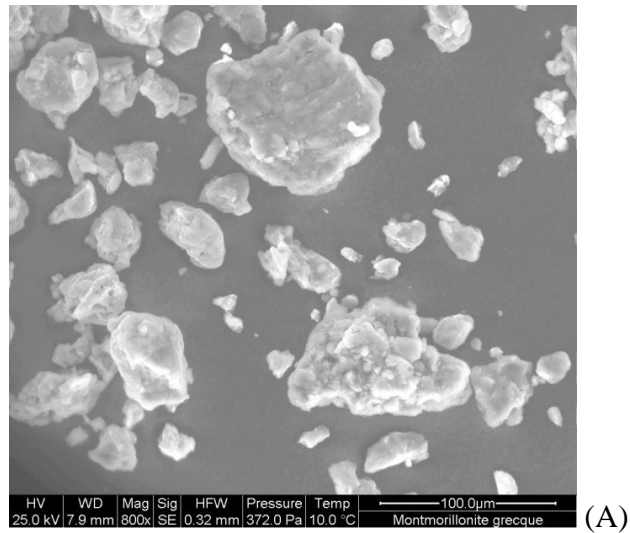


Figure 100: Illustration de la déstructuration totale sur des agrégats de montmorillonite grecque. Trois états du cycle d'humidification-séchage sont présentés : (A) état initial ; (B) avant la saturation totale ; (C) après séchage (Images MEBE, grandissement : 800).

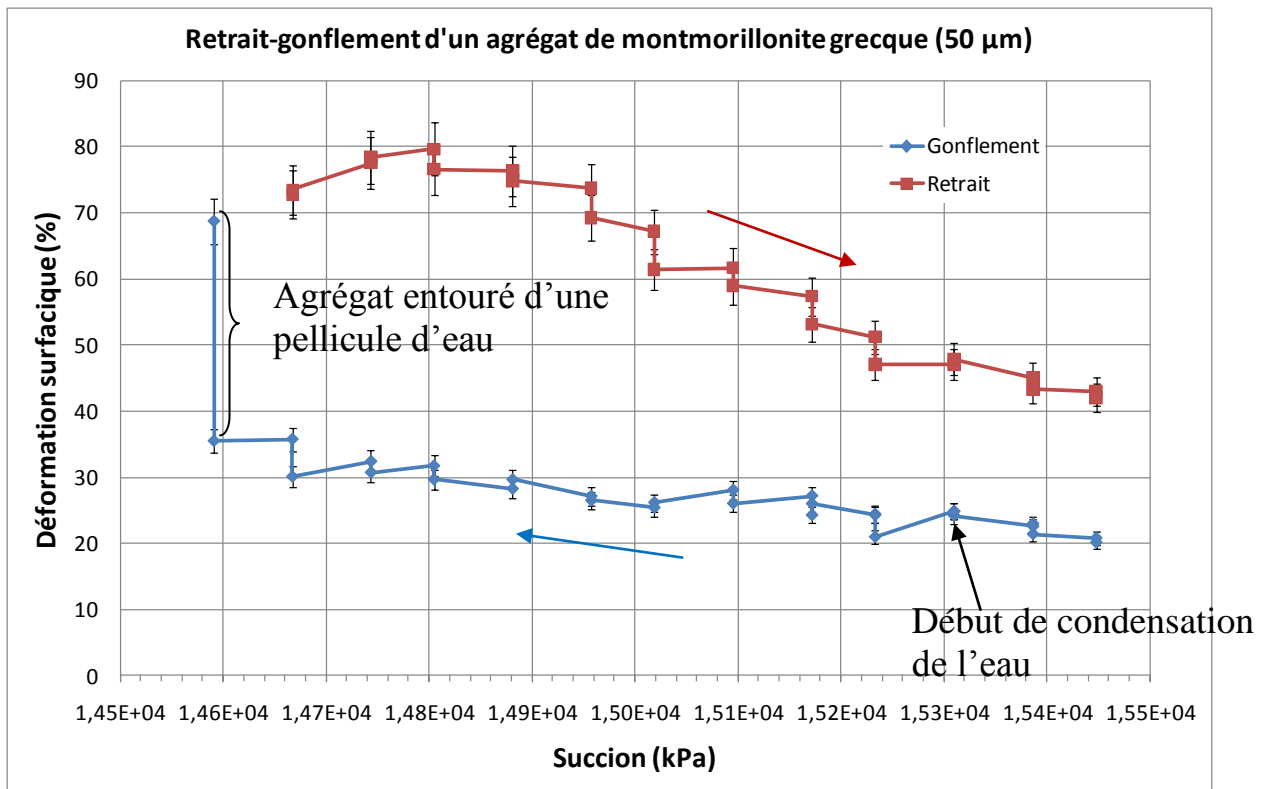


Figure 101: Agrandissement (de la Figure 98) sur l'évolution de la déformation surfacique en fonction de la succion entre $1,54 \cdot 10^4$ kPa et $1,46 \cdot 10^4$ kPa. Courbe de retrait-gonflement de la montmorillonite grecque

5.2.2 Cinétiques de retrait-gonflement

Des mesures de la déformation surfacique sont obtenues par analyse d'image. Nous pouvons en extraire des courbes de cinétique de retrait-gonflement. Cette représentation permet d'examiner le comportement des agrégats lors de l'application de différentes humidités relatives, par exemple : 60 %, 85 % et 89,11 %. Ces trois humidités relatives ont été choisies en fonction des trois parties caractéristiques de la courbe de retrait-gonflement (Figure 102) : 60 % d'HR représente la partie des faibles déformations surfaciques, 85 % d'HR représente les déformations surfaciques « moyennes » et 89,11 %, les déformations surfaciques importantes.

La cinétique et les taux de déformation en gonflement et en séchage sont déterminés pour chacune des humidités, en maintenant constante l'humidité relative et en mesurant la déformation surfacique en fonction du temps.

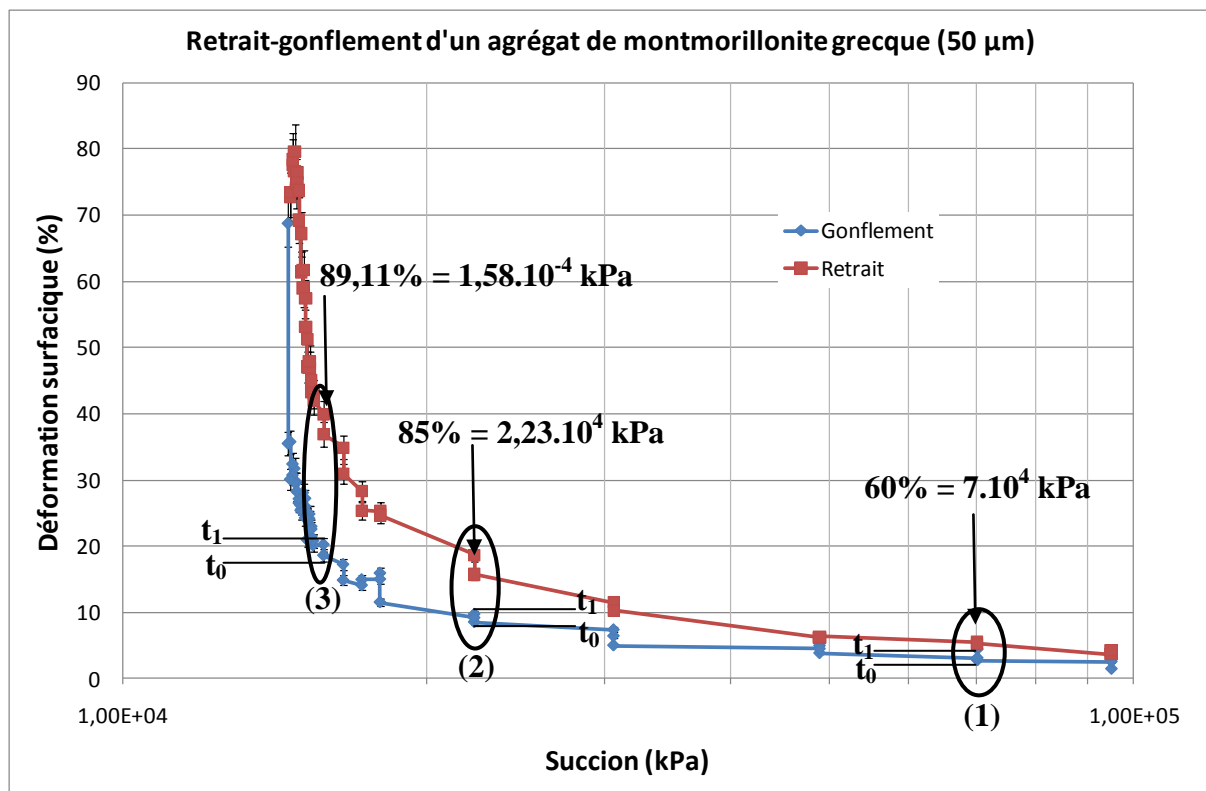


Figure 102: Illustration du choix des trois humidités relatives pour l'étude de la cinétique du retrait-gonflement d'agrégats de 50 μm de montmorillonite grecque

Cinétique de gonflement

Les courbes décrivant la cinétique du gonflement des agrégats de montmorillonite grecque sont présentées sur la Figure 103 avec une erreur relative de 5 % (cf. section 5.1). Elles sont représentées sous deux formes : une forme « cumulative » présentant les déformations totales au cours de l'essai et une forme « individuelle » présentant les déformations pour chaque palier. L'allure générale de ces courbes montre que la déformation surfacique augmente :

- avec le temps : la déformation surfacique augmente rapidement au début de l'humidification puis de façon plus douce. La déformation, se produisant de manière continue en fonction du temps, montre que le gonflement est un phénomène croissant et non instantané, dénotant une cinétique de l'absorption d'eau (de diffusion). Celle-ci pénètre plus ou moins progressivement dans l'agrégat, en fonction de l'hétérogénéité et la perméabilité de l'argile.
- avec l'humidité relative : la déformation surfacique augmente avec l'humidité relative, confirmant l'importance des fortes humidités relatives (donc des faibles succions) dans le retrait-gonflement. L'addition de la déformation surfacique propre à chaque humidité relative fournit la déformation surfacique totale lors du gonflement (soit 68 %).

Les courbes de cinétique (Figure 103) présentent une évolution quasi-identique entre elles, quelle que soit l'humidité concernée. Le début de l'humidification présente notamment la même pente pour ces trois courbes réponses. Cette partie caractéristique de la courbe permet de délimiter deux domaines dans la cinétique de gonflement :

- Une première phase ou domaine, qui dure 0,5 minute pour 60 % d'HR et 1 minute pour 85 % et 89,11 % d'HR, où la déformation augmente rapidement. La différence de durée de cette phase en fonction de l'humidité relative est due à l'apport d'eau lié à cette humidité relative. Plus l'humidification est importante, plus cette première phase sera longue.
- Une deuxième phase, où l'augmentation de la déformation surfacique évolue plus lentement. Lors de cette phase, les courbes d'humidités moyenne et forte (85 % et 89,11 %) se croisent, cependant ces courbes restent proches et cette particularité est certainement liée à l'incertitude de la mesure. De plus, l'analyse d'image étant réalisée manuellement, sur des images dont le contraste et la brillance ne sont pas toujours optimaux, avec une qualité d'image dégradée à forte humidité (89,11 % d'HR), cela peut influencer le jugement de l'opérateur sur les contours de l'agrégat, perdant ainsi une partie de la déformation surfacique. L'incrément de la déformation surfacique maximale « individuelle¹⁸ » mesurée en gonflement est ici de 4,5 % (à 89,11 % d'HR).

¹⁸ Nous appelons déformation surfacique maximale « individuelle » la déformation surfacique maximale mesurée à stabilisation à une humidité relative donnée. Elle est donc propre à chaque humidité relative.

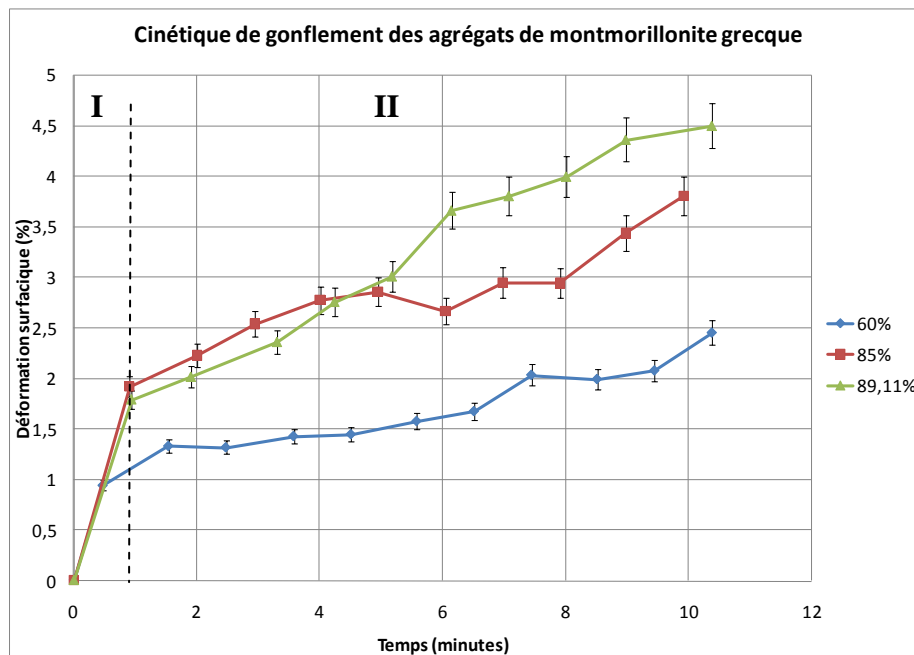
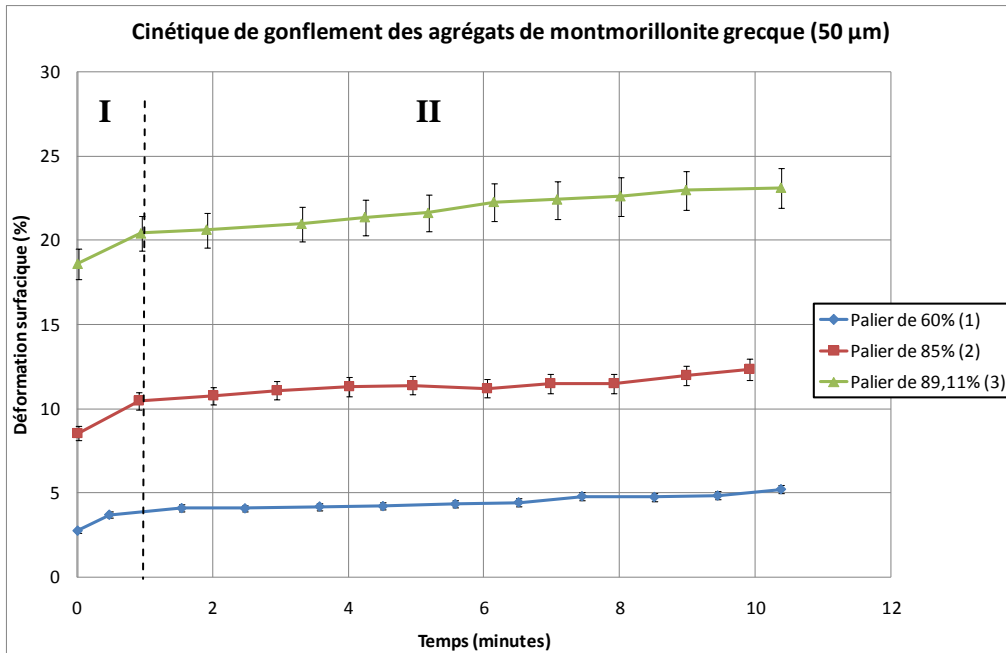


Figure 103: Evolution de la déformation surfacique en fonction du temps. Courbe de gonflement de la montmorillonite grecque sur agrégats de 50 μm pour trois humidités relatives (60 %, 85 % et 89,11 %). Courbes « cumulatives » en haut ; courbes « individuelles » en bas.

On observe que le gonflement pour les trois humidités relatives ne semble pas stabilisé à la fin des différents paliers. Précisons que ces paliers ont une durée de 10 minutes, durée déterminée à partir du caractère très gonflant et donc réactif de la montmorillonite grecque, et par souci de rapidité de l'essai. La question du choix de la durée des paliers a été traitée dans la section 5.1.

Cinétique de retrait

Les courbes de cinétique de retrait des agrégats de montmorillonite grecque sont présentées sur la Figure 104 avec une erreur relative de 5 % (cf section 5.1). L'allure générale de ces courbes est similaire à celle des courbes de cinétique du gonflement. Les courbes de cinétique présentent une évolution parallèle entre elles, dénotant une cinétique similaire quelle que soit l'humidité concernée. On retrouve la délimitation en deux phases de la cinétique :

- Une première phase, durant 1 minute pour 85 % et 89,11 % d'HR, où la déformation augmente rapidement. Ces deux courbes présentent une évolution parallèle, différenciées par la déformation surfacique atteinte. Cette première phase ne semble pas affecter la courbe de 60 % d'HR, la majeure partie du retrait ayant été déjà effectuée.
- Une deuxième phase, où la déformation surfacique augmente plus lentement. Lors de cette phase, les courbes évoluent parallèlement, avec un écart d'environ 1 %.

Les paliers de temps sont ici de 5 minutes, les observations au MEBE montrant que le retrait est plus rapide que le gonflement pour la montmorillonite grecque. Cependant, les mêmes remarques quant à la stabilisation énoncées pour le gonflement sont valables pour le retrait. L'incrément de la déformation surfacique maximale « individuelle » en retrait est de 3 %, inférieur à celle en gonflement (4,5 %). De même, les incréments des déformations surfaciques pour 60 % et 85 % d'HR en retrait sont inférieurs à celles en gonflement. La montmorillonite grecque présente une surface spécifique et une C.E.C. importantes, permettant une grande capacité d'absorption d'eau et donc de gonflement. Lors du séchage, les liaisons entre l'eau et les feuillets argileux sont plus fortes que la succion ; la quantité d'eau disponible pouvant s'évaporer est moins importante que la quantité d'eau absorbée, réduisant ainsi le retrait.

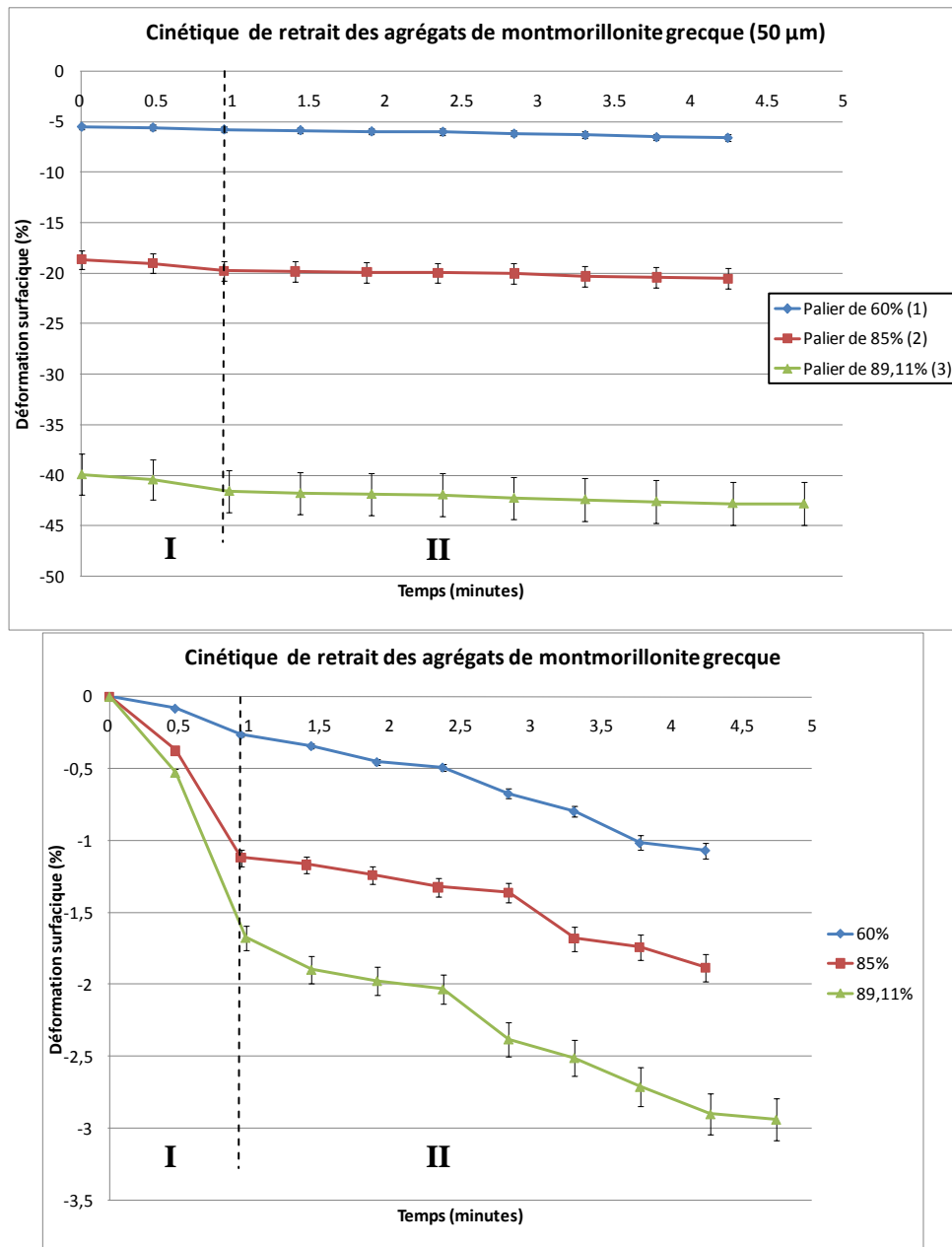


Figure 104: Evolution de la déformation surfacique en fonction du temps. Courbe de retrait de la montmorillonite grecque sur agrégats de 50 μm. Courbes « cumulatives » en haut ; courbes « individuelles » en bas.

Taux de déformation

Les taux de déformation en gonflement et en retrait sont présentés sur les Figure 105 et Figure 106. Ils sont définis par le rapport $\frac{\Delta\varepsilon}{\Delta t}$ pour une humidité relative donnée. En ce qui concerne le gonflement, on retrouve la cinétique en deux phases exposée précédemment : un taux de déformation important, d'environ 2 %/minute, est observé pendant 1 minute (0,5 minutes pour 60 % d'HR), puis le taux de déformation est constant dans le temps (0,25 %/minute). En ce qui concerne le retrait, on retrouve la cinétique en deux phases, à la différence que la première phase met en évidence un temps de réaction de l'agrégat. En effet, le taux de déformation diminue

instantanément en gonflement, tandis qu'il présente un saut (jusqu'à 2,4 %/minute) avant de diminuer et d'atteindre une valeur constante dans le temps (0,25 %/minute). Cela met en évidence une inertie dans la propagation du retrait au sein de l'agrégat, liée aux mêmes paramètres que ceux de la cinétique de retrait (liaisons fortes entre les feuillets argileux et l'eau).

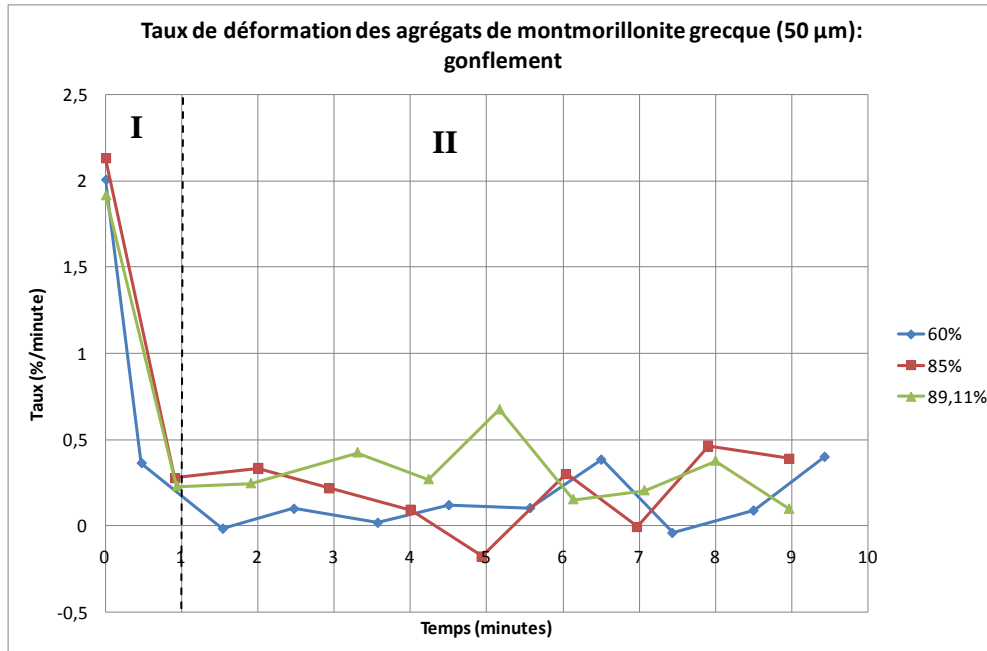


Figure 105: Evolution du taux de déformation en fonction du temps pour la montmorillonite grecque (agrégats de 50 µm) en gonflement.

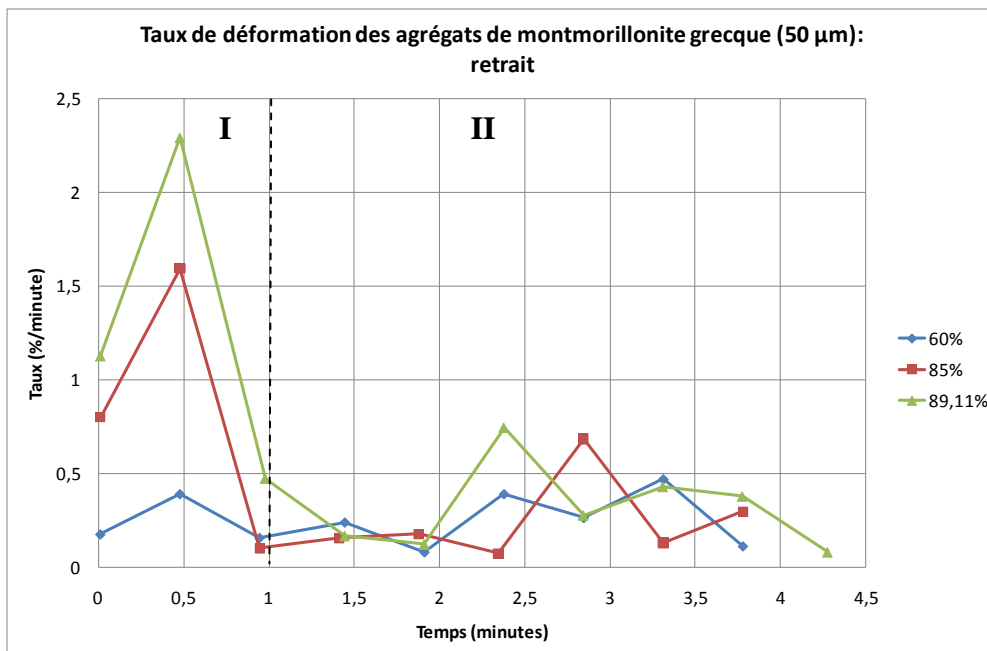


Figure 106: Evolution du taux de déformation en fonction du temps pour la montmorillonite grecque (agrégats de 50 µm) en retrait.

Récapitulatif pour la montmorillonite grecque

Le Tableau 15 récapitule les caractéristiques établies à partir des différentes courbes présentées précédemment. Le gonflement (ou retrait) cumulé est la déformation surfacique totale extraite de la courbe de retrait-gonflement (Figure 102). Rappelons que les valeurs de gonflement et de retrait cumulé présentées ici prennent en compte la présence d'une fine pellicule d'eau autour de l'agrégat. Ces valeurs sont donc surestimées par rapport à la déformation réelle. Le gonflement ou retrait « individuel » maximum est la déformation surfacique maximale mesurée pour une humidité relative considérée. La déformation surfacique maximale est obtenue des courbes de cinétique de gonflement et de retrait (Figure 103 et Figure 104). Le taux de gonflement (ou de retrait) maximum est le taux de déformation maximum mesuré lors des première et deuxième phases (Figure 106).

Tableau 15: Tableau récapitulatif des caractéristiques extraites des courbes de retrait-gonflement, de cinétique et de taux de déformation de la montmorillonite grecque sur agrégats de 50 μm

Gonflement			Retrait		
Gonflement cumulé (%)	Gonflement « individuel » max. (%)	Taux moyen de gonflement max. (%/min)	Retrait cumulé (%)	Retrait « individuel » max. (%)	Taux moyen de retrait max. (%/min)
68	4,5	2-0,25	72,7	3	2,4-0,25

Les valeurs de taux de déformation correspondent respectivement aux deux phases observées précédemment.

Nous observons que le retrait cumulé est plus important que le gonflement cumulé, en raison de la déformation qui semblerait « irréversible » de l'agrégat lors de la sursaturation en eau (formation de la pellicule d'eau). La surface de l'agrégat et le taux de retrait maximum étant plus importants, le retrait total est plus important que le gonflement total. En supposant que l'agrégat ne se serait pas déformé dans l'eau et que la cinétique de retrait est identique, à la fin du cycle de retrait-gonflement, le retrait serait plus important que le gonflement : le cycle commençant à 50 % d'HR, les agrégats contiennent déjà une certaine quantité d'eau (14,4 % de teneur en eau initiale). L'humidification rajoute de l'eau à celle déjà présente, ce qui entraîne une quantité d'eau plus importante à évaporer lors du retrait. Cependant, la courbe de retrait-gonflement montre que, malgré l'influence de la déformation « irréversible » de l'agrégat, le chemin du retrait est similaire à celui du gonflement entre 50 % et 80 % d'humidité relative. Cela montre une « réversibilité » du comportement de la montmorillonite grecque en retrait-gonflement et la particularité marquée du comportement aux fortes humidités relatives, lieu de l'hystérésis.

Le retrait « individuel » maximum est plus petit que le gonflement individuel maximum, ce qui montre que : (i) l'évaporation de l'eau est plus difficile que son absorption (observation mise en évidence par Saiyouri (1996)) ; (ii) que le retrait s'opère principalement aux très fortes humidités relatives (supérieures à 89,11 % d'HR).

Le taux de retrait maximum (correspondant à 89,11 % d'HR) est supérieur à celui du gonflement lors de la première phase de la cinétique, corroborant les conclusions énoncées précédemment de l'importance des très fortes humidités relatives, de l'influence de la déformation irréversible de l'agrégat et de la quantité importante d'eau à évaporer. En revanche, ces deux taux sont similaires lors de la deuxième phase de la cinétique, montrant l'évolution parallèle de ces deux chemins.

5.3 ARGILE VERTE DE ROMAINVILLE (AGREGATS DE 50 μM)

5.3.1 Observations et courbes de retrait-gonflement

La courbe de retrait-gonflement de l'argile verte de Romainville permet de comparer les résultats de ce protocole expérimental sur une argile complètement différente de la montmorillonite grecque (argile naturellement hétérogène, présence de carbonates et de minéraux argileux non gonflants). Cette courbe est établie sur le même principe, avec la même taille d'agrégat, seul le temps nécessaire à la stabilisation des paliers change (Figure 107). En effet, pour les agrégats d'argile verte de Romainville, le temps d'équilibre choisi est de 30 minutes, en raison de la cinétique plus lente qui peut être due au caractère naturellement hétérogène de cette argile et sa composition minéralogique (cf section 5.1).

Les états A, B et C sont les mêmes que pour la montmorillonite grecque. Entre les états B' et C, le séchage des agrégats induit du retrait, mais pas de déstructuration (Figure 108). Dans le cas présent, ce n'est pas ce phénomène qui explique l'hystérésis entre le gonflement et le retrait. Au début du séchage et pendant plusieurs paliers, une pellicule d'eau entoure les agrégats qui continuent de se déformer (état B'). Les contours des agrégats ne sont pas visibles. Cela conduit inévitablement à une surestimation de la surface, ce qui explique le décalage entre la fin estimée du gonflement (état B) et le début estimé du séchage (état B'). La pellicule d'eau est très épaisse : sa suppression peut prendre du temps et/ou nécessiter une succion suffisante. Une telle épaisseur est due à l'hétérogénéité naturelle de l'argile verte de Romainville, qui caractérise également les agrégats. Cette hétérogénéité induit des différences d'absorption à la surface et à l'intérieur de l'agrégat. Une première phase d'absorption se produit à la surface puis l'eau pénètre difficilement à l'intérieur à cause de la présence de minéraux non gonflants de type carbonates par exemple. Ce faible taux de pénétration de l'eau dans l'agrégat induit une accumulation de l'eau en surface et donc l'épaississement de la pellicule. Cependant, malgré l'hétérogénéité de cette argile, les chemins de gonflement et de retrait sont similaires : la déformation surfacique est donc « quasi-réversible », quel que soit le chemin emprunté.

L'évolution de la déformation présente deux phases, de manière modérée entre $9,51 \cdot 10^4$ kPa et $3,06 \cdot 10^4$ kPa, puis plus fortement entre $3,06 \cdot 10^4$ kPa et $1,46 \cdot 10^4$ kPa. Qualitativement, l'évolution de la déformation est similaire à celle de la montmorillonite grecque. Seule la déformation surfacique maximale est différente, puisqu'elle est de 25 % pour l'argile verte de Romainville. Il semblerait donc que les argiles, avec ce protocole expérimental, gonflent de la même manière (évolution de la déformation) mais pas dans les mêmes proportions (intensité de la déformation).

Pour la même taille d'agrégats (50 μm) et pour un temps d'équilibre de 10 minutes pour la montmorillonite grecque et de 30 minutes pour l'argile verte de Romainville, l'intensité de la déformation est de 60 % pour la montmorillonite grecque et de 25 % pour l'argile verte de Romainville. Rappelons que la montmorillonite grecque est composée principalement de smectite, tandis que l'argile verte de Romainville contient différents composants (kaolinite, illite, interstratifiés illite/smectite, carbonates, quartz, feldspath). Le gonflement peut se développer librement dans la montmorillonite grecque grâce à la smectite. Au contraire, le gonflement est gêné dans l'argile verte de Romainville à cause de deux éléments :

- La présence de kaolinite et d'illite, qui sont des espèces argileuses à fortes liaisons ;
- Les carbonates qui sont connus pour constituer de la cimentation.

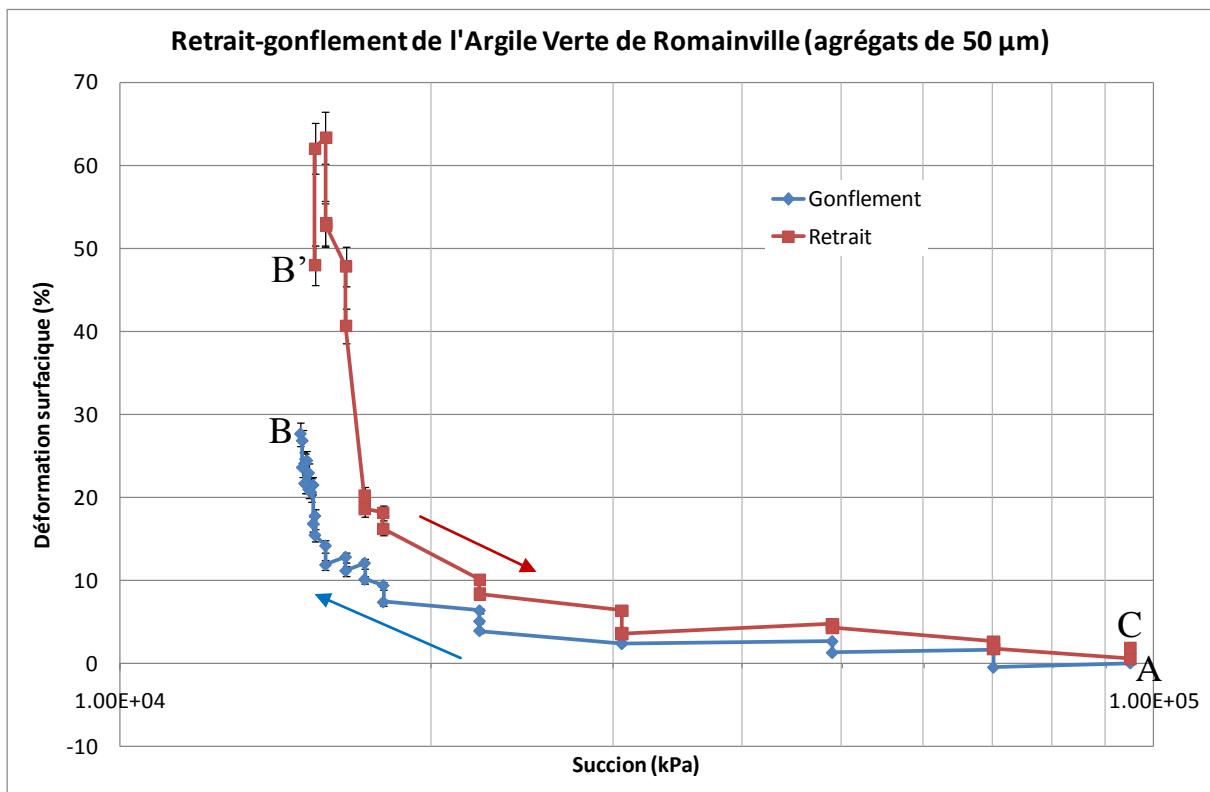


Figure 107: Evolution de la déformation surfacique en fonction de la succion. Courbe de retrait-gonflement de l'argile verte de Romainville sur agrégats de 50 μm

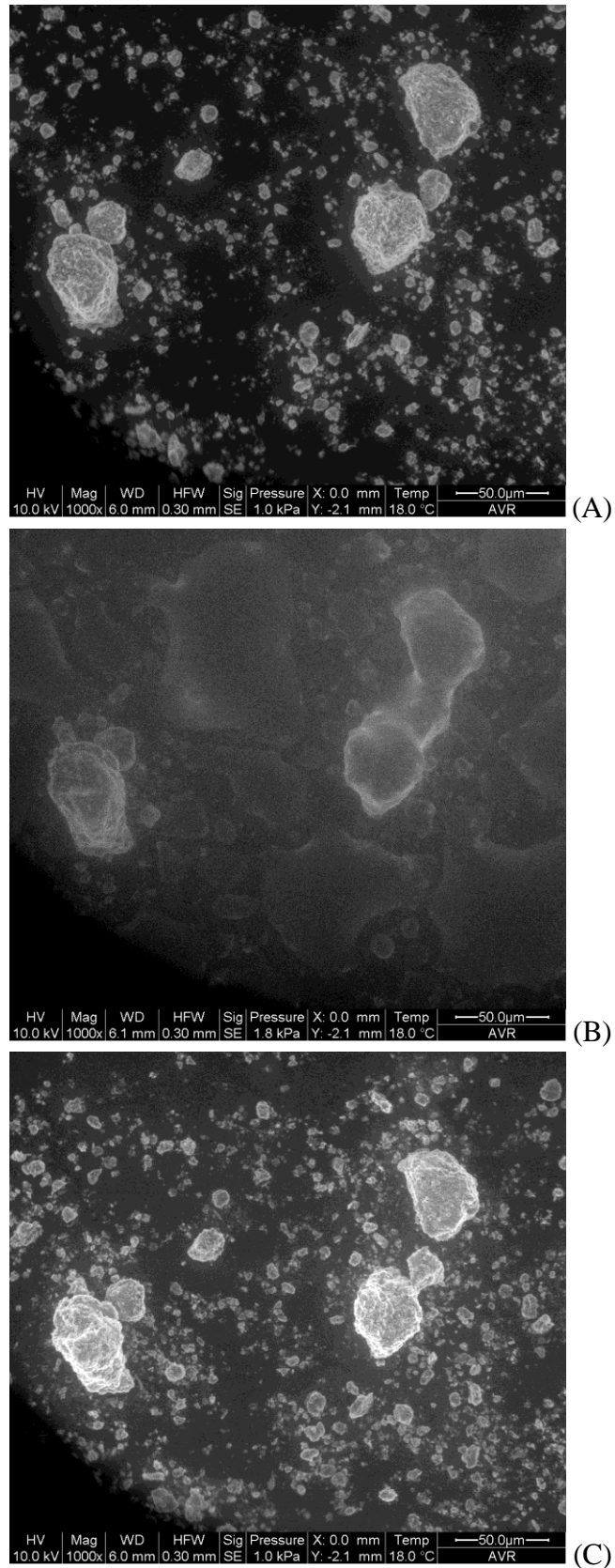


Figure 108: Evolution des agrégats d'argile verte de Romainville en fonction de l'humidité relative. Trois états du cycle d'humidification-séchage sont présentées : (A) état initial ; (B) avant la saturation totale ; (C) après séchage (Images MEBE, grandissement : 1000).

5.3.2 Cinétiques de retrait-gonflement

Cinétique de gonflement

Les courbes décrivant la cinétique de gonflement des agrégats d'argile verte de Romainville sont présentées sur la Figure 109 avec une erreur relative de 5 % (cf section 5.1). L'allure générale de ces courbes est similaire à celle des courbes de cinétique de gonflement de la montmorillonite grecque. Les courbes de cinétique présentent une évolution parallèle entre elles, dénotant une cinétique similaire quelle que soit l'humidité concernée. Cependant, la cinétique du gonflement semble présenter quatre phases distinctes, contrairement à celle de la montmorillonite grecque qui présentait deux phases :

- Une première phase (3 minutes), pendant laquelle la déformation augmente rapidement. Les courbes 60 % et 85 % d'HR y présentent une évolution confondue, seule la courbe 89,11 % d'HR se différencie, montrant l'importance des fortes humidités relatives.
- Une deuxième phase (entre 3 et 6 minutes), pendant laquelle la déformation surfacique augmente plus lentement. Lors de cette phase, la courbe à 85 % d'HR se différencie de la courbe à 60 % d'HR, prenant une part active dans la troisième phase.
- Une troisième phase (entre 6 et 10 minutes), pendant laquelle la déformation surfacique reprend avec une pente similaire à la première phase. La courbe à 60 % d'HR semble peu affectée par ce phénomène. L'humidification n'est peut-être pas suffisante pour enclencher cette reprise de déformation. L'incrément de la déformation « individuelle » maximale est de 3,7 % (pour 89,11 % d'HR).
- Une quatrième phase (entre 10 et 30 minutes), pendant laquelle la déformation tend à se stabiliser.

Cette décomposition en quatre phases de la cinétique pourrait s'expliquer par l'hétérogénéité qui caractérise cette argile. Les agrégats peuvent être eux-mêmes hétérogènes, constitués de particules elles-mêmes hétérogènes. L'absorption d'eau serait donc plus difficile ; l'eau devrait traverser des milieux et des pores hétérogènes qui la freinent voire la bloquent dans son parcours. L'absorption d'eau peut se faire de manière concentrique, de l'extérieur vers l'intérieur de l'agrégat. La première phase pourrait traduire le gonflement de la périphérie de l'agrégat. Durant la deuxième phase, l'eau pourrait pénétrer difficilement à l'intérieur de l'agrégat, induisant un gonflement modéré. Puis, lorsqu'elle atteint le centre de l'agrégat, elle libérerait des pores en périphérie, laissant la place à de nouvelles molécules d'eau. La troisième phase débiterait alors, avec la reprise de la déformation.

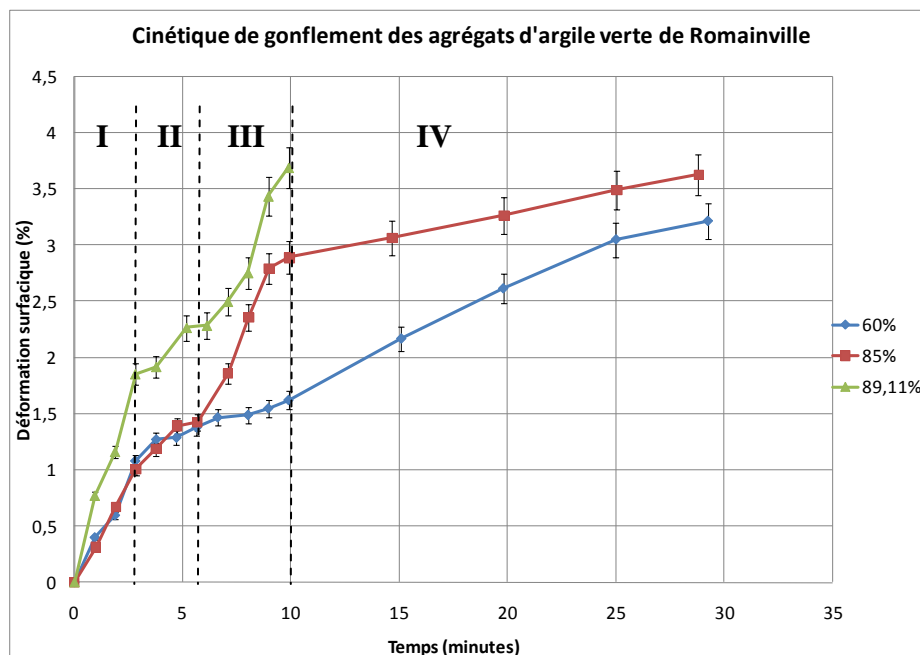
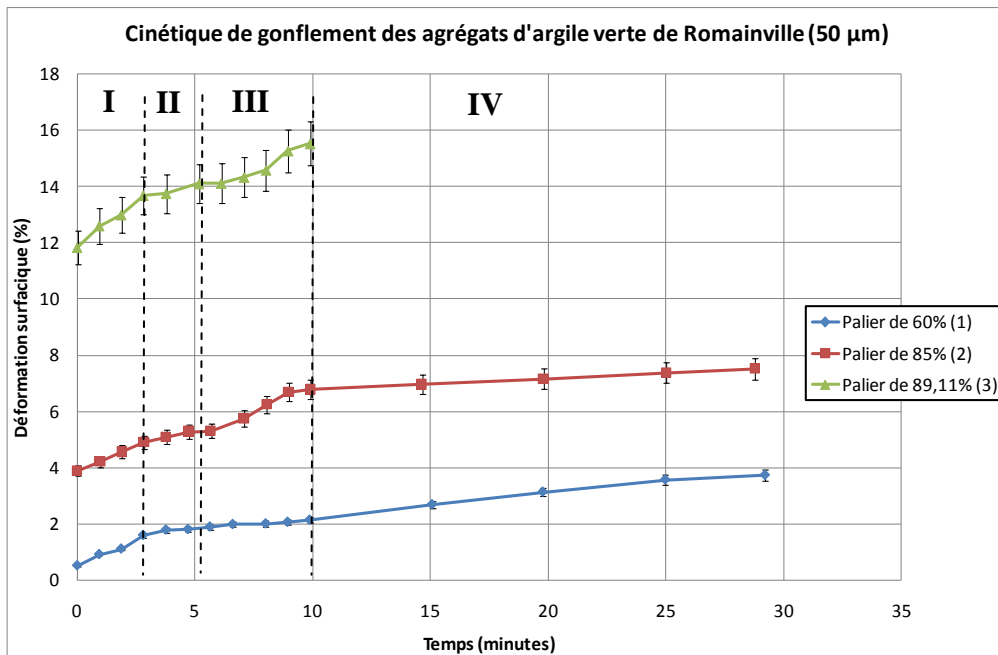


Figure 109: Evolution de la déformation surfacique en fonction du temps. Courbe de gonflement de l'argile verte de Romainville sur agrégats de 50 μm . Courbes « cumulatives » en haut ; courbes « individuelles » en bas.

Cinétique de retrait

Les courbes de cinétique du retrait des agrégats d'argile verte de Romainville sont présentés Figure 110 avec une erreur relative de 5 % (cf section 5.1). L'allure générale de ces courbes est similaire à celle des courbes de cinétique du gonflement, à ceci près que la présence de la pellicule d'eau au début du séchage influence fortement l'allure de la courbe à 89,11 % d'HR, écrasant les deux autres. En effet, par sa présence, elle induit une surestimation de la surface de l'agrégat mais aussi, lors de son évaporation, l'évolution de la déformation est importante et rapide. En dehors de

cela, les courbes de cinétique présentent une évolution parallèle entre elles, dénotant une cinétique similaire quelle que soit l'humidité concernée. On retrouve la délimitation en deux phases de la cinétique :

- Une première phase, durant 1 minute, où la déformation augmente rapidement.
- Une deuxième phase, où la déformation surfacique augmente plus lentement. Lors de cette phase, les courbes 60 % et 85 % d'HR évoluent de manière confondue, mettant en évidence une cinétique et des déformations surfaciques similaires quelles que soient l'humidité. La courbe 89,11 % d'HR présente des déformations très importantes mais elles sont influencées par la présence de la pellicule d'eau. Sans celle-ci, on peut supposer que cette courbe aurait été similaire aux deux autres.

L'incrément de la déformation surfacique maximale « individuelle » en retrait est de 6,5 %, en incluant l'influence de la pellicule d'eau. Il est difficile d'estimer la part de la pellicule d'eau et du retrait réel dans cette déformation, c'est pourquoi nous garderons cette valeur. Elle est supérieure à celle en gonflement (3,7 %) ; cependant, en se basant sur les incréments des déformations surfaciques à 60 % et 85 % d'HR, on peut penser que la déformation maximale « individuelle » devrait être similaire ou inférieure à celle du gonflement.

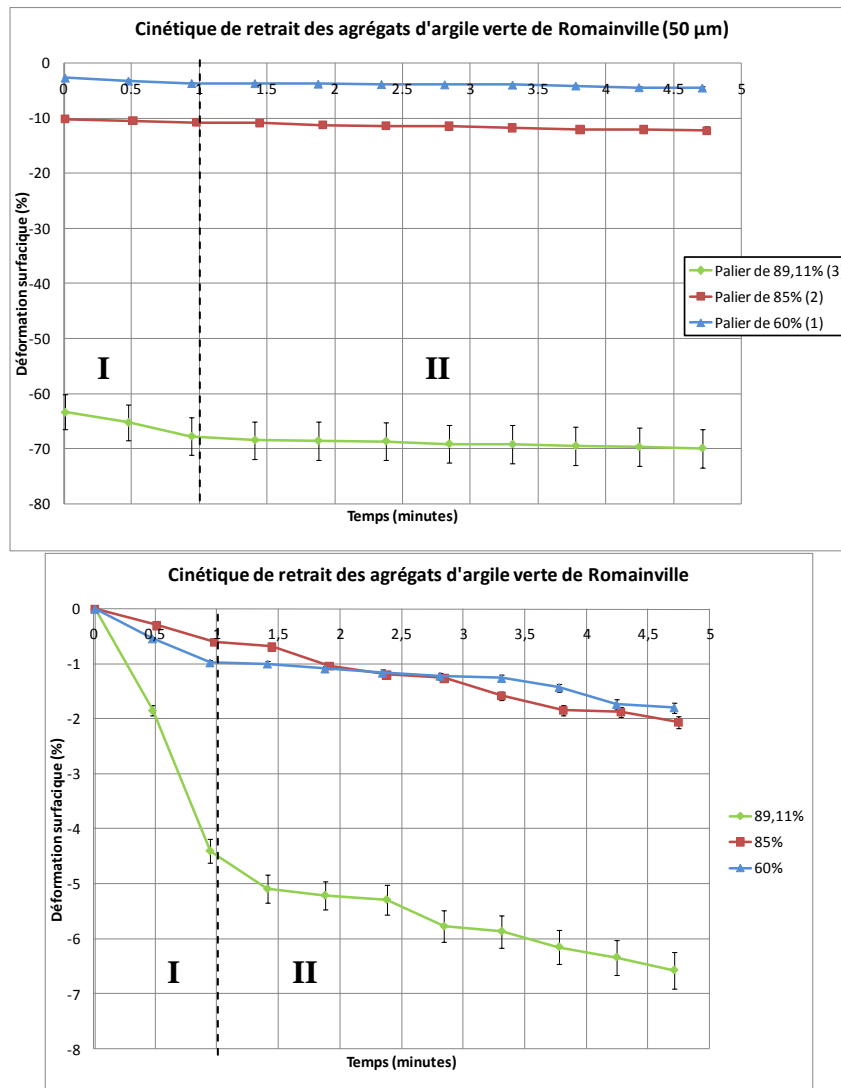


Figure 110: Evolution de la déformation surfacique en fonction du temps. Courbe de retrait de l'argile verte de Romainville sur agrégats de 50 µm. Courbes « cumulatives » en haut ; courbes « individuelles » en bas.

Taux de déformation

Les taux de déformation en gonflement et en retrait sont présentés Figure 111 et Figure 112. En ce qui concerne le gonflement, on retrouve la cinétique en trois phases exposée précédemment : un taux de déformation important, d'environ 0,82 %/minute, pendant 3 minutes, puis le taux de déformation est constant avec le temps (0,15 %/minute). A partir de la sixième minute, le taux de déformation augmente jusqu'à 0,7 %/minute. En ce qui concerne le retrait, on retrouve la cinétique « classique » en deux phases, avec un temps de réaction de l'agrégat lors de la première phase. Le taux de déformation présente un saut (jusqu'à 5,6 %/minute) avant de diminuer et d'atteindre une valeur constante avec le temps (0,5 %/minute). Cela met en évidence une inertie dans la propagation du retrait au sein de l'agrégat, et notamment au niveau de l'évaporation de la pellicule d'eau entourant l'agrégat. Les taux de déformation pour les courbes de 60 % et 85 % sont assez similaires tout au long du palier, confirmant le rôle important des fortes humidités (89,11 %) dans le retrait.

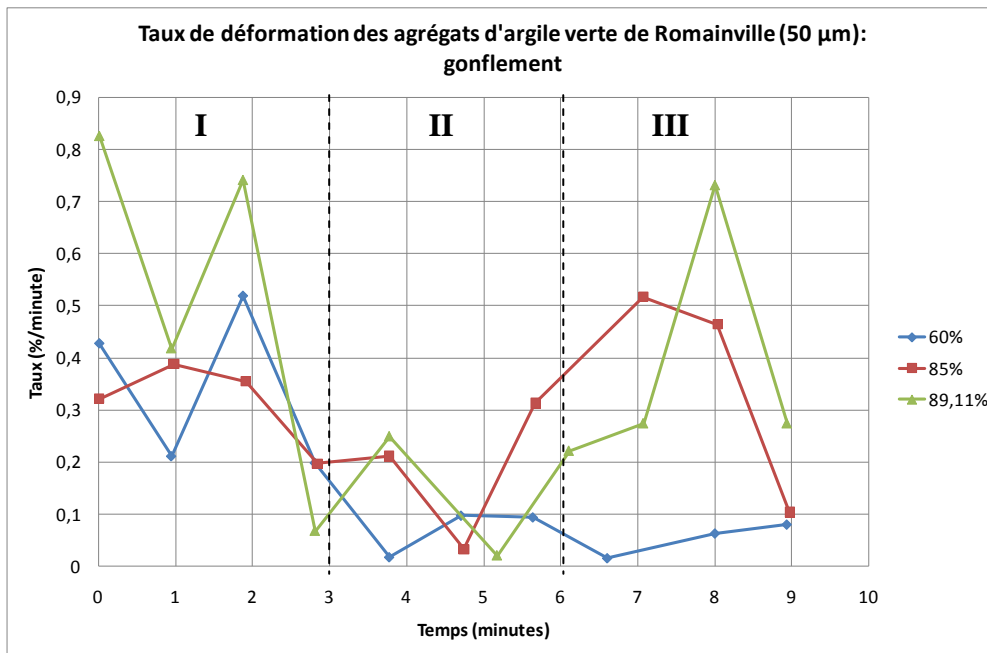


Figure 111: Evolution du taux de déformation en fonction du temps. Evolution en gonflement pour l'argile verte de Romainville sur agrégats de 50 µm.

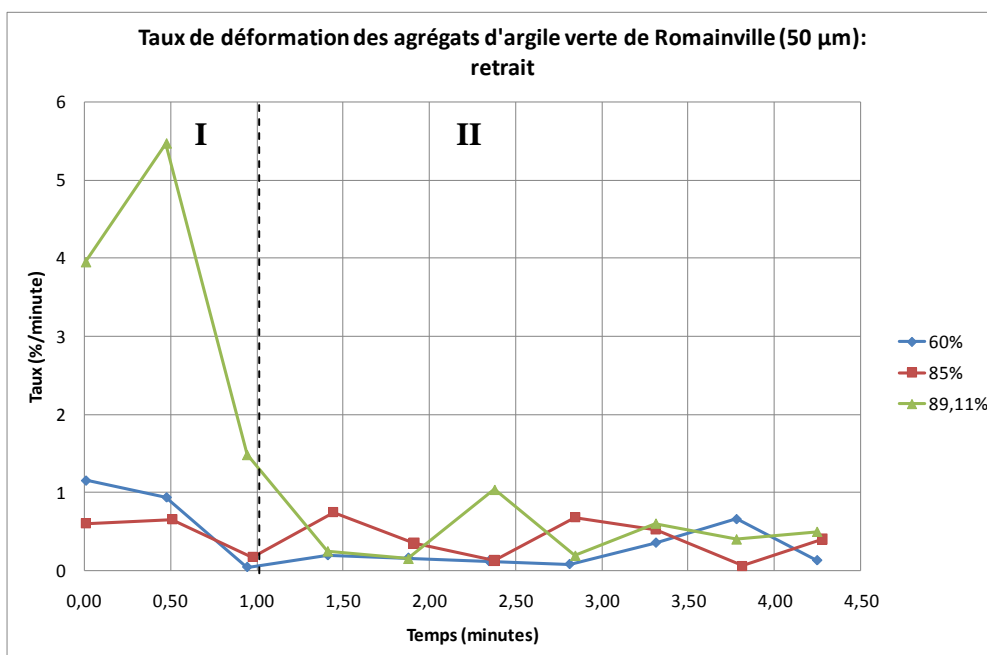


Figure 112: Evolution du taux de déformation en fonction du temps. Evolution en retrait pour l'argile verte de Romainville sur agrégats de 50 µm.

Récapitulatif pour l'argile verte de Romainville

Le Tableau 16 récapitule les caractéristiques établies à partir des différentes courbes présentées précédemment.

Tableau 16: Tableau récapitulatif des caractéristiques extraites des courbes de retrait-gonflement, de cinétique et de taux de déformation de l'argile verte de Romainville

Gonflement			Retrait		
Gonflement cumulé (%)	Gonflement « individuel » max. (%)	Taux moyen de gonflement max. (%/min)	Retrait cumulé (%)	Retrait « individuel » max. (%)	Taux moyen de retrait max. (%/min)
27,6	3,7	0,82-0,15-0,7	63	6,7	5,6-0,5

Le retrait cumulé est plus important que le gonflement cumulé, en raison de la présence d'une pellicule d'eau lors du début du séchage. La surface de l'agrégat et le taux de retrait maximum étant plus importants, le retrait total est plus important que le gonflement. Cependant, la courbe de retrait-gonflement montre que, malgré l'influence de la pellicule d'eau en début de retrait, le chemin du retrait est similaire à celui du gonflement à partir du moment où la pellicule d'eau a disparu. Cela montre une certaine réversibilité du comportement de l'argile verte de Romainville en retrait-gonflement.

Le retrait « individuel » maximum est plus grand que le gonflement individuel maximum, résultant de la présence de la pellicule d'eau. En l'absence de cet événement et en se basant sur les valeurs des courbes des humidités moyennes et faibles, le retrait « individuel » maximum devrait être similaire ou inférieur au gonflement « individuel » maximum.

Le taux de retrait maximum (correspondant à 89,11 % d'HR) est supérieur à celui du gonflement lors des deux phases de la cinétique, corroborant les conclusions énoncées précédemment de l'influence d'une pellicule d'eau lors du début du séchage. De plus, lors de la deuxième phase de cinétique, le taux de retrait important est en adéquation avec les taux de gonflement tout aussi importants nécessaires à l'absorption d'eau.

5.4 PETITS AGREGATS DE MONTMORILLONITE GRECQUE (10 µm)

5.4.1 Observations et courbes de retrait-gonflement

Le protocole expérimental progressif avec paliers d'équilibre est appliqué sur des agrégats de 10 µm (soit cinq fois plus petits que la taille « moyenne ») de montmorillonite grecque afin de pouvoir comparer l'influence de la taille des agrégats sur les courbes de retrait-gonflement.

Les états A, B et C sont les mêmes que pour les agrégats de 50 µm. Entre les états B et B', le séchage des agrégats induit le déplacement de l'agrégat considéré (Figure 113, agrégat localisé par la flèche). Ce phénomène explique l'hystérésis entre le gonflement et le retrait (Figure 114). Le déplacement de l'agrégat induit une diminution de la surface lors de l'état final du gonflement pendant la saturation totale de la zone d'observation (état B). Le début du chemin de retrait

commence donc à une surface plus petite que celle de la fin du chemin de gonflement (état B'). Cela induit une hystérésis importante et des valeurs négatives à partir de $2,23 \cdot 10^4$ kPa.

L'évolution de la déformation présente deux phases ; de manière modérée entre $9,51 \cdot 10^4$ kPa et $3,06 \cdot 10^4$ kPa, plus fortement entre $3,06 \cdot 10^4$ kPa et $1,46 \cdot 10^4$ kPa. Sur ces deux points, l'évolution de la déformation est similaire à celle des agrégats de $50 \mu\text{m}$. Seul le gonflement maximal est différent, puisqu'il est de 15 % pour les agrégats de $10 \mu\text{m}$. Il semblerait donc que les agrégats de 10 et $50 \mu\text{m}$, avec ce protocole expérimental, gonfleraient de la même manière (évolution de la déformation) mais pas dans les mêmes proportions (intensité du gonflement).

Pour le même temps d'équilibre (10 minutes), l'intensité du gonflement est de 60 % pour les agrégats de $50 \mu\text{m}$ et de 15 % pour les agrégats de $10 \mu\text{m}$. Le rapport de taille entre les deux types d'agrégats est de 5, tandis que le rapport d'amplitude du gonflement est de 4.

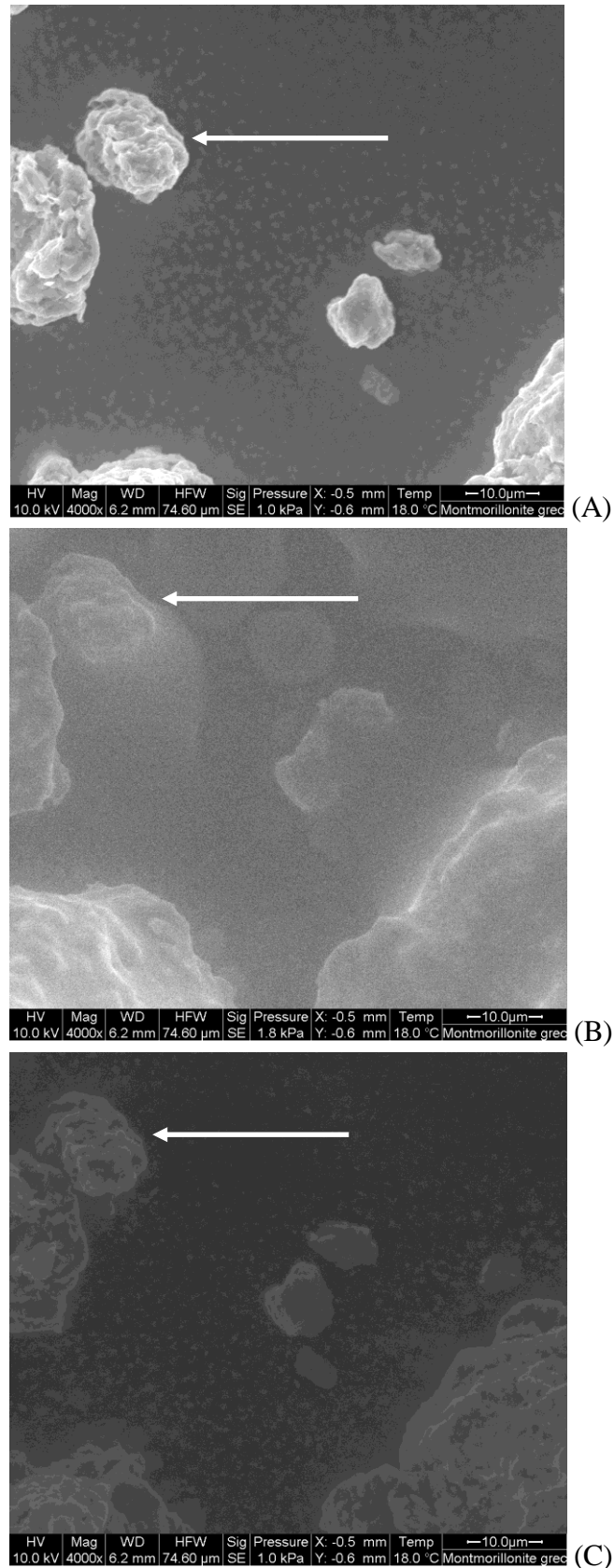


Figure 113: Evolution des petits agrégats de montmorillonite grecque en fonction de l'humidité relative. Trois états du cycle d'humidification-séchage sont présentés : (A) état initial ; (B) avant la saturation totale ; (C) après séchage (Images MEBE, grandissement : 4000).

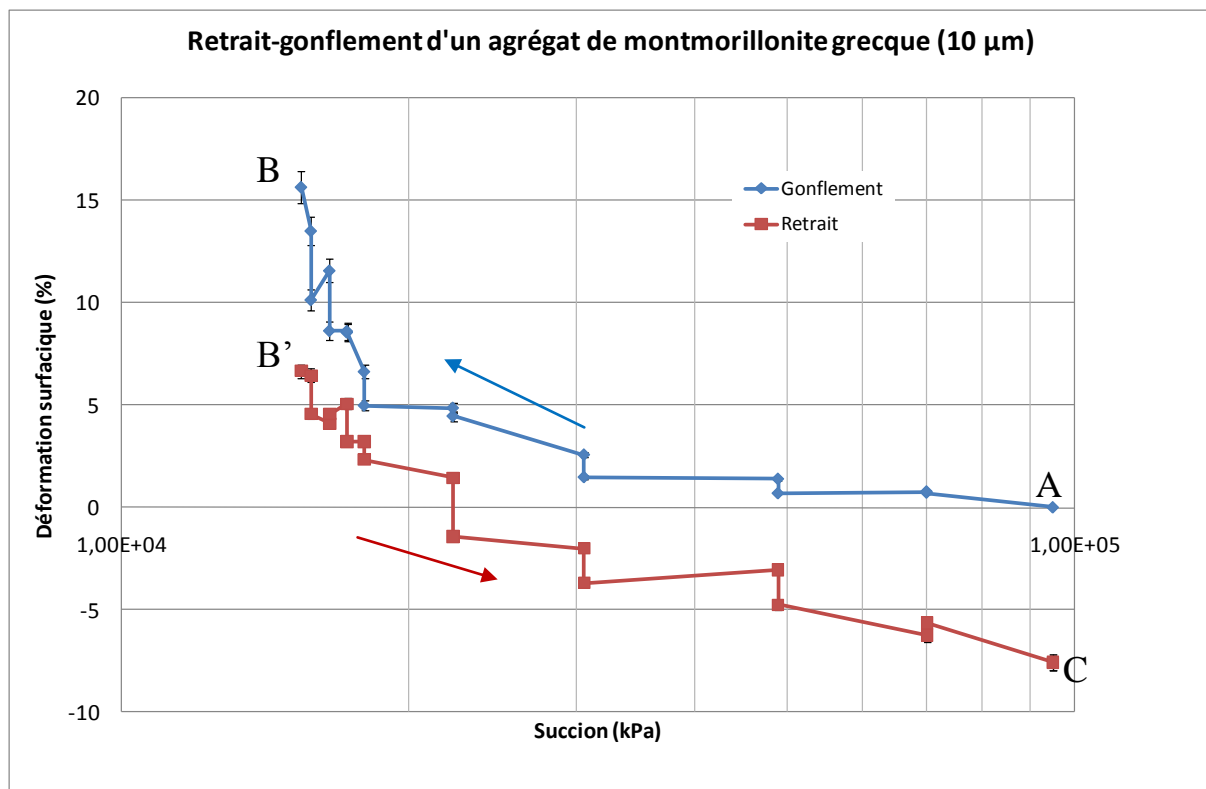


Figure 114: Evolution de la déformation surfacique en fonction de la succion. Courbe de retrait-gonflement de la montmorillonite grecque sur agrégats de 10 µm.

5.4.2 Cinétiques de retrait-gonflement

Cinétique de gonflement

Les courbes décrivant la cinétique du gonflement des agrégats de montmorillonite grecque de 10 µm sont présentés sur la Figure 115 avec une erreur relative de 5 % (cf section 5.1). L'allure générale de ces courbes est similaire à celle des courbes de cinétique du gonflement des agrégats de 50 µm. Les courbes de cinétique présentent une évolution parallèle entre elles, dénotant une cinétique similaire quelle que soit l'humidité concernée. Cependant, la cinétique du gonflement présente deux phases :

- Une première phase, durant 1 minute, où la déformation augmente rapidement. Les courbes 60 % et 85 % d'HR y présentent une évolution confondue, seule la courbe 89,11 % d'HR se différencie, représentant l'importance des fortes humidités relatives.
- Une deuxième phase, où la déformation surfacique augmente plus lentement. Lors de cette phase, les courbes d'humidités moyennes (60 % et 85 %) sont confondues. cette particularité est due à l'incertitude de la mesure. L'incrément de la déformation surfacique maximale « individuelle » mesurée en gonflement est de 4,7 % (à 89,11 % d'HR).

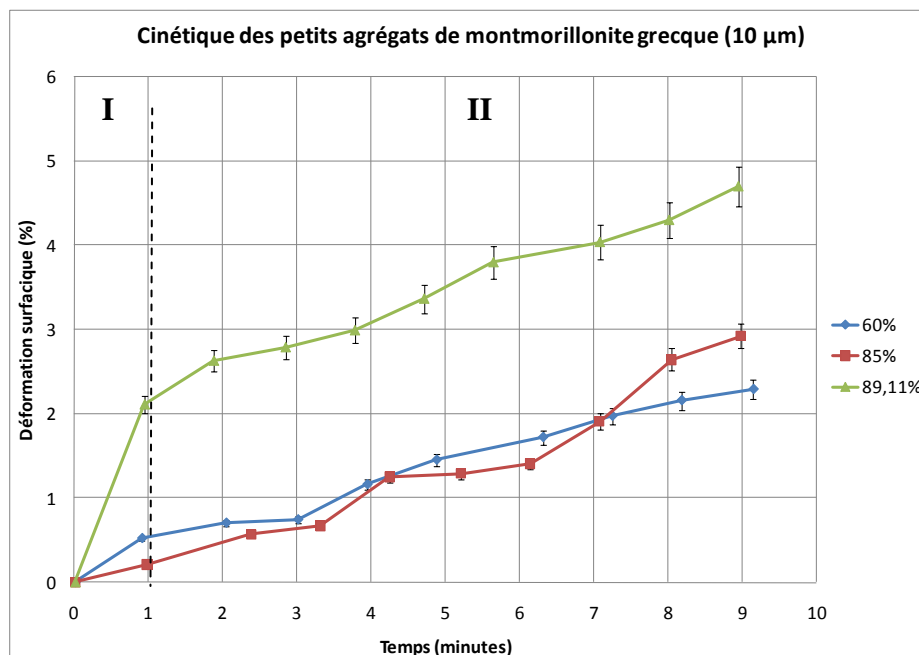
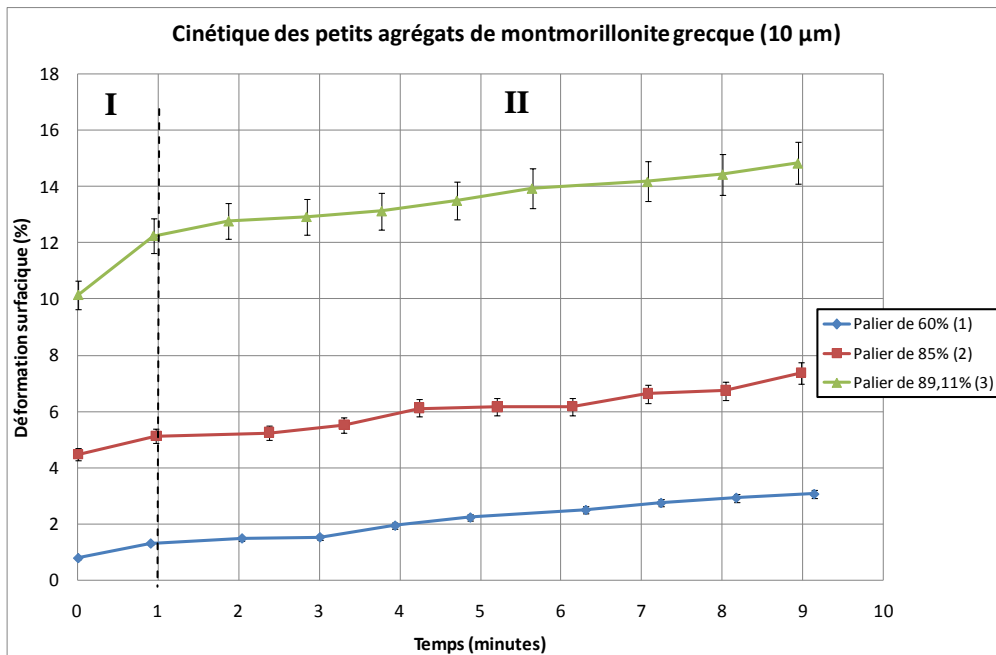


Figure 115: Evolution de la déformation surfacique en fonction du temps. Courbe de gonflement de la montmorillonite grecque sur agrégats de 10 μm . Courbes « cumulatives » en haut ; courbes « individuelles » en bas.

Cinétique de retrait

Les courbes de cinétique du retrait des agrégats de montmorillonite grecque sont présentés Figure 116 avec une erreur relative de 5 % (cf section 5.1). L'allure générale de ces courbes est similaire à celle des courbes de cinétique du gonflement. Les courbes de cinétique présentent une évolution parallèle entre elles, dénotant une cinétique similaire quelle que soit l'humidité concernée. On retrouve la délimitation en deux phases de la cinétique :

- Une première phase, durant 0,5 minute, où la déformation augmente rapidement.

- Une deuxième phase, où la déformation surfacique augmente plus lentement. Lors de cette phase, la courbe 85 % d'HR évolue de manière désordonnée entre les deux autres courbes, pendant les trois premières minutes du palier, mais ceci peut être dû à l'incertitude de la mesure ainsi qu'à la qualité de l'image, altérée à ces humidités relatives. Cependant, on peut supposer que l'évolution de cette courbe aurait été similaire aux deux autres.

L'incrément de la déformation surfacique maximale « individuelle » en retrait est de 3,3 %, inférieur à celle en gonflement (4,7 %). En revanche, les incréments des déformations surfaciques pour 60 % et 85 % d'HR en retrait sont similaires à ceux en gonflement. La montmorillonite grecque présente une surface spécifique et une C.E.C. importantes (600 m²/g ; 1100 mmol/kg), permettant donc une grande capacité d'absorption d'eau et donc de gonflement. Lors du séchage, les liaisons entre l'eau et les feuillets argileux pourraient être plus fortes que la succion ; la quantité d'eau disponible à l'évaporation serait moins importante que la quantité d'eau absorbée, minimisant ainsi le retrait aux fortes humidités. En revanche, aux humidités moyennes, la succion pourrait être plus importante que les liaisons eau-feuillets, rendant ainsi l'évolution et la quantification du retrait similaire au gonflement.

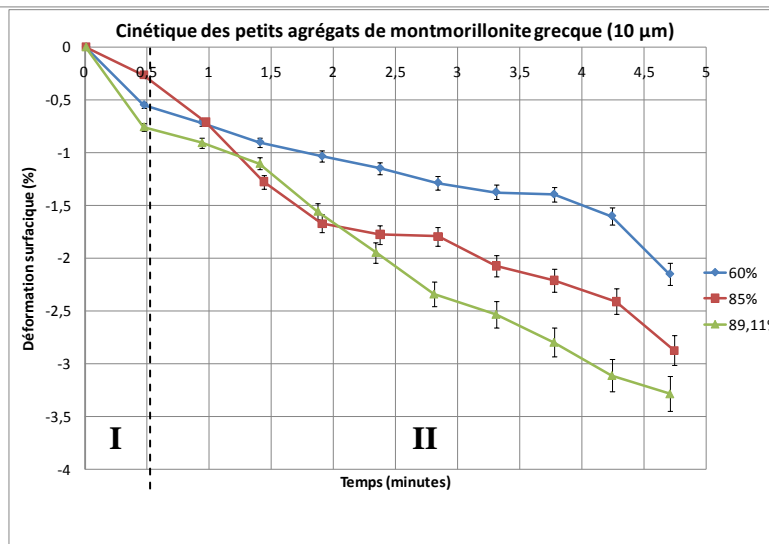
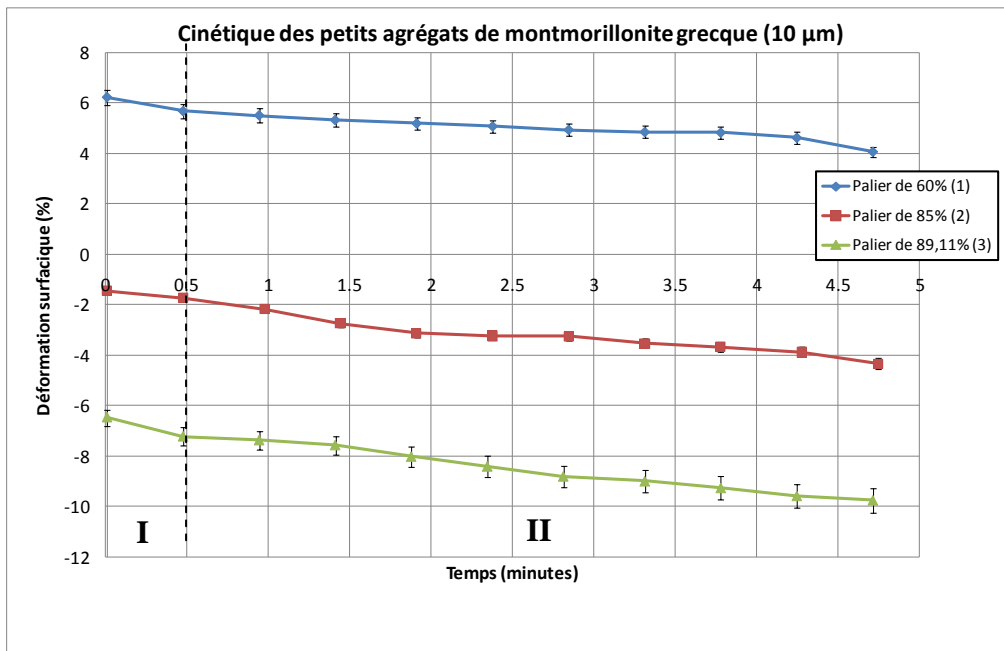


Figure 116: Evolution de la déformation surfacique en fonction du temps. Courbe de retrait de la montmorillonite grecque sur agrégats de 10 µm. Courbes « cumulatives » en haut ; courbes « individuelles » en bas.

Taux de déformation

Les taux de déformation en gonflement et en retrait sont présentés Figure 117 et Figure 118. En ce qui concerne le gonflement, on retrouve la cinétique en deux phases exposée précédemment : un taux de déformation important, d'environ 2,3 %/minute, est présent pendant 1 minute, puis le taux de déformation est constant avec le temps (0,25 %/minute). En ce qui concerne le retrait, on retrouve la cinétique en deux phases, à la différence que la première phase met en évidence une diminution instantanée du taux de déformation, contrairement aux agrégats de 50 µm. En effet, le taux de déformation diminue instantanément en gonflement (taux initial de 1,6 %/minute), puis il présente une évolution chaotique pour les trois humidités relatives, avec une moyenne de 0,5 %/minute. Seule la courbe 85 % d'HR présente une évolution chaotique tout au long du

retrait, corroborant les observations faites sur la cinétique de retrait. Cependant, le caractère chaotique des deux autres courbes lors de la deuxième phase est à modérer, puisque le taux de déformation reste relativement faible.

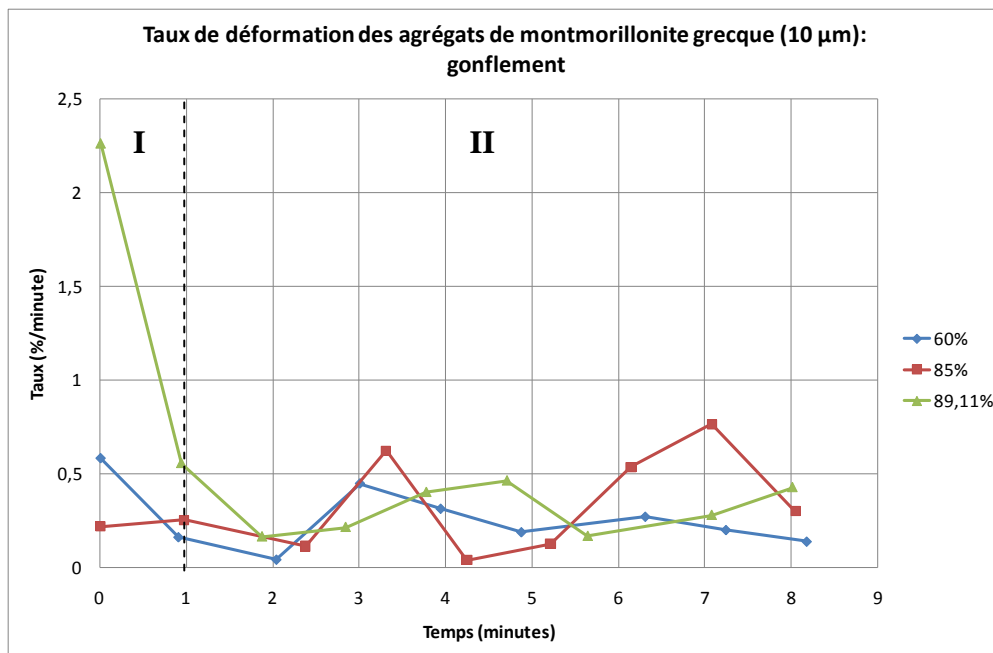


Figure 117: Evolution du taux de déformation en fonction du temps. Evolution en gonflement pour la montmorillonite grecque sur agrégats de 10 µm.

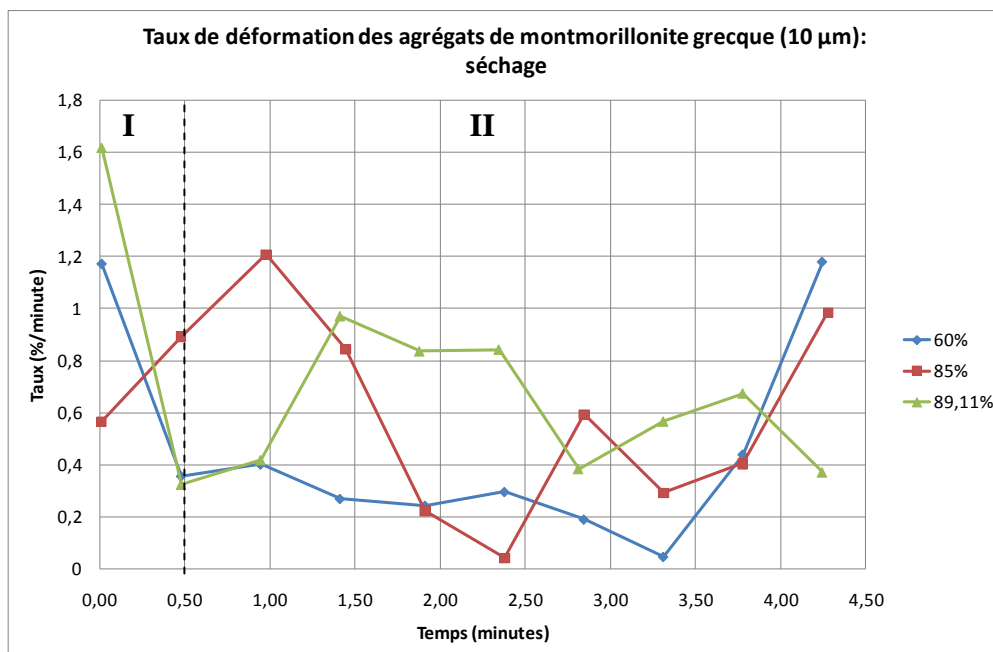


Figure 118: Evolution du taux de déformation en fonction du temps. Evolution en retrait pour la montmorillonite grecque sur agrégats de 10 µm.

Récapitulatif pour les agrégats de 10 µm

Le Tableau 17 récapitule les caractéristiques établies à partir des différentes courbes présentées précédemment.

Tableau 17: Tableau récapitulatif des caractéristiques extraites des courbes de retrait-gonflement, de cinétique et de taux de déformation de la montmorillonite grecque sur agrégats de 10 µm

Gonflement			Retrait		
Gonflement cumulé (%)	Gonflement « individuel » max. (%)	Taux moyen de gonflement max. (%/min)	Retrait cumulé (%)	Retrait « individuel » max. (%)	Taux moyen de retrait max. (%/min)
15,7	4,6	2,3-0,25	14,2	3,3	1,6-0,5

Le retrait cumulé, le retrait « individuel » maximum et le taux de retrait maximum sont moins importants que leurs homologues en gonflement. Cela n'est pas lié au déplacement de l'agrégat lors de la sursaturation en eau de la zone d'observation, puisque ces trois paramètres sont calculés indépendamment de la surface initiale de l'agrégat. Ceci montre que : (i) l'évaporation de l'eau est plus difficile que son absorption, du fait des fortes liaisons eau-feuillets supérieures à la succion ; (ii) que le retrait s'opère principalement aux très fortes humidités relatives (supérieures à 89,11 % d'HR, non observées ici). Cependant, il est à noter que le cycle de retrait-gonflement pour les agrégats de 10 µm de montmorillonite grecque n'est pas réversible.

5.5 GROS AGREGATS DE MONTMORILLONITE GRECQUE (100 µM)

5.5.1 Observations et courbes de retrait-gonflement

Le protocole expérimental progressif avec paliers d'équilibre est appliqué sur des agrégats de 100 µm (soit deux fois plus grands que la taille « moyenne ») de montmorillonite grecque afin de pouvoir comparer l'influence de la taille des agrégats sur les courbes de retrait-gonflement. Pour que les résultats puissent être comparables, un temps d'équilibre de 30 minutes a été appliqué, au lieu de 10 minutes pour les agrégats de 50 µm, prenant en compte l'inertie inhérente à la taille de l'agrégat.

Les états A, B et C sont les mêmes que pour les agrégats de 50 µm. L'évolution de la déformation présente deux phases ; de manière modérée entre $9,51.10^4$ kPa et $3,06.10^4$ kPa, plus fortement entre $3,06.10^4$ kPa et $1,46.10^4$ kPa. Sur ces deux points, l'évolution de la déformation est similaire à celle des agrégats de 50 µm. Seul le gonflement maximal est quelque peu différent, puisqu'il est de 44 % pour les agrégats de 100 µm. Il semblerait donc que les agrégats, avec ce protocole

expérimental, gonfleraient de la même manière (évolution de la déformation) mais pas avec la même intensité.

Pour un temps d'équilibre de 30 minutes que nous avons choisi sur les critères énoncés ci-dessus, l'intensité du gonflement est de 35,5 % pour les agrégats de 50 μm et de 44 % pour les agrégats de 100 μm . Le rapport de taille entre les deux types d'agrégats est de 2, tandis que le rapport d'amplitude du gonflement est de 1,2.

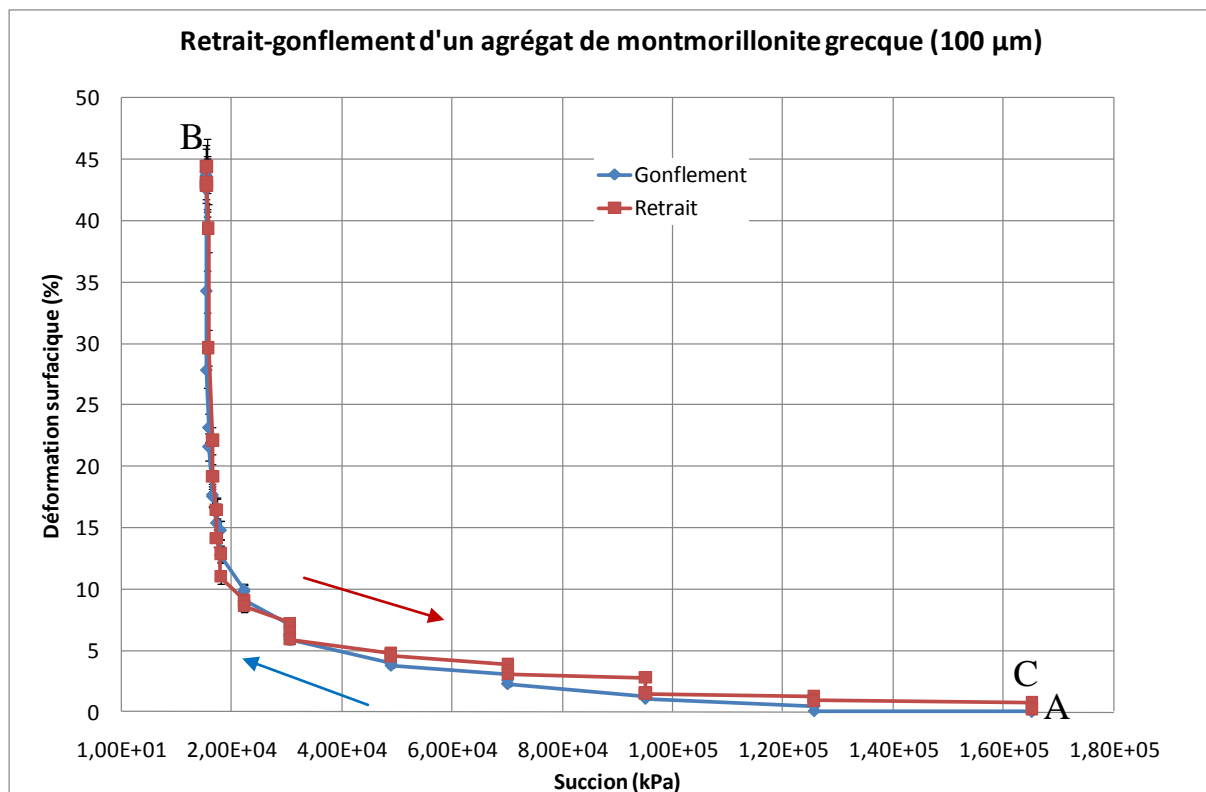


Figure 119: Evolution de la déformation surfacique en fonction de la succion. Courbe de retrait-gonflement de la montmorillonite grecque sur agrégats de 100 μm .

5.5.2 Cinétiques de retrait-gonflement

Cinétique de gonflement

Les courbes décrivant la cinétique du gonflement des agrégats de montmorillonite grecque de 100 μm sont présentées Figure 120 avec une erreur relative de 5 % (cf section 5.1). L'allure générale de ces courbes est similaire à celle des courbes de cinétique du gonflement des agrégats de 50 μm . Les courbes de cinétique présentent une évolution parallèle entre elles, dénotant une cinétique similaire quelle que soit l'humidité concernée. Cependant, la cinétique du gonflement semble présenter deux phases :

- Une première phase, durant 3-4 minutes, où la déformation augmente rapidement. Les courbes 85 % et 89,11 % d'HR y présentent une évolution confondue, seule la courbe 60 % d'HR se différencie, dû à un apport d'eau moins important.

- Une deuxième phase, où la déformation surfacique augmente plus lentement. Lors de cette phase, les courbes d'humidités moyennes et fortes (85 % et 89,11 %) sont proches voire confondues en certains points. Cette particularité est due à l'incertitude de la mesure. L'incrément de la déformation surfacique maximale « individuelle » mesuré en gonflement est de 2,2 % (à 89,11 % d'HR).

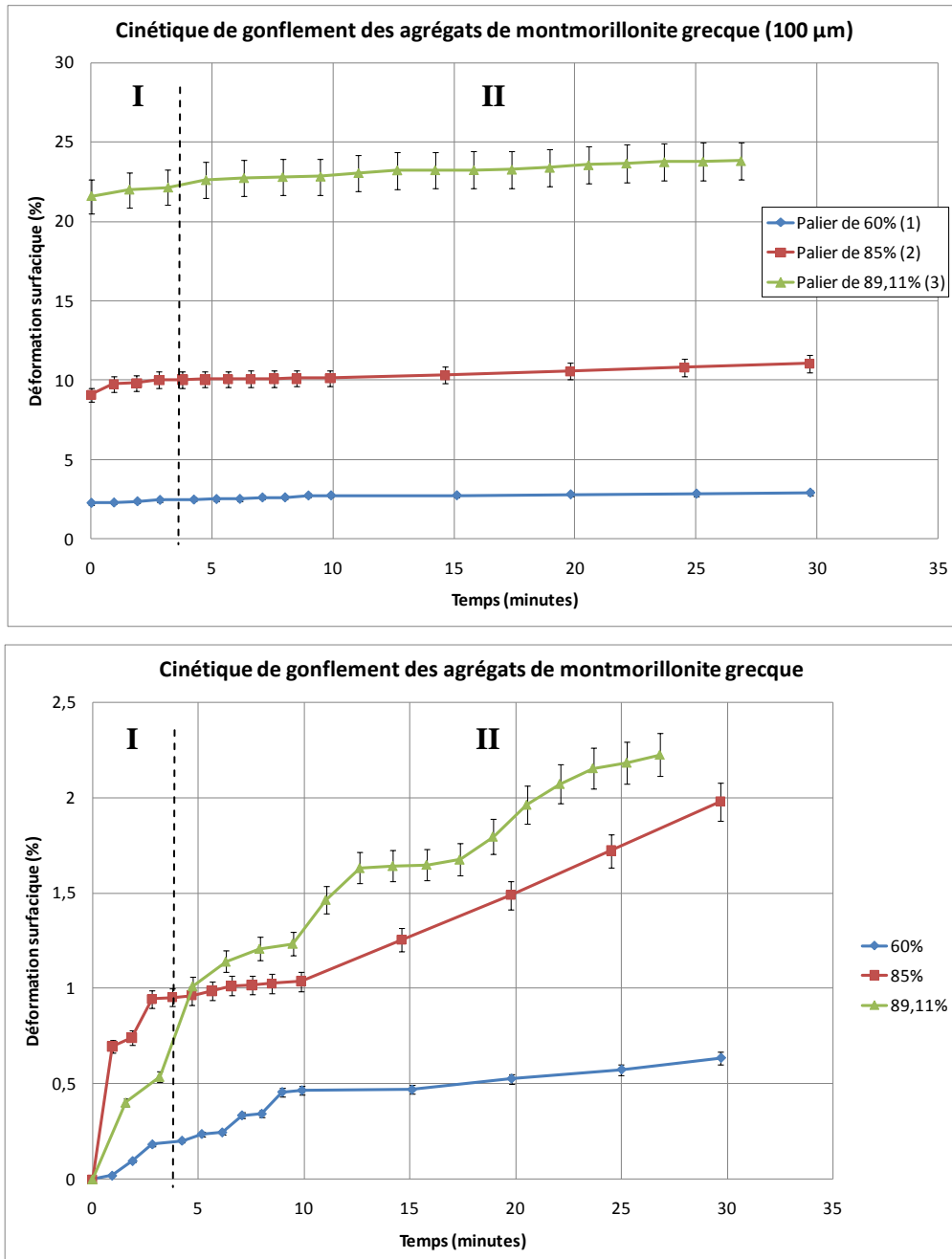


Figure 120: Evolution de la déformation surfacique en fonction du temps. Courbe de gonflement de la montmorillonite grecque sur agrégats de 100 µm. Courbes « cumulatives » en haut ; courbes « individuelles » en bas.

Cinétique de retrait

Les courbes de cinétique du retrait des agrégats de montmorillonite grecque sont présentés Figure 121 avec une erreur relative de 5 % (cf section 5.1). L'allure générale de ces courbes est similaire à celle des courbes de cinétique du gonflement. Les courbes de cinétique présentent une évolution parallèle entre elles, dénotant une cinétique similaire quelle que soit l'humidité concernée. On retrouve la délimitation en deux phases de la cinétique :

- Une première phase, durant 3 minutes, où la déformation augmente rapidement.
- Une deuxième phase, où la déformation surfacique augmente plus lentement. Lors de cette phase, les courbes 60 % et 85 % d'HR évoluent de manière confondue, mettant en évidence une cinétique et des déformations surfaciques similaires quelles que soient l'humidité. La courbe 89,11 % d'HR présente des déformations très importantes, ce qui montre une cinétique plus importante de l'argile aux faibles succions pour les agrégats de 100 μm .

L'incrément de la déformation surfacique maximale « individuelle » en retrait est de 7,9 %, supérieur à celle en gonflement (2,2 %). Les incréments des déformations surfaciques pour 60 % et 85 % d'HR en retrait sont également supérieurs à ceux en gonflement. Bien que le gonflement et le retrait cumulé soient similaires, les agrégats de 100 μm présentent une cinétique de retrait plus importante que pour le gonflement. Cela indique que la cinétique de retrait se concentre essentiellement dans les faibles succions et également que la cinétique de retrait est plus rapide. En effet, en considérant la taille importante des agrégats (deux fois supérieure à la taille moyenne), une inertie dans le gonflement est observée, due à l'importante masse à humidifier. Le chemin pour atteindre le cœur de cette masse et les micropores est plus important pour des agrégats de cette taille et demande donc plus de temps et d'énergie. Il est à noter que le retrait est le plus important dans les trois premières minutes du séchage à 89,11 %, ce qui confirme l'influence importante des faibles succions dans le comportement du retrait-gonflement et la vitesse de réaction en retrait.

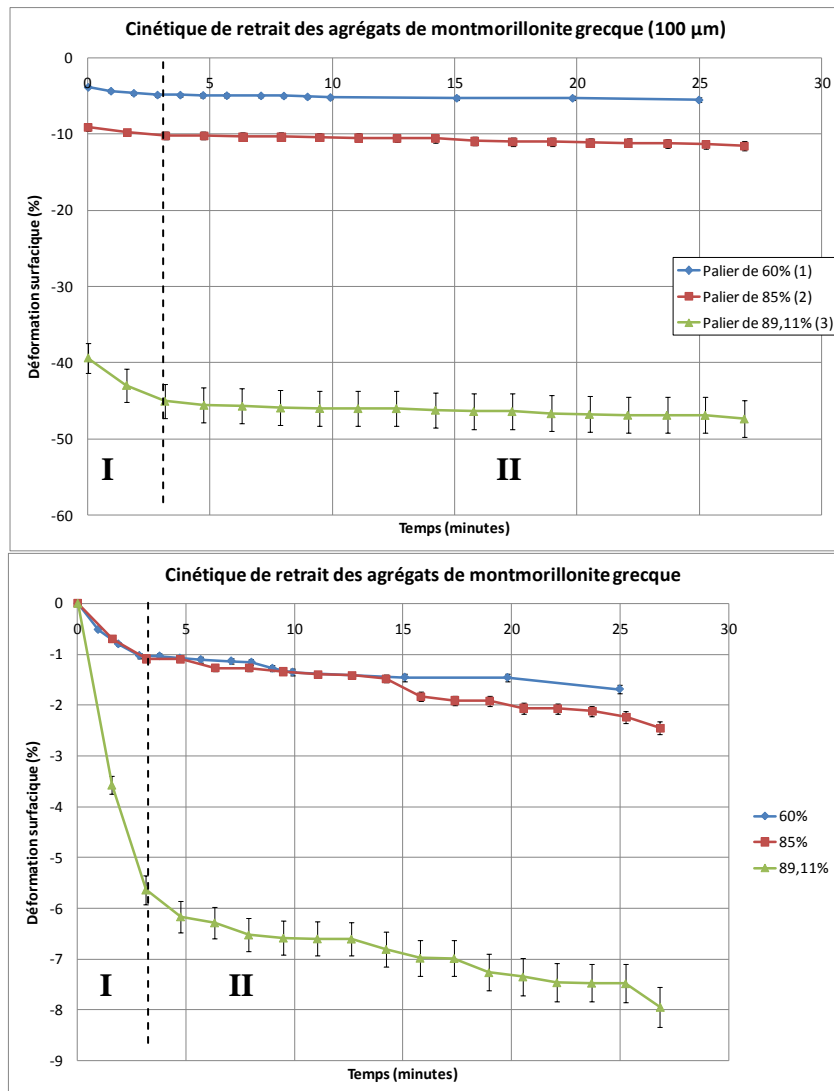


Figure 121: Evolution de la déformation surfacique en fonction du temps. Courbe de retrait de la montmorillonite grecque sur agrégats de 100 µm. Courbes « cumulatives » en haut ; courbes « individuelles » en bas.

Taux de déformation

Les taux de déformation en gonflement et en retrait sont présentés Figure 122 et Figure 123. En ce qui concerne le gonflement, on retrouve la cinétique en deux phases exposée précédemment : un taux de déformation moyen, d'environ 0,75 %/minute, est présent pendant 3 minutes, puis le taux de déformation est constant avec le temps (0,05 %/minute). En ce qui concerne le retrait, on retrouve la cinétique en deux phases, à la différence que la première phase met en évidence une diminution instantanée du taux de déformation, contrairement aux agrégats de 50 µm. En effet, le taux de déformation diminue instantanément en gonflement (taux initial de 2,3 %/minute), puis il présente une évolution constante avec le temps, avec une moyenne de 0,2 %/minute. Les courbes de 60 % et 85 % d'HR présentent un taux de déformation relativement faible en début de palier (environ 0,5 %/minute) en comparaison de la courbe de 89,11 % d'HR, ce qui confirme l'importance des faibles succions dans le retrait.

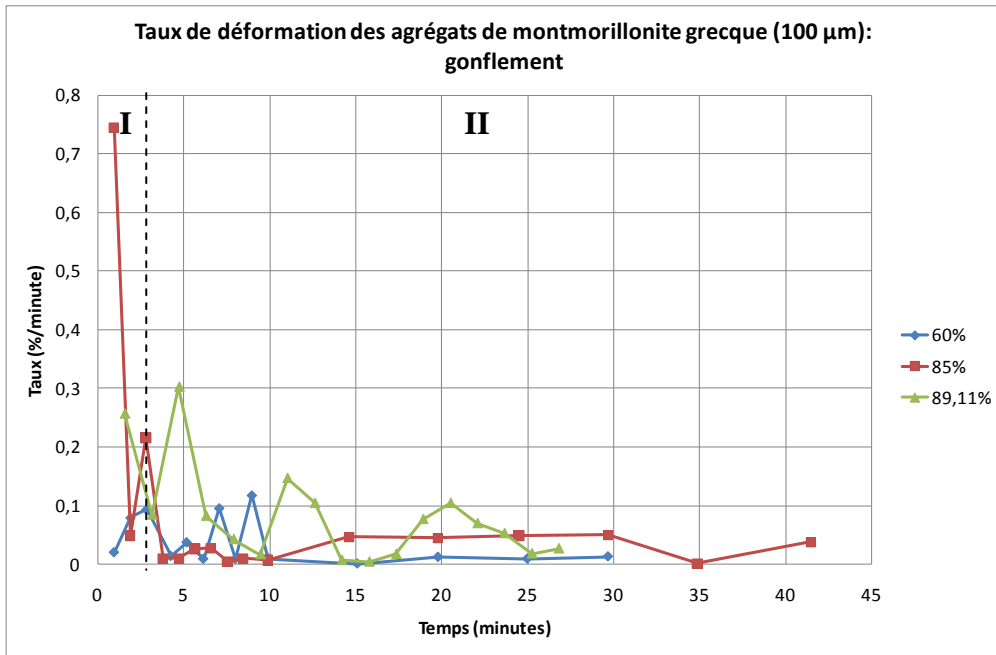


Figure 122: Evolution du taux de déformation en fonction du temps. Evolution en gonflement pour la montmorillonite grecque sur agrégats de 100 µm.

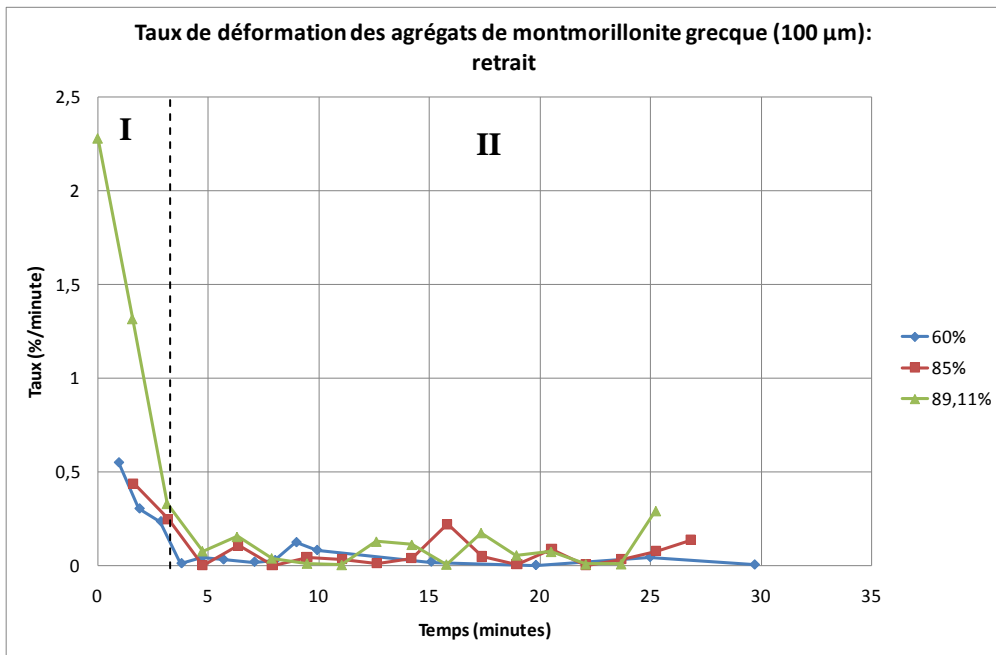


Figure 123: Evolution du taux de déformation en fonction du temps. Evolution en retrait pour la montmorillonite grecque sur agrégats de 100 µm.

Récapitulatif pour les agrégats de 100 µm

Le Tableau 18 récapitule les caractéristiques établies à partir des différentes courbes présentées précédemment.

Tableau 18: Tableau récapitulatif des caractéristiques extraites des courbes de retrait-gonflement, de cinétique et de taux de déformation de la montmorillonite grecque sur agrégats de 100 μm

Gonflement			Retrait		
Gonflement cumulé (%)	Gonflement « individuel » max. (%)	Taux moyen de gonflement max. (%/min)	Retrait cumulé (%)	Retrait « individuel » max. (%)	Taux moyen de retrait max. (%/min)
44	2,2	0,75-0,05	44,4	7,9	2,3-0,2

Le gonflement et le retrait cumulé ont des valeurs similaires, ce qui montre une réversibilité du retrait-gonflement, confirmée par la Figure 119. Le retrait « individuel » maximum et le taux de retrait maximum sont plus importants que leurs homologues en gonflement. Cela est lié à la taille importante de l'agrégat (100 μm) qui induit une inertie lors de l'humidification. En effet, le chemin à parcourir est plus important et on peut le supposer plus complexe pour atteindre les micropores. En effet, on peut supposer que la quantité de pores (toutes tailles confondues) est plus importante, proportionnellement à la taille de l'agrégat. L'humidification nécessite donc plus de temps, de force et d'énergie pour concerner la totalité de l'agrégat. En revanche, le retrait demande moins de temps et d'énergie car une certaine quantité d'eau, qui n'a pas eu le temps d'atteindre le cœur de l'agrégat, est présente à sa périphérie et constitue une réserve importante disponible pour l'évaporation.

5.6 PILOTAGE EN TEMPERATURE

5.6.1 Observations et courbes de retrait-gonflement

En complément des essais réalisés au MEBE à température constante et pression variable, un protocole expérimental a été testé en essayant maintenant d'imposer une pression constante et de faire varier la température afin d'observer s'il y a ou non une influence de la température sur le comportement de l'argile. Deux essais ont été menés sur des agrégats de 50 μm , avec un temps d'équilibre de 30 minutes pour l'un (Figure 124) et d'une heure pour l'autre (Figure 125). Pour des raisons techniques (déstructuration totale des agrégats), l'essai avec un temps d'équilibre d'1 heure n'a été mené qu'en gonflement.

Les états A, B et C sont les mêmes que pour le pilotage en pression. Entre les états B et C, le séchage des agrégats induit naturellement un retrait. A cet état, une déformation « irréversible » de l'agrégat s'est développée, s'aggravant lors du retrait, ce qui explique la diminution brutale de la déformation surfacique lors du retrait, devenant inférieure à celle du gonflement, jusqu'à atteindre des valeurs négatives.

L'évolution de la déformation présente deux phases. Avec les paliers d'1/2 heure, la déformation évolue de façon linéaire entre $9,51 \cdot 10^4$ kPa et $1,73 \cdot 10^4$ kPa et semble s'accélérer entre $1,73 \cdot 10^4$ kPa et $1,46 \cdot 10^4$ kPa. Avec les paliers d'1 heure, la déformation évolue de manière modérée entre $9,51 \cdot 10^4$ kPa et $3,06 \cdot 10^4$ kPa, plus fortement entre $3,06 \cdot 10^4$ kPa et $1,46 \cdot 10^4$ kPa. Sur ce point, l'évolution de la déformation avec des paliers d'1 heure est plus proche de celle avec le pilotage en pression. Du point de vue du gonflement maximal, le protocole avec des paliers d'1/2 heure induit un gonflement de 17,2 % alors que celui avec des paliers d'1 heure induisent un gonflement maximal de 29,9 %. Le temps d'équilibre appliqué lors des paliers semble donc jouer un rôle important dans le pilotage en température. En effet, en doublant le temps, on double également le gonflement maximal, contrairement au pilotage en pression.

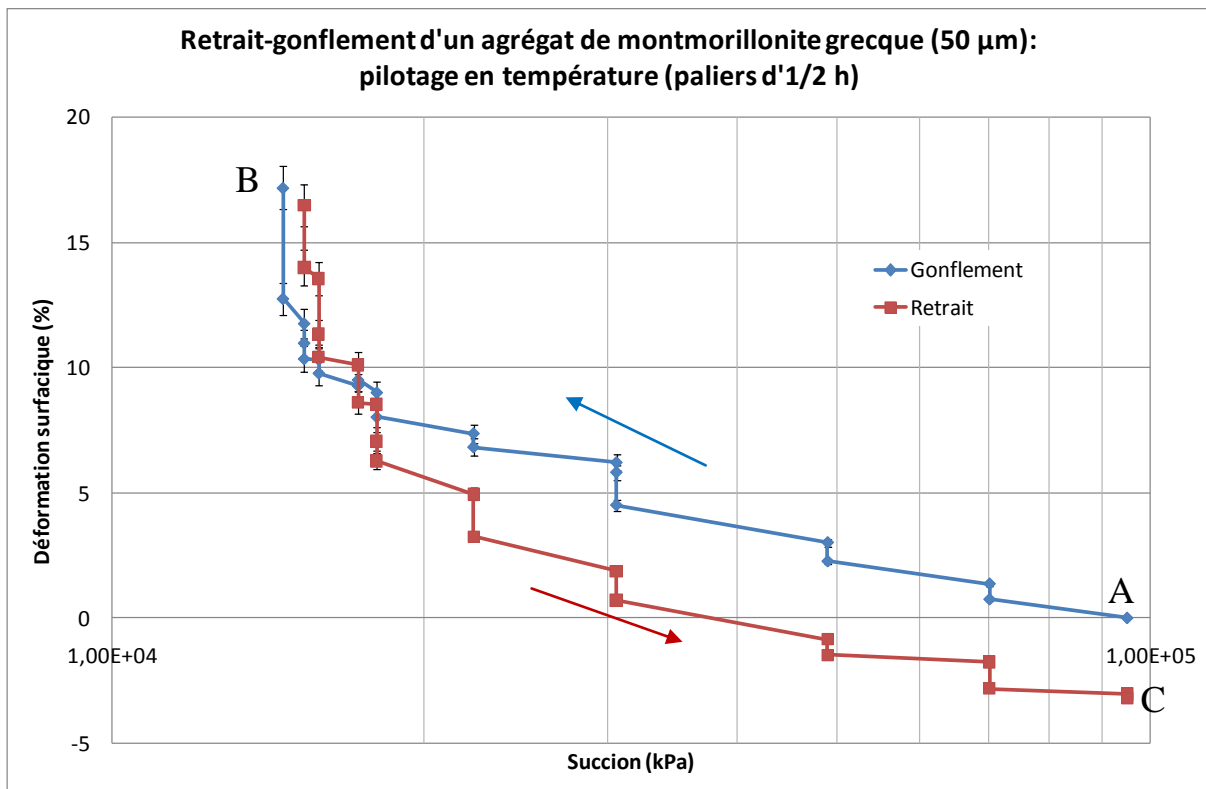


Figure 124: Evolution de la déformation surfacique en fonction de la succion. Courbe de retrait-gonflement de la montmorillonite grecque sur agrégats de 50 μ m avec pilotage en température (paliers d'1/2 heure)

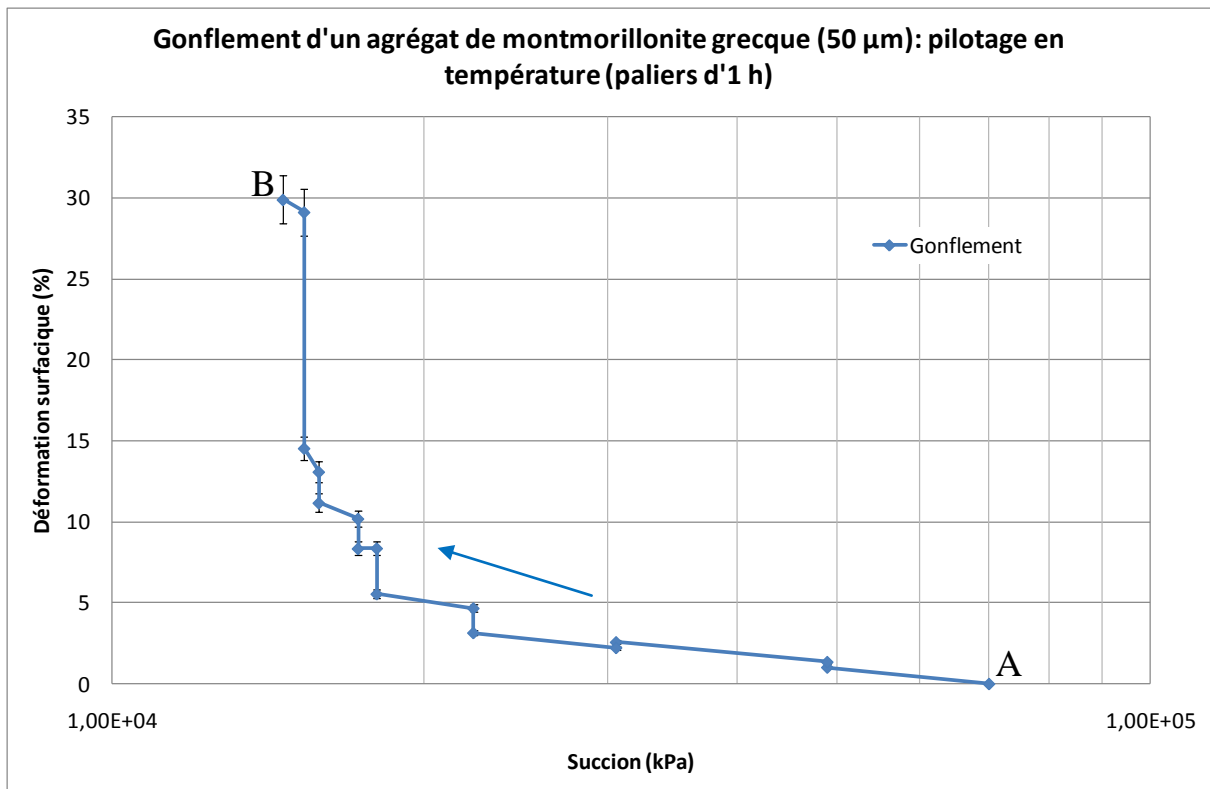


Figure 125: Evolution de la déformation surfacique en fonction de la succion. Courbe de retrait-gonflement de la montmorillonite grecque sur agrégats de 50 μm avec pilotage en température (paliers d'1 heure)

5.6.2 Cinétiques de retrait-gonflement

Cinétique de gonflement

Les courbes décrivant la cinétique du gonflement des agrégats de montmorillonite grecque de 50 μm avec pilotage en température sont présentés Figure 126 avec une erreur relative de 5 % (cf section 5.1). L'allure générale de ces courbes est similaire à celle des courbes de cinétique du gonflement des agrégats de 50 μm. Les courbes de cinétique présentent une évolution parallèle entre elles, dénotant une cinétique similaire quelle que soit l'humidité concernée. Cependant, la cinétique du gonflement présente deux phases :

- Une première phase, durant 1 minute, où la déformation augmente rapidement. Les courbes 85 % et 89,11 % d'HR y présentent une évolution confondue, seule la courbe 60 % d'HR se différencie, dû à un apport d'eau moins important.
- Une deuxième phase, où la déformation surfacique augmente plus lentement. Lors de cette phase, les courbes d'humidités moyennes et fortes (85 % et 89,11 %) sont proches voire confondues en certains points. Cette particularité est due à l'incertitude de la mesure. L'incrément de la déformation surfacique maximale « individuelle » mesurée en gonflement est de 3,2 % (à 89,11 % d'HR).

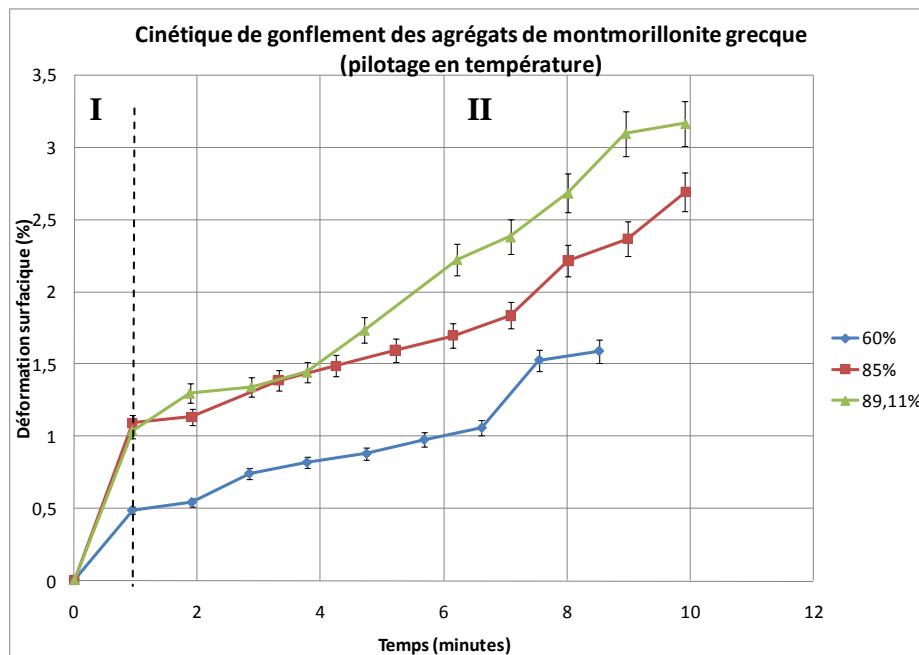
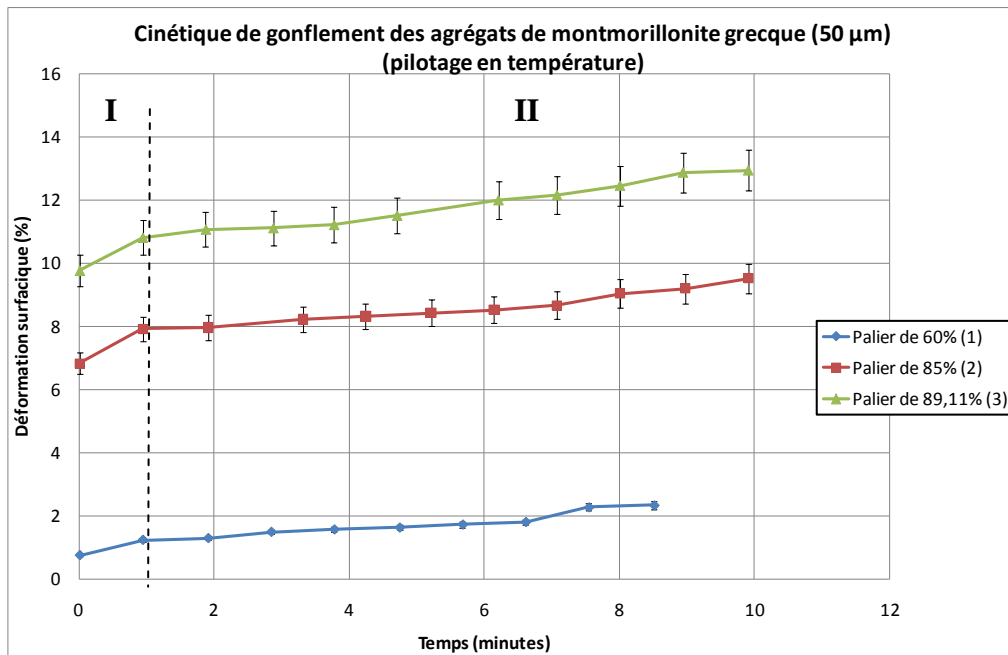


Figure 126: Evolution de la déformation surfacique en fonction du temps. Courbe de gonflement de la montmorillonite grecque sur agrégats de 50 μm avec pilotage en température. Courbes « cumulatives » en haut ; courbes « individuelles » en bas.

Cinétique de retrait

Les courbes de cinétique du retrait des agrégats de montmorillonite grecque avec pilotage en température sont présentés Figure 127 avec une erreur relative de 5 % (cf section 5.1). L'allure générale de ces courbes est similaire à celle des courbes de cinétique du gonflement. Les courbes de cinétique présentent une évolution parallèle entre elles, dénotant une cinétique similaire quelle que soit l'humidité concernée. On retrouve la délimitation en deux phases de la cinétique :

- Une première phase, durant 0,5 minute, où la déformation augmente rapidement.

- Une deuxième phase, où la déformation surfacique augmente plus modérément. Lors de cette phase, les courbes évoluent parallèlement, avec un écart de 0,3 % environ entre chacune d'elles.

L'incrément de la déformation surfacique maximale « individuelle » en retrait est de 2,58 %, inférieur à celle en gonflement (3,2 %). De même, les incréments des déformations surfaciques pour 60 % et 85 % d'HR en retrait sont inférieurs à celles en gonflement. La montmorillonite grecque présente une surface spécifique et une C.E.C. importantes, permettant une grande capacité d'absorption d'eau et donc de gonflement. Lors du séchage, les liaisons entre l'eau et les feuillettes argileuses sont plus fortes que la succion ; la quantité d'eau disponible à s'évaporer est moins importante que la quantité d'eau absorbée, minimisant ainsi le retrait.

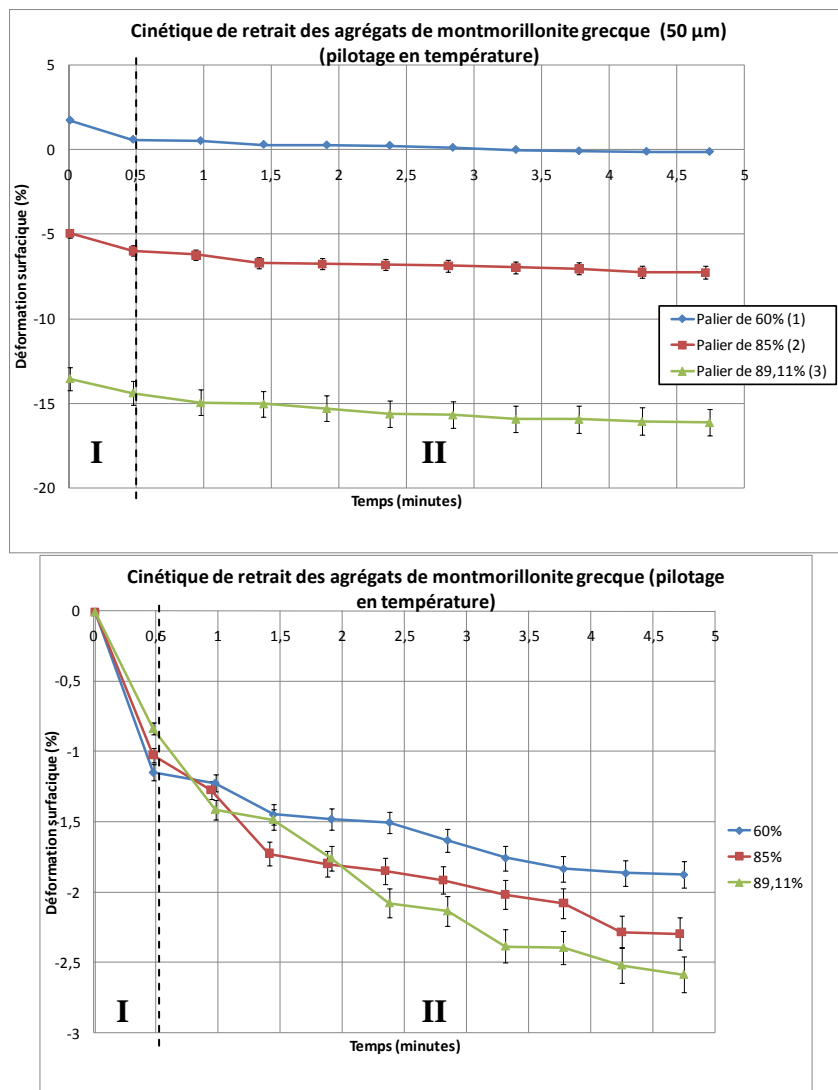


Figure 127: Evolution de la déformation surfacique en fonction du temps. Courbe de retrait de la montmorillonite grecque sur agrégats de 50 µm avec pilotage en température. Courbes « cumulatives » en haut ; courbes « individuelles » en bas.

Taux de déformation

Les taux de déformation en gonflement et en retrait sont présentés Figure 128 et Figure 129. En ce qui concerne le gonflement, on retrouve la cinétique en deux phases exposée précédemment : un taux de déformation important, d'environ 1,2 %/minute, est présent pendant 1 minute, puis le taux de déformation est constant avec le temps (0,25 %/minute). En ce qui concerne le retrait, on retrouve la cinétique en deux phases, à la différence que la première phase met en évidence une diminution instantanée du taux de déformation, contrairement aux agrégats de 50 μm . En effet, le taux de déformation diminue instantanément en gonflement (taux initial de 2,5 %/minute), puis il présente une évolution constante avec une moyenne de 0,25 %/minute.

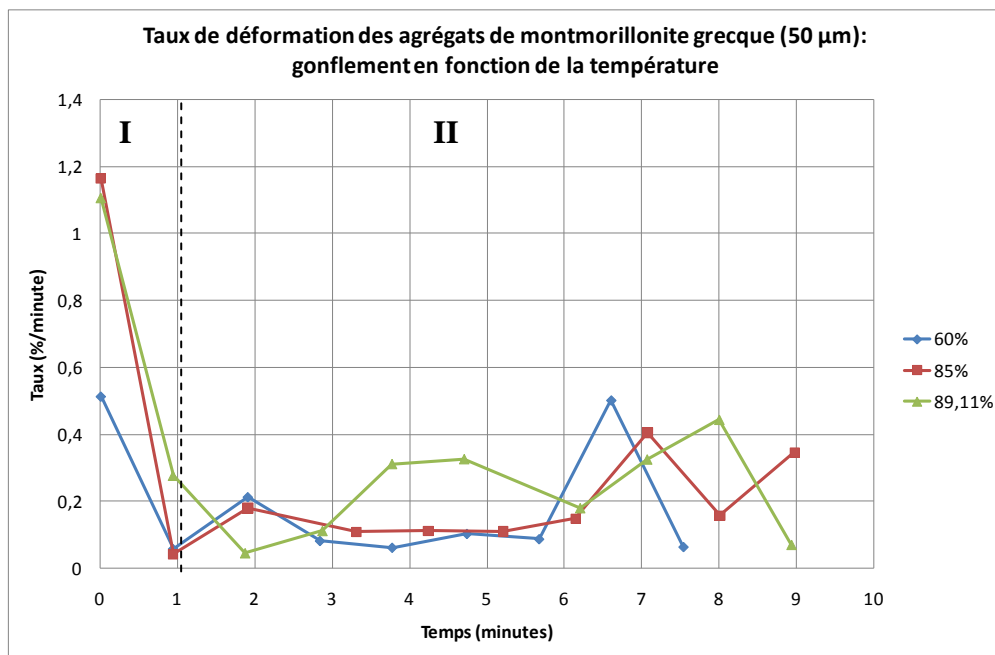


Figure 128: Evolution du taux de déformation en fonction du temps. Evolution en gonflement pour la montmorillonite grecque (agrégats de 50 μm) avec pilotage en température.

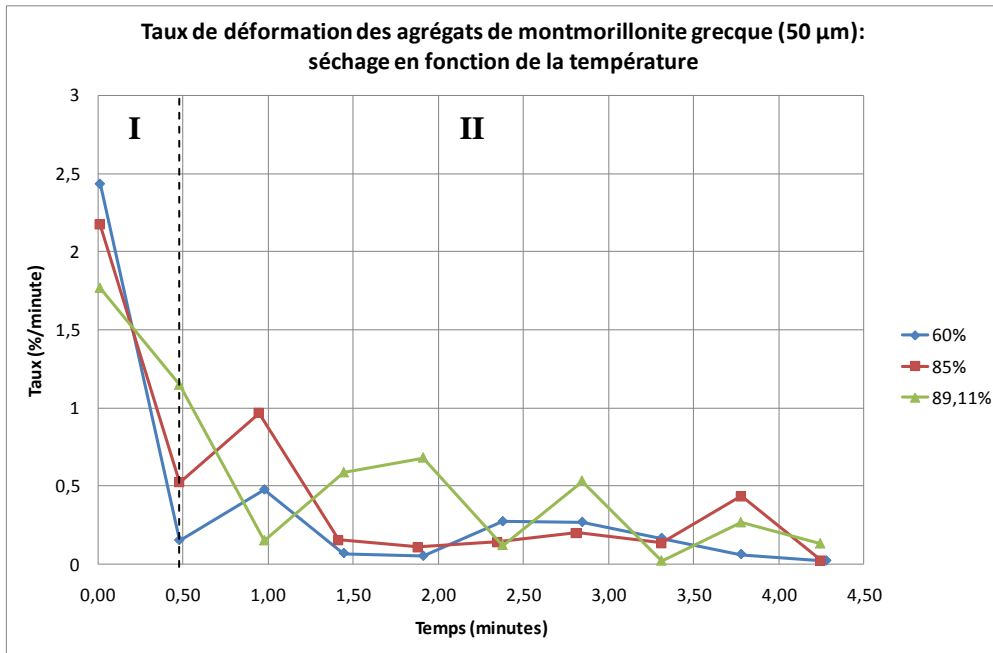


Figure 129: Evolution du taux de déformation en fonction du temps. Evolution en retrait pour la montmorillonite grecque (agrégats de 50 μm) avec pilotage en température.

Récapitulatif pour le pilotage en température

Le Tableau 19 récapitule les caractéristiques établies à partir des différentes courbes présentées précédemment.

Tableau 19: Tableau récapitulatif des caractéristiques extraites des courbes de retrait-gonflement, de cinétique et de taux de déformation de la montmorillonite grecque avec pilotage en température

Gonflement			Retrait		
Gonflement cumulé (%) (paliers $\frac{1}{2}$ h/1 h)	Gonflement « individuel » max. (%)	Taux moyen de gonflement max. (%/min)	Retrait cumulé (%) (paliers $\frac{1}{2}$ h)	Retrait « individuel » max. (%)	Taux moyen de retrait max. (%/min)
16-30	3,2	1,2-0,25	19,5	2,6	2,5-0,25

Le retrait cumulé est plus important que le gonflement cumulé, en raison de la déformation irréversible de l'agrégat lors de la sursaturation en eau. La surface de l'agrégat est moins importante mais le taux de retrait maximum étant plus important, le retrait total est plus important que le gonflement. En supposant que l'agrégat ne se serait pas déformé sous l'eau et que la cinétique de retrait est identique, à la fin du cycle de retrait-gonflement, le retrait serait plus important que le gonflement : le cycle commençant à 50 % d'HR, les agrégats contiennent déjà une certaine quantité d'eau (14,4 % de teneur en eau initiale). L'humidification rajoute de l'eau à

celle déjà présente, ce qui entraîne une quantité d'eau plus importante à évaporer lors du retrait. Cependant, la courbe de retrait-gonflement montre que, malgré l'influence de la déformation irréversible de l'agrégat, le chemin du retrait est parallèle à celui du gonflement entre $9,51.10^4$ kPa et $2,23.10^4$ kPa. Cela montre une cinétique similaire mais une irréversibilité du comportement de la montmorillonite grecque en retrait-gonflement avec un pilotage en température. Cela peut être dû à la difficulté de la mise en équilibre de la température dans la chambre du MEBE. En effet, la pression s'applique dans la totalité de la chambre, tandis que la température ne s'applique qu'en un point, au niveau du porte-échantillon de la platine Peltier. La température en cet endroit est confrontée à la température ambiante dans la chambre (22°C), induisant une remise à l'équilibre perpétuelle de la température au niveau de l'échantillon. Etant donné que pour humidifier l'échantillon, la température doit être baissée, l'humidification est plus difficile que le séchage.

Le retrait « individuel » maximum est plus petit que le gonflement individuel maximum, ce qui montre que : (i) l'évaporation de l'eau est plus difficile que son absorption ; (ii) le retrait s'opère principalement aux très fortes humidités relatives (supérieures à 89,11 % d'HR).

Le taux de retrait maximum (correspondant à 89,11 % d'HR) est supérieur à celui du gonflement lors de la première phase de la cinétique, corroborant les conclusions énoncées précédemment de l'importance des très fortes humidités relatives, de l'influence de la déformation irréversible de l'agrégat et de la quantité importante d'eau à évaporer. En revanche, ces deux taux sont similaires lors de la deuxième phase de la cinétique, montrant l'évolution parallèle de ces deux chemins.

5.7 COMMENTAIRES GENERAUX SUR LES RESULTATS A L'ECHELLE MICROSCOPIQUE

5.7.1 Courbes de retrait-gonflement

Les courbes de retrait-gonflement présentées précédemment, représentent les chemins d'humidification et de séchage (ou de gonflement et de retrait). Selon l'élément étudié (taille de l'agrégat, composition minéralogique, type de pilotage), la disposition spatiale des chemins sur le graphique varie.

A l'échelle mésoscopique, le chemin de séchage est toujours au dessus de celui de l'humidification. L'état initial de l'échantillon étant l'état saturé, l'essai débute par un séchage, qui est suivi d'une humidification. Comme nous l'avons vu au chapitre 2.2.5, les chemins ne sont pas réversibles, conséquence des déformations plastiques se produisant dans le domaine saturé ou quasi-saturé.

A l'échelle microscopique (essais MEBE), le chemin de séchage peut être supérieur sur des agrégats de 50 μm (montmorillonite grecque et argile verte de Romainville) ou inférieur sur des agrégats de 10 μm de montmorillonite grecque ou pour le pilotage en température. Cependant, comme nous l'avons vu précédemment, ces cas présentaient des artefacts lors du séchage (déformation irréversible de l'agrégat, déplacement de l'agrégat, présence d'une pellicule d'eau), induisant des perturbations sur l'évolution de la déformation surfacique lors du séchage. Or, si l'on analyse les essais menés sur les agrégats de 100 μm de montmorillonite grecque, où il n'y a eu aucun artefact durant l'essai, le chemin de séchage est similaire à celui du gonflement. Dans nos essais, nous ne sommes pas allés au-delà de 90 %

d'humidité relative, ce qui correspond au domaine non saturé. Il n'est donc pas choquant d'avoir une certaine « réversibilité » des chemins d'humidification-séchage, observée également à l'échelle mésoscopique.

5.7.2 Validité des mesures

A partir des essais au MEBE, des résultats qualitatifs et quantitatifs ont été obtenus. Les résultats qualitatifs sont issus des observations microscopiques, permettant d'étudier les changements de configuration des agrégats (déstructuration, déplacement), l'arrivée de l'eau sur la zone d'observation, la nature de la réponse de l'agrégat à ce changement hydrique. Les résultats quantitatifs sont issus des analyses d'images, permettant de représenter les courbes de retrait-gonflement et la cinétique de retrait-gonflement dans chacune des situations considérées. Cependant, on peut se demander, au vu des inconvénients ou des problèmes soulevés au cours de ce manuscrit, quelle est la validité des mesures réalisées au sein du MEBE. Cette validité est conditionnée par le protocole expérimental, l'incertitude sur les mesures et sur la représentativité de ces mesures vis-à-vis des essais mésoscopiques.

En ce qui concerne le protocole expérimental, nous avons vu que les résultats dépendaient de son déroulement à l'échelle microscopique, ce qui n'est pas le cas à l'échelle mésoscopique. Ce protocole expérimental est tellement important qu'il nous a paru nécessaire d'établir un protocole pertinent avec la cinétique de retrait et de gonflement de l'argile, qui retarde la saturation en eau de la zone d'observation (problème soulevé par plusieurs auteurs) et soit comparable avec les résultats des essais mésoscopiques. Avec un protocole « instantané » (en une fois), les résultats sont sous-estimés par rapport à ceux des essais de laboratoire. Ce protocole peut être éventuellement utilisé pour obtenir un ordre de grandeur de la capacité de gonflement d'un matériau. Cependant, dans le cas d'une analyse plus fine pour des courbes de retrait-gonflement par exemple, un protocole « progressif » s'avère nécessaire car il permet une déformation plus régulière et progressive ainsi qu'une similarité avec les résultats des essais de laboratoire. La durée des paliers d'équilibre est également un point important dans la validité des mesures. Elle n'a pas été choisie au hasard mais après de nombreux essais afin d'optimiser le temps et la représentativité de la déformation. Elle peut varier de 10 minutes à 1 heure selon la composition minéralogique du matériau (présence de carbonates et/ou de minéraux argileux non gonflants) et son hétérogénéité.

L'erreur relative totale a été estimée à 5 % pour chaque mesure. Au regard des courbes de retrait-gonflement et des courbes de cinétique, on voit que cette erreur impacte peu les résultats, n'induisant pas de changements radicaux d'observation, de représentation, d'analyse et d'interprétation des résultats. C'est dans le domaine des fortes humidités (c'est-à-dire le domaine saturé ou quasi-saturé de l'argile) que cette erreur présente l'influence la plus importante. Dans ce domaine, des déformations importantes peuvent se produire sur de petites gammes d'humidité relative (ou de succion). L'erreur sur les conditions de pression et de température imposées étant de 3 %, la déformation surfacique mesurée à une humidité relative HR_n peut en fait correspondre à une humidité relative $HR_{n+3\%}$ ou $HR_{n-3\%}$. Ceci est dû aux

limites du MEBE dans les fortes humidités relatives, problème qui n'est pas résolu à l'heure actuelle.

5.8 ANALYSE COMPARATIVE DES REPONSES DES DEUX ARGILES

A partir de l'analyse des courbes présentées précédemment, les réponses obtenues pour les divers paramètres (composition minéralogique, effet d'échelle, type de pilotage), selon lesquels les essais ont été effectués, sont comparées entre elles :

- La montmorillonite grecque et l'argile verte de Romainville, afin d'étudier l'influence de la composition minéralogique ;
- Les agrégats de 10 μm , 50 μm et 100 μm , afin d'étudier l'influence de la taille des particules et donc d'un effet d'échelle sur le retrait-gonflement de l'argile (déformation et cinétique) ;
- Le pilotage en pression et en température, afin d'étudier le comportement de l'argile en fonction de ces deux paramètres et du protocole expérimental.

5.8.1 Montmorillonite grecque/Argile verte de Romainville

La comparaison entre la montmorillonite grecque (MG) et l'argile verte de Romainville (AVR) est basée sur l'étude de l'influence de la composition minéralogique, à partir des courbes de retrait-gonflement (Figure 130) et des caractéristiques cinétiques (Tableau 20). Rappelons que les essais ont été effectués sur la même taille d'agrégats (50 μm), avec un temps d'équilibre différent (10 minutes pour la montmorillonite grecque, 30 minutes pour l'argile verte de Romainville) afin d'établir un protocole pertinent avec la cinétique de retrait et de gonflement de chaque argile en fonction de leur composition minéralogique et leur hétérogénéité.

Le premier point de comparaison est le comportement de l'argile lors de la sursaturation en eau de la zone d'observation. Nous avons vu que, dans cette configuration, la montmorillonite grecque peut présenter une déstructuration totale ou partielle des agrégats ; alors que l'argile verte de Romainville n'en présente aucune. Cependant, cette dernière présente l'existence d'une pellicule d'eau autour de ses agrégats, persistante durant les premiers paliers du séchage.

La déstructuration est peut-être provoquée par l'absorption de l'eau par la poudre. Les smectites présentent un fort taux d'absorption et peuvent absorber une grande quantité d'eau. La pression interstitielle peut augmenter dans les agrégats jusqu'à une certaine intensité et augmentant les contraintes sur les parois causant ainsi la rupture des ponts capillaires entre les grains.

En ce qui concerne la pellicule d'eau, celle-ci pouvant être très épaisse, sa disparition peut prendre du temps et/ou nécessiter une succion suffisante. Une telle épaisseur est due à l'hétérogénéité naturelle de l'argile verte de Romainville. Cette hétérogénéité induit des différences d'absorption à la surface et à l'intérieur de l'agrégat. Une première phase d'absorption se produit à la surface puis l'eau pénètre difficilement à l'intérieur à cause de la présence de minéraux non gonflants de type carbonates par exemple. L'argile verte de Romainville présente une surface spécifique

(195 m²/g) qui n'est peut-être pas suffisante pour absorber l'eau présente à la surface de l'agrégat, induisant la formation de cette pellicule.

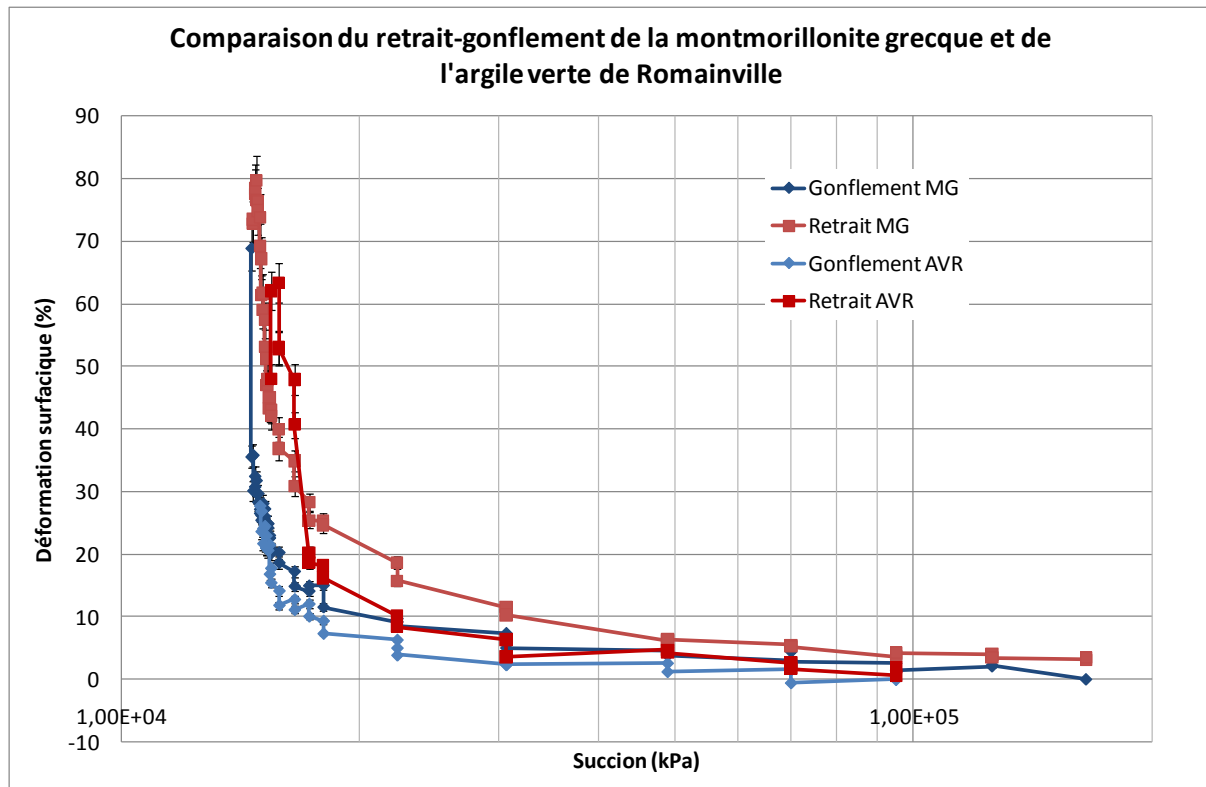


Figure 130: Evolution de la déformation surfacique en fonction de la succion. Comparaison des courbes de retrait-gonflement de la montmorillonite grecque et de l'argile verte de Romainville sur agrégats de 50 µm.

La déformation évolue en deux étapes, et de manière modérée entre 9,51.10⁴ kPa et 3,06.10⁴ kPa, plus fortement entre 3,06.10⁴ kPa et 1,46.10⁴ kPa. Sur ces deux caractéristiques, l'évolution de la déformation des deux argiles est similaire. Seule la déformation surfacique maximale est différente, puisqu'elle est de 35,5 % pour la montmorillonite grecque (valeur précédant la formation de pellicules d'eau autour des agrégats) et de 27,6 % pour l'argile verte de Romainville. Il semblerait donc que les argiles, avec ce protocole expérimental, gonfleraient de la même manière (évolution de la déformation) mais pas dans les mêmes proportions (intensité de la déformation).

Pour la même taille d'agrégats (50 µm), le temps d'équilibre (10 minutes pour la montmorillonite grecque, 30 minutes pour l'argile verte de Romainville) et l'intensité de la déformation (35,5 % pour la montmorillonite grecque, 27,6 % pour l'argile verte de Romainville) sont différents. Rappelons que la montmorillonite grecque est composée principalement de smectites, tandis que l'argile verte de Romainville contient différents composants (kaolinite, illite, interstratifiés illite/smectite, carbonates, quartz, feldspath). Le gonflement peut se développer librement dans la montmorillonite grecque grâce aux smectites. Au contraire, le gonflement est gêné dans l'argile verte de Romainville à cause de deux paramètres :

- La présence de kaolinite et d'illite, qui sont des espèces argileuses à fortes liaisons ;

- Les carbonates qui sont connus pour constituer de la cimentation.

Cependant, malgré l'hétérogénéité de cette argile, les chemins de gonflement et de retrait sont similaires avec ceux de la montmorillonite grecque : la déformation surfacique est « réversible », quel que soit le chemin emprunté et quel que soit le type d'argile.

Tableau 20: Tableau récapitulatif des caractéristiques tirées des courbes de retrait-gonflement, de cinétique et de taux de déformation de la montmorillonite grecque et de l'argile verte de Romainville.

	Gonflement			Retrait		
	Gonflement cumulé (%)	Gonflement « individuel » max. (%)	Taux de gonflement max. (%/min)	Retrait cumulé (%)	Retrait « individuel » max. (%)	Taux de retrait max. (%/min)
Montmorillonite grecque – Agrégats 50 µm	35,5	4,5	2/0,25	53,5	3	2,4/0,25
Argile verte de Romainville – Agrégats 50 µm	27,6	3,7	0,82/0,15/0,7	63	6,7	5,6/0,5

Les paramètres du gonflement (gonflement cumulé, le gonflement « individuel » maximum et le taux de gonflement maximum) sont plus importants pour la montmorillonite grecque. En revanche, les paramètres du retrait (retrait cumulé, le retrait « individuel » maximum et le taux de retrait maximum) sont plus importants pour l'argile verte de Romainville, en raison de la présence d'une pellicule d'eau lors du début du séchage. Les observations montrent également que la montmorillonite grecque a besoin de temps pour l'humidification, mais est plus rapide pour le séchage. L'argile verte de Romainville présente le phénomène inverse. La montmorillonite grecque peut absorber beaucoup d'eau, en raison de la présence de smectites, entraînant un gonflement, et dans un deuxième temps, l'eau a complètement saturé l'agrégat entraînant la formation de gouttelettes et de pellicules d'eau autour des agrégats jusqu'à sursaturation de la zone d'observation. En revanche, l'argile verte de Romainville ne peut absorber beaucoup d'eau, en raison de la présence d'argiles non gonflantes et de carbonates, et ainsi, l'eau sature rapidement l'agrégat. La formation de pellicules d'eau est initiée rapidement, avec une épaisseur importante due à la rapidité du phénomène et à la quantité d'eau concernée. Le phénomène peut être identique dans le cas du séchage. L'argile verte de Romainville ne contient que peu d'eau ; le séchage affecte principalement l'environnement, qui contient une grande quantité d'eau et elle est ainsi plus lente. De plus, l'argile verte de Romainville présente une composition hétérogène, et, pour cette raison, la vitesse de cinétique est peut-être plus lente.

5.8.2 Influence de la taille des agrégats sur la réponse hydrique

La comparaison entre les différentes tailles d'agrégats de montmorillonite grecque analyse l'effet d'échelle, à partir des courbes de retrait-gonflement (Figure 131) et des caractéristiques cinétiques (Tableau 21). Rappelons que les essais ont été effectués sur trois tailles d'agrégats (10 μm , 50 μm et 100 μm), avec un temps d'équilibre différent (10 minutes pour les agrégats de 10 μm et 50 μm , 30 minutes pour les agrégats de 100 μm) afin d'établir un protocole pertinent avec la cinétique de retrait et de gonflement de chaque taille d'agrégat.

La déformation évolue en deux étapes à chaque changement d'humidité relative, et de manière modérée entre $9,51 \cdot 10^4$ kPa et $3,06 \cdot 10^4$ kPa, plus fortement entre $3,06 \cdot 10^4$ kPa et $1,46 \cdot 10^4$ kPa. Sur ces deux points, l'évolution de la déformation des trois tailles d'agrégats est similaire. Seule la déformation surfacique maximale est différente, puisqu'elle est de 44 % pour les agrégats de 100 μm , 35,5 % pour les agrégats de 50 μm et 15,7 % pour les agrégats de 10 μm . Ces résultats sont comparés à une étude de l'influence de la taille des agrégats menée par Montes (Montes-H., 2002) (Figure 132). Les valeurs de déformation surfacique ne sont pas comparables étant donné que les argiles étudiées sont très différentes. De plus, Montes présente ses résultats par palier d'équilibre (ici 80 % d'HR) et non l'essai dans sa totalité. Cependant, l'évolution générale peut être comparée. Dans nos travaux, par ordre croissant de taille, on observe un rapport de 2,3 pour la déformation surfacique alors qu'on a un rapport de 5 pour la taille (10 μm à 50 μm). Puis, on observe un rapport de 1,2 pour la déformation surfacique pour un rapport de 2 sur la taille (50 μm à 100 μm). Pour Montes, on observe également une différenciation de la déformation surfacique en fonction de la taille des agrégats. L'évolution de la déformation surfacique maximale ne semble pas proportionnelle à la taille des agrégats. Cependant, il semblerait que l'influence de la taille des agrégats soit prépondérante en-dessous d'un certain seuil puis moins importante au-delà de ce seuil. En effet, l'évolution de la déformation surfacique est moins importante entre 50 μm et 100 μm qu'entre 10 μm et 100 μm . La valeur de ce seuil est difficile à déterminer étant donné que les essais n'ont été réalisés que sur trois tailles d'agrégats différentes. Une étude plus approfondie de la granulométrie des agrégats serait à mener. Ce phénomène pourrait s'expliquer par une porosité moins importante ou différente dans les petits agrégats. En effet, une petite taille peut impliquer une porosité interparticulaire moins importante, à microstructure équivalente, diminuant ainsi la potentialité du gonflement. Même si la porosité interfoliaire peut être plus importante, favorisée par la diminution de la porosité interparticulaire, elle n'est pas suffisante pour engendrer un gonflement similaire. De même, la microstructure peut changer en fonction de la taille de l'agrégat en étant plus compacte et diminuer ainsi la porosité interparticulaire et par conséquent le gonflement.

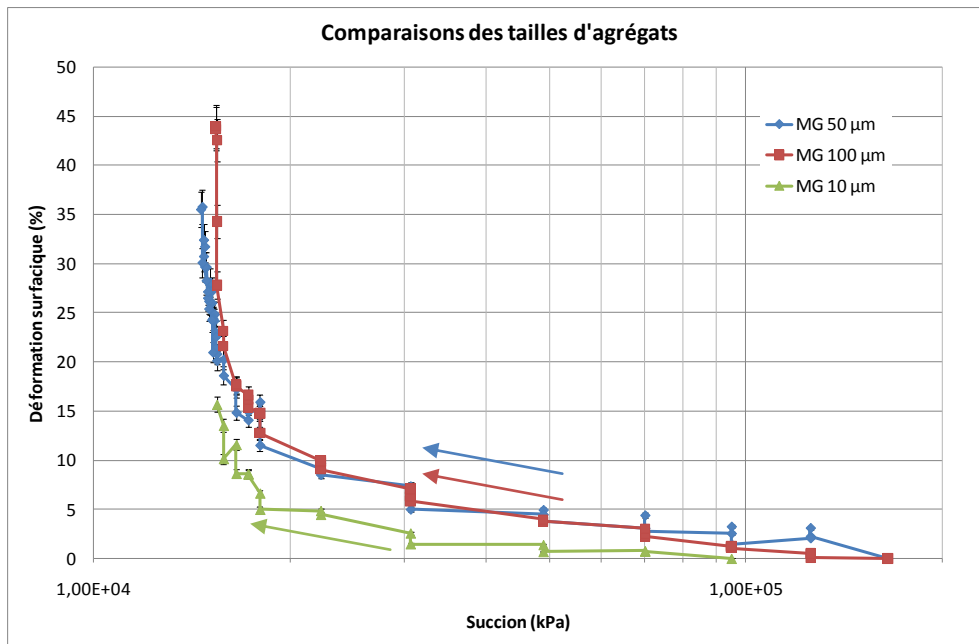


Figure 131: Evolution de la déformation surfacique en fonction de la succion. Comparaison des courbes de gonflement d'agrégats de 10 µm, 50 µm et 100 µm (montmorillonite grecque).

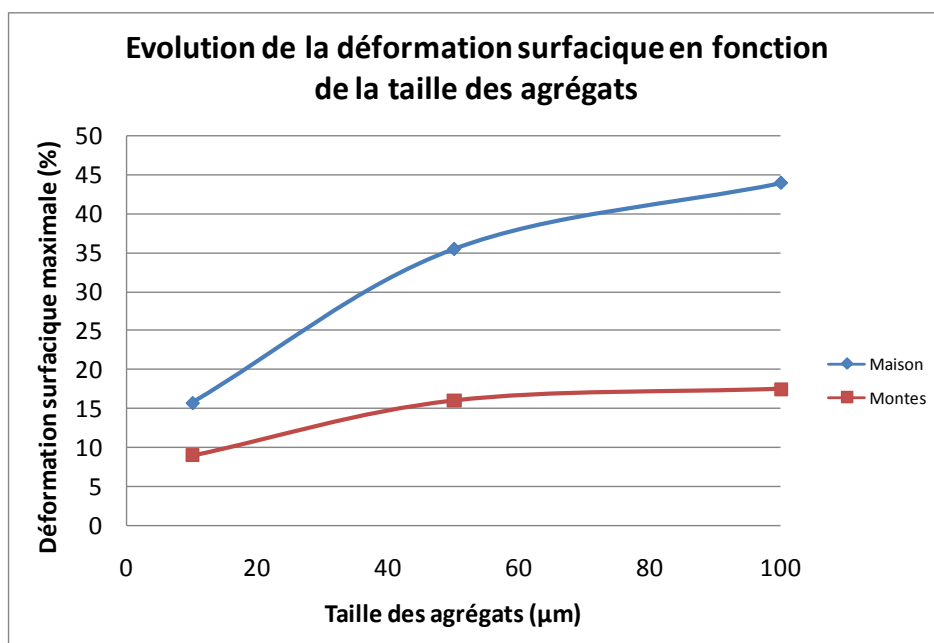


Figure 132: Evolution de la déformation surfacique en fonction de la taille des agrégats. Comparaison des données entre Maison (montmorillonite grecque) et Montes-H. (bentonite MX80) (d'après Montes-H., 2002)

Tableau 21: Tableau récapitulatif des caractéristiques tirées des courbes de retrait-gonflement, de cinétique et de taux de déformation d'agrégats de 10 µm, 50 µm et 100 µm (montmorillonite grecque).

	Gonflement			Retrait		
	Gonflement cumulé (%)	Gonflement « individuel » max. (%)	Taux de gonflement max. (%/min)	Retrait cumulé (%)	Retrait « individuel » max. (%)	Taux de retrait max. (%/min)
Montmorillonite grecque – Agrégats 100 µm	44	2,2	0,75/0,05	44,4	7,9	2,3/0,2
Montmorillonite grecque – Agrégats 50 µm	35,5	4,5	2/0,25	53,5	3	2,4/0,25
Montmorillonite grecque – Agrégats 10 µm	15,7	4,6	2,3/0,25	14,2	3,3	1,6/0,5

Le gonflement cumulé augmente avec la taille des agrégats, ce qui est également le cas pour le retrait cumulé en considérant que le retrait cumulé des agrégats de 50 µm, perturbé par la déstructuration de l'agrégat, devrait normalement être similaire au gonflement cumulé, comme c'est le cas pour les deux autres tailles d'agrégat. L'explication de ce phénomène a été exposée ci-dessus. Les deux autres paramètres du gonflement (le gonflement « individuel » maximum et le taux de gonflement maximum) sont similaires pour les agrégats de 10 µm et 50 µm, plus faibles pour les agrégats de 100 µm. La taille de l'agrégat semble défavoriser la vitesse du gonflement, par l'inertie qu'elle génère dans la pénétration de l'eau dans la masse argileuse. En revanche, les deux autres paramètres du retrait (le retrait « individuel » maximum et le taux de retrait maximum) sont plus importants pour les agrégats de 100 µm et similaires pour les agrégats de 10 µm et 50 µm. Dans ce cas, la taille de l'agrégat favorise la cinétique du retrait, par la quantité d'eau disponible à la périphérie de l'agrégat, qui n'a pas pu pénétrer plus profondément dans l'agrégat.

Cette influence de la taille de l'agrégat sur la réponse au retrait-gonflement de l'argile est centrale et ne doit pas être négligée dans les essais au MEBE ainsi que dans la transposition aux échelles méso et macroscopiques. En effet, selon le niveau de structure considéré, les conséquences sur les résultats (quantification et cinétique) seront différentes et non linéaires. Un agrégat de 50 µm peut être constitué (sur un diamètre) de cinq agrégats de 10 µm. Cependant, le gonflement cumulé et la cinétique n'en sont pas multipliés par cinq. De même, un agrégat de 100 µm peut être constitué (sur un diamètre) de deux agrégats de 50 µm ou dix agrégats de 10 µm, le gonflement cumulé et la cinétique n'en sont pas multipliés respectivement par deux ou par dix. Cela montre qu'à l'augmentation de la taille des agrégats est liée l'augmentation des caractéristiques intrinsèques de

cet agrégat : la microstructure ainsi que la porosité. Comme nous l'avons montré ci-dessus, une petite taille peut impliquer une porosité interparticulaire moins importante, à texture équivalente. Même si la porosité interfoliaire peut être plus importante, favorisée par la diminution de la porosité interparticulaire, elle n'est pas suffisante pour engendrer un gonflement similaire. De même, la microstructure peut changer en fonction de la taille de l'agrégat en étant plus compacte et diminuer ainsi la porosité interparticulaire et par conséquent le gonflement. Ce raisonnement est inverse dans le cas d'une taille plus importante : la porosité interparticulaire peut être plus importante, car elle a plus d'espace pour se développer, au détriment de la porosité interfoliaire par exemple. Au contraire, la porosité interfoliaire peut également être plus importante, en accord avec la porosité interparticulaire, car elle a plus d'espace pour se développer. La microstructure peut également changer avec l'augmentation de la taille, en étant moins compacte, offrant ainsi la possibilité d'un réarrangement plus important et ainsi une déformation plus importante. De même, la cinétique est influencée par la taille de l'agrégat : le gonflement sera plus lent et le retrait plus rapide pour une taille importante. Cependant, l'étude de ces paramètres à l'échelle microscopique est délicate. Il est difficile de quantifier la proportion de porosité interparticulaire et de porosité interfoliaire et son incidence sur le retrait-gonflement sans utiliser des outils adaptés (tomographie 3D HR, etc.). Est-ce qu'une porosité interfoliaire importante peut égaler une porosité interparticulaire en termes de volume et de déformation ? Il y a certainement peu de chances que ce soit le cas. C'est pourquoi la taille des éléments considérés et les niveaux structuraux dont ils sont constitués sont à prendre en compte dans la compréhension du retrait-gonflement, car chaque niveau structural et chaque élément dans l'argile joue un rôle dans le comportement de l'échantillon et donc du massif de sol.

5.8.3 Essais contrôlés en pression ou en température

La comparaison entre le pilotage en pression ou en température est basée sur l'étude de l'influence de la pression et la température dans l'application de l'humidité relative au sein du MEBE, à partir des courbes de retrait-gonflement (Figure 133) et des caractéristiques cinétiques (Tableau 22). Rappelons que les essais ont été effectués sur la même taille d'agrégats (50 μm), avec un temps d'équilibre différent (10 minutes pour le pilotage en pression, 30 minutes et 1 heure pour le pilotage en température) afin d'établir un protocole pertinent avec la cinétique de retrait et de gonflement induite par la pression ou la température.

La déformation évolue en deux étapes à chaque changement d'humidité relative, et de manière modérée entre $9,51 \cdot 10^4$ kPa et $3,06 \cdot 10^4$ kPa, plus fortement entre $3,06 \cdot 10^4$ kPa et $1,46 \cdot 10^4$ kPa. Sur ces deux points, l'évolution de la déformation avec le pilotage en pression ou en température est similaire. Seule la déformation surfacique maximale est différente, puisqu'elle est de 16 % pour le pilotage en température avec des paliers d'1/2 heure, de 30 % avec des paliers d'1 heure et de 57 % pour le pilotage en pression. Si on néglige la partie de la courbe de gonflement du pilotage en pression où l'agrégat est entouré d'une pellicule d'eau, la déformation surfacique maximale est de 35,5 %. L'intensité du gonflement du pilotage en température avec des paliers d'1 heure lui est alors similaire (30 %). Ce phénomène peut s'expliquer par la configuration du montage pour l'essai dans le MEBE. En effet, la température est appliquée en un point, à la base de l'échantillon par le système Peltier. La température ambiante régnant dans la chambre étant de 22-23°C, et la

température de réalisation des essais étant inférieure, l'équilibre thermique au niveau de l'échantillon est difficile à établir et à maintenir. Ceci est aggravé par le faible volume de l'échantillon par rapport au volume de la chambre du MEBE. En revanche, la pression étant appliquée à l'ensemble de la chambre, l'équilibre est établi plus rapidement et maintenu durablement.

En considérant les deux conditions (évolution de la déformation et amplitude de la déformation), le pilotage en température avec des paliers d'1 heure est plus proche du pilotage en pression. Cependant, un temps d'équilibre d'1 heure est-il représentatif du comportement in situ ? La réponse à la question de l'influence ou non de la température sur le comportement de l'argile dépend du temps d'équilibre que l'on considère. Sur un temps d'équilibre moyen (1/2 heure), il semble y avoir une influence de la température sur l'évolution de la déformation et son amplitude. Sur un temps d'équilibre long (1 heure), il ne semble pas y avoir d'influence de la température. Cependant, l'évolution en deux étapes à chaque changement d'humidité relative est présente quels que soient le temps d'équilibre et le type de pilotage. Pour conclure sur la question, il faudrait se référer aux conditions in situ que l'on considère (type de climat et saison par exemple). En effet, dans un climat océanique en automne, la différence de température sera moindre entre les différents moments de la journée (et les temps d'équilibre plus longs) que dans un climat continental en été où la différence de température sera importante (et les temps d'équilibre plus courts).

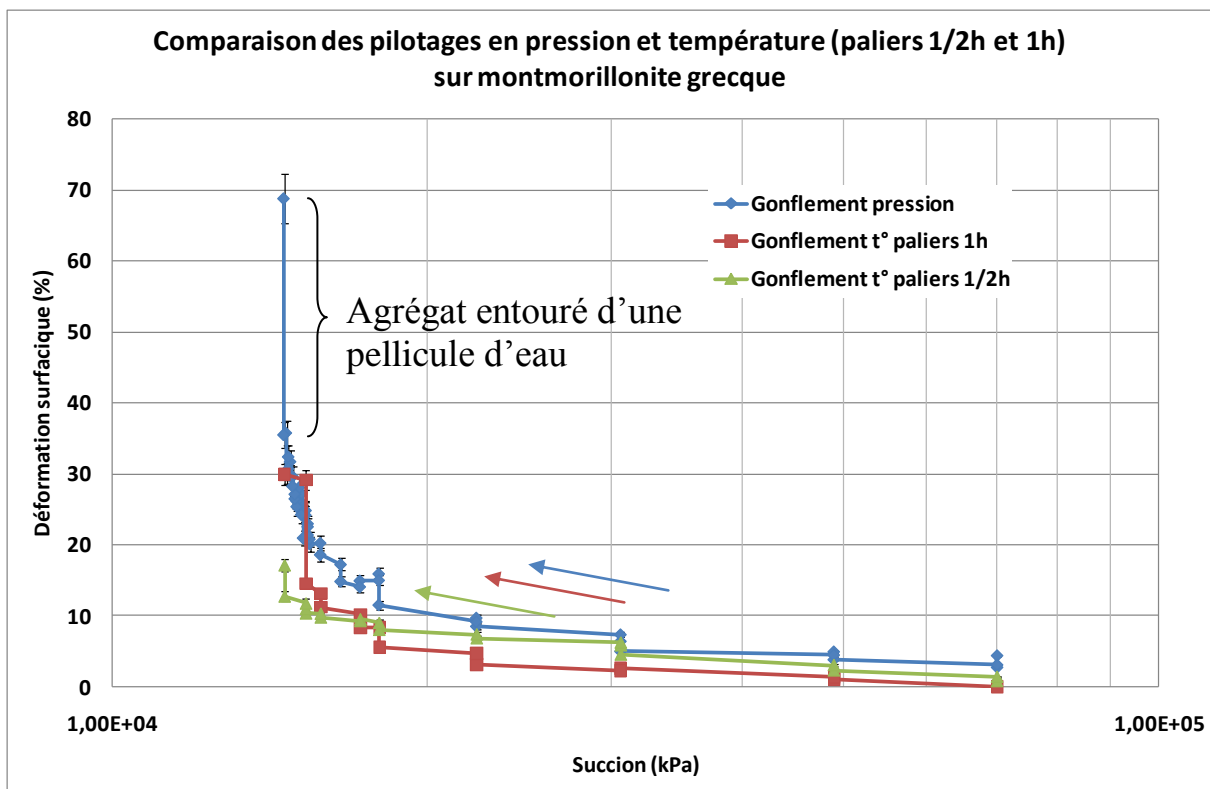


Figure 133: Evolution de la déformation surfacique en fonction de la succion. Courbes de gonflement de la montmorillonite grecque sur agrégats de 50 µm. Comparaison du pilotage en température et en pression.

Tableau 22: Tableau récapitulatif des caractéristiques tirées des courbes de retrait-gonflement, de cinétique et de taux de déformation de la montmorillonite grecque avec pilotage en pression et en température

	Gonflement			Retrait		
	Gonflement cumulé (%) (paliers ½ h/1 h)	Gonflement « individuel » max. (%)	Taux de gonflement max. (%/min)	Retrait cumulé (%) (paliers ½ h)	Retrait « individuel » max. (%)	Taux de retrait max. (%/min)
Pilotage en pression	35,5	4,5	2/0,25	53,5	3	2,4/0,25
Pilotage en température	16/30	3,2	1,2/0,25	19,5	2,6	2,5/0,25

Les paramètres du gonflement (gonflement cumulé, le gonflement « individuel » maximum et le taux de gonflement maximum) et du retrait cumulé sont plus importants pour le pilotage en pression. Les taux de gonflement maximum et le gonflement individuel maximum montrent que, pour le pilotage en température, la cinétique du gonflement est plus lente. Cela est dû au phénomène expliqué ci-dessus de l'équilibre thermique au niveau de l'échantillon. Cet équilibre étant maintenu avec difficulté, la quantité d'eau disponible et le temps disponible entre deux variations pour le gonflement est court. De ce fait, la déformation surfacique au cours d'un même palier va se développer plus difficilement avec un pilotage en température qu'en pression. C'est pourquoi les essais pilotés en température avec des paliers d'1 heure présentent une cinétique et une déformation surfacique similaires au pilotage en pression : l'équilibre thermique étant difficile à atteindre, 1 heure est nécessaire pour obtenir un résultat comparable à celui du pilotage en pression avec des paliers de 10 minutes.

Le retrait cumulé est plus important pour le pilotage en pression du fait de la déstructuration de l'agrégat, ce qui n'est pas survenu lors du pilotage en température. Cependant, le retrait « individuel » maximum et le taux de retrait maximum sont similaires pour les deux pilotages. En effet, l'équilibre thermique est facilité lors du séchage, étant donné que la température est augmentée, se rapprochant ainsi de la température ambiante régnant dans la chambre du MEBE. Le retrait cumulé est toutefois plus faible, la quantité d'eau absorbée lors de l'humidification dans l'agrégat est plus faible avec le pilotage en température.

Cette influence de la température sur la réponse au retrait-gonflement de l'argile est importante et ne doit pas être négligée dans les essais au MEBE et les applications utilisant la pression et la température comme variables d'étude. En effet, selon le paramètre utilisé ou étudié, les résultats seront impactés, plus ou moins fortement. Dans le cadre des essais au MEBE, Montes (Montes-H., 2002) et Romero (Romero & Simms, 2008) ont appliqué des protocoles expérimentaux basés sur la variation de la pression et de la température simultanément ou successivement pour imposer l'humidité relative souhaitée. Au vu des conclusions ci-dessus, on peut penser que les résultats obtenus par ces protocoles expérimentaux peuvent sous-estimer le retrait-gonflement des argiles

étudiées, le temps d'équilibre appliqué étant suffisant pour l'équilibre en pression mais insuffisant pour l'équilibre thermique lors de ces essais.

6. ESSAIS COMPLEMENTAIRES A L'ECHELLE MESOSCOPIQUE

Parallèlement aux divers essais menés dans le MEBE, des analyses ont été menées sur des échantillons cubiques, d'environ un centimètre de côté, d'argile verte de Romainville. L'objectif de ces expérimentations complémentaires est d'apporter des résultats qualitatifs (observations au MEBE et MEBE-HR) et quantitatifs (courbes de rétention, porosimétrie BET) à une autre échelle (échelle mésoscopique) afin de les comparer aux résultats obtenus à l'échelle microscopique sur de la poudre, voire de consolider les éléments de réflexion menés à l'échelle microscopique.

La construction des courbes de rétention permet d'établir une carte d'identité du comportement hydrique de l'argile. Les observations microscopiques ont pour objectif d'étudier l'évolution de la microstructure, de la mésoporosité (entre 2 nm et 50 nm) et de la macroporosité (supérieure à 50 nm) en fonction de la succion (de $3,65 \cdot 10^5$ kPa à $9,81 \cdot 10^{-2}$ kPa). L'évolution de la microporosité (inférieure à 2 nm) en fonction de la succion est étudiée par porosimétrie BET.

6.1 COURBES DE RETENTION

La construction des courbes de rétention a été effectuée à l'aide de deux méthodes complémentaires : la méthode des solutions salines saturées pour les succions variant entre $3,65 \cdot 10^5$ kPa et $2,70 \cdot 10^3$ kPa et par la méthode des plaques tensiométriques pour les succions variant entre 29,43 kPa et $9,81 \cdot 10^{-2}$ kPa (Figure 134). Elles ont été couplées à la détermination du volume par pesée hydrostatique dans le kerdane. Les courbes de rétention obtenues sont superposées à celles d'Audiguier (Audiguier et al., 2007). Les résultats sont similaires, les résultats issus du dispositif des plaques tensiométriques apportant un complément d'informations.

Le graphe (a) présente l'évolution de l'indice des vides en fonction de la teneur en eau. Il montre une limite de retrait (W_r) à une teneur en eau de 13 % et un indice des vides de 0,52, ce qui correspond à une succion de 22,4 MPa (graphe b). La sursaturation est observée à partir d'une teneur en eau de 28 % et un indice des vides de 0,8, ce qui correspond à une succion de 2 kPa. Le degré de saturation dans ce domaine est de 1 (graphe c et d). Lorsque la succion est inférieure à celle de la limite de retrait, la variation de teneur en eau correspond au changement d'indice des vides du sol et l'échantillon reste saturé. Le point d'entrée d'air (P_a) correspond à une teneur en eau de 37% (graphe c) et une succion de $2,94 \cdot 10^{-1}$ kPa (graphe d). En dessous de cette valeur, la variation volumique est importante : elle peut atteindre jusqu'à 25 %. Les graphes c et d présentent deux parties quasiment linéaires. La première partie (vers les plus fortes teneurs en eau) correspond à un degré de saturation égal à 1. La deuxième partie (vers les plus faibles teneurs en eau) correspond à une zone de très forte désaturation du sol associée à une faible variation de l'indice des vides. La teneur en eau initiale du sol mesurée était de 28 %, c'est-à-dire que le sol était dans l'état saturé. Dans une période normale, l'argile se trouve souvent dans son état saturé (succion in situ inférieure au point d'entrée d'air). Cela signifie que le sol in situ se trouve dans la zone très sensible au retrait-gonflement.

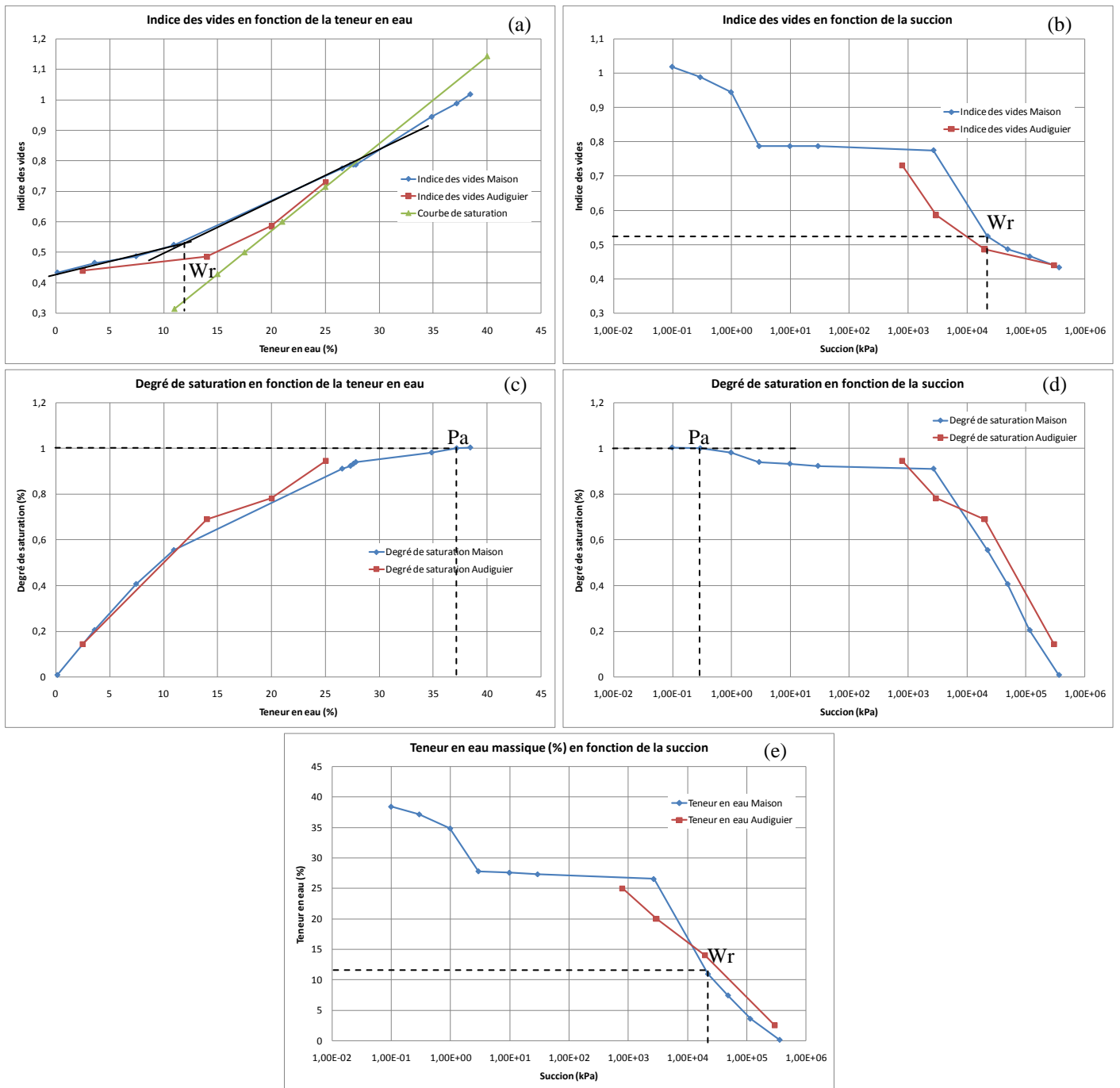


Figure 134: Représentation globale des courbes de rétention de l'argile verte de Romainville (dessiccateurs + plaques tensiométriques) : comparaison des résultats obtenus dans la thèse avec ceux d'Audiguier et al. (2007)

6.2 OBSERVATIONS MICROSCOPIQUES (MEBE ET MEBE-HR)

Les observations microscopiques ont été effectuées sur le MEBE pour des grossissements jusqu'à 16 000 fois (résolution de 0,4 μm) et sur le MEBE-HR pour des grossissements supérieurs (jusqu'à 51 200 fois, résolution de quelques dizaines de nm) et de meilleure résolution et qualité d'image pour analyser la mésoporosité. Ces observations ont été menées pour chaque succion imposée dans les dessiccateurs et les plaques tensiométriques afin d'étudier l'évolution de la microstructure et de la porosité. Les observations sur les échantillons issus des dessiccateurs ont été effectuées en mode environnemental en recréant l'hygrométrie (ou la succion) à laquelle se trouvait l'échantillon dans le MEBE. Les observations sur les échantillons issus des plaques tensiométriques ont été effectuées en mode « high vacuum » sur des échantillons congelés, lyophilisés et non métallisés, les succions appliquées à ces échantillons étant trop faibles pour être recréées dans le MEBE.

Les observations menées sur les fortes et moyennes succions ($3,65 \cdot 10^5$ kPa à $2,70 \cdot 10^3$ kPa) ont montré une microstructure relativement « compacte » sur tous les échantillons (Tableau 23). Cette microstructure se compose d'une matrice contenant des agrégats argileux (kaolinite, illite et interstratifiés illite/smectite) et de la calcite sous forme de grains disséminés ou de cristaux allongés. Les agrégats argileux sont visibles avec des contours nets et saillants, côtoyant des cristaux de plusieurs dizaines de microns de quartz ou de feldspath. Dans les succions moyennes, des cristaux de quartz en forme de chou-fleur, non « immergés » dans la matrice mais semblent être déposés à sa surface, font leur apparition et leur densité augmente avec la diminution de la succion. Le quartz étant un minéral connu pour sa dureté et son insolubilité, il n'est pas envisageable qu'il ait pu être dissous lors du séchage dans les dessiccateurs. Il est probable que la présence de quartz sous cette forme est plus visible dans certains échantillons que dans d'autres, conséquence de l'hétérogénéité de l'argile verte de Romainville. Des structures hexagonales ont été également observées, se présentant sous forme de contours saillants de la matrice, apparaissant de couleur blanche au microscope. Ces structures sont constituées par les interstratifiés illite/smectite. Les parois qui constituent ces structures hexagonales sont très fines (quelques dizaines de nm) et sont constituées de 2 parties (Figure 135). Le spectre chimique de ces deux parties montre qu'elles présentent la même composition. Cependant, cela peut être dû à la dérive de la zone d'observation, phénomène inhérent aux forts grossissements. Si ces deux parties présentent effectivement la même composition, elles se différencient peut-être par la densité de chacune d'elles, la partie centrale étant plus dense que la partie périphérique, telle un noyau. De telles structures ont déjà été observées sur l'argile du Deffend par le laboratoire Hydrasa de Poitiers, mais aucune explication sur l'origine et la formation de ces structures n'a été avancée (Figure 136). Cependant, Geremew (2009) a observé ce type de structure dans l'argile verte de Romainville, de manière très localisée. Il a observé le gonflement d'amas de smectites, formés par un assemblage de feuillets de montmorillonite dont les empilements s'organisent en structures hexagonales avec une ouverture de pores (sub-sphériques) comprise entre 2 et 4 μm de diamètre. Ce type de structure serait prédominant dans les dépôts d'origine marine et lacustre récents et n'ayant pas subi de forte compaction (Geremew, 2009). Ces structures hexagonales ne seraient

donc pas liées à un effet de surface, mais bien à un type de texture, caractéristique d'un mode de dépôt sédimentaire lacustre ou marin.

En termes de porosité, la macroporosité tend à se réduire avec la diminution de la succion : les valeurs maximum de macroporosité sont d'environ 4 à 5 μm de $3,65 \cdot 10^5$ kPa à 1,7 μm à partir de $2,24 \cdot 10^4$ kPa. De même, les valeurs minimum décroissent avec la diminution de la succion, avec l'apparition de la mésoporosité à partir de $4,9 \cdot 10^4$ kPa. Cela n'indique pas qu'elle n'était pas présente aux plus fortes succions. Elle n'a pas été observée et mesurée, occultée par des pores plus importants. Cette évolution de la porosité est en accord avec les connaissances actuelles : plus l'échantillon est sec, plus les agrégats se divisent, faisant naître des pores plus importants.

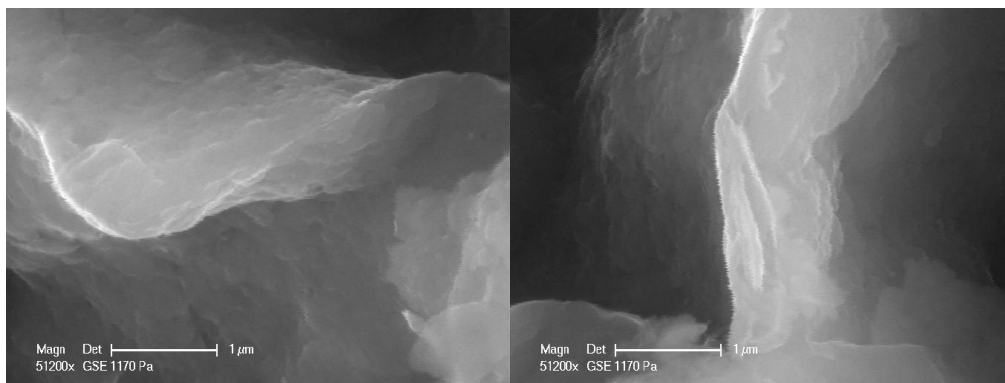


Figure 135: Détails des parois du réseau de structures hexagonales. Images MEBE-HR, grandissement: $x 51200$

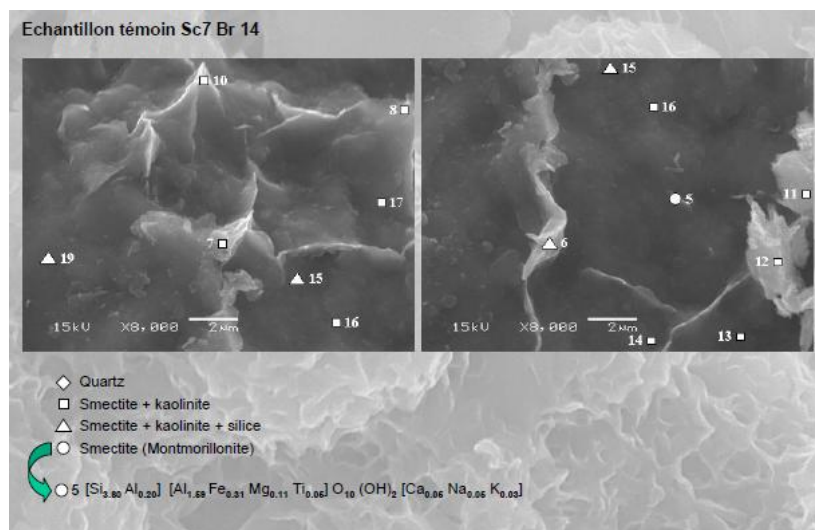


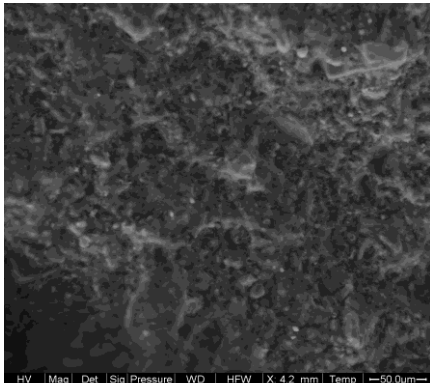
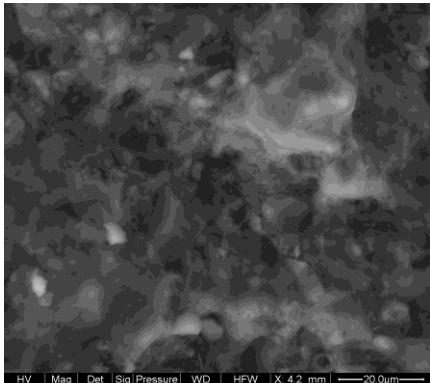
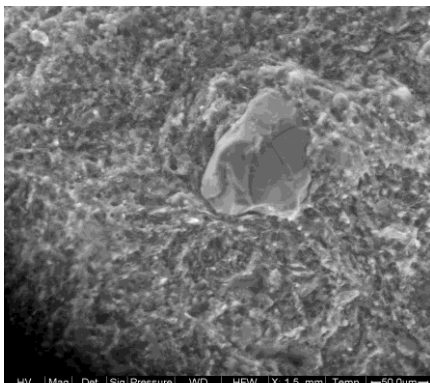
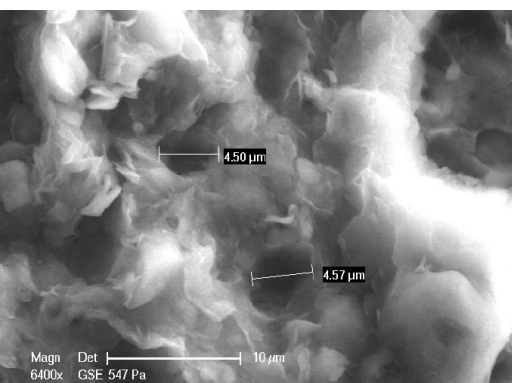
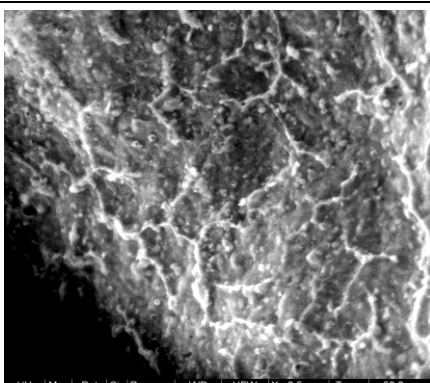
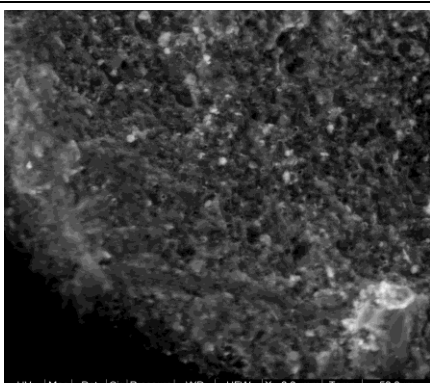
Figure 136: Observation au MEB de structures hexagonales (grandissement : $x 8000$; Laboratoire Hydrasa, Poitiers, Vincent et al., 2009)

Les observations menées sur les faibles succions ont montré une microstructure relativement compacte sur tous les échantillons (Tableau 24). Elle présente cependant une évolution sur les contours des agrégats : ceux-ci sont nets et saillants jusqu'à 9,81 kPa puis ils deviennent plus arrondis entre 2,94 kPa et $9,81 \cdot 10^{-2}$ kPa. Ils semblent même noyés dans la masse matricielle. En termes de porosité, seule la macroporosité a pu être étudiée, des observations au MEBE-HR n'ont pu être réalisées sur ces échantillons. La macroporosité ne présente pas d'évolution particulière,

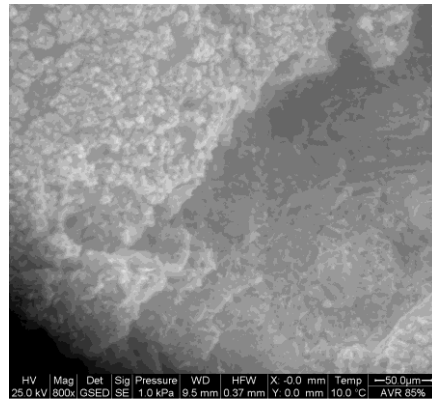
étant donné que les gammes de valeurs restent similaires malgré la diminution de la succion. Cependant, une forme de macroporosité particulière a été observée. En effet, dans les faibles succions (de $2,70 \cdot 10^3$ kPa à $9,81 \cdot 10^2$ kPa), la présence de micro-organismes a été constatée (Tableau 25). Ces micro-organismes sont assimilés à une forme de moisissure, étant donné les conditions de forte humidité où ils ont été observés. Ils se présentent sous forme de bactéries ovales vivant en chaînes de deux individus ou plus. En mode environnemental, ces micro-organismes sont observés encore vivants : les chaînes peuvent être isolées ou multiples, se déplacent sur la surface ou se dresser perpendiculairement à la surface. En mode « high vacuum », ces organismes sont paralysés par le froid de l'azote liquide utilisé lors de la congélation, les plongeant peut-être dans un état de dormance, ou desséchés. Cependant, les observations montrent qu'avec la diminution de la succion, ces organismes sont de plus en plus nombreux. Ils vivent en amas ou étalés sur la surface de l'échantillon, mais avec une densité très importante, empêchant de voir la microstructure et la porosité sous-jacente. Des « trous », dont le diamètre correspond au diamètre des micro-organismes, sont répartis sur toute la surface de l'échantillon, de manière homogène et dense. Il est difficile d'assimiler ces trous creusés par les micro-organismes à de la porosité, étant donné que nous ne pouvons pas en connaître la profondeur. Cependant, la quantité importante et la répartition de ces « trous » n'est pas négligeable et laissent à penser que ces micro-organismes endommagent l'argile et participent à son vieillissement. Les « trous » creusés peuvent constituer des chemins préférentiels pour l'infiltration ou l'absorption de l'eau et ainsi accélérer le vieillissement. Étant donné que l'argile verte de Romainville est présente sous un état saturé in situ, ces micro-organismes doivent être présents, en plus de la biocénose. La partie biologique de l'argile ne doit donc pas être négligée, car elle participe à la vie du sol en le faisant évoluer et vieillir.

Si on compare les images MEBE présentées dans ce chapitre avec celles effectuées au MEB par Audiguier (cf annexe 2) sur la même argile, on observe que la différence s'opère essentiellement sur la qualité de l'image. En effet, les images MEB présentent une meilleure qualité aux forts grossissements et une meilleure résolution de l'image ce qui permet une analyse de surface de l'échantillon plus belle. Ceci est dû principalement à la préparation de l'échantillon (congélation, lyophilisation) qui n'induit pas ou peu de conséquences sur la microstructure (Delage & Pélerin, 1984) et au vide élevé présent dans la chambre du MEB.

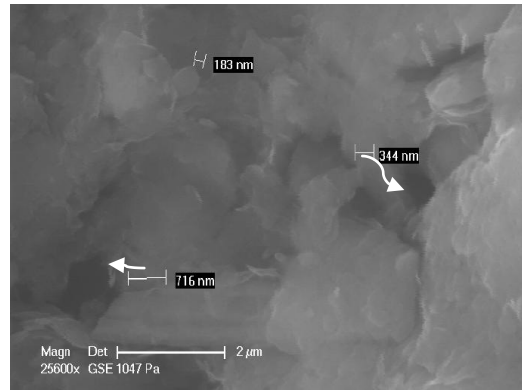
Tableau 23: Evolution de la microstructure et de la porosité en fonction de la succion.
Echantillons des dessiccateurs. Images MEBE, mode environnemental

Succion (kPa)	Microstructure	Porosité
$3,65 \cdot 10^5$	 <p>Microstructure compacte</p>	 <p>Entre 185 nm et 5 μm</p>
$1,16 \cdot 10^5$	 <p>Microstructure compacte</p>	 <p>Entre 122 nm et 4,5 μm</p>
$4,9 \cdot 10^4$	 <p>Microstructure compacte avec réseau de structures hexagonales d'interstratifiés illite/smectite</p>	 <p>Entre 41 nm et 4 μm</p>

$2,24.10^4$

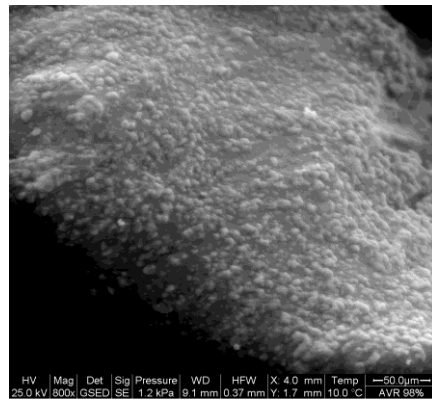


Microstructure compacte avec grains de quartz sur la matrice argileuse

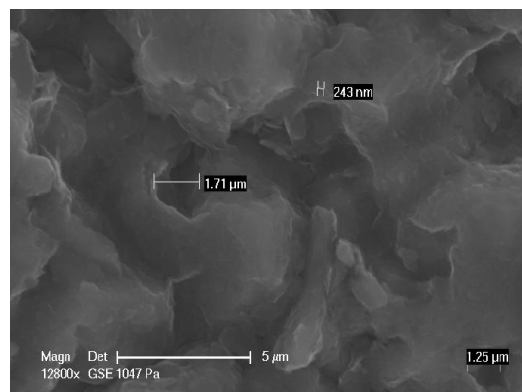


Entre 50 nm et 1,71 μm

$2,70.10^3$

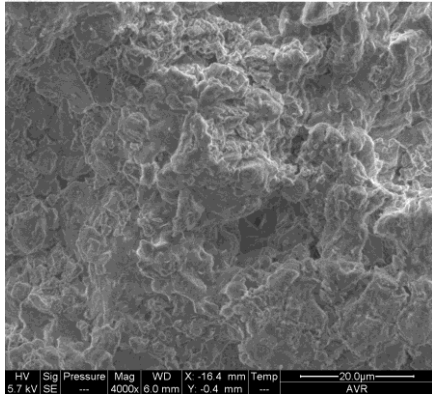
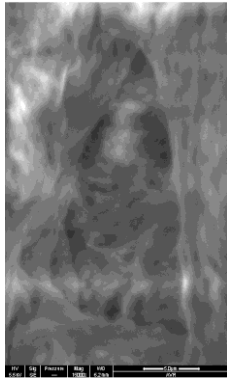
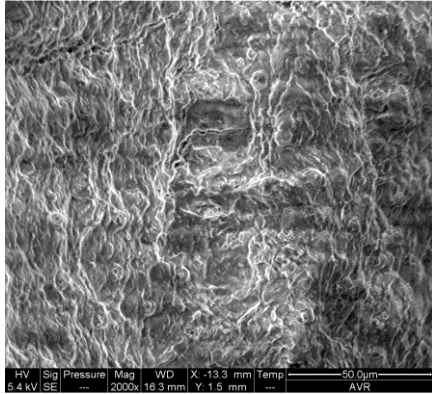
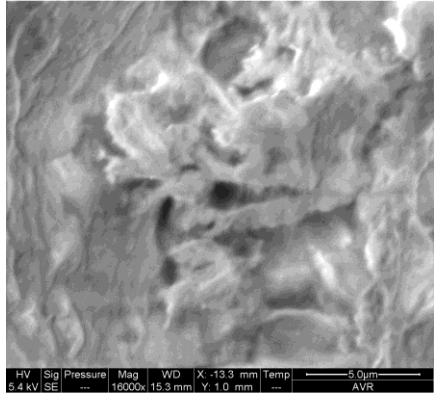
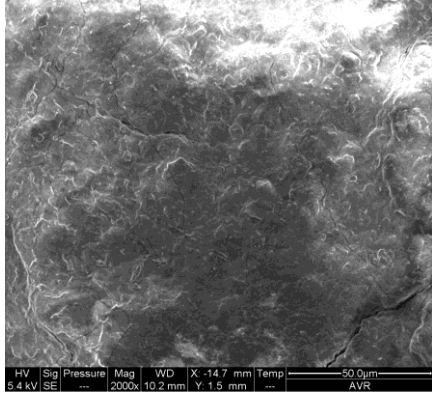
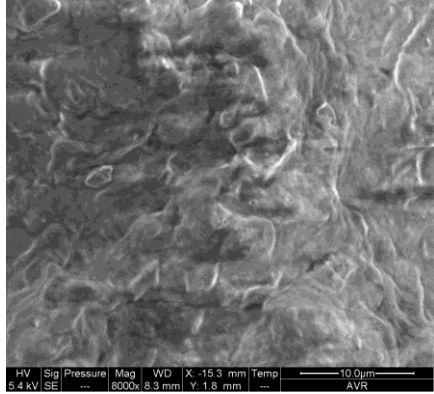


Microstructure compacte avec grains de quartz sur la matrice argileuse



Entre 35 nm et 1,7 μm

Tableau 24: Evolution de la microstructure et de la porosité en fonction de la succion.
Echantillons des plaques tensiométriques. Images MEBE, mode high vacuum

Succion (kPa)	Microstructure	Porosité
29,43	 <p>Microstructure compacte avec agrégats aux contours nets et saillants</p>	 <p>Entre 185 nm et 1,7 μm</p>
9,81	 <p>Microstructure compacte avec agrégats aux contours nets et saillants</p>	 <p>Entre 236 nm et 1,7 μm</p>
2,94	 <p>Microstructure compacte avec agrégats aux contours arrondis et noyés dans la matrice</p>	 <p>Entre 236 nm et 910 nm</p>

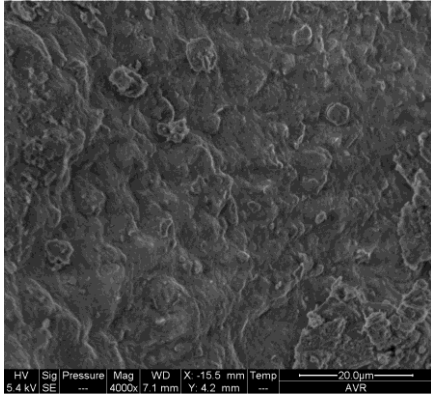
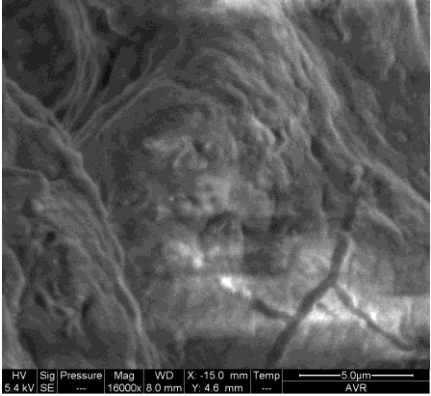
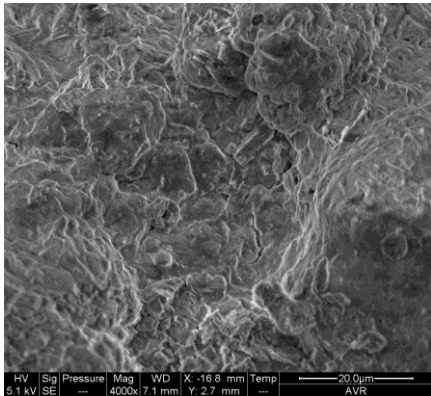
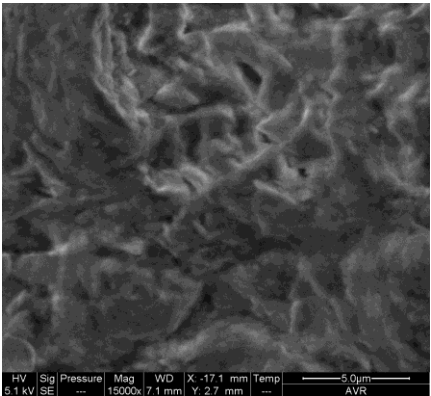
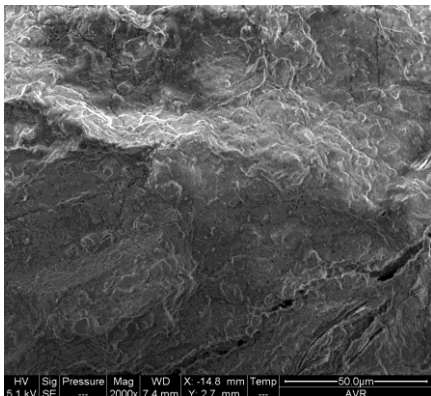
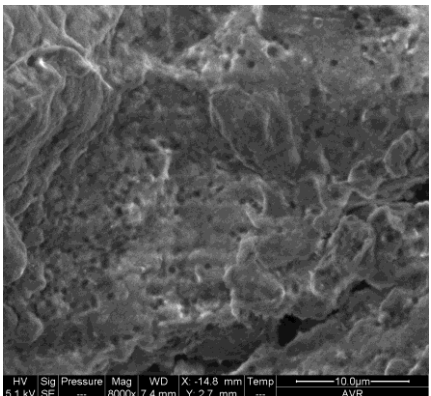
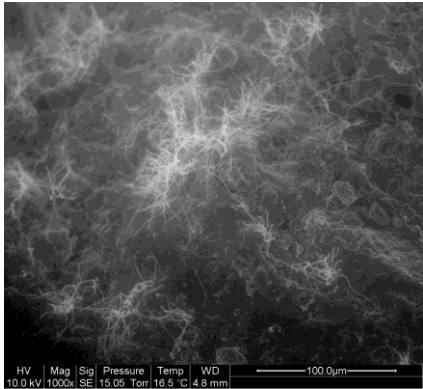
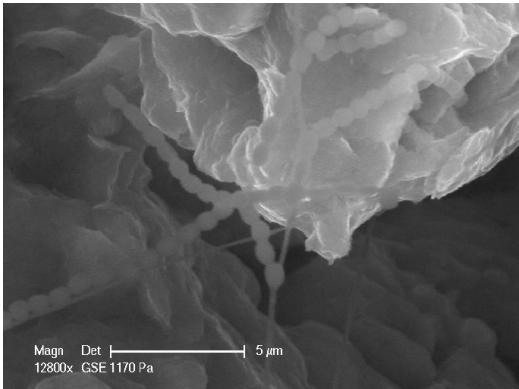
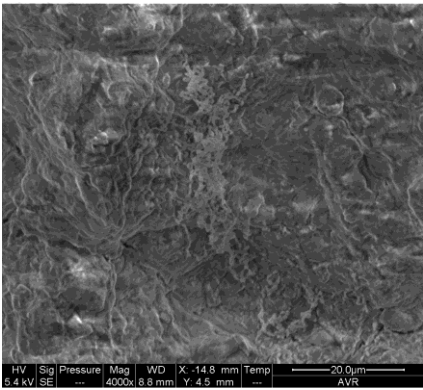
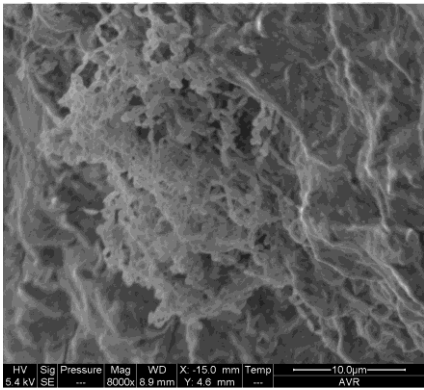
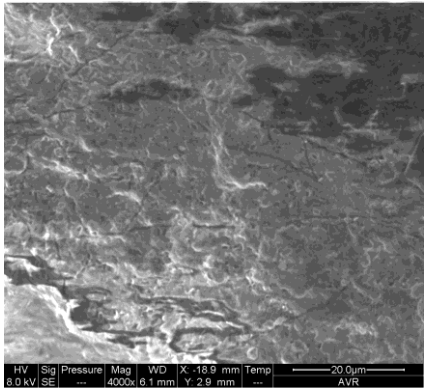
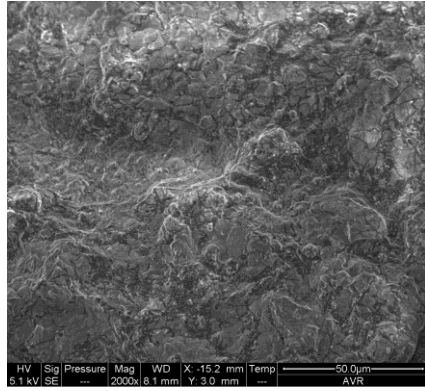
<p>0,98</p>	 <p>Microstructure compacte avec agrégats aux contours arrondis et noyés dans la matrice</p>	 <p>Entre 200 nm et 655 nm</p>
<p>0,29</p>	 <p>Microstructure compacte avec agrégats aux contours arrondis et noyés dans la matrice</p>	 <p>Entre 109 nm et 1 μm</p>
<p>$9,81 \cdot 10^{-2}$</p>	 <p>Microstructure compacte avec agrégats aux contours arrondis et noyés dans la matrice</p>	 <p>Entre 160 nm et 1,7 μm</p>

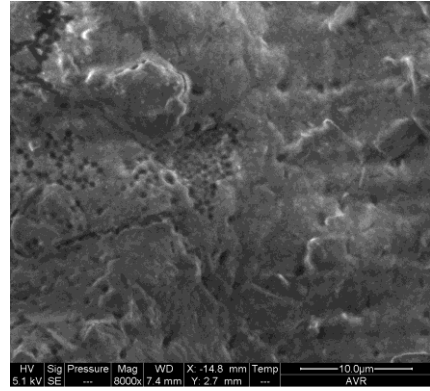
Tableau 25: Evolution de la microbiologie en fonction de la succion. Echantillons des dessiccateurs et des plaques tensiométriques. Images MEBE, mode environnemental et high vacuum

Succion (kPa)	Disposition	Particularité
2,70.10 ³	 <p>Disposition en amas</p>	 <p>Organismes observés vivants : déplacement</p>
2,94	 <p>Disposition en amas</p>	 <p>Concentration importante en un point</p>
0,98		 <p>Porosité importante</p>

$9,81.10^{-2}$



Emplacements répartis sur la totalité de l'échantillon



Porosité très importante

6.3 POROSIMETRIE B.E.T.

Dans le but de comparer et compléter les résultats obtenus aux échelles micro et mésoscopiques et de s'assurer d'une cohérence vis-à-vis de ceux rencontrés dans la littérature, mais aussi de compléter la caractérisation de cette argile, des essais classiques de laboratoire ont été menés sur l'argile verte de Romainville. Ces essais, comportant la détermination des courbes de rétention, la porosimétrie BET et des observations au MEBE d'échantillons cubiques, permettent d'établir entre autres une carte d'identité de l'argile et d'étudier l'évolution texturale et porale de l'argile en fonction de l'humidification-séchage. Ces résultats à l'échelle mésoscopique sont comparés à ceux obtenus par Vincent et al. (2009), Audiguier et al. (2007), Mantho (2005) et Laribi et al. (2007).

Dans le cadre de ces travaux, la porosimétrie BET est utilisée pour déterminer la surface spécifique des argiles et étudier l'évolution de la microporosité en fonction de l'humidité relative.

Les essais de porosimétrie BET ont été menés sur des échantillons cubiques d'argile verte de Romainville aux fortes et moyennes succions. Plusieurs étapes sont représentées : la caractérisation de l'état initial (appelée « Initial »), la caractérisation après une humidification de $3,65.10^5$ kPa à $2,70.10^3$ kPa (appelée « Humidification 1 » et « Humidification 2 ») et la caractérisation après un séchage de $2,70.10^3$ kPa à $3,65.10^5$ kPa (appelée « Séchage 1 » et « Séchage 2 »). Trois paramètres sont étudiés pour la caractérisation de la microporosité : la quantité de N_2 adsorbée, la surface spécifique externe et le volume microporeux.

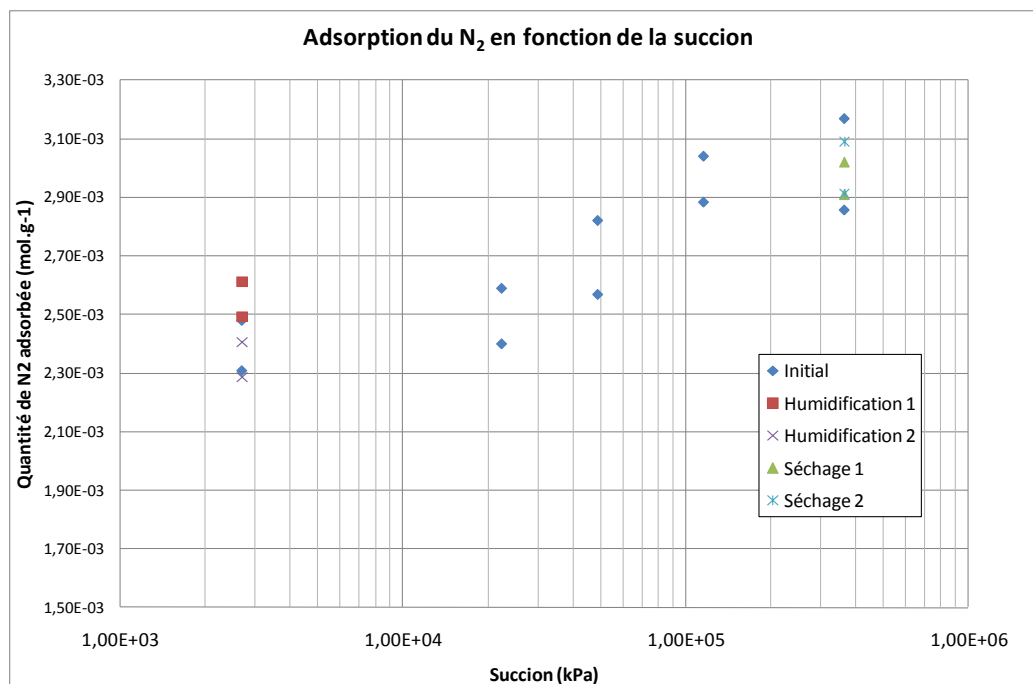


Figure 137: Evolution de la quantité de N_2 adsorbée en fonction de la succion.

Les résultats obtenus montrent que les trois paramètres croissent avec la succion. La quantité de N₂ adsorbée (Figure 137), la surface spécifique externe (Figure 138) et le volume microporeux (Figure 139) diminuent fortement dans les fortes succions et plus modérément dans les faibles succions. Le fait qu'ils évoluent de la même manière montre qu'ils sont liés les uns aux autres. En effet, lorsque l'argile sèche, les agrégats se divisent, augmentant ainsi la surface spécifique externe et la quantité de N₂ pouvant être adsorbée. La division des agrégats et l'augmentation de la surface spécifique qui en résulte permettent un accès plus facile à la porosité. Des micropores qui n'étaient pas accessibles par leur localisation à l'intérieur d'un agrégat par exemple, le deviennent, augmentant le volume microporeux.

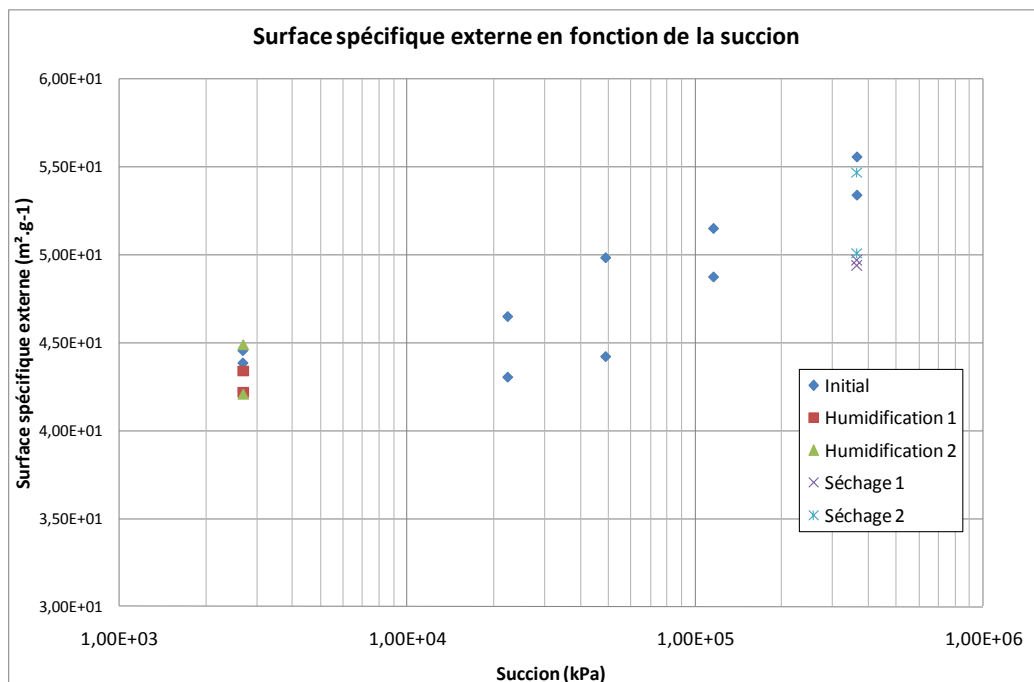


Figure 138: Evolution de la surface spécifique externe en fonction de la succion.

L'évolution de ces trois paramètres montre toutefois qu'à partir d'une succion moyenne ($2,24 \cdot 10^4$ kPa), la microstructure et la microporosité n'évolue plus beaucoup. En comparant avec la courbe de retrait-gonflement obtenue au MEBE, cette succion correspond à la succion à partir de laquelle la déformation surfacique évolue fortement. Cela montre que le gonflement (et le retrait) évolue fortement, à partir du moment où la microstructure n'évolue plus ou peu. Cela laisse à penser que la déformation dans les fortes et moyennes succions est absorbée partiellement par un réarrangement de la microstructure (rapprochement des agrégats avec diminution de la porosité). Lorsque celle-ci a acquis sa configuration optimale ou ses limites de réarrangement, la déformation est restituée par un gonflement global des agrégats.

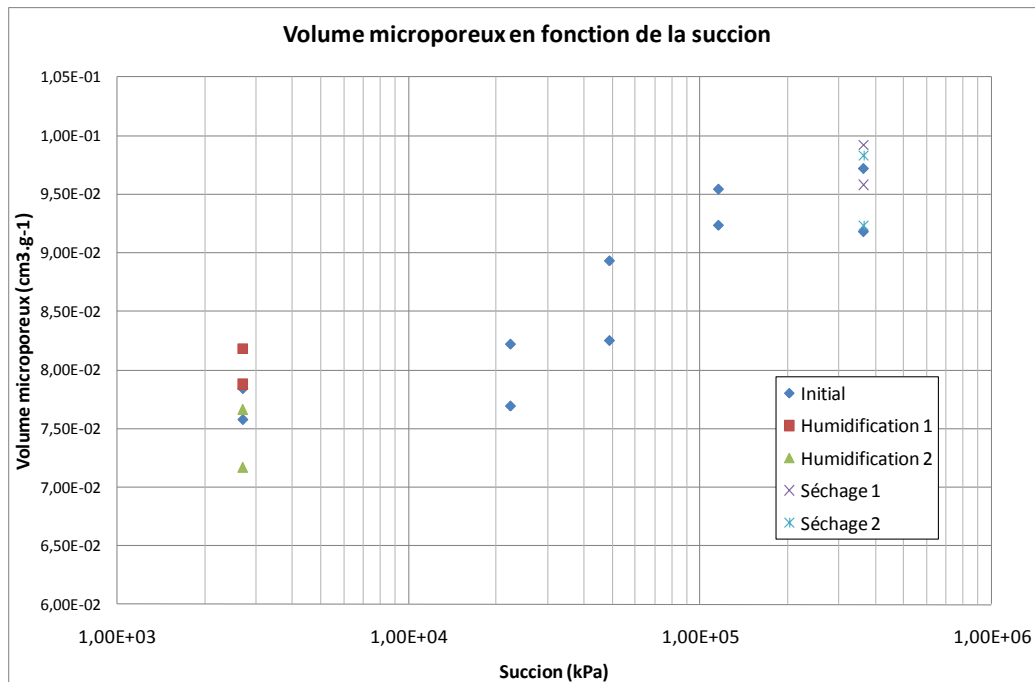


Figure 139: Evolution du volume microporeux en fonction de la succion.

L'humidification et le séchage des échantillons n'induit pas de conséquences sur la microstructure. En effet, les valeurs des trois paramètres lors des cycles d'humidification et de séchage sont similaires à celles mesurées lors de la caractérisation de l'état initial. Ainsi, cela montre que la microstructure présente une certaine réversibilité lors des cycles d'humidification-séchage, observée également à l'échelle microscopique (cf chapitre 5).

6.4 COMPARAISONS DES DEFORMATIONS MESUREES A L'ECHELLE MICROSCOPIQUE ET MESOSCOPIQUE

La déformation surfacique maximale de l'argile verte de Romainville mesurée sur les images du MEBE est de 25 %. Les résultats d'essais de gonflement libre à l'œdomètre, menés sur cette argile sur des échantillons non remaniés en laboratoire, ont montré une déformation maximale de l'ordre de 25 % à 30 % (Figure 140) (Audiguier et al., 2007). La déformation mesurée sur les images MEBE est donc similaire à celle mesurée en laboratoire (Maison et al., 2009). Ceci s'explique par le fait que les essais mésoscopiques d'Audiguier ont été réalisés sur des matériaux avec une texture matricielle. Il n'y a donc pas d'effet de la structure avec réarrangement des grains. Ceux-ci peuvent gonfler librement et individuellement, ce qui est également le cas dans les essais microscopiques.

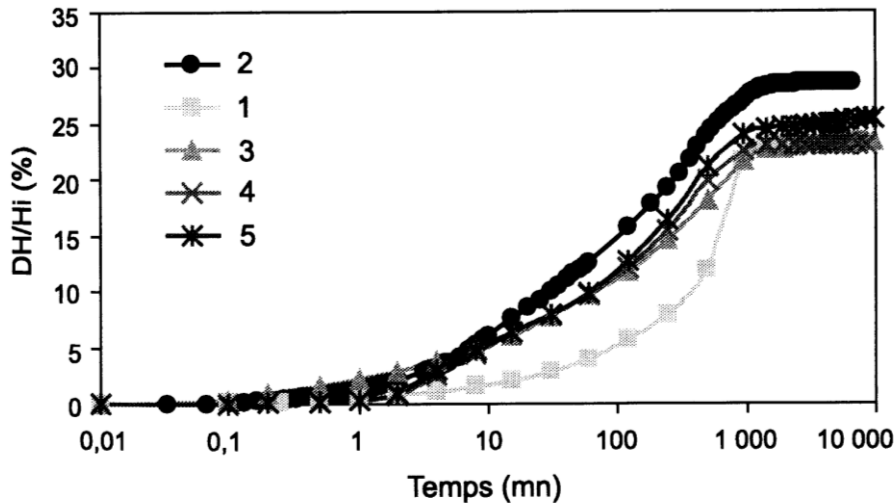


Figure 140: Courbes de 5 cycles de gonflement libre à l'oedomètre (argile verte de Romainville) (Audiguier et al., 2007)

6.5 SYNTHÈSE

Les différents essais à l'échelle mésoscopique (observations MEBE, courbes de rétention et porosimétrie BET) menés sur des échantillons cubiques amènent les remarques suivantes :

- La limite de retrait (W_r) correspond à une teneur en eau de 13 % et un indice des vides de 0,47. Le point d'entrée d'air (P_a) correspond à une teneur en eau de 21 % et une succion de 0,8 MPa. L'argile verte de Romainville présente une évolution importante de la déformation volumique (44 %) dont 25 % se situe avant le point d'entrée d'air. Le sol présente un état saturé in situ, induisant un comportement sensible au retrait-gonflement.
- Aux fortes et moyennes succions, le sol présente une microstructure compacte avec une macroporosité diminuant avec la succion. Aux faibles succions, la microstructure compacte évolue de contours nets et saillants des agrégats à des contours plus arrondis. Des microorganismes ont été observés, engendrant une porosité superficielle très importante, pouvant entraîner un vieillissement du sol et la création de chemins préférentiels pour la pénétration de l'eau.
- Avec la diminution de la succion, une diminution de la surface spécifique externe et du volume microporeux a été observée. A partir de $2,24 \cdot 10^4$ kPa, cette évolution devient moins importante. Cette succion correspondant à la limite de retrait, cela montre que la déformation est absorbée en partie par le réarrangement de la microstructure, puis elle est restituée par un gonflement global des agrégats.
- L'humidification et le séchage des échantillons n'induisent pas de conséquences sur la microstructure. Cette dernière présente une certaine réversibilité lors des cycles d'humidification-séchage, observée également à l'échelle microscopique (cf chapitre 5).

7. SYNTHÈSE DES ESSAIS RÉALISÉS

Les résultats présentés dans les chapitres 5 et 6 sont issus d'une série d'essais, réalisés aux échelles micro et mésoscopique. Ils ont été sélectionnés pour ce qui nous semble leur intérêt scientifique. Cependant, de nombreux autres essais ont été menés pour les compléter, pour mettre au point des protocoles expérimentaux ou encore explorer des voies qui se sont avérées sans issue. Ce point est particulièrement valable pour les essais au MEBE. Le retour d'expérience sur des observations au MEBE menées sur des argiles naturelles étant relativement peu fourni dans la littérature, de nombreux tests ont été nécessaires pour observer et comprendre les phénomènes en jeu. Certains paramètres ont nécessité jusqu'à 2 ans de travail avant de mettre au point un protocole convenable et les observer dans les meilleures conditions. A titre d'information, il nous a semblé nécessaire d'indiquer la quantité d'essais réalisés, même si certains avaient échoué. Le Tableau 26 résume l'ensemble de ces essais.

Tableau 26: Inventaire des essais réalisés au cours de ces recherches

	Objectif	Méthode	Remarques sur l'essai et les résultats
MEBE			
Argile de Bavent (cube)	Gonflement	Humidification à 95 % puis 90 %	Peu de gonflement
Montmorillonite grecque (poudre)	Gonflement + choix de support	4 paliers d'humidification + support en forme de cône concave	Echantillon dur à la fin de l'humidification
Argile de Bavent (cube)	Gonflement et apparition de fissure lors du séchage	Tracé d'une croix pour faciliter l'observation et l'initiation d'une fissure	Peu de gonflement + apparition d'une fissure
Montmorillonite grecque (poudre)	Influence du scotch carbone	Moitié du support avec scotch, autre moitié sans	Abandonné pour rupture du filament
Montmorillonite grecque (poudre)	Début de l'essai à HR identique à celle du laboratoire + prise automatique de photos	Humidification-séchage rapides	
Montmorillonite grecque (poudre)	Recherche du point de rosée	Humidification à 90 % d'HR	Saturation de la zone d'observation
Montmorillonite grecque (poudre)	Recherche du point de rosée	Humidification à 85 % d'HR	Humidification insuffisante
Montmorillonite grecque (poudre)	Recherche du point de rosée	Humidification à 87,5 % d'HR longue durée (toute la nuit)	Humidification insuffisante
Montmorillonite grecque (poudre)	Recherche du point de rosée	Humidification à 88,75 % d'HR longue durée	Humidification insuffisante
Montmorillonite grecque (pâte)	Observations du séchage	Séchage rapide ; support circulaire, 2 mm de profondeur	
Montmorillonite grecque (poudre)	Recherche du point de rosée	Humidification à 89,4 % d'HR longue durée	Humidification insuffisante
Montmorillonite grecque (poudre)	Recherche du point de rosée	Humidification à 89,7 % d'HR longue durée	Saturation de la zone d'observation
Montmorillonite grecque (poudre)	Humidification longue durée	90 % d'HR	Déstructuration des agrégats
Montmorillonite grecque (pâte)	Observations sur séchage progressif	Séchage par paliers + 1 zone d'observation	Observations sur 1 zone non représentatives de l'ensemble de l'échantillon
Montmorillonite grecque	Cycles successifs	24 h par humidification / 24 h par	Déstructuration des agrégats

	Objectif	Méthode	Remarques sur l'essai et les résultats
(poudre)	d'humidification-séchage longue durée	séchage ; 2 cycles ; passages instantanés	irréversible
Montmorillonite grecque (poudre)	Cycles successifs d'humidification-séchage longue durée	Humidification longue durée / séchage courte durée ; 2 cycles ; passages instantanés	Déstructuration des agrégats
Montmorillonite grecque (poudre)	Compréhension de la déstructuration des agrégats	Humidification/séchage longue durée ; 2 cycles ; passages instantanés ; cartographies chimiques	Éléments suivent les agrégats : déstructuration d'origine mécanique et non chimique
Montmorillonite grecque (pâte)	Observations sur séchage progressif	Séchage par paliers + 5 zones d'observation + cartographies chimiques	Phénomènes différents selon les zones (fissuration, retrait) + éléments suivent les agrégats : origine mécanique
Montmorillonite grecque (pâte)	Observations sur séchage puis réhumidification	Séchage par paliers + humidification longue durée + 5 zones d'observation	Observations de structures hexagonales + déstructuration
Argile verte de Romainville (poudre < 250 µm)	Observation du retrait-gonflement	Humidification/séchage courte durée	Peu de gonflement
Argile verte de Romainville (poudre < 250 µm)	Observation du retrait-gonflement	Humidification/séchage longue durée + 4 zones d'observation	Peu de gonflement + humidification rapide
Argile verte de Romainville (poudre > 250 µm)	Influence de la taille des agrégats	2 cycles d'humidification / séchage longue durée + 4 zones d'observation ; passages instantanés	Humidification rapide + séchage lent ; peu de gonflement
Montmorillonite grecque (poudre)	Influence du faisceau d'électrons sur déstructuration de l'argile	Humidification/séchage longue durée ; 2 cycles ; passages instantanés ; essai en aveugle	Déstructuration toujours présente : pas d'influence du faisceau d'électrons
Argile verte de Romainville (poudre > 250 µm)	Optimisation du gonflement	1 cycle d'humidification/séchage longue durée + 4 zones d'observation ; passages instantanés ; humidification à 85 % d'HR	Peu de gonflement
Argile verte de Romainville (poudre > 250 µm)	Optimisation du gonflement	2 cycles d'humidification/séchage longue durée + 4 zones d'observation + cartographies chimiques ; passages instantanés ; humidification à 90 % d'HR	
Argile verte de Romainville (cube)	Etat initial 7 % d'HR	Observations + cartographies chimiques	
Argile verte de Romainville (cube)	Etat initial 43 % d'HR	Observations + cartographies chimiques	
Argile verte de Romainville (cube)	Etat initial 70 % d'HR	Observations + cartographies chimiques	
Argile verte de Romainville (cube)	Etat initial 85 % d'HR	Observations + cartographies chimiques	
Argile verte de Romainville (cube)	Etat initial 98 % d'HR	Observations + cartographies chimiques	Présence de moisissures
Argile verte de Romainville (poudre < 63 µm)	Influence de la taille des agrégats	1 cycle d'humidification/séchage longue durée + 5 zones d'observation + spectres chimiques ; passages instantanés ; humidification à 90 % d'HR	Influence de l'hétérogénéité de l'argile sur le gonflement

	Objectif	Méthode	Remarques sur l'essai et les résultats
Argile verte de Romainville (poudre 63 μm < < 125 μm)	Influence de la taille des agrégats	1 cycle d'humidification/séchage longue durée + 4 zones d'observation + spectres chimiques ; passages instantanés ; humidification à 90 % d'HR	Influence de l'hétérogénéité de l'argile sur le gonflement
Argile verte de Romainville (poudre 125 μm < < 1 mm)	Influence de la taille des agrégats	1 cycle d'humidification/séchage longue durée + 5 zones d'observation + spectres chimiques ; passages instantanés ; humidification à 90 % d'HR	Influence de l'hétérogénéité de l'argile sur le gonflement + agrégats trop gros
Argile verte de Romainville (poudre > 1 mm)	Influence de la taille des agrégats	1 cycle d'humidification/séchage longue durée + 5 zones d'observation + spectres chimiques ; passages instantanés ; humidification à 90 % d'HR	Influence de l'hétérogénéité de l'argile sur le gonflement + agrégats trop gros
Polymère superabsorbant (couche-culotte pour bébé)	Retarder l'arrivée d'eau ou absorber l'eau sous forme liquide	Humidification instantanée	Polymère gonfle trop lorsqu'il est seul
Polymère superabsorbant + montmorillonite grecque (poudre)	Retarder l'arrivée d'eau ou absorber l'eau sous forme liquide	MG au centre + polymère à la périphérie	Polymère gonfle trop par rapport à MG : envahit zone d'observation
Glaçon + montmorillonite grecque (poudre)	Retarder l'arrivée d'eau ou absorber l'eau sous forme liquide	Glaçon dans récipient à côté de MG pour créer 1 point froid et y faire condenser l'eau	Pas efficace
Porte-échantillon vide + montmorillonite grecque (poudre)	Retarder l'arrivée d'eau ou absorber l'eau sous forme liquide	Porte-échantillon avec nappe en cuivre à nu à côté de MG pour créer 1 point pour condenser l'eau	Pas efficace
Même essai sans porte-échantillon	Retarder l'arrivée d'eau ou absorber l'eau sous forme liquide		
Porte-échantillon vide + montmorillonite grecque (poudre)	Retarder l'arrivée d'eau ou absorber l'eau sous forme liquide	Porte-échantillon avec nappe en cuivre avec protection à côté de MG pour créer 1 point pour condenser l'eau	Pas efficace
Montmorillonite grecque (poudre)	Protocole expérimental par paliers	Humidification avec paliers de 10 minutes	Gonflement progressif et plus important
Montmorillonite grecque (poudre)	Protocole expérimental par paliers	Humidification/séchage avec paliers de 10 minutes	Gonflement progressif et plus important
Argile verte de Romainville (poudre 63 μm < < 125 μm)	Protocole expérimental par paliers	Humidification/séchage avec paliers de 10 minutes	Temps d'équilibre insuffisant
Montmorillonite grecque (poudre)	Etude cinétique petits agrégats (10 μm)	Humidification/séchage avec paliers de 10 minutes	Gonflement moins important que les agrégats de 50 μm + cinétique différente
Argile verte de Romainville (poudre 63 μm < < 125 μm)	Protocole expérimental par paliers	Humidification/séchage avec paliers de 10 minutes + saturation longue durée	Temps d'équilibre insuffisant
Argile verte de Romainville (poudre 63 μm < < 125 μm)	Protocole expérimental par paliers	Humidification/séchage avec paliers de 30 minutes	Temps d'équilibre suffisant
Montmorillonite grecque (poudre)	Pilotage en température	Humidification/séchage avec paliers de 10 minutes	Temps d'équilibre insuffisant
Montmorillonite grecque (poudre)	Pilotage en température	Humidification avec paliers d'1 heure ou durée variable	Essai incomplet : rupture du filament
Montmorillonite grecque	Pilotage en température	Humidification avec paliers de 30	

	Objectif	Méthode	Remarques sur l'essai et les résultats
(poudre)		minutes	
Montmorillonite grecque (poudre)	Pilotage en température	Humidification/séchage avec paliers de 30 minutes	
Montmorillonite grecque (poudre)	Etude cinétique gros agrégats (100 µm)	Humidification/séchage avec paliers de 30 minutes	Gonflement plus important que les agrégats de 50 µm + cinétique différente
Argile verte de Romainville (cube)	Plaques tensiométriques (faibles succions)	Observations	Moisissures
Montmorillonite grecque (poudre)	Temps de stabilisation par palier	Humidification pendant 20 heures à 70 % d'HR	
Argile de Pessac (poudre 63 µm < 125 µm)	Protocole expérimental par paliers	Humidification avec paliers d'1 heure	
Montmorillonite grecque (poudre)	Temps de stabilisation par palier	Humidification pendant 4 jours à 85 % d'HR	
	Mise au point du paramétrage optimal pour MEBE selon échantillon (poudre ou cube) et HR (faible ou forte)	Réglage de la distance de travail, de la tension, de la taille de la sonde...	
MEBE-HR			
Argile verte de Romainville (cube)	Etat initial 98 % d'HR	Observations	Platine Peltier UTC
Argile verte de Romainville (cube)	Etat initial 85 % d'HR	Observations	Platine Peltier UTC
Argile verte de Romainville (cube)	Etat initial 98 % d'HR	Observations	Platine Peltier INERIS
Argile verte de Romainville (cube)	Etat initial 85 % d'HR	Observations	Platine Peltier INERIS
Argile verte de Romainville (cube)	Etat initial 70 % d'HR	Observations + cartographies chimiques	
Argile verte de Romainville (cube)	Etat initial 43 % d'HR	Observations + cartographies chimiques	
Argile verte de Romainville (cube)	Etat initial 7 % d'HR	Observations + cartographies chimiques	
	Mise au point du paramétrage optimal pour MEBE-HR selon échantillon (poudre ou cube) et HR (faible ou forte)	Réglage de la distance de travail, de la tension, de la taille de la sonde...	
Essais de labo			
Montmorillonite grecque (pâte)	Fabrication de la pâte en quantité importante	Mise au point d'un agitateur	
Montmorillonite grecque (pâte)	Séchage à l'air libre de galettes de formes et d'épaisseur différentes	3 formes circulaires + 3 formes carrées ; 3 épaisseurs	Retrait non homogène : phénomènes de flambement et de voilement ; Forme et épaisseur de la galette n'ont pas d'influence sur la perte en eau ; La dessiccation se manifeste à partir d'une certaine épaisseur
Argile verte de Romainville (cube)	Cycles d'humidification-séchage à l'échelle mésoscopique	Cubes disposés dans dessiccateurs ; méthode des solutions salines ; 5 HR ; 3 cycles	
Argile verte de Romainville (cube)	Surveillance de l'équilibre hydrique dans les échantillons	Mesure du poids à intervalles réguliers (1 fois par semaine)	
Argile verte de Romainville (cube)	Détermination de la masse volumique	Plongées dans le Kerdane	

	Objectif	Méthode	Remarques sur l'essai et les résultats
Argile verte de Romainville (cube)	Courbes de rétention		
Argile verte de Romainville (cube)	Caractérisation de l'argile aux faibles succions à l'échelle mésoscopique	Cubes disposés dans plaques tensiométriques ; 6 HR ; 3 cycles	
Argile verte de Romainville (cube)	Caractérisation de la micro et mésoporosité + détermination de la surface spécifique externe	Porosimétrie BET ; 3 cycles d'H/S ; congélation/lyophilisation	
Argile verte de Romainville (cube)	Caractérisation minéralogique + épaisseur de l'espace interfoliaire	Diffraction des rayons X	Pas de différences notables dans les spectres
Argile verte de Romainville	Coupe d'échantillons pour essais mécaniques	Coupe avec un tube de carotteuse	Echantillon n'a pas assez de cohésion
Montmorillonite grecque (poudre)	Gonflement de grains à l'échelle mesoscopique	Humidification avec observations au microscope optique	Déstructuration après humidification des grains
Argile verte de Romainville (cube)	Humidification d'un cube	Humidification avec observations au microscope optique	Apparition progressive de fissures

8. METHODES SIMPLES POUR L'ESTIMATION DU RETRAIT-GONFLEMENT

Les résultats expérimentaux présentés dans les chapitres précédents de ce manuscrit s'inscrivent dans un programme de recherche plus vaste de la direction des risques du sol et du sous-sol de l'INERIS (Laouafa & Kazmierczak, 2010) dont l'un des objectifs était de proposer une transition entre l'échelle microscopique (μm) et l'échelle macroscopique (celle de l'ouvrage).

Dans ce contexte, les courbes de retrait-gonflement au MEBE, associées à un dispositif permettant de connaître l'état hydrique du matériau, ont permis de proposer des méthodes de calcul simples et rapides, des outils dits « d'ingénieurs », pour évaluer le tassement et le gonflement du sol à l'échelle de l'ouvrage.

Celles-ci ont été développées par Laouafa et Kazmierczak (Laouafa & Kazmierczak, 2010) mais elles constituent une valorisation des résultats obtenus dans la thèse.

Les différents résultats des essais de retrait et de gonflement obtenus au sein du MEBE peuvent être valorisés en proposant une approche adaptée. Pour ce faire, il convient de pouvoir relier la variation de volume (ou de surface) de l'agrégat à sa teneur en eau par exemple. Un dispositif, présenté précédemment, permet de caractériser ce comportement intrinsèque ($\Delta S = f(w\%)$). Il permet de faire le lien entre des conditions hydriques in situ ($w\%$) et le retrait ou le gonflement susceptible d'être observé sur le terrain.

Deux approches, l'une dit analytique et l'autre numérique, ont ainsi pu être élaborées. L'approche analytique offre la possibilité de déterminer à l'aide d'un simple tableur l'intensité maximale du déplacement lors du retrait ou du gonflement à toute profondeur.

L'approche numérique s'appuie sur des analogies avec le comportement thermomécanique. Elle permet de résoudre des problèmes aux limites non-linéaires et non-homogènes dans la problématique du retrait et du gonflement.

Le lien entre l'échelle microscopique (essais MEBE) et l'échelle macroscopique (mesures in situ) est acceptable si l'on fait abstraction du réarrangement des grains et de l'effet de la contrainte (faible profondeur).

Ces deux approches prennent comme hypothèse de base que la contrainte n'a pas d'influence sur le potentiel de gonflement hydrique. La prise en compte de la pression moyenne ou de la contrainte ne pose cependant pas de problème particulier dans l'approche numérique.

Ces deux approches, ainsi que les principales hypothèses, sont présentées dans les deux sections suivantes. Elles ont été menées en considérant la montmorillonite grecque et l'argile verte de Romainville et sur la base de données in situ (profils de teneur en eau et de déplacement en fonction de la profondeur) sur l'argile de Pessac et l'argile de Mormoiron dont les propriétés géotechniques sont résumées dans le Tableau 27.

L'argile verte de Romainville, l'argile de Pessac et l'argile de Mormoiron sont constituées de kaolinite, d'illite et d'interstratifiés illite/smectite. Elles contiennent également des carbonates dans des proportions différentes. Les limites d'Atterberg les classent dans les matériaux à fort

potentiel de gonflement et dans les argiles ou marnes très plastiques. Les surfaces spécifiques sont en accord avec la composition minéralogique (kaolinite, illite, smectite). Ces trois argiles sont donc relativement proches, que ce soit en terme de composition minéralogique ou de paramètres géotechniques. C'est pourquoi nous les avons choisies afin de pouvoir croiser les différentes informations (données de laboratoire, profil de teneur en eau in situ et données météorologiques) obtenues sur chacune d'elles.

L'argile verte de Romainville et l'argile de Mormoiron présentent un comportement de type surconsolidé, lié à leur teneur en carbonates. Dans le cas d'un matériau surconsolidé, les faibles contraintes rencontrées dans un sol superficiel ne jouent pas un rôle très important dans les déformations (Geremew, 2009), hypothèse de base de nos deux approches.

Tableau 27: Caractéristiques minéralogiques et géotechniques de l'argile verte de Romainville, de l'argile de Pessac et de l'argile de Mormoiron (Vincent et al., 2009)

	Argile verte de Romainville	Argile de Pessac	Argile de Mormoiron
Argiles	Kaolinite Illite Interstratifiés Illite/Smectite	Kaolinite Illite Interstratifiés Illite/Smectite	Smectite Illite Interstratifiés Illite/Smectite
Teneur en carbonates (%)	15-20	0-15	37-50
Limites d'Atterberg	w _L =75% w _P = 40% I _P =35 %	w _L =63,1% w _P = 21,9% I _P =40,8 %	w _L =73,8% w _P = 27,8% I _P =46,1 %
Capacité d'échange cationique CEC	25 meq/100g	16 meq/100g	45 meq/100g
Surface spécifique calculée	194 m ² /g		355 m ² /g

8.1 ETAT DE L'ART SUR LA MODELISATION DU COMPORTEMENT DES ARGILES

Les premiers modèles rhéologiques proposés pour les argiles furent de nature phénoménologique et s'inscrivaient dans un cadre purement mécanique monophasique (solide). Le modèle de Cam-Clay est certainement parmi les plus connus aujourd'hui (Roscoe et al., 1963).

L'incorporation de la composante hydraulique s'effectuait en s'appuyant principalement sur le postulat de Terzaghi (Lambe & Whitman, 1969) ou de Biot (Biot, 1941) pour la définition de la contrainte effective. Le cadre était toujours mécanique dans le sens où le milieu poreux était considéré, en général, comme saturé, et les différentes variables (contraintes, pressions, déformations, etc.) étaient reliées par des considérations mécaniques (principalement la conservation de la masse et de la quantité de mouvement).

Cette démarche est héritée des approches rhéologiques effectuées dans le cadre classique de l'élastoplasticité bi-phasique (solide+eau) indépendamment du matériau étudié. Notons que dans ce milieu bi-phasique, il n'existe qu'une seule interface : celle entre l'eau et le solide.

L'approche que nous dénommerons classique (par exemple, Cam-Clay) s'est avérée insuffisante ou peu pertinente lorsque le milieu argileux n'était pas saturé, mais tri-phasique (eau+air+solide).

L'existence de ces trois phases (eau+air+solide) met en valeur une nouvelle variable fondamentale : la succion. Pour aller plus en avant dans la modélisation il a fallu s'appuyer sur une courbe caractéristique, signature du comportement hydrique du matériau poreux : la courbe de rétention, définissant la loi d'évolution de la succion en fonction de la teneur en eau ou de l'humidité relative.

Dans ce cas, l'expression de la contrainte effective (inter-particules) est plus complexe.

La succion (Fredlund & Rahardjo, 1993 ; Nuth & Laloui, 2008) modifie l'intensité et la distribution des contraintes normales et tangentielles agissant sur le squelette solide. Elle crée des forces de liaisons additionnelles, souvent stabilisatrices, au niveau des contacts entre particules. Ces forces sont générées par des phénomènes de capillarité régnant au niveau des ménisques ou des pellicules d'eau adsorbées. La prise en compte de la succion dans le modèle rhéologique s'est faite graduellement.

Dans les processus régissant le comportement des matériaux argileux, la composante chimique ou électrochimique est fondamentale. L'argile est hydrophile et présente une surface spécifique très grande. Ses différentes textures la rendent, en fonction de ses principaux composés (montmorillonite, kaolinite, etc.) plus ou moins sensible au gonflement ou au retrait.

Le gonflement et le retrait sont deux phénomènes dont l'intensité dépend, entre autres, du niveau de succion, de la pression osmotique, du degré de consolidation, de la nature des minéraux et des réactions électrochimiques potentielles dans la matrice argileuse.

Brièvement, quatre axes ou approches conceptuellement différentes ont été proposés pour décrire de tels phénomènes. Il s'agit de :

- modèles élastoplastiques enrichis avec la prise en compte de la composante chimique dans la fonction de charge (Loret et al., 2002 ; Hueckel, 2002);
- modèles basés sur la théorie des mélanges (Bowen, 1976);
- modèles micromécaniques décrivant les forces intergranulaires et construisant par homogénéisation auto-cohérente, un modèle rhéologique macroscopique rendant compte des mécanismes physico-chimiques (Chateau et al., 1998 ; Dormieux et al., 2006 ; Moyne & Murad, 2002) ;
- modèles aux éléments discrets, basés sur la théorie de la dynamique moléculaire (Péron et al., 2009 ; Laloui, 2001 ; El Youssoufi et al., 2005).

Dans la suite, en s'appuyant sur les résultats expérimentaux exposés précédemment, deux approches, l'une dite analytique et l'autre numérique simple, ont été élaborées.

L'approche analytique offre la possibilité de déterminer à l'aide d'un simple tableur l'intensité maximale du déplacement lors du retrait ou du gonflement.

L'approche numérique, s'appuie sur des similarités avec le comportement thermomécanique. Il permet de résoudre de problèmes aux limites non-linéaires et non-homogènes dans la problématique du retrait et du gonflement.

Ces deux approches, ainsi que les principales hypothèses, sont présentés dans les deux sections suivantes.

8.2 APPROCHE ANALYTIQUE

Un système spécifique permet de définir la relation qui relie la variation de surface ΔS d'un échantillon de matériau argileux à sa variation de teneur en eau ($\Delta w\%$). La Figure 141 représente cette relation pour la montmorillonite grecque et l'argile verte de Romainville, établie sur des agrégats de taille moyenne, soit $50 \mu\text{m}$. Geremew (2009) a montré qu'au cours des cycles successifs d'humidification-séchage, la taille des agrégats de l'argile verte de Romainville diminuait. Si on se réfère aux observations présentées précédemment (cf. 5.8.2), la diminution de la taille des agrégats pourrait engendrer une diminution de la déformation engendrée par le gonflement. Dans le cadre des approches présentées ici, il conviendrait donc de prendre en compte l'histoire de l'échantillon, afin d'estimer au plus juste le tassement ou le gonflement. Or, nous n'avons pas la possibilité d'obtenir cette information. La relation qui relie la variation de surface à sa variation de teneur en eau est donc considérée comme étant représentative de l'état initial de l'échantillon à un instant t . Les courbes présentées en Figure 141 sont utilisées comme donnée d'entrée pour les chapitres 8.1 et 8.3. L'objectif des deux approches développées est d'utiliser ces données pour calculer le tassement ou le gonflement global d'un massif de sol soumis à des variations de teneur en eau.

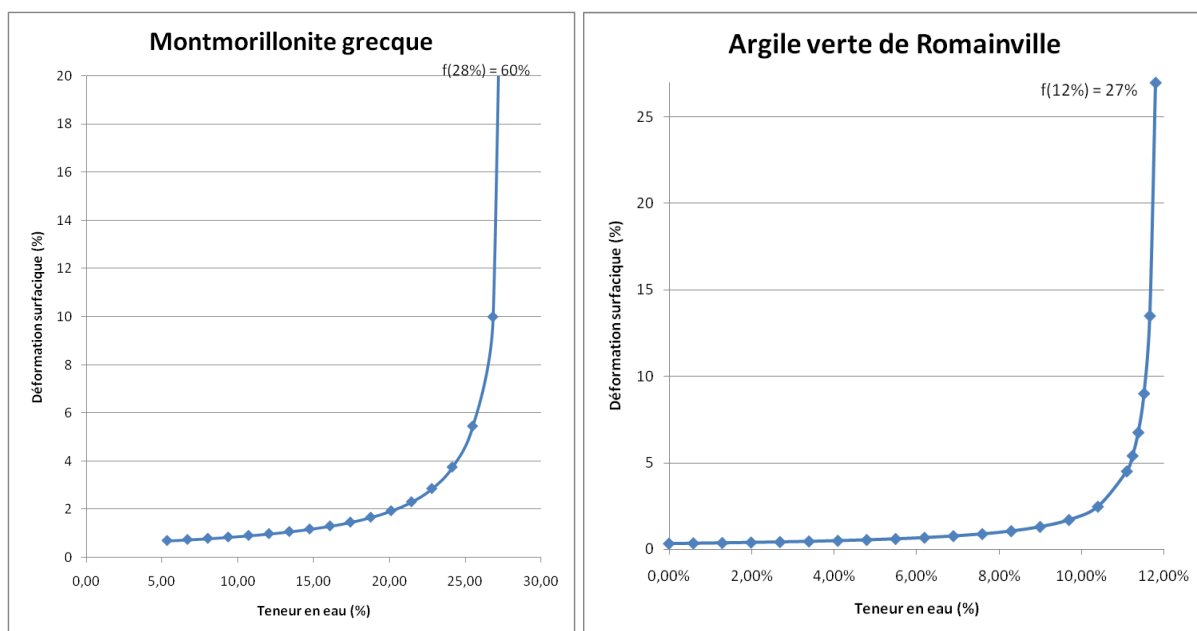


Figure 141: Courbe reliant la variation de la déformation surfacique à la teneur en eau pour la montmorillonite grecque et l'argile verte de Romainville

Le principe de la première approche est très simple. Il consiste à sommer analytiquement, sur toute l'épaisseur de la couche, les variations élémentaires de hauteur de chaque portion élémentaire de couche de sol. Ces variations élémentaires sont calculées sur la base de la variation de la teneur en eau à chaque profondeur du massif, via la courbe expérimentale $\Delta S = f(\Delta w\%)$ obtenue précédemment.

Un certain nombre d'hypothèses, parfois fortes, limitent le champ d'application de cette approche analytique (Contraintes induites par un bâtiment en surface, etc...). C'est pourquoi, une seconde approche a été élaborée (chapitre 8.3).

8.2.1 Principales hypothèses de l'approche utilisée

L'approche analytique que nous proposons se base sur les différentes hypothèses suivantes :

1. le phénomène de retrait et de gonflement des sols argileux suit le même chemin de déformation et il est indépendant de l'échelle d'observation (Maison et al, 2008 et 2009), même si sa cinétique ne l'est pas ;
2. la courbe de variation de surface (ou de volume) du matériau, en fonction de sa teneur en eau, peut être définie au sein du Microscope Electronique à Balayage Environnemental (MEBE) ;
3. le phénomène de retrait ou de gonflement est peu dépendant de l'état de contrainte, dans la gamme de profondeur considérée¹⁹ ;
4. une relation entre la variation de volume du sol en champ libre et ses équivalents surfacique et linéique peut être formulée ;
5. des profils types de pénétration de la sécheresse dans le sol peuvent être proposés.

¹⁹ Pression de gonflement prépondérante sur l'état de contrainte aux faibles profondeurs.

Ces différentes hypothèses, qui seront explicités au fur et à mesure de la démarche décrite ci-après, permettent de calculer à chaque profondeur la variation d'épaisseur de la couche considérée en fonction des conditions hydriques. L'intégration de ces variations sur toute la hauteur de la couche renseigne alors sur les amplitudes de retrait ou de gonflement attendues en surface. Un lien entre le comportement microscopique (MEBE) et macroscopique (échelle de l'ouvrage) est ainsi proposé. Il s'appuie sur les observations faites sur plusieurs argiles dans le cadre de travaux de recherche menés par Maison et al (2008, 2009).

8.2.2 Evaluer l'amplitude du tassement et du gonflement dans le sol

Une information indispensable à la détermination de l'amplitude de retrait ou de gonflement en surface est la profondeur de pénétration de la sécheresse, et donc la variation d'humidité qui en résulte dans le massif. Cela nécessite de disposer de deux données :

- la courbe de « l'état initial²⁰ » de teneur en eau w% à toute profondeur ;
- le nouvel état de w% ou la variation de cet état à toute profondeur.

A titre d'exemple, la Figure 142 illustre un cas qui s'appuie sur les mesures réalisées sur le site de Pessac dans le cadre du programme ANR-ARGIC (Vincent et al, 2009) :

- pour l'état initial (courbe [A]), les mesures montrent des valeurs de teneur en eau (w%) variant linéairement de 0 à 16% entre 0 et 0,5 m puis une valeur constante de 16% au delà ;
- les états finaux après « séchage » et « humidification » sont représentés par les courbes [B] de la Figure 142 ;
- les courbes [C] des mêmes figures représentent la variation de teneur en eau dans le milieu entre l'état initial et les états « sec » et « humide ».

Pour ce site, on constate que la variation maximale de 27% de teneur en eau apparaît à la profondeur de 0,5 m.

²⁰ L'état initial peut par exemple correspondre à l'état hydrique du massif durant la saison où un bâtiment a été construit. Il s'agit en fait d'un état représentatif d'une situation donnée.

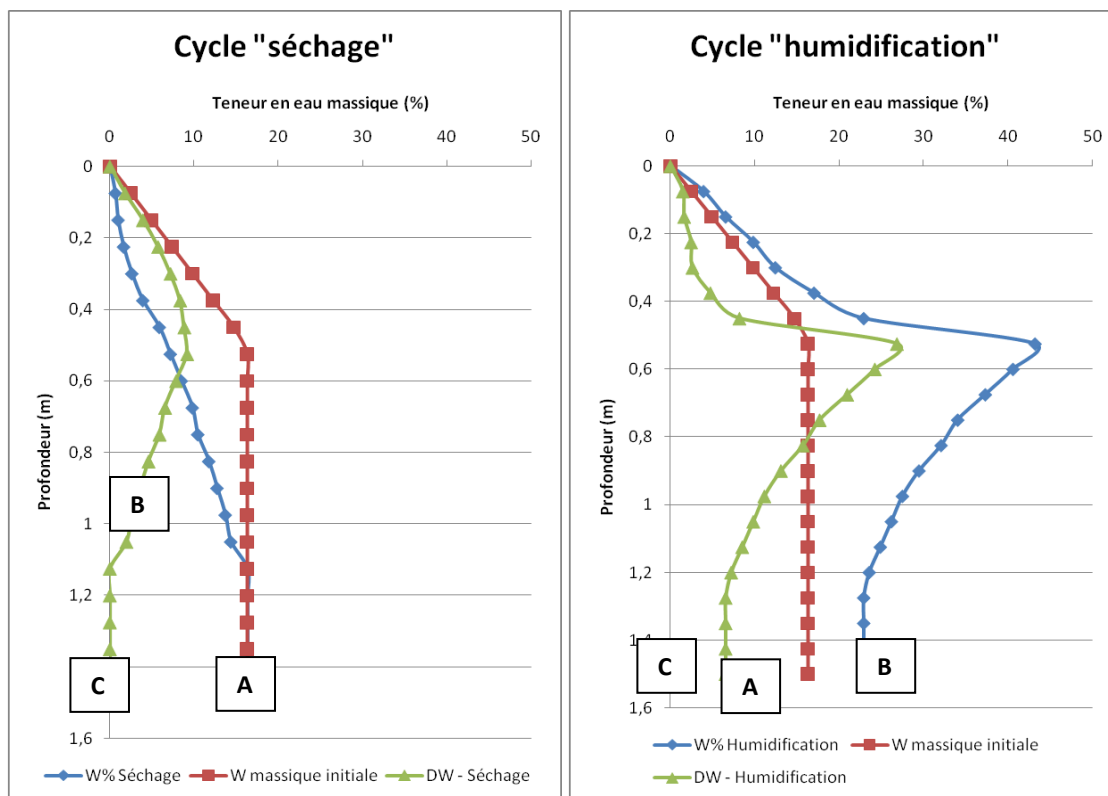


Figure 142: Exemple de teneurs en eau initiale et après périodes sèche et humide pour le site de Pessac (mesure par sondes TDR²¹)

La courbe expérimentale, qui relie la variation de surface à la variation de teneur en eau du matériau permet en théorie de calculer le tassement et/ou le gonflement à toutes les profondeurs de la couche étudiée. Toutefois, il convient de tenir compte de trois aspects :

- La variation de volume d'un sol argileux n'est pas uniquement une fonction de sa teneur en eau. En effet, elle est également conditionnée par l'état de contrainte dans le sol (confinement), par le sens du chemin (séchage ou humidification) et naturellement par le comportement rhéologique du sol. Dans le sens séchage, le phénomène de diminution de volume du sol peut ainsi être accentué par la contrainte géomécanique qui règne à la profondeur considérée. A l'inverse, dans le sens humidification, la variation de volume pourrait se trouver réduite par cette même contrainte géomécanique.
- La pression de gonflement que sera capable de développer le matériau réduira cependant fortement cette atténuation, jusqu'à l'annuler aux plus faibles profondeurs.
- Les déformations ne sont pas libres dans le sol. Elles seront fortement réduites horizontalement²² en comparaison du mouvement vertical²³. Une transformation de l'information issue de l'essai au MEBE est donc nécessaire.

²¹ Le système produit une impulsion électromagnétique très courte appliquée au câble coaxial incluant la sonde TDR (Time Domain Reflectometry) pour les mesures de l'eau dans le sol.

²² Le phénomène de retrait et de gonflement pourrait ainsi conduire à une compaction horizontale du matériau et à une augmentation progressive de la valeur de K_0 (poussée latérale/contrainte verticale), probablement plafonnée à 1.

Bien qu'il soit communément admis (Geremew et al, 2009), à partir d'essais classiques de laboratoire sur des matériaux faiblement consolidés, que les mécanismes de retrait et de gonflement sont en général très différents, notamment en termes de cinétique, nous considérerons que leurs amplitudes totales sont égales et opposées, pour une même variation d'humidité. C'est d'ailleurs ce que semblent montrer les résultats de mouvements de sol in situ réalisés dans le cadre du programme ANR-ARGIC (Vincent et al, 2009) sur le site de Mormoiron (Figure 143 et Figure 144).

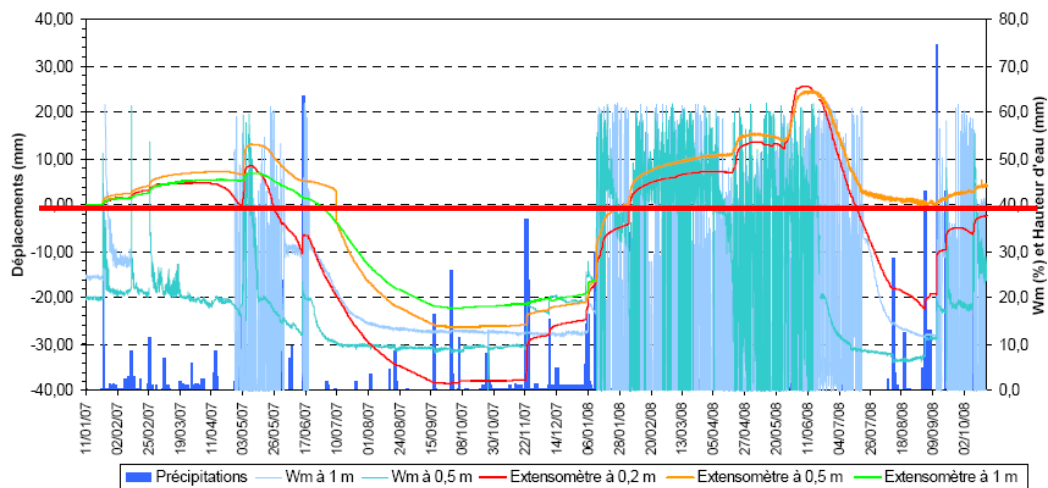


Figure 143: Déplacements et teneurs en eau enregistrées à 0,2 m, 0,5 et 1 m de profondeur sur le site de Mormoiron (d'après Leroy et al, 2009)

Leroy et al ont ainsi observé que le phénomène de retrait-gonflement était réversible comme le montre la Figure 144, puisque le retrait et le gonflement s'effectuent sur le même chemin et que, pour différentes périodes, le chemin suivi est quasi identique.

²³ Près de la surface, le mouvement d'une particule pourra ne pas être uniquement vertical si la variation d'humidité n'est pas homogène. Des composantes horizontales de mouvement et de force pourraient alors se développer.

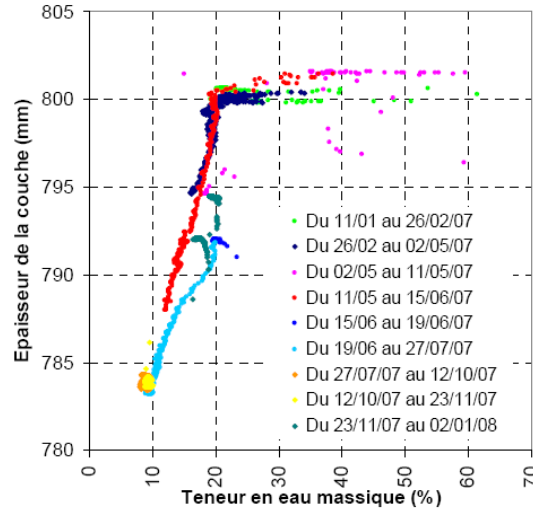


Figure 144: Relation entre l'épaisseur de la couche de sol 0,2-1 m et la teneur en eau à 0,5 m sur le site de Mormoiron (Valeurs à un pas de temps de 3 h) (d'après Leroy et al, 2009)

8.2.3 Relation entre la déformation volumique de l'échantillon et son tassement ou son gonflement

Les observations issues du MEBE ne permettent pas d'avoir une idée tridimensionnelle des variations de volume puisqu'il n'est pas possible d'avoir une information directe sur l'évolution de la topographie de l'échantillon. Seule la variation de surface ΔS peut être observée. Il est donc nécessaire de faire une hypothèse, par exemple d'une déformation isotrope, pour accéder à la déformation volumique de l'échantillon.

Dans le même ordre d'idée, mais cette fois au sein du massif, un volume élémentaire ne pourra pas se déformer de manière isotrope compte tenu de la présence de ses voisins, ce qui tend à limiter très fortement l'expansion horizontale du volume considéré.

C'est pourquoi la déformation verticale est prépondérante, pour peu que la pression de gonflement soit supérieure au poids des terres (si gonflement), ce qui est en général vrai à faible profondeur, là où les deux mécanismes (retrait et gonflement) s'expriment le plus.

Sur la base de ces considérations, et si l'on admet une déformation purement élastique et isotrope,

l'observation de la déformation surfacique au microscope électronique vaut $\frac{\Delta S}{S_0} = 2\varepsilon$ si

$$\frac{\Delta V}{V_0} = 3\varepsilon.$$

Or, pour un cube de coté « l » dont la déformation est bloquée horizontalement, la variation d'allongement Δl dans la direction verticale vaut : $\Delta l = (1 + 2\nu)\varepsilon$.

Il existe donc un rapport $(\mu = \frac{\Delta H}{H_0} / \frac{\Delta S}{S_0})$ environ égal à 0,5 (dans le cas d'un milieu parfaitement isotrope mécaniquement et géométriquement) entre le mouvement vertical attendu au sein du

massif et la déformation surfacique observée au MEBE, dans les mêmes conditions de variation hydrique. Cette correction a été intégrée à l'approche analytique.

8.2.4 Proposition de profils hydriques

Nous proposons ci-après deux profils types (Figure 146) de variation de la teneur en eau (séchage et humidification) dans un massif de sol s'inspirant des mesures réalisées sur le site de Mormoiron et de Pessac (Figure 145) dans le cadre du projet ARGIC.

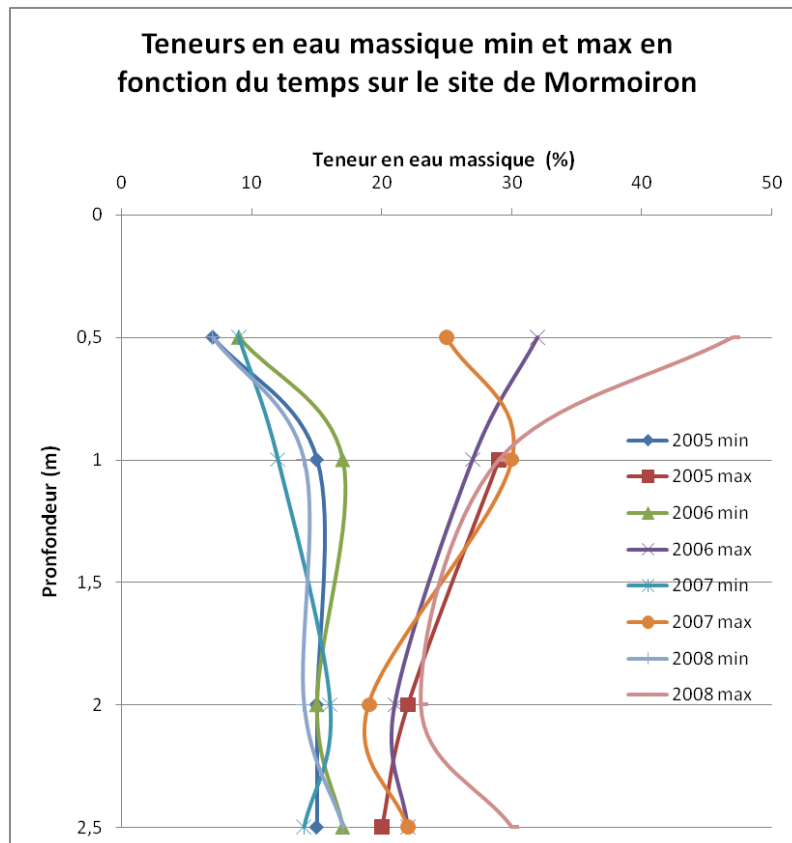


Figure 145: Evolution de la teneur en eau en fonction du temps et de la profondeur sur le site de Mormoiron (sur la base de données issues de Leroy et al, 2009)

Ces deux profils sont construits de la manière suivante :

- La valeur moyenne de teneur en eau du matériau sert d'axe de symétrie pour les courbes min (état sec) et max (état humide) ;
- Les courbes de variations de la teneur en eau sont des fonctions du type :
 - $y = \frac{a}{x} + b$: Pour la courbe correspondant à l'état sec, y étant la valeur de la teneur en eau, x la profondeur considérée, a une constante à choisir et b la teneur en eau moyenne. La valeur de la teneur eau en x=0, correspondant à la surface, est définie pour assurer une « continuité » naturelle de la courbe;

- $y = -\frac{a}{x} + b$: Pour la courbe correspondant à l'état humide, les paramètres a et b étant identiques à l'état sec.

La Figure 146 illustre un exemple de ces deux courbes s'inspirant des observations du site de Mormoiron (Figure 145). Pour ces exemples, les valeurs de a et de b sont respectivement de 5 et 20%.

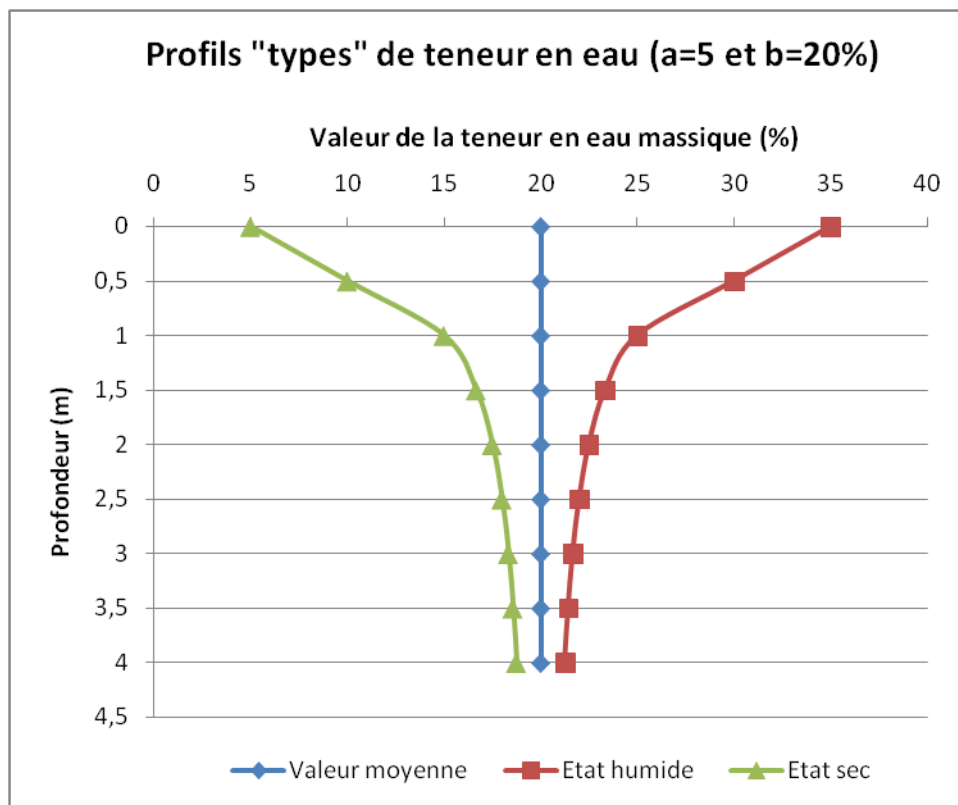


Figure 146: Exemple de profils types de variation de teneur en eau (état sec et état humide) dans un massif de sol

8.2.5 Calcul du profil de mouvement

Des approches permettant de calculer l'amplitude du retrait et/ou du gonflement, en s'appuyant sur des essais de laboratoire, existent. On peut citer par exemple les travaux de Philipponnat (1991) ou les préconisations de Bigot et Zerhouni (2000). Notre approche est différente puisqu'elle ne tient pas compte de l'état de contrainte.

Nous considérons que la relation qui relie la déformation surfacique du matériau à sa teneur en eau permet de calculer à chaque profondeur l'incrément de tassement ou de gonflement que subira l'épaisseur de couche élémentaire sous l'effet de la variation de teneur en eau proposée ci-avant.

On a ainsi pour chaque couche élémentaire :

- La valeur du tassement : $\Delta HT_i = \mu \cdot [f(w_{i \text{ moy}}) - f(w_{i \text{ min}})] \cdot H_i$;
- La valeur du gonflement : $\Delta HG_i = \mu \cdot [f(w_{i \text{ max}}) - f(w_{i \text{ moy}})] \cdot H_i$.

Pour obtenir le tassement ou le gonflement de surface, il convient de sommer sur l'ensemble de la couche les incréments correspondants :

$$H_{T_{\max}} = \sum \Delta H_{Ti} \text{ et } H_{G_{\max}} = \sum \Delta H_{Gi}$$

Avec :

μ : coefficient définissant la relation entre ΔH et ΔS (voir 8.2.3) ;

$f(w)$: la relation reliant la teneur en eau à la déformation surfacique définie au sein du MEBE ;

ΔH_{Ti} : l'incrément de tassement pour la couche élémentaire considérée de hauteur H_i ;

ΔH_{Gi} : l'incrément de gonflement pour la couche élémentaire considérée de hauteur H_i ;

$H_{T_{\max}}$: le tassement total en surface;

$H_{G_{\max}}$: le gonflement total en surface.

Les graphiques des Figure 147 et Figure 148 illustrent le résultat de calculs de tassement et de gonflement pour la Montmorillonite grecque et pour l'argile verte de Romainville. Les couples de paramètres a et b utilisés sont respectivement de (4,5;17) et (1,5;7).

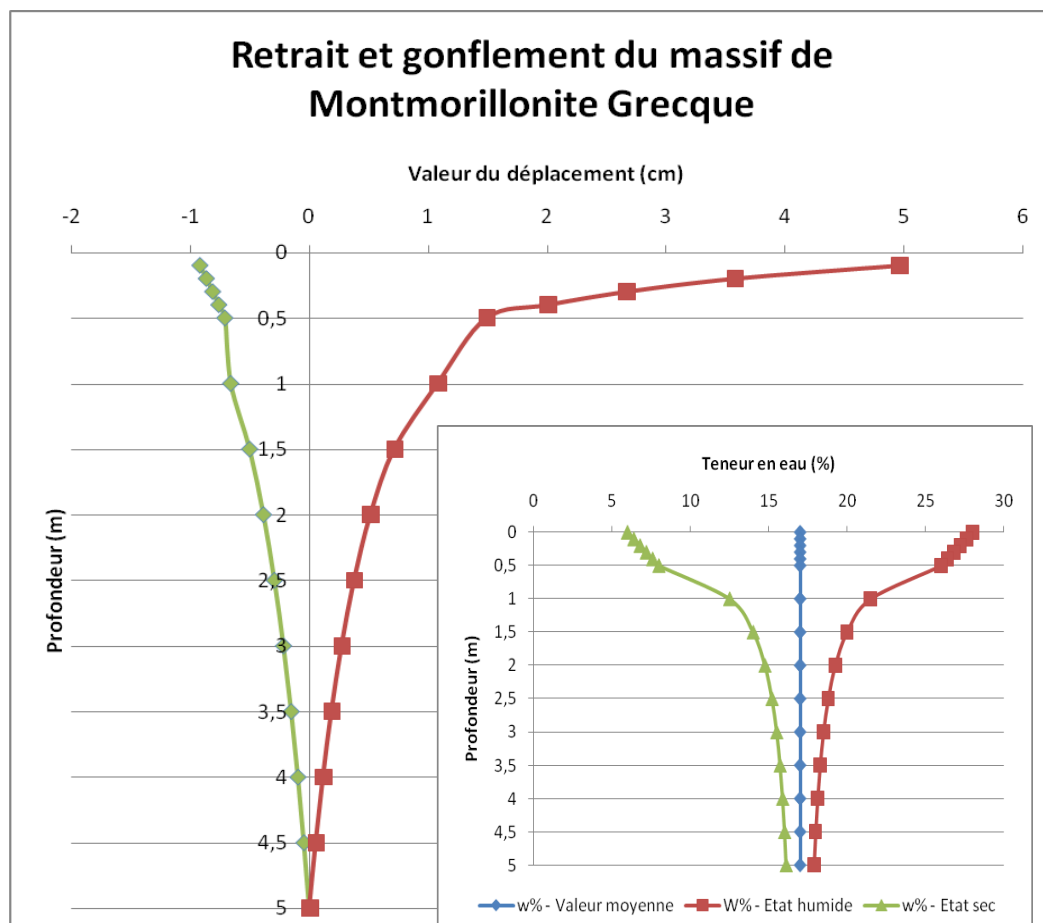


Figure 147 : Estimation du retrait et du gonflement de la couche de Montmorillonite grecque

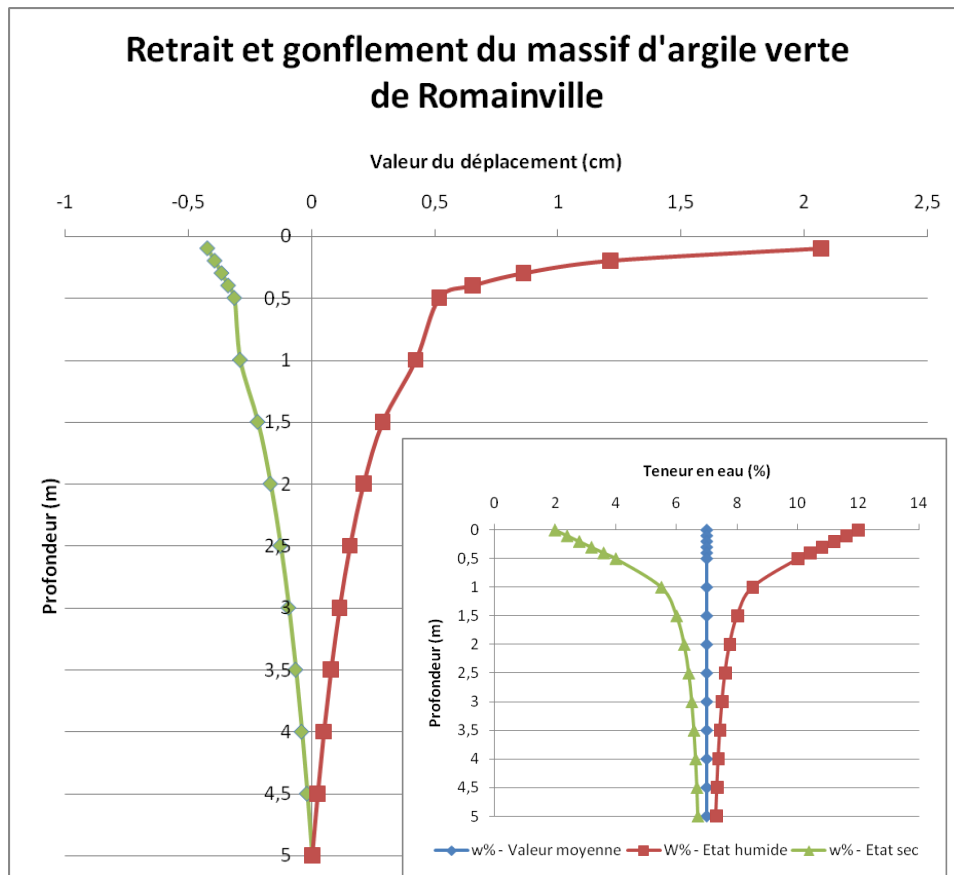


Figure 148 : Estimation du retrait et du gonflement de la couche d'argile verte de Romainville

On constate que le potentiel de mouvement différentiel (gonflement – tassement) en surface est deux fois plus important pour la Montmorillonite grecque (6 cm) que pour l'argile verte de Romainville (2,5 cm environ).

Toutefois, à une profondeur d'environ 1 m à laquelle se situent généralement les fondations, ces valeurs ne sont plus que de 1,75 et 0,7 cm.

Nous avons également réalisé une estimation du retrait et du gonflement du massif d'argile de Pessac. Pour ce faire, nous nous sommes basés sur les mesures de teneurs en eau réalisées sur le site par le GHYMAC²⁴ (Figure 142). Les profils « types » n'ont donc pas été appliqués. Les résultats des essais de caractérisation au MEBE ne sont pas présentés ici. Ils n'ont été réalisés que pour la formation de Brach (Argile à faciès bariolé bleu A/B), alors que l'on recense de nombreuses formations argileuses et une forte hétérogénéité sur ce site. C'est pourquoi les résultats de ce calcul doivent être considérés comme très approchés, dans la mesure où, notamment, nos essais ont été réalisés sur la formation la plus gonflante. Nous attirons également l'attention du lecteur sur la présence de sables organiques entre 0 et 0,6 m de profondeur pour lesquels nous avons considéré un retrait et un gonflement nuls. La Figure 149 illustre les résultats de tassement et de gonflement correspondant à cette approche.

²⁴ Partenaire du programme ANR-ARGIC

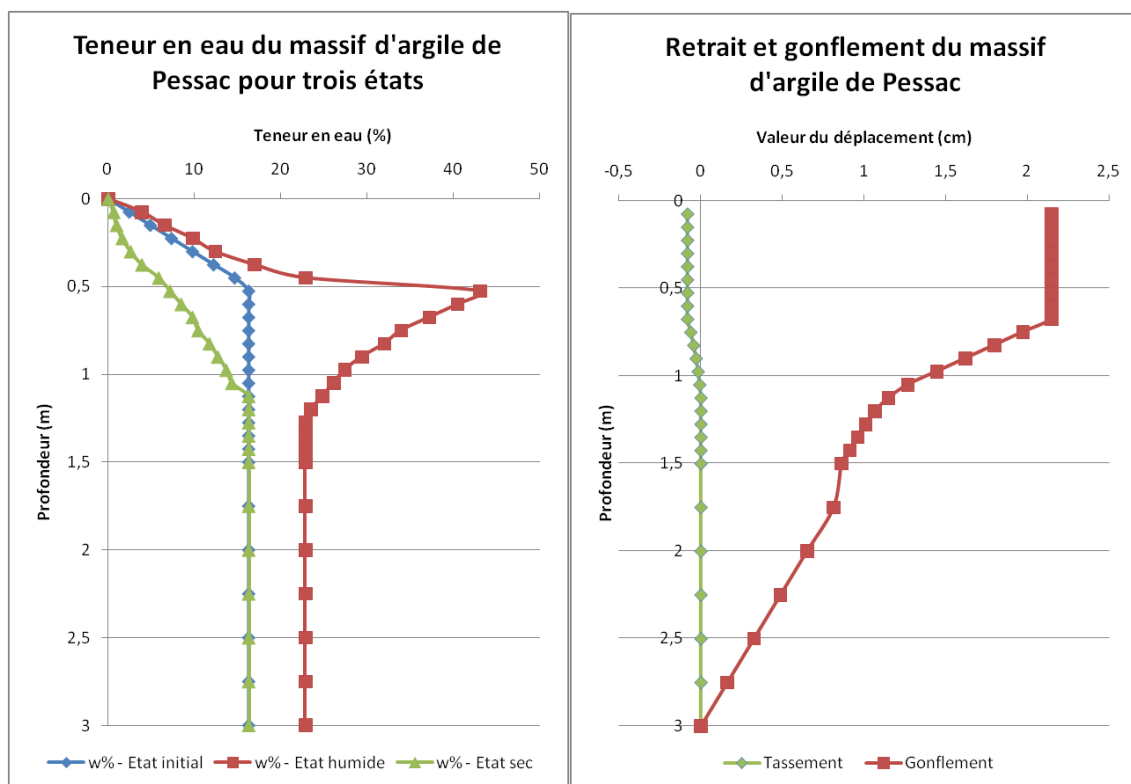


Figure 149 : Tassement et gonflement estimés pour le site de Pessac sur la base des mesures de teneurs en eau réalisés par sonde TDR sur le site

8.2.6 Comparaison avec des mesures de tassement et de gonflement in situ

Bien que nous ne disposions pas de mesures à confronter aux résultats des estimations réalisées pour les massifs de Montmorillonite grecque et d'argile verte de Romainville, il est toutefois possible de comparer qualitativement les estimations de notre modèle avec des mesures réalisées sur les sites de Mormoiron et de Pessac dans le cadre du programme ANR-ARGIC.

Ainsi, si l'on observe, en fonction de la profondeur, les informations issues de la Figure 143 (Mormoiron), on constate qu'à 0,2 m de profondeur, le mouvement différentiel maximum entre le tassement et le gonflement est de 6,4 cm. On se situe ainsi dans la gamme de mouvements estimés pour l'argile verte de Romainville et la Montmorillonite grecque. Les mesures « absolues » de tassement ou de gonflement ne peuvent pas être comparées aux estimations puisque l'état initial de « référence » n'est pas le même dans les deux cas.

Pour Pessac, à 0,5 m de profondeur, le différentiel mesuré sur le site est de 3,5 mm environ (Figure 150). On remarque toutefois qu'il décroît peu en fonction de la profondeur (1,5 mm à 3 m de profondeur).

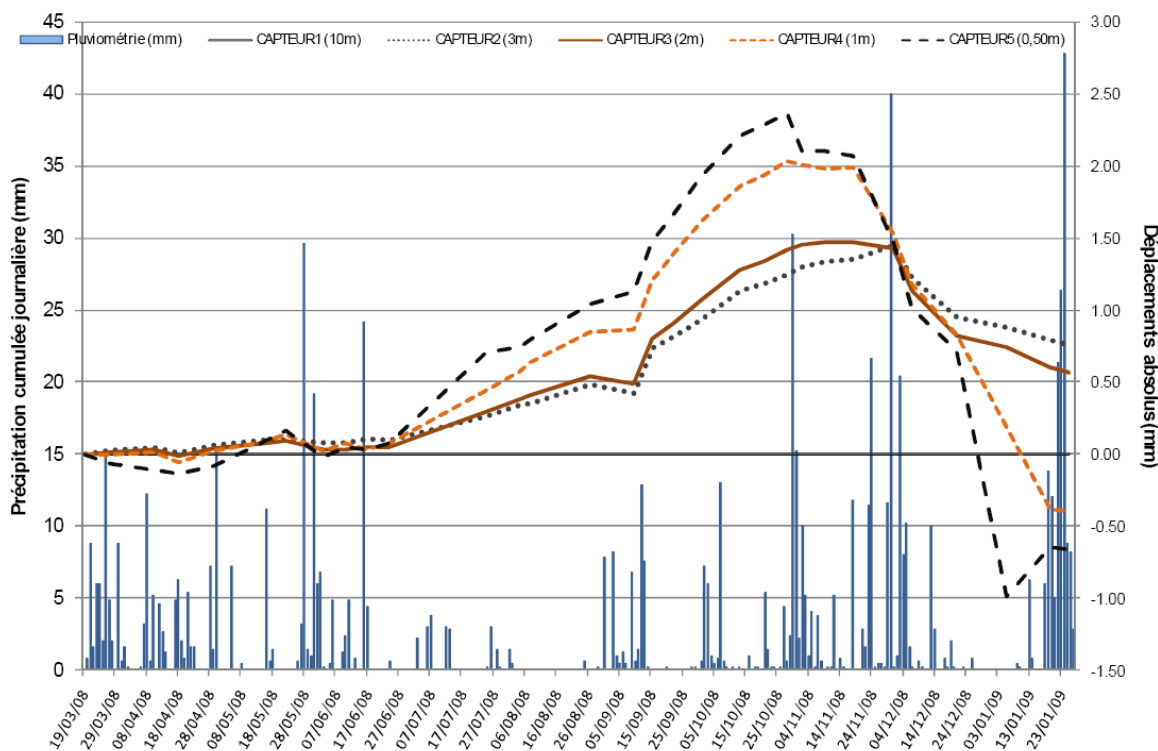


Figure 150 : Exemple de déformations enregistrées par des dispositifs colocalisés (site de Pessac, dispositif TELEMAC, profondeurs de mesure de 0,50 m, 1 m, 2 m, 3 m) (GHYMAC)

Cependant, si la valeur de tassement calculée en surface, de 0,8 mm, est en bon accord avec la mesure (1 mm), la valeur de gonflement calculée est environ 7 fois supérieure à la mesure (22 mm contre 3,5). La forte hétérogénéité du site est peut-être à l'origine de cette différence compte tenu du fait que nous avons assimilé l'ensemble du massif à la formation de Brach, réputée la plus sensible au gonflement. Une caractérisation au MEBE du comportement de l'ensemble du faciès est à prévoir pour conclure sur ce point.

8.2.7 Conclusion sur l'approche analytique

L'approche analytique décrit ci-avant vient logiquement compléter la démarche visant à proposer une transition simple entre le comportement microscopique d'un échantillon argileux et le comportement de son massif d'accueil, à l'échelle de l'ouvrage. Malgré les nombreuses hypothèses restrictives (représentativité de l'échantillon, réversibilité du retrait et du gonflement, effet d'échelle, indépendance de l'état de contrainte, etc.), il semble que l'approche analytique soit en mesure de proposer des ordres de grandeur de retrait et de gonflement en surface et en profondeur sur la base de la connaissance :

- de la relation reliant la variation de la surface de déformation à la teneur en eau du matériau (essai réalisé dans le MEBE) ;
- du profil de variation de la teneur en eau dans le massif concerné.

L'utilisation d'une approche plus élaborée, décrite ci-après, permet de s'affranchir de certaines de ses limites.

8.3 APPROCHE NUMERIQUE

8.3.1 Esprit de l'approche

L'approche s'appuie sur des similarités entre le comportement d'un sol soumis au retrait-gonflement et celui des solides (dans une moindre mesure des fluides) soumis à des variations de températures. Lorsqu'un point matériel d'un solide (compressible) est sujet à une variation de température, ce dernier développe des déformations d'origine thermique. Si l'on considère par exemple un solide homogène non contraint cinématiquement, une augmentation de la température (réchauffement) se traduira par une dilatation, et dans le cas contraire lors d'une diminution de la température (refroidissement), par une contraction. L'intensité et la nature de la déformation volumique (dilatation ou contraction) dépendra des caractéristiques intrinsèques du matériau (valeur du coefficient de dilatation thermique isotrope (scalaire) ou anisotrope (tenseur), etc.).

En général, le cadre thermomécanique (linéaire ou non) ne considère qu'un couplage faible entre les deux variables (thermique et mécanique) du problème. De plus, le coefficient de dilatation thermique est considéré constant, même s'il varie modérément avec la température.

Le parallèle (ou équivalence) avec la problématique qui nous intéresse est immédiate :

- Dilatation thermique \Leftrightarrow gonflement hydrique
- Contraction thermique \Leftrightarrow retrait hydrique

La démarche consiste à considérer un problème thermomécanique (linéaire ou non) puis à remplacer dans le formalisme mathématique du problème le coefficient de dilatation thermique linéaire α_{th} par le coefficient de dilatation hydrique non linéaire α_h dont l'expression est issue des résultats expérimentaux symbolisés sur la figure ci-dessous.

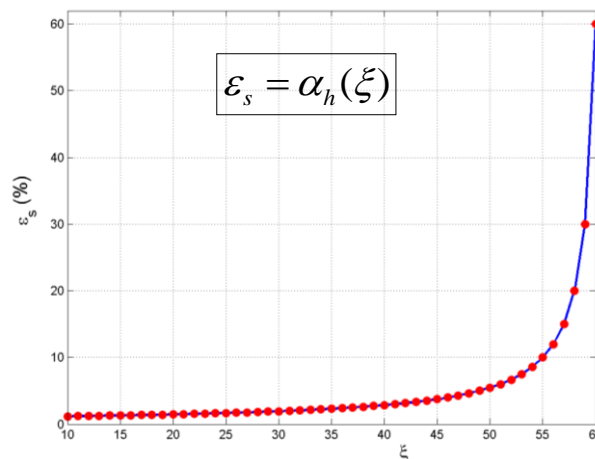


Figure 151 : Représentation symbolique de l'évolution du "coefficient de dilatation" hydrique α_h (hypothèse d'un comportement réversible)

Le paramètre α_h doit être cohérent ou formulé en fonction de la variable ξ mesurée in-situ (succion, teneur en eau) (Figure 152).

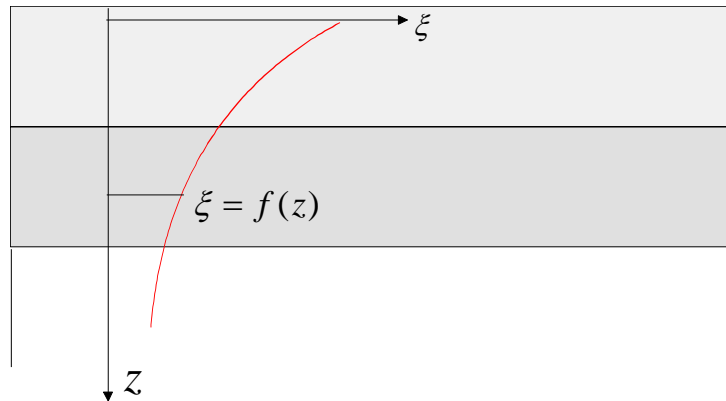


Figure 152 : Profil de la variable ξ mesuré in-situ

Au-delà de cette restriction, qui ne constitue pas une limite de l'approche, il est également éventuellement possible de faire dépendre le coefficient hydrique α_h :

- de la température $\alpha_h \equiv \alpha_h(\xi, T)$
- de la pression $\alpha_h \equiv \alpha_h(\xi, T, P)$
- dans le cas de problème transitoire $\alpha_h \equiv \alpha_h(\xi(t), \dots)$ avec t le temps
- etc.

Tous ces raffinements dépendront des résultats expérimentaux disponibles. Bien que l'approche ne se limite pas aux milieux avec un comportement élastique linéaire, nous l'utiliserons dans ce cadre pour montrer quelques exemples d'applications simples.

Dans un premier temps, nous supposons également un couplage faible entre comportements hydrique et mécanique.

Avant de montrer quelques simulations numériques nous procéderons à un rappel très bref de thermoélasticité.

Rappel succinct de la thermoélasticité

Dans le cadre classique de la themomécanique linéaire, il est supposé une décomposition additive de la déformation totale ε en une contribution « mécanique » ε^M et une contribution thermique ε^{th} :

$$\varepsilon_{ij} = \varepsilon_{ij}^M + \varepsilon_{ij}^{th}$$

Par exemple si, T_0 est la température de référence et T une température arbitraire, alors les déformations d'origine thermique, résultant d'une variation de température $\Delta T = T - T_0$, pour un solide non cinématiquement contraint sont :

$$\varepsilon_{ij}^{th} = \alpha_{th}(T - T_0) \delta_{ij} = \alpha_{th} \Delta T \delta_{ij}, \quad \delta_{ij} = \begin{cases} 1 & \text{si } i = j \\ 0 & \text{sinon} \end{cases}$$

Expression dans laquelle α_{th} désigne le coefficient « linéaire » de dilatation thermique. Dans la théorie linéaire ou linéarisée, le coefficient α_{th} est pris constant et ne dépend d'aucune autre variable.

En termes de déformation et, dans le cadre de l'élasticité linéaire, nous obtenons l'expression suivante :

$$\varepsilon_{ij} = \frac{1+\nu}{E} \sigma_{ij} - \frac{\nu}{E} \sigma_{kk} \delta_{ij} + \alpha_{th} (T - T_0) \delta_{ij}$$

En termes de contrainte et, toujours dans le cadre de l'élasticité linéaire, nous obtenons l'expression suivante :

$$\sigma_{ij} = \frac{E}{(1+\nu)(1-2\nu)} \left[\nu \varepsilon_{kk} \delta_{ij} + (1-2\nu) \varepsilon_{ij} - (1+\nu) \alpha_{th} (T - T_0) \delta_{ij} \right]$$

Expressions dans laquelle ν , E , σ représentent le coefficient de Poisson, le module de Young et le tenseur de contrainte de Cauchy respectivement.

Nous occulterons, pour alléger le texte, tout rappel de thermodynamique ainsi que les conditions nécessaires pour assurer l'existence et l'unicité de la solution.

8.3.2 Formalisation du problème hydrique

La formalisation du problème repose également sur une décomposition additive de la déformation totale :

$$\varepsilon_{ij} = \varepsilon_{ij}^M + \varepsilon_{ij}^{th} + \varepsilon_{ij}^h$$

Expression dans laquelle ε^h représente la contribution "hydrique" de la déformation. Nous ferons l'hypothèse d'isotropie.

Cette hypothèse est cohérente avec les résultats expérimentaux obtenus sur des agrégats dont le repère lié à cette particule n'a pas d'orientation connue ou privilégiée.

Dans ce cas la déformation (gonflement et/ou retrait) est isotrope et le coefficient de dilatation hydrique est un scalaire.

$$\alpha_h \equiv \alpha_h(\xi, T)$$

Si l'on veut conserver, même si cela n'est pas nécessaire, la même forme que les expressions adoptées en thermomécanique : $\varepsilon_{ij}^{th} = \alpha_{th} (T - T_0) \delta_{ij} = \alpha_{th} \Delta T \delta_{ij}$, nous écrivons :

$$\varepsilon_{ij}^h = \beta (\alpha_h(\xi) - \alpha_h(\xi_0)) \delta_{ij}$$

L'état initial est défini par ξ_0 , alors que le scalaire β est un coefficient correcteur qui pondère la déformation surfacique ou volumique. Si la courbe expérimentale donne la déformation volumique en fonction de ξ et dans l'hypothèse d'isotropie :

$$\varepsilon_V^h = \varepsilon_{11}^h + \varepsilon_{22}^h + \varepsilon_{33}^h = 3\varepsilon_{11}^h$$

Alors $\beta = \frac{1}{3}$

Si la courbe expérimentale donne la déformation surfacique en fonction de ξ et dans l'hypothèse d'isotropie :

$$\varepsilon_S^h = \varepsilon_{11}^h + \varepsilon_{22}^h = 2\varepsilon_{11}^h = \frac{2}{3} \varepsilon_V^h$$

Alors $\beta = \frac{1}{2}$

L'expression générale thermo-hydrique-élastique est alors :

$$\varepsilon_{ij} = \frac{1+\nu}{E} \sigma_{ij} - \frac{\nu}{E} \sigma_{kk} \delta_{ij} + \alpha_{th} (T - T_0) \delta_{ij} + \beta (\alpha_h(\xi) - \alpha_h(\xi_0)) \delta_{ij}$$

Dans la suite, nous ne considérons que des problèmes élastiques en petites ou grandes déformations, même si l'utilisation de modèles rhéologiques plus élaborés ne pose pas de problème.

Dans la suite, la variable ξ représentera la teneur en eau w ou la succion s .

8.3.3 Implémentation numérique

La première étape consiste à implémenter dans un code de calcul numérique les lois d'évolutions de :

- la déformation surfacique en fonction de l'humidité relative ;
- la teneur en eau en fonction de l'humidité relative ;
- la déformation surfacique en fonction de la teneur en eau.

Précisons que la déformation surfacique mesurée à l'échelle microscopique (au MEBE) est une variable non directionnelle et n'est donc pas reliée à la déformation surfacique d'un Volume Élémentaire Représentatif (VER) qui est une variable directionnelle (considérée comme la somme de deux déformations non principales) en mécanique des milieux continus.

Pour rester cohérents dans la démarche, nous prendrons les paramètres et lois d'évolution définis dans la section précédente relative au modèle analytique. L'approche numérique consiste donc à implémenter ces lois dans un code de calcul par éléments finis.

Dans ce cas, le coefficient de dilatation hydrique adopte l'expression suivante :

$$\alpha_h(w) = \frac{1}{a_1 w + a_2}$$

Les coefficients a_1 et a_2 sont fonction du type d'argile. La teneur en eau est une fonction des variables d'espace : $w = f(x, y)$. L'expression adoptée dans cette étude est du type :

$$w = \frac{\pm a}{x + \varepsilon} + b; (\varepsilon \ll 1)$$

Pour la validation, considérons un problème homogène 3D (Figure 153). Les plans de couleur représentent des plans de symétrie, les autres faces étant cinématiquement et statiquement libres.

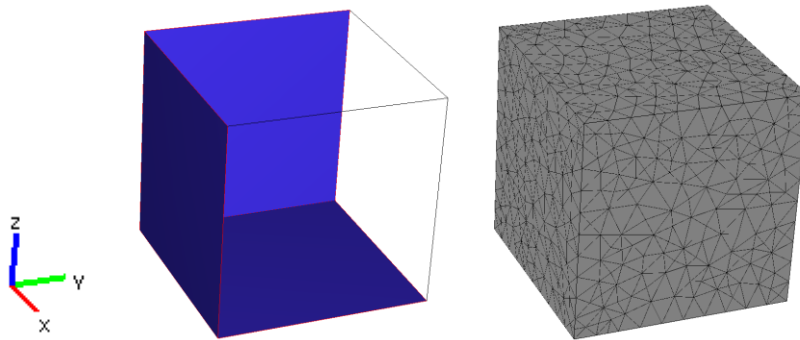


Figure 153 : Cube de dimension unité et maillage élément finis

Matériau : Montmorillonite grecque

La sollicitation que nous imposons est une variation de teneur en eau w évoluant de 5 % à 28 % (Figure 154).

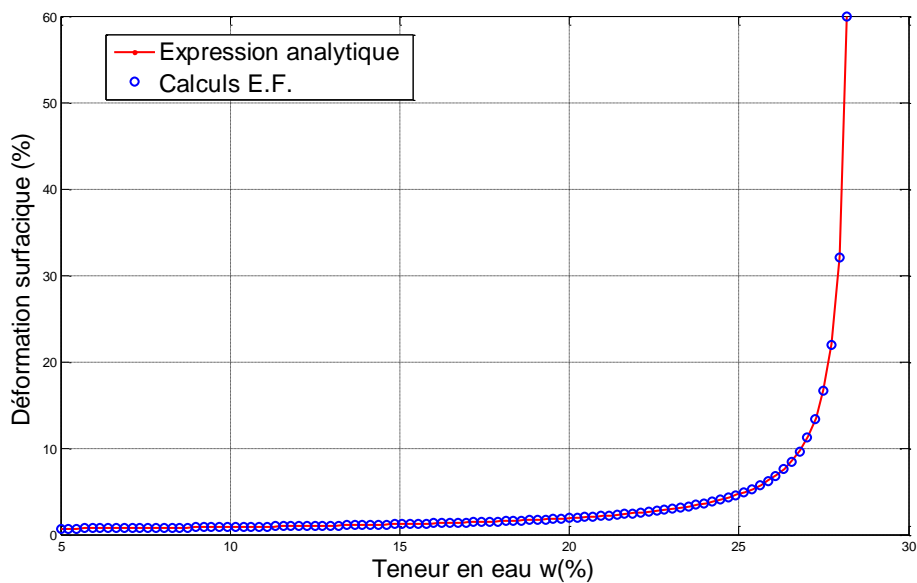


Figure 154 : Comparaison du gonflement entre l'expression analytique et le calcul par élément finis (E.F.) pour la montmorillonite grecque

Matériau : Argile verte de Romainville

La sollicitation que nous imposons est une variation de teneur en eau w évoluant de 2 % à 12 % (Figure 155).

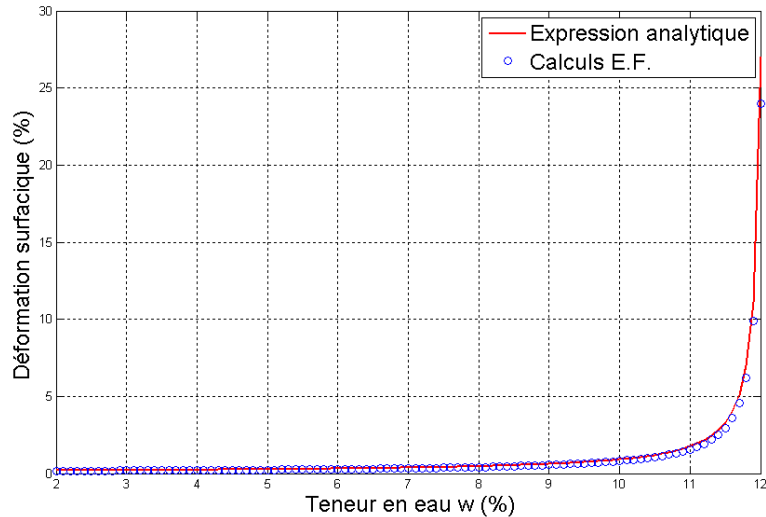


Figure 155 : Comparaison du gonflement entre l'expression analytique et le calcul par élément finis (E.F.) pour l'AVR

Au vu des différents résultats nous considérons l'implémentation numérique du modèle comme étant validée.

8.3.4 Modélisations numériques de cas heuristiques

Avant de passer à des problèmes non-homogènes, nous modélisons le retrait et le gonflement d'une couche d'argile dont la distribution de la teneur en eau est rappelée sur la Figure 156, ci-dessous.

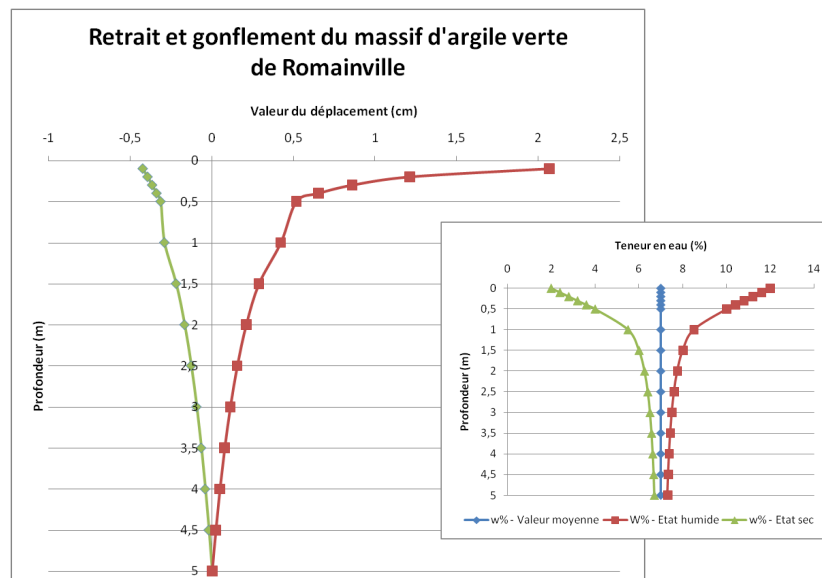


Figure 156 : Estimation du retrait et du gonflement de la couche d'argile verte de Romainville

Le problème est posé en déformations planes et la sollicitation est purement hydrique, induite par un changement de la teneur en eau (Figure 148). Les modélisations sont donc effectuées par

éléments finis. Pour ce problème, nous avons considéré les domaine, maillage et conditions aux limites décrits sur la Figure 157.

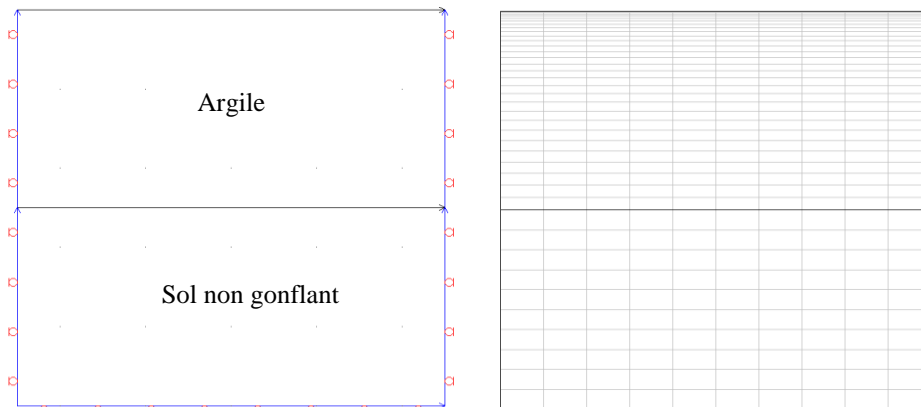


Figure 157 : Conditions aux limites et maillage (domaine 10 x 10 m)

L'objectif de cette section est de comparer par éléments finis l'approche proposée en comparant les résultats avec ceux issus des exemples étudiés "analytiquement" dans les sections précédentes. Nous nous limiterons au cas de l'argile verte de Romainville. La Figure 148 rappelle les résultats et les conditions hydriques (teneur en eau) initiale 7% et finale (retrait et gonflement).

La Figure 158 montre les isovaleurs et la distribution verticale de la teneur en eau imposée pour simuler le gonflement.

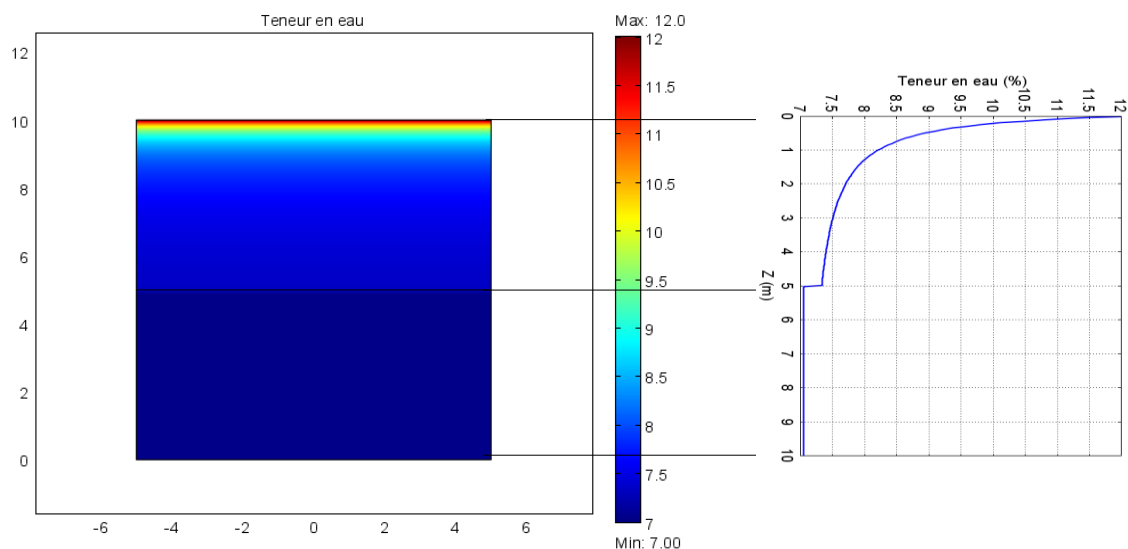


Figure 158 : Distribution spatiale de la teneur en eau en fin d'humidification : Teneur en eau initiale d'environ 7 % et supposée uniforme sur tout le massif.

La Figure 159 montre le champ de déplacement vertical ainsi que sa distribution, pour la variation de teneur en eau imposée générant un gonflement.

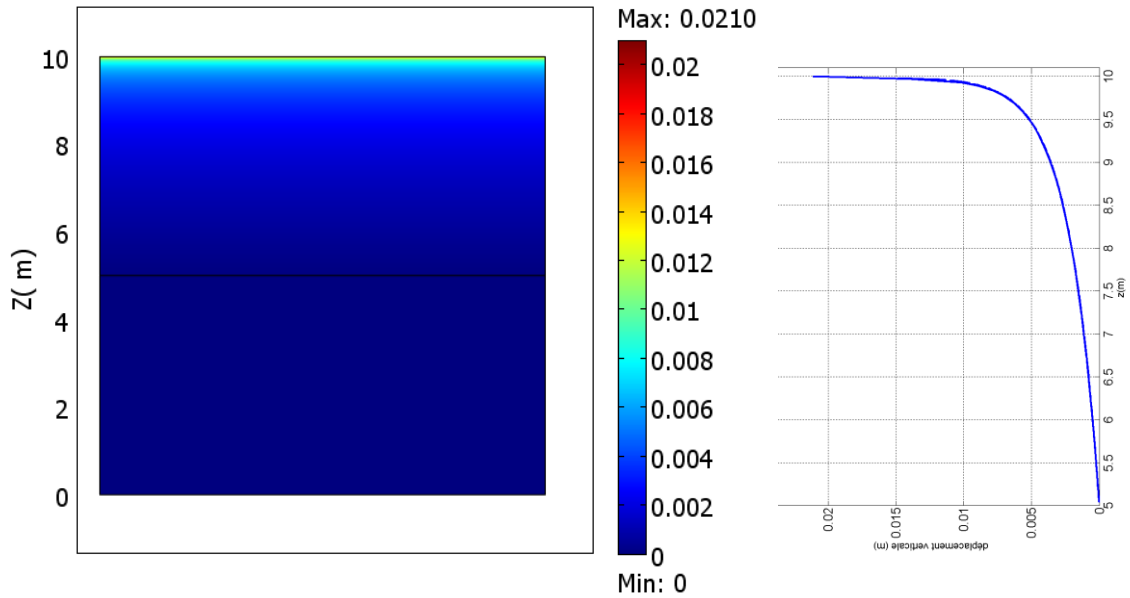


Figure 159 : Gonflement : Distribution spatiale et verticale (m) du déplacement vertical en fin d'humidification (dep max : 2,1 cm).

La Figure 160 ci-dessous montre le champ de déplacement vertical ainsi que sa distribution, pour la variation de teneur imposée générant un retrait.

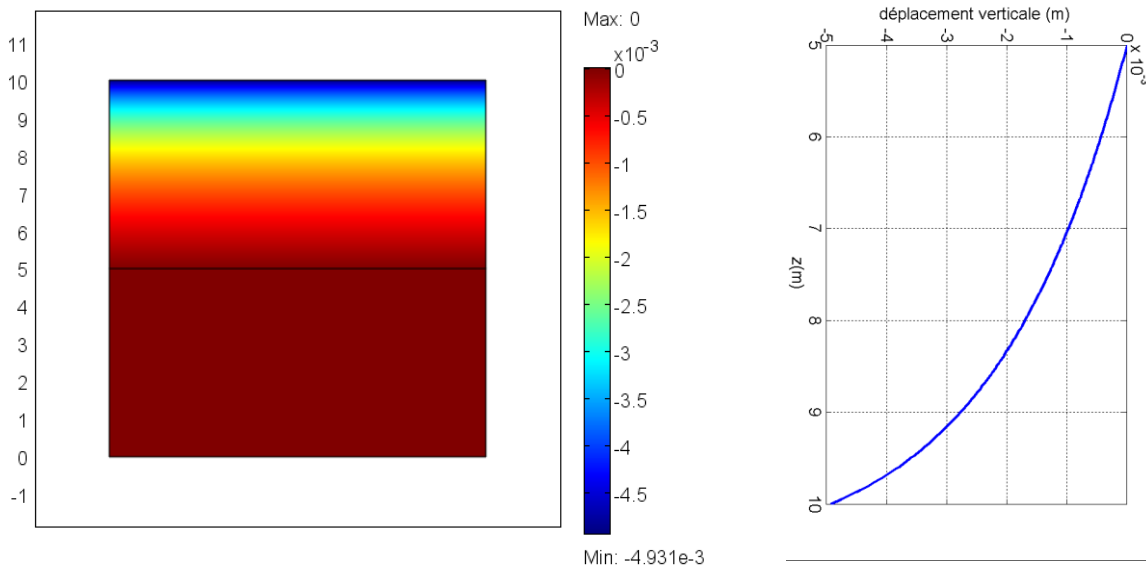


Figure 160 : Retrait : Distribution spatiale et verticale (m) du déplacement vertical en fin de séchage (retrait max : 0,5 cm).

On observe que l'on obtient les mêmes résultats, avec cette approche numérique qu'avec l'approche analytique. Nous présentons dans cette partie diverses simulations numériques de configurations non-homogènes. Les exemples sont des cas heuristiques qui ne dénaturent aucunement la complexité des problèmes.

L'objectif de ces premières simulations est de montrer la faisabilité de l'approche numérique proposée. L'analyse des résultats doit plus porter sur le caractère qualitatif que quantitatif des résultats.

Le premier exemple (Figure 161) représente un cadre en béton posé sur une couche de sol non gonflante (NG) à proximité d'une couche d'argile. Les paramètres de retrait-gonflement retenus pour l'argile sont ceux de la Montmorillonite grecque (MG).

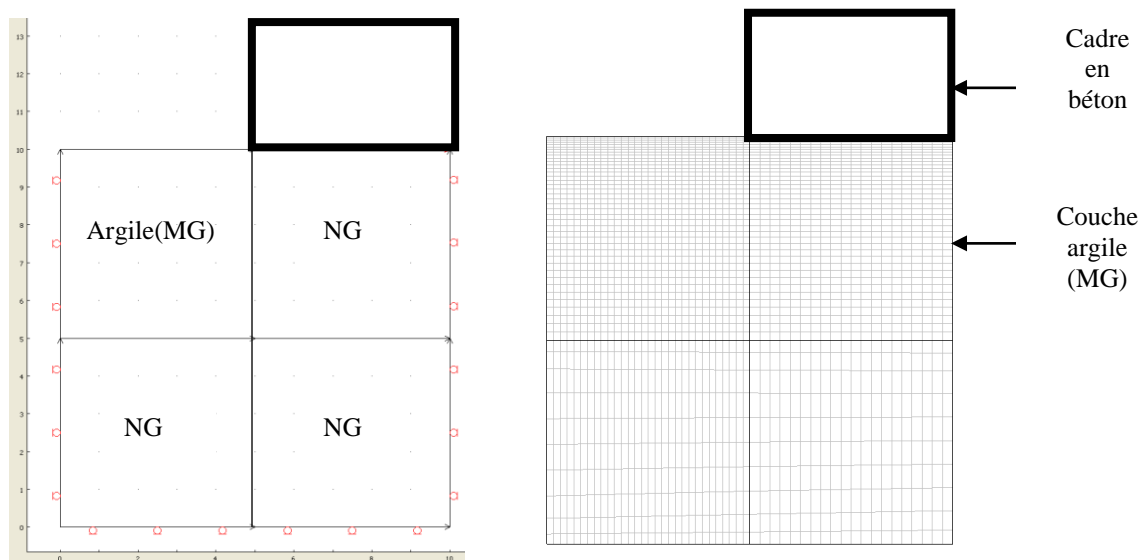


Figure 161 : Domaine, conditions aux limites (gauche) et maillage (droite) d'une structure en béton reposant sur un sol argileux.

La couche d'argile est soumise à des variations de teneurs en eau telles que celles décrites précédemment. Le cadre en béton est supposé ancré dans le sol (continuité du déplacement vertical). La Figure 162 illustre la déformée (du sol et de la structure) et le champ de déplacement vertical, suite à un phénomène de retrait.

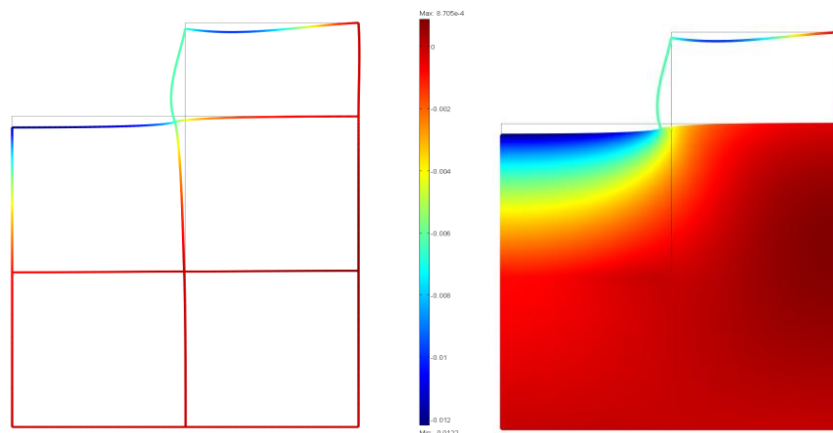


Figure 162 : Déformée du sol et de la structure et isovaleurs du déplacement vertical (cas du retrait) (Echelle min. : $-0,0122$ cm ; échelle max. : $8,705 \cdot 10^{-4}$ cm).

La Figure 163 illustre la déformée (du sol et de la structure) et le champ de déplacement vertical, suite à un phénomène de gonflement.

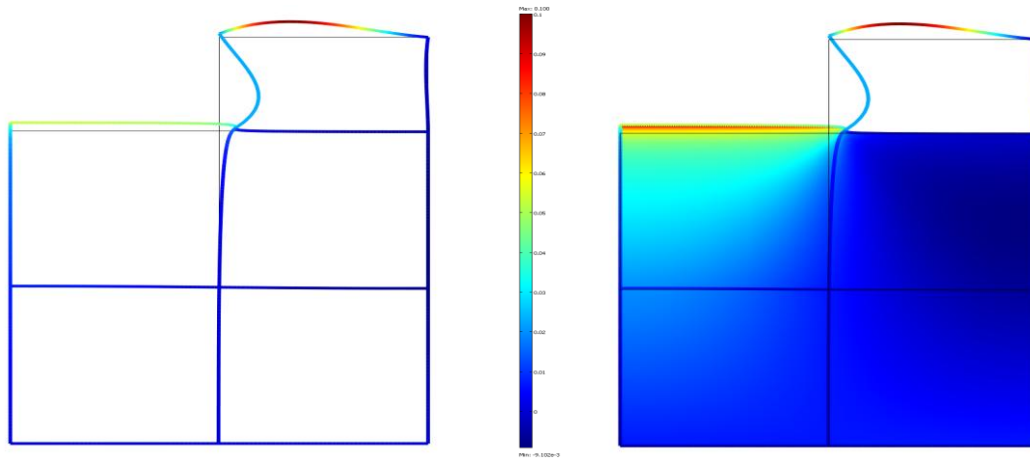


Figure 163 : Déformée du sol et de la structure et isovalues du déplacement vertical (cas du gonflement) (Echelle min. : $-9,102.10^{-3}$ cm ; échelle max. : 0,1 cm).

Les Figure 164 et Figure 165 montrent la distribution de la déformation horizontale à différentes profondeurs, dans le cas du gonflement et du retrait respectivement.

On notera la discontinuité à l'interface MG-NG et l'intensité des déformations horizontales fonction du phénomène et de la profondeur.

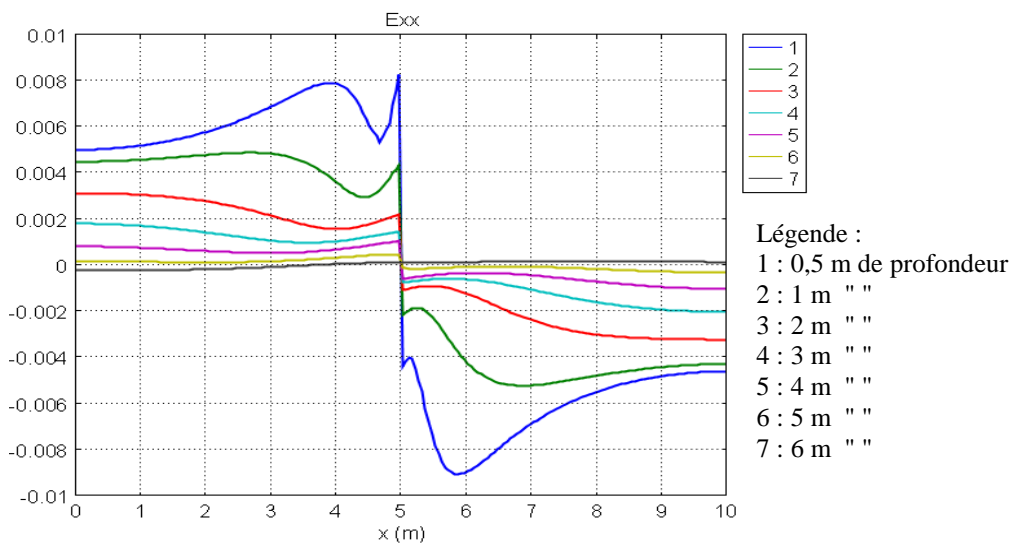


Figure 164 : Distribution de la déformation horizontale à différentes profondeur du sol (cas du gonflement).

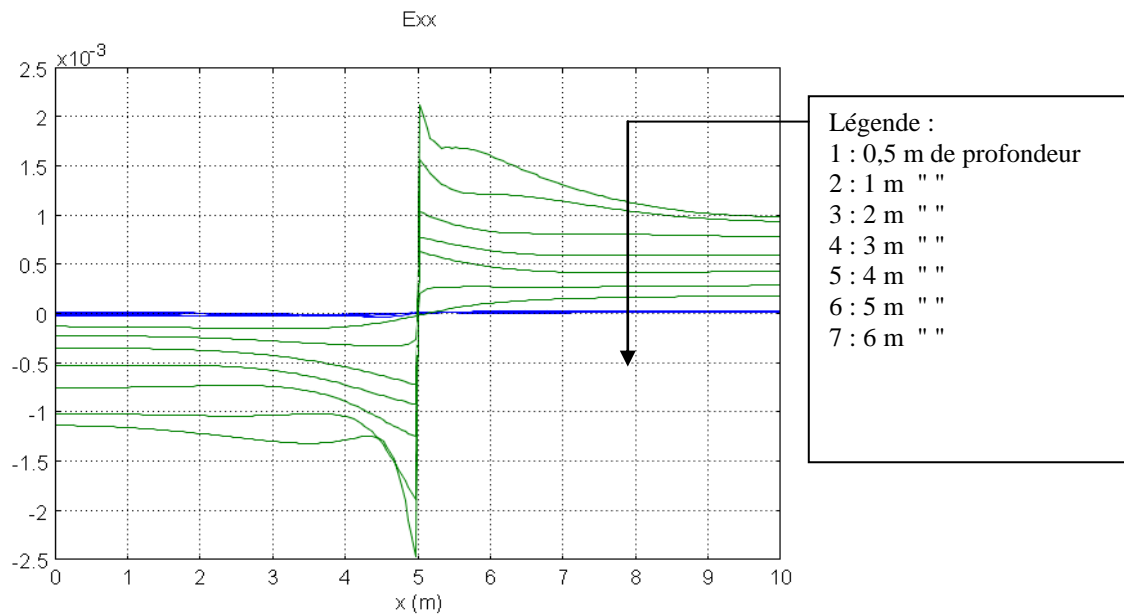


Figure 165 : Distribution de la déformation horizontale à différentes profondeurs du sol (cas du retrait).

Un autre exemple est illustré sur la Figure 166 qui représente une structure possédant des fondations encastrées dans le sol à 1 m de profondeur.

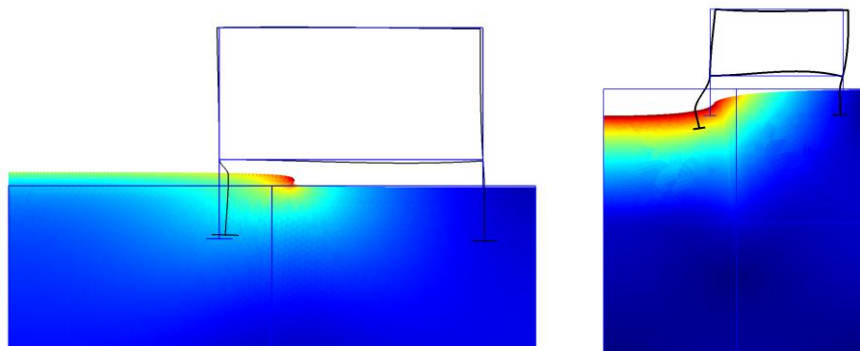


Figure 166 : Illustration schématique de la déformée du sol et de la structure et isovaleurs du déplacement vertical : cas du gonflement (gauche) et du retrait).

L'exemple illustré sur la Figure 167 représente une problématique tridimensionnelle et hétérogène d'un massif constitué de deux couches et soumis à une pression uniforme sur une partie de celui-ci. La couche supérieure, d'argile (MG), possède une épaisseur de 5 m.

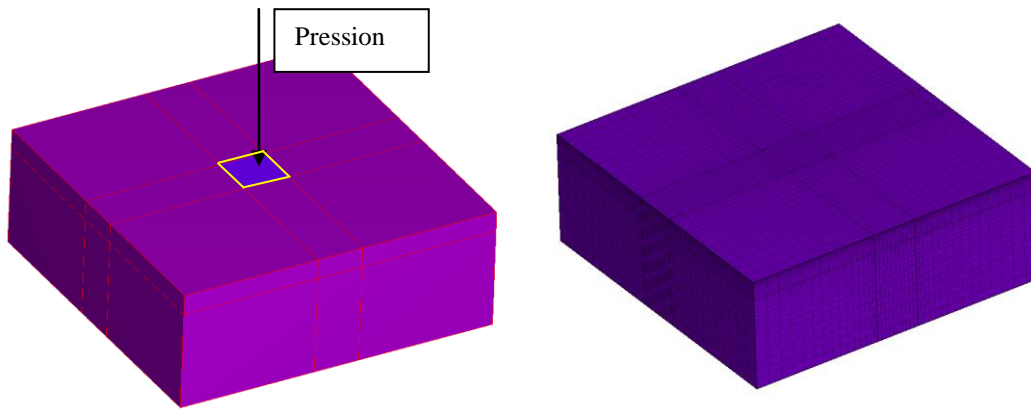


Figure 167 : Géométrie et maillage du domaine (70x70x30 m)

Quatre configurations sont modélisées :

1. Gonflement avec matériau argileux de 5 m couvrant l'intégralité de la surface du milieu ;
2. Retrait avec matériau argileux de 5 m couvrant l'intégralité de la surface du milieu ;
3. Gonflement avec matériau argileux de 5 m couvrant l'intégralité de la surface du milieu, excepté sous la zone où est appliquée la pression ;
4. Retrait avec matériau argileux de 5 m couvrant l'intégralité de la surface du milieu, excepté sous la zone où est appliquée la pression.

La sollicitation s'effectue en deux phases : application de la pression (1) puis « chargement hydrique » (2).

La Figure 168 illustre deux coupes d'isovaleurs du déplacement vertical après gonflement.

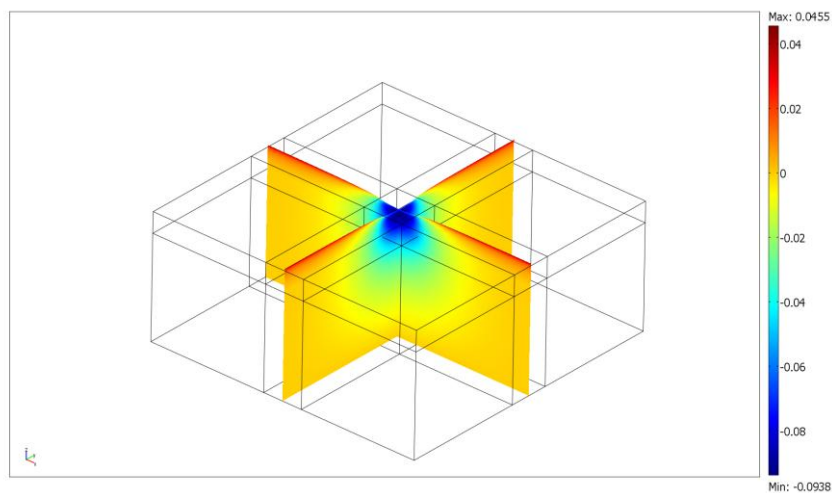


Figure 168 : Isovaleurs du déplacement vertical après gonflement

Les figures suivantes (Figure 169 et Figure 170) montrent la distribution de l'affaissement en surface pour une droite passant au milieu du modèle (sous la zone de pression) dans le cas du gonflement et du retrait.

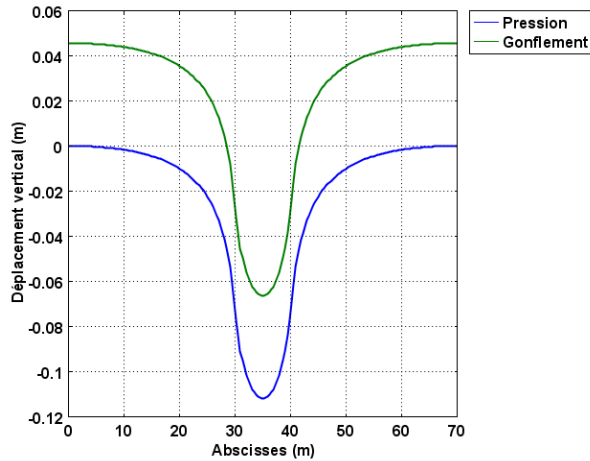


Figure 169 : Distribution du déplacement vertical après application successive d'une pression et du gonflement.

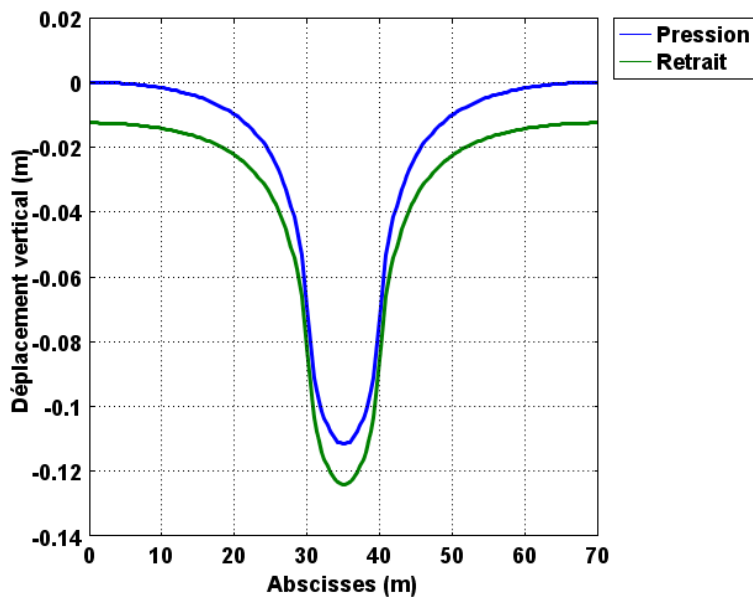


Figure 170 : Distribution du déplacement vertical après application successive d'une pression et du retrait.

On notera les différences qualitatives (courbures) et quantitatives (intensités) de l'affaissement pour les deux phénomènes. Si l'on considère maintenant, un matériau non "hydriquement réactif" ou non affecté par le changement de teneur en eau sous la construction (symbolisée par la pression) nous obtenons les distributions du tassement présentées ci-après (Figure 171 et Figure 172).

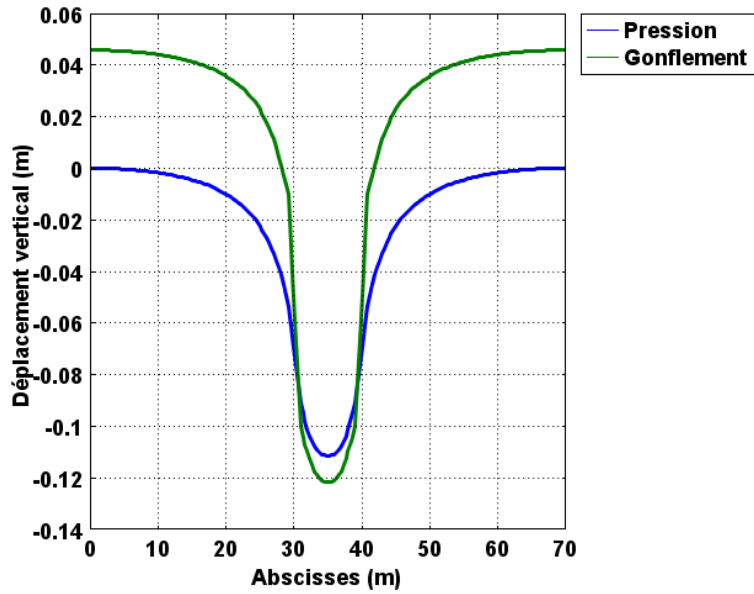


Figure 171 : Distribution du déplacement vertical après application successivement d'une pression et du gonflement (matériau non gonflant sous la construction)

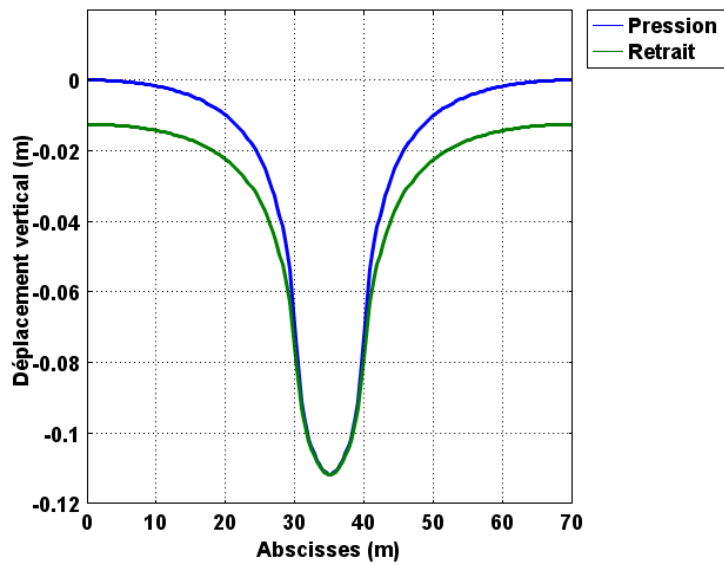


Figure 172 : Distribution du déplacement vertical après application successivement d'une pression et du retrait (matériau non gonflant sous la construction)

9. CONCLUSIONS

Le phénomène de retrait-gonflement des sols argileux, bien qu'étudié depuis une soixantaine d'années, constitue toujours une problématique d'actualité. Pourtant les essais disponibles aujourd'hui sont nombreux, concernent une large gamme d'échelles d'étude (microscopique, mésoscopique et macroscopique) et permettent d'obtenir des informations sur de nombreux paramètres du sol connus à ce jour. Le microscope électronique à balayage environnemental (MEBE) permet d'apporter de nouvelles perspectives dans l'étude du retrait-gonflement des sols argileux (entre autres), par la reconstitution des conditions environnementales (contrôle de la température et de la pression pour imposer l'humidité relative désirée), l'application de cycles d'humidification-séchage et l'étude d'échantillons sans aucune préparation préalable (congélation et/ou lyophilisation). De nombreuses études, décrites dans la littérature sur des matériaux argileux, ont souvent été menées essentiellement sur certaines argiles, destinées essentiellement au stockage des déchets radioactifs. Le travail présenté dans ce mémoire constitue une contribution qui nous semble appréciable sur des argiles naturelles, prélevées in situ sur des sites affectés par le retrait-gonflement : la montmorillonite grecque et l'argile verte de Romainville.

La première phase de ce travail de recherche a été de définir les différentes procédures et conditions opératoires en microscopie électronique à balayage environnementale applicables au système eau-argile. Cette première phase de mise au point, qui a nécessité de nombreux essais, a permis de définir les conditions optimales de ce travail dans le cas des argiles ainsi que les précautions opératoires permettant d'assurer la reproductibilité des mesures. Un protocole expérimental a été établi, basé sur l'application de l'humidification et du séchage par paliers avec des temps d'équilibre et une fréquence d'application réguliers. Les pas sont définis selon l'humidité relative dans les fortes et moyennes succions, et de façon plus fine dans les faibles succions (selon la pression). Les temps d'équilibre varient selon le matériau, la taille des agrégats et le type de pilotage choisi. Ils peuvent s'échelonner de 10 minutes à 1 heure. Ces essais menés dans le MEBE présentent un avantage majeur par rapport aux essais classiques de laboratoire : ils sont rapides (1 à 2 jours pour un travail expérimental non négligeable) et nécessitent également peu de matériau (quelques dizaines de grammes sous forme de poudre).

En parallèle, un système de micro-pesée a été développé et breveté (Brevet n°10-54771), afin de mesurer la variation de la teneur en eau d'un échantillon en fonction de l'humidité relative au sein du MEBE. Cette information, reliée à l'évolution de la déformation surfacique, déterminée lors des essais de retrait-gonflement dans le MEBE, permet d'associer l'évolution de la déformation surfacique en fonction de l'évolution de la teneur en eau. Les résultats obtenus à partir des deux essais ont mené à la mise au point de deux approches, volontairement simplifiées pour être facilement mises en œuvre dans une investigation rapide (études préliminaires, bureaux d'étude). Ces deux approches sont, l'une analytique, l'autre numérique, permettant la transition vers l'échelle macroscopique pour pouvoir estimer le retrait et le gonflement possibles sur un site donné.

Les deux argiles ont donc été soumises à des cycles d'humidification-séchage dans le MEBE afin de quantifier le retrait-gonflement et d'en étudier la cinétique. Ces essais ont été menés pour étudier l'influence de la composition minéralogique, de l'effet d'échelle et du mode de pilotage (pression ou température). En parallèle, des essais ont été menés à l'échelle mésoscopique afin d'établir des liens entre les deux échelles. Ils ont consisté en l'étude de l'évolution de la microstructure et de la microporosité, et l'établissement des courbes de rétention.

L'analyse des résultats des différents essais effectués à l'échelle microscopique (essais MEBE) conduisent aux remarques suivantes.

- La cinétique de gonflement et de retrait est marquée par plusieurs phases distinctes selon l'argile considérée. La montmorillonite grecque présente deux phases, peut-être liées à l'homogénéité de sa composition, facilitant l'humidification et le séchage de ses agrégats. L'argile verte de Romainville présente quant à elle quatre phases, en lien possible avec l'hétérogénéité de sa composition et induisant une humidification par vagues au sein de ces agrégats.
- La composition minéralogique présente une influence au niveau des gonflements et retraits cumulés. Rappelons que la montmorillonite grecque est composée principalement de smectite, tandis que l'argile verte de Romainville contient différents composants (kaolinite, illite, interstratifiés illite/smectite, carbonates, quartz, feldspath). Le gonflement peut se développer relativement librement dans la montmorillonite grecque grâce aux smectites. Dans le cas de l'argile verte de Romainville, le gonflement est gêné à cause de la présence de kaolinite et d'illite, qui sont des espèces argileuses à fortes liaisons, et également de la présence de carbonates qui sont connus pour constituer de la cimentation de la matrice.
- La taille des agrégats influence également le gonflement et le retrait. Les agrégats moyens (50 μm) et gros (100 μm) présentent un gonflement et un retrait cumulés similaires. Cependant, les petits agrégats (10 μm) présentent un gonflement et un retrait deux fois plus petits, posant la question de l'existence potentielle d'un seuil au-delà duquel la taille de l'agrégat présente une influence moins importante. Ce seuil serait conditionné par la proportion de porosité inter particulaire présente au sein des agrégats. En revanche, la cinétique du retrait-gonflement est différente pour les agrégats de 100 μm , de par l'inertie engendrée par la taille importante, et similaire pour les agrégats de 10 μm et 50 μm .
- Le type de pilotage en pression ou en température influence également le gonflement et le retrait cumulés (totaux) selon les temps d'équilibre adoptés. Le pilotage en température nécessite des temps d'équilibre longs (1 heure), en raison d'un équilibre thermique difficile à maintenir au niveau de l'échantillon, contrairement au pilotage en pression qui nécessite des temps d'équilibre courts (10 minutes) pour obtenir des résultats similaires.

En ce qui concerne l'argile verte de Romainville, l'analyse des résultats des essais effectués à l'échelle mésoscopique (courbes de rétention, observations MEBE, porosimétrie BET) conduisent aux remarques suivantes.

La limite de retrait (w_r) correspond à une teneur en eau de 13 % et un indice des vides de 0,52. Le point d'entrée d'air (P_a) correspond à une teneur en eau de 37 % et une succion de 0,294 kPa. L'argile présente une évolution de la déformation volumique importante dont 25 % de celle-ci se

situé avant le point d'entrée d'air. Le sol extrait in situ est dans un état quasi-saturé, induisant un comportement sensible au retrait.

Aux fortes et moyennes succions, le sol présente une microstructure compacte avec une macroporosité augmentant avec la succion. Aux faibles succions, la microstructure compacte évolue de contours nets et saillants des agrégats à des contours plus doux et réguliers. Des microorganismes ont été observés, engendrant une porosité ou une dégradation à la surface très importante, pouvant entraîner un vieillissement prématuré du sol et la création de chemins préférentiels pour la pénétration de l'eau.

On observe avec la diminution de la succion, une diminution de la surface spécifique externe et du volume microporeux. A partir de $2,24 \cdot 10^4$ kPa, cette évolution devient cependant moins marquée. Cette succion correspondant à la limite de retrait, montre que la déformation est absorbée en partie par le réarrangement de la microstructure, puisqu'elle est restituée par un gonflement global des agrégats.

L'humidification et le séchage des échantillons ne semblent pas induire pas de mécanismes cinématiques irréversibles pour la microstructure. Quelle que soit l'histoire de l'échantillon et les épisodes d'humidification et de séchage qu'il subit, la microstructure revient à son état initial (géométrique), dénotant une certaine réversibilité.

A partir du développement du système de micro-pesée et de la corrélation de l'évolution de la teneur en eau avec celle de la déformation surfacique, deux approches simples ont été proposées, pour déterminer le retrait et le gonflement in situ.

L'approche analytique se base sur des mesures réalisées in situ (échelle macroscopique) tels que des profils de teneur en eau en fonction de la profondeur pour établir une corrélation entre les trois échelles, permettant l'estimation d'un retrait et/ou d'un gonflement d'un massif de sol. Elle a pour avantage d'être simple, utilisable (bureaux d'étude, laboratoires) et de s'appuyer sur des données accessibles facilement.

L'approche numérique se base sur l'analogie entre le phénomène de dilatation hydrique et celui de dilatation thermique qui permet l'assimilation de la composante hydrique à une composante thermique. Dans cette méthode, le pseudo-coefficient de dilatation thermique est naturellement non linéaire. Cette relation, simple au premier abord, permet d'établir un profil de retrait et/ou de gonflement par couches de sol avec prise en compte de la contrainte. Elle a pour avantage d'obtenir un ordre de grandeur rapidement dans des conditions non homogènes et de nécessiter peu de paramètres. L'approche actuelle est naturellement perfectible.

Ces quelques résultats expérimentaux contribuent, nous semble-t-il, à l'amélioration de la connaissance des phénomènes de retrait-gonflement des sols argileux par la mise au point d'essais novateurs et rapides au sein du MEBE ainsi que de deux approches complémentaires pour exploiter ces résultats. De nombreuses questions restent aujourd'hui ouvertes. Les quelques perspectives, énoncées ci-dessous, permettraient probablement d'aider à y répondre.

L'ajout d'équipements complémentaires au MEBE tels qu'un microinjecteur, permettrait de travailler avec des fluides différents de l'eau "pure" et réaliser des expériences en mode dynamique sur l'interaction fluide-argile (simuler des conditions de milieux plus variables).

L'étude de la porosité dans les agrégats permettrait de quantifier les trois échelles de porosité (microporosité, mésoporosité et macroporosité) (volume et rapport entre chaque échelle) ainsi que leur influence sur la déformation (influence plus marquée pour un type de porosité par exemple).

La maîtrise de l'arrivée de la formation de la pellicule d'eau autour des agrégats ainsi que l'estimation de son épaisseur permettrait de quantifier plus finement le gonflement et le retrait dans les faibles succions.

L'amélioration du système de micro-pesée permettrait d'effectuer des mesures simultanées de l'évolution de la teneur en eau et de la déformation surfacique. Cela permettrait une meilleure représentativité et corrélation entre les deux informations.

Le traitement automatique des images permettrait d'obtenir une rapidité, une efficacité et une meilleure précision des essais réalisés au MEBE pour établir les courbes de retrait-gonflement.

L'étude d'autres argiles naturelles gonflantes permettrait d'améliorer les connaissances sur l'influence des caractéristiques du sol (composition minéralogique, histoire du sol, etc.), et d'affiner les protocoles expérimentaux et les deux modèles d'estimation du retrait-gonflement sur un site donné.

Les essais mécaniques dans le MEBE permettraient d'étudier l'évolution des paramètres mécaniques en fonction de la succion à l'échelle microscopique.

REFERENCES

- AFNOR (1995). Sols : Reconnaissance et essais. Détermination de la teneur en eau pondérale des matériaux. Méthode par étuvage. NF P 94-050.
- Alonso E.E., Gens A., Josa A. (1990), A constitutive model for partially saturated soils. *Geotechnique* 40, n° 3, p. 405-430
- Alonso E.E., Vaunat J., Gens A. (1999). Modelling the mechanical behaviour of expansive clays. *Eng Geol*, 54, pp. 173–183.
- Alonso E.E., Romero E., Hoffmann C., Garcia-Escudero E. (2005). Expansive bentonite-sand mixtures in cyclic controlled suction drying and wetting. *Eng Geol* 81(3):213–226.
- Anderson D.M. (1926). *C. T. J. Am. Chem. Soc.*, 48, 1506. 4.
- Aubouin J., Brousse R., Lehman J.P. (1968). *Précis De Géologie. 1er Cycle Et Licence. Tome I : Pétrologie.* Dunod.
- Audiguier-Marcel M. (1979). Contribution à l'étude du comportement de l'eau dans les sols en fonction de leur texture. Mémoire de DEA, Centre de Géologie d'ingénieur, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 148 p.
- Audiguier M., Geremew Z., Laribi S., Cojean R. (2007). Caractérisation au laboratoire de la sensibilité au retrait-gonflement des sols argileux. *Revue Française de Géotechnique*, 120-121 : 67-82.
- Audiguier M., Geremew Z., Cojean R. (2008). Relations entre les microstructures de deux sols argileux de la région parisienne et leur sensibilité au retrait-gonflement. SEC2008, Paris, France, 1-3 septembre : 235-243. Editions du LCPC.
- Baize D. (2004). *Petit lexique de pédologie.* Editions Quae, Paris, 271 p.
- Barret E.P., Joyner L.G., Halenda P.P. (1951). The determination of pore volume and area distributions in porous substances, Computations from nitrogen isotherms. *J. Am. Chem. Soc.* 73, p. 373-380.
- Bear J. (1969). *Dynamics of fluids in porous media.* Elsevier, Amsterdam.
- Bigot G., Zerhouni M.I. (2000). Retrait Gonflement et Tassement des sols fins – *Bulletin des LPC* n°229, pp 105-114.
- Biot, M.A. (1941). General theory of three-dimensional consolidation. *J. Appl. Phys.* 12, 155-164.
- Bowen R. M. (1976). Theory of mixtures. In: A.C. Eringen, Editor, *Continuum Physics, Mixtures and EM Field Theories.* Vol. III, Academic Press, New York pp. 1–127.

- Brooks R.H., Corey A.T. (1964). Hydraulic properties of porous media. Colorado State University (Fort Collins), Hydrology Paper, N° 3.
- Bruand A., Prost R. (1987). Effect of water content on the fabric of a soil material: An experimental approach. *J. Soil Sci.* 41, p. 491-497.
- Brunauer S., Emmett P.H., Teller E. (1938). Adsorption of gases in multimolecular layers. *J. Am. Chem. Soc.* 60, p. 309-319.
- Buckingham E. (1907). Studies on the movement of soil moisture. Bulletin 38. USDA Bureau of Soils, Washington, DC.
- Bultel F. (2001). Prise en compte du gonflement des terrains pour le dimensionnement des revêtements des tunnels, thèse doctorat, Ecole Nationale des Ponts et Chaussées.
- Caillère S., Henin S. (1959). La classification des argiles. XX Congr. Geol. Internat. Mexico (1956), pp. 1-8.
- Caillère S., Hénin S. (1963). *Minéralogie des argiles*. Masson, 355 p.
- Calvet R. (2003). *Le sol : propriétés et fonctions. Phénomènes physiques et chimiques, applications agronomiques et environnementales*. France Agricole Editions, 511 p.
- Camara L. (1982). Comportement hydrique et Propriétés de gonflement macroscopique de mélange d'argiles. Thèse doctorat, Université Pierre et Marie Curie (Paris VI), Paris.
- Chateau X., Dormieux L. (1998). Approche micromécanique du comportement d'un milieu poreux non saturé. *Comptes Rendus de l'Académie des Sciences - Series IIB - Mechanics-Physics-Astronomy*, Vol.326, Issue 9, pp. 533-538
- Baker, R., Frydman, S. (2009). Unsaturated soil mechanics: Critical review of physical foundations. *Engineering Geology*, In press.
- Chen F. H. (1988). *Foundations on Expansive Soil*. Elsevier Science Pub., New York, NY.
- Christidis G.E., Dunham A.C. (1993). « Compositional variations in smectites : Part I. Alteration of intermediate volcanic rocks. A case study from Milos island, Greece ». *Clay Minerals* 28, p. 255-273.
- Christidis G.E., Scott P.W., Dunham A.C. (1997). « Acid activation and bleaching capacity of bentonites from the islands of Milos and Chios, Aegean, Greece ». *Applied Clay Science* 12, p. 329-347.
- Collins K., McGown A. (1974). The form and function of microfabric features in a variety of natural soils. *Géotechnique* 24, n° 2, pp 223-254.
- Coquet Y. (1995). « Mesures in situ des propriétés de retrait de deux sols tropicaux peu gonflants ». *Etude et Gestion des Sols* 2, p. 241-256.

- Cosenza P., Tabbagh A. (2003). « Rôle de la microporosité dans la relation permittivité-teneur en eau des sols ». 4ème colloque Géofcan, Géophysique des sols et des formations superficelles, Paris, France, 23-24 septembre.
- Croney D. (1952). The movement and distribution of water in soils. *Géotechnique*, 3 (1), p. 1-16.
- Cui Y. J., Delage P. (1996). Yielding and plastic behaviour of an unsaturated compacted silt. *Canadian geotechnical Journal*, Vol 33, p. 291-311.
- Cui Y.J., Yahia-Aissa M., Delage P. (2002). A model for the volume change behavior of heavily compacted swelling soils. *Engineering Geology* 64, pp. 233-250.
- Cui Y. J., Loiseau C., Delage P. (2002). Microstructure changes of a confined swelling soil due to suction controlled hydration. *Unsaturated soils*, Juca, de Campos & Marinho (eds), vol 2, pp.593-598.
- Cui Y. J., Delage P. (2003). Sols non saturés : applications au calcul des ouvrages. *Techniques de l'ingénieur, traité construction*, C 303-1, 27 p.
- Cuisinier O. (2002). Comportement hydromécanique des sols gonflants compactés. Thèse, Institut National Polytechnique de Lorraine, Nancy.
- Cuisinier O., Laloui L. (2004). Fabric evolution during hydromechanical loading of a compacted silt. *International Journal for Numerical and Analytical Methods in Geomechanics* 28 : 483-499.
- Dangla P. (2002). Plasticité et hystérésis, dans O.Coussy et J.M. Fleureau (dir.), *Mécanique des sols non saturés*, Lavoisier, Paris, p. 23-68.
- Delage P., Pellerin F.M. (1984). « Influence de la lyophilisation sur la structure d'une argile sensible du Québec ». *Clay Minerals* 19, p. 151-160.
- Delage P., Graham J. (1995). Mechanical behaviour of unsaturated soils: Understanding the behaviour of unsaturated soils requires reliable conceptual models. *Proceedings of the first international conference on unsaturated soils (UNSAT'95)*, Paris, Alonso & Delage (eds), pp.1223-1256.
- Delage P., Cui Y-J. (2001). Comportement mécanique des sols non saturés. *Techniques de l'Ingénieur*. C302.
- Delage P. (2006). Some microstructure effects on the behaviour of compacted swelling clays used for engineered barriers. *Chinese Journal of Rock Mechanics and Engineering*, vol. 25(4), 721-740.
- Donald A.M., He C., Royall C.P., Sferrazza M., Stelmashenko N.A., Thiel B.L. (2000). «Applications of environmental scanning electron microscopy to colloidal aggregation and film formation ». *Physicochemical and Engineering Aspects* 174, p. 37-53.
- Dormieux L., Molinari A., Kondo D. (2002). Micromechanical approach to the behavior of proelastic materials. *J. Mech. Phys. Solids*, Vol. 50, pp. 2203-2231.

- Dormieux L., Lemarchand E., Sanahuja J. (2006). Comportement macroscopique des matériaux poreux à microstructure en feuillets. *Comptes Rendus Mécanique*, Vol. 334, Issue 5, pp. 304-310.
- Duchaufour Ph. (1977). *Pédologie. 1. Pédogenèse et classification*. Masson, 477 p.
- El Yousoufi M. S., Delenne J.-Y., Radjai F. (2005). Self-stresses and crack formation by particle swelling in cohesive granular media. *Physical Review E*. 71, 051307, 5p.
- ElectroScan Corporation (1999). *An Introduction to ESEM, Environmental Scanning Electron Microscopy*.
- Eslinger E., Peaver D. (1988). « Clay minerals for petroleum geologists and engineers ». *SEPM Short course 22. Soc. Economic paleontologists and mineralogists, Tulsa, USA*.
- Ferber V. (2005). Sensibilité des sols fins compactés à l'humidification – Apport d'un modèle de microstructure. Thèse, Ecole Centrale de Nantes, Nantes.
- Fleureau J.M., Soemitro R., Taibi S. (1992). Behavior of an expansive clay related to suction. *Proc 7th International Conference on Expansive Soils, Dallas, Août, 1, 173-178*.
- Fleureau J.M., Kheirbek-Saoud S., Soemitro R., Taibi S. (1993). Behavior of clayey soils on drying-wetting paths. *Canadian Geotechnical Journal* 30, p. 287-296.
- Foth H.D. (1990). *Fundamentals of soil science*. Wiley, 382 p.
- Foucault A., Raoult J.F. (2001). *Dictionnaire de géologie, 5e édition*. Paris : Dunod.
- Fredlund D.G., Rahardjo H. (1993). *Soil mechanics for unsaturated soils*. John Wiley and Sons, New York, 517 p.
- Fredlund D.G., Xing A. (1994). Equations for the soil-water characteristic curve. *Canadian Geotechnical Journal* 31, No. 4, 521 - 532.
- Gardner W. (1920). The Capillary Potential and Its Relation To Soil moisture Constants. *Soil Science: November 1920 - Volume 10 - Issue 5 - ppg 357-360*.
- Gens A., Alonso E.E. (1992). A framework for the behaviour of unsaturated expansive clays. *Revue canadienne de géotechnique* 29: 1013-1032.
- Geremew Z., Audiguier M., Cojean R. (2008). Comportement de sols argileux soumis à des sollicitations hydriques cycliques. *SEC2008, Paris, France, 1-3 septembre : 245-256*. Editions du LCPC.
- Geremew Z., Audiguier M., Cojean R. (2009). Analyse du comportement d'un sol argileux sous sollicitations hydriques cycliques. *Bull Eng Geol Environ* 68:421-436 DOI 10.1007/s10064-009-0203-4.
- Geremew Z. (2009). Analyse des processus de retrait-gonflement des sols argileux en réponse à des sollicitations hydriques cycliques – Rôle de la microstructure. Thèse, Ecole Nationale

Supérieure des Mines de Paris, Paris.

- Gouy M. (1910). Sur la constitution de la charge électrique à la surface d'un électrolyte. *Journ. de Phys.* 9:457–468.
- Gregg S.G., Sing K.S.W. (1982). *Adsorption, Surface area and porosity*, 2nd edition. Londres: Academic Press. 303 p.
- Hachichi A., Fleureau J.M. (1999). Caractérisation et stabilisation de quelques sols gonflants d'Algérie. *Revue Française de Géotechnique*, n° 86, pp. 37-51.
- Hillel D. (1980). *Fundamentals of soil physics*. Academic press, 413 p.
- Hillel D. (1998). *Environmental soil physics*. Academic Press, 801 p.
- Homand F., Duffaut P. (2000). *Manuel de mécanique des roches. Tome 1 : Fondements*. Editions CFMR, Presses ENSMP. Paris.
- Hueckel T. (2002). Reactive Plasticity for Clays during Dehydration and Rehydration. Part I: Concepts and Options. *International Journal of Plasticity*, 18, 3, 281–312.
- Janert H. (1934). The application of heat of wetting measurements to soil research problems. *J. Agric. Sci.* 24:136–150.
- Katti D.R., Katti K.S., Amarasinghe P.M., Pradhan S.M. (2010). An insight into role of clay-fluid molecular interactions on the microstructure and macroscale properties of swelling clays. *Proc 5th International Conference on Unsaturated Soils, Barcelona, September, 1*, 157-160.
- Kaviany M. (1995). *Principles of Heat Transfer in Porous Media*. The Mechanical Engineering Series. Springer-Verlag, 726 p.
- Komine H., Ogata N. (1994). Experimental study on swelling characteristics of compacted bentonite. *Can. Geotech. J.*, 31, pp. 478-490.
- Komine H., Ogata N. (2003). New equations for swelling characteristics of bentonite-based buffer materials. *Can. Geotech. J.* 40, pp. 460-475.
- Laloui L. (2001). Thermo-mechanical behaviour of soils. *Environmental Geomechanics, issues*. RFGC, Vol. 5, pp. 809-843.
- Lambe T.W., Whitman R.V (1969). *Soil Mechanics*, series in Soil Engineering. John Wiley & Sons, Inc., New York.
- Laouafa F., Kazmierczak J.B. (2010). Incidence du changement climatique sur le comportement du sol sous l'effet de la sécheresse : Analyse et modélisation de l'humectation-dessiccation des sols argileux. *Rapport INERIS DRS-10-72623-02970A*, 176 p.
- Laribi S. (2003). *Etude des propriétés physico-chimiques, rhéologiques et de filtration de deux argiles bentonitiques*. Thèse de Doctorat, Ecole Centrale Paris, France, 156 p.

- Laribi S., Fleureau J.M., Grossiord J.L., Ariguid N. (2006). Effect of pH on the rheological behavior of pure and interstratified smectite clays. *Clays and clays minerals*, 54-1, pp. 30-38.
- Laribi S., Cojean R., Audiguier M., Grambin-Lapeyre C., Geremew Z. (2007). Essai d'adsorption de bleu de méthylène: influence de paramètres du protocole expérimental sur la valeur au bleu en fonction de la minéralogie des argiles. *Revue Française de Géotechnique*, 120-121 : 83-90.
- Leroueil S., Magnan J. P., Tavenas F. (1985). *Remblais sur argiles molles*. Lavoisier, 342 p.
- Le Roux A. (1975). Les différentes textures et leur influence sur le comportement des sols argileux et marneux. *Géologia Applicata Indrogéologia Vol. X part II*, pp. 67-85.
- Leroy S., Plat E., Vincent M. (2009). Projet ARGIC (Module B - Tâches 11 à 14) – Suivi expérimental in situ de l'évolution dans le temps des teneurs en eau et des déplacements verticaux dans les sols argileux sur deux sites. *Rapport BRGM/RP-56990-FR*, 72 p., 67 ill.
- Lloret A., Romero E., Villar M.V. (2004). FEBEX II Project. Final report on thermo-hydro-mechanical laboratory tests. Ref. PT-10/04. ENRESA, Direccion de Ciencia y Tecnologia, Madrid. Available on-line at: <http://www.enresa.es/>.
- Loret B., Hueckel T., Gajo A. (2002). Chemo-mechanical coupling in saturated porous media: elasto-plastic behaviour of homoionic expansive clays. *International Journal of Solids and Structures*, 39, 2773-2806.
- Low P.F. (1961). Physical Chemistry of Clay-Water Interaction. *Advances in Agronomy* 13, 269-327.
- Lu N., Likos W. J. (2004). *Unsaturated Soil Mechanics*. Wiley, 569 p.
- Magnan J-P., Mestat P. (1997). *Lois de comportement et modélisation des sols*. Techniques de l'Ingénieur. C218.
- Maison T., Laouafa F., Fleureau J.M., Delalain P. (2009). Analyse aux échelles micro et macroscopique des mécanismes de dessiccation et de gonflement des sols argileux. In *Proceedings of 19e Congrès Français de Mécanique (CFM'09)*, Marseille.
- Maison T., Laouafa F., Fleureau J.M., Delalain P. (2009). Analyse à l'échelle microscopique des mécanismes de dessiccation et de gonflement des sols argileux. HAMZA M., SHAHIEN M., EL-MOSSALLAMY Y. (Eds). *Comptes Rendus du 17e Congrès International de mécanique des sols et d'ingénierie géotechnique ICSMGE 2009*, 5-9 octobre 2009, Alexandrie, Egypte. Amsterdam : IOS Press BV, 2009, pp. 660-663.
- Maison T., Laouafa F., Fleureau J.M. (2008). Analyse à l'échelle micro et macroscopique des mécanismes de retrait et de gonflement des sols argileux. *LABORATOIRE CENTRAL DES PONTS ET CHAUSSEES. SEC 2008 : Symposium international Sécheresse et Constructions*, 1-3 septembre 2008, Marne-la-vallée. Paris : LCPC, 2008, pp. 155-161.

- Makki L., Duc M., Droniuc N., Reiffsteck P., Maloula A., Magnan J.P. (2008). Essai de retrait pour une meilleure classification de la sensibilité des sols à la sécheresse. SEC2008, Paris, France, 1-3 septembre : 257-264. Editions du LCPC.
- Mantho A.T. (2005). Echanges sol-atmosphère, application à la sécheresse. Thèse, Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, Champs-sur-Marne.
- Meunier A. (2005). Clays. Springer, 476 p.
- Millot G. (1964). Géologie des argiles : Altérations, sédimentologie, géochimie. Masson, 499 p.
- Mitchell J. K. (1976). Fundamentals of Soil Behavior. Wiley, 436 p.
- Mitchell J.K. (1993). Fundamentals of soil behaviour. 2ème ed., John Wiley and Sons, New York, 437p.
- Montes-H. G. (2002). Etude expérimentale de la sorption d'eau et du gonflement des argiles par microscopie à balayage environnementale (ESEM) et l'analyse digitale d'images. Strasbourg, Ecole et observatoire des sciences de la terre.
- Moore D.M., Reynolds R.C. (1989). X-Ray diffraction and the identification and analysis of clay minerals. Oxford University Press.
- Mouroux P., Margron P., Pinte J.C. (1988). La construction économique sur sols gonflants. BRGM, Orléans.
- Moyne C., Murad M.A. (2002). Electro-chemo-mechanical couplings in swelling clays derived by homogenization. Internat. J. Solids Structures, Vol. 39 pp. 6159-6190.
- Mualem Y. (1974). A conceptual model of hysteresis. Water Resources Research 10: 514-520.
- Nguyen H.D. (2009). Influence des interactions eau-roche sur le comportement à long terme de cavités souterraines dans la craie. Thèse, Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, Marne-la-Vallée.
- Nowamooz H. (2007). Retrait-gonflement des sols argileux compactés et naturels. Thèse, Institut National Polytechnique de Lorraine, Nancy.
- Nowamooz H., Masrouri F. (2007). Comportement hydromécanique des sols gonflants soumis aux cycles hydriques. Revue Française de Géotechnique 120-121 : 143-154.
- Nuth M., Laloui L. (2008). Effective stress concept in unsaturated soils : clarification and validation of a unified framework. International Journal for Numerical and Analytical Methods in Geomechanics 32: 771-801.
- Nuth M., Laloui L. (2008). Advances in modeling hysteretic water retention curve in deformable soils. Computers and Geotechnics 35: 835-844.
- Osipov V. I., Sokolov V.N. (1978). Relation between the microfabric of clay soils and their origin and degree of compaction. Bull. Inter. Assoc. Eng. Geology, n° 17, pp. 73-81.

- Péron H., Hueckel T., Laloui L. (2007). An Improved Volume Measurement for determining soil water retention Curves, *Geotechnical Testing Journal*. Vol. 30(1).
- Péron H., Hu L.B., Hueckel T., Laloui L. (2007). The influence of the pore fluid on desiccation of a deformable porous material. Second International Conference of Mechanics of Unsaturated Soils. Weimar, Germany, 8 p.
- Péron H., Delenne J.Y., Laloui L., El Youssoufi M.S. (2009). Discrete element modelling of drying shrinkage and cracking of soils. *Computers and Geotechnics*. pp 61–69.
- Philipponnat G. (1991). Retrait Gonflement des argiles – Proposition de méthodologie. *Revue Française de géotechnique n°76*, pp 5-22.
- Plat E., Le Roy S., Vincent M. (BRGM), Audiguier M., Cojean R., Geremew Z., Laribi S. (Armines), Tang A.-M., Cui Y.-J., Ta A.-N., Hemmati S. (Cermes), Fabre R., Chrétien M.-C. (GHYMAC), Jacquard C., Zerhouni M.I., Morlock C. (Fondasol), Pantet A., Proust D., Fontaine C. (Université de Poitiers), Masrouri F., Mrad M., Nowamooz H. (LAEGO), Magnan J.P., Duc M., Makki L. (LCPC), Fleureau J.-M., Guellati Z., Nguyen D., Souli H. (LMSSMat), avec la collaboration de Sulcas E., Logeais P. (2009). Recommandation d'essais de laboratoire adaptés à la caractérisation de l'aptitude d'un sol argileux au retrait-gonflement. Annexe B18 au rapport de synthèse du projet ARGIC. Rapport BRGM/RP-57018-FR, 121 p., 40 ill., 4 ann.
- Prost R. (1990). Relations eau-argile : structure et gonflement des matériaux argileux. Dans A. Decarreau (dir.), *Matériaux argileux: Structure, propriétés et applications*, Soc. Fr. Min. Cristall., Paris, p. 343-386.
- Richards L.A. (1931). Capillary conduction of liquids through porous materials. *Physics* 1:318–333.
- Rinnert E., Carteret C., Humbert B., Fragneto-Cusani G., Ramsay J.D.F., Delville A., Robert J.L., Bihannic I., Pelletier M., Michot L.J. (2005). Hydration of synthetic clay with tetrahedral charges: a multidisciplinary experimental and numerical study. *J. Phys. Chem.*, 109, p. 23745-23759.
- Robinet J.C., Pasquiou A., Jullien A., Belanteur N., Plas F. (1997). Expériences de laboratoire sur le comportement thermo-hydro-mécanique de matériaux argileux remaniés gonflants et non gonflants. *Revue Française de Géotechnique n°81*, pp. 53-80.
- Romero E., Simms P.H. (2008). Microstructure Investigation in Unsaturated Soils: A Review with Special Attention to Contribution of Mercury Intrusion Porosimetry and Environmental Scanning Electron Microscopy. *Geotechnical Geology Engineering* 26: 705-727.
- Roscoe K.H., Schofield A.N., Thurairajah A. (1963). Yielding of clays in states wetter than critical. *Geotechnique* 13 (1963), pp. 211-240.

- Roscoe K.H., Burland J.B. (1968). On the Generalized Stress-Strain Behavior of Wet Clay. *Engineering Plasticity*, p 535-609.
- Saiyouri N. (1996). Approche microstructurale et modélisation des transferts d'eau et du gonflement dans les argiles non saturées. Thèse de Doctorat, Ecole Centrale de Paris, 228 p.
- Saiyouri N., Hicher P.Y., Tessier D. (1998). Microstructural analysis of highly compacted clay swelling. 2nd Int. Conf. Unsaturated Soils, Beijing , vol. I, pp.119-124.
- Salles F. (2006). « Hydratation des argiles gonflantes : Séquence d'hydratation multi-échelle Détermination des énergies macroscopiques à partir des propriétés microscopiques ». Paris, Université Paris VI Pierre et Marie Curie.
- Schroeder C. (2002). Du coccolithe au réservoir pétrolier - Approche phénoménologique du comportement mécanique de la craie en vue de sa modélisation à différentes échelles. Université de Liège, 173 p.
- Sergeyev Y.M., Osipov V.I., Sokolov V.N., Grabowska-Olszewska (1978). Types of microstructure of clayey soils. Proc. 3rd Inter. Cong. Inter. Assoc. of Engineer. Geology, 1, section II, pp. 319-327, Madrid.
- Serratrice J. F., Soyey B. (1996). Les essais de gonflement. Bull. Labo. P. et C. n°204. pp. 65-85.
- Souli H., Fleureau J.M., Trabelsi-Ayadi M., Kbir-Arigoib N. (2004). Etude hydromécanique et physico-chimique d'une montmorillonite pour barrière anti-pollution. JNGGI Lille 2004, 175-182.
- Souli H., Fleureau J.M., Trabelsi Ayadi M., Besnard M. (2008). Physicochemical analysis of permeability changes in the presence of zinc. *Geoderma* 145: 1-7.
- Sparks D. L. (2003). *Environmental Soil Chemistry*. Second Edition, Elsevier Science, 367 p.
- Sridharan A., Venkatappa Rao G.(1973). Mechanisms controlling volume change of saturated clays and the role of effective stress concept. *Géotechnique*, 23, pp 359-382.
- Stern O. (1924). Zur theorie der electrolytischen doppelshicht. *Z. Elektrochem.* 30, 508–516.
- Ta A.N., Tang A.M., Cui Y.J., Mantho A.T., Cui K. (2008). Propriétés de rétention et de compressibilité d'une argile naturelle gonflante. JNGG'08, Nantes, France, 18-20 juin : 619-626. Editions du LCPC.
- Tang C.S., Shi B., Cui Y.J., Tang A.M. (2008). Effect of temperature on desiccation cracking behaviour of clayey soil. SEC2008, Paris, France, 1-3 septembre : 115-121. Editions du LCPC.
- Tessier D. (1984). Etude expérimentale de l'organisation des matériaux argileux : Hydratations, gonflement et structuration au cours de la dessiccation et de la réhumectation. Thèse de l'université Paris VII, 362 p.

- Tessier D., Blaise F., Coquet Y., Courbet C., Priem J., Lemaire Y., Trillaud S. (2006). Analyse comparative de politiques de prévention du risque de "sécheresse géotechnique" - Modélisation et visualisation du phénomène. Rapport INRA réalisé pour le compte du MEDD. 287 p.
- Tetens V.O. (1930). Über einige meteorologische Begriffe, *Zeitschrift für Geophysik*. 6:297-309.
- Touret O. (1988). Structures des Argiles Hydratées, Thermodynamique de la Déshydratation et de la Compaction des Smectites. Strasbourg, Université Louis Pasteur.
- Tovey N.K. (1971). Soil structure analysis using optical techniques on scanning electron micrographs. Proc. 4th International Symposium on Scanning Electron Microscopy, IIT Research Institute, Chicago, pp 49-56.
- Tovey N.K. (1973). Some dynamic examinations of the microstructure of soils. Proc. Plasticity Symposium (Cambridge), pp. 231-7.
- Tran Ngoc-Lan (1987). Gonflement et retrait des argiles. L'eau dans les matériaux. Journées de Physique LCPC, Les Arcs, vol. 1, pp. 23-28.
- Van Damme H. (2002). L'eau et sa représentation, dans O.Coussy et J.M. Fleureau (dir.), Mécanique des sols non saturés, Lavoisier, Paris, p. 23-68.
- van Genuchten M.T. (1980). A closed-form equation for predicting the hydraulic conductivity of unsaturated soils, *Soil Sci. Soc Am. J.* 44 :892–898.
- Van Olphen H. (1963). Internal mutual flocculation in clay suspensions. *J. Colloid Sci.*, 19, pp. 313-322.
- Velde B. (1995). Origin and mineralogy of clays. *Clays and the environment*. Springer.
- Velde B., Meunier A. (2008). The Origin of Clay Minerals in Soils and Weathered Rocks. Springer-Verlag, 403 p.
- Vincent M., Cojean R., Fleureau J.-M., Cui Y. J., Jacquard C., Kazmierczak J.-B., Masrouri F., Tessier D., Alimi-Ichola I., Magnan J.-P., Blanchard M., Fabre D., Pantet A., Audiguier M., Plat E., Souli H., Taibi S., Tang A.-M., Morlock C., Maison T., Mrad M., Bréda N., Djeran-Maigre I., Duc M., Soubeyroux J.-M., Denis A., Proust D., Geremew Z., Le Roy S., Dumont M., Hemmati S., Nowamooz H., Coquet Y., Pothier C., Makki L., Chrétien M., Fontaine C. (2009). Rapport de synthèse final du projet ARGIC (Analyse du retrait/gonflement et de ses Incidences sur les Constructions) – Projet ANR-05-PRGCU-005. Rapport BRGM/RP- 57011-FR en partenariat entre le Centre de Géosciences, le BRGM, le LMSSMat, le CERMES, Fondasol, l'INERIS, le LAEGO, l'INRA, le LGCIE, le LCPC, Météo-France, le GHYMAC et l'Université de Poitiers, 92 p., 29 ill., 6 tabl., 39 ann. (sur CD Rom).
- Wilding L. P., Tessier D. (1988). Genesis of Vertisols: Shrink – Swell Phenomena. In L.P. Wilding & R. Puentes (ed.) *Vertisols: their distribution, properties, classification and management*. Tech. Monogr. no.18. Soil Manage. Support. Serv. Texas A&M Univ.

Printing Center, College station, TX.

Yahia-Aissa M. (1999). Comportement hydromécanique d'une argile gonflante fortement compactée. Thèse, Ecole Nationale des Ponts et Chaussées.

Yong R. N., Warkentin B. P. (1975). Soil properties and behaviour. Elsevier.

Yong R. N. (1999). Soil suction and soil-water potentials in swelling clays in engineered clay barriers. *Engineering Geology*, 54, pp 3-13.

ANNEXE

Compléments des connaissances sur l'argile verte de Romainville

Essais par spectroscopie infrarouge (IR)

Une caractérisation par spectroscopie infrarouge a été réalisée sur l'argile verte de Romainville (Figure 173).

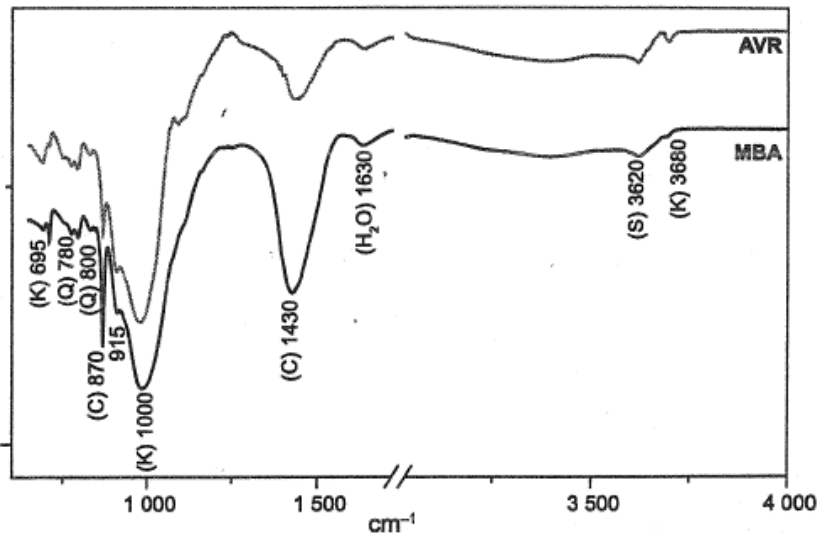


Figure 173: Spectre infra-rouge (IR) de l'argile verte de Romainville (Laribi et al., 2007)

Les bandes de vibration observables sur le spectre correspondent aux interprétations suivantes (Laribi et al., 2007) :

- Bande au voisinage de 3620 cm^{-1} : bande de vibration de valence des OH liés à l'aluminium qui suggère la présence d'une argile 2/1. Il s'agit de la smectite et de l'illite ;
- Bandes au voisinage de 1000 cm^{-1} et 3680 cm^{-1} : bandes de vibration de valence de Si-O et OH. Elles montrent la présence de kaolinite.
- Bande au voisinage de 1630 cm^{-1} : attribuable à la bande de vibration de déformation du groupement OH de l'eau d'hydratation de l'argile.
- Bande à 915 cm^{-1} : bande de vibration de déformation de Al-OH. Elle confirme le caractère dioctaédrique de l'argile.
- Bandes à 800 cm^{-1} et à 780 cm^{-1} : elles montrent la présence de quartz.
- Bandes au voisinage de 1430 cm^{-1} et 870 cm^{-1} : elles montrent la présence des carbonates.

Analyses thermo-gravimétrique (ATG) et thermique différentielle (ATD)

L'argile verte de Romainville a été soumise à une analyse ATD-ATG dont les principaux résultats sont représentés sur la Figure 174.

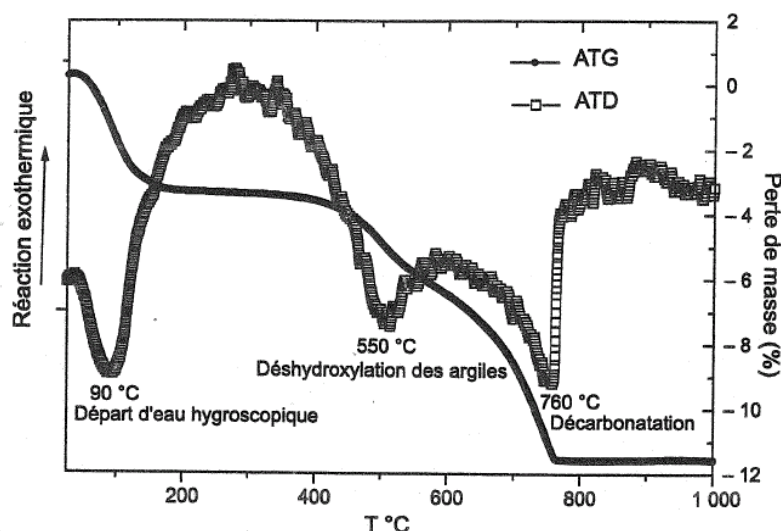


Figure 174: Thermogramme de l'argile verte de Romainville (Laribi et al., 2007)

Le thermogramme présente les caractéristiques suivantes (Laribi et al., 2007) :

- Un pic endothermique à 90°C, accompagné d'une perte de masse correspondant au départ d'eau hygroscopique²⁵ ;
- Un pic endothermique à 550°C, accompagné d'une perte massique typique de la déshydroxylation des feuillets de kaolinite et/ou d'une smectite de type beidellite ;
- Un pic endothermique à 760°C correspondant à une décarbonatation ;
- Un pic exothermique aux alentours de 900°C, typique d'une destruction et d'une recristallisation du réseau silicaté et relatif à une smectite de type beidellite.

Essais de porosimétrie au mercure

Ces essais permettent une caractérisation structurale quantitative de l'état naturel de l'argile par la mesure de la distribution des diamètres d'accès de pores (Figure 175).

Les essais de porosimétrie ont été menés sur différents types d'échantillons : échantillons intacts, remaniés et colluvions.

Des essais de porosimétrie au mercure ont été menés sur des échantillons intacts d'argile verte de Romainville. Les échantillons sont étudiés sous leur forme intacte, prélevés directement dans le bloc de sol naturel. Dans le cadre des études menées par Audiguier (Audiguier et al., 2007), l'argile verte de Romainville est présentée avec la marne bleue d'Argenteuil à titre de comparaison.

²⁵ Eau hygroscopique : eau qui est piégée à la surface des pores.

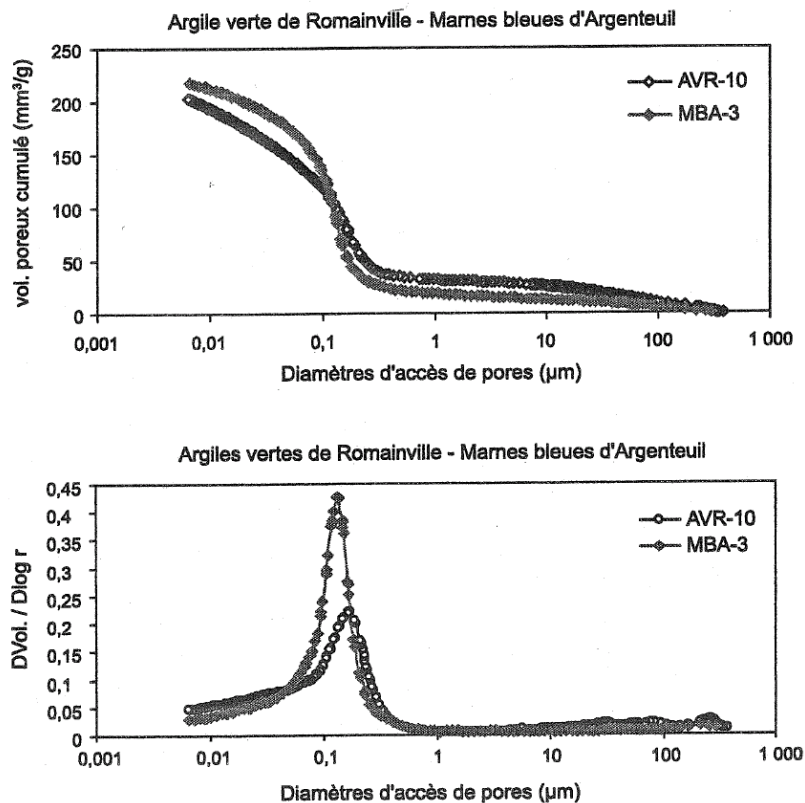


Figure 175: Courbes cumulées et dérivées de distribution des diamètres de pores de l'argile verte de Romainville (AVR) (Audiguier et al., 2007)

Les résultats montrent une distribution unimodale, centrées entre 100 et 200 nm. La forme de la distribution au voisinage des petits diamètres montre l'existence d'une « petite » porosité inter et intraparticulaire qui n'est pas accessible par la porosimétrie au mercure.

Des essais ont été menés sur des échantillons naturels et sur des échantillons sous forme de colluvions argileuses afin de comparer la microstructure via la distribution des diamètres d'accès de pores (Figure 176). Rappelons que les colluvions sont des dépôts de bas de pente, relativement fins et dont les éléments ont subi un faible transport à la différence des alluvions (Foucault et Raoult, 2001). Les distributions mettent en évidence l'existence d'une porosité inter et intraparticulaire dans les colluvions argileuses. Cela montre qu'avec la déstructuration du matériau, les particules se sont dispersées et/ou des amas de particules sont apparus (Audiguier et al., 2007).

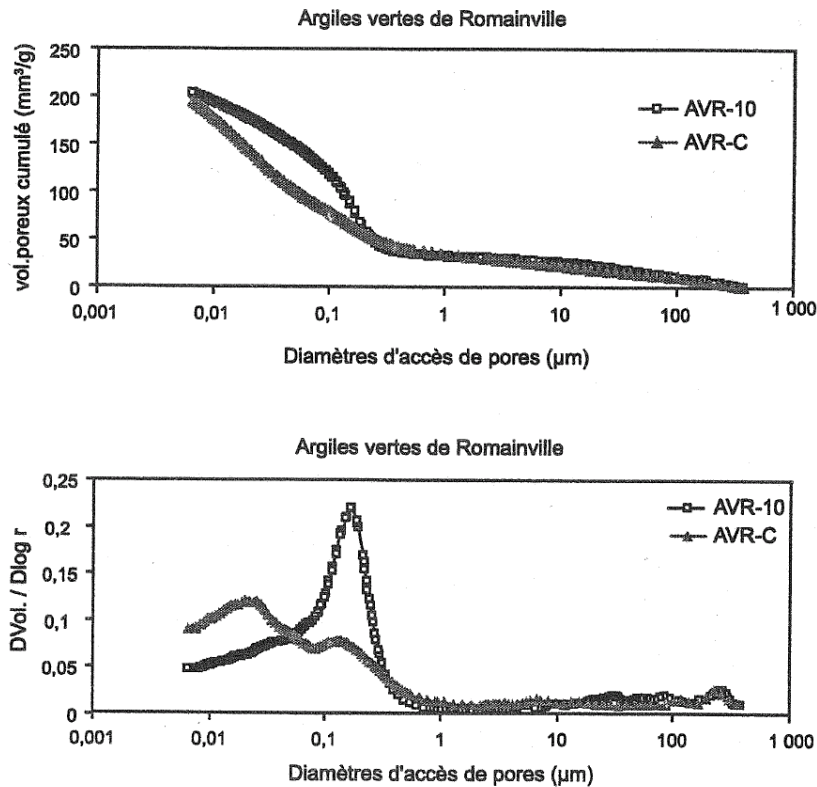


Figure 176: Courbes cumulées et dérivées de distribution des diamètres de pores de l'argile verte de Romainville à l'état naturel (AVR-10) et à l'état de colluvion (AVR-C) (Audiguier et al., 2007)

Des essais ont été menés (Audiguier et al., 2007) afin de mettre en évidence les changements de microstructure lors de l'humidification et du séchage. Pour cela, des essais de porosimétrie au mercure ont été effectués sur des échantillons sous trois états :

- Etat sec, séché à l'étuve ;
- Etat naturel, lyophilisé, avec une teneur en eau de 25 % ;
- Etat après gonflement libre, lyophilisé, avec une teneur en eau de 39 %.

Les résultats de ces essais sont présentés Figure 177.

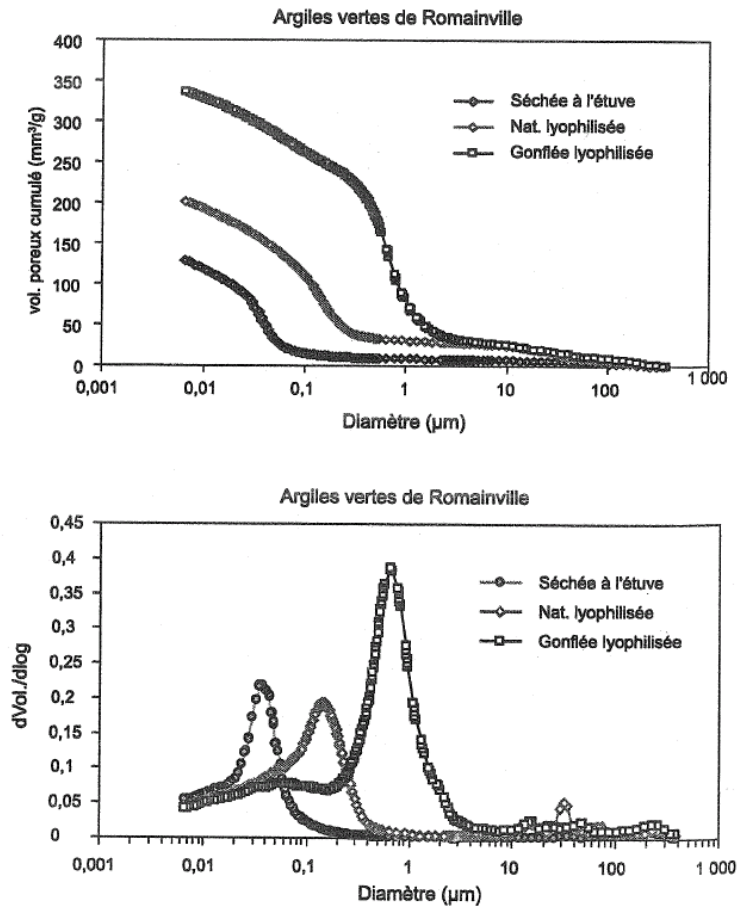
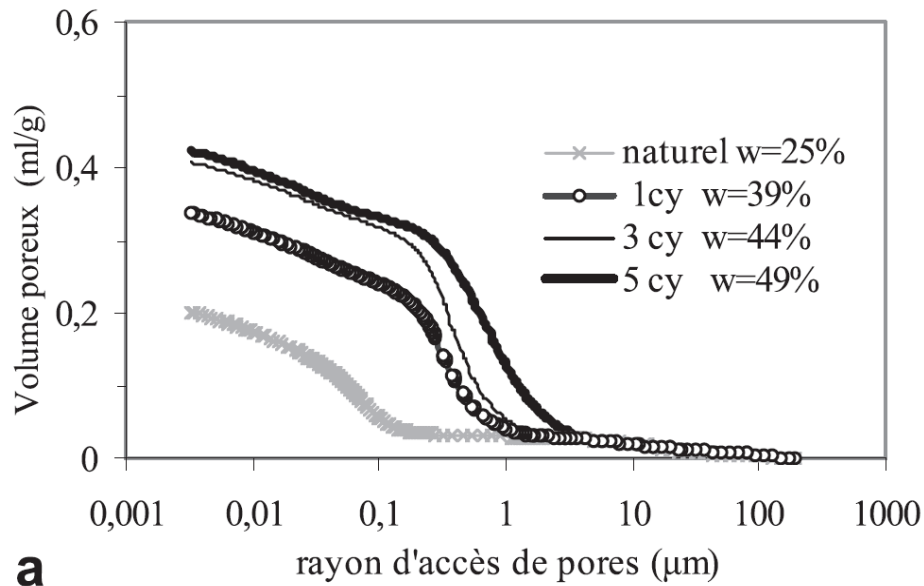


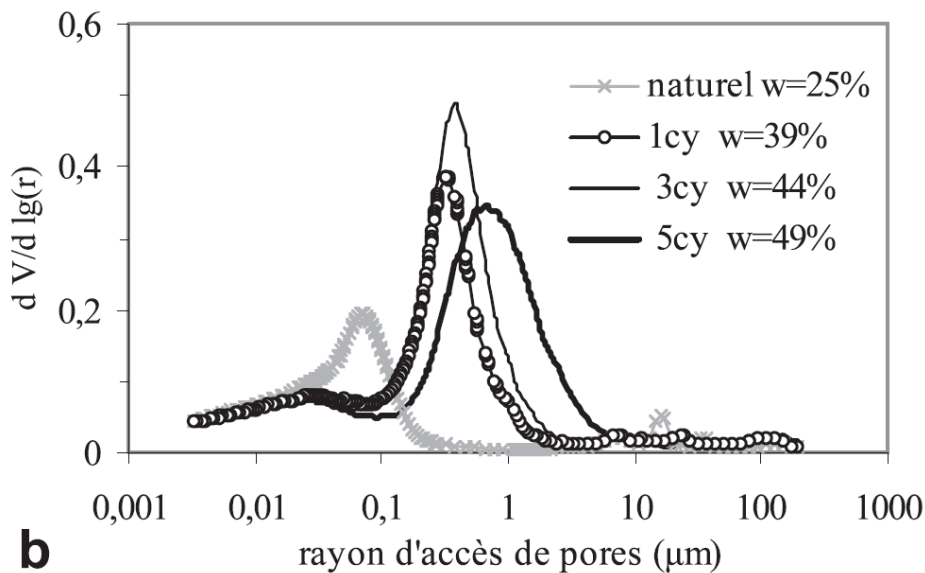
Figure 177: Courbes cumulée et dérivée de distribution des pores de l'argile verte de Romainville pour trois états d'hydratation (Audiguier et al., 2007)

Au cours de l'humidification, le volume poreux et le diamètre moyen d'accès de pores augmentent. L'échantillon (sous forme de petit bloc) se déformant librement présente deux diamètres moyens d'accès de pores (650 nm et 55 nm). Cela dénote d'une augmentation du volume et de la taille de la porosité avec certainement une ouverture progressive et simultanée de la porosité inter et intra-agrégats, générant des agrégats secondaires. Ceux-ci engendrent des amas de quelques particules, avec l'apparition d'une porosité intra-agrégats et interparticulaire distincte. La queue de distribution vers les petits diamètres montre l'existence d'une porosité intraparticulaire qui n'est pas accessible par la porosimétrie au mercure quel que soit le niveau hydrique de l'échantillon.

Une étude structurale par porosimétrie au mercure a été également réalisée sur des échantillons (sous forme de petits blocs) intacts soumis à plusieurs cycles d'humidification-séchage. Chaque échantillon est soumis à : un, trois ou cinq cycles. Les courbes montrant la distribution des pores à la fin des cycles sont présentées Figure 178.



a



b

Figure 178: Courbes cumulées (a) et dérivées (b) de distribution des pores de l'argile verte de Romainville, à l'état initial et pour les cycles 1, 3 et 5 (Geremew et al., 2008)

Le volume poreux cumulé présente une augmentation entre le premier et le troisième cycle et une stabilisation entre le troisième et le cinquième cycle. Cela confirme des observations effectuées lors d'essais à l'oedomètre d'une réversibilité des déformations à partir du troisième cycle.

La courbe des dérivées montre cependant des changements microstructuraux avec les cycles (Geremew et al., 2008) :

- A l'état naturel, présence d'une seule famille de pores vers les très faibles rayons (0,06-0,07 μm), les porosités inter et intra-agrégats sont confondues ;
- Augmentation progressive du diamètre moyen de la famille de pores interagrégat ;
- Distribution de plus en plus étalée du premier au cinquième cycle ;
- Augmentation de la porosité intraparticulaire entre le troisième et le cinquième cycle. En effet, lorsque l'on compare les volumes poreux cumulés et la teneur en eau, le cinquième

cycle présente la contribution d'une porosité non détectable par la porosimétrie au mercure (Audiguier et al., 2007).

Geremew (Geremew et al., 2008) a soumis des échantillons libres d'argile verte de Romainville à des succions croissantes. Ces succions sont imposées par la méthode des solutions salines. Des essais de porosimétrie au mercure ont été également menés afin de pouvoir apprécier l'influence de la succion sur l'organisation porale (Figure 179).

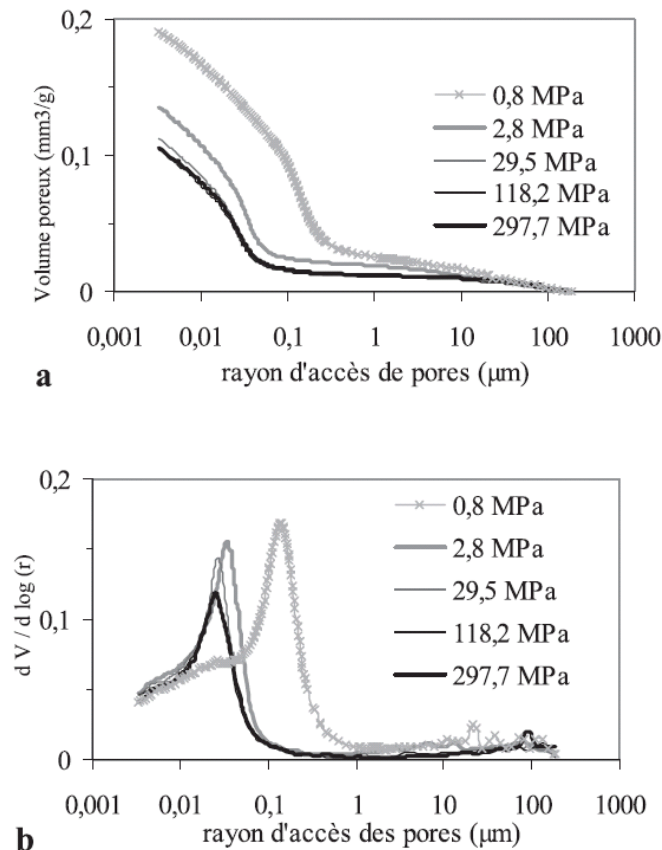


Figure 179: Courbes cumulées (a) et dérivées (b) de distribution des accès de pores de AVR au cours du drainage à différentes succions (Geremew et al., 2008)

Les courbes de distribution porale montrent une diminution du volume poreux (30 à 45 %) et du rayon d'accès de pores (divisé par 4 à 5) avec l'augmentation de la succion. La distribution bimodale à l'état initial passe à une distribution unimodale au-delà de 2,8 MPa. Les modifications les plus importantes se produisent pour des succions inférieures à 30 MPa. L'argile verte de Romainville présentant une limite de retrait effective de 14,5 % correspondant à une succion de 15 MPa, les modifications significatives se produisent à l'état saturé ou quasi-saturé avec des déformations volumiques à l'échelle macroscopique. Au-delà de 30 MPa, il n'y a plus de modifications significatives, les courbes étant quasiment confondues.

Après un séchage, une réhumidification des échantillons a été effectuée avec les solutions salines, complétée par une analyse à la porosimétrie au mercure (Figure 180).

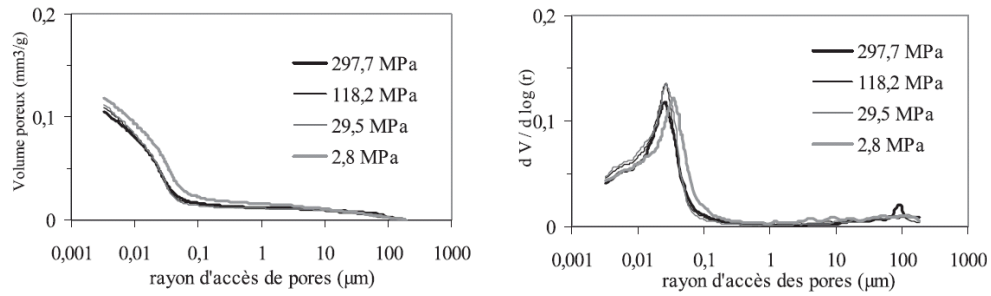


Figure 180: Courbes cumulées (c) et dérivées (d) de distribution des pores de AVR au cours de la réhumidification (Geremew et al., 2008)

Les courbes relatives à la distribution porale montrent que les déformations sont quasi-réversibles entre 30 et 300 MPa de succion après un cycle de drainage-humidification. Cependant, pour de plus faibles succions, entre 3 et 30 MPa, on observe un gonflement mais les déformations de la microstructure montrent une certaine irréversibilité (Geremew et al., 2008).

La microstructure de l'argile verte de Romainville dans l'état intact ou remanié, à teneur en eau naturelle ou après gonflement, a été également analysée par porosimétrie au mercure sur des échantillons lyophilisés (Figure 181). L'aptitude au gonflement a été étudié par des essais de gonflement à l'oedomètre (Audiguier et al., 2008).

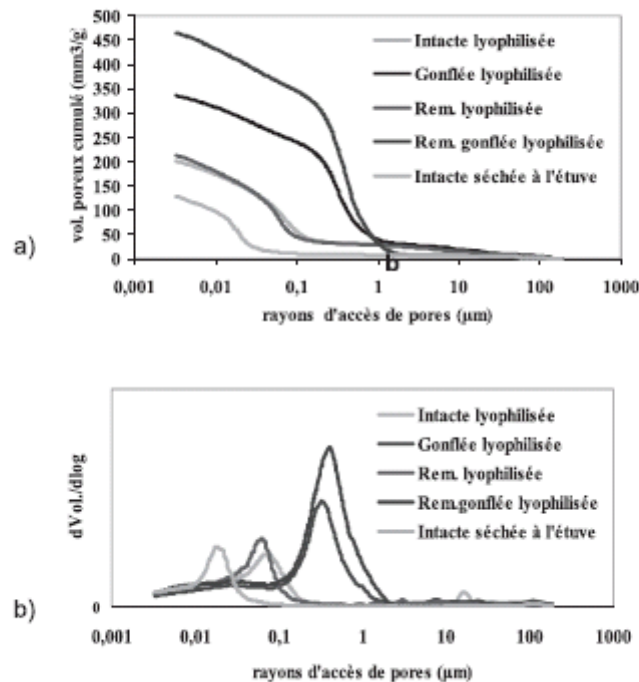


Figure 181: Courbes porosimétriques cumulées (a) et dérivées (b) de l'argile verte de Romainville (Audiguier et al., 2008)

L'argile verte de Romainville séchée à l'étuve présente une distribution unimodale des rayons d'accès de pores centrée sur 20 nm. On retrouve une queue de distribution traduisant l'existence

d'une porosité intra-particulaire non accessible par porosimétrie au mercure. Cette courbe est caractéristique d'une structure matricielle argileuse compacte.

Les échantillons intacts et remaniés avant gonflement, présentent également une distribution unimodale, mais plus centrée sur 60-70 nm.

Les argiles intacts et remaniées après gonflement présentent une augmentation du volume poreux respectivement de 40 % et de 54 %. La distribution des rayons d'accès de pores est bimodale avec deux familles de pores : la première entre 300 et 400 nm, la seconde vers 100 nm. Cela représenterait une structure en agrégats, délimitant des familles de pores à taille variable. Comme cela a déjà été souligné précédemment, le gonflement augmente la taille et le volume de la porosité en ouvrant progressivement et simultanément des pores inter et intra-agrégats primaires (confondus à l'état naturel), générant alors des agrégats secondaires (Audiguier et al., 2008).

Essais géotechniques de laboratoire

Des essais de gonflement libre à l'oedomètre ont été effectués avec des cycles d'humidification-séchage. La variation de la taille de l'échantillon, à l'état naturel, a été mesurée au cours des cycles d'humidification-séchage. Une étude structurale par porosimétrie au mercure a été réalisée (cf. paragraphe précédent). Les courbes de gonflement obtenues au cours de cycles successifs sont présentées ci-dessous.

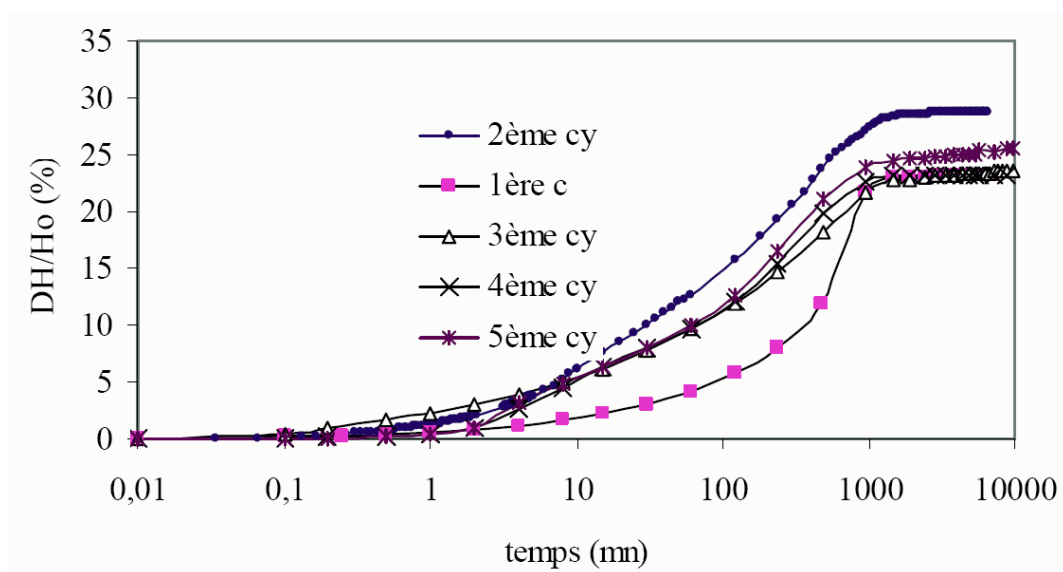


Figure 182: Courbes de 5 cycles de gonflement libre à l'oedomètre (argile verte de Romainville) (Audiguier et al., 2007)

La courbe relative au premier gonflement est quantitativement différente des suivantes car son allure et son amplitude sont influencées par l'état initial du matériau. La courbe du second gonflement présente une amplitude plus grande : de la fissuration a été observée lors du premier séchage qui a pu créer des chemins préférentiels pour l'eau lors de l'humidification suivante et augmente la surface adsorbante. Ensuite, ces phénomènes se stabilisent au vu des courbes de troisième, quatrième et cinquième gonflement.

La Figure 183 montre que la déformation se stabilise à partir du troisième cycle.

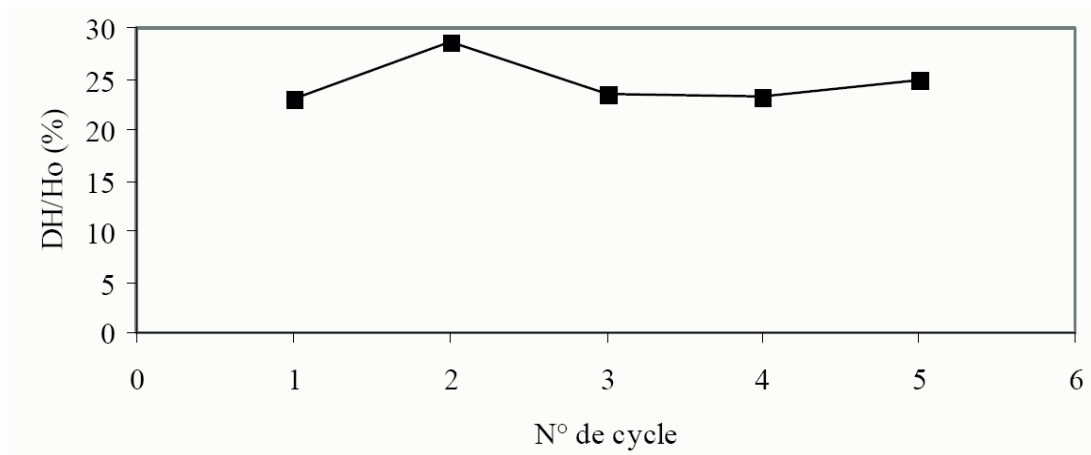


Figure 183: Taux de gonflement au cours des 5 cycles (argile verte de Romainville) (Audiguier et al., 2007)

La Figure 184 montre que l'échantillon ne retrouve pas son état initial après chaque séchage, ce qui montre un comportement pas totalement réversible.

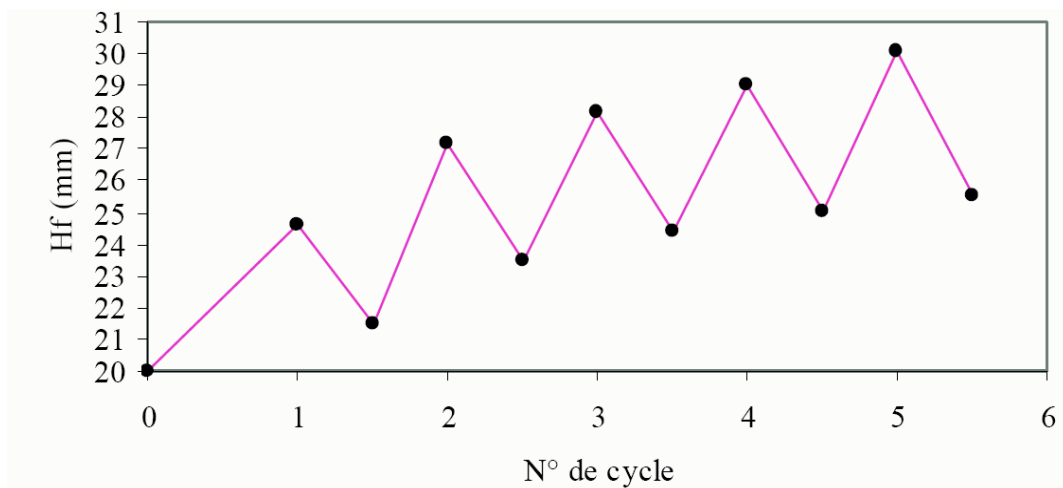


Figure 184: Evolution de l'épaisseur de l'échantillon au cours des 5 cycles (argile verte de Romainville) (Audiguier et al., 2007)

Le même type d'essai a été mené par (Geremew et al., 2008). Cinq cycles d'humidification-séchage ont été appliqués à un échantillon naturel mais aussi à un échantillon remanié au laboratoire (préparé à une teneur en eau supérieure à la limite de liquidité, puis séché à l'air libre jusqu'à une teneur en eau équivalente à la teneur en eau naturelle) (Geremew et al., 2008). Les résultats obtenus sont présentés Figure 185.

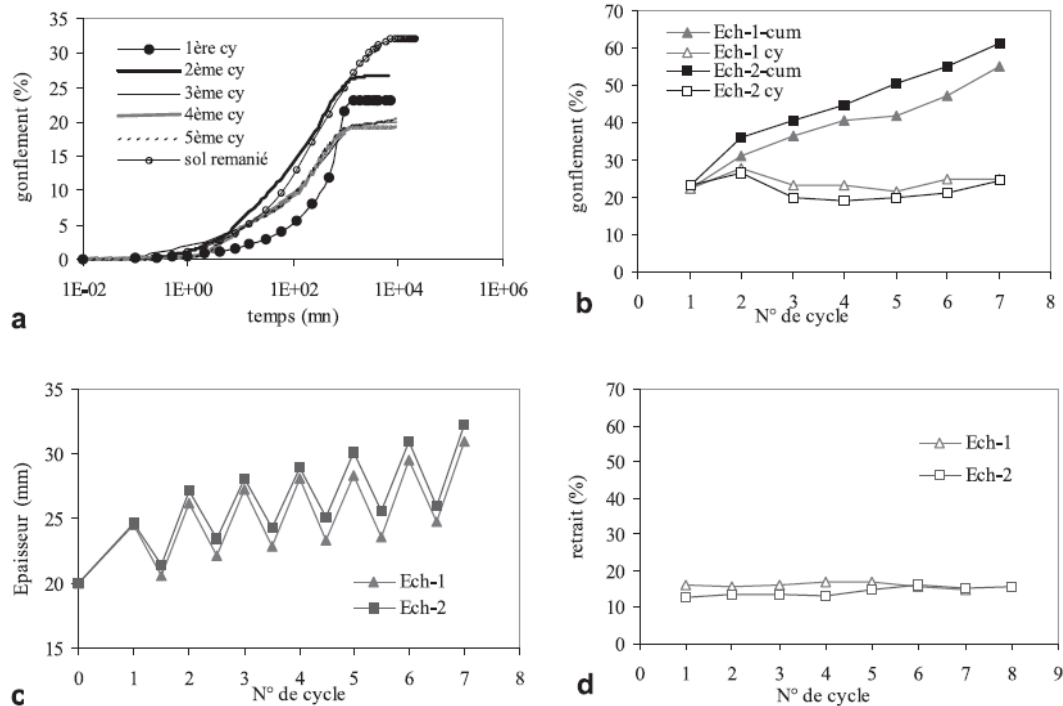
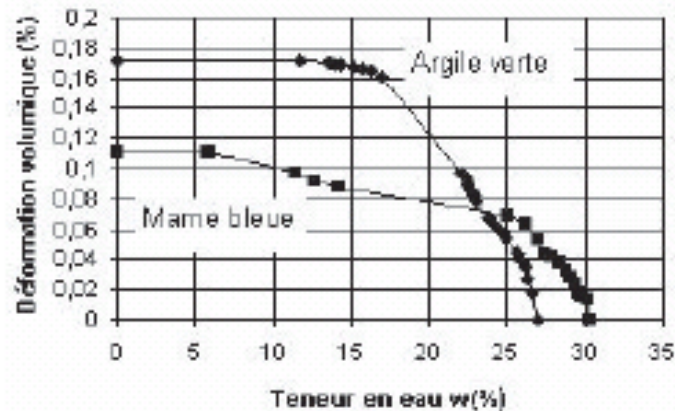


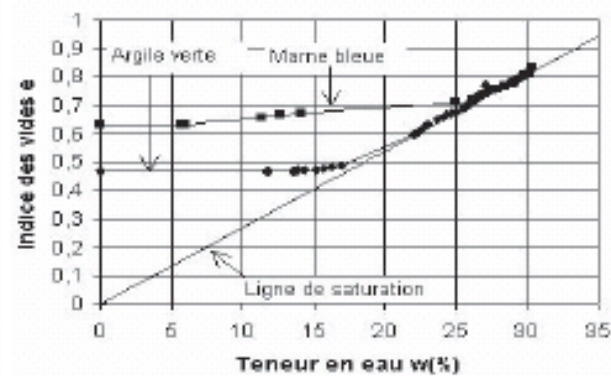
Figure 185: a) Courbes de gonflement libre de l'argile verte de Romainville au cours de 5 cycles successifs d'imbibition-séchage complet ; b) Taux de gonflement $\Delta h/h_0$ (■, ▲) et $\Delta h/h_i$ (□, Δ) pour les échantillons 1 et 2 ; c) Variations de l'épaisseur des échantillons au cours des cycles successifs ; d) Taux de retrait des échantillons pour chaque cycle (Geremew et al., 2008) (h_0 : hauteur initiale de l'échantillon ; h_i : hauteur de l'échantillon au cycle i)

Pour les échantillons naturels, les observations et comportements sont identiques à ceux obtenus par Audiguier (Audiguier et al., 2007). Cependant le taux de gonflement de chaque cycle n'atteint pas celui de l'échantillon remanié. Cette différence peut s'expliquer par la présence de liaison entre les grains. Le remaniement ayant détruit ces liaisons, le gonflement est plus important alors que pour les échantillons naturels, ces liaisons s'opposent au potentiel de gonflement de l'argile (Geremew et al., 2008). Ces liaisons sont certainement constituées par les carbonates.

Makki (Makki et al., 2008) a effectué des essais de retrait libre (sans charge et par séchage à l'air) sur des échantillons intacts d'argile verte de Romainville. La courbe de retrait est présentée Figure 186.



a. Déformation volumique en fonction de la teneur en eau



b. Indice des vides en fonction de la teneur en eau

Figure 186: Courbe de retrait de l'argile verte de Romainville (Makki et al., 2008)

La déformation potentielle de retrait est la déformation maximale pendant l'essai, qui est de 17,3 % pour l'argile verte de Romainville. Elle correspond à un indice des vides de 0,47 environ. Le rapport entre la déformation axiale et la déformation volumique est de 0,34, avec une déformation axisymétrique de l'éprouvette (Makki et al., 2008).

Laribi (Laribi et al., 2008) a étudié l'influence du mode de séchage sur la capacité d'échange cationique (CEC). Pour cela, cinq sols argileux ont été analysés dont l'argile verte de Romainville. En raison de la présence « d'impuretés » telles que le quartz et les carbonates qui rendent ce sol naturel difficile à étudier, l'argile verte de Romainville a été « purifiée » par la méthode d'échange de sodium (Laribi et al., 2008). Les argiles purifiées sont séchées par lyophilisation ou par séchage à l'étuve (Figure 187).

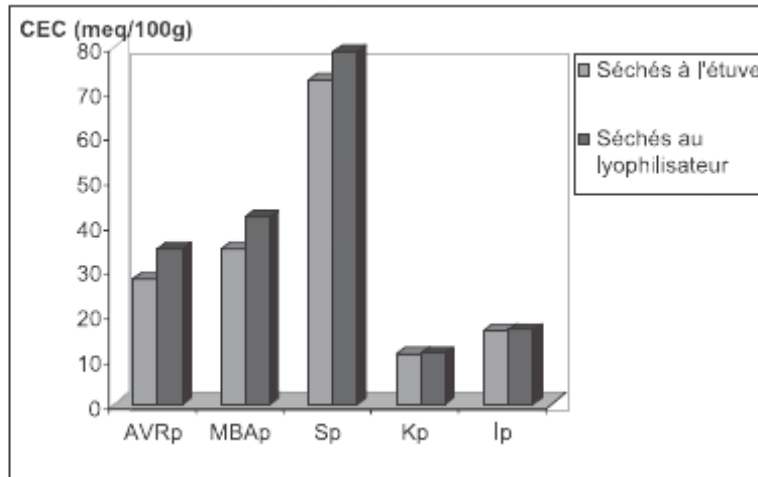


Figure 187: Influence du mode de séchage sur la valeur de la capacité d'échange cationique des argiles pures (AVRp : argile verte de Romainville purifiée ; MBAp : marne bleue d'Argenteuil purifiée ; Sp : smectite purifiée ; Kp : kaolinite purifiée ; Ip : illite purifiée) (Laribi et al., 2008)

Les résultats montrent que les valeurs de CEC sont plus élevées pour les argiles séchées au lyophilisateur que pour celles séchées à l'étuve. Cependant, cette observation n'affecte pas ces différents types d'argile de la même façon. En effet, la différence est très marquée pour l'argile verte de Romainville, la marne bleue d'Argenteuil et la smectite. Ces trois argiles contiennent de la smectite. Ce n'est pas le cas de la kaolinite et de l'illite où la différence des valeurs de CEC est faible (Laribi et al., 2008).

Pour les auteurs, ces résultats s'expliquent par le mode opératoire de la lyophilisation. Le refroidissement de l'eau interfoliaire par de l'azote liquide la fait se transformer en glace, qui prend plus de volume que l'eau. Les feuillets sont dès lors écartés les uns des autres, favorisant l'exfoliation. Cette dernière permet un plus grand accès aux surfaces des argiles et donc aux cations interfoliaires, entraînant une augmentation de la CEC. Cette explication ou mécanisme est surtout valable pour les argiles contenant de la smectite, étant donné les faibles forces de cohésion interfoliaire de cette espèce d'argile. La kaolinite et l'illite présentant des forces de cohésion plus importantes, l'exfoliation est très atténuée (Laribi et al., 2008).

Observations au MEB

L'observation de la microstructure de l'argile verte de Romainville à l'état initial montre que celle-ci est relativement compacte et orientée préférentiellement parallèlement à ce qui s'apparente à un litage (Figure 188).

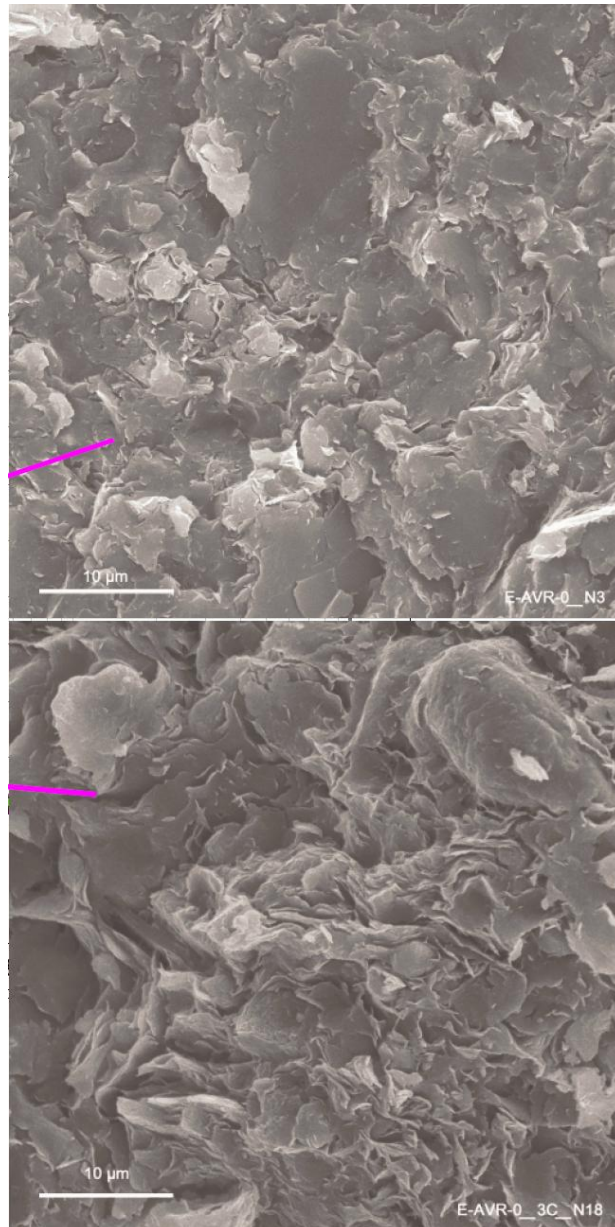


Figure 188: Images au MEB de l'argile verte de Romainville. a) Plan parallèle au litage, b) Plan perpendiculaire au litage (Audiguier et al., 2007)

L'influence de l'état d'humidification a été étudiée sur des échantillons se trouvant dans trois états différents (état sec, état naturel, état gonflé librement), en parallèle d'essais de porosimétrie au mercure (Figure 189).

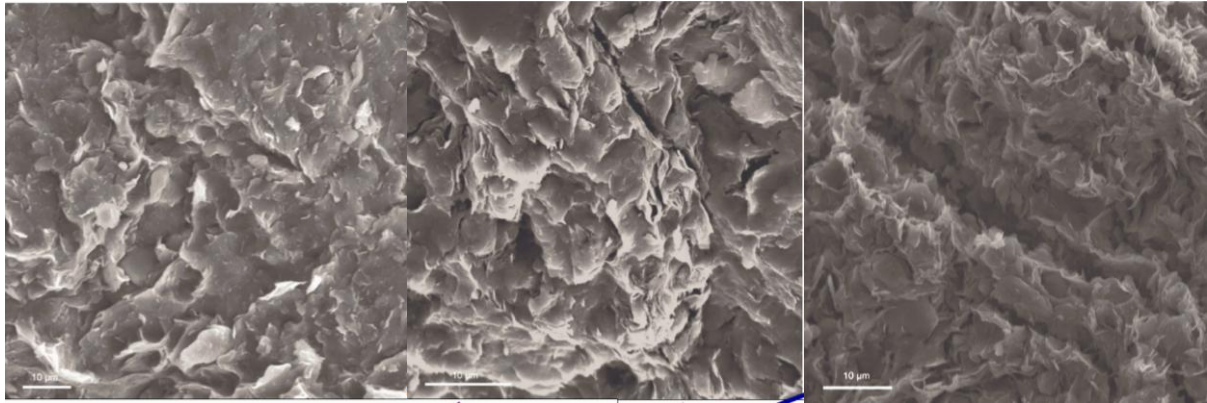


Figure 189: Images au MEB de l'argile verte de Romainville: a) état sec; b) état naturel lyophilisé; c) après gonflement libre et lyophilisation (Audiguier et al., 2007)

A l'état sec, l'échantillon présente une microstructure compacte avec un réseau poreux non visible à cette échelle d'observation. Les amas de particules s'étant rétractés avec le séchage, des microfissures sont apparues. A l'état naturel, des microfissures liées au gonflement se sont ouvertes montrant des amas d'agrégats présents ou en cours de formation. Après gonflement libre, des microfissures de grande extension sont visibles, recoupées par des microfissures plus petites, subdivisant les agrégats (Audiguier et al., 2007).

Geremew (Geremew et al., 2008) a procédé à des cycles successifs d'humidification-séchage sur des échantillons naturels d'argile verte de Romainville. Au cours de ces cycles, l'évolution microstructurale a été observée au MEB (Figure 190).

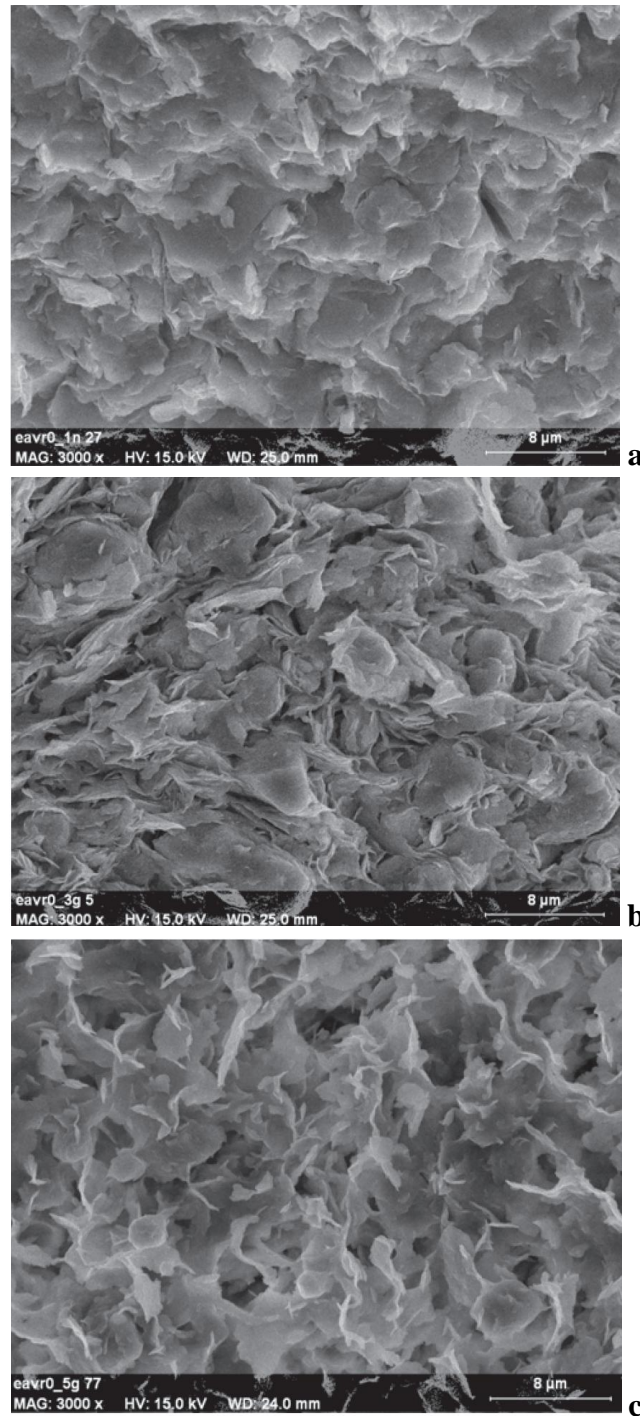


Figure 190: Argile verte de Romainville au MEB (x 3000): a) à l'état naturel; b) après 3 cycles de gonflement libre; c) après 5 cycles de gonflement libre (Geremew et al., 2008)

Les observations de l'état initial (Figure 190a) montrent une microstructure relativement « homogène » et dense. Les agrégats argileux sont disposés selon des assemblages compacts. La porosité est peu présente. Après trois cycles de gonflement libre (Figure 190b), un réseau de discontinuités apparaît, dû à la division et au réarrangement des agrégats. La taille de ceux-ci a diminué et la dimension des pores a augmenté. Après cinq cycles de gonflement libre (Figure

190c), la microstructure ne présente plus une géométrie particulière avec la dissociation des particules argileuses constitutives des agrégats. D'ailleurs, celles-ci sont prépondérantes dans l'arrangement microstructural. Cette microstructure est « aérée » et « isotrope » avec des pores de forme et de taille variables allant jusqu'à 3 microns d'ouverture (Geremew et al., 2008).

La microstructure de l'argile verte de Romainville dans l'état intact ou remanié, à teneur en eau naturelle ou après gonflement, a été observée par MEB sur des échantillons lyophilisés (Figure 191).

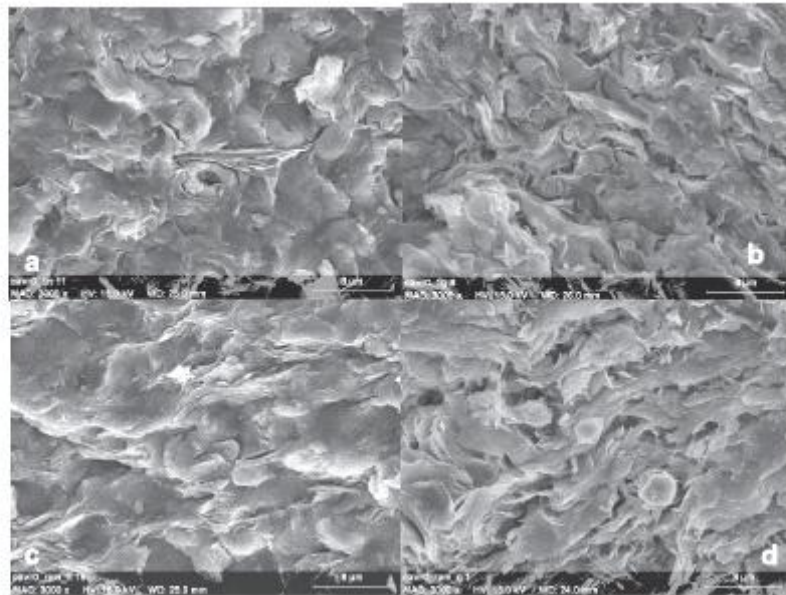


Figure 191: Argile verte de Romainville: a) état initial, b) après gonflement, c) état remanié avant gonflement, d) état remanié après gonflement (Audiguier et al., 2008)

Avant gonflement, les échantillons à l'état initial et remanié présentent une microstructure relativement compacte avec des agrégats peu individualisés. On distingue une matrice argileuse contenant quelques grains de quartz et de dolomite.

Après gonflement, la porosité « bidimensionnelle », observée à la porosimétrie au mercure, apparaît sur la photo MEB, avec individualisation d'agrégats. La porosité de l'échantillon remanié après gonflement est plus importante que celle de l'échantillon intact après gonflement.

Observations à l'échelle macroscopique

Des cycles d'humidification-séchage ont été appliqués sur des échantillons intacts et remaniés d'argile verte de Romainville. Ils ont été sertis dans un anneau de 185 mm de diamètre et de 10 à 35 mm de hauteur (Figure 192 et Figure 193).



Figure 192: Argile verte de Romainville intacte; a) $w=w_0$, b) visualisation du réseau de fissures après plusieurs cycles de séchage-humidification $w < w_r$, c) imbibition $w > w_r$ (w_0 : teneur en eau initiale; w_r : teneur en eau correspondant à la limite de retrait) (Audiguier et al., 2008)



Figure 193: Argile verte de Romainville remaniée; a) $w=w_0$, b) après séchage, c) imbibition $w > w_r$ (w_0 : teneur en eau initiale; w_r : teneur en eau correspondant à la limite de retrait) (Audiguier et al., 2008)

Les observations montrent que, sur l'échantillon intact (Figure 192), les cycles de séchage (complet) et humidification (jusqu'à une teneur en eau correspondant à la limite de retrait) révèlent l'existence d'un réseau de fissures qui évolue très peu d'un cycle à l'autre. Il est à l'origine d'un gonflement hétérogène sur l'ensemble de l'échantillon, ce qui entraîne sa destruction lors de l'imbibition totale. D'après les auteurs (Audiguier et al., 2008), ce réseau de fissures correspondrait à d'anciennes surfaces de cisaillement ou « slickensides » qui témoignent de remaniements durant les temps géologiques et dont l'origine peut être due à des phénomènes de retrait-gonflement après les phases d'émersion des dépôts sédimentaires indurés. Ces surfaces correspondraient à des zones de faiblesses qui seraient remobilisées lors de sollicitations hydriques successives.

L'échantillon remanié (Figure 193), quant à lui, se rétracte sans se fissurer lors du séchage mais se désagrège sans occuper tout le volume de la bague métallique lors de l'imbibition (à une teneur en eau supérieure à la limite de retrait).

Ainsi, pour les sols intacts, le processus de retrait-gonflement semble être fortement influencé par la diagenèse et les contraintes géologiques. A l'état remanié, l'histoire diagénétique a été partiellement effacée. L'argile verte de Romainville se comporte alors comme un matériau à structure de matrice argileuse qui se rétracte dans son ensemble ou qui gonfle uniformément jusqu'à destruction de l'édifice argileux (Figure 193c).

Tang (Tang et al., 2008) a étudié l'influence de la température sur la fissuration et le séchage de sols argileux sous forme de boues (état remanié). Il a défini un ratio de surface de fissuration (surface crack ratio, SCR) comme étant le rapport entre la surface plane des fissures sur la surface totale intacte de l'échantillon. Ce ratio a été déterminé à différentes teneurs en eau pour quantifier l'extension de la fissuration à la surface du sol en fonction de la teneur en eau. Les échantillons, d'une épaisseur initiale de 10 mm, sont placés dans des supports en verre de 70 mm de diamètre. Une partie de ces échantillons a été laissée sécher à l'air libre (22°C) tandis que l'autre partie a été séchée à l'étuve à 60°C ou 105°C. Le séchage a été suivi par pesée des échantillons et la dessiccation (ou fissuration) par une caméra digitale dont les images ont été ensuite traitées par un logiciel d'analyse d'image (Figure 194).

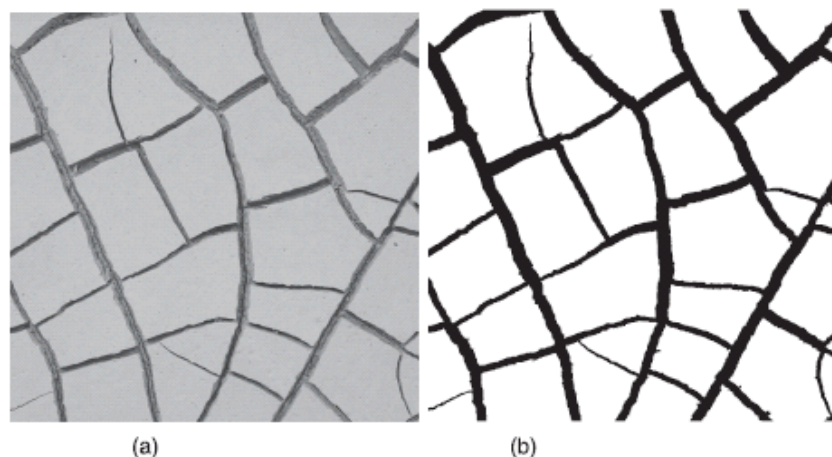


Figure 194: Procédure de traitement d'image. (a) configuration initiale des fissures en niveaux de gris, (b) configuration des fissures en mode binaire noir et blanc (Tang et al., 2008)

La perte en eau durant le séchage comporte deux phases (Figure 195) : une première phase où la teneur en eau diminue linéairement et une seconde où elle est stabilisée. La vitesse de la perte en eau augmente avec la température. Après stabilisation, la teneur en eau « résiduelle » des échantillons augmente alors que la température décroît : 4,5 % pour le séchage à l'air libre à 22°C et 0,6 % pour le séchage à l'étuve à 60°C (Tang et al., 2008).

A partir de la Figure 196, deux points particuliers dans l'évolution de la teneur en eau ont été définis. La teneur en eau critique initiale (ICWC) correspond à la teneur en eau du sol à l'apparition des fissures. La teneur en eau critique finale (TCWC) correspond à la teneur en eau à partir de laquelle la fissuration du sol n'évolue plus, tout en continuant à avoir une perte en eau. Le ratio de fissures de surface (SCR) augmente linéairement avec la diminution de la teneur en eau après initiation des fissures. Cette évolution diminue rapidement à partir du moment où la

teneur en eau atteint la valeur de teneur en eau critique finale (TCWC), bien qu'il y ait toujours perte d'eau. La teneur en eau critique initiale (ICWC) augmente avec la température (Figure 197) alors que la teneur en eau critique finale (TCWC) est apparemment indépendante de la température (Tang et al., 2008).

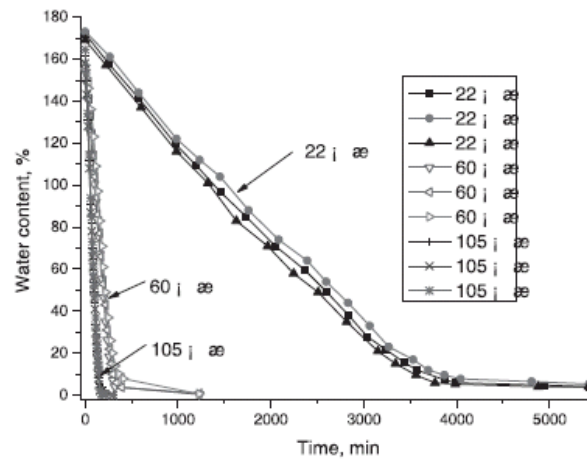


Figure 195: Evolution de la teneur en eau en fonction pendant le séchage (Tang et al., 2008)

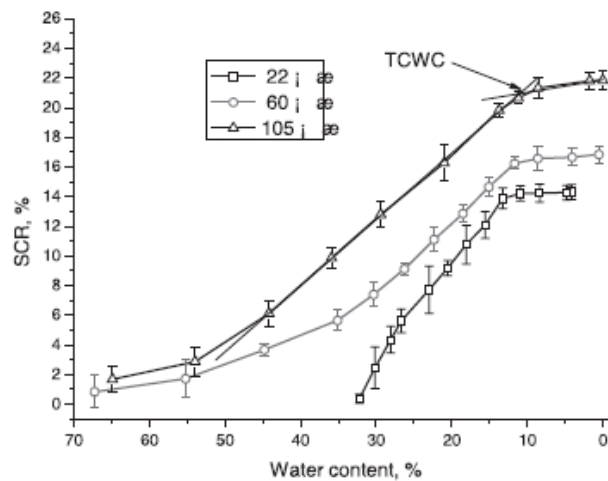


Figure 196: Relation entre le SCR et la teneur en eau (Tang et al., 2008)

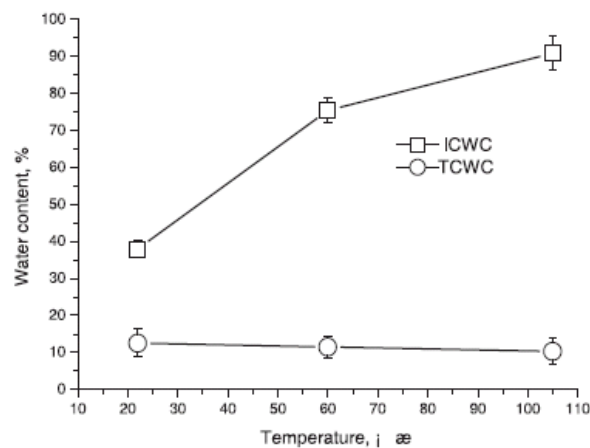


Figure 197: Evolution de ICWC et TCWC en fonction de la température (Tang et al., 2008)