



HAL
open science

Evolution des caractéristiques physico-chimiques, microstructurales et hydromécaniques de limon traités aux liants lors d'une circulation d'eau

Kevin Lemaire

► **To cite this version:**

Kevin Lemaire. Evolution des caractéristiques physico-chimiques, microstructurales et hydromécaniques de limon traités aux liants lors d'une circulation d'eau. Mécanique des solides [physics.class-ph]. Ecole Centrale de Nantes (ECN), 2012. Français. NNT : . tel-00962597

HAL Id: tel-00962597

<https://theses.hal.science/tel-00962597>

Submitted on 20 Feb 2015

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 DE NANTES

ÉCOLE DOCTORALE

SCIENCES POUR L'INGENIEUR GÉOSCIENCE ARCHITECTURE

Année 2012

N° B.U. : _____

THÈSE DE DOCTORAT

Spécialité : Génie Civil

Présentée et soutenue publiquement par

Kévin LEMAIRE

Le 16 Octobre 2012

*à l'Institut Français des Sciences et Technologies des Transports
de l'Aménagement et des Réseaux (IFSTTAR), Bouguenais*

**ÉVOLUTION DES CARACTÉRISTIQUES
PHYSICO-CHIMIQUES, MICROSTRUCTURALES
ET HYDROMÉCANIQUES DE LIMONS TRAITÉS
AUX LIANTS LORS D'UNE CIRCULATION D'EAU.**

Jury

Président :	Guy	OUVRARD	IMN, Nantes
Rapporteurs :	Gilles Patrick	ESCADEILLAS DUDOIGNON	LMDC, UPS, Toulouse IC2MP, Poitiers
Examineurs :	Laurent David Pierre	DE WINDT BULTEEL MOUNANGA	Mines Paristech, Paris Mines Douai GEM, Nantes

Directeur de thèse : Michel LEGRET
Laboratoire : IFSTTAR, Nantes
Co-encadrants : Dimitri DENELEE Laurent LASSABATÈRE
Laboratoires : IFSTTAR/IMN, Nantes ENTPE, Lyon

N ° E.D. : 498-207

ÉCOLE CENTRALE DE NANTES

ÉCOLE DOCTORALE

SCIENCES POUR L'INGENIEUR GÉOSCIENCE ARCHITECTURE

Année 2012

N° B.U. : _____

THÈSE DE DOCTORAT

Spécialité : Génie Civil

Présentée et soutenue publiquement par

Kévin LEMAIRE

Le 16 Octobre 2012

*à l'Institut Français des Sciences et Technologies des Transports
de l'Aménagement et des Réseaux (IFSTTAR), Bouguenais*

**ÉVOLUTION DES CARACTÉRISTIQUES
PHYSICO-CHIMIQUES, MICROSTRUCTURALES
ET HYDROMÉCANIQUES DE LIMONS TRAITÉS
AUX LIANTS LORS D'UNE CIRCULATION D'EAU.**

Jury

Président :	Guy	OUVRARD	IMN, Nantes
Rapporteurs :	Gilles Patrick	ESCADEILLAS DUDOIGNON	LMDC, UPS, Toulouse IC2MP, Poitiers
Examineurs :	Laurent David Pierre	DE WINDT BULTEEL MOUNANGA	Mines Paristech, Paris Mines Douai GEM, Nantes

Directeur de thèse : Michel LEGRET
Laboratoire : IFSTTAR, Nantes
Co-encadrants : Dimitri DENELEE Laurent LASSABATÈRE
Laboratoires : IFSTTAR/IMN, Nantes ENTPE, Lyon

N ° E.D. : 498-207

Cette thèse ne serait pas ce qu'elle est sans les nombreuses personnes qui m'ont accompagné, expérimentalement, intellectuellement, ou personnellement, pendant trois ans.

Je remercie d'abord Jean-Claude Auriol et Thierry Dubreucq, successivement responsables du groupe « terrassement et ouvrages en terre » à l'IFSTTAR (ex LCPC) de Nantes, pour m'avoir accueilli dans leur équipe. Merci aussi à Guy Ouvrard pour m'avoir ouvert les portes de l'IMN à Nantes, où une part importante de ce travail a été effectuée. Un très grand merci à Dimitri Deneele pour m'avoir toujours fait confiance et encadré pendant ces trois années. Je lui suis reconnaissant pour son aide, ses conseils (toujours très pertinents), et pour son précieux soutien dans les moments difficiles... Je remercie très chaleureusement Michel Legret et Laurent Lassabatère, qui ont aussi participé de manière active à l'encadrement de ce travail, et sur qui j'ai toujours pu compter. Plus particulièrement, merci à Michel, pour avoir dirigé cette thèse, et merci à Laurent pour m'avoir suivi et aidé malgré la distance géographique.

Je remercie sincèrement tous les membres du jury qui ont accepté d'évaluer ces travaux, ainsi que Sylvain Charpentier de l'Institut National d'Horticulture et de Paysage (AGROCAMPUS OUEST, Angers) pour avoir participé aux comités de suivi de thèse. Leurs remarques pertinentes concernant les résultats et interprétations de ces travaux, ainsi que les discussions qu'ils auxquelles ils ont participé, furent très utiles et enrichissants.

J'ai aussi une pensée particulière à toute l'équipe du groupe « terrassement et ouvrages en terre » de l'IFSTTAR, qui m'a immédiatement intégré, pour tous les bons moments que nous avons partagés, et pour leur aide. Merci donc à Andry, pour son aide précieuse, d'un point de vue scientifique mais pas que... qui plus est toujours avec le sourire, chapeau Rico! Erwann (Clark pour les intimes) pour son aide en microscopie et pour les agréables moments de détente (même s'il va désormais devoir faire le café!). Jean-Pierre pour son aide considérable au niveau expérimental et pour ses conseils en géotechnique. Ma p'tite Magali, ma scribe officielle! Thomas. Daniel pour sa rock'n love attitude et auquel j'adresse un slutt'.

Je salue aussi Laure, Nicolas et Mathieu avec qui j'ai partagé le bureau, et qui ont donc fortement contribué à ce que ces trois années soient un plaisir au quotidien. Merci à Laure

et Nicolas pour leurs conseils et pour les discussions toujours pertinentes. À Mathieu, je souhaite bon vent pour la dernière ligne droite...

Je remercie chaleureusement toutes les autres personnes avec qui j'ai travaillé, et qui m'ont toujours mis dans les meilleures conditions pour mener à bien cette thèse. A l'IFSTTAR, Dominique Demare, Gilles Dormal et Chloé Le Bescond du groupe « pollution des eaux et des sols », pour la très grande quantité d'analyses chimiques réalisées. Michel Grasset pour son aide concernant l'utilisation du MEB. Toutes les personnes de l'IMN à Nantes, notamment Guy Ouvrard, Anne-Claire Gaillot, Hélène Thérèse, Pierre-Emmanuel Petit, Stéphane Grolleau, et Yasmine Filali. Merci aussi à Stéphanie Bonnet de l'IUT de Saint Nazaire pour les mesures de porosimétrie par intrusion de mercure. Je remercie enfin très sincèrement Laurent De Windt, qui m'a accueilli plusieurs fois à l'école des Mines à Fontainebleau, pour son active collaboration en modélisation géochimique, et pour ses conseils avisés. Sans lui, tout ce travail de modélisation n'aurait pas pu être effectué.

Mais une thèse, c'est aussi trois ans de vie qui ne se résument pas qu'à des relations de travail. Je n'oublie donc pas les autres personnes de l'IFSTTAR que j'ai pu côtoyer plus ou moins longtemps, et toujours avec un très grand plaisir. Plus particulièrement, je pense à Anaëlle, toujours prête à rigoler, avec qui j'ai passé d'excellents moments et que je remercie pour les déjeuners avec Frite. Imane, qui a bien embelli ces six derniers mois. Géraldine, devenue désormais une as du ping! Mais aussi, je n'oublie pas tous les pongistes de l'ASCEE 44, et leur souhaite bon vent.

Pour terminer, j'ai une grande pensée pour les personnes qui m'ont accompagné en dehors du travail et qui m'ont toujours soutenu. Sans leur présence, cette thèse n'aurait pas la même saveur. J'espère sincèrement que je ne les aurais pas déçu. Merci donc à mes parents, Fabienne, Gégé, Adrien, les mi-frérot et la mi-soeur qui m'ont supporté au quotidien. Mes grands-pères, mes oncles et tantes, Vivien, Amélie, et plus généralement, toute ma famille qui a toujours cru en moi. De plus, je pense tout particulièrement à Mehdi, Pierre-Antoine, Anne-Claire, Lénadec, Vicduff, Tawfik, Pauline, Isabelle, Laëtitia, Vincent, Florian, Gaston et Lucille. Enfin un immense merci à Mickael, sans qui cette thèse n'existerait peut être pas, et qu'une chanson de Mickael Jones, qu'il m'a un jour fait découvrir, décrit si bien...

À mes Grand-mères...

Table des matières

INTRODUCTION GÉNÉRALE	1
1 ÉTAT DE L'ART	5
1.1 INTRODUCTION SUR LES SOLS	5
1.1.1 Généralités sur les sols	5
1.1.2 Structure des phyllosilicates	6
1.1.3 Propriétés des minéraux argileux	8
1.1.3.1 Charges de surface	8
1.1.3.2 La capacité d'échange cationique (CEC)	10
1.1.3.3 La surface spécifique	10
1.2 EFFETS DE LA CHAUX ET DU CIMENT SUR UN SOL FIN	11
1.2.1 Généralités sur la chaux et le ciment	11
1.2.1.1 La chaux	11
1.2.1.2 Le ciment (CEM II) et la réaction hydraulique	12
1.2.1.2.a Hydratation du C_3S et du C_2S	13
1.2.1.2.b Hydratation du C_3A	15
1.2.1.2.c Hydratation du C_4AF	17
1.2.1.2.d Composition d'un ciment hydraté	17
1.2.2 Effets physico-chimiques de la chaux et du ciment sur les minéraux argileux	18
1.2.2.1 Réactions d'échange cationique	18
1.2.2.2 Dissolution des minéraux argileux	19
1.2.2.2.a Effets de la chaux	19
1.2.2.2.b Effets du ciment	20
1.2.2.3 Dissolution des autres phases minérales	21
1.2.3 Précipitation de composés secondaires/réactions pouzzolaniques	22
1.2.3.1 Réactions pouzzolaniques dans les sols	22
1.2.3.2 Effets du ciment sur les réactions pouzzolaniques	23
1.2.3.3 Facteurs influençant les réactions pouzzolaniques	24
1.2.4 Effets des processus physico-chimiques sur les propriétés du sol avant compactage	25
1.2.4.1 Flocculation/agrégation des particules	25
1.2.4.2 Modification de la granulométrie	26
1.2.5 Effets de l'ajout de chaux et de ciment sur la microstructure du sol compacté	27
1.2.5.1 Microstructure d'un sol traité	27
1.2.5.1.a Effets du traitement à court terme	27
1.2.5.1.b Effets du traitement à long terme	28

1.2.5.2	Répartition des liants dans le sol	29
1.2.6	Effets sur le comportement hydromécanique	33
1.2.6.1	Effets sur le comportement mécanique	33
1.2.6.2	Effet sur la perméabilité	36
1.2.7	Effets du sol – La spécificité des altérites	38
1.2.8	Bilan	39
1.3	COMPORTEMENT DES SOLS TRAITÉS SOUS SOLlicitATIONS	
	HYDRIQUES	39
1.3.1	Introduction	39
1.3.2	Comportement physico-chimique d'un sol traité lors d'une circulation d'eau	40
1.3.2.1	Physico-chimie des matériaux cimentaires au cours d'une circulation d'eau	40
1.3.2.2	Évolution physico-chimie d'un sol traité soumis à une circulation d'eau	43
1.3.3	Effets d'une circulation d'eau sur la microstructure	44
1.3.3.1	Effets sur la microstructure des matériaux cimentaires	44
1.3.3.2	Effets sur la microstructure d'un sol traité	45
1.3.4	Effets sur le comportement hydromécanique	46
1.3.4.1	Effets sur les performances mécaniques	47
1.3.4.2	Effets sur la perméabilité	49
1.3.5	Bilan	50
1.4	CONCLUSION	51
2	MATÉRIELS ET MÉTHODES	53
2.1	MATÉRIAUX UTILISÉS	53
2.1.1	Sols naturels sélectionnés	53
2.1.1.1	Limon de Héricourt	53
2.1.1.1.a	Caractéristiques géotechniques	53
2.1.1.1.b	Chimie et minéralogie	55
2.1.1.2	Altérite de Vigneux	58
2.1.1.2.a	Caractéristiques géotechniques	58
2.1.1.2.b	Chimie et minéralogie	59
2.1.2	Liants utilisés	61
2.1.2.1	Dosage étudié	61
2.1.2.2	Caractéristiques des liants	62
2.1.2.2.a	La chaux	62
2.1.2.2.b	Le ciment	62
2.2	DÉMARCHE POUR L'ÉVALUATION DES EFFETS DU TRAITEMENT	63
2.2.1	Préparation des matériaux	63
2.2.1.1	Préparation d'éprouvettes (fraction < 5mm)	63
2.2.1.2	Étude en milieu dilué (fraction < 40 µm)	66
2.2.2	Caractérisations et Analyses	66
2.2.2.1	Mesure de la résistance mécanique	67
2.2.2.2	Analyses physico-chimiques	67
2.2.2.2.a	Analyse du sol par diffraction des rayons X (DRX)	68
2.2.2.2.b	Analyse de solutions aqueuses	68
2.2.2.3	Caractérisation de la microstructure	68

2.2.2.3.a	Préparation des échantillons	68
2.2.2.3.b	Observations en coupe (sections polies)	69
2.2.2.3.b.a	Microfluorescence X	69
2.2.2.3.b.b	Microscopie électronique à balayage (MEB)	70
2.2.2.3.c	Observations de la surface brute par microscopie électronique à balayage	71
2.2.2.3.d	Porosimétrie par intrusion de mercure	71
2.2.3	Résumé de la démarche	72
2.3	DÉMARCHE POUR L'ÉVALUATION DES EFFETS D'UNE CIRCULATION D'EAU	73
2.3.1	Dispositif expérimental de circulation d'eau	74
2.3.2	Caractérisations et analyses	75
2.3.3	Résumé de la démarche	76
3	EFFETS DE LA CHAUX ET DU CIMENT SUR LES PROPRIÉTÉS DE SOLS LIMONEUX	77
3.1	ÉTUDE DU COMPORTEMENT MÉCANIQUE	77
3.1.1	Limon de Héricourt	77
3.1.2	Altérite de Vigneux	79
3.1.3	Bilan - Comparaison des deux sols	80
3.2	ÉTUDE MICROSCOPIQUE DES DEUX SOLS TRAITÉS ET COMPACTÉS	81
3.2.1	Limon de Héricourt	81
3.2.1.1	Microstructure du limon de Héricourt non traité	81
3.2.1.1.a	Observation microscopique	81
3.2.1.1.b	Distribution porale du limon de Héricourt brut	83
3.2.1.2	Microstructure du limon de Héricourt traité et compacté	83
3.2.1.2.a	Observation microscopique	83
3.2.1.2.b	Distribution porale du limon de Héricourt traité	84
3.2.1.2.c	Bilan	86
3.2.1.3	Observation de la distribution des liants dans le limon de Héricourt	87
3.2.1.3.a	Limon de Héricourt non traité	87
3.2.1.3.b	Limon de Héricourt traité	88
3.2.1.4	Observation couplée de la distribution des liants et de la porosité du limon de Héricourt	89
3.2.1.5	Bilan de l'étude microstructurale du limon de Héricourt	91
3.2.2	Altérite de Vigneux	91
3.2.2.1	Microstructure de l'altérite de Vigneux non traitée	91
3.2.2.1.a	Observation de l'organisation de l'altérite de Vigneux non traitée	91
3.2.2.1.b	Distribution porale de l'altérite de Vigneux non traitée	93
3.2.2.2	Microstructure de l'altérite de Vigneux traitée et compactée	93
3.2.2.2.a	Observation de l'organisation de l'altérite de Vigneux traitée	93
3.2.2.2.b	Distribution porale de l'altérite de Vigneux traitée	97

3.2.2.3	Observation de la distribution des liants dans l'altérite de Vigneux	97
3.2.2.4	Observations couplée de la distribution des liants et de la porosité de l'altérite de Vigneux	99
3.2.3	Synthèse de l'étude microstructurale des deux sols	100
3.3	ÉTUDE PHYSICO-CHIMIQUE	102
3.3.1	Hydratation du ciment	102
3.3.2	Étude physico-chimique du limon de Héricourt	104
3.3.2.1	Caractérisation minéralogique des éprouvettes par DRX	104
3.3.2.2	Étude en suspension	105
3.3.2.2.a	Évolution physico-chimique de la solution	105
3.3.2.2.a.a	Suivi du pH de la solution	105
3.3.2.2.a.b	Analyses élémentaires en solution	106
3.3.2.2.b	Caractérisation minéralogique de la phase solide par DRX	109
3.3.2.3	Bilan de l'étude physico-chimique du limon de Héricourt	110
3.3.3	Étude physico-chimique de l'altérite de Vigneux	111
3.3.3.1	Caractérisation minéralogique des éprouvettes par DRX	111
3.3.3.2	Étude en solution	113
3.3.3.2.a	Évolution physico-chimique de la solution	113
3.3.3.2.a.a	Suivi du pH de la solution	113
3.3.3.2.a.b	Analyses élémentaires	113
3.3.3.2.b	Caractérisation minéralogique de la fraction solide par DRX	115
3.3.3.3	Bilan de l'étude physico-chimique de l'altérite de Vigneux	117
3.3.4	Discussion sur le comportement des deux sols	117
3.4	CONCLUSION	119
4	EFFETS D'UNE CIRCULATION D'EAU SUR LES PROPRIÉTÉS DES SOLS TRAITÉS	121
4.1	LIMON DE HÉRICOURT	122
4.1.1	Étude macroscopique	122
4.1.1.1	Évolution de la perméabilité	122
4.1.1.2	Évolution de la résistance en compression simple	123
4.1.1.3	Bilan	124
4.1.2	Étude physico-chimique	124
4.1.2.1	Physico-chimie des lixiviats	125
4.1.2.1.a	Présentation des résultats expérimentaux	125
4.1.2.1.b	Bilan	129
4.1.2.2	Physico-chimie du matériau	129
4.1.2.3	Synthèse de l'évolution physico-chimique du limon	131
4.1.3	Étude microstructurale	132
4.1.3.1	Observation de l'organisation du matériau	132
4.1.3.2	Bilan	134
4.1.4	Discussion sur l'étude multi-échelle du limon de Héricourt	136
4.2	ALTÉRITE DE VIGNEUX	138
4.2.1	Étude macroscopique	138
4.2.1.1	Évolution de la perméabilité	138

4.2.1.2	Évolution de la résistance en compression simple	139
4.2.1.3	Comparaison avec le limon de Héricourt	140
4.2.2	Étude physico-chimique	140
4.2.2.1	Physico-chimie des lixiviats	141
4.2.2.1.a	Présentation des résultats expérimentaux	141
4.2.2.1.b	Bilan	143
4.2.2.2	Physico-chimie du matériau	144
4.2.2.3	Synthèse de l'évolution physico-chimique de l'altérite . . .	146
4.2.3	Étude microstructurale	147
4.2.3.1	Observation de l'évolution de l'organisation du matériau .	147
4.2.3.2	Bilan	149
4.2.4	Comparaison des effets de la circulation avec le limon de Héricourt .	149
4.3	EFFETS DE L'AUGMENTATION DU TEMPS DE CURE DE L'ALTE- RITE.	151
4.3.1	Étude macroscopique	151
4.3.1.1	Évolution de la perméabilité	151
4.3.1.2	Évolution de la résistance en compression simple	152
4.3.1.3	Bilan	153
4.3.2	Étude physico-chimique	153
4.3.2.1	Physico-chimie des lixiviats	153
4.3.2.2	Évolution de la minéralogie du matériau	156
4.3.2.3	Bilan des effets de l'augmentation du temps de cure sur la physico-chimie	158
4.3.3	Étude microstructurale	159
4.3.3.1	Observation de l'évolution de la microstructure du matériau	159
4.3.4	Synthèse des effets de l'augmentation du temps de cure	161
4.4	CONCLUSION	161
5	APPROCHE DE MODÉLISATION COUPLÉE CHIMIE- TRANSPORT	163
5.1	CONCEPTS DE MODÉLISATION AVEC HYTEC	164
5.1.1	Le module géochimique CHESS	164
5.1.2	Couplage avec un code hydrodynamique dans HYTEC	165
5.2	ÉLABORATION DU MODÈLE GÉOCHIMIQUE PAR LA MODÉLISA- TION DES SUSPENSIONS	167
5.2.1	Présentation du modèle géochimique	167
5.2.2	Simulation du système géochimique	169
5.2.2.1	Évolution chimique	169
5.2.2.2	Évolution simulée des composés secondaires	171
5.2.2.3	Évolution simulée de la minéralogie du sol	172
5.2.3	Évolution simulée durant les premiers jours	173
5.2.4	Synthèse	175
5.3	APPLICATION DU MODÈLE GÉOCHIMIQUE À LA SIMULATION DES ESSAIS DE CIRCULATION	177
5.3.1	Définition et paramètres du système	177
5.3.2	Simulation des essais de circulation	179
5.3.2.1	Traceur	179
5.3.2.2	Évolution de la composition chimique des lixiviats	180

5.3.2.3	Évolution des hydrates dans les éprouvettes	181
5.3.3	Discussion	182
5.4	CONCLUSION	184
	CONCLUSION GÉNÉRALE	187
	ANNEXE 1	209
	ANNEXE 2	219
	ANNEXE 3	229

Table des figures

1.1	Représentation de l'empilement des couches dans une structure de type TO (a) et TOT (b).	8
1.2	Représentation du modèle de la triple couche.	9
1.3	Évolution de l'énergie d'interaction entre deux particules selon la théorie DLVO.	10
1.4	Courbes de solubilité du C ₂ S, du C ₃ S et des C-S-H, comparée à l'évolution de la composition chimique de la solution au cours de l'hydratation [Scrivener & Nonat, 2011].	14
1.5	Évolution du rapport Ca/Si des C-S-H en fonction de la concentration en chaux dans la solution d'équilibre [Viallis-Terrisse, 2000].	14
1.6	Courbes de solubilité des principaux C-A-H, de la portlandite et de Al(OH) ₃ [Perez, 2002].	16
1.7	Évolution des phases anhydres et hydratées lors de l'hydratation d'un ciment [Lea, 1998].	18
1.8	Évolutions par RMN ²⁹ Si des minéraux d'une bentonite calcique en suspension dans une solution à 10% de chaux [Pomakhina <i>et al.</i> , 2012].	22
1.9	Évolution de la granulométrie d'un sol latéritique en fonction du temps de cure et du dosage en ciment (à gauche) ou en chaux (à droite) [Osula, 1996].	26
1.10	Distributions porales d'un sol pour différents traitements [Bin <i>et al.</i> , 2007].	28
1.11	Évolution de la distribution porale d'un sol argileux traité à la chaux en fonction du temps de cure et du dosage en chaux [Cuisinier <i>et al.</i> , 2008; Metelkova <i>et al.</i> , 2012].	29
1.12	Représentation de la répartition de la chaux dans un sol argileux [Locat <i>et al.</i> , 1990].	30
1.13	Représentation schématique de la microstructure d'un sol limoneux brut [Cabane, 2004].	30
1.14	Représentation schématique de la microstructure d'un sol limoneux traité à la chaux [Cabane, 2004].	31
1.15	Représentation schématique de la microstructure d'un sol limoneux traité à la chaux et au ciment [Cabane, 2004].	31
1.16	Représentation schématique de la microstructure d'une altérite traitée à la chaux et au ciment [Cabane, 2004].	32
1.17	Comparaison de l'évolution des résistances en compressions simple entre la montmorillonite (a), la kaolinite (b), et le quartz (c) [Bell, 1996]	34
1.18	Évolution des composés secondaires et de la résistance en compression simple pour une kaolinite (a) et une montmorillonite (b) traitées avec 10% de chaux [Maubec, 2010]	35
1.19	Évolution de la perméabilité en fonction du temps de cure pour des traitement chaux/cendres volantes et ciment/cendres volantes [Kogbara & Al-Tabbaa, 2011].	38

1.20	Stabilité des phases d'une pâte de ciment selon la composition chimique de l'eau interstitielle en équilibre [Bourbon, 2001] cité dans [ANDRA, 2001].	41
1.21	Évolution du pH et de la concentration en calcium des lixiviats d'un limon traité avec 1% (en haut) et 3% (en bas) de chaux [Le Runigo, 2008].	43
1.22	Évolution de la distribution porale d'une pâte de ciment soumise à une dégradation par de l'eau déionisée pendant 91 jours [Haga <i>et al.</i> , 2005].	45
1.23	Évolution de la porosité d'un sol traité au cours d'une circulation. (a) limon traité à 3% de chaux circulé par de l'eau déionisée [Le Runigo <i>et al.</i> , 2009], (b) argile traitée à 4% de chaux circulée par une solution de portlandite [Cuisinier <i>et al.</i> , 2009].	46
1.24	Effets de sollicitations hydriques sur la performance mécanique. (a) Limon traité à 3% de chaux et soumis à une circulation d'eau [Le Runigo <i>et al.</i> , 2011] (b) limon traité au ciment et immergé 48h [Bahar <i>et al.</i> , 2004].	48
1.25	Évolution de la perméabilité d'un sol traité à la chaux. (a) Évolution de la perméabilité d'un sol argileux traité à différents dosages en chaux [Mc Callister, 1990] (b) Évolution de la perméabilité d'un sol limoneux traité à différentes caractéristiques de compactage (teneur en eau de l'optimum et faible énergie, coté humide et énergie de l'optimum, OPN) pour un même dosage en chaux [Le Runigo, 2008].	50
2.1	Distribution granulométrique du limon d'Héricourt.	54
2.2	Diagramme DRX du limon d'Héricourt.	56
2.3	Zoom du diagramme DRX du limon d'Héricourt.	56
2.4	Diagramme DRX de la fraction inférieure à 2 μm du limon de Héricourt.	57
2.5	Distribution granulométrique de l'altérite de Vigneux.	58
2.6	Diagramme DRX de l'altérite de Vigneux.	60
2.7	Courbes Proctor du limon de Héricourt (a) et de l'altérite de Vigneux (b) traités avec 1% de chaux + 5% de ciment et non traités.	63
2.8	Schéma de la procédure de compactage utilisée.	65
2.9	Profil de densité des éprouvettes préparées à l'OPN.	66
2.10	Schéma des différents types de porosité d'un matériau et des caractéristiques des pores.	72
2.11	Schéma de la méthodologie mise en œuvre pour évaluer le comportement d'un sol naturel (fraction < 5mm) traité avec 1% de chaux + 5% de ciment puis compacté.	72
2.12	Schéma de la méthodologie de caractérisation des essais conduits sur la fraction < 40 μm du sol dans une solution à 1% de chaux et 5% de ciment.	73
2.13	Schéma du dispositif de circulation mis en place.	74
2.14	Photo du dispositif de circulation d'eau.	75
2.15	Schéma de la méthodologie mise en œuvre pour évaluer le comportement d'un sol naturel traité avec 1% de chaux + 5% de ciment, compacté et soumis à une circulation d'eau.	76
3.1	Évolution de la résistance en compression simple au cours du temps du limon de Héricourt traité avec 1% de chaux et 5% de ciment CEM II et compacté à 98,5% de l'optimum Proctor.	78
3.2	Évolution de la résistance en compression simple au cours du temps de l'altérite de Vigneux traitée avec 1% de chaux et 5% de ciment CEM II et compactée à 98,5% de l'optimum Proctor.	79

3.3	Comparaison de l'évolution de la résistance en compression simple au cours du temps de l'altérite de Vigneux et du limon de Héricourt traités avec 1% de chaux et 5% de ciment CEM II puis compactés à 98,5% de l'optimum Proctor.	80
3.4	Images MEB du limon de Héricourt non traité compacté à 98,5% de l'optimum Proctor.	82
3.5	Distribution de la taille des pores par intrusion de mercure sur le limon de Héricourt non traité et compacté à 98,5% de l'optimum Proctor.	83
3.6	Images MEB du limon de Héricourt traité à la chaux et au ciment, et compacté à 98,5% de l'optimum Proctor (cure de 7j à 50°C).	85
3.7	Évolution de la distribution porale du limon de Héricourt traité avec 1% de chaux et 5% de ciment CEM II au cours de la cure.	86
3.8	Image optique (a) et distributions élémentaires par μ -XRF (Ca (b), K (c), Al et Si (d)) du limon de Héricourt non traité compacté à 98,5% de l'optimum Proctor. <i>Jaune = Ca; Turquoise = K; Rouge = Si; Vert = Al</i>	88
3.9	Observation d'une section polie du limon de Héricourt traité avec 1% de chaux et 5% de ciment CEM II puis compacté à 98,5% de l'optimum Proctor. Image optique (a) et distributions élémentaires par micro-fluorescence X (b, c et d). <i>Jaune = Ca; Turquoise = K; Rouge = Si; Vert = Al</i>	89
3.10	Cartographie au MEB de la distribution du calcium, du carbone (porosité), et du silicium d'une section polie du limon de Héricourt traité avec 1% de chaux et 5% de ciment CEM II puis compacté à 98,5% de l'optimum Proctor (cure de 28 jours à 20°C). <i>Bleu = C; Rouge = Si; Jaune = Ca</i>	90
3.11	Images MEB de l'altérite de Vigneux non traitée et compactée à 98,5% de l'optimum Proctor.	92
3.12	Distribution de la taille des pores par intrusion de mercure sur l'altérite de Vigneux non traitée et compactée à 98,5% de l'optimum Proctor.	93
3.13	Images MEB de l'altérite de Vigneux traitée (1% de chaux + 5% de ciment) et compactée à 98,5% de l'optimum Proctor, ayant subi une cure de 28 jours à 20°C.	95
3.14	Images MEB de l'altérite de Vigneux (1% de chaux + 5% de ciment) et compactée à 98,5% de l'optimum Proctor, ayant subi une cure de 28 jours à 50°C.	96
3.15	Évolution de la distribution porale de l'altérite de Vigneux au cours de la cure.	97
3.16	Observation d'une section polie de l'altérite de Vigneux non traitée et compactée à 98,5% de l'optimum Proctor. Image optique (a) et distributions élémentaires par micro-fluorescence X (Ca (b), K (c), Al et Si (d)). <i>Jaune = Ca; Turquoise = K; Rouge = Si; Vert = Al</i>	98
3.17	Observation d'une section polie de l'altérite de Vigneux traitée avec 1% de chaux et 5% de ciment CEM II, compactée à 98,5% de l'optimum Proctor et ayant subi une cure de 28 jours à 20°C. Image optique (a) et distributions élémentaires par micro-fluorescence X (b, c et d). <i>Jaune = Ca; Turquoise = K; Rouge = Si; Vert = Al</i>	99
3.18	Cartographie au MEB de la distribution du calcium, du carbone (porosité), et du silicium d'une section polie de l'altérite de Vigneux traitée avec 1% de chaux et 5% de ciment CEM II puis compacté à 98,5% de l'optimum Proctor (cure de 28 jours à 20°C). <i>Bleu = C; Rouge = Si; Jaune = Ca</i>	100
3.19	Représentation schématique de l'agencement des particules dans le limon de Héricourt et dans l'altérite de Vigneux.	101

3.20	Diffractionnogrammes des rayons X du ciment anhydre et au cours de son hydratation dans l'eau d�emineralis�ee. De bas en haut : anhydre et �ech�eances � 20�C (7, 28 et 90 jours).	
	<i>A = C₄A�C�H₁₁; B = C₄AH₁₃; C = Calcite; F = C₄(A,F)�C�H₁₁; G = Gypse; H = C-(A)-S-H; P = Portlandite; 1 = C₃A; 2 = C₂S; 3 = C₃S</i>	103
3.21	�volution du pH de la solution lors de la mise en suspension du ciment CEM II dans l'eau d�emineralis�ee.	104
3.22	Diffractionnogrammes des rayons X d'�prouvettes de limon de H�ericourt trait�ees avec 1% de chaux et 5% de ciment. De bas en haut : Non trait�e, �ech�eances � 20�C (1, 7, 28, 90 et 300 jours), �ech�eances � 50�C (3, 28, 90 et 300 jours).	
	<i>C = Chlorite; F = feldspaths; I/M = Illite/Muscovite; K = Kaolinite; Mo = Montmorillonite; Q = Quartz.</i>	105
3.23	�volution du pH des suspensions de limon de H�ericourt (fraction inf�erieure � 40�m) trait�e avec 1% de chaux et 5% de ciment CEM II.	106
3.24	�volution des concentrations en calcium, silicium, aluminium et potassium dans des suspensions de limon de H�ericourt trait�e avec 1% de chaux et 5% de ciment CEM II.	107
3.25	�volution des concentrations en sodium dans les suspensions de limon de H�ericourt trait�e avec 1% de chaux et 5% de ciment CEM II.	108
3.26	Diffractionnogrammes des rayons X du limon de H�ericourt (fraction inf�erieure � 40 �m) brut et en suspension. De bas en haut : brut, �ech�eances � 20�C (1, 3, 28, 90 et 300 jours), �ech�eances � 50�C (1, 3, 7, 28, 90 et 300 jours).	
	<i>C = Chlorite; F = feldspaths; I/M = Illite/Muscovite; K = Kaolinite; Mo = Montmorillonite; Q = Quartz.</i>	110
3.27	Diffractionnogrammes des rayons X d'�prouvettes d'alt�erite de Vigneux trait�ees avec 1% de chaux et 5% de ciment. De bas en haut : non trait�e, �ech�eances � 20�C (1, 3, 7, 28, 90 et 300 jours), �ech�eances � 50�C (7, 28, 90 et 300 jours).	
	<i>G = Goethite; I/M = Illite/Muscovite; K = Kaolinite; Q = Quartz; R = Rutile.</i>	112
3.28	�volution du pH des suspensions d'alt�erite de Vigneux trait�ee avec 1% de chaux et 5% de ciment CEM II.	113
3.29	�volution des concentrations en calcium, aluminium, silicium et potassium dans des suspensions d'alt�erite de Vigneux trait�ee avec 1% de chaux et 5% de ciment CEM II.	114
3.30	Diffractionnogrammes des rayons X de la fraction solide de l'alt�erite de Vigneux mise en suspension avec 1% de chaux et 5% de ciment. De bas en haut : brut, �ech�eances � 20�C (1, 3, 8, 28, 90 et 300 jours), �ech�eances � 50�C (1, 3, 7, 28, 90 et 300 jours).	
	<i>G = Goethite; I/M = Illite/Muscovite; K = Kaolinite; Q = Quartz; R = Rutile.</i>	116
4.1	�volution de la perm�eabilit�e du limon de H�ericourt non trait�e et trait�e avec 1% de chaux et 5% de ciment au cours de la circulation d'eau.	122
4.2	�volution de la r�esistance en compression simple du limon de H�ericourt trait�e avec 1% de chaux et 5% de ciment au cours de la circulation d'eau.	123

4.3	Évolution du pH des lixiviats du limon de Héricourt au cours de la circulation d'eau.	125
4.4	Évolution des concentrations en calcium, en silicium, en aluminium et en potassium dans les lixiviats au cours de la circulation d'eau du limon de Héricourt.	127
4.5	Évolution de la concentration en calcium dans les lixiviats du limon de Héricourt au cours de la circulation d'eau en fonction du nombre de volumes poraux. . . .	128
4.6	Évolution de la proportion de calcium lixivié pour les deux populations d'éprouvettes, lors d'une circulation d'eau dans le limon de Héricourt traité. . .	129
4.7	Diagrammes DRX d'une éprouvette de limon de Héricourt (P1) traité soumise à une circulation d'eau pendant 350 jours.	
	<i>C = Chlorite; F = feldspaths; I/M = Illite/Muscovite; K = Kaolinite; Mo = Montmorillonite; Q = Quartz.</i>	130
4.8	Diagrammes DRX d'une éprouvette de limon de Héricourt (P2) traité soumise à une circulation d'eau pendant 350 jours.	
	<i>C = Chlorite; F = feldspaths; I/M = Illite/Muscovite; K = Kaolinite; Mo = Montmorillonite; Q = Quartz.</i>	131
4.9	Images MEB d'une éprouvette de limon de Héricourt de la population P1 après 350 jours de circulation.	133
4.10	Images MEB d'une éprouvette de limon de Héricourt de la population P2 après 350 jours de circulation.	135
4.11	Schéma de l'organisation du limon brut (a), et modèles conceptuels d'écoulements pour les deux populations d'éprouvettes de limon de Héricourt traité lors d'une circulation d'eau (b).	137
4.12	Évolution de la perméabilité de l'altérite de Vigneux traitée avec 1% de chaux et 5% de ciment au cours de la circulation d'eau.	139
4.13	Évolution de la résistance en compression simple de l'altérite de Vigneux traitée à la chaux et au ciment au cours de la circulation d'eau.	140
4.14	Évolution du pH des lixiviats de l'altérite de Vigneux au cours de la circulation d'eau.	141
4.15	Évolution des concentrations en calcium (a), en silicium (b), en aluminium (c), et en potassium (d) dans les lixiviats au cours de la circulation d'eau de l'altérite de Vigneux.	142
4.16	Évolution de la proportion de calcium lixivié lors d'une circulation d'eau dans l'altérite traitée (en fonction du temps, (a), et de la racine carrée du temps, (b)).	143
4.17	Diagrammes DRX d'une éprouvette d'altérite traitée soumise à une circulation d'eau pendant 3 jours.	
	<i>G = Goethite; I/M = Illite/Muscovite; K = Kaolinite; Q = Quartz; R = Rutile.</i> 144	
4.18	Diagrammes DRX d'une éprouvette d'altérite traitée soumise à une circulation d'eau pendant 250 jours.	
	<i>G = Goethite; I/M = Illite/Muscovite; K = Kaolinite; Q = Quartz; R = Rutile.</i> 145	
4.19	Images MEB d'une éprouvette d'altérite de Vigneux traitée ayant subi une circulation de 250 jours.	148
4.20	Représentation schématique de la circulation d'eau dans l'altérite de Vigneux. .	150

4.21	Comparaison de l'évolution de la perméabilité de l'altérite de Vigneux traitée avec 1% de chaux et 5% de ciment au cours de la circulation d'eau après deux cures différentes.	152
4.22	Comparaison de l'évolution de la résistance en compression simple de l'altérite de Vigneux traitée avec 1% de chaux et 5% de ciment au cours de la circulation d'eau après deux cures différentes.	152
4.23	Comparaison de l'évolution du pH des lixiviats de l'altérite de Vigneux au cours de la circulation d'eau après deux cures différentes.	154
4.24	Comparaison de l'évolution des concentrations en calcium, en silicium, en aluminium et en potassium dans les lixiviats au cours de la circulation d'eau de l'altérite de Vigneux après deux cures différentes.	155
4.25	Comparaison de l'évolution de la proportion de calcium lixivié lors d'une circulation d'eau dans l'altérite traitée après deux cures différentes.	156
4.26	Diagrammes DRX d'une éprouvette d'altérite traitée soumise à une circulation d'eau pendant 3 jours après la cure longue.	
	<i>G= Goethite ; I/M = Illite/Muscovite ; K = Kaolinite ; Q = Quartz ; R = Rutile.</i>	157
4.27	Diagrammes DRX d'une éprouvette d'altérite traitée soumise à une circulation d'eau pendant 350 jours après la cure longue.	
	<i>G= Goethite ; I/M = Illite/Muscovite ; K = Kaolinite ; Q = Quartz ; R = Rutile.</i>	158
4.28	Images MEB d'une éprouvette d'altérite de Vigneux traitée ayant subi une circulation de 350 jours après une cure longue.	160
5.1	Schéma des actions successives de résolution des équations de transport et de chimie pour un pas de temps donné dans HYTEC [Van der Lee <i>et al.</i> , 2003]. . .	166
5.2	Comparaison des résultats expérimentaux de la composition chimique de la solution dans les essais en suspension (points) avec les résultats simulés avec CHESH (trait continu).	170
5.3	Évolutions simulées des cations fixés sur les sites d'échanges.	171
5.4	Évolutions simulées des produits secondaires à 20°C (a,b) et à 50°C (c,d). . .	172
5.5	Évolutions simulées des minéraux constitutifs du limon à 20°C et à 50°C. . . .	173
5.6	Évolution simulée des principales phases des liants au début de la mise en suspension.	174
5.7	Évolutions simulées du pH (a) et de la concentration en Ca (b) au début de la mise en suspension.	174
5.8	Évolutions simulées des cations fixés sur les sites d'échanges à court terme. . .	175
5.9	Schéma du maillage considéré dans une éprouvette de 10×5 cm.	177
5.10	Comparaison de l'évolution expérimentale (points) et simulée (trait) de la concentration en traceur.	179
5.11	Comparaison des résultats expérimentaux de la composition chimique des lixiviats lors des essais de circulation (points) avec les résultats simulés avec HYTEC (trait continu).	180
5.12	Évolution simulée des C-S-H dans les éprouvettes au cours de la circulation. . .	182
5.13	Comparaison des résultats expérimentaux de la composition chimique de la solution dans les essais en suspension (points) avec les résultats simulés avec CHESH (trait continu) (modèle transposé à l'altérite).	231

Liste des tableaux

1.1	Caractéristiques de quelques phyllosilicates [Wakim, 2005; Bergaya <i>et al.</i> , 2006].	11
1.2	Principaux constituants et composition moyenne du clinker	13
1.3	Produits de l'hydratation d'un ciment calcaire contenant du gypse.	18
1.4	Cinétique de dissolution (r) de la kaolinite dans différentes solutions par rapport au Si et à Al.	20
1.5	Comparaison entre les résistances en compression simple obtenues pour le traitement à la chaux ou au ciment de quelques minéraux (d'après Bell [1994]) .	36
2.1	Principales caractéristiques géotechniques du limon d'Héricourt.	54
2.2	Composition élémentaire du limon de Héricourt.	55
2.3	Cations échangeables du limon de Héricourt (NF X 31-130).	55
2.4	Composition minéralogique du limon d'Héricourt.	57
2.5	Principales caractéristiques géotechniques de l'altérite de Vigneux.	59
2.6	Composition élémentaire de l'altérite de Vigneux.	59
2.7	Cations échangeables de l'altérite de Vigneux (NF X 31-130).	59
2.8	Composition minéralogique de l'altérite de Vigneux calculée à partir des teneurs élémentaires.	61
2.9	Caractéristiques physico-chimiques de la chaux (d'après Lhoist).	62
2.10	Composition chimique et minéralogique du ciment (d'après Lafarge).	62
2.11	Propriétés physiques du ciment (d'après Lafarge).	62
2.12	Caractéristiques des éprouvettes préparées à l'OPN.	64
4.1	Récapitulatif des différences observées entre les deux populations d'éprouvettes du limon de Héricourt.	136
5.1	Composition minéralogique initiale et caractéristiques cinétiques des minéraux. .	168
5.2	Phases primaires et secondaires considérées pour les simulations.	169
5.3	Constantes de sélectivités des échanges cationiques (formalisme de Gaines-Thomas).	169
5.4	Propriétés physiques de la colonne en double porosité.	178

INTRODUCTION GÉNÉRALE

La gestion des ressources naturelles est un enjeu crucial qui doit être pris en compte dans les projets de construction. Les grands travaux d'aménagement, et notamment les travaux de terrassement, doivent s'inscrire dans ce contexte. Ils sont en effet de grands consommateurs de matériaux dits « nobles », alors que dans le même temps, certains sols sont mis en dépôt.

L'utilisation des sols situés dans l'emprise des projets, lors des travaux de génie civil, est une alternative permettant d'économiser les ressources naturelles. Afin de remplir les objectifs de « zéro emprunt, zéro déchets » dans les cahiers des charges des nouveaux projets de construction, il est fondamental d'utiliser l'ensemble de ces matériaux.

Dans ce sens, la stabilisation à la chaux et/ou aux liants hydrauliques est une technique, qui permet d'améliorer la maniabilité, et les propriétés hydromécaniques des sols en vue de leur valorisation. Pourtant, certains sols aux propriétés médiocres, notamment certains sols argileux, posent des problèmes de mise en œuvre. C'est notamment le cas des sols fins résultant de l'altération du massif Armoricaïn (altérites), qui sont principalement constitués de kaolinite et de micas. Les travaux récents de Delavernhe [2011] laissent tout de même entrevoir des possibilités d'utilisation de ces sols avec une stabilisation à la chaux. Cependant, certaines précautions doivent être prises. L'ajout de modificateurs de prise, ou la protection du sol vis-à-vis de l'eau durant les premiers jours consécutifs à l'ajout de chaux seraient ainsi des solutions possibles.

D'une manière générale, la réactivité d'un sol vis-à-vis du traitement est fortement influencée par la composition minéralogique. Une étude précédente a ainsi permis d'étudier la contribution plus particulière de la kaolinite lors de l'ajout de chaux [Maubec, 2010]. Les travaux de Delavernhe [2011] ont aussi permis de caractériser le comportement des micas, et de montrer un effet composite avec la kaolinite lors de l'ajout de chaux.

Toutefois, le traitement mixte (à la chaux et aux liants hydrauliques) est bien souvent

préférée à l'utilisation uniquement de chaux dans les chantiers. L'intérêt pour ces sols étant relativement récent, les effets d'un traitement mixte sur ces matériaux sont encore mal connus.

Dans ce contexte, le premier objectif de ces travaux de thèse est donc de comprendre le comportement de ces sols fins de type altérite lors de l'ajout cumulé de chaux et de ciment. On cherchera principalement à comprendre comment la chaux et le ciment peuvent améliorer le comportement mécanique.

Par ailleurs, les ouvrages en sol traité sont soumis à de nombreux facteurs environnementaux susceptibles d'altérer leurs propriétés, et donc leurs performances. La question de la durabilité du traitement, et du maintien de la performance se pose donc. Le second objectif de cette thèse est donc d'évaluer la durabilité de ce type de sol. Elle sera suivie par un indicateur de performance mécanique.

Il est avéré que l'eau est une des principales sources de la dégradation de ces matériaux. Le comportement des sols traités lors de sollicitations hydriques est donc un paramètre crucial. Néanmoins, il est encore à l'heure actuelle méconnu. Là encore, les seules données existantes concernent des sols traités à la chaux. Le comportement particulier des altérites est, quant à lui, totalement inconnu. Dans l'optique d'apporter de nouvelles connaissances à ce sujet, les effets particuliers d'une circulation continue d'eau sur une altérite traitée à la chaux et au ciment seront étudiés. L'intérêt sera alors de comprendre les processus de dégradation.

Cependant, les cas d'études concernant les altérites, ainsi que leurs applications étant encore peu nombreuses, ces travaux doivent être replacés dans un cadre représentatif. L'ensemble de l'étude sera donc aussi conduite sur un sol fin « classique », qui servira de référence. On le choisira avec une granulométrie proche de l'altérite.

Afin de mener à bien ces objectifs, une démarche multi-échelle est mise en œuvre. Le couplage entre la physico-chimie, la microstructure, et le comportement hydromécanique, s'avère en effet efficace pour décrire de manière complète les répercussions de l'ajout de chaux et de ciment à un sol. De plus, une première approche de modélisation couplée chimie-transport doit permettre de quantifier les mécanismes mis en jeu, et éventuellement responsables de modifications de la microstructure (et donc des propriétés hydrauliques

et mécaniques). L'objectif sera aussi d'envisager plus tard des études prédictives sur le comportement global des sols traités.

Ce document aspire donc à apporter des éléments de réponse aux interrogations sur le comportement de ces sols traités. Il s'articule en cinq chapitres.

Dans le premier chapitre, la constitution d'un sol limoneux sera d'abord décrite brièvement. Un bilan de l'état des connaissances sur les effets de l'ajout de chaux et de ciment sur ces sols sera ensuite dressé. Puis, les effets d'une circulation d'eau sur ces matériaux seront évoqués. L'accent sera plus particulièrement mis sur les comportements mécanique, hydrodynamique, microstructural et physico-chimique.

Le deuxième chapitre est ensuite consacré à la caractérisation des matériaux utilisés. On précisera leurs propriétés géotechniques, physico-chimiques, et minéralogiques. La présentation de la démarche expérimentale et les techniques d'analyses utilisées pour cette étude seront ensuite décrites. On y détaillera les protocoles de préparation des échantillons, mais aussi les conditions utilisées lors des essais de circulation d'eau.

Le troisième chapitre, est consacré à l'étude multi-échelle des effets de l'ajout de chaux et de ciment sur les deux sols considérés. Les résultats de caractérisations mécaniques, microstructurales, et physico-chimiques seront présentés. Cela doit permettre d'évaluer comment se répercute l'ajout de chaux et de ciment. Elles permettront aussi d'apprécier les différences de réactivité, et de comportement qui peuvent être relevées entre les deux matériaux en conditions statiques (sans circulation d'eau).

Le quatrième chapitre, est bâti selon la même structure que le précédent. Les caractérisations mécaniques, microstructurales, et physico-chimiques seront ainsi présentés, mais cette fois après une circulation continue d'eau. L'objectif est désormais d'évaluer comment se dégrade le matériau sous ces conditions, et en combien de temps. Là encore, les éventuelles différences entre les deux sols seront soulevées.

Pour terminer, le cinquième chapitre est consacré à une approche de modélisation numérique des données expérimentales acquises lors de cette étude. Après avoir calé le système géochimique à l'aide d'essais en milieu dilué, les essais de circulation d'eau seront modélisés.

Chapitre 1

ÉTAT DE L'ART

L'objectif de ce premier chapitre est de dresser un bilan des connaissances actuelles sur les caractéristiques des sols traités à la chaux et au ciment. Avant cela, on résumera d'abord brièvement dans une première partie les caractéristiques des sols fins. Dans une deuxième partie, on rappellera les effets de l'ajout de chaux et de ciment à un sol fin. On s'intéressera aux modifications physico-chimiques, microscopiques et macroscopiques. Pour terminer, on présentera l'état des connaissances concernant les effets d'une circulation d'eau. On s'intéressera plus particulièrement dans cette partie aux informations que l'on peut trouver dans la littérature sur les mécanismes de dégradation qui entrent en jeu lors de la lixiviation de ces matériaux, sans toutefois négliger l'aspect multi-échelles.

1.1 INTRODUCTION SUR LES SOLS

1.1.1 Généralités sur les sols

Un sol peut être défini comme un matériau meuble, formé de l'assemblage de grains solides, de taille allant de la particule argileuse jusqu'au bloc rocheux. Les propriétés physiques et mécaniques des sols dépendent principalement de la granulométrie, mais aussi de la nature des minéraux constitutifs et de leur assemblage. Les minéraux silicatés représentent à eux seuls 95% des minéraux présents dans l'écorce terrestre [Pomerol & Renard, 1995]. Ils sont constitués d'un assemblage de tétraèdres SiO_4^{4-} . Selon la nature de cet assemblage, plusieurs familles de silicates sont définies parmi lesquelles on peut citer les tectosilicates (quartz, feldspaths), les inosilicates (amphiboles, pyroxènes), les néosilicates (grenats) et les phyllosilicates (micas et minéraux argileux). En plus des silicates, les sols peuvent contenir, dans des proportions plus ou moins importantes, des

carbonates, des sulfates, des phosphates, des sulfures, des chlorures, des oxydes ou des métaux.

En géotechnique, les sols sont généralement classés en fonction de leur granulométrie. On distingue surtout par ordre décroissant de taille de grains les sables, les limons et les argiles. Les sols limoneux sont généralement constitués majoritairement de quartz et d'une fraction argileuse dont la proportion est très variable. Cependant, la prise en compte de cette dernière est primordiale. Les argiles ont en effet une influence prépondérante dans le comportement des sols, et dans les processus physico-chimiques qui interviennent lors de la stabilisation des sols à la chaux et/ou au ciment. Afin d'en rendre compte, il est alors essentiel de s'intéresser à leurs constitutions et à leurs propriétés.

1.1.2 Structure des phyllosilicates

Les phyllosilicates (dont font partie les minéraux argileux et les micas) sont des minéraux formés par un empilement de feuillets leur conférant une structure lamellaire. Les feuillets sont formés par l'association de couches de tétraèdres de silicates (notée T) et d'octaèdres d'aluminates (notée O).

Les couches tétraédriques présentent souvent des substitutions partielles des ions silicium par des cations de valence plus faible comme de l' Al^{3+} ou du Fe^{3+} . L'aluminium en position octaédrique peut aussi être substitué partiellement par du Mg^{2+} ou du Fe^{3+} . Ces substitutions sont isomorphiques (les paramètres de maille du cristal restent quasi-inchangés), mais conduisent à un déficit de charge au sein des feuillets qui est compensé par des cations. Ceux-ci occupent alors l'espace interfoliaire et/ou les bords du minéral. La nature de ces cations compensateurs varie selon les minéraux. Ainsi, la muscovite ($\text{KAl}_2\text{AlSi}_3\text{O}_{10}(\text{OH})_2$) est caractérisée par la présence de K^+ dans l'espace interfoliaire alors que les smectites sont surtout composées de Na^+ ou Ca^{2+} . Il est aussi possible que le déficit de charge soit compensé par un composé ionique comme dans les chlorites ($((\text{K},\text{Mg},\text{Al})_6(\text{Si},\text{Al})_4\text{O}_{10}(\text{OH})_8$).

Selon l'enchaînement des couches au sein d'un feuillet, on distingue trois grands types de phyllosilicates :

- i). Le groupe TO correspond à des minéraux dont les feuillets sont formés par la superposition d'une couche tétraédrique et d'une couche octaédrique (figure 1.1a). Dans chaque octaèdre, 2 atomes d'oxygène sont partagés avec la position apicale de deux tétraèdres de silicate, 1 oxygène forme une liaison O-H au milieu de la cavité hexagonale formée par l'association des tétraèdres, et 3 atomes d'oxygène forment

une liaison O-H du côté opposé à la couche siliceuse. Les feuillets TO sont liés les uns aux autres par des liaisons hydrogènes entre les groupements O-H d'une couche O et les atomes d'oxygène de la couche T du feuillet voisin. La distance basale qui correspond à l'épaisseur d'un feuillet ainsi qu'à l'épaisseur de l'espace interfoliaire est proche de 7Å.

Parmi ce groupe, on distingue la famille des kaolinites. Ces minéraux sont très peu substitués et ne possèdent donc pas de cations compensateurs en position interfoliaire. La formule générale des kaolinites est $\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$.

- ii). Le groupe TOT dans lequel les feuillets sont constitués d'une couche O imbriquée entre deux couches T (figure 1.1b). L'environnement chimique des atomes d'oxygène des octaèdres est alors différent du groupe TO. Ainsi, 4 atomes d'oxygène sont partagés avec la position apicale de quatre tétraèdres de silicate (2 par couche tétraédrique d'un même feuillet) et 2 oxygènes forment une liaison O-H au milieu de la cavité hexagonale de chaque couche de tétraèdres.

Dans ce groupe, on distingue deux grandes familles. Tout d'abord la famille des micas dans laquelle les substitutions cationiques ont lieu principalement dans les couches tétraédriques. La charge ainsi engendrée est compensée par la présence d'ions K^+ dans l'espace interfoliaire. Les cations K^+ possèdent un diamètre non hydraté très proche de celui des cavités siloxanes formées par l'association des tétraèdres de silicium. Il permet ainsi de lier fortement les feuillets entre eux, et de maintenir une structure compacte. Ces cations s'hydratent par ailleurs très peu. La distance basale est alors proche de 10Å.

Ensuite, la famille des smectites est aussi du groupe TOT. Des substitutions peuvent se produire majoritairement au sein de la couche octaédrique (ex : montmorillonite) ou tétraédrique (ex : beidellite). Généralement, la charge est compensée dans l'espace interfoliaire par des ions Ca^{2+} ou Na^+ . Ceux-ci ont un diamètre plus faible que celui du K^+ , et lient moins fortement les feuillets. Ils peuvent aussi s'entourer facilement d'une couche d'hydratation. Cette hydratation des cations compensateurs confère aux smectites un potentiel de gonflement, parfois important, en présence d'eau. La distance basale peut alors varier entre 14 et 17Å selon le degré d'hydratation et selon les minéraux.

- iii). Le groupe TOT-O dans lequel une couche octaédrique est intercalée entre deux feuillets TOT. La chlorite fait partie de ce groupe.

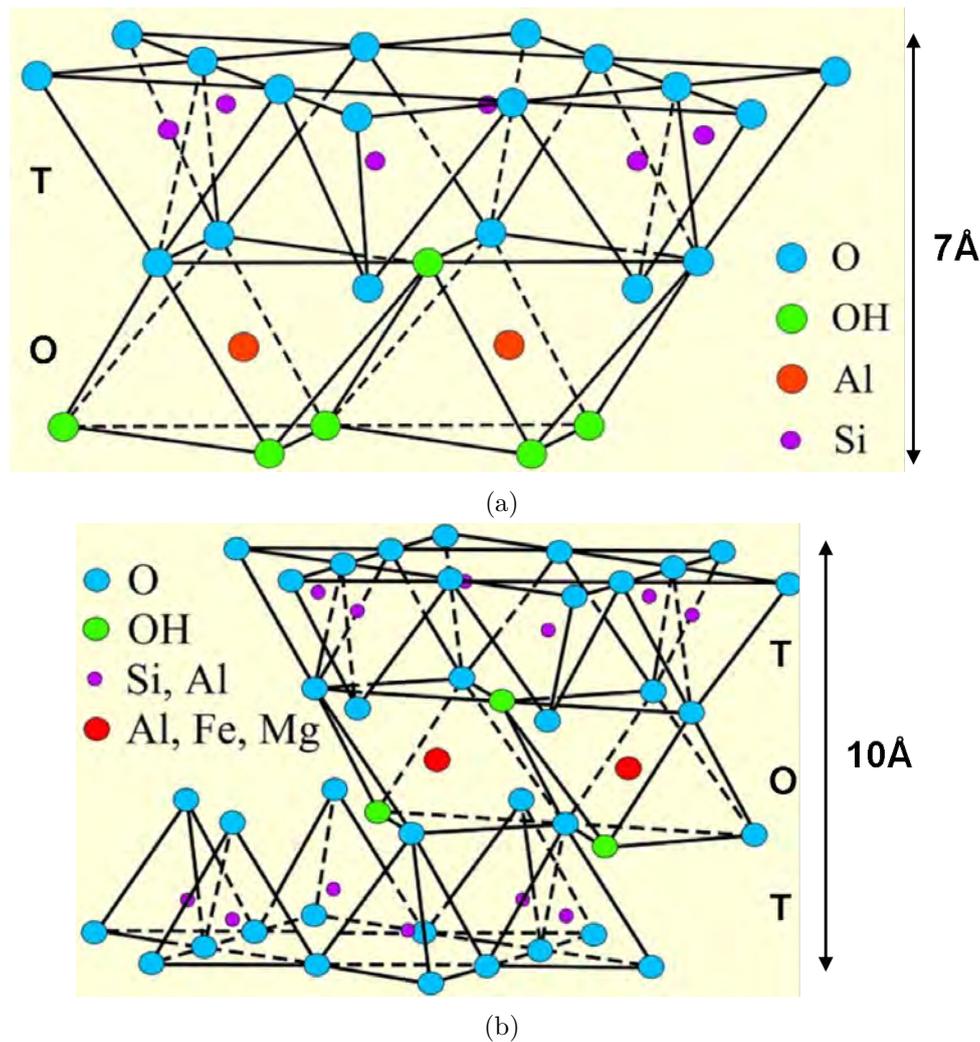
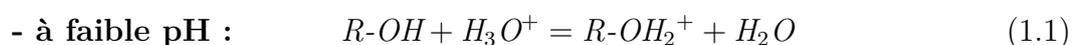


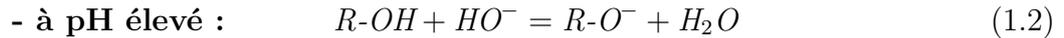
Figure 1.1 – Représentation de l'empilement des couches dans une structure de type TO (a) et TOT (b).

1.1.3 Propriétés des minéraux argileux

1.1.3.1 Charges de surface

La charge négative liée aux substitutions isomorphiques dans les feuillets est dite permanente. Cependant, les minéraux argileux peuvent aussi présenter une charge dépendant du pH du milieu via l'hydrolyse des groupements hydroxyles. Ce type de charge est localisée sur les faces latérales des particules. Selon le pH, les groupements hydroxyles se présentent sous une forme intermédiaire entre les formes limites $R-OH_2^+$ (pH faible) et $R-O^-$ (pH élevé), comme illustré par les équations 1.1 et 1.2 :





La distribution spatiale des charges compensatrices peut être décrite par la théorie de la triple couche (modèle de Gouy-Chapman-Stern-Grahame (1947), illustré sur la figure 1.2). Les charges compensatrices y sont réparties dans une couche de Stern et une couche diffuse, séparées l'une de l'autre par le plan de Stern, ou plan externe de Helmholtz (OHP). La couche de Stern est la couche la plus proche de la surface chargée et est elle-même séparée en deux par le plan interne de Helmholtz (IHP). Les cations contenus dans la couche de Stern sont fortement retenus par des forces électrostatiques. On distingue alors les cations dépourvus de leur sphère d'hydratation situés entre la surface chargée et le plan interne de Helmholtz, et les cations hydratés se trouvant quant à eux entre plan IHP et le plan OHP. Dans la couche diffuse (aussi appelée couche de Gouy-Chapman), se trouvent des cations mobiles et des anions en quantité plus faible. La concentration en cations y diminue de manière exponentielle en s'éloignant de la surface chargée

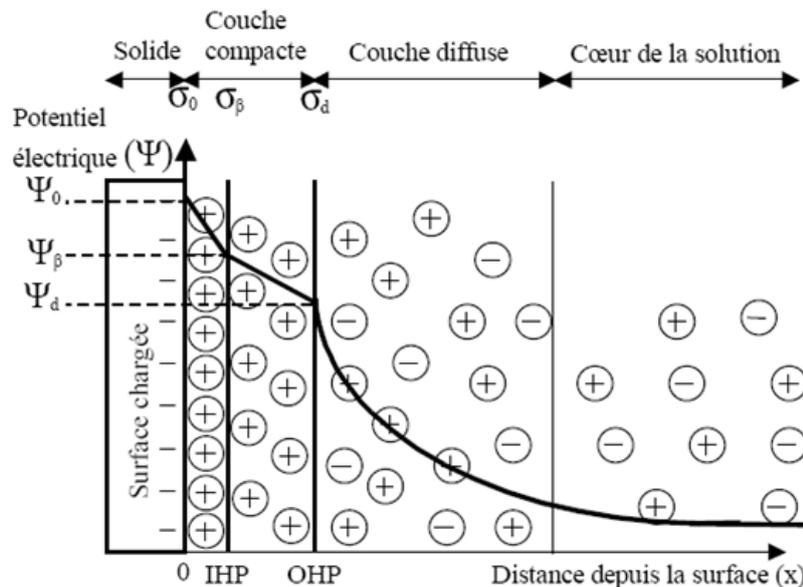


Figure 1.2 – Représentation du modèle de la triple couche.

Les interactions (attraction/répulsion) entre les particules chargées sont alors fonction de la taille de la couche diffuse [Muller, 2005]. Elles peuvent être décrites par la théorie DLVO (Derjaguin, Landau, Verwey, Overbeek) [Verwey & Overbeek, 1948; Derjaguin & Landau, 1993], illustrée sur la figure 1.3. Dans cette théorie, l'énergie d'interaction entre deux particules résulte d'un équilibre entre les forces d'attraction et de répulsion, et dépend de la distance entre les deux particules (figure 1.3). La distance entre deux particules correspond ainsi à la distance telle que l'énergie d'interaction est minimale.

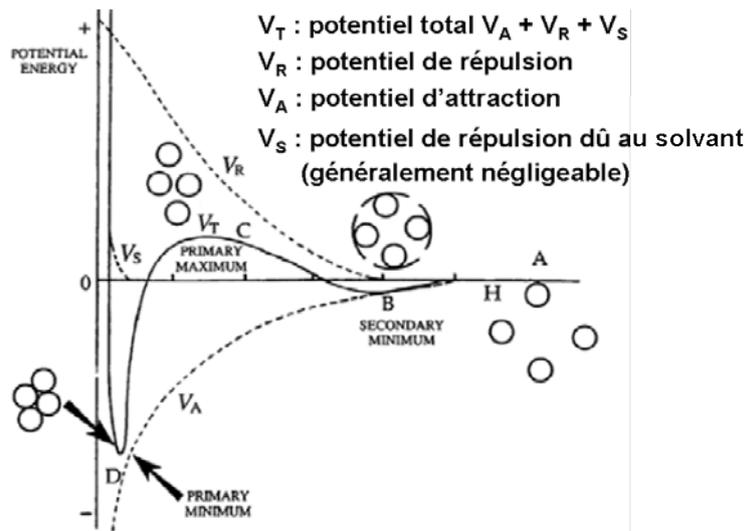


Figure 1.3 – Évolution de l'énergie d'interaction entre deux particules selon la théorie DLVO.

1.1.3.2 La capacité d'échange cationique (CEC)

Les cations compensateurs, qui sont localisés sur les surfaces externes des particules et entre les feuillets unitaires, sont plus ou moins labiles. Ils peuvent alors être échangés avec d'autres cations présents dans le milieu environnant. On définit alors la capacité d'échange cationique (CEC) qui est la capacité d'une argile à échanger des cations. C'est une propriété intrinsèque d'un minéral argileux que l'on exprime en milliéquivalents par unité de masse ou de surface de l'échangeur. Les sites d'échanges peuvent être liés aux charges permanentes ou aux charges induites.

La capacité d'échange cationique varie en fonction de la nature des minéraux, de la température et du pH de la solution. Elle dépasse rarement les 20 meq/100g dans les kaolins (minéraux ne contenant pas de cations compensateurs). Dans le cas des illites ($((K,H_3O)Al_2(Si_3,Al)4O_{10}(H_2O,(OH)_2))$), le potassium en position interfoliaire forme des liaisons ioniques fortes avec les feuillets et est donc difficilement échangeable. Leur CEC est de l'ordre de 10-40 meq/100g [Cailliere & Hénin, 1963; Viallis-Terrisse, 2000]. Les smectites ($((Na,Ca)_x(Al,Mg)_2Si_4O_{10}(OH)_2,nH_2O)$), sont quant à elles caractérisées par une CEC plus importante (80-150 meq/100g).

1.1.3.3 La surface spécifique

La petite taille des phyllosilicates conjuguée à leur structure en feuillet leur confère une surface spécifique (notée S) importante. La surface spécifique correspond à la surface (externe et de l'espace interfoliaire) en contact avec le milieu environnant pour une

quantité donnée d'argile et s'exprime en m^2/g . Elle est relativement faible dans les minéraux de type TO, alors qu'elle peut être très élevée dans les minéraux de type TOT.

Les principales caractéristiques de quelques phyllosilicates sont présentées dans le tableau 1.1.

Table 1.1 – Caractéristiques de quelques phyllosilicates [Wakim, 2005; Bergaya *et al.*, 2006].

type	Nom	Distance basale (Å)	CEC (meq/100g)	Surface spécifique (m^2/g)
TO	Kaolinite	7	3 - 15	10 - 20
TOT	Muscovite	10	> 5	-
TOT	Illite	10	10 - 40	65 - 100
TOT	Smectite	10 - 17	80 - 150	700 - 840
TOT-O	Chlorite	14	10 - 15	-

1.2 EFFETS DE LA CHAUX ET DU CIMENT SUR UN SOL FIN

Dans cette partie, l'objectif est de rendre compte de l'état des connaissances concernant les effets d'un traitement à la chaux et au ciment sur la physico-chimie, la microstructure et le comportement macroscopique d'un sol. On relèvera d'abord les mécanismes physico-chimiques qui entrent en jeu. Pour cela, on se penchera surtout sur les effets causés sur les minéraux argileux, ainsi que sur les différences qui peuvent être rencontrées selon la nature minéralogique du sol. On présentera ensuite les effets sur la microstructure, et notamment la façon dont se répartissent la chaux et le ciment dans un sol. Enfin, les conséquences sur les performances mécaniques et hydrauliques seront décrites.

1.2.1 Généralités sur la chaux et le ciment

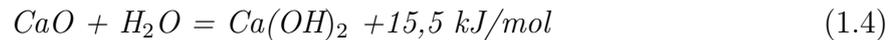
1.2.1.1 La chaux

La chaux vive (CaO) provient de la calcination du carbonate de calcium à une température supérieure à 900°C , selon la réaction 1.3 :



L'ajout de chaux vive à un sol humide conduit, dès les premières minutes, à son hydratation, formant ainsi de l'hydroxyde de calcium (portlandite) selon l'équation 1.4.

La consommation de molécules d'eau qui en résulte, ainsi que l'exothermicité de la réaction provoque une diminution de la teneur en eau. Généralement, on considère que l'addition de 1% de chaux à un sol humide (par rapport à la masse sèche du sol) entraîne une diminution comprise entre 1 et 1,5% de la teneur en eau [Schaeffner & Philippe, 1970; Venuat, 1980].



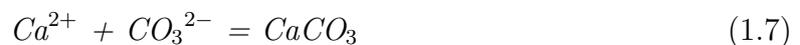
La portlandite est soluble dans l'eau. Sa dissolution conduit à la mise en solution d'ions Ca^{2+} et d'ions HO^- (équation 1.5). Cela induit une augmentation du pH, d'autant plus forte que la quantité de chaux ajoutée est importante [Clare & Cruchley, 1957; Mc Callister, 1990; Rao & Shivananda, 2005; Le Runigo, 2008]. La solubilité de la portlandite est de 22 mmol/L à 20°C dans l'eau pure, soit un pH d'équilibre de la solution de 12,4.



En milieu fortement basique, les ions Ca^{2+} libérés au sein de la solution lors de la dissolution de la portlandite se combinent partiellement avec les ions HO^- pour former le complexe $CaOH^+$ selon l'équation 1.6 [Vernet, 1992].



Une partie de la chaux peut aussi se carbonater au contact du dioxyde de carbone dissout dans l'eau et précipiter sous forme de carbonate de calcium ($CaCO_3$).



1.2.1.2 Le ciment (CEM II) et la réaction hydraulique

Il existe plusieurs types de ciments que l'on regroupe sous les appellations CEM I à CEM V en fonction de leur composition (normes NF P15-301 et ENV 197-1). Dans notre cas, on ne s'intéressera qu'aux ciments de type CEM II. Ceux-ci contiennent entre 65% et 95% de clinker. Le reste est composé de calcaire (généralement autour de 10%) et de gypse, et éventuellement de cendres volantes, de laitier de haut fourneau, de pouzzolane naturelle ou de fumée de silice. Le clinker est obtenu par cuisson d'un mélange de calcaire et d'argile à une température proche de 1450°C. Le clinker est composé de quatre

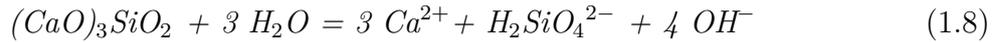
constituants principaux répertoriés dans le tableau 1.2.

Table 1.2 – Principaux constituants et composition moyenne du clinker

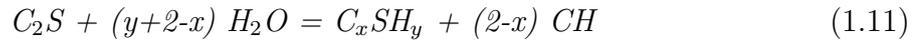
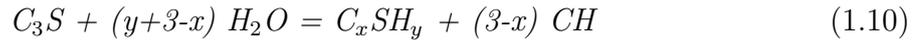
Nom	Formule chimique	Not. ciment. ¹	% mass.
Silicate tricalcique	(CaO) ₃ SiO ₂	C ₃ S	60 - 65
Silicate bicalcique	(CaO) ₂ SiO ₂	C ₂ S	10 - 20
Aluminate tricalcique	(CaO) ₃ Al ₂ O ₃	C ₃ A	08 - 12
Alumino-ferrite tétracalcique	(CaO) ₄ Al ₂ O ₃ Fe ₂ O ₃	C ₄ AF	08 - 10

1.2.1.2.a Hydratation du C₃S et du C₂S

Les mécanismes d'hydratation du C₃S et du C₂S sont proches. Leur hydratation conduit à la formation de silicates de calcium hydratés (C-S-H) selon un processus de dissolution-précipitation. Dans le cas du C₃S, les équations des réactions d'hydratation sont les suivantes [Nonat, 2005] :



Les concentrations en HO⁻ et en Ca²⁺ sont telles que de la portlandite (Ca(OH)₂) précipite aussi. Les équations globales sont alors les suivantes [Moudilou, 2000] :



La dissolution du C₂S est néanmoins plus lente et se prolonge après la dissolution du C₃S, notamment du fait que la dissolution du C₃S conduit à une solution sursaturée en C₂S [Barret & Bertrandie, 1986; Taylor, 1997; Scrivener & Nonat, 2011]. Cela est illustré à partir des courbes de solubilité du C₂S, du C₃S et des C-S-H, et comparée à l'évolution de la composition chimique de la solution au cours de l'hydratation (figure 1.4).

1. Dans la notation cimentière, C : CaO ; S : SiO₂ ; A : Al₂O₃ ; F : Fe₂O₃ ; \bar{C} : CO₂ ; H : H₂O

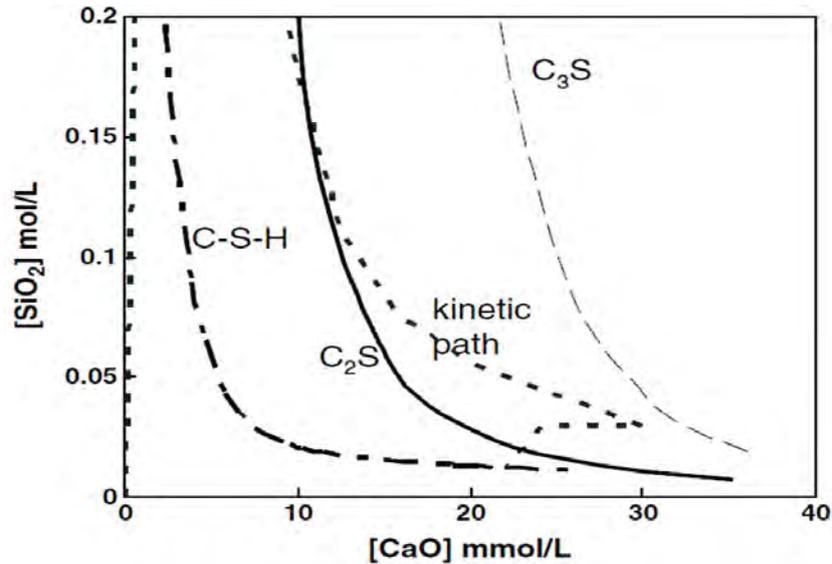


Figure 1.4 – Courbes de solubilité du C_2S , du C_3S et des C-S-H, comparée à l'évolution de la composition chimique de la solution au cours de l'hydratation [Scrivener & Nonat, 2011].

Les C-S-H sont des composés nanocristallins qui présentent une structuration à courte distance (inférieure à 100 \AA) et sont parfois assimilés à des gels. Leur stœchiométrie, exprimée par le rapport Ca/Si est très variable. Ce rapport augmente ainsi avec la concentration en calcium et avec le pH de la solution interstitielle [Cong & Kirkpatrick, 1996; Nonat, 2004; Richardson, 2008]. On distingue généralement trois domaines en fonction du rapport Ca/Si : les α -C-S-H (rapport Ca/Si compris entre 0,66 et 1,0), les β -C-S-H (rapport Ca/Si compris entre 1,0 et 1,5) et les γ -C-S-H : (rapport Ca/Si compris entre 1,5 et 2,0) [Lecoq, 1993]. L'évolution du rapport Ca/Si des C-S-H en fonction de la concentration en chaux dans la solution est présentée sur la figure 1.5.

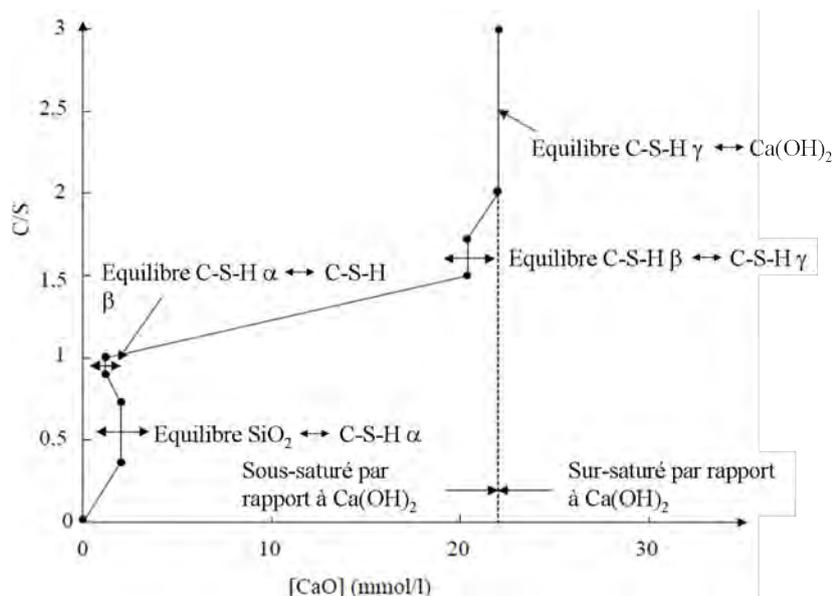


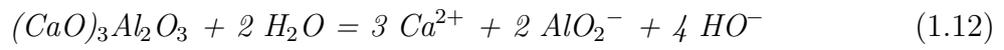
Figure 1.5 – Évolution du rapport Ca/Si des C-S-H en fonction de la concentration en chaux dans la solution d'équilibre [Viallis-Terrisse, 2000].

Lors de l'hydratation du ciment, les C-S-H se développent autour des grains anhydres de C_3S ou de C_2S (par ex. [Lecoq, 1993; Scrivener & Nonat, 2011]). Les forces d'interactions entre deux C-S-H voisins peuvent aussi être décrites par la théorie DLVO (figure 1.3). Au cours de leur croissance, les C-S-H voisins se rapprochent jusqu'à une distance limite. Afin de réduire les forces de tensions de surfaces, ils se rejoignent alors via des mécanismes de coalescence [Chappuis, 1999; Ylmén *et al.*, 2009]. On assiste ainsi à la formation de ponts liants, qui explique le gain de cohésion observé lors de l'hydratation d'un ciment.

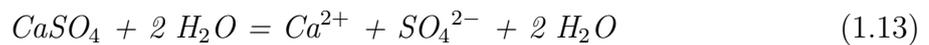
1.2.1.2.b Hydratation du C_3A

La dissolution simultanée du C_3A et du gypse, dès les premières minutes d'hydratation, conduit à la mise en solution de calcium, d'aluminates et de sulfates. Lorsque leur concentration devient suffisante, on assiste à la précipitation d'ettringite (trisulfoaluminate de calcium hydraté, phase de type AFt ou Al_2O_3 - Fe_2O_3 -trisubstitué) selon les processus de dissolution-précipitation décrits dans les équations suivantes [Vernet, 1992; Cabane, 2004].

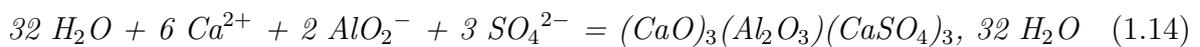
Dissolution du C_3A :



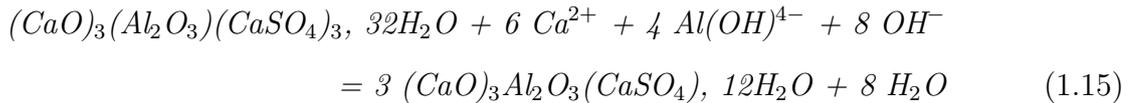
Dissolution du gypse :



Précipitation d'ettringite :



Lorsque le gypse est épuisé (généralement au bout de quelques dizaines d'heures [Vernet, 1992]), la concentration en sulfate dans la solution diminue, ce qui provoque la dissolution progressive de l'ettringite. Il s'en suit alors la précipitation de monosulfoaluminate de calcium hydraté (de type AFm ou Al_2O_3 - Fe_2O_3 -monosubstitué) selon l'équation 1.15. La consommation complète de l'ettringite initialement présente dans le clinker demande généralement quelques semaines.



Le gypse est ajouté en trop faible quantité (autour de 5%) pour réagir avec tout le C₃A. La dissolution des C₃A se poursuit alors et conduit à la formation d'aluminates de calcium hydratés (C-A-H). Les C-A-H sont séparés en deux grandes familles : les C-A-H cubiques (ou hydrogrenats) dont le plus courant est C₃AH₆, et les C-A-H lamellaires (de type AFm) dont les plus courants sont le C₂AH₈ et le C₄AH₁₃. Les phases AFm présentent une structure lamellaire hexagonale dérivant de la structure des feuillets de portlandite. L'espace inter-feuillet contient des anions compensateurs de charge, par exemple des hydroxydes, des chlorures ou des carbonates. Dans les ciments calcaires, on observe généralement l'intercalation de carbonates dans la structure des C-A-H. Cela conduit à la formation de carbo-aluminates de calcium hydratés. Selon la concentration en carbonates, on pourra observer de l'hémicarboaluminate de calcium hydraté (C_{3,5}A \bar{C} _{0,5}H₁₂) ou du monocarboaluminate de calcium hydraté (C₄A \bar{C} H₁₁) [Damidot *et al.*, 1994; Matschei *et al.*, 2007]. Le C_{3,5}A \bar{C} _{0,5}H₁₂ nécessite un minimum de 3,9% en masse de carbonates, alors que le C₄A \bar{C} H₁₁ en nécessite 7,7% [Matschei *et al.*, 2007].

A l'instar des C-S-H, la nature des C-A-H dépend de la composition chimique de la solution avec laquelle ils sont en équilibre. Cela est illustré par la figure 1.6 qui présente les courbes de solubilité du C₂AH₈, du C₄AH₁₃ et du C₃AH₆.

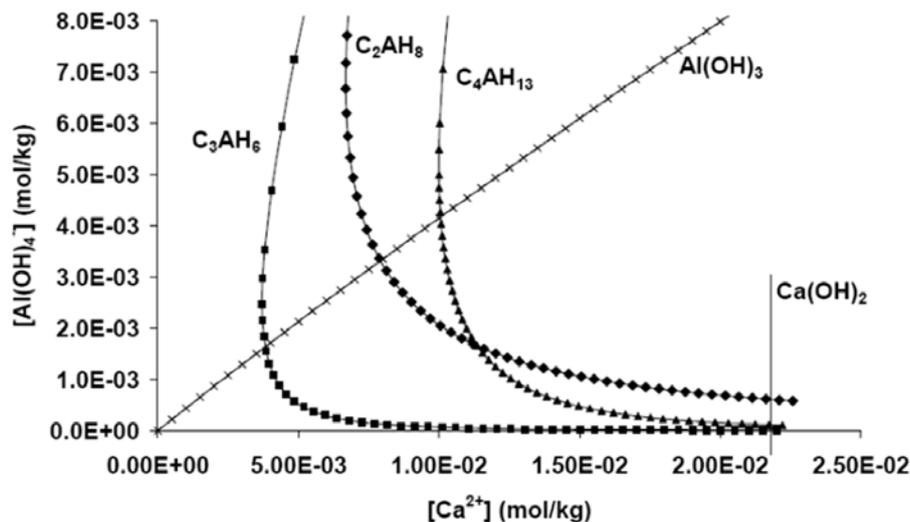


Figure 1.6 – Courbes de solubilité des principaux C-A-H, de la portlandite et de Al(OH)₃ [Perez, 2002].

Les hydrogrenats (C-A-H cubiques) sont d'ailleurs thermodynamiquement plus stables que les C-A-H lamellaires (C₂AH₈ et C₄AH₁₃). Ils peuvent donc résulter de la conversion

au cours du temps du C_2AH_8 et du C_4AH_{13} , et correspondent ainsi à une stabilisation naturelle du système à long terme.

1.2.1.2.c Hydratation du C_4AF

Les C_4AF sont une solution solide de formule $C_2A_pF_{(1-p)}$ avec p compris entre 0 et 0,7. L'hydratation des C_4AF en présence de gypse conduit à la formation de composés similaires à ceux obtenus lors de l'hydratation des C_3A mais qui peuvent présenter des substitutions de l'aluminium par du fer. Leur formule brute est alors du type $(CaO)_3(Al_2O_3,Fe_2O_3)CaSO_4,12H_2O$. Perez [2002] a aussi mis en évidence la formation d'hydroxyde de Fer(III) ($Fe(OH)_3$) parallèlement au monosulfoaluminate de calcium hydraté. De même que pour le C_3A , la dissolution du C_4AF se poursuit lorsque tous les sulfates de la solution sont épuisés. Cela conduit à la précipitation de $C_4A_{1-x}F_xH_{13}$ [Perez, 2002].

1.2.1.2.d Composition d'un ciment hydraté

D'après Scrivener *et al.* [2004], la composition après 28 jours d'un ciment CEM I hydraté est approximativement de 60% de composés amorphes (principalement des C-S-H), de 25% de portlandite et de 15% d'ettringite. La composition d'un ciment au cours de son hydratation est présentée sur la figure 1.7.

Les ciments CEM II sont des ciments calcaires. La présence de calcaire conduit principalement à une précipitation de monocarboaluminates en lieu et place d'une partie du monosulfoaluminates, ces derniers étant thermodynamiquement moins stables [Matschei *et al.*, 2007]. Cependant, les carbonates ne modifient pas de manière sensible les cinétiques d'hydratation du clinker [Lothenbach *et al.*, 2008]. Le tableau 1.3 présente les phases hydratées que l'on rencontre généralement lors de l'hydratation d'un ciment calcaire.

Pour terminer, on peut préciser qu'en présence de silicium et d'aluminium en solution, on observe souvent l'intercalation d'aluminium dans les C-S-H, conduisant à la formation de C-A-S-H [Faucon *et al.*, 1998; Andersen *et al.*, 2003; Thomas *et al.*, 2003; Andersen *et al.*, 2004]. La stoechiométrie de ces phases est notamment dépendante de la stoechiométrie initiale des C-S-H et de la concentration en aluminium dans la solution interstitielle [Pardal *et al.*, 2009]. Les C-A-S-H sont généralement moins solubles que les C-S-H [Chen, 2007].

Table 1.3 – Produits de l'hydratation d'un ciment calcaire contenant du gypse.

Phase du clinker	Hydrates formés
C_3S	$C-S-H$, $Ca(OH)_2$
C_2S	$C-S-H$, $Ca(OH)_2$
C_3A	$C_3A(CaSO_4)_3, 32H_2O$ puis $C_3A(CaSO_4), 12H_2O$ $C_{3,5}A\bar{C}_{0,5}H_{12}$ ou $C_4A\bar{C}H_{11}$ C_3AH_6 , C_4AH_{13}
C_4AF	$C_3(A,F)(CaSO_3)_3, 32H_2O$ puis $C_3(A,F)(CaSO_4), 12H_2O$ $C_4A\bar{C}H_{11}$ $C_3(A,F)H_6$, $C_4(A,F)H_{13}$

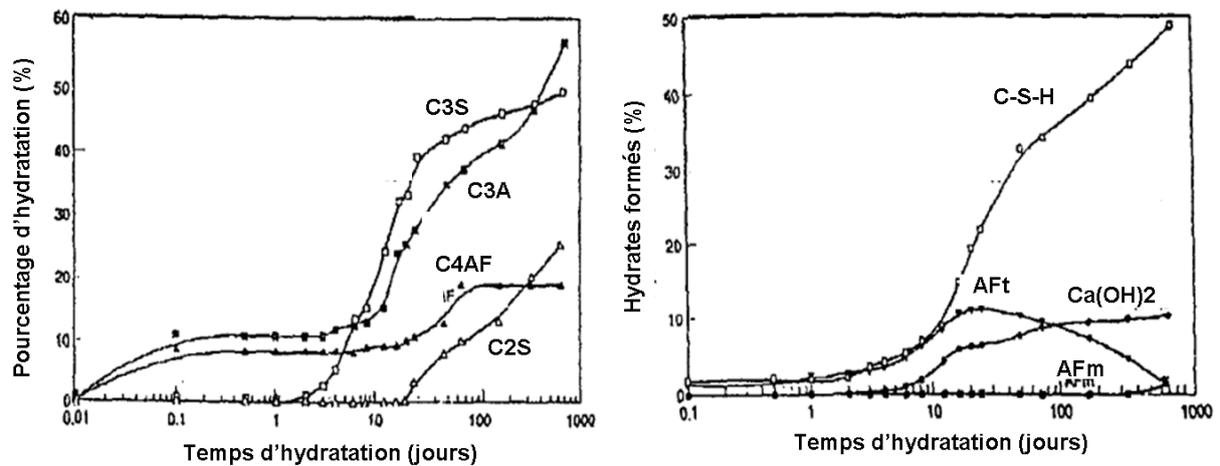


Figure 1.7 – Évolution des phases anhydres et hydratées lors de l'hydratation d'un ciment [Lea, 1998].

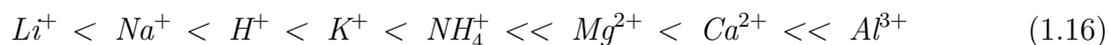
1.2.2 Effets physico-chimiques de la chaux et du ciment sur les minéraux argileux

Au contact de chaux et de ciment, les minéraux argileux subissent des modifications. Ce paragraphe en décrit les connaissances actuelles. Cependant, le traitement est généralement réalisé en deux étapes. La chaux est alors ajoutée en premier, et le ciment est ajouté ensuite.

1.2.2.1 Réactions d'échange cationique

Les réactions d'échange cationique sont très rapides. Lors de l'ajout de chaux, puis de ciment, elles sont donc majoritairement liées à la chaux. La mise en solution d'une quantité importante d'ions Ca^{2+} , lors de l'ajout de chaux, conduit à un déséquilibre de composition cationique entre les minéraux argileux et le milieu environnant. Il en résulte des échanges cationiques entre ces particules et la solution. Ces échanges sont principalement gouvernés par la taille et la valence des cations considérés, ainsi que leur concentration. En règle

générale, les cations sont remplacés par des cations de valence plus élevée [Little, 1995]. Lorsque deux cations de valence identique sont en compétition, un cation de fort rayon ionique hydraté remplace celui de rayon ionique plus faible. La série d'Hofmeister, dans laquelle un cation de droite en remplace un de gauche, est souvent utilisée.



1.2.2.2 Dissolution des minéraux argileux

1.2.2.2.a Effets de la chaux

L'addition de chaux et/ou de ciment conduit à une forte libération d'ions hydroxydes. Le pH augmente alors et favorise la dissolution des minéraux argileux. La dissolution des minéraux argileux est principalement fonction de leur structure chimique et cristallographique, du pH et de la composition chimique de la solution interstitielle, ainsi que de la température (*par ex.* [Bauer & Berger, 1998]). De nombreuses études ont été consacrées au comportement des minéraux argileux en milieu basique, indiquant que leur dissolution est généralement d'autant plus rapide que le pH est élevé. Cette accélération de la dissolution serait reliée à l'augmentation du nombre de sites de déprotonation des groupements silanols et aluminols, conduisant à une meilleure affinité avec l'eau [Stumm, 1997].

En milieu alcalin, plusieurs études montrent que la vitesse de dissolution en milieu basique de la montmorillonite est similaire à celle de l'illite, mais qu'elles sont toutes deux inférieures à celle de la kaolinite ($Al_2Si_2O_5(OH)_4$) [Bauer & Berger, 1998; Huertas *et al.*, 1999; Kohler *et al.*, 2003; Rozalen *et al.*, 2008].

Dans une solution de chaux, la dissolution de la kaolinite apparaît nettement plus lente que dans des environnements alcalins, comme le récapitule le tableau 1.4. L'adsorption de calcium en surface de la kaolinite peut être avancée pour expliquer le ralentissement de sa dissolution. Plusieurs études mentionnent en effet de fortes adsorptions de calcium à la surface de la kaolinite, mais sa spéciation fait encore débat [Atesok *et al.*, 1988; Diamond & Kinter, 1966; Konan *et al.*, 2007]. En effet, une forte agglutination de calcium, sous forme de $Ca(OH)^+$ peut être mise en évidence pour des pH supérieurs à 11 [Atesok *et al.*, 1988]. Cependant, Konan *et al.* [2007] proposent que le ralentissement de la dissolution est dû à l'adsorption d'une couche de $Ca(OH)_2 \cdot 4H_2O$. Si le calcium s'adsorbe sous cette forme, les calculs de Maubec [2010] tendraient à montrer que plusieurs couches de ce complexe pourraient s'accumuler à la surface de la kaolinite. Les travaux d'Eades & Grim

[1960] montrent que la dissolution de la kaolinite s'effectuerait principalement par les bords des particules. Le ralentissement de la dissolution observé serait dans ce cas causé par des interactions sur les surfaces latérales des particules. Le calcium a donc clairement un effet particulier, par rapport au potassium et au sodium, qui modifie fortement la dissolution des minéraux. Cependant, son rôle n'est actuellement pas encore totalement précisé.

Table 1.4 – Cinétique de dissolution (r) de la kaolinite dans différentes solutions par rapport au Si et à Al.

pH	T (°C)	Tampon pH	r (/Al) mol/m ² /s	r (/Si) mol/m ² /s	Référence
12,56	35	KOH	-	$1,1 \times 10^{-10}$	[Bauer & Berger, 1998]
13,18	35		-	$3,0 \times 10^{-10}$	
11,96	25	NaOH	$5,75 \times 10^{-13}$	$6,03 \times 10^{-13}$	[Huertas <i>et al.</i> , 1999]
12,99	25		$3,24 \cdot 10^{-12}$	$3,31 \times 10^{-12}$	
12,71	20	Ca(OH) ₂	$3,79 \times 10^{-15}$	$4,51 \times 10^{-15}$	[Maubec, 2010]
12,04	50		$8,64 \times 10^{-14}$	$5,28 \times 10^{-14}$	

Dans le cas de l'illite, du calcium s'adsorbe aussi en surface des particules sous la forme de Ca(OH)₂·4H₂O, et d'ailleurs de manière plus importante que pour la kaolinite [Konan *et al.*, 2007]. L'auteur explique cette différence par la plus grande surface spécifique de l'illite. Néanmoins, les effets sur sa dissolution restent encore à évaluer.

Pour terminer, Maubec [2010] observe qu'au contact d'une solution de chaux, une kaolinite se dissout plus lentement qu'une montmorillonite calcique. La montmorillonite, de par sa plus grande surface spécifique, est d'ailleurs généralement considérée comme la plus réactive au traitement à la chaux [Eades & Grim, 1960; Little, 1995].

1.2.2.2.b Effets du ciment

La dissolution des phases anhydres du ciment engendre elle aussi un pH élevé qui favorise la dissolution des minéraux argileux. Généralement, le ciment contient quelques pourcents d'hydroxyde de potassium (KOH) et de sodium (NaOH) qui sont très solubles dans l'eau à 20°C (autour de 1100 g/L). Leur dissolution totale est très rapide et provoque une forte libération d'ions Na⁺, K⁺, et HO⁻. Cette grande quantité d'ions HO⁻ en solution conduit, dès les toutes premières minutes, à un pH supérieur à 12,5. La forte concentration en K⁺ et Na⁺ diminue néanmoins la solubilité du calcium, et donc du C₃S, du C₂S, du C₃A et du C₄AF [Fratini, 1949; Jawed & Skalny, 1978; Duchesne & Reardon, 1995]. La concentration en calcium est alors inférieure à 22 mmol/L.

Les interactions entre les minéraux argileux et le ciment sont cependant encore mal

connues. Peu d'études existent ainsi sur l'impact du ciment sur les minéraux argileux et sur les mécanismes physico-chimiques mis en jeu. Il est donc compliqué de dresser un bilan complet du comportement de l'ensemble des minéraux argileux. On peut toutefois citer Pusch [1982] qui observe une dissolution assez faible de la chlorite en présence de ciment. La kaolinite se dissout aussi en présence de ciment [Millogo *et al.*, 2008]. Cependant, on dispose à l'heure actuelle de peu d'informations sur d'éventuelles différences de comportement des minéraux dans une solution de chaux et dans une solution de ciment. Il en va donc de même en ce qui concerne les mécanismes mis en jeu, et par exemple du rôle du calcium.

Les réactions d'hydratation du ciment sont généralement décrites dans l'eau pure, et là encore, on dispose de peu de données concernant l'impact de la présence de minéraux argileux sur les cinétiques des réactions, et éventuellement sur la nature des phases formées. Quelques études indiquent néanmoins une inhibition de l'hydratation du ciment en présence de kaolinite [Sakr *et al.*, 2003; Cherem Da Cunha *et al.*, 2008; Millogo & Morel, 2012]. En revanche, les mécanismes à l'origine de ces observations sont encore inexpliqués.

1.2.2.3 Dissolution des autres phases minérales

Les minéraux non argileux se dissolvent aussi en milieu basique. Pomakhina *et al.* [2012] observent notamment que la cristobalite (SiO_2) se dissout très fortement en présence de chaux. Sa dissolution est d'ailleurs plus rapide que celle de la montmorillonite. La cinétique de dissolution du quartz est quant à elle généralement plus élevée que la plupart des minéraux argileux fréquemment rencontrés dans les sols fins [Brady & Walther, 1990]. Les feldspaths $((\text{Ba}, \text{Ca}, \text{Na}, \text{K}, \text{NH}_4)(\text{Al}, \text{B}, \text{Si})_4\text{O}_8)$ sodiques et potassiques se dissolvent aussi en milieu alcalin [Fiebig & Hoefs, 2002], mais là encore moins vite que la montmorillonite ou la cristobalite (SiO_2) [Pomakhina *et al.*, 2012]. Comme les minéraux argileux, ils conduisent à la libération en solution de silicium, et d'aluminium, mais aussi de potassium et/ou de sodium.

1.2.3 Précipitation de composés secondaires/réactions pouzzolaniques

1.2.3.1 Réactions pouzzolaniques dans les sols

La dissolution des minéraux en présence de chaux enrichit notamment la solution en ions $\text{Al}(\text{OH})_4^-$ et $\text{H}_2(\text{SiO}_4)^{2-}$ qui peuvent se combiner avec les ions HO^- et le calcium en solution. On assiste ainsi à la formation de phases similaires à celles observées lors de l'hydratation des ciments, et contribuant à la cohésion des particules entre elles [Eades & Grim, 1966; Locat *et al.*, 1990; Little, 1995; Bell, 1996; Muller, 2005; Maubec, 2010; Delavernhe, 2011]. Ces phases peuvent être de type silicates de calcium hydratés (C-S-H), aluminates de calcium hydratés (C-A-H) et aluminosilicate de calcium hydratés (C-A-S-H).

Plusieurs auteurs indiquent que la formation de ces composés est croissante au cours du temps et se traduit par une diminution du pH et par une diminution de la conductivité électrique [Boardman. *et al.*, 2001; Rao & Shivananda, 2005; Maubec, 2010]. Par des analyses par RMN du solide, la formation croissante d'hydrates a clairement été mise en évidence de manière simultanée à la dissolution des minéraux par Pomakhina *et al.* [2012] (figure 1.8).

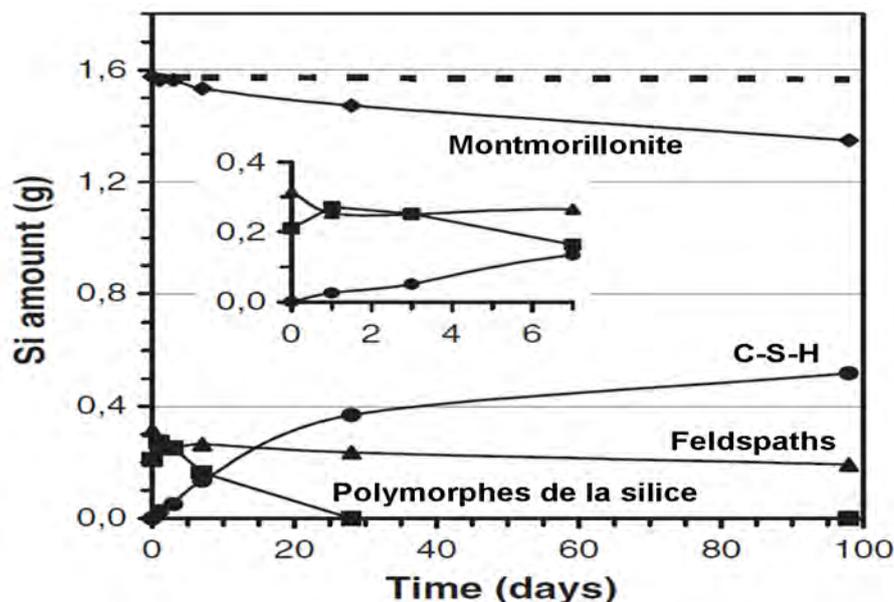


Figure 1.8 – Évolutions par RMN ^{29}Si des minéraux d'une bentonite calcique en suspension dans une solution à 10% de chaux [Pomakhina *et al.*, 2012].

Les mécanismes réactionnels conduisant à la formation de ces phases ont été décrits par une attaque de la surface des particules argileuses par la chaux [Eades & Grim, 1960; Ingles, 1970]. D'après Diamond & Kinter [1966] et Muller [2005], cette attaque se

traduit par une adsorption de calcium à la surface des particules, qui se combine ensuite avec le silicium et l'aluminium pour former des C-S-H et/ou des C-A-H. Pour tous ces auteurs, la formation des hydrates reste donc localisée à la surface des particules argileuses. Cependant, Xu *et al.* [1997] estiment que les phases hydratées se formeraient plutôt à la surface des particules de chaux. Pour eux, l'aluminium s'adsorberait tout d'abord sur la chaux. Il diffuserait ensuite à l'intérieur se combinerait pour former des C-A-H.

Selon la nature des minéraux argileux, les hydrates formés peuvent être différents, que ce soit en termes de structure et de stœchiométrie. Pour Boardman. *et al.* [2001], la kaolinite conduit préférentiellement à la formation de C-A-H alors que la montmorillonite est plutôt à l'origine de C-S-H. Cela est étayé par Maubec [2010] qui a montré que la dissolution de la kaolinite en présence de chaux conduit à la formation de $C_4A\bar{C}H_{11}$ et de C_3AH_6 , puis de C-(A)-S-H à long terme, alors que la dissolution de la montmorillonite provoque la formation de C_4AH_{13} , et surtout de C-S-H. Eades & Grim [1966] observent, pour leur part, la formation de C-S-H pour la kaolinite et l'hallowite ($Al_2Si_2O_5(OH)_4$), mais pas pour l'illite ou la bentonite. Concernant le quartz, il participe quant à lui, à la formation de C-S-H [Diamond *et al.*, 1964; Bell, 1996].

Finalement, il est parfois possible d'observer la précipitation d'autres types de phases minérales lors du contact de minéraux argileux avec la chaux et/ou le ciment. Quelques auteurs montrent, en effet, la formation de feldspaths ou d'illite [Bauer & Berger, 1998]. Des zéolites sont aussi susceptibles de précipiter. Leur formation est généralement observée pour des températures supérieures à 60°C [Pusch, 1982; Bauer & Berger, 1998; Bouchet *et al.*, 2004; Nakayama *et al.*, 2004], mais elle peut aussi être observée à température ambiante [Huertas, 2000]. L'analcime ($NaAlSi_2O_6 \cdot H_2O$) et la phillipsite ($((Ca,Na_2,K)_3Al_6Si_{10}O_{32} \cdot 12H_2O)$), sont alors des minéraux qui peuvent être rencontrés. Toutefois, la précipitation de ces minéraux nécessite que la composition chimique de la solution interstitielle respecte certaines conditions. Des quantités importantes de sodium et/ou de potassium (pouvant provenir par exemple de la dissolution de l'illite, du feldspath, de la montmorillonite) sont en effet indispensables.

1.2.3.2 Effets du ciment sur les réactions pouzzolaniques

Le pH élevé et les fortes concentrations en calcium, silicium et aluminium libéré par la dissolution du ciment peuvent aussi être source de réactions pouzzolaniques. Plusieurs auteurs en font ainsi état dans un système ciment/eau/minéraux argileux [Mitchell & Herzog, 1963; Osula, 1996; Cabane, 2004; Cherem Da Cunha *et al.*, 2008; Peethamparan

et al., 2008; Millogo & Morel, 2012]. Les travaux d'Osula [1996] indiquent que ces réactions pouzzolaniques débutent dès la première heure dans un système argile-ciment, mais ont une faible contribution sur le comportement du matériau. Pour Millogo & Morel [2012] la quantité de C-S-H formés via les réactions pouzzolaniques dans un sol traité au ciment est en effet négligeable par rapport à la quantité de C-S-H provenant de l'hydratation du clinker.

1.2.3.3 Facteurs influençant les réactions pouzzolaniques

D'après Eades & Grim [1960], il existe un seuil minimal de la quantité de chaux permettant l'initiation de ces réactions. Cette valeur limite est appelée point de fixation de la chaux (PFC). Plusieurs autres auteurs ont aussi montré que les phases hydratées ne se forment pas si la quantité de chaux est insuffisante [Hilt & Davidson, 1960; Khattab, 2002; Little, 1995; Locat *et al.*, 1996]. Pour ces auteurs, en deçà de cette valeur, le calcium serait totalement consommé par les réactions d'échanges cationiques et ne participerait pas aux réactions pouzzolaniques. D'après Locat *et al.* [1990], une teneur en eau importante favorise, en outre, les réactions pouzzolaniques en améliorant la dispersion des particules et la mobilité des ions.

Plusieurs auteurs ont montré que la température influence fortement la cinétique des réactions pouzzolaniques. Tout d'abord, des travaux effectués sur un même sol et avec un même dosage en chaux à 11,5°C [Boardman. *et al.*, 2001] et à 25°C [Rao & Shivananda, 2005] indiquent que les réactions pouzzolaniques apparaissent après 24 heures à 25°C alors qu'il faut attendre 7 jours à 11,5°C. Cet effet thermique a par la suite été confirmé entre 20°C et 50°C [Al-Mukhtar *et al.*, 2010b,a; Maubec, 2010; Delavernhe, 2011]. Dans tous les cas, les mesures de pH, de DRX et/ou d'ATG indiquent une consommation de la chaux et une formation d'hydrates plus rapide à 50°C qu'à 20°C. En se basant sur les variations de l'intensité d'un pic attribué à un C-A-H sur un diffractogramme de DRX, Al-Mukhtar *et al.* [2010b,a] estiment par exemple que la cinétique de formation d'hydrates est 6 fois plus rapide à 50°C qu'à 20°C sur un sol majoritairement constitué de smectite et de kaolinite. Cependant, ce rapport d'augmentation des cinétiques est très variable selon les études et les matériaux. À partir de l'évolution des résistances en compressions simple et de la quantité d'hydrates calculée à l'aide de données RMN, Maubec [2010] observe une cinétique multipliée par 13 entre 20°C et 50°C pour une kaolinite et pour une montmorillonite. Rojas & Cabrera [2002] ont, quant à eux, quantifié la quantité de chaux

restante par ATG à différentes échéances lors du traitement à la chaux d'un métakaolin. Ils observent ainsi une cinétique multipliée par 68 entre 20°C et 60°C.

Il apparaît ainsi que la formation d'hydrates est d'autant plus rapide que la température est élevée. La température a juste un effet cinétique et ne modifie pas de manière significative les mécanismes mis en jeu. Les résultats de Maubec [2010] sont notamment sans équivoque à ce propos. Ce phénomène est ici intéressant dans le cadre d'expérimentations en laboratoire, puisque l'augmentation de la température permet d'évaluer le comportement d'un sol à long terme tout en réduisant les temps d'expérience.

1.2.4 Effets des processus physico-chimiques sur les propriétés du sol avant compactage

Les processus physico-chimiques décrits précédemment engendrent des modifications de certaines propriétés physiques du sol. Ce paragraphe en présente quelques unes.

1.2.4.1 Flocculation/agrégation des particules

Immédiatement après l'ajout de chaux ou de ciment, la grande quantité de calcium en solution conduit à des échanges cationiques avec les cations échangeables des minéraux argileux et/ou à l'agglutination du calcium en surface des particules argileuses. Les cations bivalents sont ainsi reconnus pour réduire de manière importante la densité de charge en surface des particules [Israelachvili, 1992; Rodrigues *et al.*, 2001]. Cela provoque alors la réduction de la taille de la triple couche électronique. Pour certains auteurs, cette réduction de la triple couche serait à l'origine des phénomènes de flocculation/agrégation des particules [Eades & Grim, 1966; Locat *et al.*, 1990; Little, 1995]. Cependant, d'autres auteurs font état de précipitation de portlandite et/ou d'hydrates en faibles quantités pour expliquer ces phénomènes de flocculation/agrégation des particules [Eades & Grim, 1960; Diamond & Kinter, 1966; Rossi *et al.*, 1983]. Verhasselt [1990] les associe pour sa part à la formation de liaisons hydrogène entre les groupements hydroxyles de la portlandite et les groupements hydroxyles des argiles. La question de l'origine de flocculation/agrégation des particules reste donc ouverte.

1.2.4.2 Modification de la granulométrie

L'ajout de chaux a aussi des répercussions sur la granulométrie du sol. Osula [1996] montre ainsi une diminution de la quantité de particules inférieures à 2 μm . Celle-ci s'avère d'autant plus importante que le dosage en chaux est élevé et que le temps de cure est important, comme le montre la figure 1.9. L'auteur explique ces modifications par les phénomènes de floculation/agrégation des particules. Lors de l'ajout de ciment, la quantité de particules inférieures à 2 μm diminue aussi, mais dans des proportions plus faibles [Osula, 1996]. Ces différences sont, elles aussi, illustrées sur la figure 1.9.

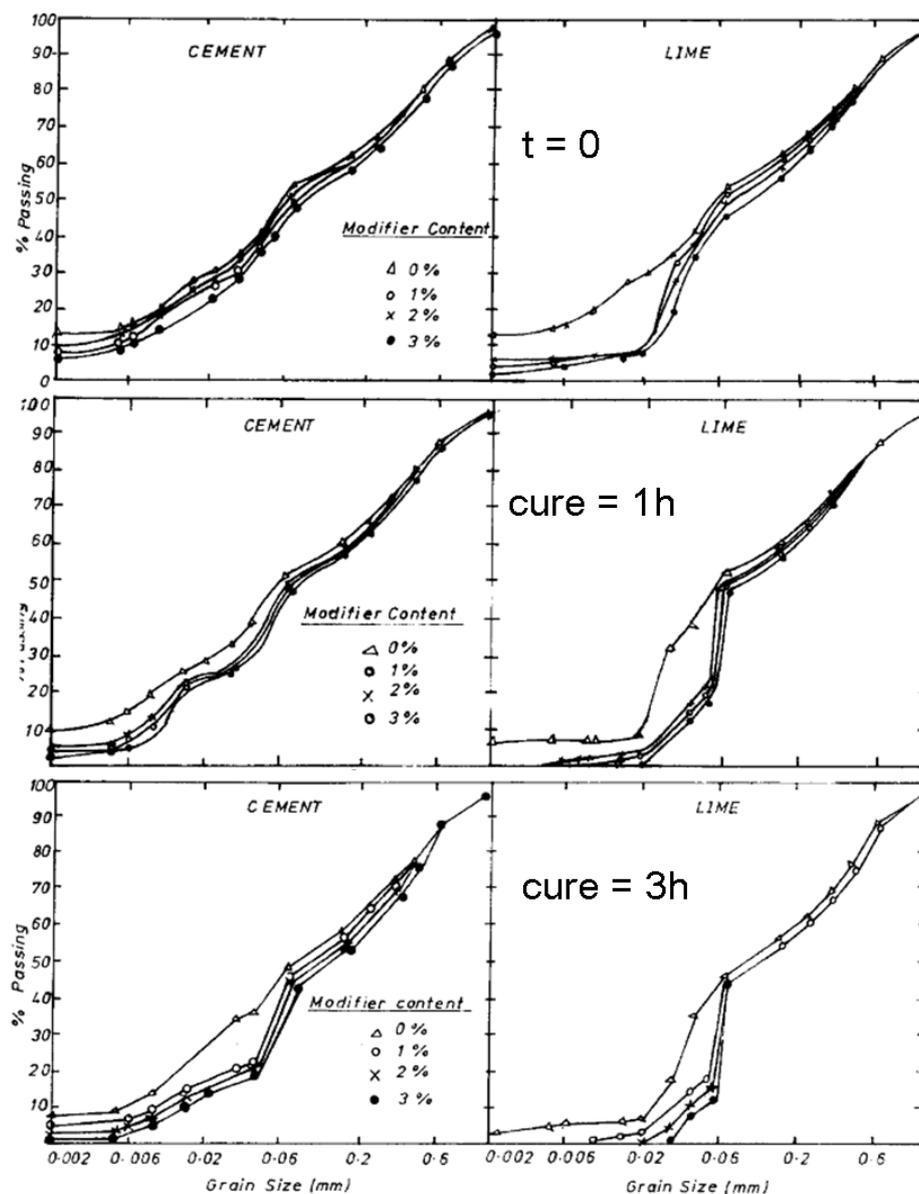


Figure 1.9 – Évolution de la granulométrie d'un sol latéritique en fonction du temps de cure et du dosage en ciment (à gauche) ou en chaux (à droite) [Osula, 1996].

1.2.5 Effets de l'ajout de chaux et de ciment sur la microstructure du sol compacté

Le traitement à la chaux et/ou au ciment entraîne des modifications de la microstructure après compactage par rapport à un sol non traité compacté. On détaillera ici uniquement les effets du traitement sur un sol compacté à l'optimum de compacité. Il faut par contre garder à l'esprit qu'un compactage à une densité plus faible et/ou avec une teneur en eau différente conduit à une microstructure différente (*cf.* par ex. [Delage *et al.*, 1996; Le Runigo *et al.*, 2009; Cuisinier *et al.*, 2011]).

1.2.5.1 Microstructure d'un sol traité

La microstructure d'un limon, à l'état naturel, est généralement décrite comme un ensemble d'agglomérats. Ceux-ci sont eux même constitués de grains de quartz et/ou de feldspaths, ainsi que d'une fraction argileuse assurant le rôle de liant entre ces grains. On distingue alors deux classes de pores [Diamond, 1971; Delage *et al.*, 1996; Simms & Yanful, 2002; Lloret *et al.*, 2003; Delage *et al.*, 2006; Nowamooz & Masrouri, 2010; Stoltz *et al.*, 2012]. Les micropores correspondent ainsi à la porosité intra-agglomérats alors que les macropores correspondent à la porosité inter-agglomérats. Selon les auteurs, et dans des sols compactés à une énergie proche de l'optimum Proctor, le diamètre limite supérieur des micropores varie généralement entre 0,03 μm et 0,5 μm . Le diamètre des macropores est généralement compris entre 0,5 μm et 2 μm .

Lors d'un traitement à la chaux et/ou au ciment, on distingue généralement les effets à court terme (dans les premières heures suivant l'ajout de chaux) des effets à long terme. On décrira donc d'abord dans ce paragraphe les effets du traitement sur la microstructure d'un sol à court terme, puis on présentera les effets à long terme.

1.2.5.1.a Effets du traitement à court terme

Après compactage, le sol traité présente une microstructure différente du sol non traité. Khattab *et al.* [2007] indiquent tout d'abord que l'ajout de chaux conduit à une augmentation du volume poral du sol et à une porosité plus homogène. Selon eux, cela s'expliquerait, là encore, par la floculation et l'agrégation des particules, mais aussi par la diminution de la teneur en eau.

En termes de distribution porale, les résultats divergent toutefois selon les études. Certains auteurs indiquent une diminution du nombre de micropores (inférieurs à 30

Å) et une augmentation du nombre de pores de taille plus élevée lors d'un traitement à la chaux [Bin *et al.*, 2007; Russo *et al.*, 2007]. Cette évolution est d'ailleurs d'autant plus importante que le dosage en chaux est élevée [Metelkova *et al.*, 2012]. Ces auteurs expliquent eux aussi ces modifications par l'accroissement de la taille des particules causé par les phénomènes de floculation. Enfin, les travaux de Russo *et al.* [2007] précisent que la porosité intra-agrégats n'est pas affectée par l'ajout de chaux.

Cependant, d'autres études montrent, à l'inverse, une diminution de la quantité des plus gros pores, qui est accompagnée de l'augmentation du nombre de micropores [Khattab *et al.*, 2007; Le Runigo, 2008; Cuisinier *et al.*, 2011].

D'après Bin *et al.* [2007], le ciment engendre, lui aussi, une diminution du nombre de micropores (dont le diamètre est inférieur à 30 Å) et une augmentation de la quantité de pores de plus grande taille. Cependant, l'intensité de ces modifications est plus faible qu'avec l'ajout de chaux, comme le montre la figure 1.10.

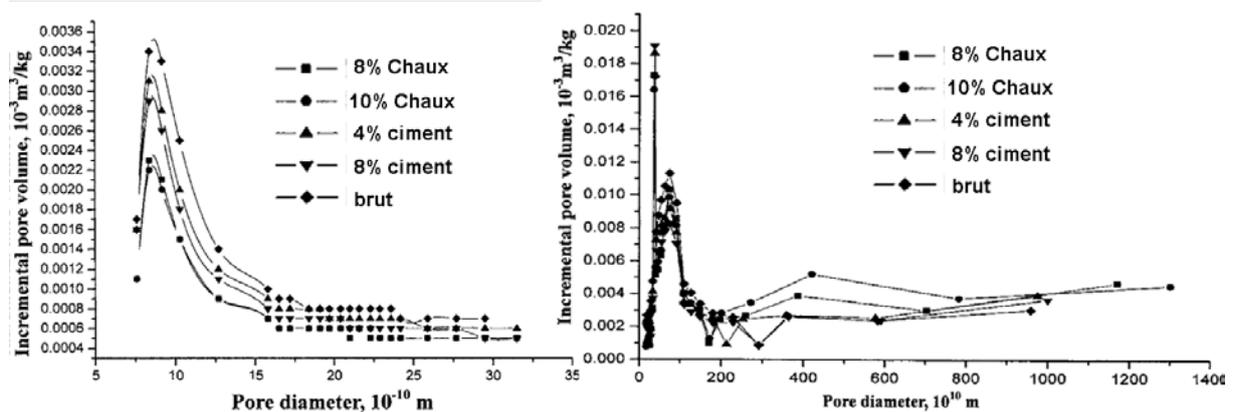


Figure 1.10 – Distributions porales d'un sol pour différents traitements [Bin *et al.*, 2007].

1.2.5.1.b Effets du traitement à long terme

Plusieurs auteurs ont étudié l'évolution de la distribution porale au cours du temps dans un sol traité à la chaux [Wild *et al.*, 1986; Choquette *et al.*, 1987; Cuisinier *et al.*, 2008; Le Runigo *et al.*, 2009; Metelkova *et al.*, 2012]. Il en ressort un déplacement de la porosité inférieure à 0,5 μm vers des pores de diamètre moyen plus petits. Cette évolution est d'ailleurs d'autant plus importante que le dosage en chaux est important [Metelkova *et al.*, 2012]. Cela est illustré sur la figure 1.11. Pour ces auteurs, cela est provoqué par un comblement des pores par des composés cimentaires qui se forment au cours des réactions pouzzolaniques.

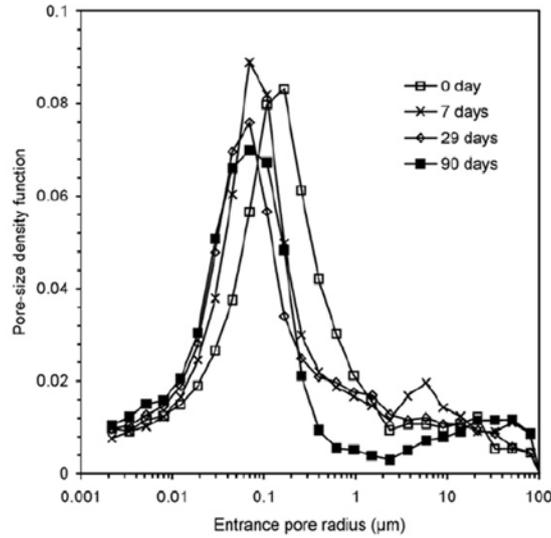
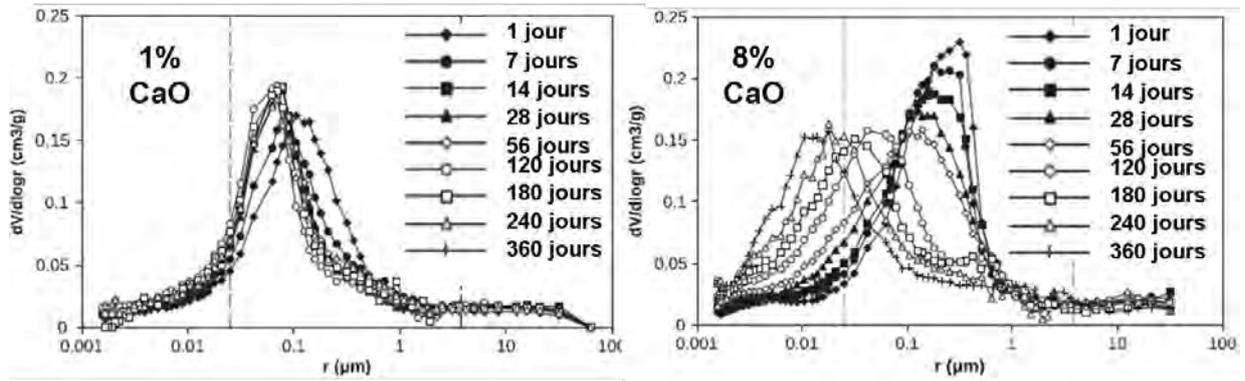
(a) [Cuisinier *et al.*, 2008](b) [Metelkova *et al.*, 2012]

Figure 1.11 – Évolution de la distribution porale d'un sol argileux traité à la chaux en fonction du temps de cure et du dosage en chaux [Cuisinier *et al.*, 2008; Metelkova *et al.*, 2012].

1.2.5.2 Répartition des liants dans le sol

Au delà du simple aspect de la distribution porale, les connaissances actuelles sur la façon dont se distribuent la chaux et le ciment lors de leur ajout à un sol fin sont encore assez vagues. Quelques auteurs ont proposé des modèles d'agencement entre le sol et la chaux et/ou le ciment, mais sans forcément les confirmer de manière univoque par des observations microstructurales. C'est le cas du modèle de Locat *et al.* [1990] (figure 1.12), dans lequel la formation de phases cimentaires en petites quantités permet de lier les agrégats entre eux. Au cours du temps, on assisterait à un développement de ces phases autour des agglomérats, augmentant ainsi les points de contacts entre ces derniers, et réduisant, du même coup, la porosité.

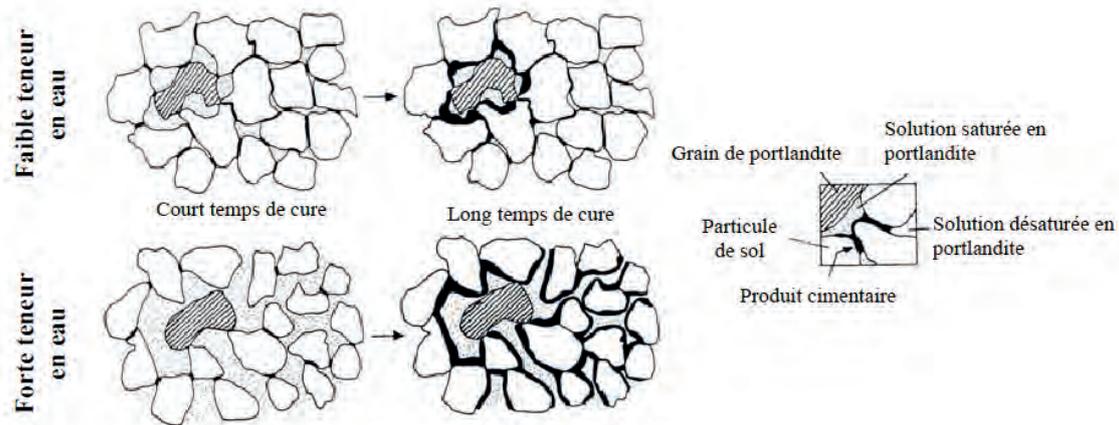


Figure 1.12 – Représentation de la répartition de la chaux dans un sol argileux [Locat *et al.*, 1990].

Dans le cas d'un traitement mixte à la chaux et au ciment, on peut citer le modèle de Cabane [2004]. L'auteur décrit tout d'abord le sol comme un assemblage de phases minérales de tailles et de nature différentes, et d'eau. Les argiles recouvrent alors les particules plus grossières de quartz, ou de calcite (figure 1.13).

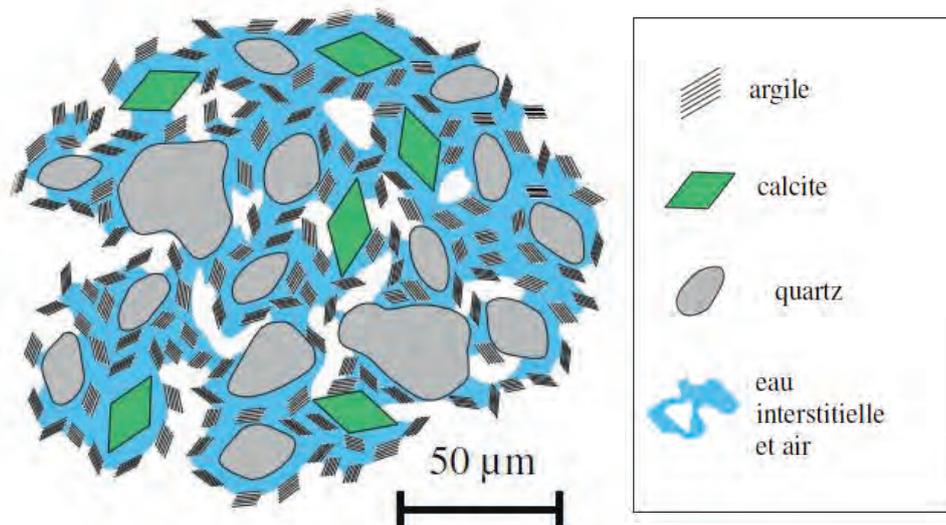


Figure 1.13 – Représentation schématique de la microstructure d'un sol limoneux brut [Cabane, 2004].

Pour lui, la chaux ajoutée dans un premier temps, permet essentiellement la formation de grumeaux. Ceux-ci sont constitués de quartz, d'une matrice argileuse et d'eau interstitielle riche en calcium (figure 1.14). Au fur et à mesure du temps, la précipitation d'hydrates à l'intérieur des grumeaux conduirait à leur solidification, expliquant ainsi l'amélioration des performances mécaniques. Les grumeaux ne sont pas liés les uns aux autres par des composés cimentaires puisque la formation de ces derniers via des réactions pouzzolaniques est restreinte à l'intérieur des grumeaux.

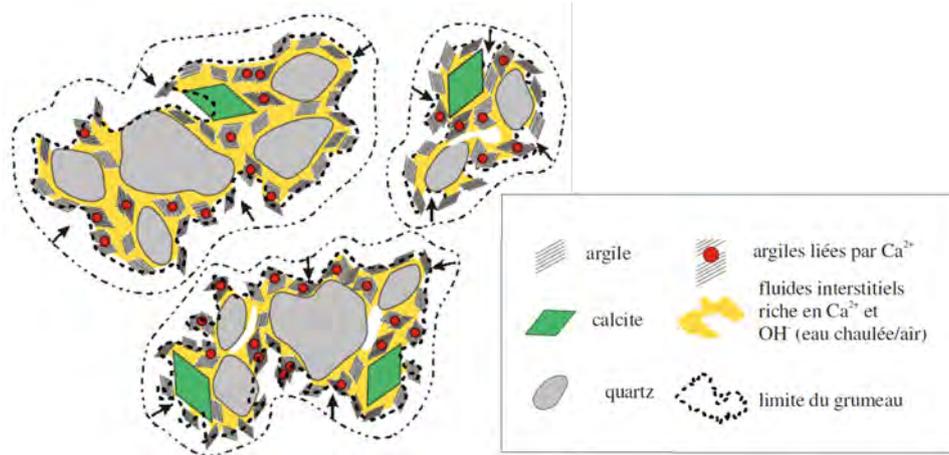


Figure 1.14 – Représentation schématique de la microstructure d’un sol limoneux traité à la chaux [Cabane, 2004].

Le ciment éventuellement ajouté par la suite, ne pénètre pas à l’intérieur des grumeaux mais se positionne en périphérie (figure 1.15). Son hydratation forme alors une coque de composés hydratés autour des grumeaux qui joue le rôle de points de contact entre les grumeaux via la formation de ponts liants. La coque a l’aspect d’un gel et possède une surface lisse. Son épaisseur est d’une quinzaine de microns pour un dosage à 2,5% de ciment et d’une trentaine de microns pour un traitement à 5% de ciment. Au cours du temps, l’auteur observe le développement de silicates et d’aluminates de calcium hydratés mieux cristallisés. Ceux-ci précipitent principalement sous la coque, c’est-à-dire entre la frontière externe du grumeau et la frontière interne de l’enveloppe de ciment. D’après l’auteur, l’eau y est plus disponible et les concentrations en calcium plus élevées. Cependant, l’auteur n’a pas pu déterminer si la formation de phases est la conséquence de l’hydratation du ciment, ou bien de réactions pouzzolaniques. Ces réactions pouzzolaniques peuvent, là encore, mettre en jeu du calcium provenant du ciment ou de la chaux.

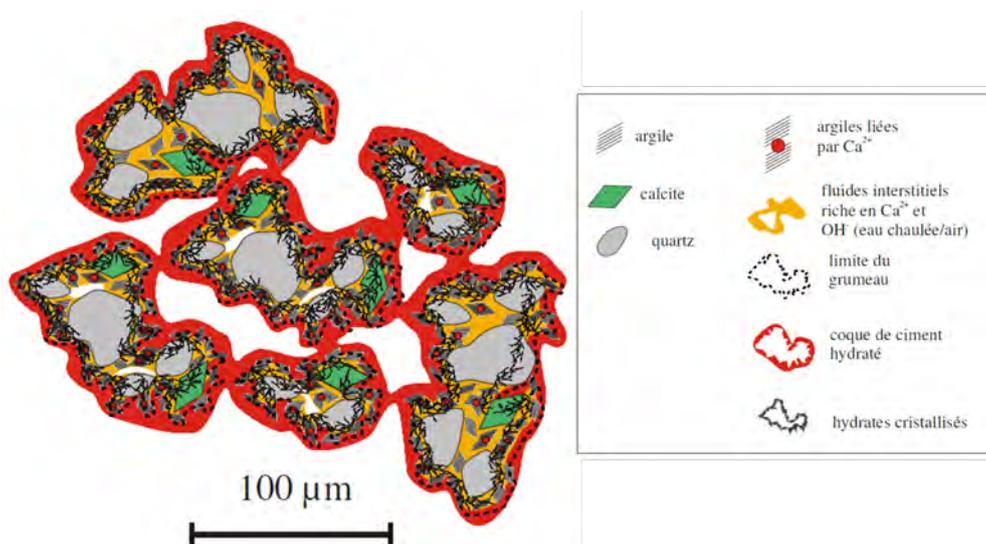


Figure 1.15 – Représentation schématique de la microstructure d’un sol limoneux traité à la chaux et au ciment [Cabane, 2004].

Couplé avec des observations de zones de fractures au microscope électronique, l'auteur indique qu'un sol altéré, essentiellement composé d'illite et de kaolinite, conduit à une structure assez proche, comme le montre la figure 1.16. Le modèle structural présente, là encore une coque d'hydrates de première génération (qui provient de l'hydratation du ciment) en surface des grumeaux, et des hydrates de deuxième génération (provenant des réactions pouzzolaniques) sous cette coque. Il met cependant en évidence deux différences. La première est une orientation des grumeaux qui est liée à la structure en plaquette des minéraux. La seconde est que pour ce sol, des plaquettes de micas orientées parallèlement à la surface du grumeau sont contenues dans la coque de ciment hydraté.

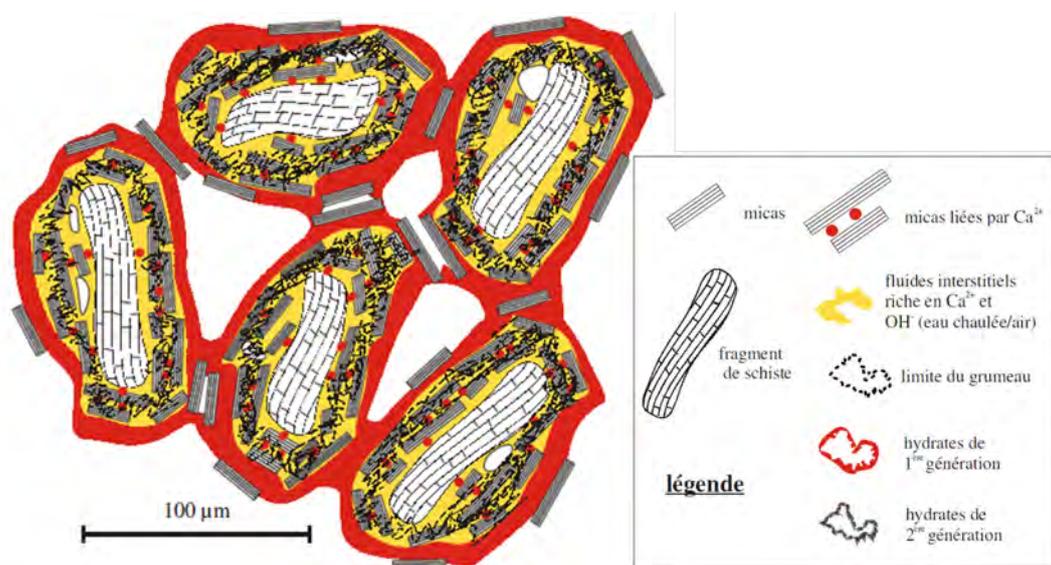


Figure 1.16 – Représentation schématique de la microstructure d'une altérite traitée à la chaux et au ciment [Cabane, 2004].

Finalement, l'état des connaissances concernant la répartition de la chaux ainsi que du ciment dans un sol limoneux paraît encore actuellement insuffisante. Peu d'informations existent et la littérature fait surtout mention de modèles ou de représentations schématiques, mais pas de descriptions précises liées à des observations microstructurales. On peut alors se poser la question si la chaux et le ciment se distribuent de la même manière dans des sols de granulométries semblables, mais de minéralogies différentes. La chaux et le ciment permettant d'assurer une cohésion, la question de leur répartition dans le sol est sans doute un point clé dans l'explication du comportement macroscopique. Là encore les études couplant les deux échelles sont rares.

1.2.6 Effets sur le comportement hydromécanique

Dans cette partie, on décrira l'état des connaissances sur les effets de la chaux et du ciment sur le comportement macroscopique d'un sol. On s'arrêtera au comportement mécanique et hydraulique.

1.2.6.1 Effets sur le comportement mécanique

De nombreux auteurs soulignent une amélioration de la résistance en compression simple après l'ajout de chaux. Le gain de performance est conditionné à la quantité de chaux introduite et au temps de cure [Perret, 1979; Arabi & Wild, 1986; Little, 1995; Bell, 1996; Maubec, 2010; Le Runigo *et al.*, 2011], mais aussi à la température [Anday, 1961; Arabi & Wild, 1986; Little, 1995; Bell, 1996; Al-Mukhtar *et al.*, 2010b,a; Maubec, 2010].

La nature minéralogique du sol conditionne fortement l'amélioration des performances lors de l'ajout de chaux [Eades & Grim, 1960; Locat *et al.*, 1990; Maubec, 2010]. Eades & Grim [1960] considèrent, par exemple, que les montmorillonites sont les minéraux dont la réactivité est la plus élevée, de par leur grande surface spécifique, et conduisent rapidement à des performances élevées. Des différences très nettes de réactivité ont dans ce sens été observées entre une kaolinite et une smectite $((\text{Na,Ca})_x(\text{Al,Mg})_2\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2, n\text{H}_2\text{O})$, toutes deux traitées à la chaux [Maubec, 2010]. Pour l'auteur, là encore, la smectite conduit rapidement à des performances élevées. Cependant, le gain de performance d'une kaolinite traitée à la chaux ne s'effectue qu'à très long terme. L'auteur relie cette observation à sa faible dissolution qui serait due à l'agglutination de calcium en surface des particules (*cf.* § 1.2.2.2.a). Ces observations sont contradictoires avec d'autres travaux qui montrent une réactivité de la kaolinite dès les premiers jours de cure, et conduisant donc à une augmentation rapide des performances [Eades & Grim, 1960; Little, 1995; Bell, 1996]. En comparant la dissolution plus rapide d'une métakaolinite avec une kaolinite, Konan *et al.* [2009] estiment que des désordres dans la structure de la kaolinite, comme la présence d'aluminium qui ne serait pas en coordinance octaédrique accélèrent la dissolution de la kaolinite. Des différences structurales des kaolinites considérées dans ces différentes études peuvent alors expliquer les différences constatées. Quoi qu'il en soit, ces auteurs s'accordent pour dire que les performances obtenues à très long terme sont plus élevées pour les kaolinites que pour les montmorillonites [Bell, 1996; Maubec, 2010]. Concernant les micas, leurs résistances mécaniques sont quant à elle très faibles. Delavernhe [2011] montre que l'évolution de leurs résistances en compression s'effectue aussi à long terme. Cependant, le matériau utilisé par l'auteur contient aussi quelques

pourcents de kaolinite. Un effet composite entre les micas et la kaolinite proposé par l'auteur, et modifiant les cinétiques de dissolution de ces minéraux pourrait alors être à l'origine de ce comportement.

Enfin, il se trouve que d'une manière générale, les résistances en compression simple obtenues pour les minéraux argileux sont beaucoup plus faibles que celles obtenues pour le quartz (par ex. [Bell, 1996], illustré sur la figure 1.17).

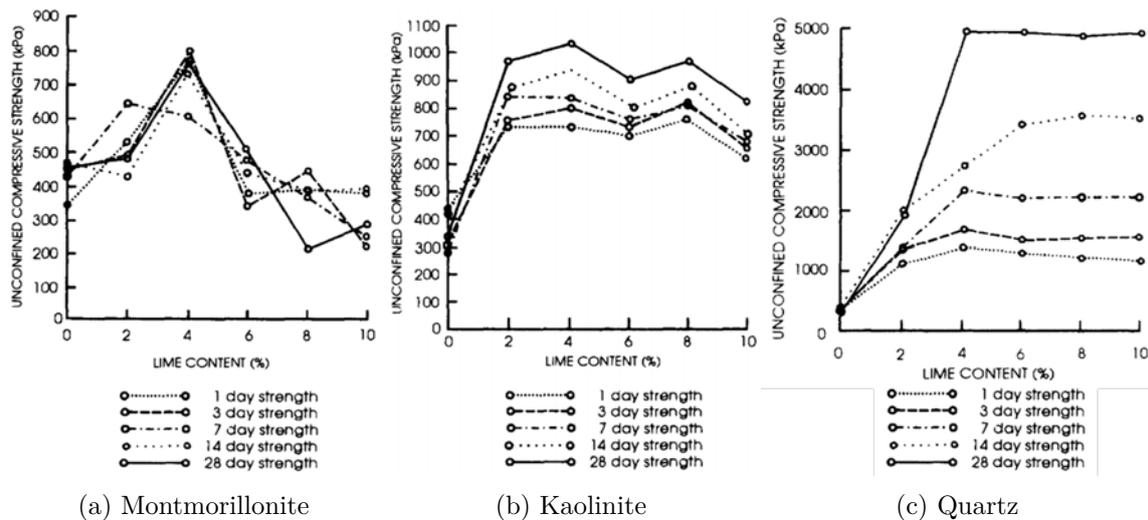


Figure 1.17 – Comparaison de l'évolution des résistances en compressions simple entre la montmorillonite (a), la kaolinite (b), et le quartz (c) [Bell, 1996]

L'évolution des performances est clairement associé aux réactions pouzzolaniques et à la formation de produits cimentaires. Certains auteurs ont effectivement montré une corrélation étroite entre la quantité d'hydrates formés et l'augmentation de la résistance en compression simple [Xing *et al.*, 2009; Maubec, 2010]. Afin d'illustrer ces effets, la figure 1.18 compare (à la fois pour une kaolinite et pour une montmorillonite), les évolutions de la quantité d'hydrates formés, de la résistance en compression simple en fonction du temps, d'après les résultats de Maubec [2010]. D'après l'étude de Xing *et al.* [2009], la résistance en compression simple s'avère en fait proportionnelle à la quantité totale de C-S-H et de C-A-H. Cependant, l'amélioration de la résistance en compression pourrait aussi être due à la formation de produits cimentaires mieux cristallisés [Cabrera & Nwakanma, 1979].

Pour un traitement au ciment, l'amélioration de la résistance en compression simple est encore une fois d'autant plus importante que la quantité de ciment est élevée et que le temps de cure est important [Miller & Azad, 2000; Bahar *et al.*, 2004; Xiao & Lee, 2008; Xing *et al.*, 2009; Sariosseiri & Muhunthan, 2009]. Des travaux indiquent par ailleurs qu'un traitement au ciment ou un traitement mixte à la chaux et au ciment, permet d'acquérir

des résistances plus importantes qu'un traitement à la chaux seule [Bell, 1994; Le Borgne, 2010; Okyay & Dias, 2010; Millogo & Morel, 2012]. Millogo & Morel [2012] observent par exemple une résistance en compression 60% plus importante avec un traitement au ciment qu'avec un traitement à la chaux, qu'ils expliquent par la plus grande quantité de C-S-H formés en présence de ciment.

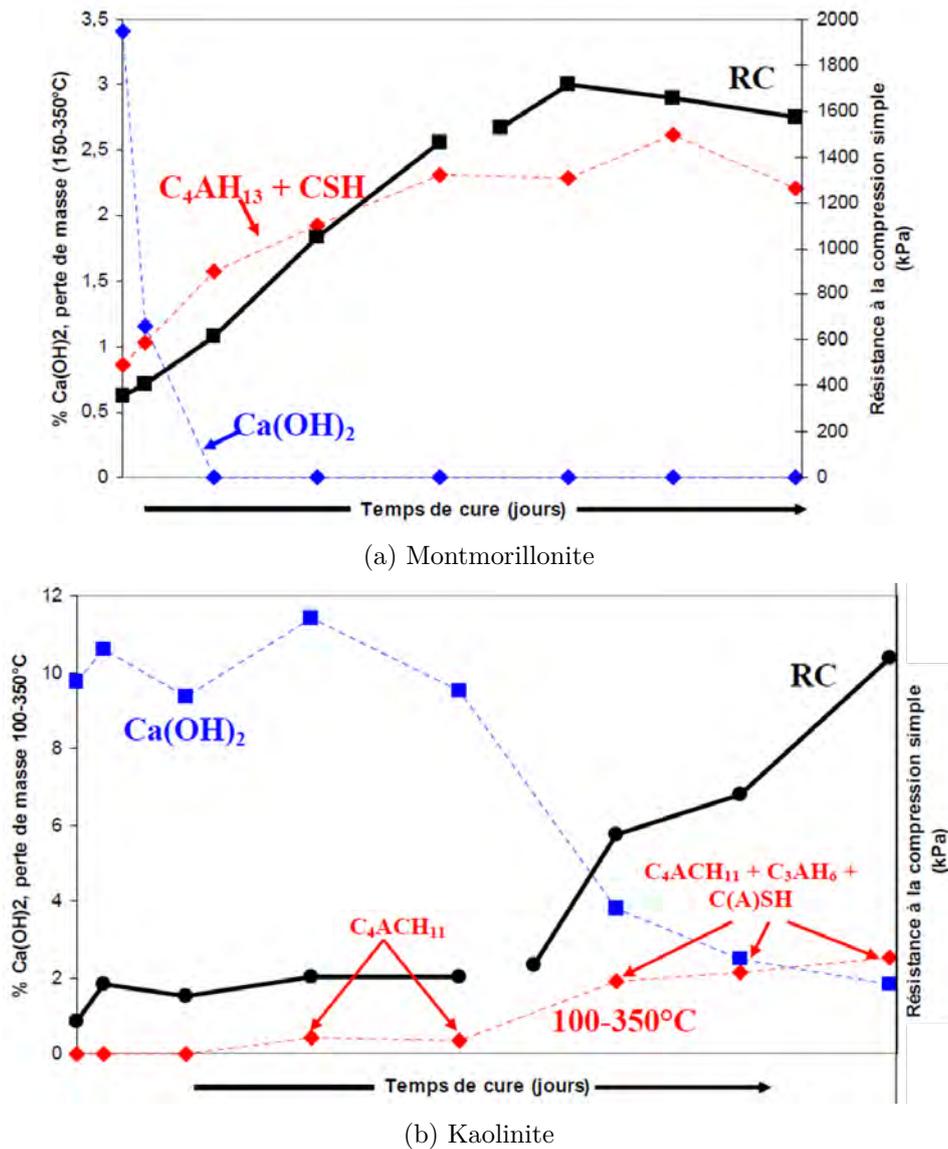


Figure 1.18 – Évolution des composés secondaires et de la résistance en compression simple pour une kaolinite (a) et une montmorillonite (b) traitées avec 10% de chaux [Maubec, 2010]

Comme dans le cas d'un traitement à la chaux, la minéralogie influence les performances mécaniques obtenues après un traitement au ciment. D'après Bell [1994], le quartz est, là encore, le minéral permettant l'obtention des performances mécaniques les plus élevées. Un comparatif des résistances en compression simple obtenues lors du traitement au ciment pour quelques minéraux est présenté dans le tableau 1.5. Les tendances sont en

fait les mêmes que pour un traitement à la chaux, mais les résistances mécaniques sont supérieures [Bell, 1994].

Table 1.5 – Comparaison entre les résistances en compression simple obtenues pour le traitement à la chaux ou au ciment de quelques minéraux (d’après Bell [1994])

Minéral	Résistance en compression simple
quartz	+++
kaolinite	++
montmorillonite	+

Finalement, la performance mécanique d’un sol traité est fortement liée à la minéralogie de la fraction argileuse, mais aussi à son squelette granulaire, qui contient généralement une part importante de quartz. Les résistances en compression simple de sols limoneux traités peuvent atteindre plusieurs méga pascals au bout de quelques jours, que ce soit pour un traitement uniquement à la chaux [Bell, 1996], uniquement au ciment [Miller & Azad, 2000; Bahar *et al.*, 2004], ou pour un traitement mixte [Le Borgne, 2010]. Plusieurs auteurs observent aussi que les performances obtenues sont variables selon les sols considérés [Cabane, 2004; Le Borgne, 2010] mais aussi selon le type de traitement.

1.2.6.2 Effet sur la perméabilité

La perméabilité est, elle aussi, affectée par l’ajout de chaux et/ou de ciment. Dans le cas d’un traitement à la chaux, plusieurs auteurs ont observé une augmentation de la perméabilité entre un sol non traité et compacté à l’optimum Proctor, et un sol traité, lui aussi compacté à l’optimum Proctor [Mc Callister, 1990; Nalbantoglu & Tuncer, 2001; Rajasekaran & Rao, 2002; Goswami & Mahanta, 2007; Khattab *et al.*, 2007; Le Runigo, 2008; Cuisinier *et al.*, 2011]. La réorganisation des particules (liée aux phénomènes de floculation/agrégation), et la baisse de densité de l’optimum de compactage observée lors de l’ajout de chaux sont généralement avancées pour expliquer cette modification. Les travaux de Mc Callister [1990], ayant porté sur trois sols limoneux traités à la chaux, indiquent que les perméabilités peuvent être cependant de 10 à 1000 fois plus importante que celle du sol non traité, selon le type de sol. Ces données vont dans le sens d’une augmentation de la porosité et du nombre de macropores. Par ailleurs, l’augmentation de la perméabilité est d’autant plus forte que le dosage en chaux et le temps de cure augmentent [Nalbantoglu & Tuncer, 2001], mais certains auteurs ont mis en évidence qu’à partir d’une certaine quantité de chaux (entre 2% et 3% selon les auteurs), on assiste à une diminution de la perméabilité (sans toutefois retrouver des valeurs équivalentes

à celle du sol non traité) [Mc Callister, 1990; Locat *et al.*, 1996]. Pour Brandl [1981], l'influence de la chaux sur la perméabilité est complètement différente de ce qu'observent Nalbantoglu & Tuncer [2001], dans la mesure où il montre que la perméabilité diminue d'un rapport de 10 entre un dosage de 1% de chaux et un dosage de 8% de chaux, et aussi entre une cure de 40 jours et une cure de 180 jours. Les travaux de Le Runigo *et al.* [2009] sont encore différents puisqu'ils ne montrent quant à eux pas de différences significatives de perméabilité entre un limon traité avec 1% et avec 3% de chaux. Pour l'auteur, cela est la conséquence d'un effet de la chaux principalement sur la microporosité, alors que la perméabilité est surtout contrôlée par la macroporosité.

Au delà des effets propres à la chaux, le mode de mise en œuvre a une influence importante sur la perméabilité du sol. La perméabilité est ainsi d'autant plus faible que l'énergie de compactage et que la teneur en eau sont élevées [Le Runigo, 2008]. L'auteur les explique par une microstructure d'autant plus refermée que la teneur en eau, ou l'énergie de compactage est forte.

Lors d'un traitement au ciment, les travaux de Bahar *et al.* [2004] indiquent une diminution de la perméabilité. Celle-ci est d'ailleurs d'autant plus importante que la quantité de ciment est élevée, puisque les auteurs constatent une perméabilité de 14.10^{-8} m/s pour un traitement à 5% et de $0,27.10^{-8}$ m/s pour un traitement à 20% de ciment. Cependant, il est compliqué de comparer efficacement les effets de l'ajout de ciment sur la perméabilité avec les effets de l'ajout de chaux. Très peu d'études ont en effet été menées pour comparer ces deux traitements. En revanche, on peut citer l'étude de Kogbara & Al-Tabbaa [2011], consacrée à un limon traité, soit avec un mélange chaux/cendres volantes, soit avec un mélange ciment/cendres volantes. Les auteurs montrent que le traitement avec du ciment conduit à une perméabilité plus faible que le traitement avec de la chaux (figure 1.19).

Pour conclure, cela met en évidence que des différences importantes, voire même contradictoires, concernant les effets de la chaux et/ou du ciment sur la perméabilité sont répertoriées dans la littérature. Il est donc difficile de décrire un comportement général.

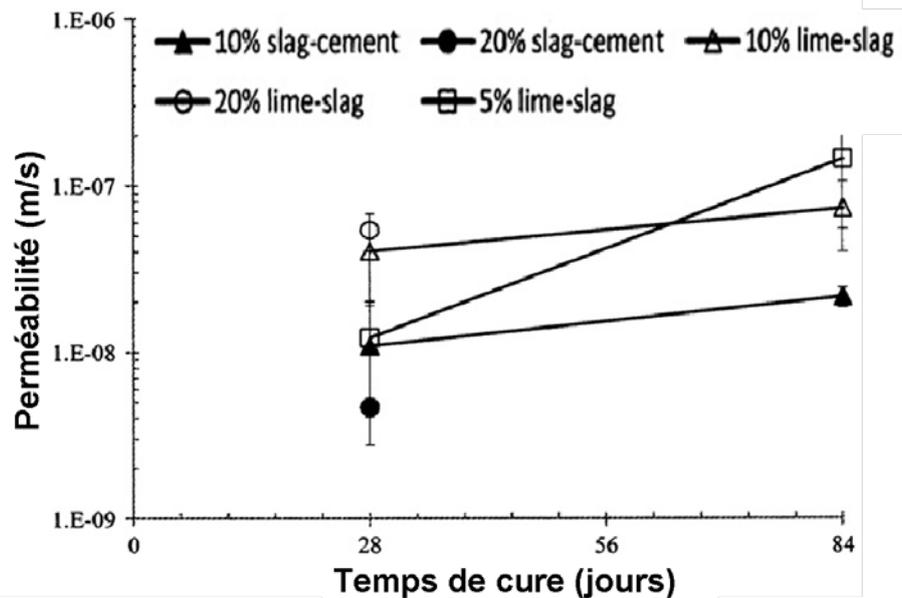


Figure 1.19 – Évolution de la perméabilité en fonction du temps de cure pour des traitements chaux/cendres volantes et ciment/cendres volantes [Kogbara & Al-Tabbaa, 2011].

1.2.7 Effets du sol – La spécificité des altérites

On vient de voir que l'ajout de chaux et/ou de ciment permet, par l'accumulation de plusieurs effets, d'améliorer notamment le comportement mécanique d'un sol. Les minéraux argileux se comportant différemment en présence de chaux et/ou de ciment, le comportement de chaque sol sera donc différent.

Des travaux montrent par exemple que des limons issus de l'altération du massif armoricain conduisent à des performances très faibles après un traitement à la chaux [Delavernhe, 2011] et même avec un traitement mixte [Cabane, 2004]. Ces sols sont issus d'une succession d'épisodes d'altération de roches métamorphiques de type micaschiste (c'est-à-dire présentant une schistosité et riche en micas) [Delavernhe, 2011]. Ils sont essentiellement constitués de micas et de kaolinite. La cinétique très lente de l'altération de la kaolinite observée [Maubec, 2010; Delavernhe, 2011] peut expliquer ce comportement. Delavernhe [2011] va plus loin en proposant un effet composite entre ces deux minéraux, et la formation d'une barrière en surface des particules. Cela causerait alors le ralentissement de leur dissolution.

Les résultats de Cabane [2004] montrent aussi que la morphologie de ces sols est différente des sols granulaires « classiques ». L'anisotropie des grumeaux et des mauvaises liaisons entre les grumeaux, liées à la présence de micas dans la couche d'hydrates, provoquerait ainsi de mauvaises performances [Cabane, 2004].

En revanche, on ne dispose pas d'information concernant l'influence de cette caracté-

ristique sur le comportement macroscopique. Il s'avère néanmoins que l'ajout de chaux permet de réduire une forte sensibilité à l'eau de ce type de sol [Chopier, 2008; Delavernhe, 2011]. En revanche, l'effet du ciment est encore mal connu, alors que le maintien dans le temps des améliorations apportées est quant à lui totalement inconnu.

1.2.8 Bilan

La chaux et le ciment réagissent avec les minéraux argileux du sol, et favorisent leur dissolution. Ils conduisent à la formation de phases hydratées responsables de l'amélioration des performances mécaniques. Cependant, les interactions plus particulières entre les différents minéraux argileux et le ciment, tout comme la nature des phases qui se forment, sont encore assez mal connues.

Cet état de l'art met aussi en lumière un manque de connaissances flagrant concernant les effets conjugués de la chaux et du ciment sur la microstructure d'un sol. La répartition spatiale des liants est aussi méconnue. Cet aspect semble pourtant essentiel, dans la mesure où il conditionnera le comportement macroscopique du matériau. Pour un sol traité à la chaux et au ciment, on dispose de peu de données sur les influences relatives des mécanismes physico-chimiques et de la microstructure du matériau sur le comportement macroscopique.

Finalement, il apparaît que certains sols posent encore des problèmes de stabilisation. Les mécanismes physico-chimiques sont encore mal compris, tout comme les effets spécifiques du ciment.

1.3 COMPORTEMENT DES SOLS TRAITÉS SOUS SOLlicitATIONS HYDRIQUES

1.3.1 Introduction

Les ouvrages en sol traité sont généralement soumis aux effets des conditions climatiques. La capacité d'un matériau à maintenir les performances qui lui ont été conférées à un niveau suffisamment élevé lors de sollicitations hydriques peut ainsi être appréhendée comme un indicateur de durabilité. Il existe plusieurs moyens de solliciter un matériau pour en apprécier la durabilité. On peut par exemple le soumettre à des cycles d'humidification/séchage, de gel/dégel, l'immerger dans l'eau, ou lui faire subir une circulation d'eau. Cette dernière s'avère être une méthode efficace pour étudier

la dégradation chimique causée par l'eau. La revue de la littérature sur les effets de la chaux et du ciment sur un sol, effectuée dans la partie précédente, indique que les mécanismes physico-chimiques qui se mettent en place ont une influence importante sur ses caractéristiques microstructurales mais aussi sur son comportement macroscopique. Les effets des sollicitations hydriques, en particulier ceux d'une circulation d'eau, sur ces mécanismes physico-chimiques ont donc certainement des conséquences sur la microstructure et sur le comportement macroscopique du sol.

L'intérêt de cette partie est de présenter l'état des connaissances sur les effets d'une circulation d'eau sur la physico-chimie, l'évolution microstructurale, et l'évolution hydromécanique de sols traités à la chaux et au ciment. On s'intéressera ensuite à l'évolution de la microstructure, ainsi que sur les conséquences sur le comportement macroscopique. Toutefois, les études concernant les effets d'une circulation d'eau sur un sol traité à la chaux et au ciment sont actuellement quasi-inexistantes. On s'appuiera alors sur les connaissances dans les ciments, les bétons, et les sols traités à la chaux. Les composés cimentaires présents dans ces matériaux sont en effet de nature très proche de ceux rencontrés dans un sol traité à la chaux et au ciment. L'analogie entre les mécanismes chimiques de dégradation chimique des sols traités et celle des ciments ou des bétons est souvent effectuée.

1.3.2 Comportement physico-chimique d'un sol traité lors d'une circulation d'eau

Dans ce paragraphe, on décrira les effets d'une circulation d'eau sur le comportement physico-chimique d'un sol traité. On se basera d'abord sur les connaissances actuelles dans les bétons et les ciments, puis on s'intéressera au cas des sols traités.

1.3.2.1 Physico-chimie des matériaux cimentaires au cours d'une circulation d'eau

Le pH du ciment est initialement tamponné par les alcalins dissous (Na et K principalement) et la portlandite, à une valeur voisine de 13. Le gradient de pH entre le ciment et la solution interstitielle est généralement la principale cause de la dégradation des pâtes de ciment [Torrenti *et al.*, 1999]. Des solutions de pH inférieur sont donc considérées comme agressives pour ces matériaux. Les mécanismes de dégradation sont principalement contrôlés par la différence de pH entre la solution agressive et le ciment.

Ils sont généralement limités par la diffusion des espèces dissoutes dans la solution interstitielle [Torrenti *et al.*, 1999]. Les travaux de Jacques *et al.* [2010] montrent aussi que les mécanismes de dégradation sont indépendants de la composition chimique de l'eau, seule la durée des différentes étapes est affectée.

La dégradation d'une pâte de ciment au contact d'une solution agressive se traduit par une dissolution des composés cimentaires. La portlandite et les C-S-H sont les principales phases affectées lors d'une circulation d'eau [Haga *et al.*, 2005]. Leur dissolution s'accompagne d'une mise en solution d'ions (Ca^{2+} , Si^{4+} , Al^{3+} , HO^-), jusqu'à ce que la solution interstitielle s'équilibre avec la composition de la pâte de ciment. La composition des lixiviats est alors caractéristique des hydrates de la pâte de ciment en équilibre avec cette solution et de leur stœchiométrie [Carde *et al.*, 1996; Carde & Francois, 1997; Bourbon, 2001]. La séquence de dégradation classique d'une pâte de ciment est bien connue. Elle est illustrée sur la figure 1.20.

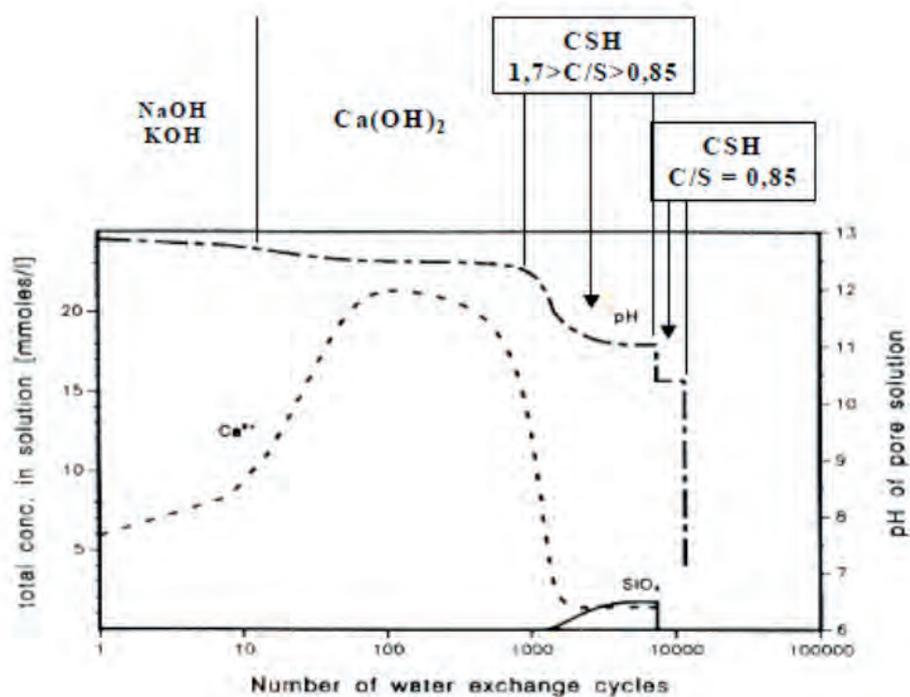


Figure 1.20 – Stabilité des phases d'une pâte de ciment selon la composition chimique de l'eau interstitielle en équilibre [Bourbon, 2001] cité dans [ANDRA, 2001].

Les alcalins dissouts sont rapidement lessivés. La solution s'équilibre donc rapidement avec la portlandite. La concentration en calcium est alors élevée et le pH reste supérieur à 12,4. A ce pH, les hydrates de type C-S-H ou C-A-H sont stables. Le renouvellement permanent de la solution interstitielle, durant la circulation, entraîne la dissolution de la portlandite. Lorsqu'elle est épuisée, il s'ensuit une chute de pH et de la concentration en

calcium. Le système devient tamponné par des C-S-H de fort rapport Ca/Si et/ou des C-A-H. Leur dissolution est plus lente que celle de la portlandite, cette dernière étant bien plus soluble. Le pH diminue en parallèle de la dissolution progressive des C-S-H. Du silicium (et éventuellement de l'aluminium), provenant de la dissolution des C-S-H (et des CAH pour l'aluminium), est aussi détecté en solution. La dissolution de ces phases est non congruente. Cela implique un relargage préférentiel de calcium plutôt que de silicium [Berner, 1988; Harris *et al.*, 2002; Soler, 2007].

Des carbonates dissouts peuvent, aussi, réagir très facilement avec les ions calcium pour former du carbonate de calcium (CaCO_3). Sa précipitation en surface de la pâte de ciment agit alors comme une couche protectrice en limitant la diffusion de la solution agressive [Glasser *et al.*, 2008; Kamali *et al.*, 2008]. Il précipite généralement sous forme de calcite, mais des polymorphes comme l'aragonite peuvent aussi se former. La précipitation de calcite consomme du calcium en solution. Cela accélère alors la dissolution de la portlandite [Cultrone *et al.*, 2005].

Les pâtes de ciments en cours de dégradation sont caractérisées par une zone altérée dont l'épaisseur augmente au cours du temps et une zone dite saine [Faucon *et al.*, 1996; Torrenti *et al.*, 1999; Bertron *et al.*, 2005a]. Les processus de dégradation des bétons étant gouvernés par la diffusion, la quantité totale de calcium lessivé et l'épaisseur de la zone dégradée augmentent alors proportionnellement avec la racine carré du temps [Adenot, 1992; Tognazzi, 1998; Torrenti *et al.*, 1999; Gallé *et al.*, 2004; Haga *et al.*, 2005; Agostini *et al.*, 2007; Nguyen *et al.*, 2007; Kamali *et al.*, 2008].

Les phases hydratées du ciment sont plus ou moins atteintes par les processus de dissolution. Dans un ciment, Faucon *et al.* [1996] notent que les hydrogrenats ne se dissolvent qu'en très faible quantité, alors que la portlandite et les phases de type AFm et AFt se dissolvent de manière plus importante. Après 6 mois de lixiviation par une solution à $\text{pH} = 7$, les auteurs montrent que la pâte de ciment se compose alors de C-S-H partiellement substitués par du fer, d'hydrogrenats, mais aussi d'hydrotalcite. Finalement, la zone altérée se présente sous la forme d'un gel amorphe dans lequel la proportion de calcium est beaucoup plus faible que dans la zone saine. Inversement la proportion de silicium y est plus élevée que dans la zone saine [Chen *et al.*, 2004; Bertron *et al.*, 2005a,b]. D'après les travaux de Nguyen *et al.* [2007], l'épaisseur de la zone dégradée croît de manière similaire dans un ciment et dans un mortier, mais 15% plus rapidement dans un béton, sous des conditions de dégradation identiques, indiquant une influence des granulats dans la vitesse de dégradation. La principale différence entre un ciment hydraté et le béton est

l'interface entre la pâte de ciment et le granulat (aussi appelée auréole de transition). Les mécanismes qui y sont mis en jeu, sont toutefois de la même nature que ceux que l'on rencontre dans une pâte de ciment hydratée [Carde & Francois, 1997; Badouix, 2000].

1.3.2.2 Évolution physico-chimie d'un sol traité soumis à une circulation d'eau

Dans les sols traités, les mécanismes de dégradation sont similaires. Toutefois, on ne dispose pas d'informations sur les effets d'une circulation d'eau sur un sol traité à la chaux et au ciment. Quelques études existent néanmoins pour des sols traités à la chaux. Lors de la dégradation de ces matériaux par une eau faiblement chargée, les évolutions du pH et des concentrations en calcium, en silicium et en aluminium suivent la même évolution que lors de la dégradation des ciments et des bétons. Le pH initial d'un sol traité à la chaux est d'ailleurs d'autant plus important que le dosage en chaux est élevé (figure 1.21), sans toutefois dépasser 12,4 [Mc Callister, 1990; Khattab *et al.*, 2007; Le Runigo, 2008].

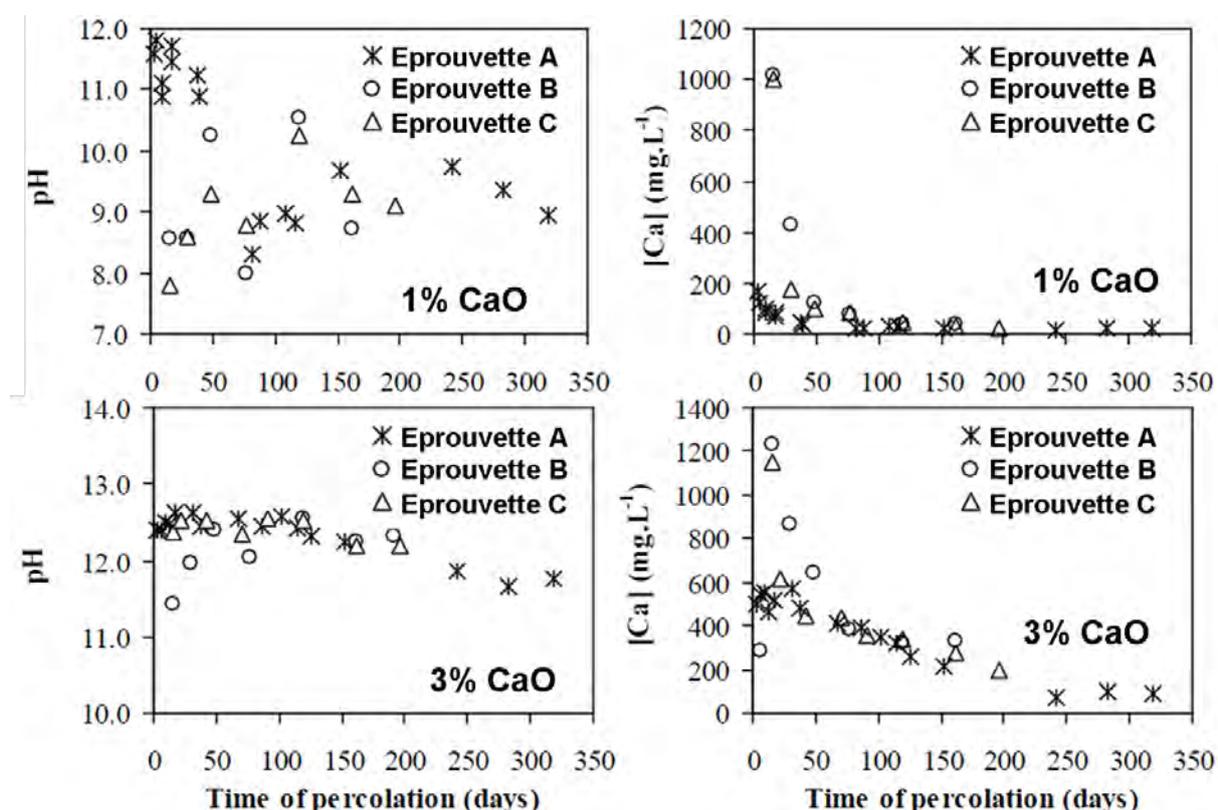


Figure 1.21 – Évolution du pH et de la concentration en calcium des lixiviats d'un limon traité avec 1% (en haut) et 3% (en bas) de chaux [Le Runigo, 2008].

Mc Callister [1990] observe ainsi un pH initial de 11,2 pour un dosage à 2% de chaux et de 12,4 pour un dosage à 7% et 9% de chaux. De la même manière, Le Runigo [2008] montre un pH initial très variable selon les échantillons pour un dosage à 1% de chaux,

mais systématiquement inférieurs à 11,2, alors qu'il est de 12,4 pour un dosage à 3% de chaux.

Le pH d'un sol traité à la chaux diminue au cours de la circulation. Le Runigo [2008] indique une diminution nettement plus lente avec un dosage à 3% de chaux que pour un dosage à 1%, puisqu'au bout de 350 jours, le pH est encore supérieur à 11,5 après un dosage à 3% de chaux alors qu'il est inférieur à 9 avec un dosage à 1% de chaux. Khattab *et al.* [2007] ayant quant à eux travaillé avec un dosage à 4% de chaux et un gradient hydraulique bien plus faible (10 contre 80 pour Le Runigo [2008]) observent par contre une diminution très rapide du pH puisqu'il n'est plus que de 8 après 20 jours. Cette diminution du pH s'accompagne de plus par un lessivage du calcium [Mc Callister, 1990; Khattab *et al.*, 2007; Le Runigo, 2008] traduisant une déstabilisation des composés cimentaires. Tous ces auteurs précisent d'ailleurs que la concentration du calcium en solution diminue au cours du temps.

Dans le cas d'un sol traité au ciment soumis à une circulation d'eau, on peut citer l'étude de John *et al.* [2011]. Les auteurs font état d'une dissolution plus rapide lorsque le sol traité a préalablement subi une cure de 28 jours au lieu d'une cure de 150 jours ou de 300 jours. De plus, les auteurs indiquent que la circulation d'une eau à pH 12 conduit à une dissolution faible, alors que la dissolution est nettement plus importante pour des solutions de pH plus faibles. Cela met en évidence qu'à l'instar des bétons, le comportement de ces matériaux est dépendant de la composition chimique du fluide circulant.

1.3.3 Effets d'une circulation d'eau sur la microstructure

Les processus physico-chimiques décrits lors d'une circulation d'eau conduisant à une déstabilisation des matériaux cimentaires, des effets sont rencontrés au niveau microstructural. Ce paragraphe en présente l'état des connaissances.

1.3.3.1 Effets sur la microstructure des matériaux cimentaires

La dégradation des ciments conduit généralement à une augmentation de sa porosité [Bentz & Garboczie, 1992; Carde *et al.*, 1996; ANDRA, 2001; Heukamp *et al.*, 2003; Gallé *et al.*, 2004; Haga *et al.*, 2005; Hidalgo *et al.*, 2007]. Cependant, des différences apparaissent. Alors que pour Haga *et al.* [2005], celle-ci se traduit par un déplacement de la taille des pores vers des pores de plus grande taille comme illustré sur la figure 1.22,

pour Hidalgo *et al.* [2007]), cela se traduit plutôt par une augmentation du nombre de plus petits pores.

Une ouverture de porosité est aussi mise en évidence lors de la circulation d'eau dans un mortier ou un béton [Gallé *et al.*, 2004; Agostini *et al.*, 2007]. Les travaux de Gallé *et al.* [2004] montrent d'ailleurs une ouverture de porosité similaire durant la dégradation d'une pâte de ciment et durant la dégradation d'un béton. Ils indiquent qu'elle est associée à la dissolution de la portlandite et des C-S-H. Haga *et al.* [2005] le confirment en montrant une relation linéaire entre la quantité dissoute et l'augmentation de la porosité d'un ciment. Cependant, alors que la dissolution de la portlandite (d'autant plus rapide que la porosité initiale est élevée [Haga *et al.*, 2005]) induit une augmentation du nombre de pores de taille micrométriques, la dissolution des C-S-H provoque une augmentation du nombre de pores de taille nanométrique [Ulm *et al.*, 2003; Gallé *et al.*, 2004].

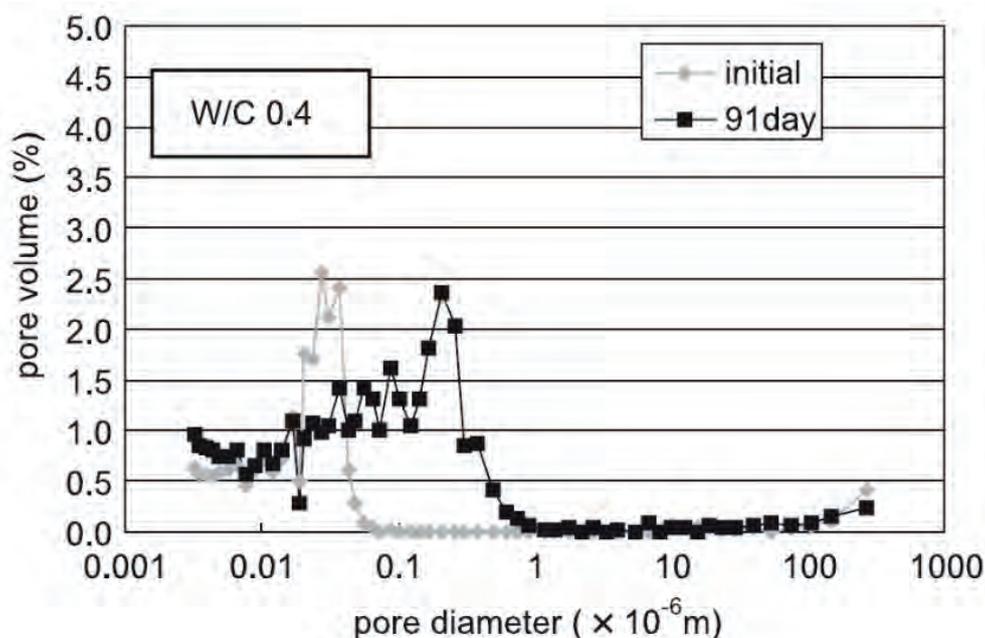


Figure 1.22 – Évolution de la distribution porale d'une pâte de ciment soumise à une dégradation par de l'eau déionisée pendant 91 jours [Haga *et al.*, 2005].

1.3.3.2 Effets sur la microstructure d'un sol traité

Quelques études se sont intéressées aux effets d'une circulation d'eau sur la microstructure d'une argile [Khattab *et al.*, 2007] et d'un limon [Le Runigo *et al.*, 2009] traités à la chaux puis compacté à l'optimum Proctor. Ils montrent une diminution du nombre de pores de plus grande taille (entre 10 et 300 μm pour Khattab *et al.* [2007], et entre 0,1 et 1 μm pour Le Runigo *et al.* [2009]), alors que dans le même temps, le nombre de plus petits pores (entre 0,1 et 10 μm pour Khattab *et al.* [2007], et entre 0,01 et 0,1 μm pour Le Runigo *et al.* [2009]) augmente (figure 1.23a). Le Runigo *et al.* [2009]

proposent, en estimant que la circulation d'eau conduit à une compétition entre des processus de dissolution et des processus de précipitation (phases cimentaires, calcite), que les micropores sont principalement le siège de processus de précipitation, alors que les macropores (là où les flux de circulation sont plus élevés), sont principalement le siège de processus de dissolution. En terme de volume poral total, les travaux de Khattab *et al.* [2007] montrent qu'il est constant durant 60 jours de circulation.

Des effets similaires ont pu être observés dans le cas de la circulation d'une solution saturée en portlandite dans une argilite traitée à la chaux [Deneele *et al.*, 2006; Cuisinier *et al.*, 2009]. Une augmentation de la porosité totale, résultante de l'ouverture de la porosité intra-agrégats, est ainsi mise en évidence [Deneele *et al.*, 2006]. En termes de distribution porale, cela se traduit en revanche par une augmentation du nombre de pores supérieurs à 1 μm et une diminution du diamètre moyen de la microporosité (figure 1.23b) (le diamètre moyen des micropores se déplace ainsi de 0,1 μm à 0,01 μm au bout de 12 mois) [Cuisinier *et al.*, 2009].

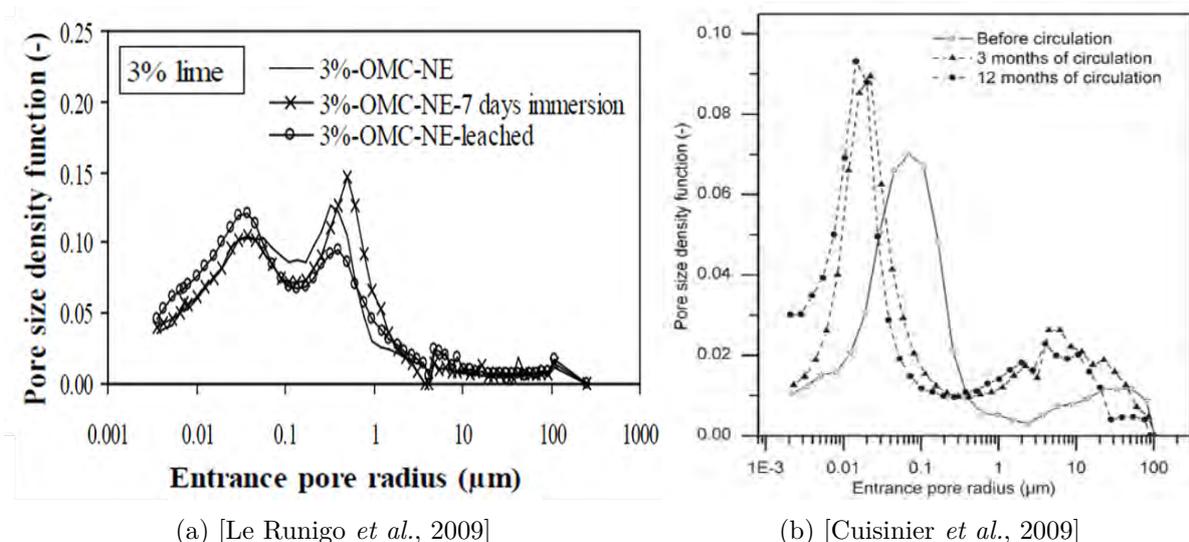


Figure 1.23 – Évolution de la porosité d'un sol traité au cours d'une circulation. (a) limon traité à 3% de chaux circulé par de l'eau déionisée [Le Runigo *et al.*, 2009], (b) argilite traitée à 4% de chaux circulée par une solution de portlandite [Cuisinier *et al.*, 2009].

1.3.4 Effets sur le comportement hydromécanique

Les modifications physico-chimiques, ainsi que l'évolution microstructurale au cours d'une circulation d'eau provoquent des modifications du comportement macroscopique. L'évolution de ce dernier au cours d'une circulation d'eau est abordée dans ce paragraphe.

On s'intéressera particulièrement à la performance mécanique et à la perméabilité, l'évolution de leurs caractéristiques étant considérée comme un indicateur de durabilité.

1.3.4.1 Effets sur les performances mécaniques

Dans les ciments et les bétons, on note une perte de performances mécaniques au cours d'une circulation d'eau qui est expliquée par la dissolution de la portlandite et des hydrates [Carde *et al.*, 1996; Carde & Francois, 1997; Saito & Deguchi, 2000; ANDRA, 2001]. La perte de résistance en compression simple est alors clairement corrélée au rapport de l'épaisseur de la zone altérée par celle de la zone saine [Carde *et al.*, 1996], mais aussi à l'ouverture de la porosité [Saito & Deguchi, 2000]. L'évolution de la stœchiométrie des C-S-H au cours de l'hydrolyse joue aussi un rôle dans l'évolution des performances. Heukamp *et al.* [2003] ont ainsi montré que les propriétés cohésives des C-S-H sont d'autant plus faibles que le rapport Ca/Si est faible. Les pertes de performances peuvent être très importantes, puisque Agostini *et al.* [2007] mettent en évidence une perte de résistance en compression de 80% d'un mortier après seulement 16 jours de circulation par une solution de nitrate d'ammonium. D'après les auteurs, la dissolution de la portlandite conduit à une diminution importante de la performance (cette seule dissolution pourrait conduire à une perte de performance jusqu'à 70% [Carde *et al.*, 1996]), alors que la dissolution progressive des C-S-H conduit à une diminution plus lente. D'une manière plus générale, on peut estimer qu'une dissolution de 1% de calcium du ciment hydraté conduit à une perte de résistance mécanique de 1,5% [Ulm *et al.*, 2002].

En ce qui concerne les sols traités à la chaux, la circulation d'eau entraîne aussi une baisse de la résistance en compression simple (figure 1.24a) [Mc Callister, 1990; Le Runigo *et al.*, 2011]. Celle-ci est reliée à un lessivage du calcium indiquant une dissolution de phases cimentaires. Cependant, aucun des auteurs n'a pu identifier clairement quelle phase en est responsable. Le Runigo *et al.* [2011] indiquent par ailleurs que la perte de performance est liée à la perméabilité du sol. Ainsi, plus la perméabilité est élevée, plus la perte de résistance est importante.

En ayant étudié les effets d'une circulation par une solution saturée en portlandite dans un sol compacté, sans ajout initial de chaux ni de ciment, Cuisinier *et al.* [2009] indiquent la formation de phases cimentaires suite aux réactions pouzzolaniques. Elle est associée à une diminution du rayon moyen des micropores. Malgré cette formation de phases cimentaires, ils ne font pas état d'une augmentation nette des performances mécaniques. Une augmentation du rayon moyen des macropores ($> 2 \mu\text{m}$) est en effet

observée. Elle serait la résultante de la dissolution du sol au contact de la solution qui est fortement agressive. Cette ouverture de porosité serait donc néfaste en termes de résistance mécanique et contrebalancerait les effets positifs de la formation d'hydrates (s'effectuant plutôt dans la microporosité). Ces travaux indiqueraient donc que les pertes de performances mécaniques lors de la circulation d'eau dans un sol traité à la chaux semblent plutôt causées par une ouverture de la porosité. Cette dernière a d'ailleurs bien été mise en évidence par plusieurs auteurs Khattab *et al.* [2007]; Cuisinier *et al.* [2009]; Le Runigo *et al.* [2009]).

Dans le cas de sols traités au ciment, on dispose actuellement de peu d'informations sur l'ampleur d'une circulation d'eau sur la performance mécanique. On peut cependant citer Bahar *et al.* [2004] qui font état d'une diminution de 50% de la résistance en compression simple après 48h d'immersion d'un sol traité au ciment (figure 1.24b). Cependant Mc Callister [1990] et Le Runigo [2008] font état d'une diminution immédiate de la résistance en compression au cours d'une circulation d'eau qu'ils attribuent à la saturation des éprouvettes. D'après ces deux études, on peut ainsi se demander si la perte de performance observée à Bahar *et al.* [2004] est réellement due à une dégradation du matériau, ou bien à une modification de l'état hydrique du sol.

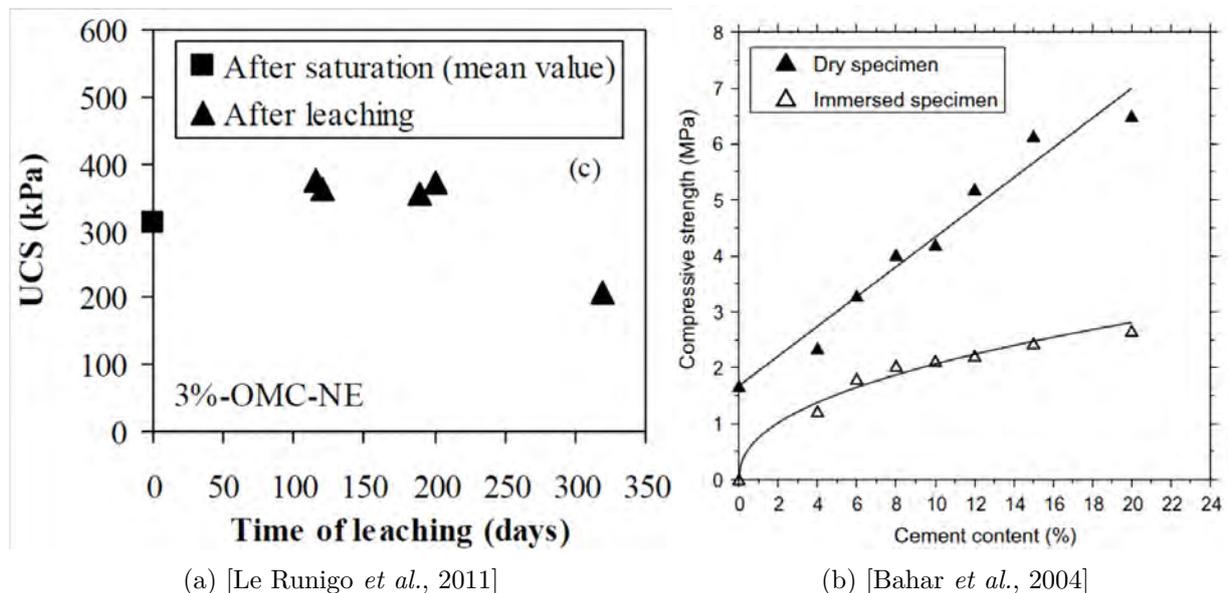


Figure 1.24 – Effets de sollicitations hydriques sur la performance mécanique.
 (a) Limon traité à 3% de chaux et soumis à une circulation d'eau [Le Runigo *et al.*, 2011] (b) limon traité au ciment et immergé 48h [Bahar *et al.*, 2004].

Walker [1995], qui a travaillé sur des sols limoneux ou sableux (contenant jusqu'à 20% de graviers entre 2 et 6 mm) traités au ciment et immergés durant 42 heures, précise que l'augmentation de la quantité de ciment ajouté permet de maintenir les performances

plus longtemps. Après des cycles d'humidification et de séchage, les travaux d'Ahmed & Ugai [2011] vont dans le même sens. Les auteurs montrent effectivement une perte de performance mécanique de 80% avec un dosage de 1% de ciment, mais de 40% avec un dosage de 5% de ciment.

1.3.4.2 Effets sur la perméabilité

La perméabilité des matériaux cimentaires évolue généralement au cours d'une circulation d'eau. Gallé *et al.* [2004] montrent ainsi une augmentation de la perméabilité jusqu'à 2 ordres de grandeur dans une pâte de ciment hydraté ainsi que dans un béton. Les auteurs la relient principalement à l'augmentation de la porosité comprise entre 0,1 et 1 μm . Le constat est le même dans un mortier dans lequel Agostini *et al.* [2007] font aussi état d'une augmentation de la perméabilité de 2 ordres de grandeurs. Dans leurs travaux, cette augmentation est dans un premier temps élevée, et ils l'associent à la dissolution de la portlandite. Par la suite, elle devient cependant plus lente et serait alors liée à la dissolution plus lente des C-S-H.

Dans les sols traités, des effets relativement variables ont pu être observés concernant l'évolution de la perméabilité au cours d'une circulation d'eau. Alors que certaines études mettent en exergue une stabilité de la perméabilité [Goswami & Mahanta, 2007; Le Runigo *et al.*, 2009], d'autres font valoir une diminution au cours du temps [Mc Callister, 1990; Mc Callister & Petry, 1992; Khattab *et al.*, 2007]. Pour ces derniers auteurs, la diminution est rapide lors des tous premiers jours de circulation, puis ralentit ensuite. D'après Mc Callister & Petry [1992], la diminution rapide au début de la circulation serait due à la saturation du sol, alors que la diminution progressive observée par la suite serait provoquée par la formation de composés cimentaires qui comblent les pores. D'après les travaux de Le Runigo *et al.* [2009], les différences de comportement observées entre les études tiennent peut être dans la préparation des échantillons. Les auteurs indiquent en effet que la méthode de compactage a une forte influence sur l'évolution de la perméabilité. Un compactage à l'OPN conduit ainsi à une perméabilité relativement constante alors qu'un compactage à une énergie plus faible conduit à une diminution au cours du temps. Ces constatations sont d'ailleurs indépendantes du dosage en chaux, et sont illustrées sur la figure 1.25.

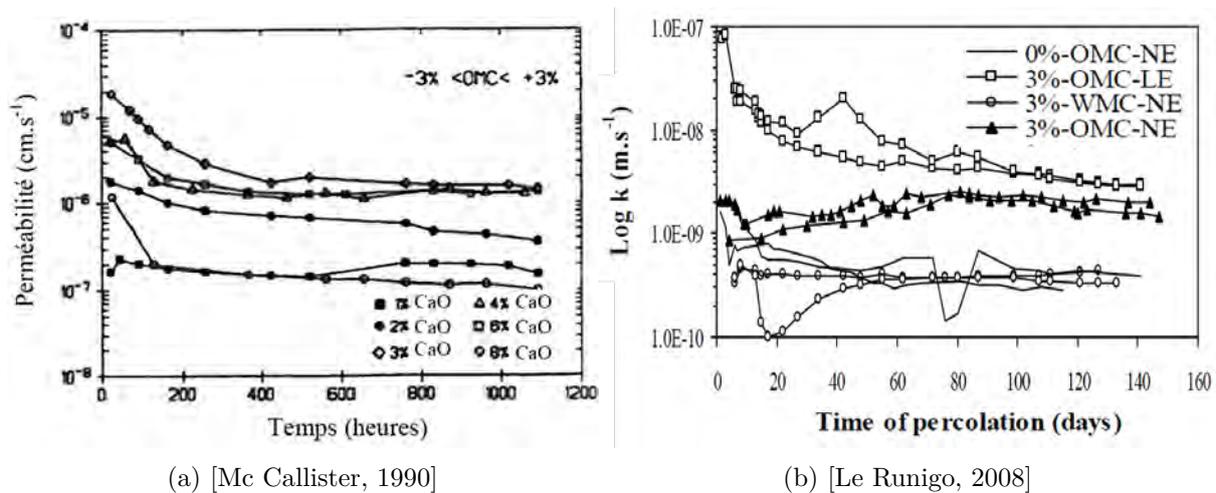


Figure 1.25 – Évolution de la perméabilité d'un sol traité à la chaux.
 (a) Évolution de la perméabilité d'un sol argileux traité à différents dosages en chaux [Mc Callister, 1990] (b) Évolution de la perméabilité d'un sol limoneux traité à différentes caractéristiques de compactage (teneur en eau de l'optimum et faible énergie, coté humide et énergie de l'optimum, OPN) pour un même dosage en chaux [Le Runigo, 2008].

1.3.5 Bilan

Pour conclure sur les effets d'une circulation d'eau, il s'avère que le comportement d'un sol traité à la chaux et au ciment est encore assez peu connu. Pour l'appréhender, on peut se baser sur une littérature très fournie dans le cas des ciments ou des bétons, mais aussi sur les quelques études répertoriées pour des sols traités uniquement à la chaux, voire uniquement au ciment. La similitude des composés cimentaires existant entre ces matériaux, et le rôle primordial qu'ils jouent permettent effectivement cette analogie. Il faut néanmoins considérer l'ampleur des mécanismes dans une pâte de ciment avec prudence. En effet, les quantités apportées lors de l'ajout de chaux et de ciment à un sol sont nettement plus faibles que dans un ciment pur ou lors de la fabrication d'un béton. Dans tous les cas, le comportement de ces matériaux est piloté par le comportement des phases cimentaires, principalement la portlandite et les C-S-H. Leur dissolution provoque une ouverture de la porosité et une perte de performance mécanique.

Il ressort que le maintien des performances de sols traités est d'autant plus important que la quantité de chaux ou de ciment ajoutée est importante et que le temps de cure est élevé. En revanche, l'influence du type de sol et de la nature des phases hydratées sur le comportement du matériau au cours d'une circulation n'est pas connue.

1.4 CONCLUSION

Dans ce chapitre, on a présenté l'état des connaissances sur le comportement physico-chimique, microstructural et macroscopique d'un sol traité à la chaux et/ou au ciment. Alors que le cas d'un sol traité uniquement à la chaux est relativement bien décrit dans la littérature, le cas d'un sol traité à la chaux et au ciment est beaucoup moins bien documenté. Des manques de connaissances existent notamment au niveau des interactions physico-chimiques entre le sol, la chaux et le ciment. Il en est de même en ce qui concerne la microstructure de ces matériaux et la façon dont se répartissent la chaux et le ciment dans le sol. Par ailleurs, lors de l'ajout de chaux et de ciment, on peut aussi s'attendre à des différences notables de comportement selon la nature minéralogique du sol.

Cette revue de la littérature met aussi en lumière que le comportement au cours d'une circulation d'eau d'un sol traité à la chaux et au ciment est encore méconnu. Toutefois, étant reconnu que l'eau provoque une dégradation des composés cimentaires, on peut s'attendre à une dégradation des performances. Les mécanismes mis en jeu et leur impact restent encore à évaluer et à expliquer. Le comportement physico-chimique du sol ayant une influence importante sur le comportement macroscopique.

L'objectif de ce travail de thèse présenté dans les chapitres suivants est d'apporter des éléments de réponse sur les manques de connaissance qui ont été relevés dans la littérature. On cherchera ainsi à évaluer les effets de la chaux et du ciment sur des sols fins. Le comportement des sols traités lors d'une circulation pouvant être présenté comme un indicateur de durabilité, on se propose de l'étudier pour un traitement à la chaux et au ciment. Les comportements physico-chimiques, microstructuraux et macroscopiques étant étroitement reliés, on s'appuiera fortement sur une approche multi-échelle.

Chapitre 2

MATÉRIELS ET MÉTHODES

L'intérêt de ce chapitre est de présenter la démarche expérimentale mise en œuvre, ainsi que les techniques d'analyses utilisées, pour tenter de répondre de manière efficace et précise aux problématiques posées. Avant toute chose, il convient toutefois de bien connaître les caractéristiques physico-chimiques et géotechniques des sols étudiés, mais aussi la composition de la chaux et du ciment qui seront utilisés. Ce chapitre s'articule en trois parties. Dans un premier temps, on présentera les matériaux utilisés et leurs caractéristiques. Dans une seconde partie, on détaillera le matériel et les protocoles de préparation des échantillons. On présentera aussi les techniques d'analyses utilisées. Enfin, dans une dernière partie, on décrira le dispositif de circulation d'eau mis en place pour l'étude.

2.1 MATÉRIAUX UTILISÉS

Cette étude est conduite sur un limon « classique », dépourvu de micas, qui servira de référence, ainsi que sur un limon altéré, riche en micas. Tous deux présentent une distribution granulométrique proche, mais une minéralogie différente.

2.1.1 Sols naturels sélectionnés

2.1.1.1 Limon de Héricourt

2.1.1.1.a Caractéristiques géotechniques

Le limon « classique » provient de Héricourt (Haute-Saône). Il est classé dans la catégorie A2 selon le Guide des Terrassements Routiers (GTR). Cette catégorie est

généralement reconnue pour présenter un comportement satisfaisant lors de la stabilisation à la chaux et au ciment. La granulométrie du limon est présentée dans la figure 2.1. Elle met notamment en évidence une proportion de particules inférieures à $2\ \mu\text{m}$ de 27%. La fraction inférieure à $40\ \mu\text{m}$ représente, elle, 52% du sol.

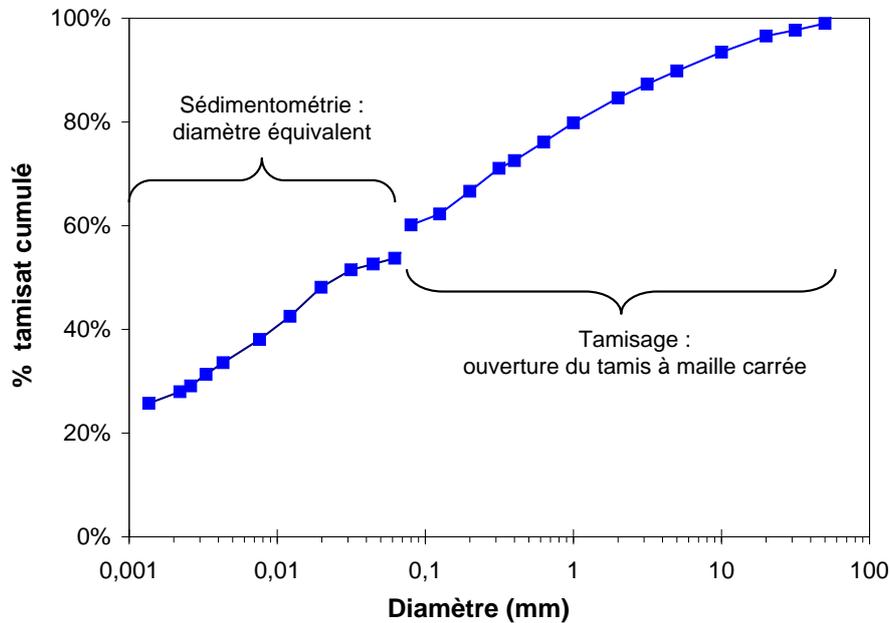


Figure 2.1 – Distribution granulométrique du limon d’Héricourt.

Ses caractéristiques géotechniques sont présentées dans le tableau 2.1. Ce type de sol a déjà fait l’objet de plusieurs études [Cui & Delage, 1996; Cui *et al.*, 2003; Le Runigo, 2008], et notamment lors de circulations d’eau après un traitement à la chaux [Le Runigo, 2008]. Ses caractéristiques sont donc relativement bien connues. Par ailleurs, un remblai expérimental instrumenté et construit avec ce matériau dans l’est de la France fait actuellement l’objet d’un suivi en conditions réelles. Il devra permettre par la suite de comparer les mesures effectuées en laboratoires avec celles effectuées sur site.

Table 2.1 – Principales caractéristiques géotechniques du limon d’Héricourt.

Propriétés géotechniques	
Limite de liquidité w_L (%) (NF P 94-052-1)	47,8
Limite de plasticité w_P (%) (NF P 94-051)	24,4
Indice de plasticité I_P ($w_L - w_P$)	23,4
Masse volumique des particules solides ρ_s (kg/dm^3)	2,67
Valeur de bleu de méthylène (g de bleu/100 g de sol sec)	2,1
Propriétés physico-chimiques	
pH (NF ISO 10390)	5,7
Teneur en carbonates (% massique)	0,63
Matières organiques (%) (perte de masse à 450°C)	3,9

2.1.1.1.b Chimie et minéralogie

La caractérisation chimique et minéralogique du sol est réalisée à l'aide d'analyses élémentaires, et de diffraction des rayons X. Après attaque totale du sol en milieu acide, les analyses élémentaires sont effectuées par spectrométrie d'émission optique après ionisation par plasma (ICP-OES). Ces techniques sont présentées plus loin dans ce chapitre (*cf.* §2.2.2). Les résultats sont donnés dans le tableau 2.2. Les cations échangeables à l'acétate d'ammonium sont aussi mesurés et récapitulés dans le tableau 2.3.

Table 2.2 – Composition élémentaire du limon de Héricourt.

	sol < 5 mm	sol < 40 µm
SiO ₂	69,6%	61,6 %
Al ₂ O ₃	14,0 %	18,0 %
K ₂ O	2,3 %	2,1 %
Na ₂ O	0,3 %	0,2 %
CaO	0,2 %	0,2 %
TiO ₂	0,4 %	0,5 %
Fe ₂ O ₃	5,8 %	7,2 %
MgO	0,5 %	0,7 %
Perte au feu à 1000°C	6,8%	8,7%
Total	100,1%	99,2%

Table 2.3 – Cations échangeables du limon de Héricourt (NF X 31-130).

	sol < 5 mm (cmol+/kg)	sol < 40 µm (cmol+/kg)
Na ⁺	0,05	0,08
Ca ²⁺	4,66	6,96
Mg ²⁺	2,44	3,37
K ⁺	0,24	0,32
Al ³⁺	0,45	0,46

Le diffractogramme des rayons X obtenu sur la fraction inférieure à 5 mm du limon de Héricourt est présenté sur la figure 2.2 (source d'émission au cuivre, $\lambda = 1,54056 \text{ \AA}$). Il met essentiellement en évidence des pics caractéristiques du quartz (SiO₂). Ceux-ci sont d'intensités très importantes, de par une très bonne cristallisation de ce minéral, mais aussi de par la forte proportion de quartz dans le limon de Héricourt. On distingue aussi la présence de feldspaths (KAlSi₃O₈/NaAlSi₃O₈) et de montmorillonite ((Na,Ca)_x(Al,Mg)₂Si₄O₁₀(OH)₂.nH₂O), dont les pics caractéristiques sont « écrasés » par la très forte intensité de ceux du quartz. Un zoom de la zone entre $2\theta = 0^\circ$ et $2\theta = 35^\circ$ (figure 2.3) montre aussi la présence de kaolinite (Al₂Si₂O₅(OH)₄), d'illite/muscovite (KAl₃Si₃O₁₀), et de chlorite ([Mg₃AlSi₁₀(OH)₂]⁻[Mg₂Al(OH)₆]⁺).

Finalement, la position des pics des feldspaths, semble rendre compte de la présence d'une solution solide de feldspaths potasso-sodiques.

Concernant l'identification de l'illite/muscovite, la distinction entre ces deux phases est généralement délicate. Leur structure minéralogique est en effet très proche. Nous n'avons ici pas de données analytiques permettant de statuer avec certitude.

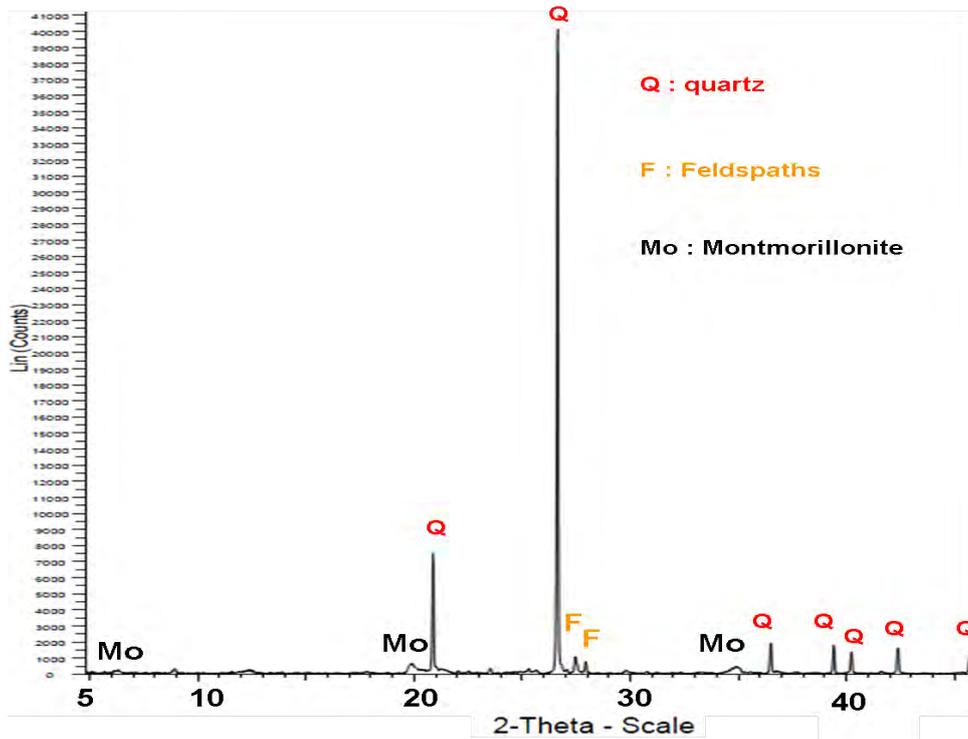


Figure 2.2 – Diagramme DRX du limon d'Héricourt.

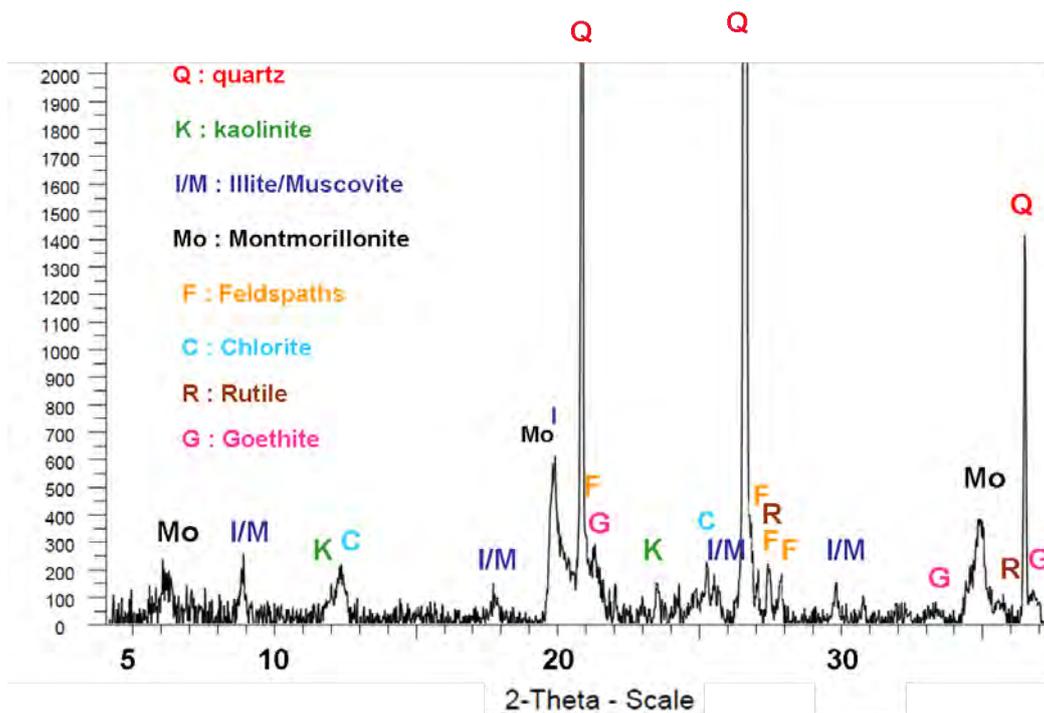


Figure 2.3 – Zoom du diagramme DRX du limon d'Héricourt.

Des analyses par DRX sont aussi effectuées sur la fraction inférieure à 2 μm , afin d'identifier les minéraux argileux. Le diffractogramme est présenté sur la figure 2.4. Cette fraction inférieure à 2 μm est principalement constituée de kaolinite ($\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$), de montmorillonite ($(\text{Na},\text{Ca})_x(\text{Al},\text{Mg})_2\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_{2-n}\text{H}_2\text{O}$), de chlorite ($[\text{Mg}_3\text{AlSiO}_{10}(\text{OH})_2]^-[\text{Mg}_2\text{Al}(\text{OH})_6]^+$), et d'illite/muscovite ($\text{KAl}_3\text{Si}_3\text{O}_{10}$).

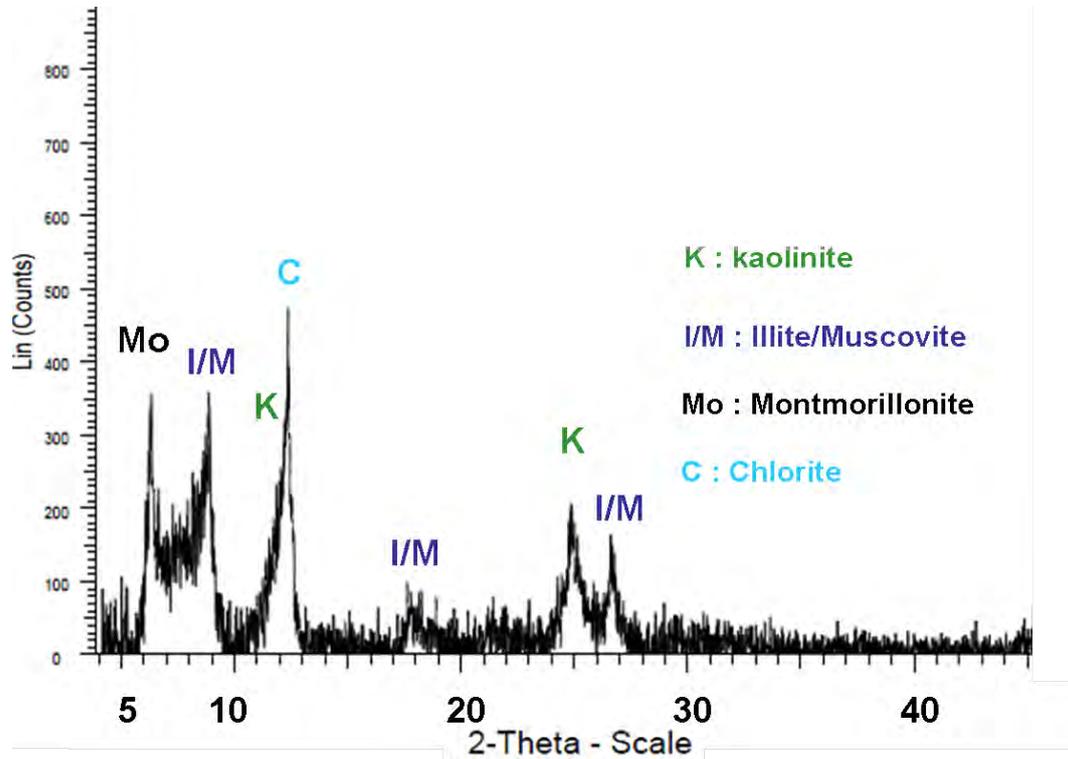


Figure 2.4 – Diagramme DRX de la fraction inférieure à 2 μm du limon de Héricourt.

A partir des aires des pics, il est possible d'évaluer les quantités de chaque phase identifiée, de manière semi-quantitative. En croisant avec les analyses élémentaires, une estimation approximative de la composition du limon de Héricourt a pu être déterminée. Elle est présentée dans le tableau 2.4. On estime l'erreur sur cette détermination à plus ou moins quelques pourcents pour chaque phase.

Table 2.4 – Composition minéralogique du limon d'Héricourt.

	Fraction < 5 mm	Fraction < 40 μm
Quartz	55 %	40 %
Montmorillonite	4 %	5 %
Feldspaths	11 %	10 %
Kaolinite	12 %	25 %
Illite/muscovite	10 %	10 %
Chlorite	1 %	2 %
Goethite	6,50 %	7,50 %
Rutile	0,50 %	0,50 %
Total	100 %	100 %

Le quartz est très fortement majoritaire. Il représente à lui seul 55% du sol dans la fraction inférieure à 5 mm. Il n'est par contre pas présent dans la fraction inférieure à 2 μm . Les autres minéraux sont présents en quantités beaucoup plus faibles puisque la proportion d'aucun d'entre eux ne dépasse 12%.

2.1.1.2 Altérite de Vigneux

2.1.1.2.a Caractéristiques géotechniques

L'altérite choisie pour cette étude provient d'un site situé dans la partie sud du massif armoricain, à Vigneux de Bretagne (Loire-Atlantique). Il a déjà fait l'objet d'une étude de comportement lors d'un traitement à la chaux [Delavernhe, 2011]. La figure 2.5 présente sa distribution granulométrique. Par rapport au limon de Héricourt, elle met surtout en évidence la faible quantité de fines puisque la fraction inférieure à 2 μm ne représente ici que 15 % du matériau. La fraction inférieure à 40 μm représente, elle, 60% du sol.

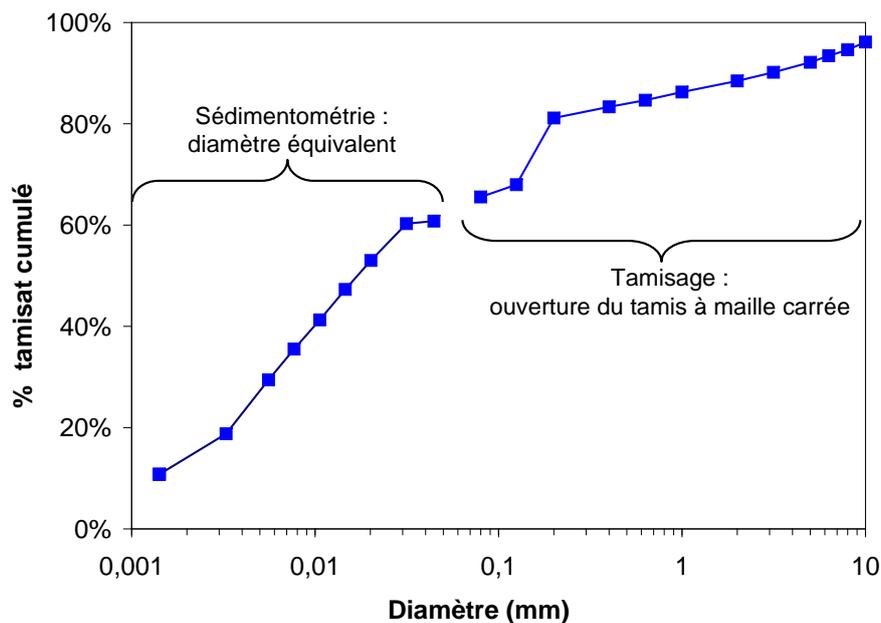


Figure 2.5 – Distribution granulométrique de l'altérite de Vigneux.

Ses principales caractéristiques géotechniques, mesurées selon les différentes normes d'identification de sol en vigueur, sont données dans le tableau 2.5. L'altérite entre dans la catégorie des sols limoneux et appartient à la catégorie A1 selon le Guide des Terrassements Routiers (norme NF P 11 300) [GTR, 1992]. Cette catégorie est généralement reconnue pour ne pas présenter de difficultés majeures dans le cas de stabilisation à la chaux et/ou au ciment. Cependant, des tests d'aptitudes sur des sols similaires mettent en évidence un potentiel de gonflement important, ainsi que

d'importantes difficultés de mise en œuvre [Cabane, 2004; Chopier, 2008; Delavernhe, 2011]. Il est finalement encore aujourd'hui considéré comme inapte au traitement, même si les résultats de Delavernhe [2011] laissent entrevoir des possibilités d'amélioration des performances mécaniques et de diminution du gonflement via une stabilisation à la chaux.

Table 2.5 – Principales caractéristiques géotechniques de l'altérite de Vigneux.

Propriétés géotechniques	
Limite de liquidité w_L (%) (NF P 94-052-1)	41,9
Limite de plasticité w_P (%) (NF P 94-051)	27,9
Indice de plasticité I_P ($w_L - w_p$)	14,0
Masse volumique des particules solides ρ_s (kg/dm ³)	2,75
Valeur de bleu de méthylène (g de bleu/100 g de sol sec)	0,44
Propriétés physico-chimiques	
pH (NF ISO 10390)	5,9
Teneur en carbonates (% massique)	2,10
Matières organiques (%) (perte de masse à 450°C)	1,9

2.1.1.2.b Chimie et minéralogie

La composition chimique est déterminée par analyses élémentaires effectuées par ICP-OES, après attaque acide totale. Les résultats sont donnés dans le tableau 2.6. Les cations échangeables à l'acétate d'ammonium sont quant à elles présentées dans le tableau 2.7.

Table 2.6 – Composition élémentaire de l'altérite de Vigneux.

	sol < 5 mm	sol < 40 μ m
SiO ₂	59,6 %	51,6 %
Al ₂ O ₃	25,2 %	33,1 %
K ₂ O	5,5 %	3,6 %
Na ₂ O	0,5 %	0,5 %
CaO	0,01 %	0,01 %
TiO ₂	0,3 %	0,3 %
Fe ₂ O ₃	2,3 %	2,3 %
MgO	0,3 %	0,3 %
Perte au feu à 1000°C	5,1 %	6,5 %
Total	98,8 %	98,2 %

Table 2.7 – Cations échangeables de l'altérite de Vigneux (NF X 31-130).

	sol < 5 mm (cmol+/kg)	sol < 40 μ m (cmol+/kg)
Na ⁺	0,12	0,16
Ca ²⁺	0,05	0,66
Mg ²⁺	0,37	0,49
K ⁺	0,11	0,09
Al ³⁺	0,37	0,12

La détermination des phases minérales constituant l'altérite de Vigneux est réalisée par diffraction des rayons X. La figure 2.6 présente le diffractogramme des rayons X de la fraction inférieure à 5 mm. Il montre la présence de pics caractéristiques du quartz (SiO_2), de la kaolinite ($\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$), de l'illite/muscovite ($\text{KAl}_3\text{Si}_3\text{O}_{10}(\text{OH})_2$). Des phases accessoires telles que du rutile (TiO_2) et de la goéthite ($\text{FeO}(\text{OH})$) sont aussi détectées.

Comme pour le limon de Héricourt, la distinction entre l'illite et la muscovite n'a pas été statuée dans ce travail. Cependant, pour l'altérite, les travaux de Delavernhe [2011], indiquent plutôt la présence de muscovite.

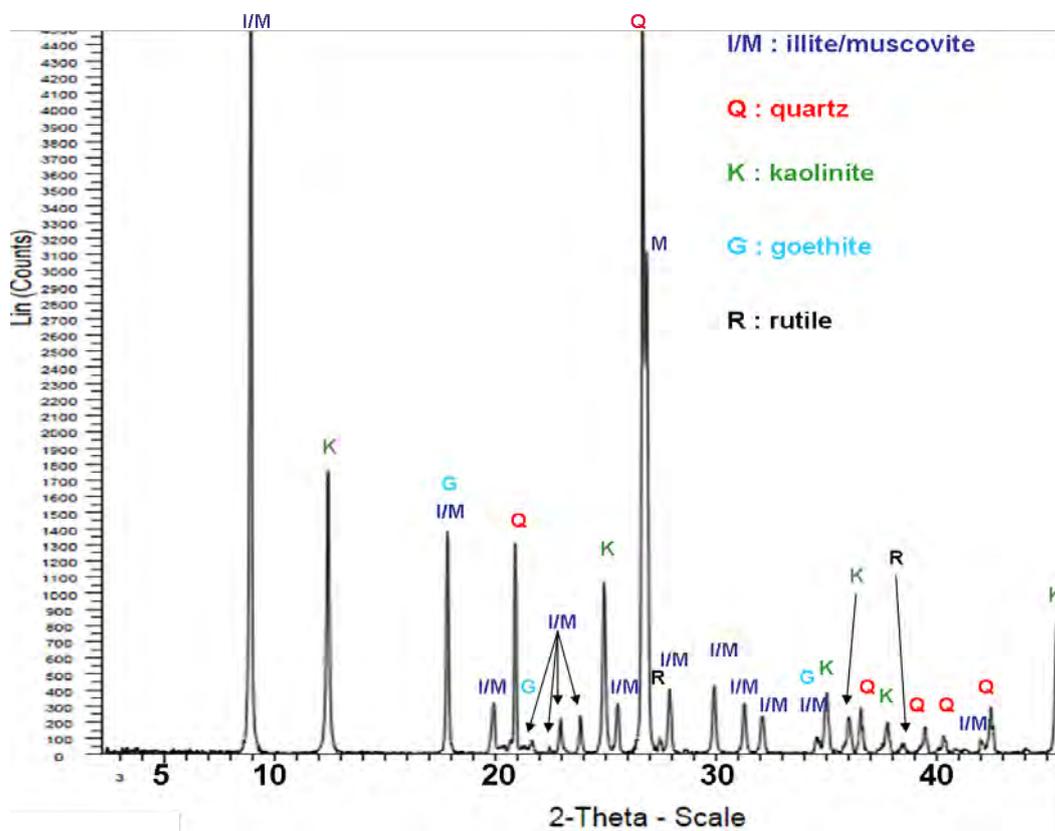


Figure 2.6 – Diagramme DRX de l'altérite de Vigneux.

A partir des aires des pics, il est possible d'évaluer les quantités de chaque phase identifiée, de manière semi-quantitative. Une autre estimation a aussi pu être calculée à partir des teneurs élémentaires mesurées par ICP-OES. Pour cela, les approximations suivantes ont été effectuées :

- i). Tout le potassium provient uniquement de la muscovite.
- ii). Tout l'aluminium provient à la fois de la muscovite et de la kaolinite.
- iii). Tout le silicium provient à la fois du quartz, de la muscovite et de la kaolinite.
- iv). Tout le titane mesuré est présent sous forme de TiO_2 .

La composition minéralogique de l'altérite de Vigneux est donnée dans le tableau 2.8. A noter aussi que ce calcul est réalisé en considérant chaque minéral comme une phase pure, de stœchiométrie fixe. Cette méthode n'a pas pu être utilisée pour le limon de Héricourt, car le potassium y est porté par l'illite/muscovite et les feldspaths. De même, l'aluminium est porté par ces deux phases, ainsi que par la chlorite et la montmorillonite.

Table 2.8 – Composition minéralogique de l'altérite de Vigneux calculée à partir des teneurs élémentaires.

	Fraction < 5 mm	Fraction < 40 µm
Quartz	29,9 %	12,6 %
Kaolinite	18,8 %	36,6 %
Muscovite	46,4 %	48,6 %
Goethite	4,6 %	4,7 %
Rutile	0,3 %	0,3 %
Total	100 %	102,8 %

Dans ce sol, la proportion de muscovite est très élevée, puisqu'elle est de 46,4%. Le quartz ne représente que 29,9% en masse. La fraction inférieure à 40 µm (qui représente 60% du sol) est pour sa part essentiellement constituée de muscovite et de kaolinite. La minéralogie de l'altérite est donc très différente de celle du limon.

2.1.2 Liants utilisés

2.1.2.1 Dosage étudié

Au cours de ce travail, la stabilisation des sols est faite via un traitement mixte chaux/ciment sur les deux sols naturels. De manière à être représentatif de ce que l'on peut rencontrer dans des chantiers de terrassement, un dosage à 1% de chaux + 5% de ciment est choisi. De plus, l'influence de ce dosage a déjà fait l'objet d'autres études sur des sols similaires [Cabane, 2004; Le Borgne, 2010].

La quantité nécessaire de liant à apporter au sol est déterminée par rapport à la masse sèche de ce dernier selon l'équation 2.1.

$$\% \text{ liant} = \frac{m_{\text{liant}}}{m_{\text{sèche}} + m_{\text{liant}}} \quad (2.1)$$

Avec m_{liant} la masse de liant (chaux ou ciment) ajoutée au sol,
 $m_{\text{sèche}}$ la masse de sol sec.

2.1.2.2 Caractéristiques des liants

2.1.2.2.a La chaux

La chaux vive utilisée est fournie par la société Lhoist (chaux qualité supérieure EN 459-1 CL 90Q). Ses caractéristiques sont résumées dans le tableau 2.9.

Table 2.9 – Caractéristiques physico-chimiques de la chaux (d’après Lhoist).

Composition chimique		Propriétés physiques	
CaO (%)	93,1	Perte au feu (%)	3,4
CaO libre (%)	90,4	Passant à 2 mm (%)	100
MgO (%)	1,5	Passant à 0,2 mm (%)	89,8
CO ₂ (%)	1,4	Passant à 0,08 mm (%)	73,2
SO ₃ (%)	0,3	t ₆₀ (minutes)	5,4

2.1.2.2.b Le ciment

Un ciment de type CEM II (CEM II/A-LL 42.5 R CE CP2 NF) fourni par Lafarge est choisi pour cette étude. Sa composition chimique et ses propriétés physiques sont respectivement présentées dans les tableaux 2.10 et 2.11.

Table 2.10 – Composition chimique et minéralogique du ciment (d’après Lafarge).

Constituants du ciment		Composition chimique	
Calcaire (%)	12	CaO (%)	63,0
Clinker (%)	87	SiO ₂ (%)	18,6
Filler (%)	1	Al ₂ O ₃ (%)	4,38
Composition du clinker		Fe ₂ O ₃ (%)	2,76
C ₃ S (%)	60,8	MgO (%)	0,91
C ₂ S (%)	7,7	Na ₂ O (%)	0,16
C ₃ A (%)	15,7	K ₂ O (%)	0,86
C ₄ AF (%)	9,9	CO ₂ (%)	4,78
gypse (%)	5,4	SO ₃ (%)	3,12

Table 2.11 – Propriétés physiques du ciment (d’après Lafarge).

Propriétés physique	
Perte au feu (%)	5,68
Résistance à la compression (28 jours)	53,4
Masse volumique spécifique ρ_s (kg/dm ³)	3,09

2.2 DÉMARCHE POUR L'ÉVALUATION DES EFFETS DU TRAITEMENT

Ce paragraphe présente les protocoles expérimentaux de préparation des matériaux et les techniques de caractérisation permettant l'évaluation du comportement des deux sols traités. De nombreux auteurs ayant démontré que la température a juste un effet cinétique et ne modifie pas les mécanismes mis en jeu [Little, 1995; Al-Mukhtar *et al.*, 2010b,a; Mooney & Toohey, 2010; Maubec, 2010], l'évaluation des effets à long terme du traitement sera appréhendée par des essais à 50°C.

2.2.1 Préparation des matériaux

2.2.1.1 Préparation d'éprouvettes (fraction < 5mm)

Des éprouvettes sont préparées pour chacun des deux sols (fraction inférieure à 5 mm) par compactage à 98,5% de la densité de leur Optimum Proctor Normal (OPN) et à 100% de la teneur en eau de leur OPN. L'objectif de cette fabrication est d'en évaluer le comportement mécanique via des mesures de résistance en compression simple. L'intérêt d'un compactage légèrement inférieur à l'OPN est de se rapprocher des conditions de terrain. Les courbes Proctor du limon de Héricourt et de l'altérite de Vigneux, bruts et traités à 1% de chaux et 5% de ciment, sont présentées sur la figure 2.7. A partir de ces courbes, les caractéristiques des éprouvettes préparées sont répertoriées dans le tableau 2.12.

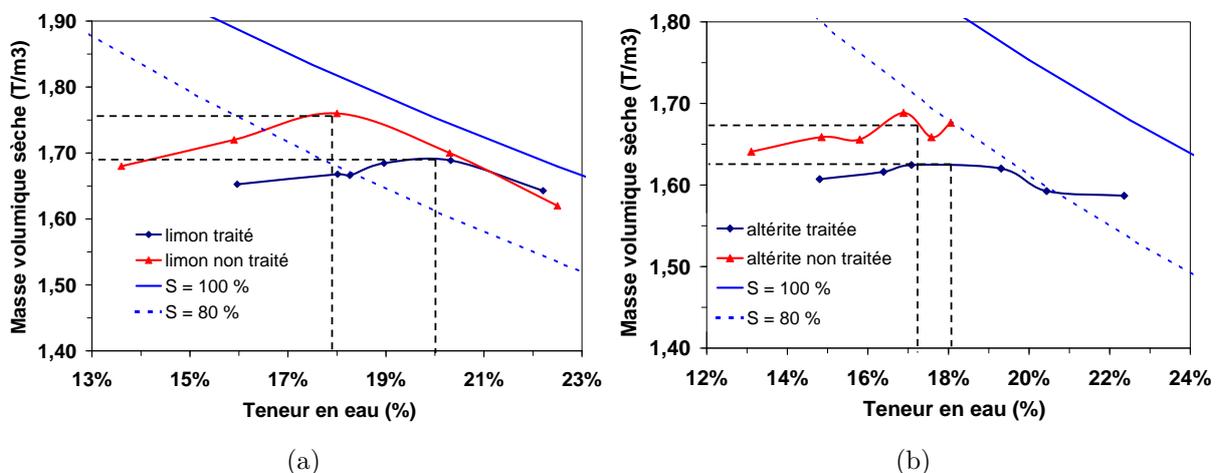


Figure 2.7 – Courbes Proctor du limon de Héricourt (a) et de l'altérite de Vigneux (b) traités avec 1% de chaux + 5% de ciment et non traités.

Table 2.12 – Caractéristiques des éprouvettes préparées à l’OPN.

	Dens. sèche (98,5% OPN)	Masse épreuve (g)	Teneur en eau (%)	Porosité (%)
Héricourt non traité	1,72	389,8	17,9%	36
Héricourt traité	1,66	384,4	20,0%	37
Vigneux non traité	1,65	374,2	17,5%	40
Vigneux traité	1,61	364,6	18,0%	42

Les caractéristiques de compactage ont une influence conséquente sur la microstructure et sur la perméabilité du matériau [Le Runigo *et al.*, 2009; Cuisinier *et al.*, 2011]. Le plus grand soin est donc apporté à la préparation des éprouvettes, afin de s’affranchir de ces effets et d’assurer une bonne reproductibilité de leurs caractéristiques. La teneur en eau du matériau est ainsi considérée à $\pm 0,5\%$ et la masse de matériau compacté à $\pm 0,5$ g.

Le protocole de préparation et de compactage du sol est le même pour toutes les éprouvettes. Les différentes étapes sont décrites ci-après :

- i). Préparation du sol à la teneur en eau de l’optimum Proctor par ajout d’eau déminéralisée. L’homogénéisation est effectuée au moyen d’un malaxeur à couteaux Talsa® de type K15. Le sol est préparé par séries de 25 kg environ. Cette quantité est un bon compromis pour limiter les risques de variations de teneur en eau entre les éprouvettes, tout en limitant la durée de conservation du matériau. En effet, la conservation du matériau sur des durées trop longues peut conduire à une diminution de la teneur en eau par séchage.
- ii). Conservation dans un sac en plastique scellé à l’abri de la lumière au minimum 48 heures.
- iii). Traitement du sol à la chaux et au ciment : dans un premier temps, la quantité nécessaire de chaux correspondant à 1% de la masse sèche du matériau est ajoutée. L’homogénéisation est effectuée à l’aide d’un malaxeur à couteaux Talsa® de type K15. Le sol est conditionné dans un sac en plastique scellé pendant 1 heure pour qu’il se stabilise à la bonne teneur en eau. Il est ensuite traité avec 5% de ciment (l’homogénéisation étant effectuée grâce au même malaxeur à couteaux).
- iv). Compactage du sol sous forme d’éprouvettes cylindriques de 5 cm de diamètre et 10 cm de hauteur.

Un compactage statique est utilisé pour la fabrication de l’intégralité des éprouvettes. Il est effectué immédiatement après le traitement au ciment. Les éprouvettes sont confectionnées une par une. Afin de limiter au maximum les phénomènes de prise cimentaire entre l’instant correspondant à l’ajout de ciment et le compactage, toutes

les éprouvettes sont fabriquées dans les 90 minutes qui suivent l'ajout de ciment. Ce délai correspond au délai de maniabilité du liant. Cela implique que seules une douzaine d'éprouvettes sont confectionnées simultanément.

Pour pouvoir déterminer la résistance en compression simple selon les normes XP CEN ISO/TS 17892-7 et NF EN 13286-41, le sol est compacté sous forme d'éprouvettes cylindriques de 50 mm de diamètre et 100 mm de hauteur. Pour ce faire, la masse de sol permettant de respecter la compacité visée est prélevée et placée dans un moule cylindrique. Une presse multi-vitesse permet de compacter le sol à l'intérieur du moule avec une vitesse de 50 mm/min. La confection des éprouvettes est effectuée en quatre étapes, par retournements successifs du moule. Cela est effectué au moyen du positionnement successif de trois jeux de cales, la dernière étape étant caractérisée par le compactage sans cales. La course du piston lors d'une étape donnée est ainsi identique pour la préparation de toutes les éprouvettes. Le protocole est illustré sur la figure 2.8.

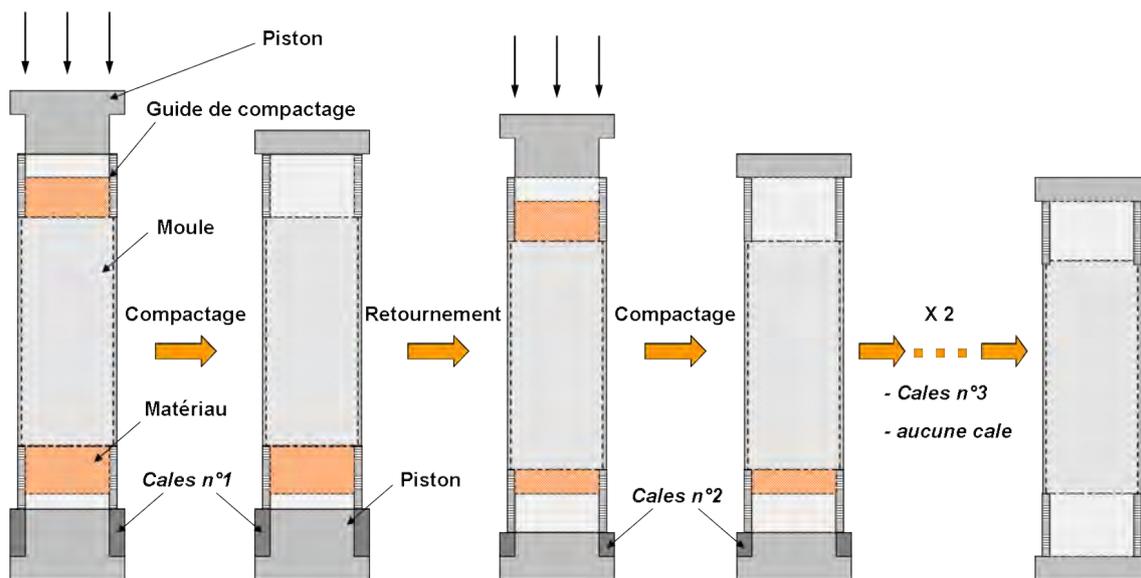


Figure 2.8 – Schéma de la procédure de compactage utilisée.

Ce protocole permet une uniformisation de la densité dans tout l'échantillon. Des mesures de densité par gammamétrie indiquent cependant que la zone centrale de l'éprouvette est un peu moins dense. Sa densité correspond à 92% de la densité des extrémités (zones présentant les densités les plus élevées). Un profil de densité relative des éprouvettes est présenté sur la figure 2.9.

Les éprouvettes sont alors démoulées. Elles sont ensuite soumises à une période de cure à teneur en eau constante pendant 1 à 300 jours, soit à 20°C, soit à 50°C. Pour cela, elles sont emballées dans du film polyéthylène, puis dans du film aluminium pour les protéger

de l'air et de la lumière. Elles sont conservées, soit dans une salle climatisée à $20 \pm 2^\circ\text{C}$, soit dans une étuve à $50 \pm 1^\circ\text{C}$.

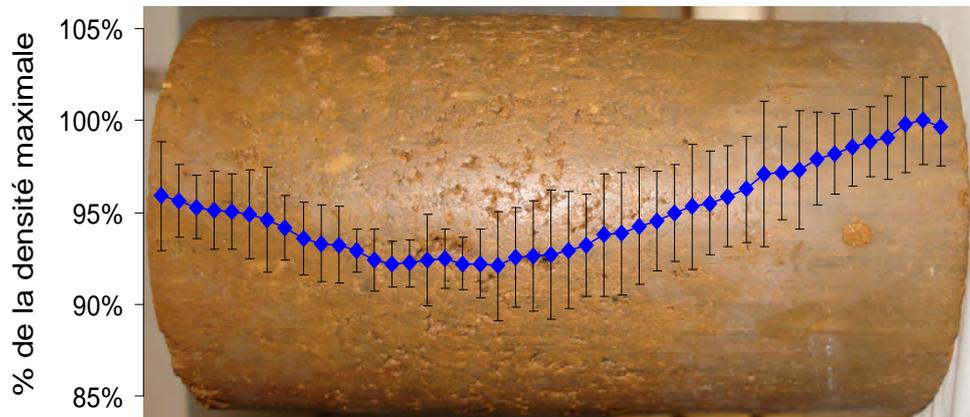


Figure 2.9 – Profil de densité des éprouvettes préparées à l'OPN.

2.2.1.2 Étude en milieu dilué (fraction $< 40 \mu\text{m}$)

La réactivité des minéraux est étudiée en milieu dilué sur la fraction inférieure à $40\mu\text{m}$. En effet, Maubec [2010] a montré que la chimie n'est pas affectée par les effets de dilution. Le comportement du sol est ainsi identique dans des éprouvettes, dans des pâtes à une teneur en eau voisine de la limite de liquidité, ou bien en suspension (rapport liquide/solide par exemple de 10). On assiste simplement à une modification des durées d'atteinte de l'équilibre entre la solution et la phase solide.

De plus, l'intérêt de ces essais en suspension est de suivre l'évolution de la composition chimique de la solution. En effet, celle-ci ne peut pas être déterminée dans les éprouvettes. Enfin, la quantité de matériau utilisée est nettement plus faible que pour les éprouvettes.

Cette fraction est obtenue par tamisage du sol à $40 \mu\text{m}$ par voie humide, puis séchée à l'étuve à une température de 50°C maximum. Les suspensions sont préparées en ajoutant à la fraction inférieure à $40 \mu\text{m}$ sèche 1% en masse de chaux et 5% en masse de ciment. Le mélange est mis en suspension dans de l'eau déminéralisée avec un rapport L/S de 10. Les suspensions préparées sont ensuite placées sous agitation pendant 1 à 300 jours, soit à $20^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$, soit à $50^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ pour l'évaluation des échéances à long terme.

2.2.2 Caractérisations et Analyses

Différents essais et analyses sont effectués pour suivre le comportement physico-chimique, mécanique, et l'évolution de la microstructure du matériau au cours de la cure. La caractérisation du comportement mécanique, ainsi que de la microstructure est effectuée sur des éprouvettes. La caractérisation physico-chimique est quant à elle

effectuée à partir des essais en suspension, et sur les éprouvettes. Ce paragraphe présente les différentes techniques utilisées ainsi que les protocoles de préparation d'échantillon qui ont été suivis.

2.2.2.1 Mesure de la résistance mécanique

Les performances mécaniques des éprouvettes sont évaluées par des mesures de résistance à la compression simple (R_C) selon les normes XP CEN ISO/TS 17892-7 et NF EN 13286-41. La mesure consiste en l'application d'une force dans le sens longitudinal de l'éprouvette à l'aide d'une presse. La vitesse de déplacement de cette presse est fixée à 1 mm/min. La valeur de résistance à la compression simple correspond alors à la force conduisant à la rupture de l'éprouvette.

Une fois la mesure réalisée, les débris de l'éprouvette sont récupérés afin d'effectuer des analyses chimiques du sol traité. Cependant, ces échantillons sont préalablement séchés par lyophilisation afin de stopper l'hydratation de la chaux et du ciment. Pour cela, les débris d'éprouvette recueillis sont congelés à -18°C pendant environ 48 heures puis lyophilisés pendant au moins 30 heures, à -58°C et 0,03 mbar. Ils sont enfin conservés dans un dessiccateur, sous un vide de 0,2 bar, en présence de sulfate de calcium anhydre, jusqu'à la caractérisation physico-chimique.

2.2.2.2 Analyses physico-chimiques

Le comportement physico-chimique du sol lors de l'ajout de chaux et de ciment est suivi à l'aide de plusieurs techniques de caractérisation. Les matériaux sont préalablement broyés. Pour les éprouvettes, cette étape est effectuée à l'aide d'un vibro-broyeur mécanique à disques de type Retsch 200[®] fonctionnant à une vitesse de 1000 tours par minute pendant 30 secondes. Concernant les suspensions, la partie solide est séparée du liquide par filtration à $0,45\ \mu\text{m}$ puis lyophilisée. Elle est ensuite broyée au mortier, puis soumise à analyses. Le filtrat recueilli est conservé pour l'analyse chimique de la solution aqueuse.

2.2.2.2.a Analyse du sol par diffraction des rayons X (DRX)

Afin de caractériser les phases cristallines présentes dans le matériau, de suivre leur évolution au cours du temps et d'identifier celles qui se forment, la diffraction des rayons X sur poudre (DRX) est utilisée. Le principe de cette technique est basé sur les propriétés d'un réseau cristallin à dévier un rayonnement X dans des directions caractéristiques des paramètres du cristal. La mesure est réalisée grâce à un diffractomètre Bruker AXS D8 Advance, en géométrie téta - 2 téta. Il est équipé d'une source en cuivre ($\lambda = 1,54056 \text{ \AA}$), d'un monochromateur Ge (111), et d'un détecteur Vantec en position 1D. En revanche, dans cette géométrie, la source de rayons X est fixe. L'échantillon bouge alors de sorte à balayer l'ensemble de la gamme d'angle (θ). Le détecteur se déplace aussi de telle sorte que l'angle avec le faisceau incident soit égal à 2θ . Les diagrammes sont enregistrés avec des angles de diffraction (exprimés en 2θ) allant de 4 à 50° , un pas de mesure en 2θ de 0,016 et un temps de comptage de 1,9 seconde par pas.

2.2.2.2.b Analyse de solutions aqueuses

La composition chimique de l'eau est mesurée pour les essais en milieu dilué. Les suspensions recueillies aux différentes échéances sont filtrées à $0,45 \mu\text{m}$. Le pH des filtrats est alors mesuré à 20°C . Les concentrations en calcium, en aluminium, en silicium, en fer, en sodium, en potassium et en magnésium sont ensuite déterminées par spectrométrie d'émission optique par plasma inductif couplé (ICP-OES). Ces analyses sont effectuées selon la norme NF EN ISO 11885.

2.2.2.3 Caractérisation de la microstructure

2.2.2.3.a Préparation des échantillons

La microstructure des sols traités et compactés est caractérisée à l'aide de plusieurs techniques complémentaires. Ces analyses sont effectuées uniquement sur des éprouvettes. Ces dernières sont, dans un premier temps, lyophilisées afin de stopper les réactions d'hydratation de la chaux et du ciment. La procédure suivie est inspirée de celle utilisée par Maubec [2010]. Cependant, même si les effets de la lyophilisation sur la microstructure sont difficiles à apprécier, une congélation rapide semble minimiser les perturbations microstructurales [Delage & Pellerin, 1984]. Les échantillons sont alors plongés dans l'azote liquide à -196°C pendant 5 minutes. La solidification de l'eau étant ainsi très rapide, l'expansion volumique est moins importante. Les échantillons congelés

sont immédiatement placés dans un lyophilisateur à -58°C et sous 0,03 mbar pendant 48 heures au minimum.

Pour une même éprouvette, plusieurs fragments sont recueillis. Certains sont tout d'abord utilisés pour observer la morphologie et l'état de surface du sol. L'observation a alors lieu sur une zone de fracture de l'éprouvette.

D'autres fragments sont ensuite imprégnés dans une résine acrylique de type LR White[®]. Pour cela, l'échantillon est placé dans un moule de 25 mm de diamètre sous vide puis recouvert par la résine liquide. L'ensemble est laissé sous vide pendant 24 heures de façon à ce que la résine pénètre à l'intérieur du matériau. L'échantillon est ensuite placé à l'étuve à 60°C pendant 24 heures. Cette étape permet la polymérisation et le durcissement de la résine. Une section polie de l'échantillon est alors obtenue par polissage, sous éthanol, avec une polisseuse semi-automatique Struers Tegrasystem. L'intérêt de ce protocole de préparation est ainsi d'observer une coupe bidimensionnelle de l'échantillon de sol.

2.2.2.3.b Observations en coupe (sections polies)

La chaux et le ciment sont constitués majoritairement de phases minérales riches en calcium. À l'inverse, les deux sols naturels présentés ici ne contiennent que très peu de calcium (tableaux 2.2 et 2.6). On peut donc faire l'approximation que tout le calcium présent dans le sol traité provient uniquement de l'ajout de chaux et de ciment. Deux techniques complémentaires utilisées durant cette étude permettent d'observer la répartition du calcium au sein du matériau, à savoir la microfluorescence X et la microscopie électronique à balayage (MEB). Celles-ci sont réalisées sur des surfaces polies.

2.2.2.3.b.a Microfluorescence X

La microfluorescence X est basée sur les propriétés de fluorescence, caractéristiques d'un élément chimique. L'excitation d'un atome par un rayonnement X provoque l'éjection d'un électron du cortège électronique et engendre la présence d'une lacune électronique dans un niveau énergétique de cœur de l'atome. La désexcitation de l'atome se traduit par le comblement de cette lacune par un électron d'un niveau énergétique supérieur. Cette étape libère un rayonnement X dont l'énergie est égale à la différence entre les deux niveaux énergétiques considérés. Un élément chimique émet ainsi des rayons X d'énergies différentes qui lui sont propres. La détection de ces rayons X renseigne donc sur la nature de l'élément chimique excité.

Les analyses sont effectuées au moyen d'un spectromètre à microfluorescence X Bruker Micro-XRF M4 Tornado équipé d'une source de rayons X au rhodium et d'un détecteur SDD. Un balayage du faisceau sur la surface de l'échantillon permet de sonder en tout point la nature des éléments chimiques présents. Des cartographies de distribution spatiale des éléments chimiques sont ainsi effectuées via le logiciel ESPRIT[®] (Bruker) et normalisées en nombre total de coups reçus par le détecteur.

2.2.2.3.b.b Microscopie électronique à balayage (MEB)

Il est aussi possible de réaliser des cartographies de répartition des éléments chimiques à l'aide d'un microscope électronique à balayage. La principale différence avec la microfluorescence X se situe au niveau de l'excitation des atomes de l'échantillon qui s'effectue désormais à l'aide d'un faisceau d'électrons en lieu et place d'un faisceau de rayons X. La détection des éléments chimiques se fait, là aussi, par la détection des rayons X émis par l'échantillon.

L'utilisation de la microscopie électronique nécessite une étape supplémentaire de préparation des échantillons. Une métallisation au carbone ou à l'or est, en effet, indispensable pour permettre l'évacuation des électrons et ainsi éviter les problèmes de charge susceptibles de perturber les observations. Cette étape est effectuée sous un vide d'environ 50 mTorr.

Les analyses sont réalisées grâce à un microscope électronique à balayage Hitachi S570 dont le faisceau d'électrons est généré par une pointe en LaB₆. Il permet l'enregistrement d'images à des grossissements compris entre x25 et x5000. Il est équipé d'un détecteur EDX Xflash silicon drift detector couplé à un système EDS Quantax 200 (SDD). Les images sont enregistrées avec une tension d'accélération des électrons de 15 kV et à une distance de travail de 26 mm.

La focalisation du faisceau d'électrons confère à cette technique une meilleure résolution spatiale qu'en microfluorescence X. Alors que celle du microscope électronique est voisine du micromètre, la résolution des images obtenues par microfluorescence X est de 25 µm. Toutefois, la microfluorescence X permet d'observer rapidement une zone beaucoup plus large de l'échantillon, et donc d'avoir un aperçu global et sans doute plus représentatif de la répartition des éléments dans le sol. En revanche, la limite de détection des éléments est plus élevée qu'en microfluorescence X.

2.2.2.3.c Observations de la surface brute par microscopie électronique à balayage

Des observations de la morphologie du sol sont effectuées sur des fragments d'échantillons à l'aide d'un microscope électronique à balayage Hitachi S570 sous une tension d'accélération de 15 kV et à une distance de travail de 15 mm. L'intérêt est ici de caractériser la morphologie et l'état de surface du matériau. Le faisceau d'électrons est généré par une pointe en LaB₆. Un détecteur d'électrons secondaires permet alors de reconstituer une image avec un contraste topographique.

Pour la même raison que l'enregistrement de cartographie au MEB (paragraphe 2.2.2.3.b.b), la métallisation des échantillons à l'or et/ou au carbone est nécessaire avant l'acquisition des images.

2.2.2.3.d Porosimétrie par intrusion de mercure

En parallèle des observations microstructurales, des mesures de porosimétrie par intrusion de mercure sont effectuées sur des fragments d'échantillon non imprégnés. Cette technique permet d'obtenir des informations sur la distribution en taille des pores. La mesure consiste à remplir les pores de mercure de façon progressive en augmentant au fur et à mesure la pression d'injection de mercure. Il est ensuite possible de déterminer le diamètre d'entrée des pores pénétrés à une pression d'injection donnée grâce à l'équation de Washburn [1921] (équation 2.2) :

$$r = \frac{2\sigma \cos\theta}{p} \quad (2.2)$$

Dans cette équation, r est le rayon d'entrée du pore (en m), σ la tension de surface à l'interface mercure-air (0,48 N/m), θ l'angle de contact entre le mercure et les particules solides (environ 140°) et p la pression d'injection du mercure (en Pa).

La porosimétrie par intrusion de mercure permet de décrire les pores de tailles comprises entre 0,003 μm et 300 μm . Cependant, la porosité fermée ne peut pas être évaluée à l'aide de cette technique, comme l'illustre la figure 2.10. De plus, il est important de préciser que les informations obtenues par cette technique ne renseignent que sur le diamètre d'entrée du pore et non sur son diamètre intérieur (figure 2.10).

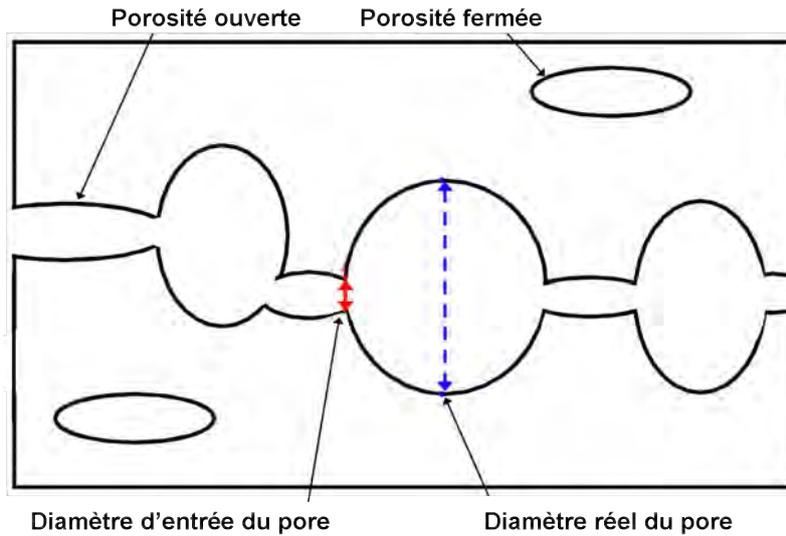


Figure 2.10 – Schéma des différents types de porosité d'un matériau et des caractéristiques des pores.

2.2.3 Résumé de la démarche

La stratégie envisagée pour étudier le comportement d'un sol naturel lors de l'ajout de chaux et de ciment est basée sur des échantillons de types différents (éprouvettes et suspensions), ainsi que sur plusieurs techniques d'analyses. Pour une meilleure compréhension, le plan d'expérience est récapitulé sur les figures 2.11 et 2.12.

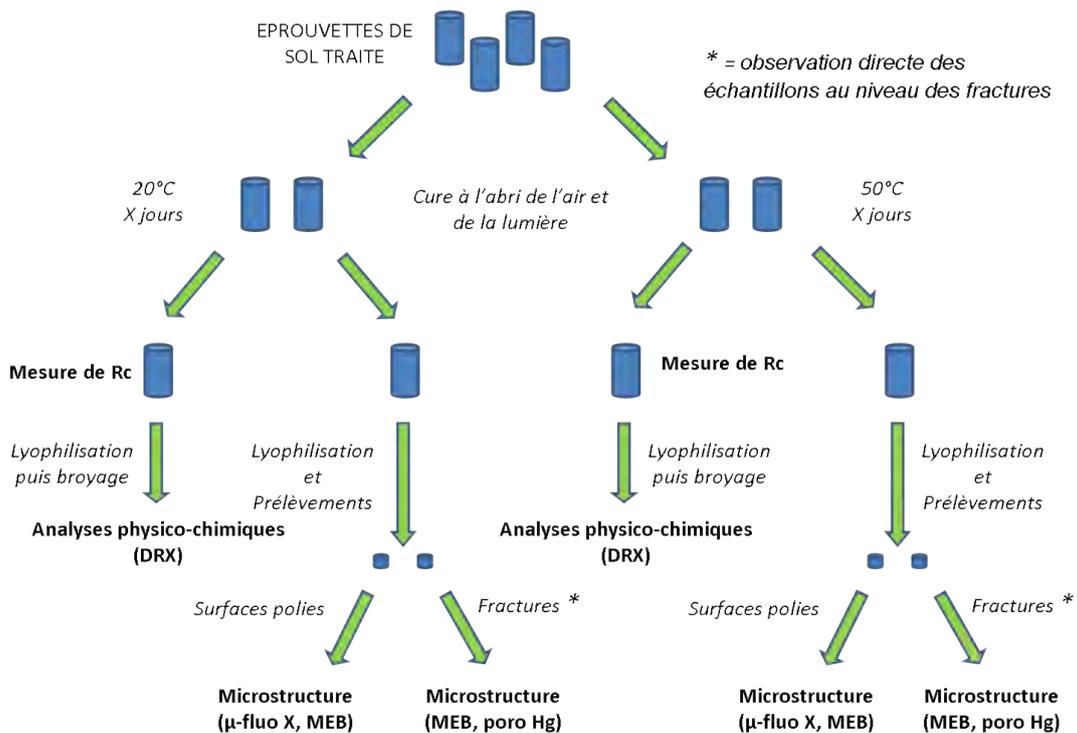


Figure 2.11 – Schéma de la méthodologie mise en œuvre pour évaluer le comportement d'un sol naturel (fraction < 5mm) traité avec 1% de chaux + 5% de ciment puis compacté.

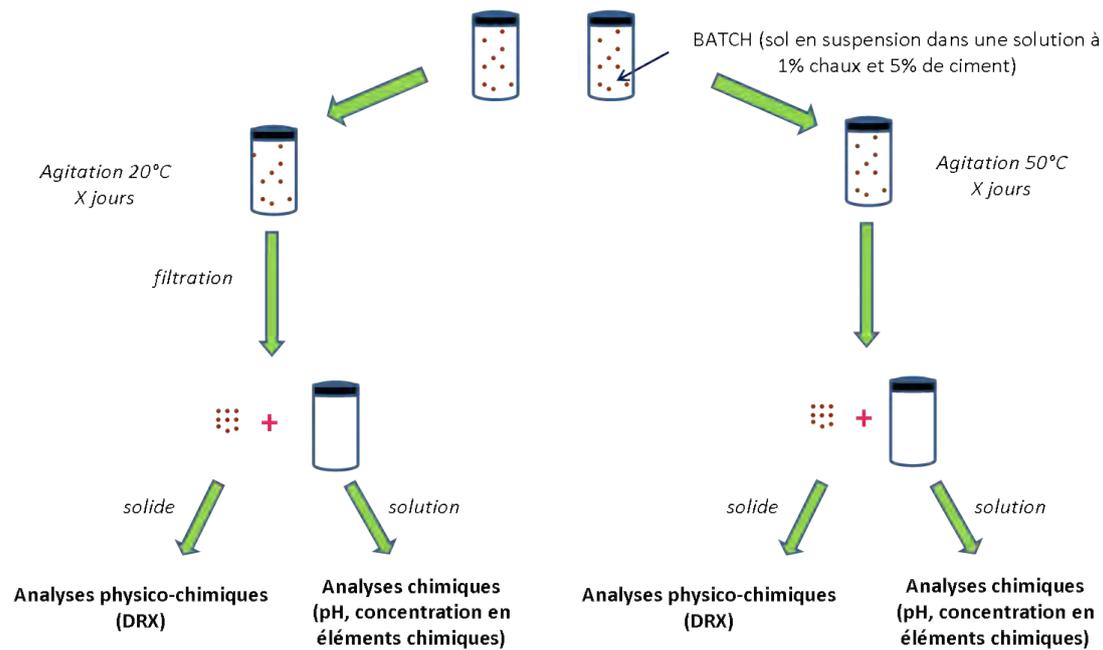


Figure 2.12 – Schéma de la méthodologie de caractérisation des essais conduits sur la fraction <math><40 \mu\text{m}</math> du sol dans une solution à 1% de chaux et 5% de ciment.

2.3 DÉMARCHE POUR L'ÉVALUATION DES EFFETS D'UNE CIRCULATION D'EAU

Les ouvrages en sols traités sont soumis à des environnements agressifs. C'est le cas par exemple des remblais, des digues, des berges de canaux. L'eau est reconnue comme étant une cause importante de dégradation de ces ouvrages. Le choix a été fait durant cette étude de s'intéresser spécifiquement aux effets d'une circulation continue d'eau.

L'objectif de ces expérimentations est de pouvoir déterminer les mécanismes de dégradation des matériaux soumis à ce type de sollicitation. Ce paragraphe présente les protocoles expérimentaux mis en place. Le comportement des deux sols soumis à une circulation d'eau est ensuite caractérisé à l'aide des mêmes techniques analytiques que celles décrites au paragraphe 2.2.2.

Avant la circulation d'eau, les éprouvettes sont d'abord conservées pendant 28 jours à l'abri de l'air et de la lumière immédiatement après leur préparation (cure à teneur en eau constante), afin de laisser le temps aux effets du traitement de se mettre en place. Afin d'étudier un temps de cure plus long, sans toutefois augmenter trop fortement les temps d'expérimentation, une cure de 28 jours à 50°C est aussi utilisée.

2.3.1 Dispositif expérimental de circulation d'eau

Le dispositif de circulation d'eau utilisé durant cette étude est inspiré des travaux de McCallister ainsi que de Le Runigo [Mc Callister, 1990; Le Runigo, 2008]. Au terme de la cure, chaque éprouvette est entourée d'une membrane en latex, puis placée dans une cellule de percolation en plexiglas de 52 mm de diamètre et 120 mm de hauteur. Le tout est placé entre deux embases, en prenant soin de positionner une pierre poreuse aux extrémités de l'éprouvette. La pierre poreuse possède une perméabilité largement supérieure à celle des éprouvettes. Elle permet de répartir le fluide percolant de manière uniforme sur l'intégralité de la section de l'éprouvette, et de ne pas affecter la mesure de perméabilité. Un schéma d'une cellule de percolation, ainsi qu'une photo du dispositif de circulation d'eau sont présentés respectivement sur les figures 2.13 et 2.14.

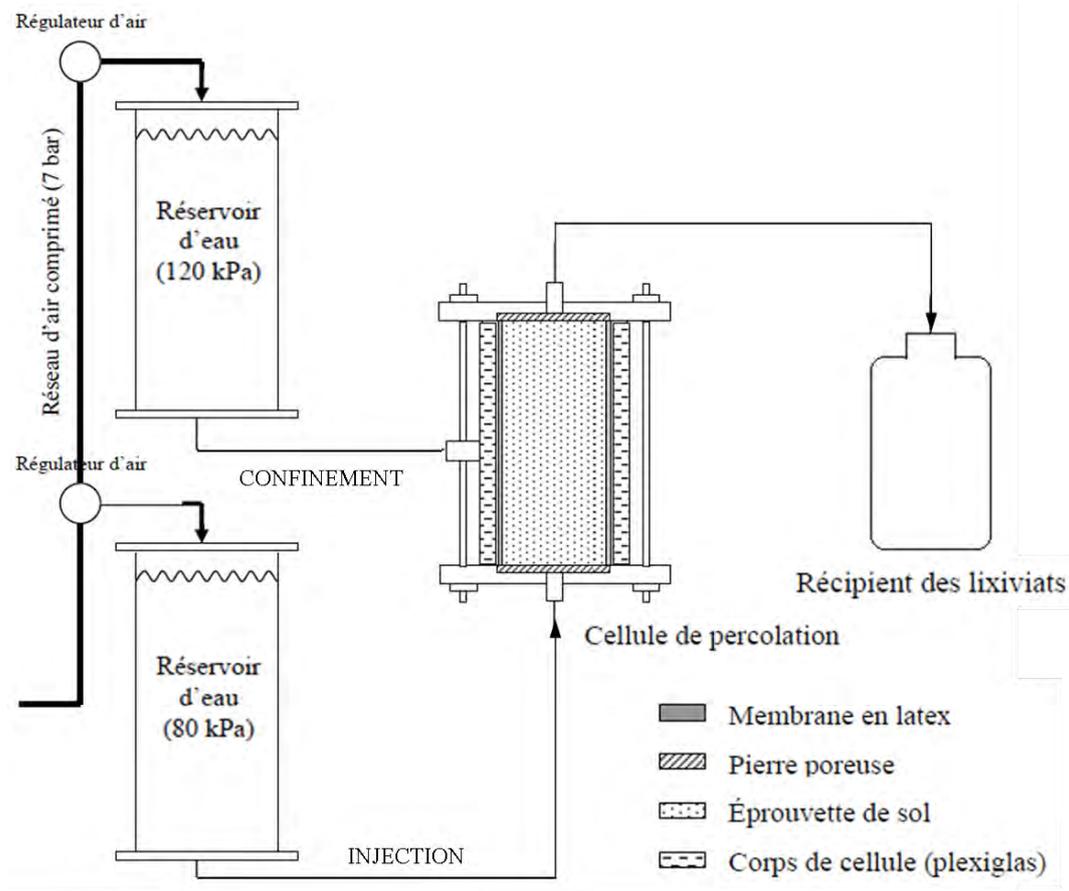


Figure 2.13 – Schéma du dispositif de circulation mis en place.

De l'eau déminéralisée est injectée à une température constante de 20°C ($\pm 1^{\circ}\text{C}$) par l'application, sur chaque éprouvette, d'une charge hydraulique de 80 kPa. Cette charge a déjà été utilisée lors de l'étude de la circulation d'eau dans des sols traités [Le Runigo, 2008]. Elle a été optimisée pour permettre aux réactions de s'opérer et de récupérer en

sortie un volume d'eau suffisant pour analyses, dans un délai raisonnable. D'un point de vue opérationnel, ces conditions correspondent à des pressions pouvant être rencontrées à 4,5 m de profondeur. La circulation d'eau est réalisée de manière ascendante, afin de s'assurer d'une bonne saturation des éprouvettes.

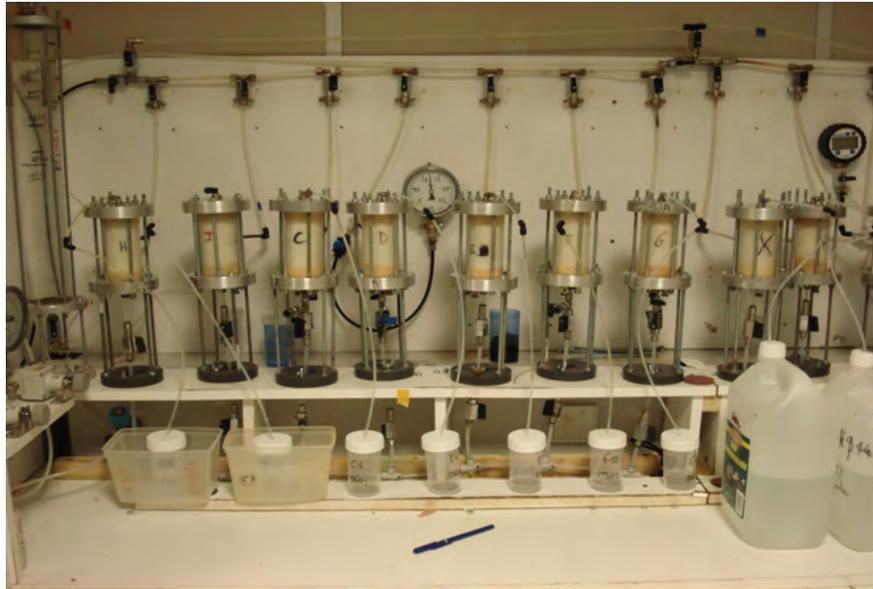


Figure 2.14 – Photo du dispositif de circulation d'eau.

Les lixiviats recueillis lors de la percolation sont récupérés dans des flacons en polyéthylène pour l'analyse des éléments chimiques relargués. La pesée de ces flacons permet aussi de quantifier le volume d'eau élué en un temps donné et donc la perméabilité des éprouvettes, à partir de la loi de Darcy, selon l'équation 2.3.

$$K_S = \frac{Q}{S} \cdot \frac{L}{\Delta H} = \frac{V(t)}{S \cdot t} \cdot \frac{L}{\Delta H} \quad (2.3)$$

Avec $V(t)$, le volume écoulé au travers de l'éprouvette (m^3) pendant le temps t (s),

S , la section de l'éprouvette (m^2),

L , la longueur de l'éprouvette (m),

ΔH , la différence de charge hydraulique entre les extrémités de l'éprouvette (m),

K_S , la conductivité hydraulique à saturation ou coefficient de perméabilité du milieu poreux (m/s).

2.3.2 Caractérisations et analyses

Après la circulation d'eau, les protocoles de caractérisation de la microstructure et du comportement mécanique des éprouvettes sont strictement identiques à ceux utilisés pour

la caractérisation d'éprouvettes non soumises à une circulation d'eau. Ils sont décrits au paragraphe 2.2.2.

Par ailleurs, des analyses sont réalisées sur les lixiviats récupérés lors des essais de circulation d'eau de façon à apprécier le comportement physico-chimique des sols traités en condition de circulation d'eau. Le pH est tout d'abord mesuré à 20°C. Les lixiviats sont ensuite filtrés à 0,45 µm pour éliminer d'éventuels colloïdes, puis acidifiés avant analyses. Les concentrations en calcium, aluminium, silicium fer, sodium, potassium et magnésium sont ensuite mesurées par ICP-OES selon la norme NF EN ISO 11885.

2.3.3 Résumé de la démarche

L'ensemble de la méthodologie globale utilisée pour étudier le comportement d'un sol naturel traité avec 1% de chaux et 5% de ciment, compacté et soumis à une circulation d'eau est résumé succinctement à l'aide de la figure 2.15.

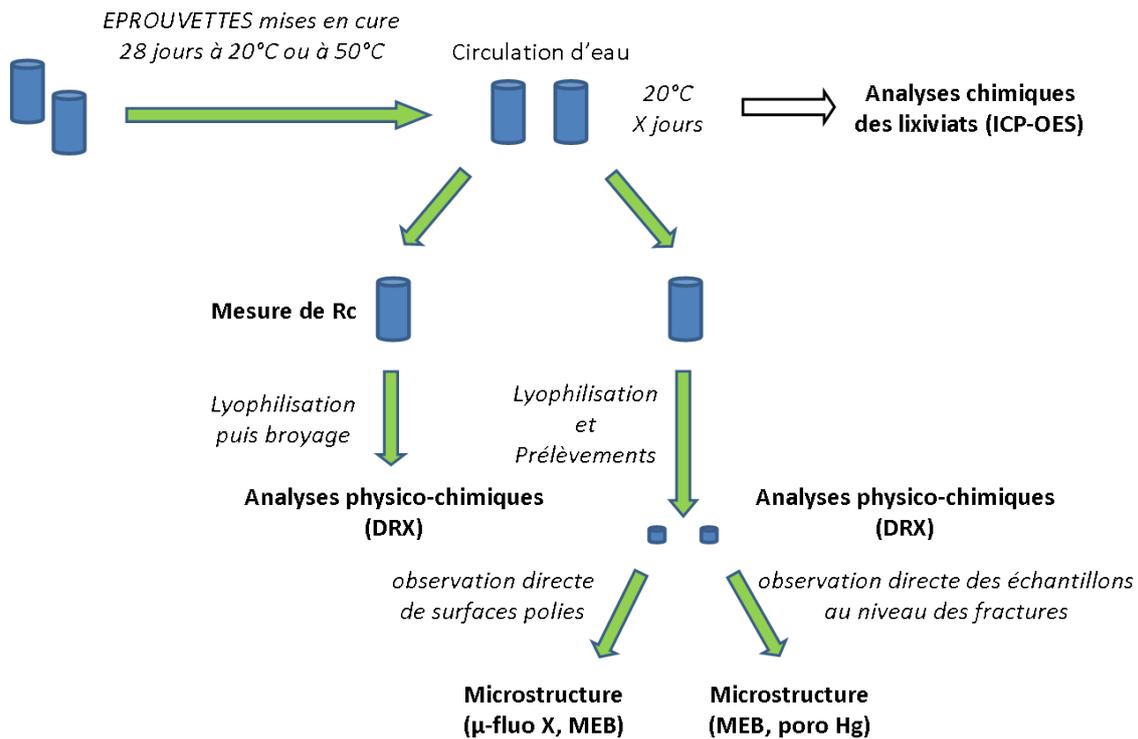


Figure 2.15 – Schéma de la méthodologie mise en œuvre pour évaluer le comportement d'un sol naturel traité avec 1% de chaux + 5% de ciment, compacté et soumis à une circulation d'eau.

Chapitre 3

EFFETS DE LA CHAUX ET DU CIMENT SUR LES PROPRIÉTÉS DE SOLS LIMONEUX

L'objectif de ce chapitre est de décrire les effets de la chaux et du ciment sur le comportement de deux limons présentant une granulométrie assez proche, mais une minéralogie différente. Pour ce faire, une approche multi-échelle est menée. Dans un premier temps, l'évolution du comportement mécanique sera décrite. Des investigations microscopiques seront ensuite conduites afin d'expliquer les propriétés mécaniques des matériaux. Pour cela, l'évolution de l'organisation du matériau et de sa microstructure sera étudiée, en mettant notamment l'accent sur la distribution spatiale de la chaux et du ciment dans le sol. La distribution porale sera aussi évaluée par porosimétrie par intrusion de mercure. Pour finir, une investigation physico-chimique des interactions entre la chaux, le ciment et le sol sera conduite.

3.1 ÉTUDE DU COMPORTEMENT MÉCANIQUE

3.1.1 Limon de Héricourt

Les effets macroscopiques du traitement à la chaux et au ciment sont évalués par un suivi des performances mécaniques. La résistance en compression simple est ainsi mesurée sur des éprouvettes de limon de Héricourt laissées en cure à 20°C et à 50°C pendant 1, 3, 7, 28, 90 et 300 jours. Pour estimer l'éventuel gain de performance, ces mesures sont confrontées à la résistance en compression simple d'une éprouvette de sol non traité.

L'ensemble de ces mesures est rassemblé dans la figure 3.1. Comme les expérimentations à 50°C ne sont que l'accélération de celles effectuées à 20°C, elles sont représentées simultanément.

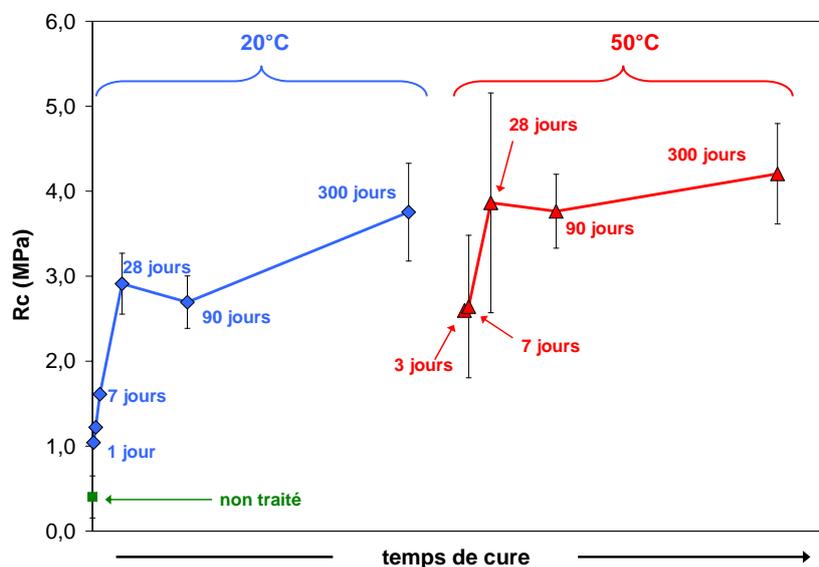


Figure 3.1 – Évolution de la résistance en compression simple au cours du temps du limon de Héricourt traité avec 1% de chaux et 5% de ciment CEM II et compacté à 98,5% de l'optimum Proctor.

La résistance en compression simple du limon non traité est de 0,4 MPa. L'ajout de chaux et de ciment induit une amélioration immédiate et importante de la résistance en compression simple par rapport à celle du sol non traité. Cette augmentation est de l'ordre de 150% dès le premier jour, et la résistance en compression simple est alors supérieure au mégapascal. D'un point de vue opérationnel, cette valeur est généralement considérée dans les chantiers de terrassement comme la valeur minimale de résistance permettant le passage des engins de chantiers. La résistance continue à augmenter jusqu'à atteindre 3,8 MPa au bout de 300 jours. Les résistances mesurées au bout de 7 jours à 50°C sont équivalentes à celles mesurées au bout de 90 jours à 20°C. De même, les résistances mesurées au bout de 28 jours à 50°C sont équivalentes à celles mesurées au bout de 300 jours à 20°C. L'augmentation de la température de 20°C à 50°C entraîne donc une accélération d'un facteur 12. On observe ainsi les mêmes tendances que Maubec [2010] dans son étude du traitement d'une montmorillonite à la chaux, même si la dispersion des valeurs de R_C à 7 et 28 jours à 50°C est importante. On peut donc estimer que la résistance mesurée au bout de 300 jours à 50°C équivaut à 10 ans de cure à température ambiante. Les données à 50°C indiquent d'ailleurs que la performance augmente doucement après un an. Elle atteint en effet 4,2 MPa au bout de 10 ans.

3.1.2 Altérite de Vigneux

La figure 3.2 montre l'évolution de la résistance en compression simple d'éprouvettes d'altérite de Vigneux. À noter que sans ajout de chaux, ni de ciment, sa résistance est de 0,1 MPa, soit 4 fois moindre que celle du limon de Héricourt.

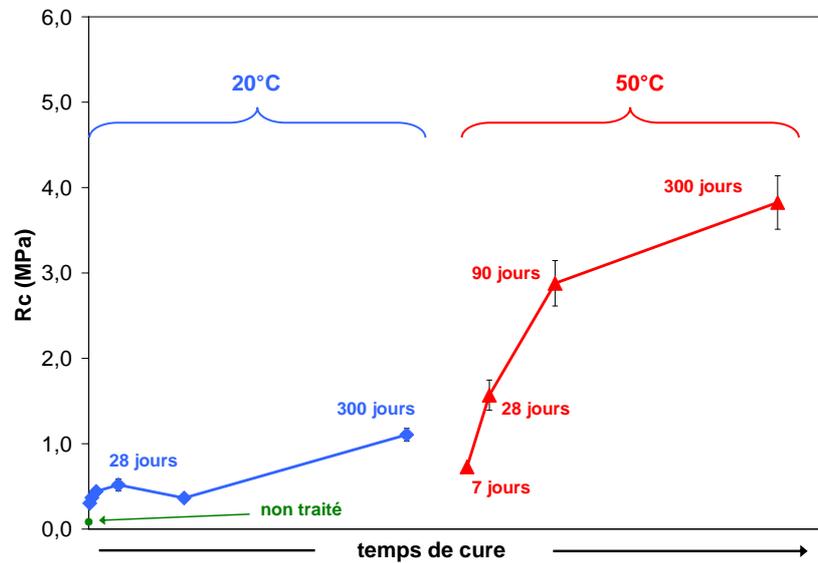


Figure 3.2 – Évolution de la résistance en compression simple au cours du temps de l'altérite de Vigneux traitée avec 1% de chaux et 5% de ciment CEM II et compactée à 98,5% de l'optimum Proctor.

Le traitement à la chaux et au ciment de l'altérite conduit à une augmentation immédiate de cette résistance en compression simple. Celle-ci est en effet multipliée par trois pour atteindre 0,3 MPa après 1 jour de cure à 20°C. La valeur atteinte est néanmoins très faible et très éloignée de la valeur de 1 MPa. Cette augmentation immédiate est suivie d'une période de stabilité de la résistance en compression pendant 90 jours. L'amélioration des performances n'est vraiment significative qu'à long terme, puisque la résistance n'augmente qu'entre 90 jours et 300 jours. Elle dépasse alors le mégapascal (1,1 MPa). Les données à 50°C confirment cette augmentation de la performance mécanique à long terme. Le rapport cinétique entre 20°C et 50°C est similaire à celui mis en évidence pour le limon de Héricourt. La résistance en compression simple de l'altérite atteint alors 3,7 MPa au bout de 10 ans. Cela met donc bien en exergue une réactivité tardive de l'altérite vis-à-vis du liant, qui rappelle d'ailleurs le comportement d'une kaolinite, ou d'une muscovite, traitée à la chaux [Maubec, 2010; Delavernhe, 2011].

3.1.3 Bilan - Comparaison des deux sols

Sans chaux ni ciment, le limon de Héricourt présente une résistance quatre fois supérieure à celle de l'altérite. Lors de l'ajout de liant, un gain de performance est bien mis en évidence. Il se traduit immédiatement après le traitement par une augmentation de presque 200% pour les deux matériaux (figure 3.3). En revanche, les effets d'un traitement à la chaux et au ciment sur le comportement mécanique sont différents pour les deux sols naturels considérés. Le limon de Héricourt réagit rapidement avec le liant, entraînant une augmentation rapide de la résistance en compression simple. L'altérite de Vigneux réagit quant à elle beaucoup moins vite et les effets sur la résistance en compression ne sont significatifs qu'à partir de 300 jours comme le montre la figure 3.3. Finalement, et à très long terme, les résistances en compression simple atteignent cependant des valeurs assez proches pour les deux matériaux.

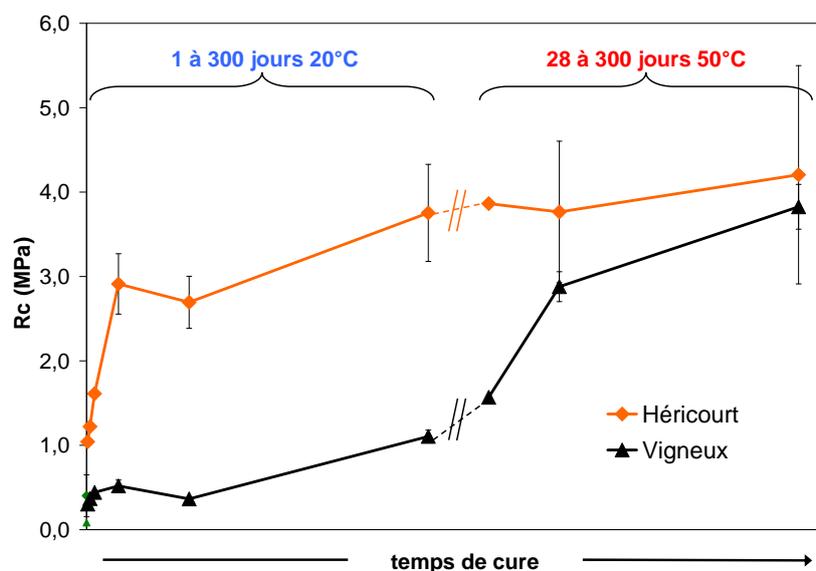


Figure 3.3 – Comparaison de l'évolution de la résistance en compression simple au cours du temps de l'altérite de Vigneux et du limon de Héricourt traités avec 1% de chaux et 5% de ciment CEM II puis compactés à 98,5% de l'optimum Proctor.

La cinétique réactionnelle engendrant l'évolution du comportement mécanique est donc différente. Afin de compléter ces observations, des investigations microstructurales et physico-chimiques sont donc entreprises. C'est ce qui fera l'objet des parties suivantes.

3.2 ÉTUDE MICROSCOPIQUE DES DEUX SOLS TRAITÉS ET COMPACTÉS

Dans un premier temps, on se propose de décrire les effets engendrés par l'addition de chaux et de ciment sur la microstructure des sols considérés. Ces observations et analyses sont effectuées sur le matériau non traité, puis sur le matériau traité à la chaux et au ciment. On présentera successivement le limon de Héricourt, puis l'altérite de Vigneux.

3.2.1 Limon de Héricourt

3.2.1.1 Microstructure du limon de Héricourt non traité

3.2.1.1.a Observation microscopique

La figure 3.4 montre les clichés MEB du sol non traité et compacté à l'optimum Proctor. À faible grossissement (figure 3.4a), le limon non traité s'avère constitué d'un ensemble d'agglomérats de tailles très variables (de quelques centaines de microns au millimètre). Des macropores pouvant mesurer jusqu'à quelques centaines de microns sont aussi visibles entre les agglomérats. On qualifiera donc cette porosité « d'inter-agglomérats ». En augmentant le grossissement sur un agglomérat, on observe la présence de particules argileuses et de particules de quartz (figures 3.4b et 3.4c). Les particules argileuses sont en fait agrégées et forment une pellicule, qui recouvre des particules de quartz, de tailles plus grande (quelques dizaines de micromètres). Cette association constitue alors un agglomérat. Finalement, on distingue aussi à fort grossissement des pores de plus petites tailles (inférieurs à 5 μm). Ils constituent une porosité que l'on qualifie « d'intra-agglomérats ».

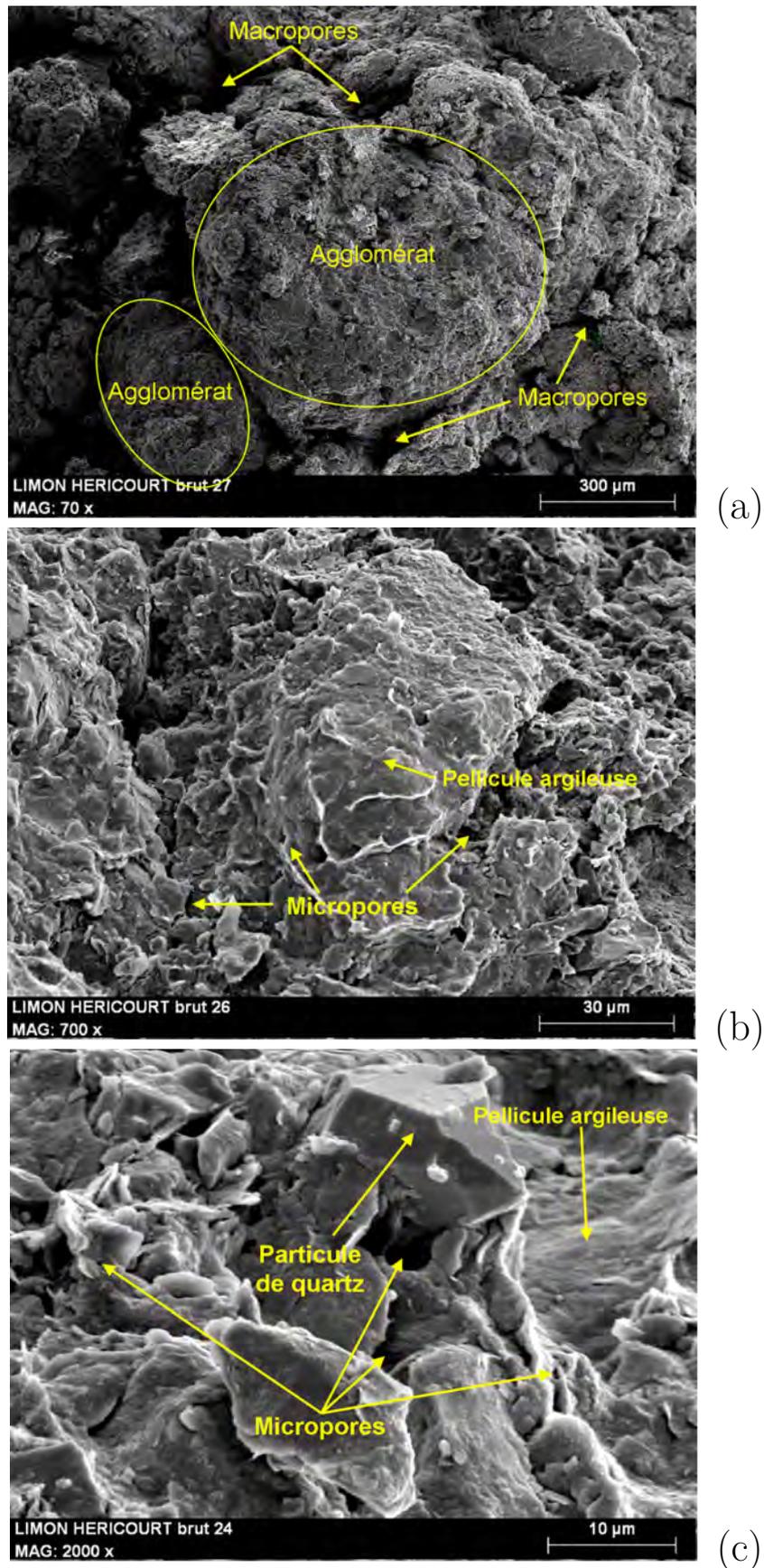


Figure 3.4 – Images MEB du limon de Héricourt non traité compacté à 98,5% de l'optimum Proctor.

3.2.1.1.b Distribution porale du limon de Héricourt brut

La figure 3.5 présente la distribution de taille de pores du limon non traité. Elle met en évidence une distribution de nature bimodale, avec un mode dont la taille des pores est comprise entre 0,005 μm et 5 μm , et un second dont la taille des pores est comprise entre 5 μm et 300 μm . A partir des clichés obtenus au MEB, le premier mode est attribué aux micropores intra-agglomérats, essentiellement présents dans la matrice argileuse (figures 3.4b et 3.4c). De même, le second mode est attribué aux macropores inter-agglomérats (figure 3.4a).

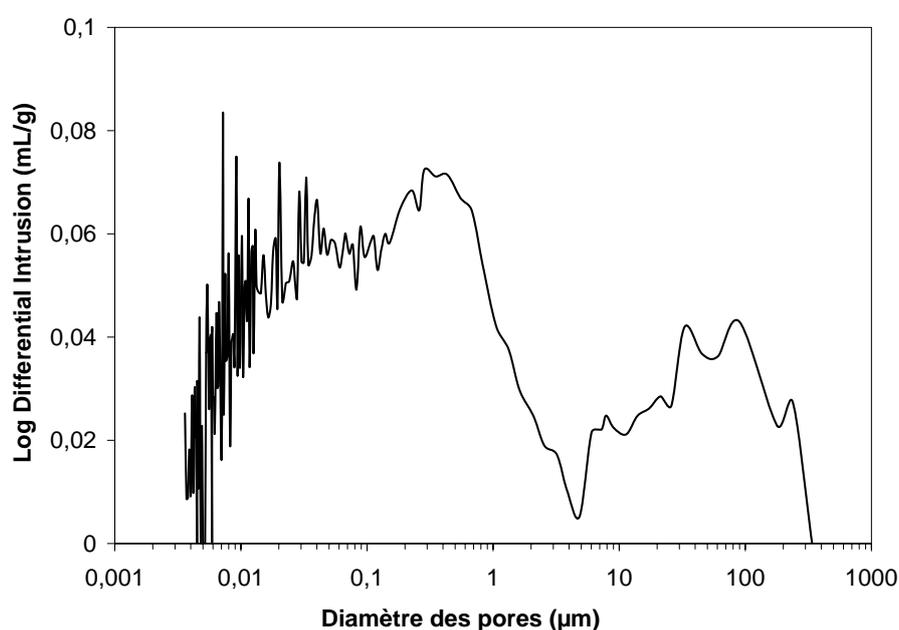


Figure 3.5 – Distribution de la taille des pores par intrusion de mercure sur le limon de Héricourt non traité et compacté à 98,5% de l'optimum Proctor.

3.2.1.2 Microstructure du limon de Héricourt traité et compacté

3.2.1.2.a Observation microscopique

Après traitement avec 1% de chaux et 5% de ciment CEM II, l'état de surface du matériau est sensiblement différent de celui observé sur le sol non traité. Cette constatation est illustrée sur la figure 3.6, qui présente des clichés obtenus au MEB sur le limon traité à la chaux et au ciment, puis compacté à l'optimum Proctor après 7 jours de cure à 50°C. Des clichés ont été réalisés à d'autres échéances (comprises entre 3 et 300 jours et non présentés ici), mais ne montrent pas de différences particulières.

À faible grandissement (figure 3.6a), on observe une fabrique plus refermée que celle du limon non traité. On distingue alors des pores dont le diamètre est inférieur à 100 μm . A plus fort grandissement (figures 3.6b et 3.6c), on distingue désormais un gel qui n'était pas présent dans le sol non traité. Il présente une extension importante. Des images supplémentaires ont été effectuées sur ces mêmes échantillons (non présentées ici), et indiquent qu'il est d'ailleurs présent dans de nombreuses zones du matériau. Des analyses EDX indiquent qu'il contient du calcium, du silicium et de l'aluminium, traduisant la présence de C-(A)-S-H. Pour terminer, ce gel présente aussi des pores pouvant mesurer jusqu'à 15 μm de diamètre (figure 3.6b).

3.2.1.2.b Distribution porale du limon de Héricourt traité

Les mesures de porosimétrie sur le limon traité (figure 3.7) indiquent que les macropores observés au MEB, et dont la taille peut atteindre une centaine de microns (figure 3.6) sont peu nombreux ; à moins que leur taille soit supérieure à la limite de mesure de la porosimétrie par intrusion de mercure. La figure 3.7 montre surtout la présence d'un mode de micropores dont le diamètre d'entrée est compris entre 0,01 μm et 1 μm . Le matériau traité contient donc surtout des micropores.

Au cours de la cure, la distribution de taille de pores se resserre, dès 3 jours, vers des pores de plus petite taille. Elle est, en effet, comprise entre 0,005 μm et 0,1 μm au bout de 90 jours à 50°C. Cette évolution est reliée à un comblement de l'accès aux micropores, engendré par la précipitation de composés secondaires au cours du temps, ou bien à un réarrangement particulière. À long terme (et notamment après 300 jours à 20°C), la distribution de taille de pores n'évolue, en revanche, quasiment plus.

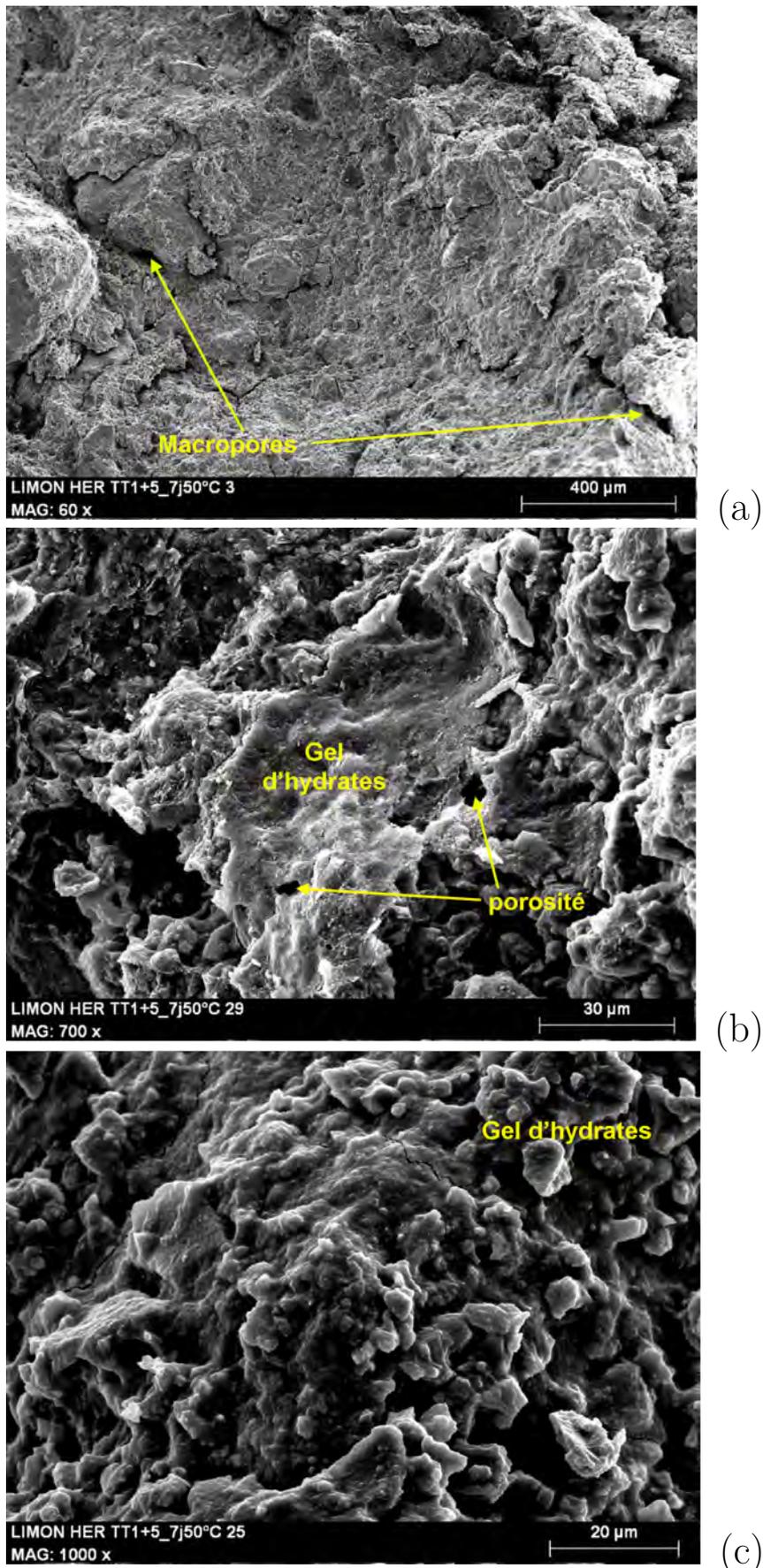


Figure 3.6 – Images MEB du limon de Héricourt traité à la chaux et au ciment, et compacté à 98,5% de l'optimum Proctor (cure de 7j à 50°C).

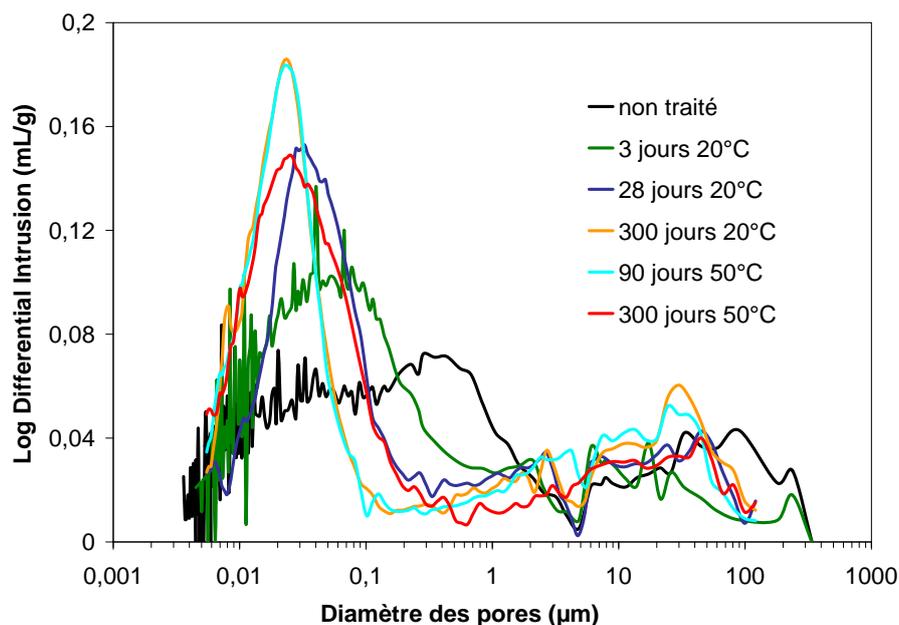


Figure 3.7 – Évolution de la distribution porale du limon de Héricourt traité avec 1% de chaux et 5% de ciment CEM II au cours de la cure.

3.2.1.2.c Bilan

Pour résumer, on a mis en évidence que le limon de Héricourt est un matériau granulaire constitué d'agglomérats de tailles différentes. On distingue alors une macroporosité inter-agglomérats, et une microporosité intra-agglomérats.

Ces agglomérats sont eux même constitués de particules de forme et de nature différentes. Il est donc important de préciser quelques termes qui pourront être utilisés dans ce manuscrit.

- i). Le terme « agrégat » sera réservé à l'association de particules argileuses.
- ii). Le terme « agglomérat » décrira l'association de particules de taille et/ou de formes différentes. Ces dernières peuvent être des particules argileuses agrégées et/ou des particules de plus grande taille (quartz ou feldspaths par exemple).
- iii). Le terme « grain » sera utilisé pour rendre compte d'une forme particulière, sans distinctions de minéralogie ou de taille. Il décrira ainsi des particules ou des agglomérats présentant une forme sphérique.

Après traitement et compactage, on peut résumer les principales modifications observées jusqu'à présent par les points suivants :

- i). Le développement d'un gel de C-(A)-S-H s'étendant sur de larges zones.
- ii). Une fabrique plus refermée.
- iii). Un resserrement de la distribution de taille des micropores, ainsi qu'un déplacement vers des pores de plus petit diamètre.

3.2.1.3 Observation de la distribution des liants dans le limon de Héricourt

En complément des observations de la fabrique et des analyses par porosimétrie, on cherche désormais à localiser le liant. Pour ce faire, la μ -XRF est utilisée sur des échantillons polis, dont le protocole de préparation est indiqué dans le chapitre 2 (§ 2.2.2.3).

On s'appuie alors sur les analyses élémentaires pour faire des hypothèses sur les phases précipitées. La chaux et le ciment sont essentiellement composés de calcium. Des analyses élémentaires indiquent que le sol non traité ne contient que 0,2% de calcium (tableau 2.2). Cette valeur est néanmoins supérieure à la limite de détection en μ -XRF. Après l'ajout de 1% de chaux et de 5% de ciment, la proportion de calcium de l'ensemble « sol + liant » atteint 4,4 ($\pm 0,3$)%. Elle est donc 21 fois plus importante que dans le sol non traité. En première approximation, on peut donc considérer que le calcium contenu dans le sol traité provient uniquement de la chaux et du ciment.

3.2.1.3.a Limon de Héricourt non traité

La figure 3.8 montre la photo d'une section polie du limon de Héricourt non traité, ainsi que la distribution du calcium sur cette surface. L'image 3.8a met en évidence un matériau relativement compact mais hétérogène. On distingue ainsi des grains de taille millimétrique. Les cartographies de distribution élémentaires (images 3.8b, 3.8c et 3.8d) montrent que certains d'entre eux contiennent uniquement du silicium (traduisant la présence de grains de quartz), et d'autres contiennent aussi de l'aluminium et du potassium (traduisant la présence de feldspaths). Ils sont entourés d'une matrice argileuse, essentiellement constituée de silicium et d'aluminium. La cartographie du calcium (image 3.8b) montre une répartition de cet élément sur l'ensemble de la section. Il est réparti de façon relativement homogène dans la matrice argileuse. Seules les zones correspondant à la présence de quartz n'en contiennent pas.

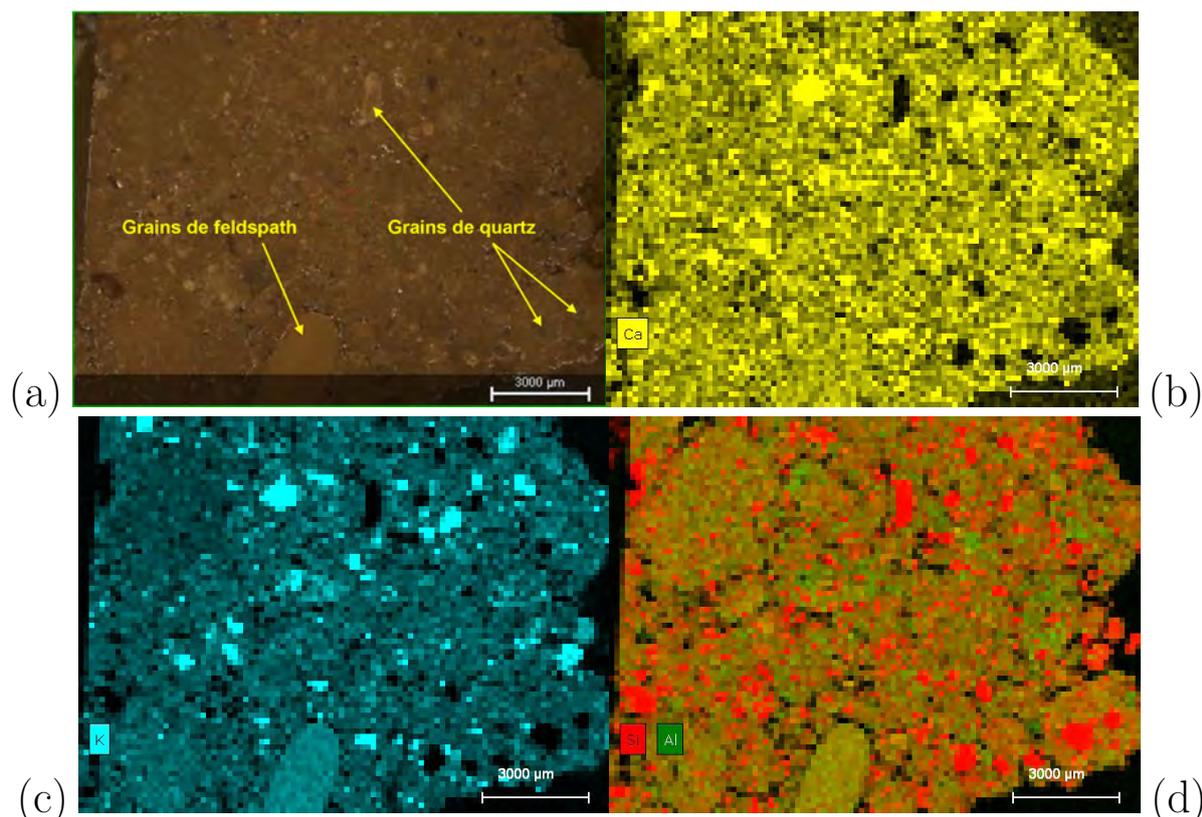


Figure 3.8 – Image optique (a) et distributions élémentaires par μ -XRF (Ca (b), K (c), Al et Si (d)) du limon de Héricourt non traité compacté à 98,5% de l'optimum Proctor.

Jaune = Ca ; Turquoise = K ; Rouge = Si ; Vert = Al

3.2.1.3.b Limon de Héricourt traité

Après traitement, la distribution spatiale du calcium est totalement différente, comme le montre le cliché 3.9b. Le calcium issu de la chaux et du ciment est nettement identifié. Les liants sont alors distribués de manière continue et semblent entourer des agglomérats (figures 3.9c et 3.9d). La répartition du calcium forme ainsi des alvéoles, et ressemble à une structure en « nid d'abeilles ». D'autres images, réalisées sur d'autres zones du matériau, et non présentées ici, montrent systématiquement cette structure. Par ailleurs, les images de la figure 3.9 correspondent à un échantillon ayant subi une cure de 28 jours à 20°C. On n'observe cependant pas de différences nettes dans la répartition du calcium pour des échantillons ayant subi une cure plus courte ou bien plus longue.

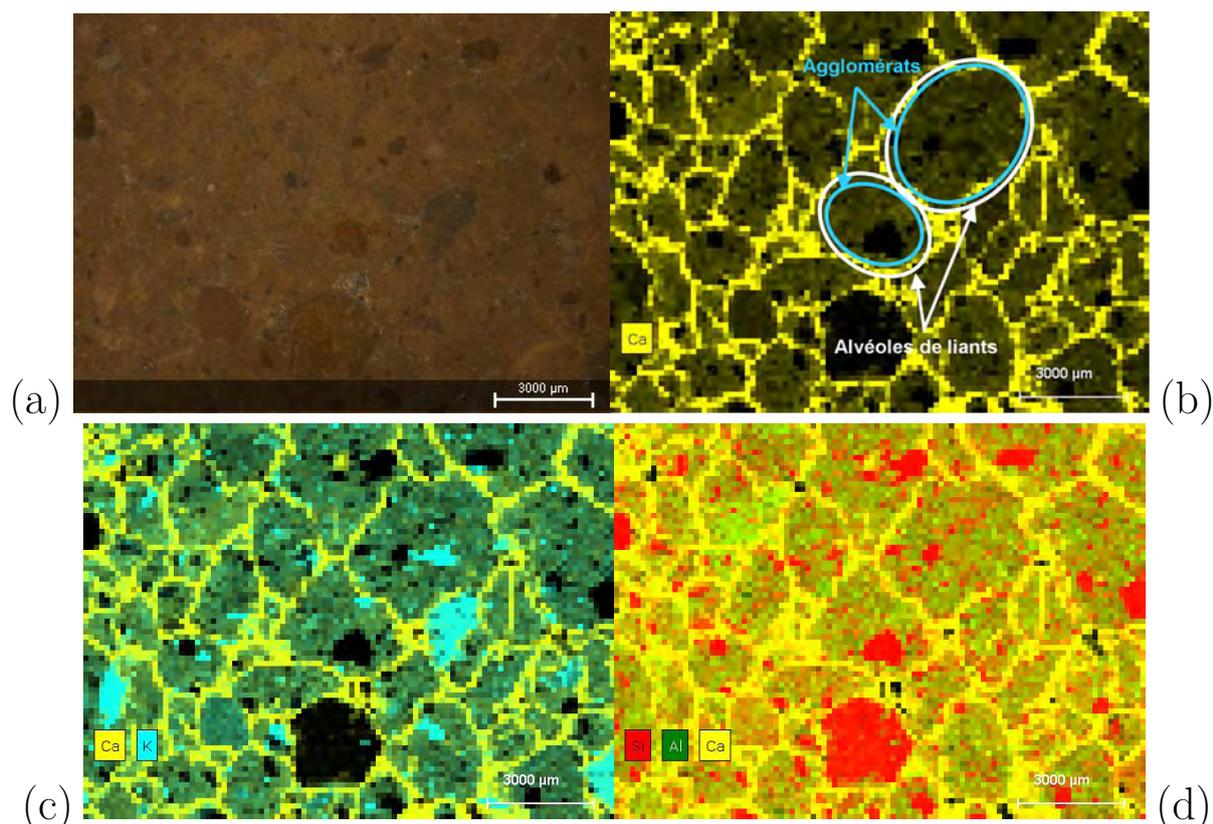


Figure 3.9 – Observation d’une section polie du limon de Héricourt traité avec 1% de chaux et 5% de ciment CEM II puis compacté à 98,5% de l’optimum Proctor. Image optique (a) et distributions élémentaires par micro-fluorescence X (b, c et d).

Jaune = Ca ; Turquoise = K ; Rouge = Si ; Vert = Al

3.2.1.4 Observation couplée de la distribution des liants et de la porosité du limon de Héricourt

Les analyses et observations par microfluorescence X ont permis de caractériser la répartition des éléments dans le limon. La résine utilisée pour l’imprégnation est essentiellement constituée de carbone. Cet élément est quasi inexistant dans le limon de Héricourt. En estimant qu’elle pénètre l’ensemble des pores lors de l’imprégnation du matériau, la détection de cet élément renseigne donc sur la distribution des pores. Cependant, le carbone est un élément trop léger pour pouvoir être détecté par μ -XRF. Afin de révéler en plus la distribution de la porosité, des observations sont effectuées au MEB sur des échantillons imprégnés et polis.

La figure 3.10 présente une cartographie du calcium, du silicium, et du carbone réalisée au MEB sur le limon de Héricourt traité. A cette échelle, on observe aisément les grains de quartz qui sont entourés d’une matrice argileuse. Cet ensemble constitue les agglomérats,

et on retrouve bien une continuité dans la distribution du calcium en périphérie de ces agglomérats. L'épaisseur de la couche de calcium est de l'ordre de quelques dizaines de microns. Concernant la répartition des pores, on observe la présence de macropores dont le diamètre est de quelques centaines de microns. Ils séparent les agglomérats et correspondent donc bien à la porosité inter-agglomérats. Cependant une partie du calcium est présent à la jonction de deux agglomérats mitoyens, alors qu'une autre partie ne participe pas à cette jonction.

A l'intérieur des agglomérats, on distingue aussi des pores plus petits, et dont le diamètre est de l'ordre de quelques dizaines de microns, tout au plus. L'intérieur des agglomérats ne contient d'ailleurs pas de liants.

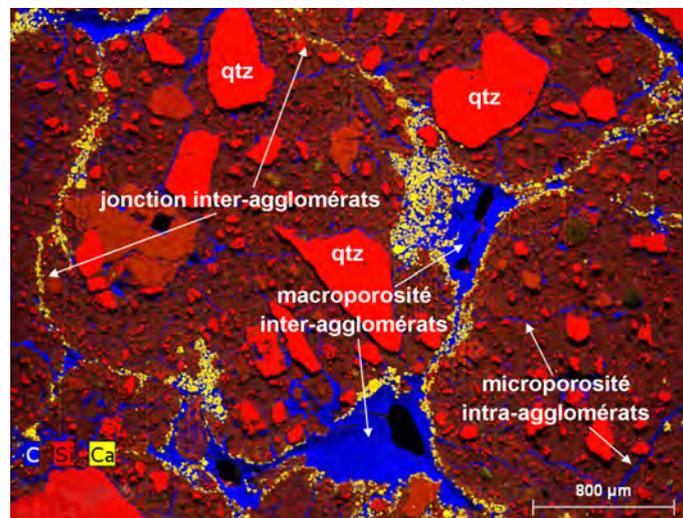


Figure 3.10 – Cartographie au MEB de la distribution du calcium, du carbone (porosité), et du silicium d'une section polie du limon de Héricourt traité avec 1% de chaux et 5% de ciment CEM II puis compacté à 98,5% de l'optimum Proctor (cure de 28 jours à 20°C).

Bleu = C ; Rouge = Si ; Jaune = Ca

3.2.1.5 Bilan de l'étude microstructurale du limon de Héricourt

Pour résumer cette étude microstructurale du limon de Héricourt, on retiendra essentiellement les points suivants :

- i). Le limon de Héricourt est un ensemble granulaire avec des agglomérats millimétriques. Ils sont constitués de grains de quartz recouverts d'argiles.
- ii). Les liants ne pénètrent pas les agglomérats et n'atteignent pas la microporosité intra-agglomérats. Ils se déposent uniquement en surface. Un gel de C-(A)-S-H se développe alors et recouvre une grande partie des agglomérats. Il assure ainsi une continuité sur l'ensemble du matériau. L'organisation du sol est par ailleurs nettement plus refermée.
- iii). Au cours de la cure, l'organisation du sol est peu modifiée. Cependant, on a pu mettre en évidence un déplacement de la microporosité intra-agglomérats vers des pores dont le diamètre d'entrée est plus petit. Cela traduit le développement du gel, obstruant l'entrée des pores intra-agglomérats.

3.2.2 Altérite de Vigneux

Dans ce paragraphe on présente désormais les résultats des analyses et observations microstructurales conduites sur l'altérite, avec la même méthodologie que celle employée pour le limon de Héricourt.

3.2.2.1 Microstructure de l'altérite de Vigneux non traitée

3.2.2.1.a Observation de l'organisation de l'altérite de Vigneux non traitée

Des fragments d'éprouvette d'altérite non traitée et compactée à l'optimum Proctor sont tout d'abord observés au microscope électronique à balayage. Les clichés sont présentés sur la figure 3.11. La fabrique est très différente de celle observée dans le cas du limon de Héricourt non traité. On observe un amas de particules qui ne forment pas d'agglomérats granulaires similaires au limon de Héricourt (figure 3.11a). Les pores présentent d'ailleurs un diamètre plus petit que ceux observés dans le limon de Héricourt. A plus fort grossissement (figures 3.11b et 3.11c), on distingue une structure feuilletée constituée d'un amas de plaquettes de micas. Elles sont, par endroits, empilées le long de leurs surfaces basales. Dans d'autres zones, leur orientation les unes par rapport aux autres est aléatoire. On observe aussi des pores, entre les plaquettes, dont le diamètre est de quelques microns.

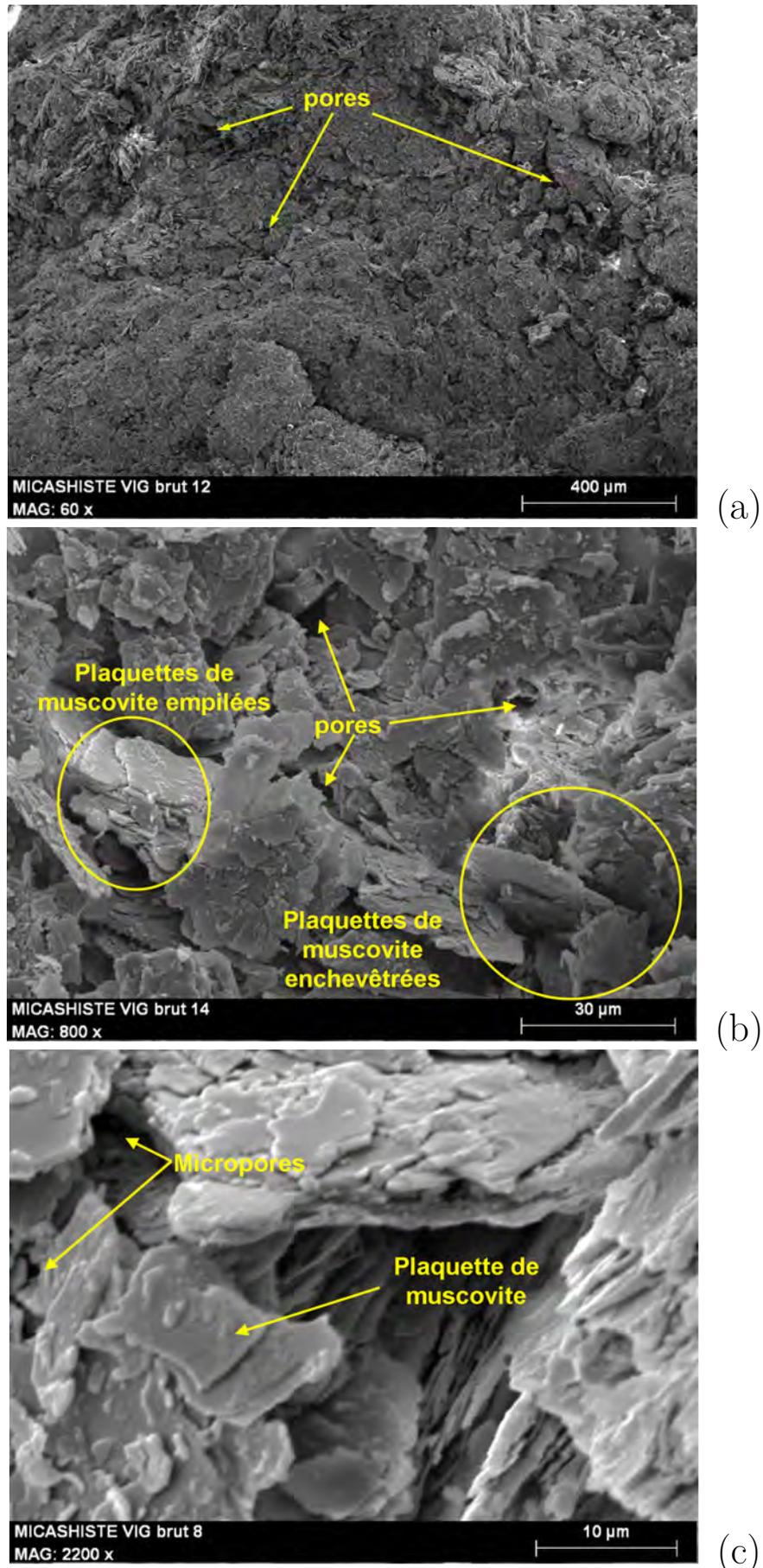


Figure 3.11 – Images MEB de l'altérite de Vigneux non traitée et compactée à 98,5% de l'optimum Proctor.

3.2.2.1.b Distribution porale de l'altérite de Vigneux non traitée

La distribution de taille de pores de l'altérite de Vigneux non traitée mesurée par porosimétrie par intrusion de mercure est présentée sur la figure 3.12. À la différence du limon de Héricourt, la distribution est quasi-unimodale avec la prépondérance des pores dont le diamètre d'entrée est compris entre 1 et 10 μm . L'absence de pores entre 5 et 7 μm est attribué à un artefact de mesure. En effet, le changement de gamme de pression (à 0,2 MPa) durant l'augmentation progressive de la pression de mercure peut provoquer ce type de problème pour des échantillons relativement fragiles. Cela montre que la différence d'organisation microstructurale entre l'altérite et le limon conduit aussi à une distribution porale différente.

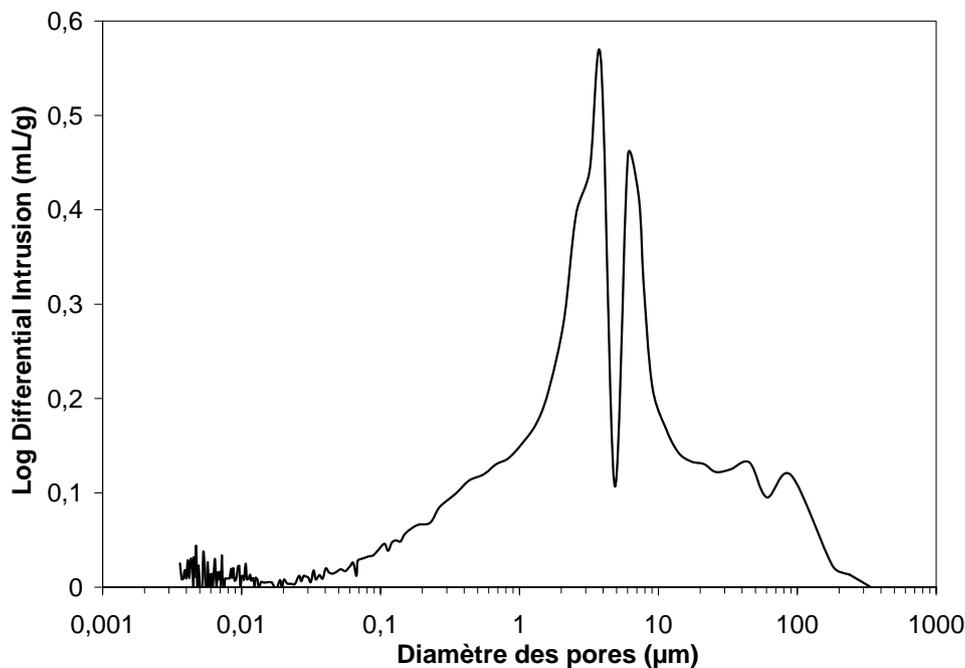


Figure 3.12 – Distribution de la taille des pores par intrusion de mercure sur l'altérite de Vigneux non traitée et compactée à 98,5% de l'optimum Proctor.

3.2.2.2 Microstructure de l'altérite de Vigneux traitée et compactée

3.2.2.2.a Observation de l'organisation de l'altérite de Vigneux traitée

La figure 3.13 présente des clichés MEB de l'altérite traitée à la chaux et au ciment, ayant subi une cure de 28 jours à 20°C. A faible grandissement (figure 3.13a), on observe une structure proche de celle de l'altérite non traitée. Des pores de quelques dizaines de microns sont toujours visibles. A plus fort grandissement (figure 3.13b), l'état de surface des particules est modifié. Les surfaces latérales paraissent ainsi avoir été altérées et les

surfaces basales sont désormais recouvertes de phases secondaires. En revanche, et à la différence du limon de Héricourt, il n'existe pas de continuité à longue distance entre ces phases. Le diamètre des pores observés est de quelques microns. En augmentant encore le grandissement (figure 3.13c), on observe aussi des phases secondaires qui présentent une morphologie différente de celles observées dans le limon de Héricourt.

La microstructure à long terme de l'altérite traitée à la chaux et au ciment est caractérisée après 28 jours de cure à 50°C. Les images MEB sont présentées sur la figure 3.14. A faible grandissement (figure 3.14a), la fabrique est proche de celle observée après une cure courte. Certaines zones contiennent des phases hydratées, mais celles-ci recouvrent désormais complètement les particules de sol (figure 3.14b), tant et si bien qu'on ne les distingue quasiment plus. Elles ont la morphologie d'un gel. Cependant, leur extension est très différente de celle du gel continu que l'on avait mis en évidence dans le limon de Héricourt. Les phases hydratées se développent en effet sous la forme d'un « voile fin », et qui recouvre les particules. D'autres images ont été réalisées sur d'autres zones de l'échantillon. Elles ne sont pas présentées ici, mais ces images permettent d'affirmer que les zones qui contiennent ces phases hydratées sont nettement moins étendues que dans le cas du limon de Héricourt. Le développement des composés cimentaires reste beaucoup plus localisé. À plus fort grandissement (figure 3.14c), on met en évidence que le gel assure, par endroits, la jonction des particules mitoyennes. Le développement des hydrates permet donc d'assurer une continuité à plus longue distance entre les particules à long terme, même si celle-ci est restreinte à des distances plus courtes que dans le cas du limon de Héricourt.

Finalement, le développement de ce gel, surtout à long terme va dans le sens de l'amélioration à long terme de la résistance en compression simple du matériau.

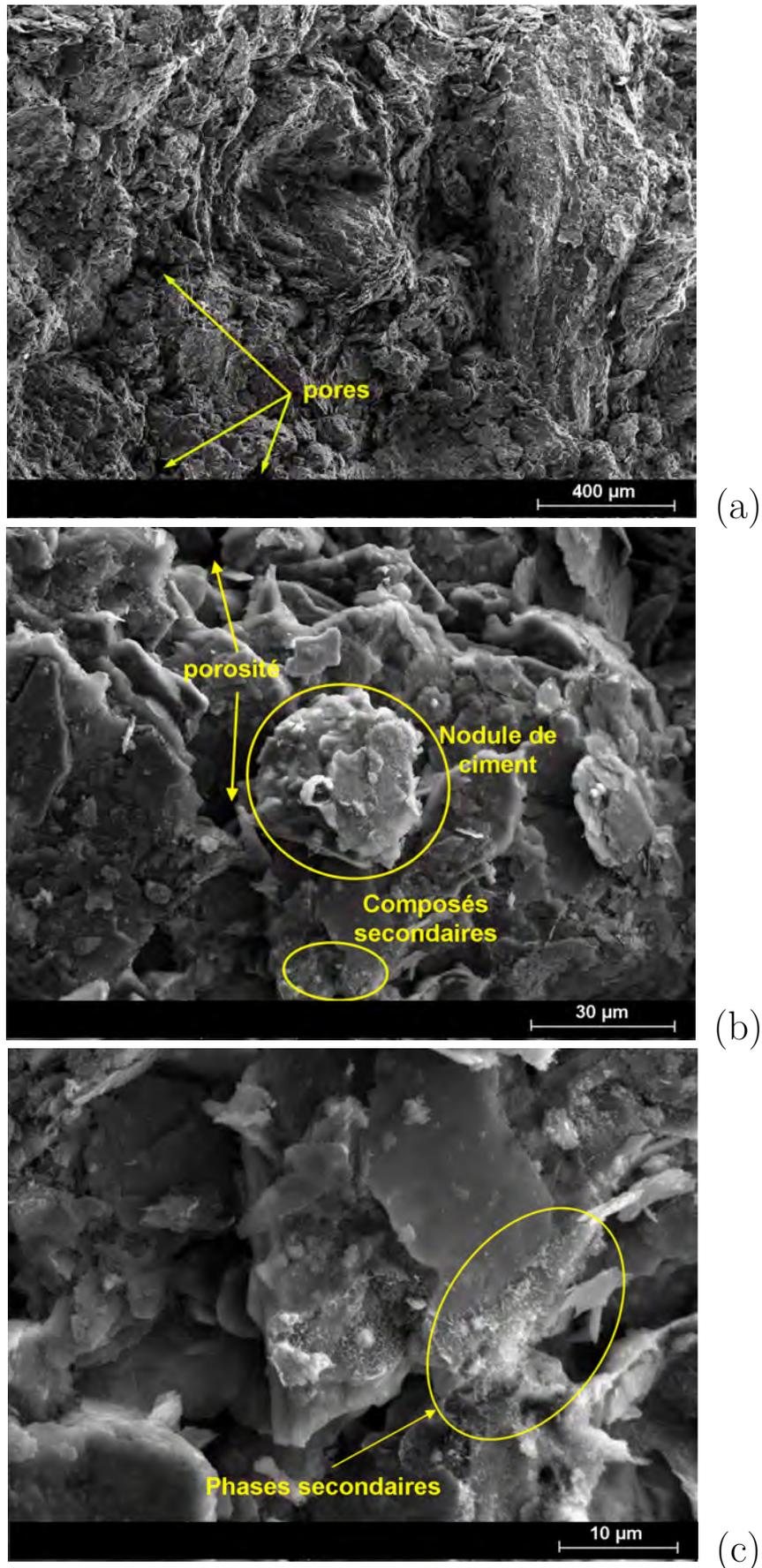


Figure 3.13 – Images MEB de l'altérite de Vigneux traitée (1% de chaux + 5% de ciment) et compactée à 98,5% de l'optimum Proctor, ayant subi une cure de 28 jours à 20°C.

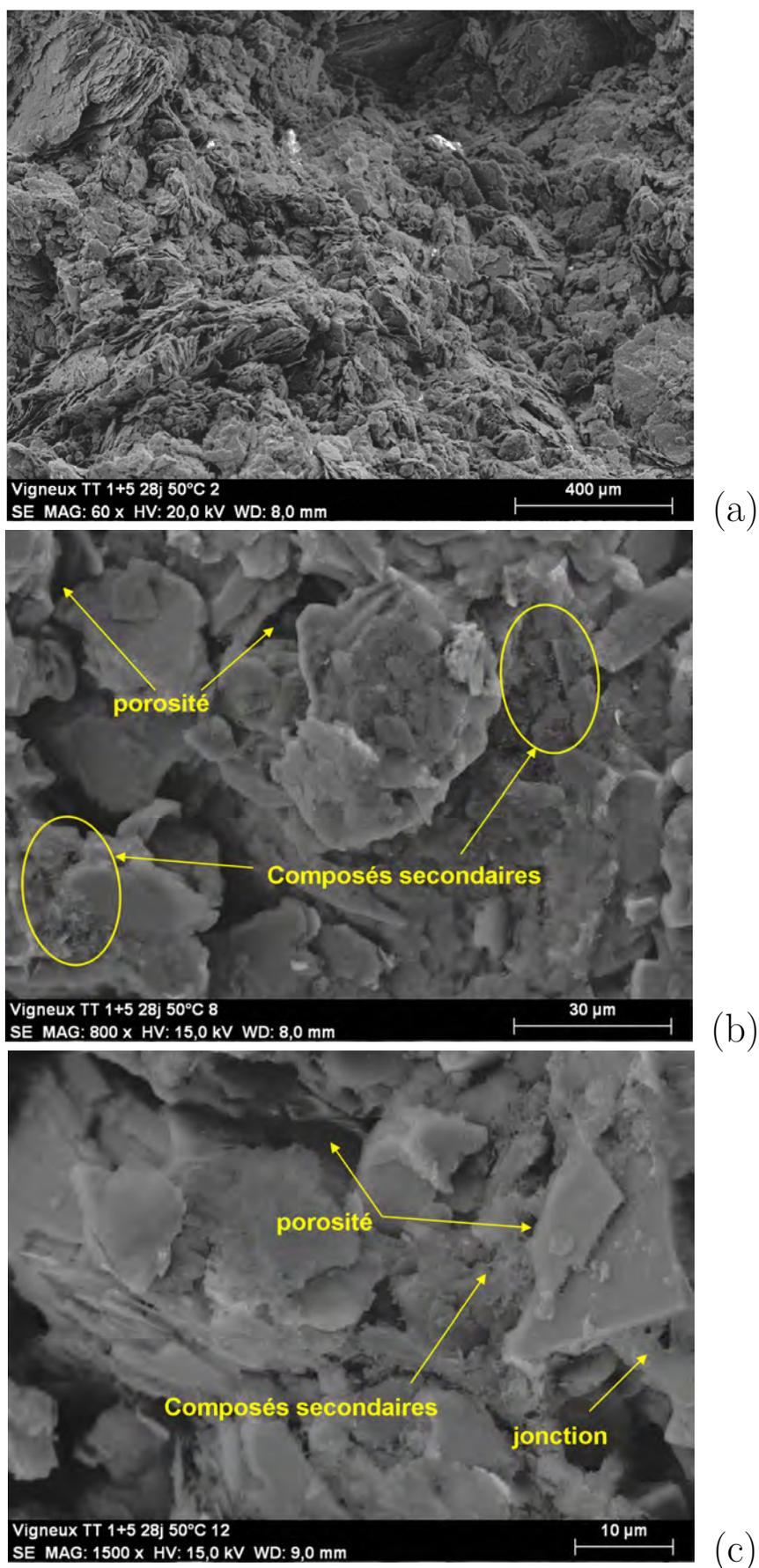


Figure 3.14 – Images MEB de l'altérite de Vigneux (1% de chaux + 5% de ciment) et compactée à 98,5% de l'optimum Proctor, ayant subi une cure de 28 jours à 50°C.

3.2.2.2.b Distribution porale de l'altérite de Vigneux traitée

Les effets de l'ajout de chaux et de ciment sur la distribution porale de l'altérite, ainsi que l'évolution de cette dernière au cours de la cure sont évalués par porosimétrie par intrusion de mercure (figure 3.15). Après le traitement, on ne détecte plus de pores dont la taille est supérieure à 10 μm . La distribution de taille de pore devient par ailleurs bimodale avec un mode dont la taille des pores est comprise entre 0,05 μm et 2 μm , et un autre dont la taille des pores est comprise entre 2 μm et 20 μm . Ce dernier pourrait être attribué à des pores entre les phases secondaires. Au cours de la cure, on observe essentiellement un déplacement de la microporosité vers des pores de plus petite taille. Au bout de 300 jours à 50°C, la microporosité est alors comprise entre 0,01 μm et 0,2 μm . Cette évolution peut être attribuée au développement du gel d'hydrates qui comble les pores.

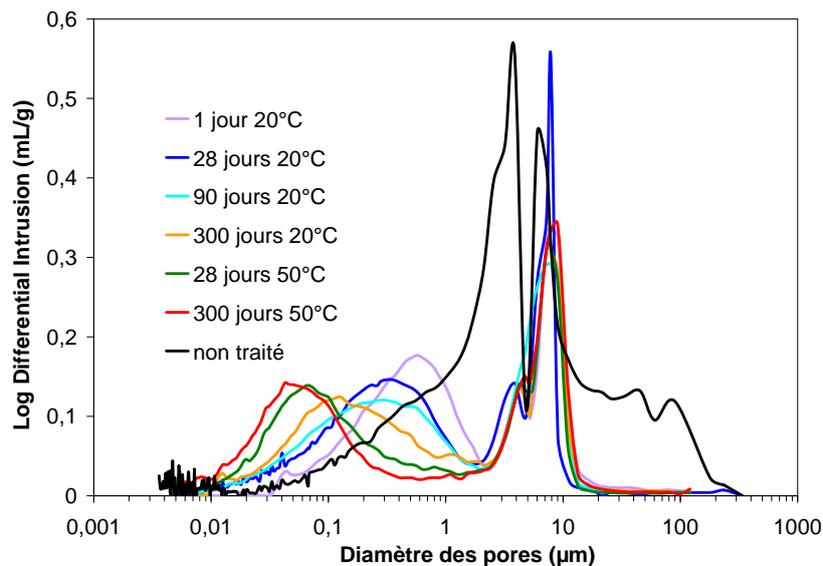


Figure 3.15 – Évolution de la distribution porale de l'altérite de Vigneux au cours de la cure.

3.2.2.3 Observation de la distribution des liants dans l'altérite de Vigneux

En complément des observations au MEB, l'observation de la répartition de la chaux et du ciment est ensuite effectuée par μ -XRF. Les analyses élémentaires de l'altérite indiquent la présence d'une quantité très faible de calcium dans le sol brut (0,01%, cf. tableau 2.6). Comme dans le cas du limon de Héricourt, on estime donc que le calcium mesuré dans le matériau traité provient uniquement de la chaux et du ciment.

La figure 3.16 présente la distribution spatiale du calcium dans l'altérite non traitée. Du calcium, présent à l'état de trace, est distribué sur l'ensemble du sol. Seules certaines

zones ne contiennent que du silicium, et sont assimilées à du quartz. Du potassium est aussi détecté sur l'ensemble du matériau. Cet élément est essentiellement présent dans la muscovite.

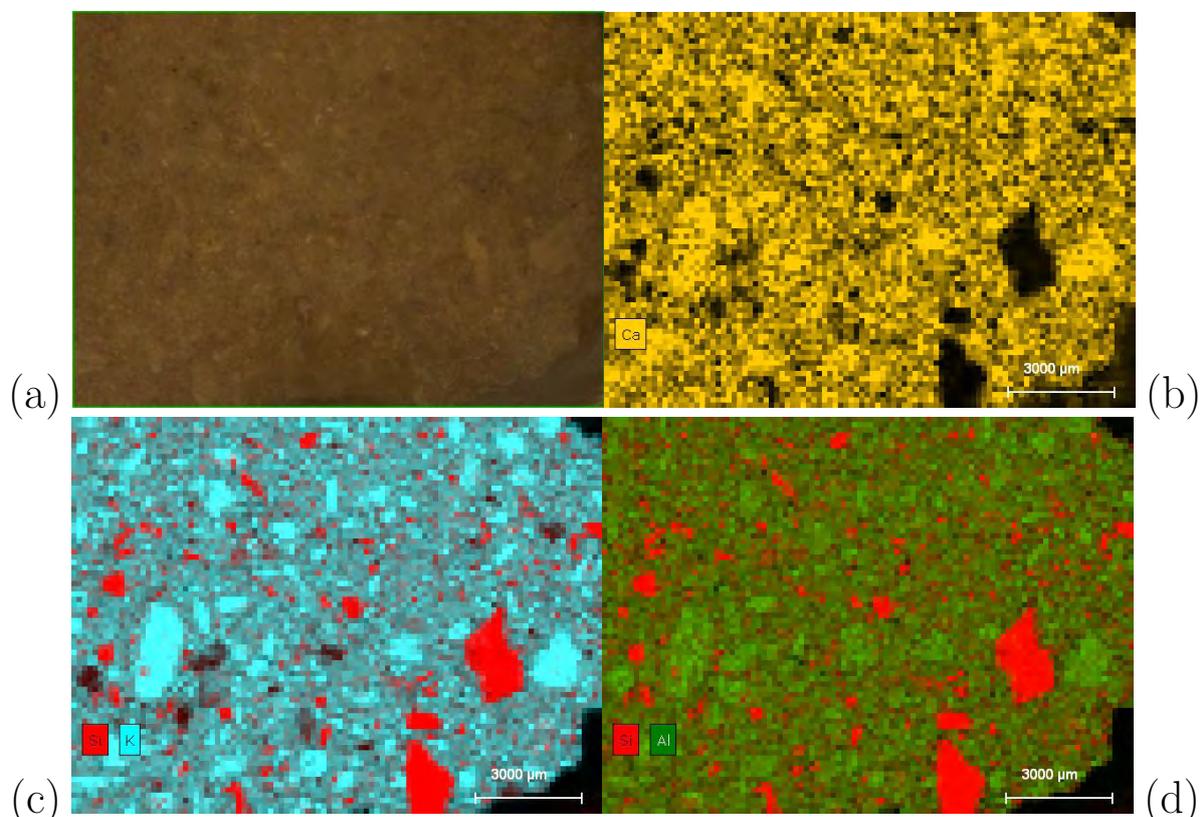


Figure 3.16 – Observation d’une section polie de l’altérite de Vigneux non traitée et compactée à 98,5% de l’optimum Proctor. Image optique (a) et distributions élémentaires par micro-fluorescence X (Ca (b), K (c), Al et Si (d)).

Jaune = Ca ; Turquoise = K ; Rouge = Si ; Vert = Al

Après l’ajout de chaux et de ciment, le calcium est réparti sur l’ensemble du matériau de manière pulvérulente (figure 3.17b). En effet, seules les zones correspondant à la présence d’un grain de quartz n’en contiennent pas. Certaines zones sont aussi plus riches en calcium, traduisant sans doute une concentration plus élevée en chaux et/ou en ciment. La distribution des liants est donc discontinue et aléatoire.

Ces observations mettent donc en évidence de fortes différences entre la répartition du liant dans le limon de Héricourt et dans l’altérite.

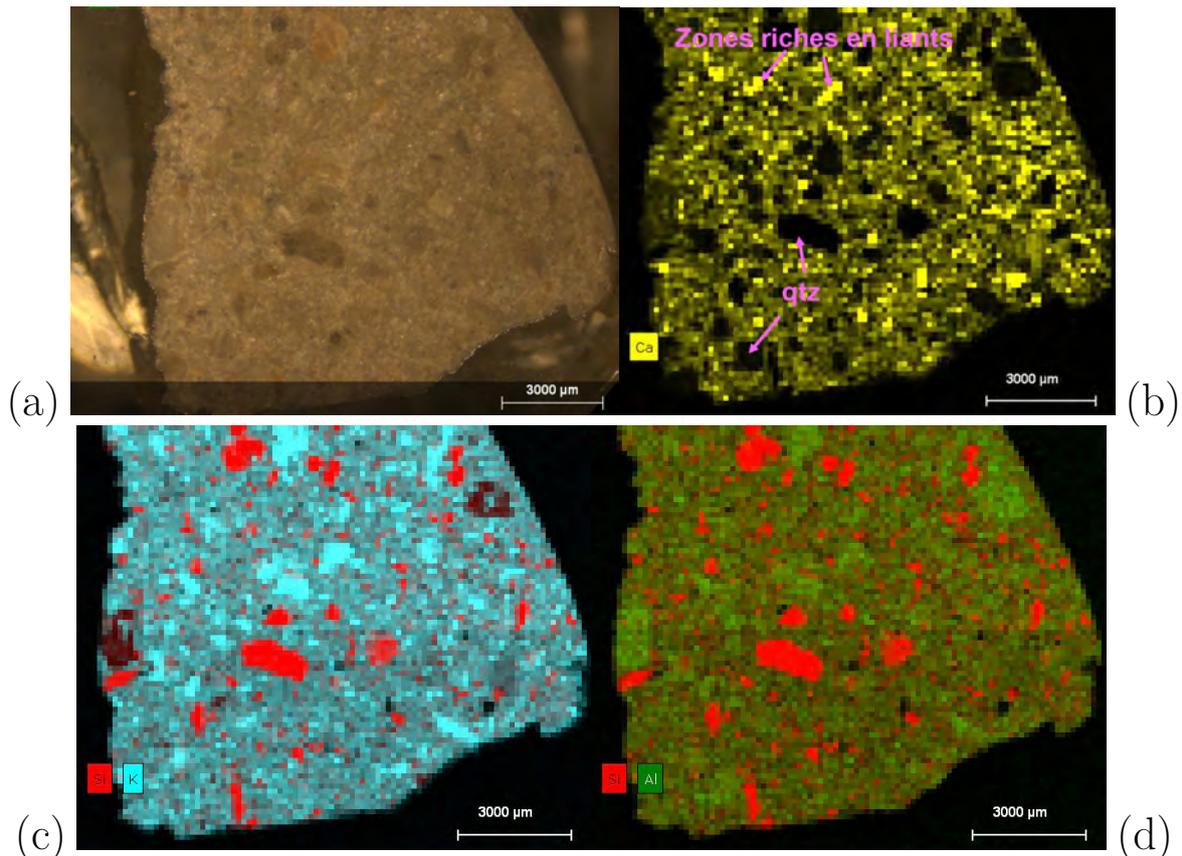


Figure 3.17 – Observation d’une section polie de l’altérite de Vigneux traitée avec 1% de chaux et 5% de ciment CEM II, compactée à 98,5% de l’optimum Proctor et ayant subi une cure de 28 jours à 20°C. Image optique (a) et distributions élémentaires par micro-fluorescence X (b, c et d).

Jaune = Ca ; Turquoise = K ; Rouge = Si ; Vert = Al

3.2.2.4 Observations couplée de la distribution des liants et de la porosité de l’altérite de Vigneux

Afin d’observer aussi la distribution de la porosité, des cartographies des éléments chimiques sont réalisées au MEB. La figure 3.18 présente l’observation au MEB d’une coupe d’altérite traitée ayant subi une cure de 28 jours à 20°C. Les images effectuées à 3 jours et 300 jours (que l’on ne présente pas ici) ne montrent pas de différences nettes. On retrouve bien une distribution discontinue et aléatoire du calcium sur l’ensemble du matériau. De fortes différences avec le limon de Héricourt, où il se répartissait de manière continue entre les agglomérats, sont ainsi mises en évidence.

Les pores peuvent atteindre jusqu’à quelques centaines de microns. Cependant, et contrairement au limon de Héricourt, ils ne se présentent pas sous forme de long tubes. A l’instar de la distribution du calcium, leur répartition est relativement aléatoire.

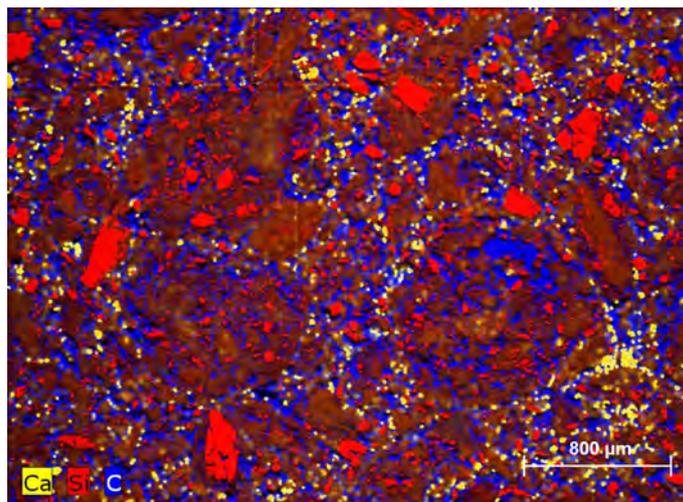


Figure 3.18 – Cartographie au MEB de la distribution du calcium, du carbone (porosité), et du silicium d'une section polie de l'altérite de Vigneux traitée avec 1% de chaux et 5% de ciment CEM II puis compacté à 98,5% de l'optimum Proctor (cure de 28 jours à 20°C).
Bleu = C ; Rouge = Si ; Jaune = Ca

3.2.3 Synthèse de l'étude microstructurale des deux sols

Durant cette partie, les effets de la chaux et du ciment sur la microstructure du limon de Héricourt et de l'altérite de Vigneux ont été étudiés. Des différences importantes entre leur organisation microstructurale sont ainsi mises en évidence.

Le limon est un matériau constitué d'agglomérats granulaires. Ceux-ci sont eux mêmes formés par l'association de particules de quartz, de feldspaths et d'argiles. La chaux et le ciment se répartissent en périphérie des agglomérats, sans les pénétrer. Cela provoque une fermeture de la microstructure. Les phases hydratées se développent sous la forme d'un gel qui assure une continuité sur l'ensemble du matériau. Celui-ci présente alors une structure alvéolaire en « nid d'abeilles » autour des agglomérats. Au cours du temps, seule une fermeture de l'accès à la microporosité, consécutif au développement du gel en surface des agglomérats peut être reliée à l'amélioration des performances.

L'altérite est, pour sa part, constituée d'un amoncellement de plaquettes de micas entourant des grains de quartz. Cette organisation conduit à une distribution porale monomodale. La chaux et le ciment se répartissent entre les plaquettes, de façon aléatoire et discontinue. La distribution porale est alors modifiée, et la taille moyenne des pores est réduite. Des phases hydratées sont bien mises en évidence, mais leur morphologie est différente de celle du gel observé dans le limon. De plus, elles sont cette fois-ci dispersées entre les plaquettes, et l'effet du traitement est beaucoup plus localisé. Ce n'est, en fait, qu'à long terme que leur développement est suffisant pour qu'elles assurent

des jonctions entre des particules mitoyennes. Un déplacement de la classe de pore de plus faible diamètre vers des pores de diamètre plus petits est par ailleurs observé au cours de la cure. On peut le relier à la croissance des phases secondaires.

Ces différences microstructurales sont causées par une minéralogie différente. Les minéraux présentent notamment des formes et des tailles complètement différentes entre les deux sols. L'explication première quant aux différences de microstructure tient alors dans la capacité des particules à s'agencer les unes par rapport aux autres. La figure 3.19 illustre cette hypothèse. Le limon de Héricourt est dépourvu de micas. Les particules argileuses agrégées peuvent être assimilées à une « nappe » qui recouvre facilement les particules de quartz ou de feldspaths. Les points de contact entre les particules granulaires et la pellicule argileuse sont par conséquent très nombreux. Cette dernière joue ainsi le rôle de liant entre les particules de taille plus grande. Les agglomérats résultants présentent alors une forme granulaire. En revanche, l'altérite est majoritairement constituée de muscovite (46,4%, cf. tableau 2.8). Ces minéraux se présentent sous la forme de fines plaquettes de plusieurs dizaines de microns de côté. Leur forme contraste alors avec les particules de quartz, plutôt granulaires. Les points de contact entre ces plaquettes et ces grains sont donc réduits. Dans le même temps, les plaquettes de micas peuvent s'empiler parallèlement à leur surfaces basales. La constitution d'agglomérats, au sens de l'association de particules de manière « continue » comme dans le limon de Héricourt n'est donc pas possible.

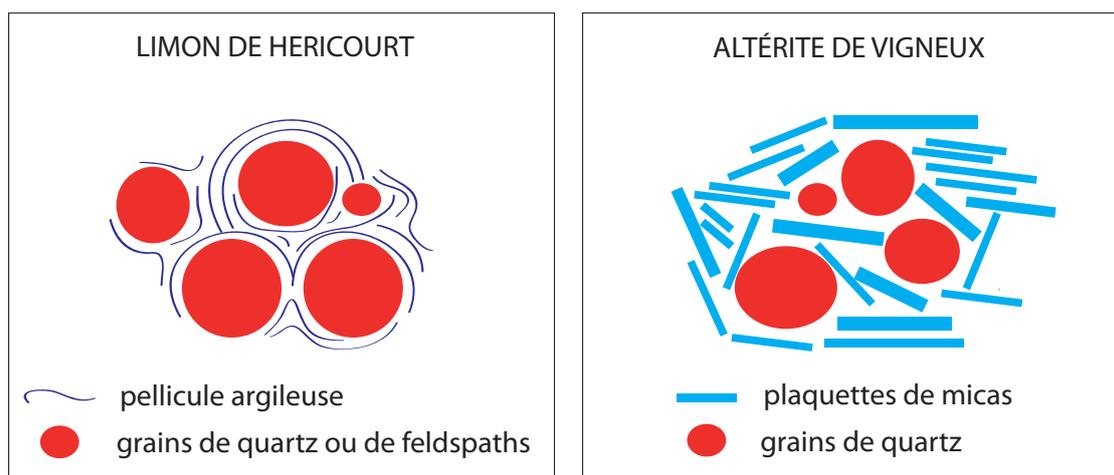


Figure 3.19 – Représentation schématique de l'agencement des particules dans le limon de Héricourt et dans l'altérite de Vigneux.

Pour finir, ces observations microscopiques peuvent être reliées aux performances mécaniques. On met ainsi en évidence que la structure granulaire du limon de Héricourt permet une meilleure performance mécanique que la structure feuilletée de l'altérite. Le

gain de performance, lors de l'ajout de chaux et de ciment, est lié au développement d'un gel d'hydrates, et surtout à la continuité qu'offre l'association entre les liants et les agglomérats.

Afin de compléter ces observations et de tenter de déterminer les phases réactives et celles qui se forment, une étude physico-chimique est conduite. Elle est présentée dans le paragraphe suivant.

3.3 ÉTUDE PHYSICO-CHIMIQUE

L'étude physico-chimique est réalisée suivant deux approches. L'évolution minéralogique des éprouvettes est d'abord étudiée par diffraction des rayons X (DRX). Puis, une étude en suspension est entreprise.

Toutefois, avant d'étudier l'évolution physico-chimique du sol traité, il est important de déterminer l'évolution de la composition chimique du ciment au cours de son hydratation. Ce paragraphe s'articule donc en trois parties. Dans la première, on présentera les résultats de caractérisation physico-chimique du ciment hydraté. Dans la seconde, on détaillera ceux du limon de Héricourt. Puis on terminera avec ceux de l'altérite.

3.3.1 Hydratation du ciment

Afin d'étudier spécifiquement l'hydratation du ciment, du ciment anhydre est mis en suspension dans de l'eau déminéralisée (rapport L/S de 10), puis maintenu sous agitation continue à 20°C. La figure 3.20 présente les diffractogrammes enregistrés pour des échéances allant de 1 à 90 jours. Pour le ciment anhydre, on observe du gypse ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), du C_3S , du C_2S , du C_3A , et de la calcite (CaCO_3).

Après la mise en suspension dans l'eau déminéralisée, on observe la croissance de pics à $2\theta = 11,2^\circ$ et $30,8^\circ$ que l'on attribue à du C_4AH_{13} . L'intensité de ces pics augmente entre 7 jours et 90 jours. Des pics à $2\theta = 11,7^\circ$ et $23,8^\circ$ sont aussi mis en évidence et correspondent à la présence de carboaluminate de calcium hydraté ($\text{C}_4\text{A}\overline{\text{C}}\text{H}_{11}$). Des pics attribués à du $\text{C}_4(\text{A},\text{F})\overline{\text{C}}\text{H}_{11}$ sont aussi visibles dès 7 jours. De plus, on observe la formation de portlandite, via des pics à $2\theta = 18,1^\circ$; $28,8^\circ$ et $34,1^\circ$ qui diminuent par ailleurs entre 7 et 90 jours. Un bombement entre $2\theta = 29^\circ$ et $2\theta = 29,5^\circ$ est aussi visible dès 7 jours, puis de plus en plus intense jusqu'à 90 jours. Il est attribué au C-(A)-S-H. Des pics attribués à la calcite sont aussi visibles. Leur intensité diminue entre le diagramme à 7 jours et le diagramme à 90 jours, traduisant probablement une diminution de sa quantité. Elle serait

alors reliée à une consommation de carbonates pour la formation de $(C_4\overline{A}CH_{11})$. Pour terminer, les pics que l'on avait observés entre $2\theta = 32^\circ$ et $2\theta = 33^\circ$, ainsi que celui à $2\theta = 41,3^\circ$ sur le diagramme du ciment anhydre (attribués respectivement au C_3S et au C_2S) sont encore observés au bout de 7 et 28 jours d'hydratation. Leur intensité diminue néanmoins entre ces deux échéances, et ils ne sont ensuite plus observés au bout de 90 jours. Cela montre donc une hydratation progressive du ciment et qu'il reste encore des phases anhydres au bout de 28 jours.

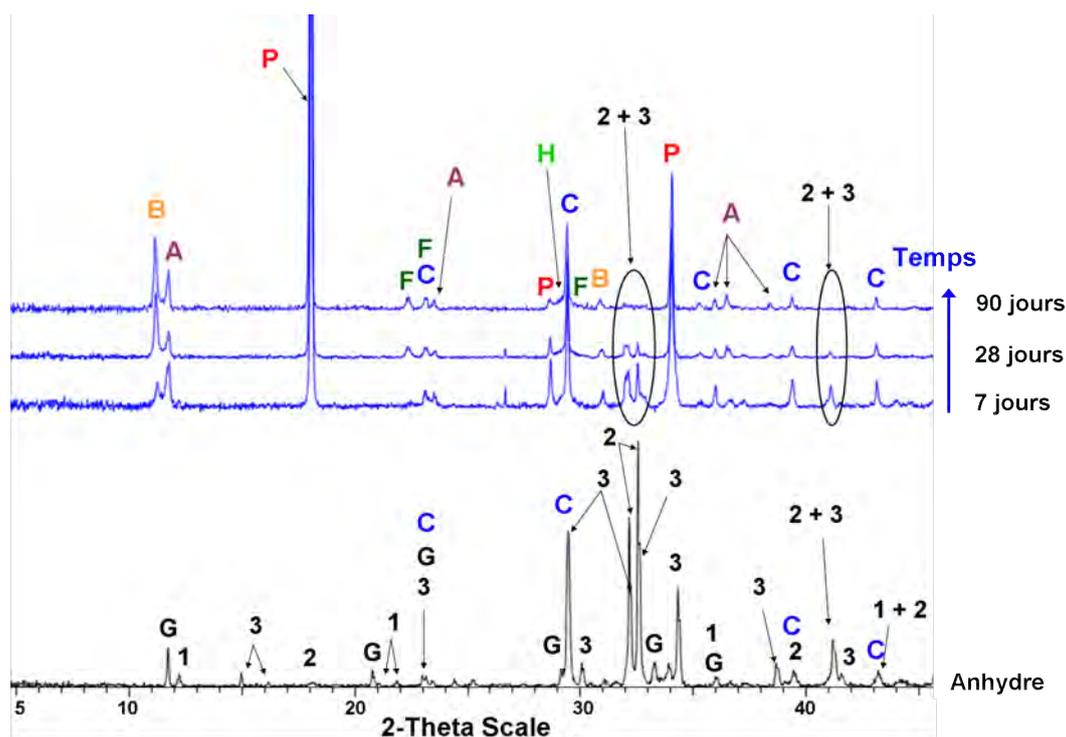


Figure 3.20 – Diffractogrammes des rayons X du ciment anhydre et au cours de son hydratation dans l'eau déminéralisée. De bas en haut : anhydre et échéances à 20°C (7, 28 et 90 jours).

$A = C_4\overline{A}CH_{11}$; $B = C_4AH_{13}$; $C = \text{Calcite}$; $F = C_4(A,F)\overline{C}H_{11}$; $G = \text{Gypse}$;
 $H = C-(A)-S-H$; $P = \text{Portlandite}$; $1 = C_3A$; $2 = C_2S$; $3 = C_3S$

La figure 3.21 présente l'évolution du pH de la solution au cours de l'hydratation du ciment dans l'eau déminéralisée. Le pH est initialement de 13,2. Il augmente à 13,4 au bout de 28 jours puis diminue jusqu'à 13,1 au bout de 90 jours. En revanche, à 50°C , le pH est constant durant 90 jours à une valeur de 12,8. On précise par ailleurs que le pH des échantillons maintenus à 50°C est mesuré après le retour à 20°C .

Ces données seront par la suite comparées aux évolutions physico-chimiques des deux sols lors de l'ajout de chaux et de ciment. L'évolution physico-chimique du limon de Héricourt en présence de chaux et de ciment sera présentée dans un premier temps, puis suivra celle de l'altérite de Vigneux.

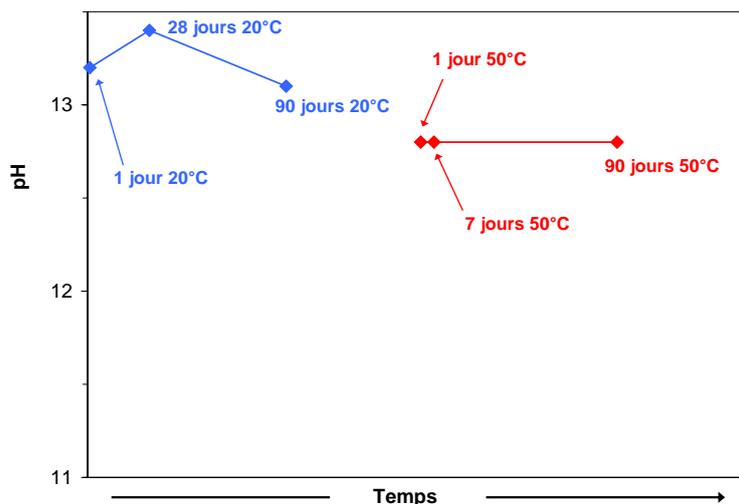


Figure 3.21 – Évolution du pH de la solution lors de la mise en suspension du ciment CEM II dans l'eau déminéralisée.

3.3.2 Étude physico-chimique du limon de Héricourt

3.3.2.1 Caractérisation minéralogique des éprouvettes par DRX

La composition minéralogique des éprouvettes de limon traité est examinée au cours d'une cure à 20°C et à 50°C, pour des échéances comprises entre 1 et 300 jours. Les diffractogrammes des rayons X sont présentés sur la figure 3.22. Ils sont tous normalisés par rapport à la raie 101 du quartz, dont on considère en première approximation qu'il se dissout très peu.

Les diffractogrammes des échantillons traités montrent peu de différences avec celui du sol non traité. On note tout de même la présence sur quelques uns d'entre eux d'un bombement très faible entre $2\theta = 29^\circ$ et $2\theta = 29,5^\circ$. Il est attribué à un composé mal cristallisé de type C-(A)-S-H. Ce bombement est visible à 1 et 28 jours à 20°C. De la calcite (CaCO_3) est aussi détectée, via la présence d'un pic à $2\theta = 29,4^\circ$, pour toutes les échéances, que ce soit à 20°C et à 50°C. Celle-ci peut provenir du ciment qui est un ciment calcaire, ou bien de la combinaison de carbonates avec du calcium en solution.

On retiendra donc que les C-A-S-H sont les seules phases hydratées détectées par cette technique après l'ajout de chaux et de ciment. De par leur caractère amorphe, il est néanmoins difficile de les mettre en évidence. Cela confirme, en revanche, les observations au MEB, qui ont essentiellement mis en évidence un gel contenant du calcium, de l'aluminium et du silicium.

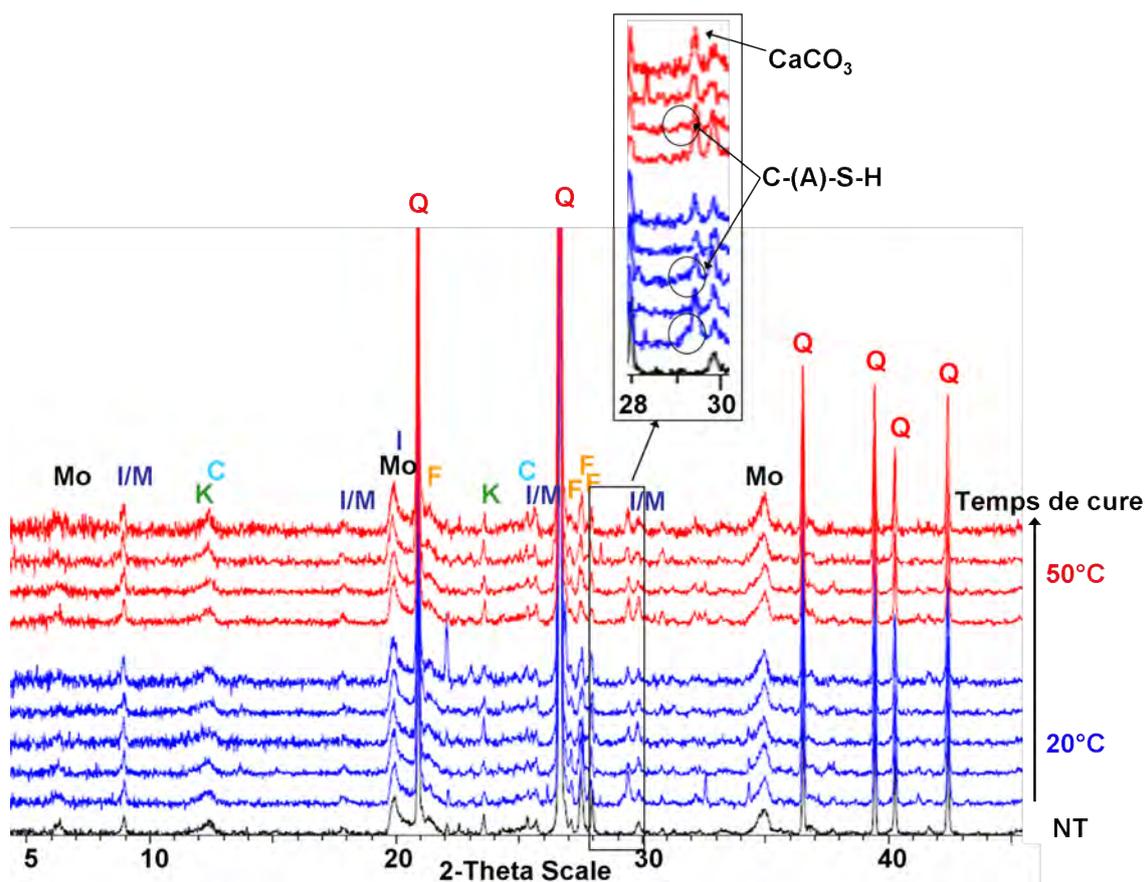


Figure 3.22 – Diffractogrammes des rayons X d'éprouvettes de limon de Héricourt traitées avec 1% de chaux et 5% de ciment. De bas en haut : Non traité, échéances à 20°C (1, 7, 28, 90 et 300 jours), échéances à 50°C (3, 28, 90 et 300 jours).

C = Chlorite ; F = feldspaths ; I/M = Illite/Muscovite ; K = Kaolinite ; Mo = Montmorillonite ; Q = Quartz.

3.3.2.2 Étude en suspension

Le système « sol-chaux-ciment-eau » est aussi étudié à partir de la fraction inférieure à 40 μm traitée à la chaux et au ciment dans l'eau déminéralisée (*cf.* §2.2.1.2). Tout d'abord, on présente dans ce paragraphe les résultats de caractérisation de la phase liquide. Afin de comprendre les évolutions des concentrations chimiques en solution, l'étude de la phase solide est ensuite détaillée.

3.3.2.2.a Évolution physico-chimique de la solution

3.3.2.2.a.a Suivi du pH de la solution

Lors de la mise en suspension du sol, de chaux et de ciment dans l'eau déminéralisée, le pH augmente rapidement pour atteindre une valeur de 12,8 à 20°C (figure 3.23). Il diminue ensuite dès 3 jours, et atteint 12,0 au bout de 90 jours. Il est ensuite stable

jusqu'à 300 jours. À 50°C, le pH diminue aussi constamment. D'une valeur initiale de 12,4, il atteint 11,3 au bout de 300 jours.

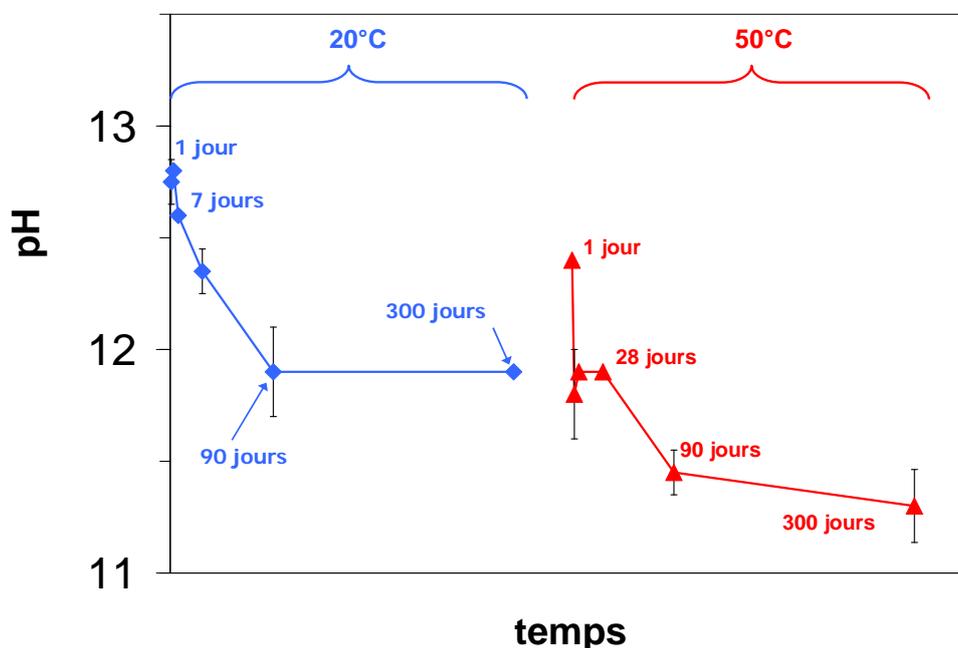


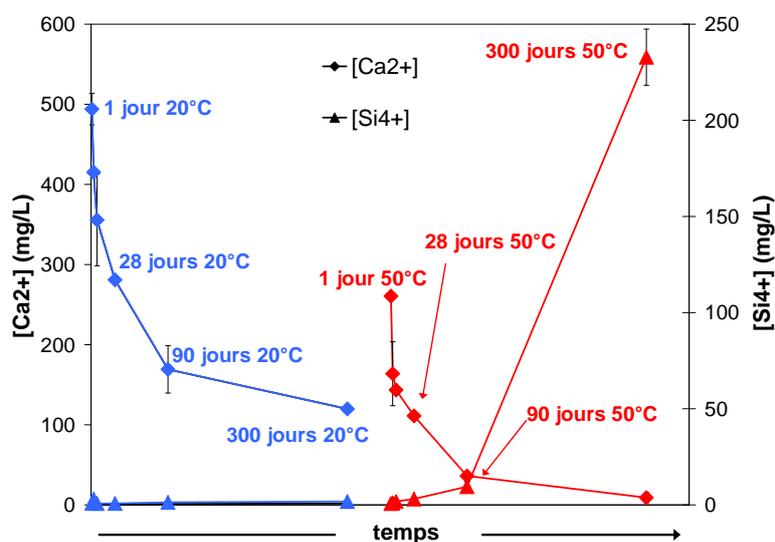
Figure 3.23 – Évolution du pH des suspensions de limon de Héricourt (fraction inférieure à 40µm) traité avec 1% de chaux et 5% de ciment CEM II.

3.3.2.2.a.b Analyses élémentaires en solution

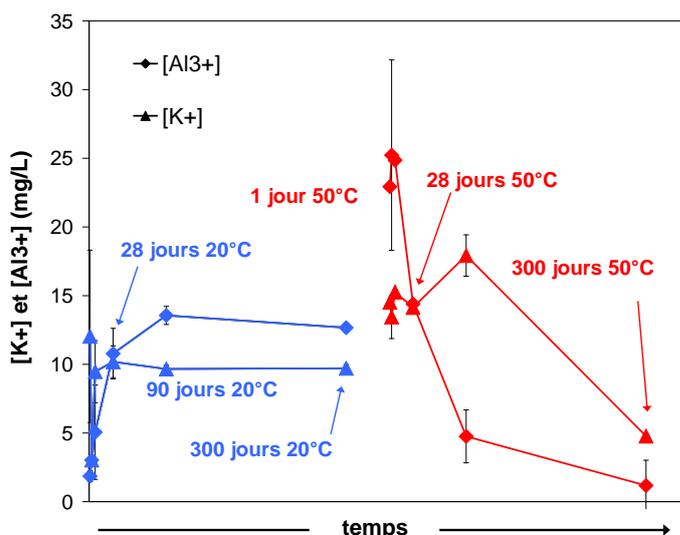
La figure 3.24 présente les concentrations élémentaires en calcium, en silicium, en aluminium et en potassium dans la phase liquide des suspensions maintenues à 20°C et à 50°C. La concentration initiale en calcium est de 500 mg/L à 20°C. En comparaison, la quantité totale de calcium apportée par la chaux et le ciment devrait conduire à une concentration en calcium de 3000 mg/L (en considérant une solubilité infinie). La figure 3.24a montre par ailleurs que la concentration en calcium diminue constamment, et ce dès le premier jour. Après 300 jours, il n'en reste ainsi que 120 mg/L. Les données à long terme (courbe à 50°C), indiquent que cette diminution se poursuit après 300 jours. La concentration mesurée au bout de 300 jours à 50°C est ainsi de 10 mg/L. Ces mesures mettent donc en exergue une consommation importante et rapide du calcium en solution.

Dans le même temps, la concentration en silicium (figure 3.24a) reste très faible durant les 300 premiers jours. Sa concentration augmente régulièrement, mais très doucement, de 0,7 mg/L à 1 jour à 1,8 mg/L au bout de 300 jours. A long terme (données à 50°C), la quantité de silicium en solution augmente fortement, puisque la concentration mesurée au bout de 90 jours à 50°C est de 9,0 mg/L, puis de 233 mg/L au bout de 300 jours. Finalement, une corrélation entre le calcium et le silicium semble se dégager.

La concentration en silicium augmente en effet sensiblement lorsque la concentration en calcium devient très faible.



(a) Calcium et silicium



(b) Aluminium et potassium

Figure 3.24 – Évolution des concentrations en calcium, silicium, aluminium et potassium dans des suspensions de limon de Héricourt traité avec 1% de chaux et 5% de ciment CEM II.

En parallèle, la figure 3.24b montre que la concentration en aluminium à 20°C augmente au cours du temps. Cet élément peut provenir de la dissolution des minéraux du sol, ou bien de la dissolution du ciment. D'une valeur initiale de 2 mg/L, elle se stabilise alors à 14 mg/L entre 90 et 300 jours. Cela traduit la mise en place d'un équilibre entre sa dissolution et sa précipitation. A long terme, la concentration en aluminium diminue jusqu'à 1 mg/L (au bout de 300 jours à 50°C). Sa précipitation devient alors plus importante que sa dissolution.

Concernant le potassium (figure 3.24b), sa concentration est stable durant 300 jours à 10 mg/L. Dans le limon, le potassium est surtout contenu dans les feldspaths et dans l'illite. Il peut aussi provenir du ciment. La quantité de potassium contenue dans le ciment est telle qu'elle pourrait conduire à une concentration de 38 mg/L. La concentration observée peut indiquer, soit que la dissolution du ciment est ralentie, soit que du potassium est consommé. A très long terme, la concentration en potassium diminue. Elle n'est plus que de 5 mg/L après 300 jours à 50°C. Sa précipitation est donc mise en évidence et devient prépondérante devant sa dissolution.

L'évolution de la concentration en sodium est présentée sur la figure 3.25. A 20°C, sa concentration est systématiquement inférieure à 2 mg/L. Cependant, à long terme, sa concentration augmente fortement et de manière continue jusqu'à atteindre 450 mg/L après 300 jours à 50°C. Le sodium peut provenir et du ciment. Cependant, d'après la quantité qu'il contient (*cf.* tableau 2.10), la concentration en sodium engendrée par sa dissolution devrait être de 5,4 mg/L. La forte mise en solution de sodium est donc principalement provoquée par la dissolution de minéraux constitutifs du limon de Héricourt. Dans ce sol, le sodium est principalement porté par les feldspaths sodiques. Cette forte libération indique donc leur dissolution.

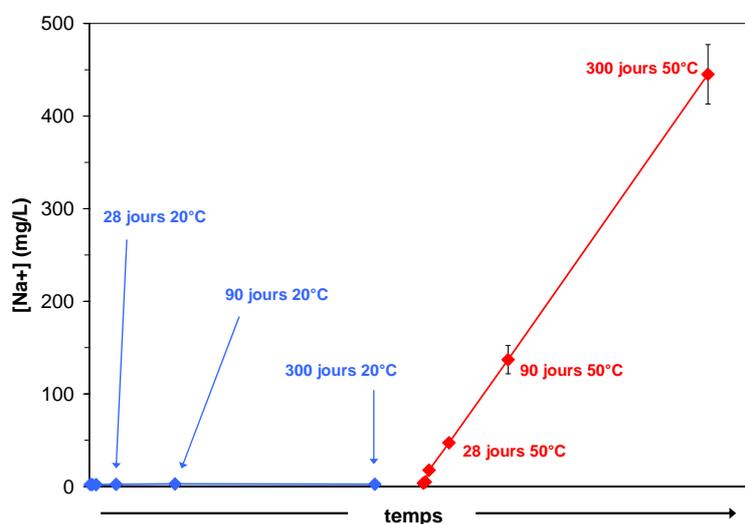


Figure 3.25 – Évolution des concentrations en sodium dans les suspensions de limon de Héricourt traité avec 1% de chaux et 5% de ciment CEM II.

Pour terminer, les concentrations en magnésium et en fer (non présentés ici) sont systématiquement inférieures à la limite de quantification. Dans le limon de Héricourt, le fer est présent dans la goethite, mais peut aussi être présent dans les argiles, la montmorillonite par exemple.

De ces observations, il faut surtout retenir que la présence de chaux et de ciment avec le limon de Héricourt conduit à :

- i). Une consommation rapide et importante du calcium et des ions HO^- en solution
- ii). Une libération importante de silicium en solution à long terme.
- iii). La libération et la consommation d'aluminium en solution.
- iv). La dissolution de minéraux primaires du sol.

3.3.2.2.b Caractérisation minéralogique de la phase solide par DRX

Les diffractogrammes des rayons X de la phase solide sont présentés sur la figure 3.26. Ils sont tous normalisés par rapport à la raie 101 du quartz.

Tout comme pour les éprouvettes, on observe un bombement entre $2\theta = 29^\circ$ et $2\theta = 29,5^\circ$. Il est détecté dès 3 jours et on l'attribue à un composé mal cristallisé de type C-(A)-S-H.

On met aussi en évidence la présence d'un pic à $2\theta = 29,4^\circ$, pour toutes les échéances, que ce soit à 20°C et à 50°C . Il correspond à la présence de calcite (CaCO_3). Pour terminer, on détecte la présence d'un pic à $2\theta = 9,9^\circ$ entre 1 et 28 jours à 50°C . Il est attribué au monosulfoaluminate de calcium hydraté (AFm) de formule $(\text{CaO})_3(\text{Al}_2\text{O}_3)(\text{CaSO}_4),12\text{H}_2\text{O}$. Sa présence est un signe de l'hydratation du ciment.

La contribution des phases initiales étant très faible, par rapport aux quantités initiales, leur évolution est difficile à mettre en évidence [Maubec, 2010; Delavernhe, 2011]. Cependant, ces analyses permettent d'obtenir des informations sur les phases issues de l'ajout de chaux et de ciment au limon de Héricourt. Elles sont finalement les mêmes que celles que l'on avait observées lors de la caractérisation des éprouvettes. Elles se résument à des C-(A)-S-H probablement amorphes, de la calcite (principalement apportée par le ciment), et du monosulfoaluminate de calcium hydraté (AFm) de formule $(\text{CaO})_3(\text{Al}_2\text{O}_3)(\text{CaSO}_4),12\text{H}_2\text{O}$ qui disparaît à long terme.

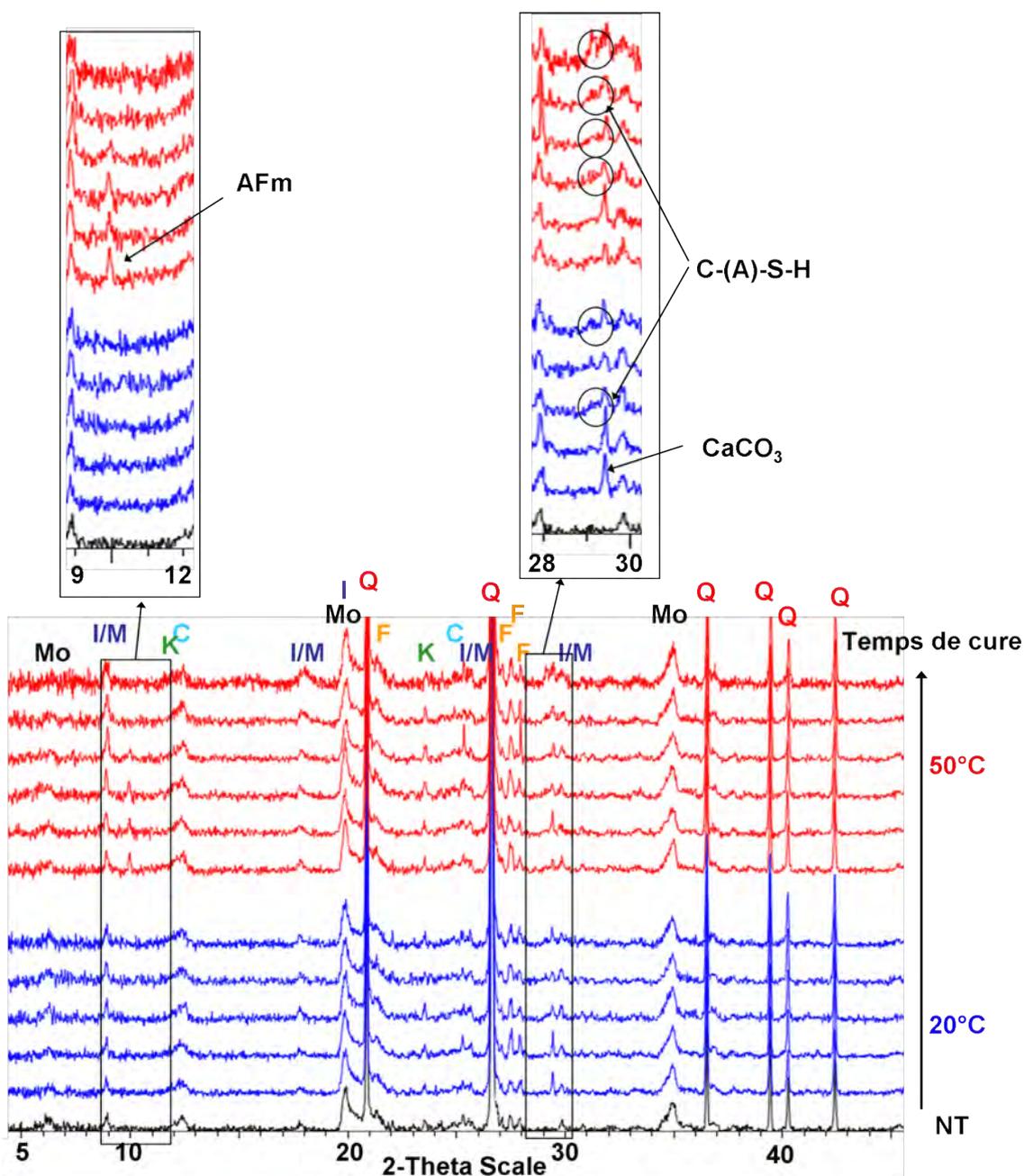


Figure 3.26 – Diffractogrammes des rayons X du limon de Héricourt (fraction inférieure à 40 μm) brut et en suspension. De bas en haut : brut, échéances à 20°C (1, 3, 28, 90 et 300 jours), échéances à 50°C (1, 3, 7, 28, 90 et 300 jours).

*C = Chlorite ; F = feldspaths ; I/M = Illite/Muscovite ; K = Kaolinite ;
Mo = Montmorillonite ; Q = Quartz.*

3.3.2.3 Bilan de l'étude physico-chimique du limon de Héricourt

L'évolution physico-chimique de la solution, ainsi que les phases secondaires formées sont différentes de celles que l'on avait pu observer lors de l'hydratation du ciment dans l'eau déminéralisée. Les conditions engendrées par la dissolution du ciment (principalement en termes de pH et de concentration en calcium) imposent la dissolution des

minéraux. Les conditions nécessaires aux réactions pouzzolaniques sont alors réunies. Ces réactions pouzzolaniques peuvent faire intervenir du calcium et des ions HO^- provenant de l'hydratation de la chaux, ou bien de l'hydratation du ciment (*cf.* équations 1.10 et 1.11).

Les ions HO^- et le calcium en solution sont alors consommés dès les premiers jours. Ils se combinent en fait avec le silicium, et éventuellement l'aluminium, pour former des C-(A)-S-H. La formation de ces phases se poursuit tant que du calcium est présent en solution. Au bout de 300 jours, l'épuisement du calcium en solution ne permet plus la formation de C-(A)-S-H, et la concentration en silicium augmente.

3.3.3 Étude physico-chimique de l'altérite de Vigneux

La méthodologie employée dans le cas du limon de Héricourt est aussi utilisée pour décrire le comportement physico-chimique de l'altérite, que l'on présente désormais.

3.3.3.1 Caractérisation minéralogique des éprouvettes par DRX

La figure 3.27 montre les diffractogrammes des rayons X d'éprouvettes confectionnées après l'ajout de chaux et de ciment. Ils sont tous normalisés par rapport à la raie 101 du quartz.

On distingue tout d'abord deux pics à $2\theta = 18,0^\circ$ et $34,1^\circ$ durant 300 jours, et qui sont attribués à la portlandite. A long terme, ces pics ne sont plus observés. C'est ainsi le cas à partir de 28 jours à 50°C , ce qui signifie la dissolution de la portlandite à long terme.

On note aussi la présence d'un pic à $2\theta = 11,7^\circ$ et attribué au carboaluminate de calcium hydraté $\text{C}_4\text{A}\overline{\text{C}}\text{H}_{11}$. Il est détecté dès 7 jours et son intensité croît constamment jusqu'à 300 jours. Il persiste ensuite à long terme sur les diffractogrammes à 50°C .

A long terme, des pics supplémentaires sont observés. Deux pics sont ainsi observés à $2\theta = 11,0^\circ$ et $2\theta = 11,2^\circ$ au bout de 7 jours à 50°C . Ils sont respectivement attribués au C_4AH_{19} et au C_4AH_{13} . Ces deux composés font partie des C-A-H lamellaires dont la structure cristalline est de symétrie hexagonale [Renaudin, 1998]. Pour des échéances plus longues, seul celui à $2\theta = 11,2^\circ$ subsiste. Enfin, un pic est détecté à $2\theta = 9,9^\circ$ à 50°C et est attribué à du monosulfoaluminate de calcium hydraté (AFm).

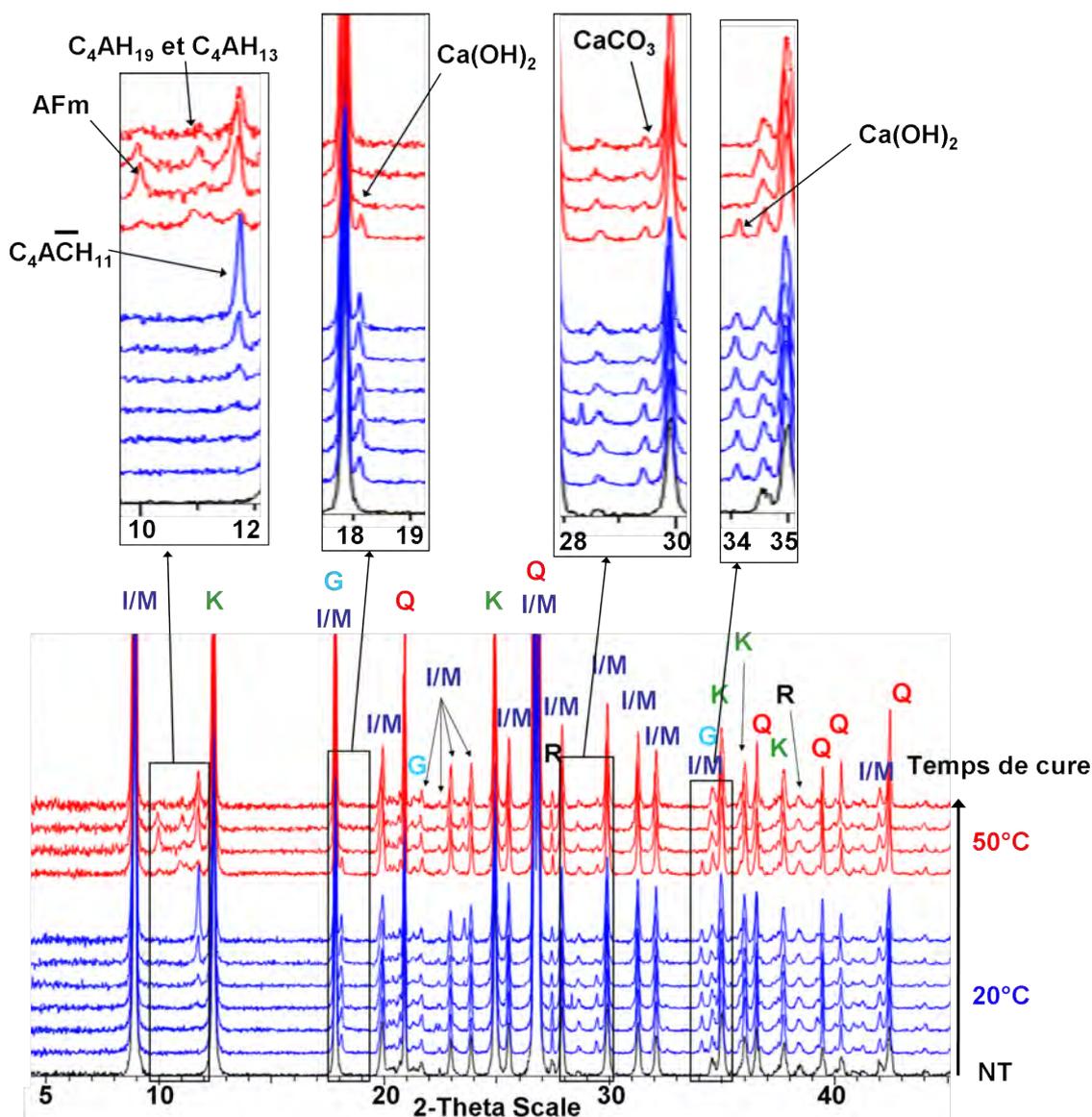


Figure 3.27 – Diffractogrammes des rayons X d'éprouvettes d'altérite de Vigneux traitées avec 1% de chaux et 5% de ciment. De bas en haut : non traité, échéances à 20°C (1, 3, 7, 28, 90 et 300 jours), échéances à 50°C (7, 28, 90 et 300 jours).

G = Goéthite ; *I/M* = Illite/Muscovite ; *K* = Kaolinite ; *Q* = Quartz ; *R* = Rutile.

Pour résumer, il faut retenir que l'ajout de chaux et de ciment à l'altérite de Vigneux engendre la formation de phases secondaires différentes de celles observées dans le limon de Héricourt. Les mécanismes réactionnels diffèrent donc fortement, ce qui signifie que la minéralogie du sol a une influence sur la nature des phases secondaires formées. Alors que dans le limon de Héricourt, seuls des C-(A)-S-H sont observés, les phases mises en évidence dans le cas de l'altérite sont :

- i). De la portlandite, qui est présente jusqu'à 300 jours.
- ii). Du C_4AH_{19} , du C_4AH_{13} , et du $C_4A\bar{C}H_{11}$ dès 28 jours. La formation de ces derniers est associée à l'épuisement des carbonates.

3.3.3.2 Étude en solution

Ce paragraphe est consacré à l'étude en milieu dilué. Comme pour le limon de Héricourt, elle est réalisée sur la fraction du sol inférieure à 40 μm traitée à la chaux et au ciment, puis mise en suspension dans l'eau déminéralisée.

3.3.3.2.a Évolution physico-chimique de la solution

3.3.3.2.a.a Suivi du pH de la solution

L'évolution du pH des suspensions est tout d'abord présentée (figure 3.28). Il atteint 12,9 dès le premier jour, et reste constant jusqu'à 28 jours. Il diminue ensuite progressivement et atteint 12,5 au bout de 300 jours. Les données à 50°C indiquent que cette diminution se poursuit à long terme. Entre 7 jours et 300 jours à 50°C, le pH diminue ainsi de 12,1 à 11,8. A la différence de l'évolution du pH du limon de Héricourt, le pH commence ainsi à diminuer pour les temps très longs.

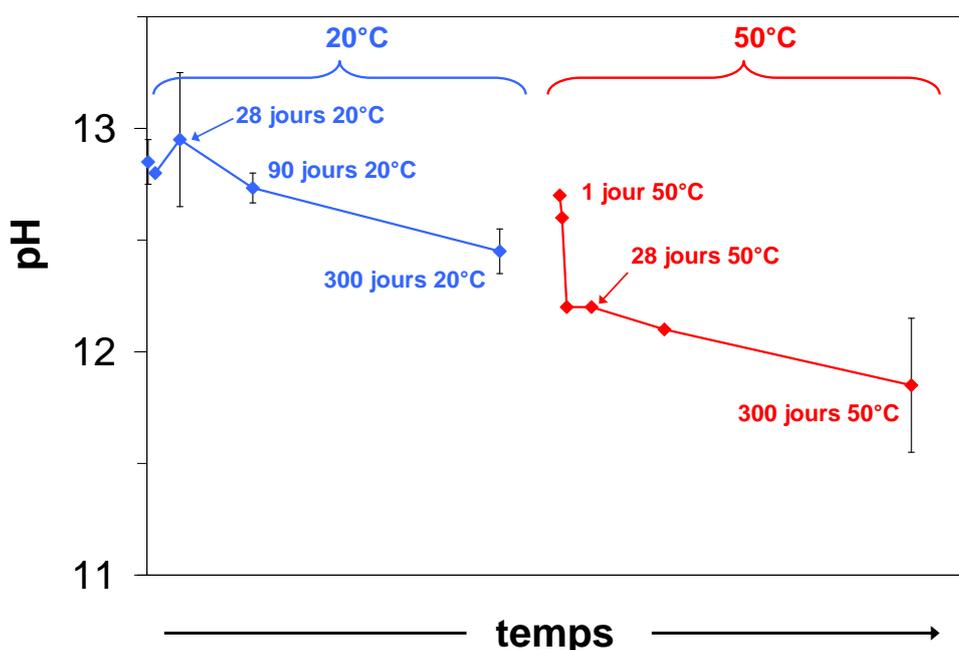


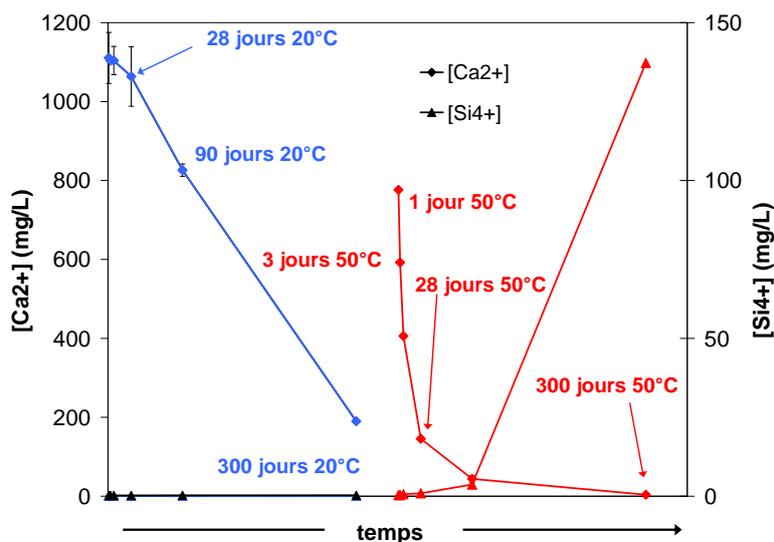
Figure 3.28 – Évolution du pH des suspensions d'altérite de Vigneux traitée avec 1% de chaux et 5% de ciment CEM II.

3.3.3.2.a.b Analyses élémentaires

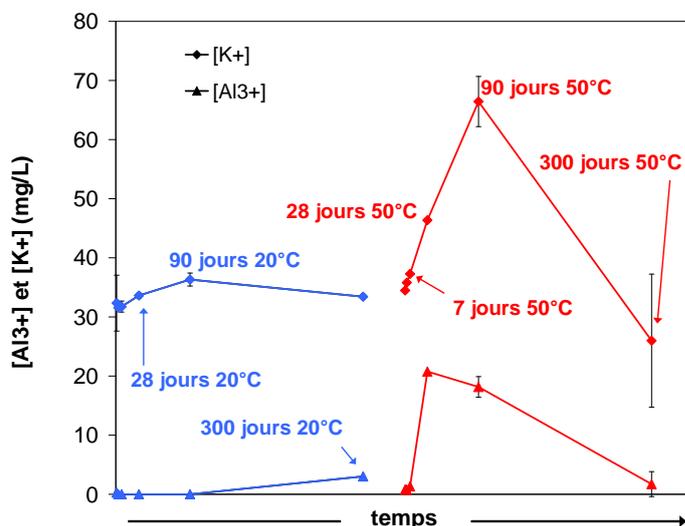
Les concentrations élémentaires en calcium, en silicium en aluminium, et en potassium dans la phase liquide sont présentées sur la figure 3.29. La première constatation est que la concentration initiale en calcium à 20°C est voisine de 1100 mg/L (figure 3.29a). Cette valeur est nettement supérieure à celle observée dans le cas du limon (500 mg/L au bout

d'un jour, *cf.* § 3.3.2.2.a.b). Elle se maintient durant 28 jours, puis diminue fortement puisque l'on mesure une concentration de 190 mg/L au terme de 300 jours. D'après les données à 50°C, la diminution se poursuit. Au bout de 300 jours à 50°C, la concentration en calcium n'est ainsi plus que de 4 mg/L.

Ces observations indiquent donc une consommation plus faible du calcium que dans le cas du limon de Héricourt aux premières échéances. Il est par contre entièrement épuisé à long terme.



(a) Calcium et silicium



(b) Aluminium et potassium

Figure 3.29 – Évolution des concentrations en calcium, aluminium, silicium et potassium dans des suspensions d'altérite de Vigneux traitée avec 1% de chaux et 5% de ciment CEM II.

Le silicium en solution reste constant à 20°C autour de 0,3 mg/L durant les 300 premiers jours (figure 3.29a). A long terme, la concentration en silicium augmente, d'abord

doucement, puisqu'au bout de 90 jours à 50°C, elle n'est que de 4 mg/L. Puis une augmentation très forte est ensuite observée. Après 300 jours à 50°C, on mesure ainsi 137 mg/L de silicium en solution.

Concernant l'aluminium (figure 3.29b), la concentration est inférieure à la limite de détection durant 90 jours, puis augmente pour atteindre 3 mg/L au bout de 300 jours. A partir des données à 50°C, cette augmentation continue par la suite (21 mg/L mesurés au bout de 28 jours à 50°C), cependant, elle diminue ensuite et n'est plus que de 2 mg/L au bout de 300 jours.

Enfin, en ce qui concerne le potassium (figure 3.29b), la concentration initiale à 20°C est de 32 mg/L. Cette valeur correspond approximativement à la quantité de potassium contenue dans le ciment et est constante jusqu'à 300 jours. Par la suite, les données à 50°C indiquent une augmentation pour atteindre 66 mg/L au bout de 90 jours. En revanche, la valeur mesurée à 300 jours à 50°C montre que cette augmentation est suivie d'une diminution, puisque l'on ne mesure plus que 26 mg/L.

L'essentiel à retenir de l'évolution de la composition chimique de la solution est résumé par les points suivants :

- i). Le pH initial et la concentration initiale en calcium sont plus élevés dans le cas de l'altérite.
- ii). La diminution du pH et de la concentration en calcium est observée surtout à partir de 90 jours, et non immédiatement comme dans le cas du limon.
- iii). A long terme, une augmentation de la concentration en silicium est observée.
- iv). La concentration en aluminium augmente à long terme, puis diminue ensuite. Sa consommation est prépondérante devant sa libération.

3.3.3.2.b Caractérisation minéralogique de la fraction solide par DRX

Les diffractogrammes des rayons X de la fraction solide sont présentés sur la figure 3.30. Ils sont normalisés par rapport à la raie 101 du quartz.

Les pics caractéristiques de la portlandite ($2\theta = 18^\circ$ et $34,1^\circ$) sont observés uniquement sur les diagrammes correspondant à 3 et 8 jours à 20°C et ceux correspondant à 1 et 3 jours à 50°C. Le développement de deux pics à $2\theta = 11,2^\circ$ et $2\theta = 11,7^\circ$ est, en outre, observé dès 28 jours. Ils sont attribués respectivement à l'aluminate tétracalcique hydraté C_4AH_{13} et au carboaluminate de calcium hydraté $C_4A\bar{C}H_{11}$.

A long terme, on observe toujours le pic à $2\theta = 11,7^\circ$ attribué au $C_4A\bar{C}H_{11}$

sur les diagrammes à 7 et 28 jours à 50°C. A ces échéances, on détecte aussi du monosulfoaluminate de calcium hydraté (AFm) via la présence du pic à $2\theta = 9,9^\circ$. En revanche, ces pics ne sont pas détectés pour les échéances plus longues. On observe toutefois le développement d'un bombement entre $2\theta = 29^\circ$ et $2\theta = 29,5^\circ$, à partir de 28 jours à 50°C. Il est attribué au C-(A)-S-H. Enfin, un pic à $2\theta = 29,4^\circ$ est systématiquement visible et est attribué à de la calcite.

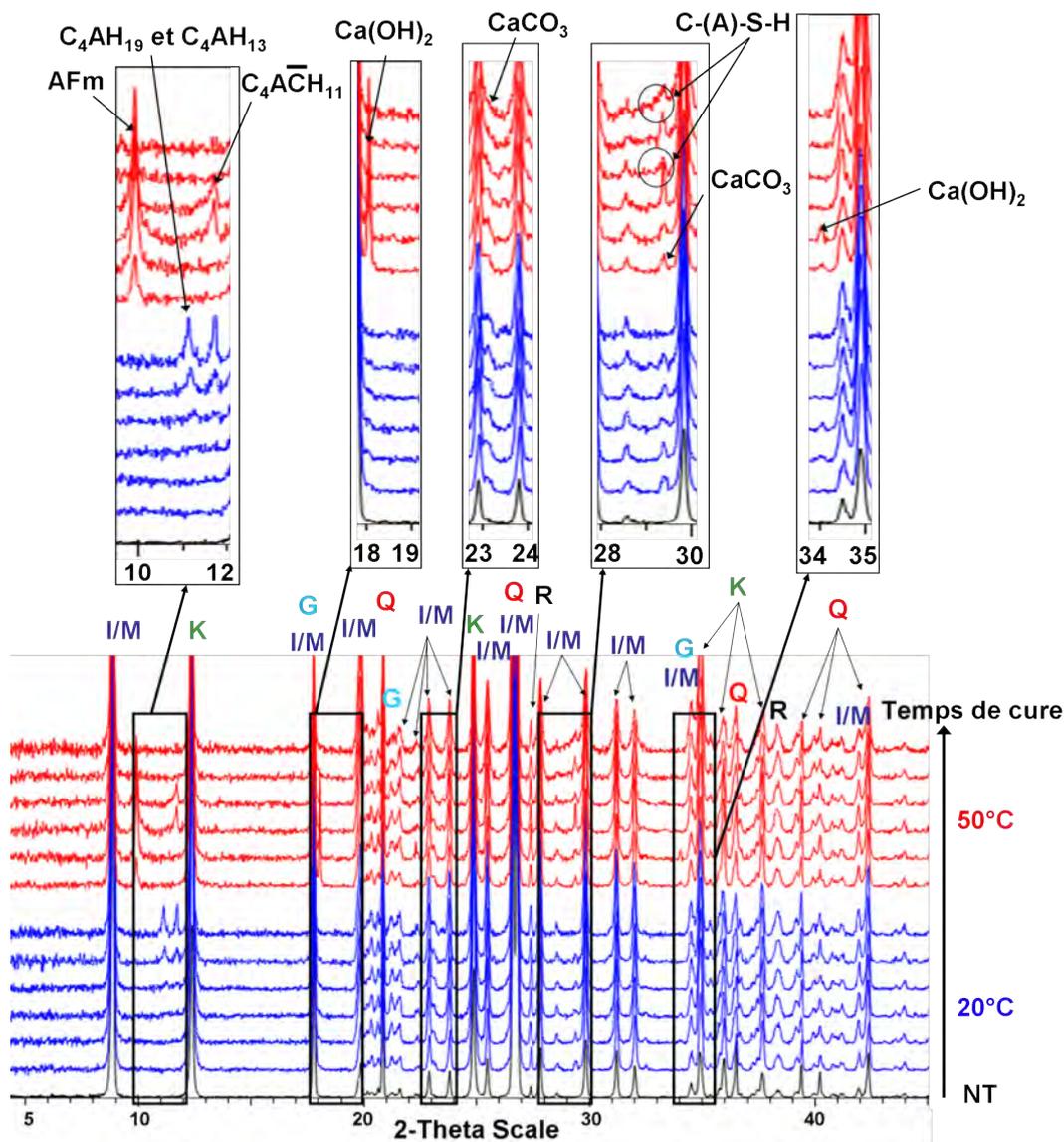


Figure 3.30 – Diffractogrammes des rayons X de la fraction solide de l'altérite de Vigneux mise en suspension avec 1% de chaux et 5% de ciment. De bas en haut : brut, échéances à 20°C (1, 3, 8, 28, 90 et 300 jours), échéances à 50°C (1, 3, 7, 28, 90 et 300 jours).

G = Goethite ; *I/M* = Illite/Muscovite ; *K* = Kaolinite ; *Q* = Quartz ; *R* = Rutile.

Les phases secondaires identifiées se résument donc à :

- i). de la portlandite aux courtes échéances.
- ii). des aluminates de calcium hydratés à long terme, en l'occurrence du C_4AH_{13} , du C_4AH_{19} , et du $C_4A\bar{C}H_{11}$.
- iii). du monosulfoaluminate de calcium hydraté, signe de l'hydratation du ciment.
- iv). des C-(A)-S-H à long terme.

3.3.3.3 Bilan de l'étude physico-chimique de l'altérite de Vigneux

Cette étude physico-chimique met en évidence une réactivité de l'altérite de Vigneux avec la chaux et le ciment en deux étapes. Dans une première étape, la dissolution du ciment et de la chaux imposent des conditions en termes de concentrations en ions HO^- et en calcium permettant la formation de portlandite. Les réactions pouzzolaniques sont lentes (en tout cas plus lentes que dans le cas du limon de Héricourt). Elles se traduisent par un équilibre entre la composition chimique de la solution et la portlandite, qui est alors respecté durant 90 jours. En parallèle, la composition en phases secondaires est proche de la composition du ciment hydraté. Durant cette étape, les réactions d'hydratation du ciment semblent être prépondérantes.

Dans une seconde étape, l'évolution de la composition chimique de la solution est similaire à celle mise en évidence lors de la réactivité du limon. Les ions HO^- et le calcium sont fortement consommés, traduisant la déstabilisation de la portlandite. Ils se combinent avec le silicium pour former des C-(A)-S-H, et ce tant qu'il reste du calcium en solution. Cette modification de l'évolution de la solution et la formation de nouvelles phases traduisent un changement de comportement du sol. Dès ce moment, le comportement chimique n'est plus contrôlé par la réaction hydraulique.

3.3.4 Discussion sur le comportement des deux sols

Dans cette étude, on a montré que le ciment n'impose pas sa réactivité chimique au contact des deux sols considérés. Dans les deux cas, la réaction hydraulique est ainsi perturbée. La minéralogie conditionne en effet les mécanismes physico-chimiques qui se mettent en place lors de l'ajout de chaux et de ciment. Plusieurs auteurs indiquent en ce sens une inhibition de l'hydratation du ciment en présence, par exemple, de kaolinite (minéral présent à la fois dans le limon et dans l'altérite) [Sakr *et al.*, 2003; Cherem Da

Cunha *et al.*, 2008; Millogo & Morel, 2012]. En revanche, les causes de cette perturbation ne sont pas identifiées.

L'évolution physico-chimique du système est donc très différente entre le limon de Héricourt et l'altérite de Vigneux. Cela se traduit par la formation de phases secondaires différentes. On peut alors s'interroger sur les causes de cette différence de réactivité. En effet, cette étude n'a pas permis d'identifier les caractéristiques minéralogiques qui régissent les mécanismes mis en jeu, et donc la nature des phases formées. On peut par exemple se demander quelle est l'influence de la structure cristallographique, de la composition chimique, de la taille, de la forme ou bien de la surface spécifique des minéraux. Ces paramètres influencent en effet la solubilité, ou les propriétés d'adsorption (du calcium notamment) des minéraux. De fortes différences de solubilités entre des minéraux de type TO et des minéraux de type TOT (par exemple entre une kaolinite et une montmorillonite [Bauer & Berger, 1998]) pourraient, par exemple, expliquer les différences de composition chimique de la solution interstitielle, et donc de phases secondaires observées. D'autres hypothèses peuvent bien sur être avancées. Ainsi, pour expliquer le comportement particulier de l'altérite, Konan *et al.* [2007] ou Maubec [2010], soupçonnent la précipitation de $\text{Ca}(\text{OH})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ en surface des particules de kaolinite et qui ralentiraient leur dissolution. Delavernhe [2011] propose pour sa part un effet composite entre la kaolinite et la muscovite (deux minéraux principaux de l'altérite de Vigneux) qui est associé à leurs charges de surface. La dissolution de ces minéraux serait alors ralentie, se répercutant donc sur le développement des phases cimentaires. Cet effet serait par ailleurs fonction du rapport massique muscovite/kaolinite.

De par la forte influence de la minéralogie, le comportement physico-chimique semble en fait se rapprocher du comportement des sols en présence de chaux. Le comportement de l'altérite traité à la chaux et au ciment (en termes d'évolution de la résistance en compression simple et de phases formées) ressemble ainsi au comportement de matériaux riches en kaolinite et en muscovite traités à la chaux [Maubec, 2010; Delavernhe, 2011]. Cela pourrait traduire une forte influence de ces minéraux sur le comportement de l'altérite. De la même manière, des similitudes sont observées entre le comportement du limon de Héricourt et celui d'une montmorillonite traitée à la chaux [Maubec, 2010]. Cela pourrait indiquer, cette fois-ci, que la montmorillonite a une influence importante sur le comportement de ce matériau, même si ce dernier n'en contient que 5% (*cf.* tableau 2.4). On restera toutefois très prudent sur ces conclusions, car la présence, ici, de ciment rend difficilement comparable les résultats de cette étude avec ceux des auteurs cités.

On retiendra finalement que l'évolution de la performance mécanique au cours du temps est directement reliée à l'évolution physico-chimique. Elle est alors conditionnée à la formation d'un gel de C-(A)-S-H, reconnu dans les ciments pour posséder de bonnes propriétés cohésives.

3.4 CONCLUSION

Dans ce chapitre, l'objectif était de comprendre le comportement de deux sols fins (le limon de Héricourt et l'altérite de Vigneux) après l'ajout de chaux et de ciment. Pour cela, on a mis en place une démarche multi-échelle. On s'est intéressé aux effets sur le comportement mécanique, sur la microstructure, mais aussi sur la physico-chimie. Ces deux limons présentent une minéralogie qui confère une microstructure initiale radicalement différente. On a alors pu mettre en évidence que leur comportement est complètement différent lors de l'ajout de chaux et de ciment.

Cela est tout d'abord valable concernant la réactivité physico-chimique. Pour l'altérite, cela se traduit par la formation aux premières échéances de portlandite, de $C_4A\bar{C}H_{11}$, de C_4AH_{13} , de C_4AH_{19} . Au bout de quelques semaines, la portlandite se dissout, puis on observe à long terme la formation d'un gel de C-(A)-S-H et de monosulfoaluminate de calcium hydraté. En revanche pour le limon, on ne met en évidence que la formation de C-(A)-S-H.

Des différences sont aussi relevées concernant la répartition des liants dans le matériau. Dans le limon de Héricourt, les hydrates se présentent sous la forme d'un gel continu recouvrant les agglomérats. Ils forment alors une structure alvéolaire en « nid d'abeilles ». Dans l'altérite, en revanche, la chaux et le ciment s'intercalent aléatoirement entre les plaquettes de micas. Les phases hydratées se développent alors autour de ces plaquettes, sans assurer de continuité à longue distance. En revanche, à long terme on observe la présence d'un gel qui forme des ponts liants entre les particules. Ce gel reste cependant nettement plus localisé et son extension est très différente de celle du gel observé dans le limon.

Ces différences minéralogiques et microstructurales ont pu être reliées au comportement mécanique des deux matériaux. La résistance en compression simple du limon de Héricourt traité augmente ainsi fortement et rapidement, puis se stabilise au bout d'un an à 4 MPa. Concernant l'altérite, la réactivité en deux temps (mise en évidence lors de l'étude physico-chimique et de l'étude microstructurale) se répercute par une

augmentation immédiate de la résistance en compression simple, mais cette dernière se stabilise durant 90 jours. Après cette échéance, on observe une augmentation très forte. En revanche, on a mis en évidence que la résistance en compression simple des deux matériaux à très long terme (appréhendée par des expérimentations à 50°C) est identique. Ces observations s'écartent alors des résultats de Delavernhe [2011] qui indiquent que la performance des matériaux de type altérite est plus faible que celle des limons « classiques ».

Pour résumer, les résultats expérimentaux présentés dans ce chapitre permettent de mieux expliquer le comportement particulier de l'altérite en termes de performances mécaniques. L'obtention des performances après un traitement à la chaux et au ciment est fortement dépendante de la présence d'un gel de C-(A)-S-H assurant une continuité dans le matériau. Cependant, dans l'altérite la formation de ces phases secondaires est retardée (ou ralentie) par la formation d'autres phases (de la portlandite et des C-A-H notamment). De plus, la porosité est élevée et les liants sont dispersés. La coalescence des hydrates, et le développement d'une continuité entre ces phases nécessite donc un temps conséquent, ce qui explique l'amélioration des performances à long terme.

Il faut aussi retenir que la minéralogie a clairement été identifiée comme un paramètre clé dans la description de l'interaction entre un sol et les liants. Elle a deux effets :

- i). physique d'abord, en affectant la forme des particules. Cela conditionne alors la microstructure initiale (et donc la façon dont se répartissent les liants lors de leur ajout).
- ii). chimique ensuite, en conditionnant la nature des phases formées.

Pour conclure, il semblerait que, malgré la présence de ciment, le comportement de l'altérite soit essentiellement contrôlé par la muscovite et la kaolinite. Un effet composite entre ces deux minéraux est effectivement probable [Delavernhe, 2011]. Le comportement du limon semble pour sa part essentiellement conditionné par la montmorillonite.

Chapitre 4

EFFETS D'UNE CIRCULATION D'EAU SUR LES PROPRIÉTÉS DES SOLS TRAITÉS

Dans ce chapitre, l'objectif est d'évaluer les effets d'une circulation continue d'eau sur le comportement des deux sols traités. Comme dans le chapitre précédent, une démarche multi-échelle sera employée. On cherchera surtout à savoir comment le matériau se dégrade lors de ce type de sollicitation hydrique, et quelles en sont les répercussions sur le comportement mécanique. La résistance en compression simple sera suivie comme indicateur du comportement mécanique, lequel sera considéré comme un indicateur de durabilité du matériau. On précise que cette étude est menée sur des éprouvettes ayant subi une cure de 28 jours à 20°C.

Ce chapitre s'articule autour de trois parties. Dans une première partie, on détaillera les effets d'une circulation d'eau sur le limon de Héricourt traité à la chaux et au ciment. Dans une seconde partie, on fera de même pour l'altérite de Vigneux. Enfin, l'étude de la cure ayant montré une amélioration lente et progressive des performances pour l'altérite, on se propose d'évaluer les bénéfices d'une cure plus longue sur la réponse du matériau à la circulation d'eau. C'est ce qui fera l'objet de la dernière partie.

Dans chacune des trois parties, les résultats de l'étude macroscopique, de l'étude physico-chimique, puis de l'étude microstructurale seront successivement présentés.

4.1 LIMON DE HÉRICOURT

4.1.1 Étude macroscopique

4.1.1.1 Évolution de la perméabilité

La figure 4.1 présente l'évolution de la perméabilité du limon de Héricourt, non traité et traité, au cours d'une circulation continue d'eau. La perméabilité initiale du limon non traité est de $7,5 \cdot 10^{-10}$ m/s. Elle diminue au cours de la circulation durant 25 jours jusqu'à $3,4 \cdot 10^{-10}$ m/s. On relie cette évolution à une réorganisation microstructurale du matériau liée à la saturation des éprouvettes en début de circulation. La perméabilité augmente ensuite pour atteindre $8,1 \cdot 10^{-10}$ m/s au bout de 350 jours de circulation.

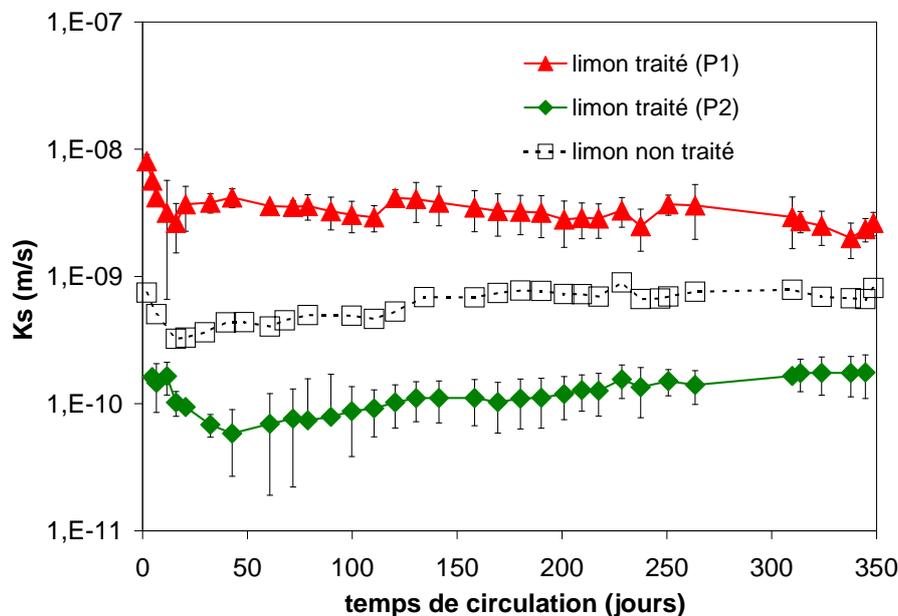


Figure 4.1 – Évolution de la perméabilité du limon de Héricourt non traité et traité avec 1% de chaux et 5% de ciment au cours de la circulation d'eau.

Concernant les éprouvettes de limon traité, le premier constat est l'existence de deux populations d'éprouvettes aux comportements hydrauliques très différents. Ce constat a pu être mis en évidence sur six éprouvettes pour les deux populations. Toutes ont pourtant été préparées selon le même protocole. La première population (P1) présente une perméabilité nettement plus élevée que la seconde (notée P2). Pour la population P1, la perméabilité est aussi systématiquement supérieure à celle du limon non traité. Cette augmentation de la perméabilité initiale, liée à l'ajout de chaux et de ciment se rapproche d'observations d'autres auteurs lors du traitement d'un sol à la chaux [Mc Callister, 1990; Nalbantoglu & Tuncer, 2001; Rajasekaran & Rao, 2002; Goswami & Mahanta,

2007; Khattab *et al.*, 2007; Le Runigo, 2008; Cuisinier *et al.*, 2011]. Les éprouvettes P2 présentent, en revanche, une perméabilité systématiquement inférieure à celle du limon non traité. L'allure de la courbe se rapproche aussi de celle du limon non traité.

Pour les deux populations, une diminution rapide est observée pendant les 25 à 35 premiers jours de circulation. Par la suite on peut considérer, aux erreurs expérimentales près, que la perméabilité est stable.

4.1.1.2 Évolution de la résistance en compression simple

La figure 4.2 présente l'évolution du comportement mécanique du limon de Héricourt traité au cours d'une circulation continue d'eau, et ce pour les deux populations d'éprouvettes. Selon les échéances, les mesures sont répétées sur 2 ou 3 éprouvettes. Après deux jours de circulation, on mesure une résistance en compression simple de 1,8 MPa, alors qu'elle était de 3,1 MPa juste avant le début de circulation. Cependant, ces deux valeurs sont difficilement comparables puisque la saturation en eau entre une éprouvette ayant subi une circulation et une n'en ayant pas subi est complètement différente. En effet, les éprouvettes n'ayant pas subi de circulation (28 jours de cure simplement à l'abri de l'air et de la lumière) sont caractérisées par un degré de saturation de 80%. Une seule journée de circulation suffit pour les saturer à 95%. Toutes les éprouvettes ayant subi une circulation (à la fois celles de type P1 et celles de type P2) présentent, en revanche, une saturation entre 92% et 97%.

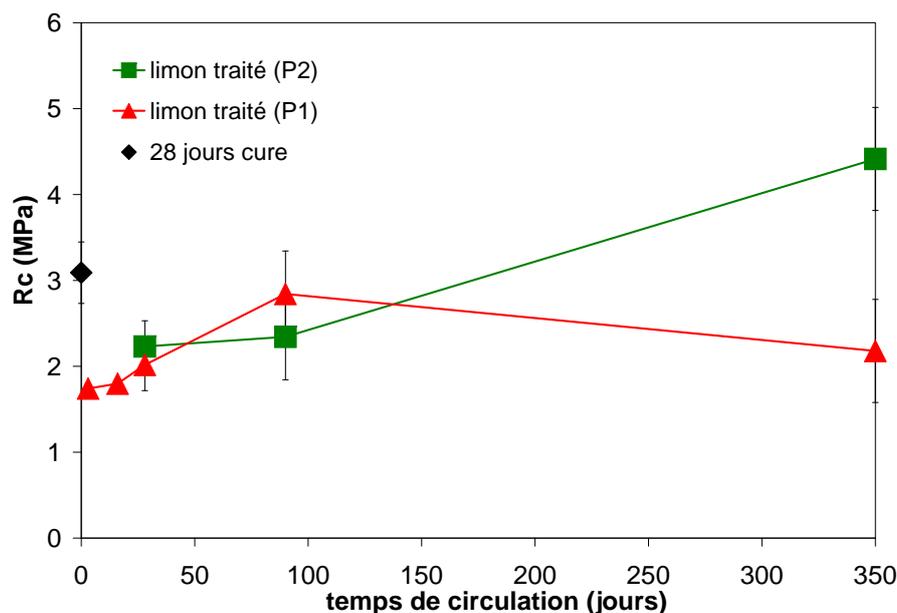


Figure 4.2 – Évolution de la résistance en compression simple du limon de Héricourt traité avec 1% de chaux et 5% de ciment au cours de la circulation d'eau.

Au cours de la circulation, des différences sont observées entre les deux populations d'éprouvettes. Pour la population P2, une amélioration des performances est mise en évidence pendant 350 jours. La résistance en compression simple mesurée à cette échéance est alors de 4,4 MPa. Une augmentation est aussi observée pour la population P1, mais uniquement durant les 90 premiers jours pour atteindre une valeur de 2,8 MPa. La résistance en compression diminue ensuite. Au bout de 350 jours, elle est alors de 2,2 MPa.

4.1.1.3 Bilan

Pour résumer, l'étude hydromécanique du limon de Héricourt met tout d'abord en évidence des comportements différents alors que toutes les éprouvettes ont été préparées avec le même protocole. Un des objectifs de la suite de ce chapitre sera par conséquent d'apporter de plus amples informations pour tenter d'expliquer cette dualité de comportement. Quoi qu'il en soit, on a pu observer que la circulation d'eau ne conduit pas à une perte conséquente de performance au bout de 350 jours de circulation. Cela traduit une bonne stabilité hydromécanique du limon de Héricourt traité. Pour la population P2, on peut même aller plus loin puisque la résistance en compression simple mesurée après 350 jours de circulation est équivalente à celle mesurée après 300 jours de cure. L'hydratation du ciment nécessite plusieurs semaines (*cf.* § 3.3.1). Il est donc probable que cette augmentation durant la circulation soit reliée à cette hydratation qui se poursuit. Quoi qu'il en soit, cela indique finalement que ces conditions de circulation n'ont pas d'influences négatives sur la performance mécanique de cette population d'éprouvettes. Afin de compléter ces observations macroscopiques, une étude physico-chimique et microstructurale est effectuée. Elle est présentée dans les deux paragraphes suivants.

4.1.2 Étude physico-chimique

Cette étude est appréhendée par deux approches complémentaires. Dans un premier temps, on se concentrera sur l'étude de la composition chimique des lixiviats, puis dans un second temps, on détaillera l'évolution minéralogique du matériau.

4.1.2.1 Physico-chimie des lixiviats

4.1.2.1.a Présentation des résultats expérimentaux

La figure 4.3 présente tout d'abord l'évolution du pH des lixiviats après circulation dans des éprouvettes de limon de Héricourt traité et non traité. On retrouve deux évolutions différentes qui correspondent, là encore, aux deux catégories d'éprouvettes mises en évidence lors de l'étude macroscopique. Les pH les plus élevés sont systématiquement observés pour la population P1 alors que les pH les plus faibles sont eux toujours observés pour la population P2.

Pour la population P1, le pH initial se situe à une valeur de 12,3. Il diminue ensuite progressivement jusqu'à atteindre une valeur de 10,3 au bout de 350 jours. Concernant la population P2, le pH initial est de 8,9. Il diminue jusqu'à 8,1 au bout de 30 jours, puis augmente pour atteindre 8,7 au bout de 350 jours de circulation.

Le pH des lixiviats d'éprouvettes de limon non traité est quant à lui initialement de 8,2. Il diminue progressivement au cours de la circulation jusqu'à se stabiliser à un pH de 7,0.

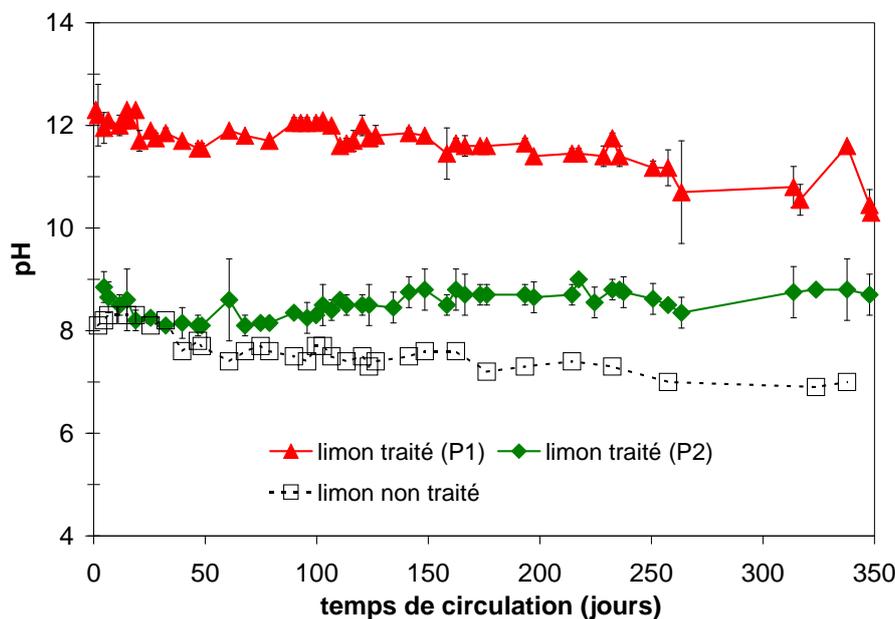


Figure 4.3 – Évolution du pH des lixiviats du limon de Héricourt au cours de la circulation d'eau.

La figure 4.4 présente les évolutions des concentrations en principaux cations au cours de la circulation. Pour le calcium tout d'abord, une diminution progressive est observée pour les deux populations d'éprouvettes (figure 4.4a). De 265 mg/L au bout de 2 jours de circulation, elle atteint 20 mg/L au bout de 350 jours de circulation pour la population P1. En ce qui concerne la population P2, l'évolution est similaire. Cependant, la concentration

est plus élevée jusqu'à 100 jours. Elle est ainsi de 338 mg/L en début de circulation, puis elle diminue jusqu'à 25 mg/L au bout de 350 jours. La concentration en calcium au bout de 350 jours est donc très proche pour les deux populations. Dans le même temps la concentration en calcium dans les lixiviats recueillis après circulation dans une éprouvette de limon non traité est nettement plus faible. Initialement à 75 mg/L, elle se stabilise à 3 mg/L au bout d'une cinquantaine de jours.

Pour les autres éléments, des évolutions différentes sont cependant observées entre les deux populations d'éprouvettes, mais les concentrations mesurées sont faibles (surtout pour le silicium et l'aluminium). Concernant le silicium (figure 4.4b), la concentration augmente globalement pendant 350 jours dans les éprouvettes P1. D'une valeur initiale de 2 mg/L, elle atteint alors 6,5 mg/L au bout de 350 jours. Pour les éprouvettes P2, les concentrations en silicium mesurées pendant les 50 premiers jours sont similaires à celles de la population P1. Cependant, une lente diminution est ensuite observée. Après 350 jours, la concentration en silicium est ainsi de 1,5 mg/L. Pour cette population P2, la concentration en silicium dans les lixiviats présente une évolution similaire à celle des lixiviats des éprouvettes de limon non traité, mais elle est systématiquement plus faible. La concentration pour la population P1 est, pour sa part, inférieure à celle dans les lixiviats de limon non traité pendant les 100 premiers jours. Cependant, elle est supérieure durant les 250 jours suivants.

Dans les lixiviats de limon non traité, la concentration en aluminium est inférieure à la limite de quantification (figure 4.4c). En revanche, pour les éprouvettes de la population P1, une augmentation de la concentration en aluminium est observée durant les 15 premiers jours. D'une valeur de 10,5 mg/L à cette échéance, elle diminue ensuite jusqu'à 350 jours pour atteindre 3,5 mg/L. Pour ce qui est de la population P2, l'évolution de la concentration en aluminium est moins claire. Globalement, une augmentation est mise en évidence durant une centaine de jours de 1 mg/L jusqu'à 6 mg/L, puis la quantité d'aluminium en solution diminue jusqu'à 350 jours. La concentration est alors de 2 mg/L.

Pour terminer, la concentration en potassium dans les lixiviats de limon non traité diminue constamment (figure 4.4d). D'une valeur initiale de 14 mg/L, elle atteint 2 mg/L au bout de 60 jours et se maintient à cette valeur jusqu'à 350 jours. Concernant la population P1, une évolution similaire est observée mais les concentrations mesurées sont plus élevées. D'une valeur initiale de 44 mg/L, elle diminue jusqu'à atteindre 2 mg/L à 350 jours. Les concentrations relevées dans les lixiviats de la population P2 sont encore plus élevées, puisqu'au bout de 10 jours de circulation on mesure 60 mg/L de potassium. Cette

valeur augmente même jusqu'au 35^{ème} jours (76 mg/L) puis diminue jusqu'à atteindre 38 mg/L après 350 jours.

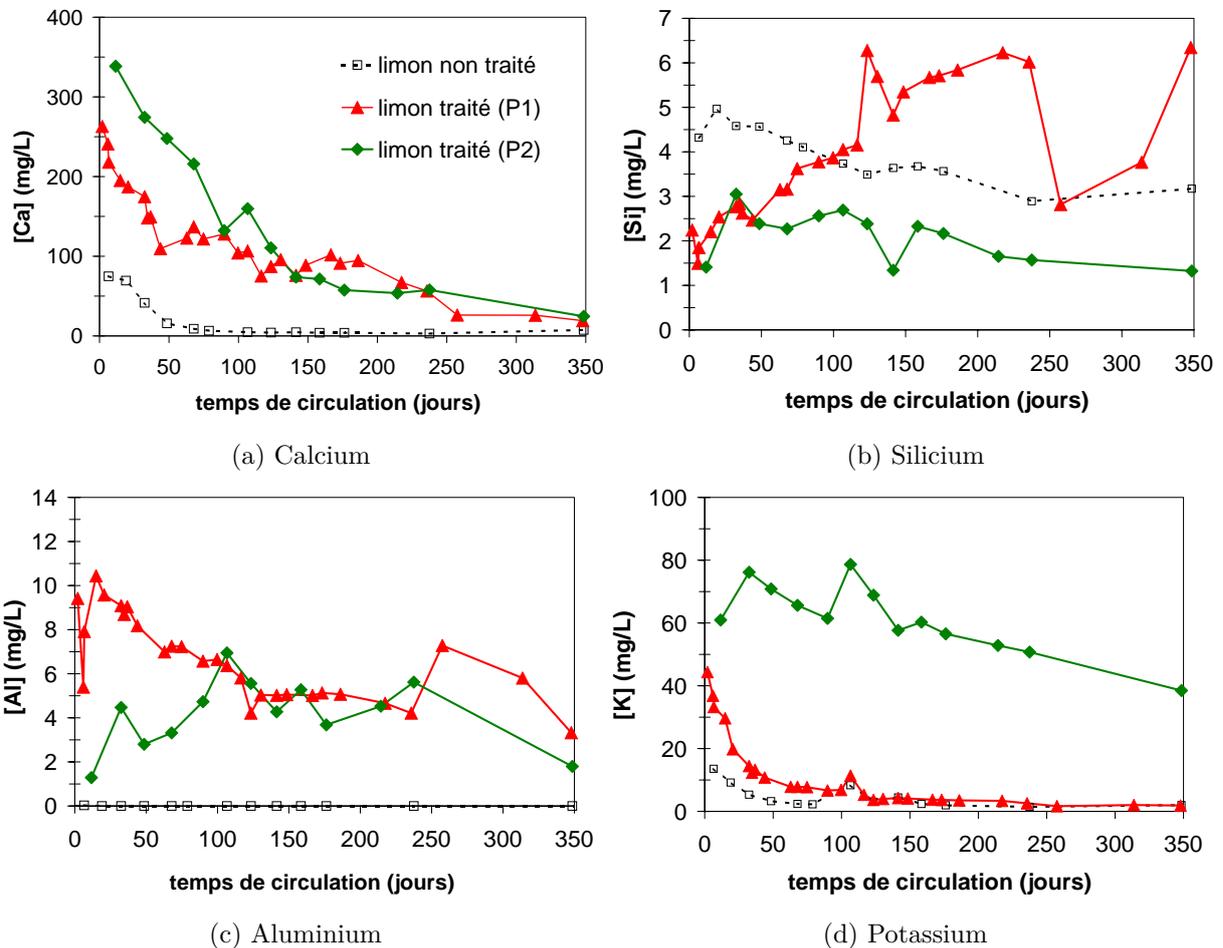


Figure 4.4 – Évolution des concentrations en calcium, en silicium, en aluminium et en potassium dans les lixiviats au cours de la circulation d'eau du limon de Héricourt.

On peut alors comparer les courbes d'éluion représentant la concentration en fonction du volume percolé. Cela permet de comparer les aires sous les courbes qui représentent alors les masses de solutés éluées en sortie d'éprouvette. La figure 4.5 présente l'évolution de la concentration en calcium en fonction du nombre de volumes poreux (volume élué divisé par le volume d'eau dans l'éprouvette (V_0)). Le volume des pores V_0 d'une éprouvette est calculé à l'aide de l'équation 4.1.

$$V_0 = V_{epr} \left(1 - \frac{\rho_d}{\rho_s} \right) \quad (4.1)$$

Avec, ρ_d la densité apparente sèche, ρ_s la densité des grains, et V_{epr} le volume de l'éprouvette.

Des différences sont mises en évidence entre les deux populations. En 350 jours, le volume poral des éprouvettes P1 est ainsi renouvelé 200 fois alors que celui des éprouvettes P2 n'est renouvelé que 20 fois. Malgré des concentrations en calcium assez proches entre les deux populations, la quantité totale de calcium lessivé est donc différente entre les deux populations. Elle est ainsi la plus élevée dans le cas de la population P1, intermédiaire pour la population P2, et la plus faible dans le matériau non traité.

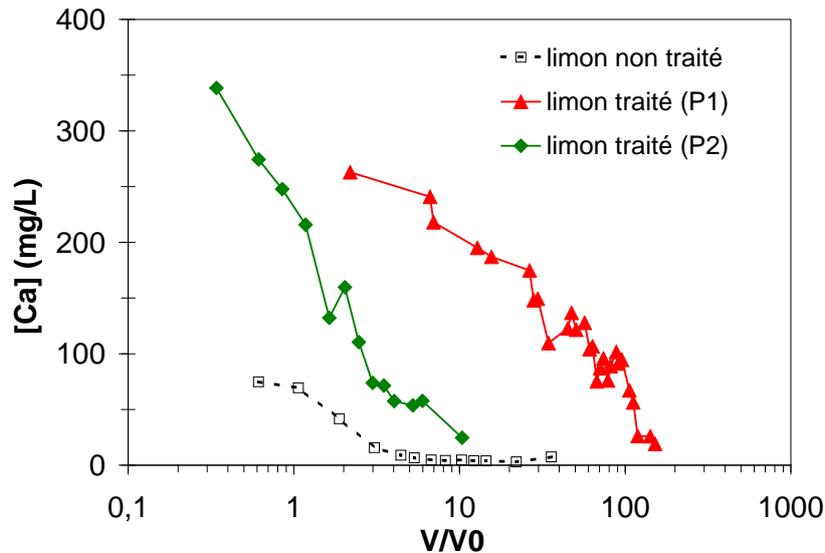


Figure 4.5 – Évolution de la concentration en calcium dans les lixiviats du limon de Héricourt au cours de la circulation d'eau en fonction du nombre de volumes poraux.

Comme expliqué dans le chapitre précédent, le calcium peut être considéré comme provenant intégralement des liants (*cf.* §3.2.1.3). L'évolution de la proportion de calcium lessivé au cours du temps (quantité de calcium lessivé par rapport à la quantité initialement présente avant le début de la circulation) est présentée sur la figure 4.6a. Pour la population P1, 14% du calcium sont ainsi lessivés au bout de 350 jours de circulation. Une stabilisation est ensuite constatée et il semblerait qu'un seuil soit alors atteint. La majorité du calcium provenant de l'ajout de chaux et de ciment est donc encore présente dans le limon. Concernant la population P2, la quantité totale de calcium lessivée est encore plus faible. Elle n'atteint effectivement que 1% du calcium initial au bout de 350 jours de circulation.

L'évolution de la quantité de calcium lessivée est en fait proportionnelle à la racine carrée du temps (figure 4.6b). L'évolution du système se rapproche alors de ce qui peut être observé dans les ciments ou les bétons [Adenot, 1992; Tognazzi, 1998; Torrenti *et al.*, 1999; Gallé *et al.*, 2004; Haga *et al.*, 2005; Agostini *et al.*, 2007; Nguyen *et al.*, 2007; Kamali *et al.*, 2008]. Cette évolution est caractéristique de processus de dégradation gouvernés

par la diffusion. C'est le cas à la fois pour la population P1, et à la fois pour la population P2. Cependant, les deux pentes des courbes d'éluion sont très différentes, ce qui montre bien un comportement différent entre les deux types d'éprouvettes.

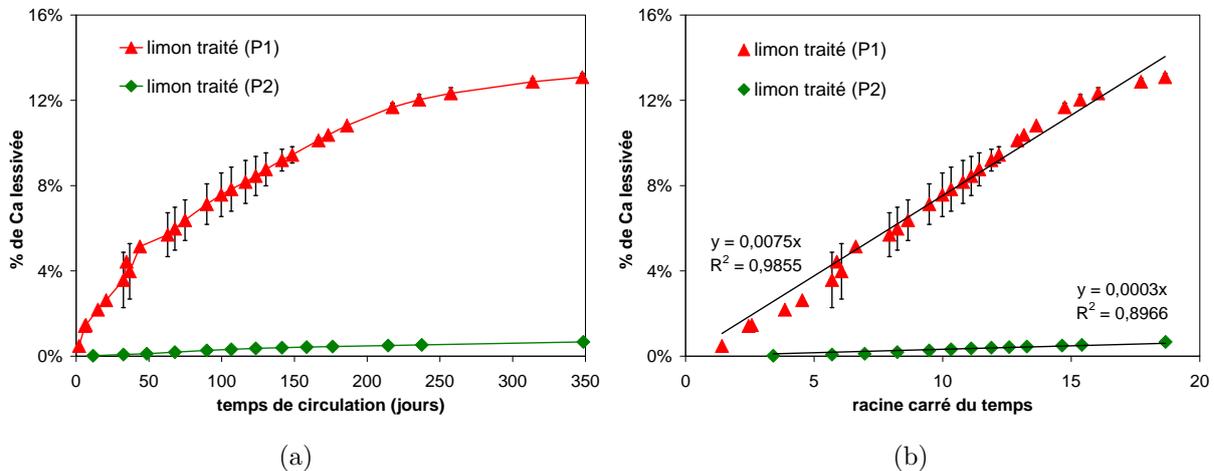


Figure 4.6 – Évolution de la proportion de calcium lixivié pour les deux populations d'éprouvettes, lors d'une circulation d'eau dans le limon de Héricourt traité.

4.1.2.1.b Bilan

De cette étude en solution on retiendra donc surtout les points suivants :

- i). Une évolution chimique du matériau est mise en évidence. Elle est illustrée par un lessivage de calcium, de silicium, d'aluminium et de potassium. D'une manière globale, mis à part le silicium, dont la concentration augmente au cours du temps, les concentrations de ces éléments diminuent au cours du temps.
- ii). Les quantités lessivées sont faibles. Cela traduit une stabilité chimique du matériau relativement bonne.
- iii). Deux comportements chimiques différents sont mis en évidence. Ils sont directement reliés aux deux comportements hydromécaniques. Elles diffèrent notamment par l'évolution du pH et de la composition chimique des lixiviats, et par la quantité totale de calcium lessivé.

4.1.2.2 Physico-chimie du matériau

L'étude physico-chimique est complétée par la caractérisation de la minéralogie du matériau par DRX après la circulation. Trois prélèvements par éprouvette sont effectués. Par rapport au sens de circulation de l'eau, des analyses sont ainsi réalisées séparément

sur la partie aval, en son milieu, et sur la partie amont. La figure 4.7 compare les trois diagrammes DRX d'une éprouvette de limon de Héricourt traité (population P1) ayant subi une circulation continue d'eau pendant 350 jours, avec celui d'une éprouvette de limon de Héricourt traité ayant uniquement subi une cure de 28 jours (à teneur en eau constante). Pour cette éprouvette, on considère en effet que la minéralogie est identique et homogène sur tout son volume. Avant la circulation, un léger « bombement » est observé entre $2\theta = 29^\circ$ et $2\theta = 29,5^\circ$. Il est attribué à la formation de C-(A)-S-H amorphes. Après 350 jours de circulation, on ne met plus en évidence ce « bombement ». Par ailleurs, le ciment utilisé étant un ciment calcaire, cela explique la détection de calcite (pic à $2\theta = 29,4^\circ$) sur les quatre diffractogrammes.

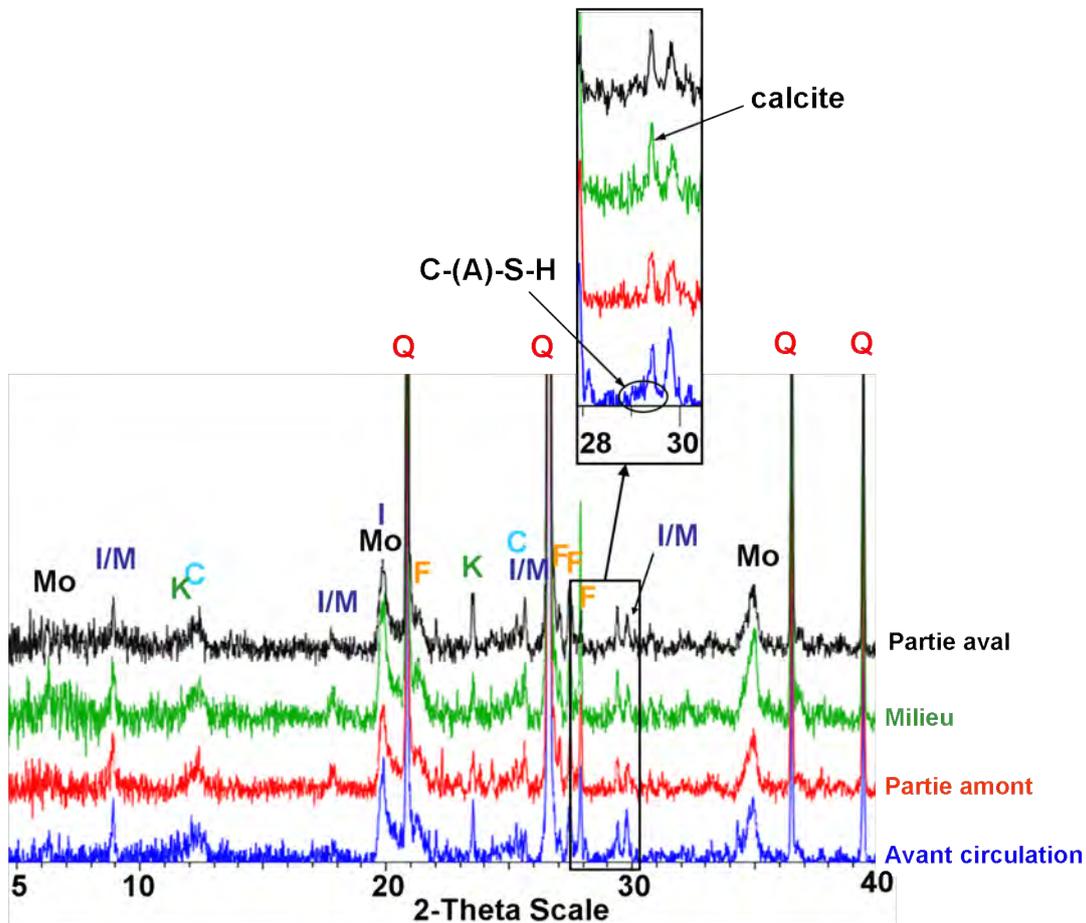


Figure 4.7 – Diagrammes DRX d'une éprouvette de limon de Héricourt (P1) traité soumise à une circulation d'eau pendant 350 jours.

*C = Chlorite ; F = feldspaths ; I/M = Illite/Muscovite ; K = Kaolinite ;
Mo = Montmorillonite ; Q = Quartz.*

Pour la population P2 après 350 jours de circulation, les diagrammes DRX sont présentés sur la figure 4.8. Ils sont, là aussi, comparés avec celui d'une éprouvette de limon de Héricourt traité, avant circulation. Sur les diffractogrammes correspondant à

la partie aval, au milieu, et à la partie amont de l'éprouvette, le « bombement » entre $2\theta = 29^\circ$ et $2\theta = 29,5^\circ$, attribué à des C-(A)-S-H, est encore observé, même s'il est très faible. De la calcite (pic à $2\theta = 29,4^\circ$) est aussi détectée sur les quatre diffractogrammes.

On retiendra pour terminer que, qualitativement du moins, des C-(A)-S-H sont encore présents dans l'ensemble des éprouvettes P2 après 350 jours de circulation.

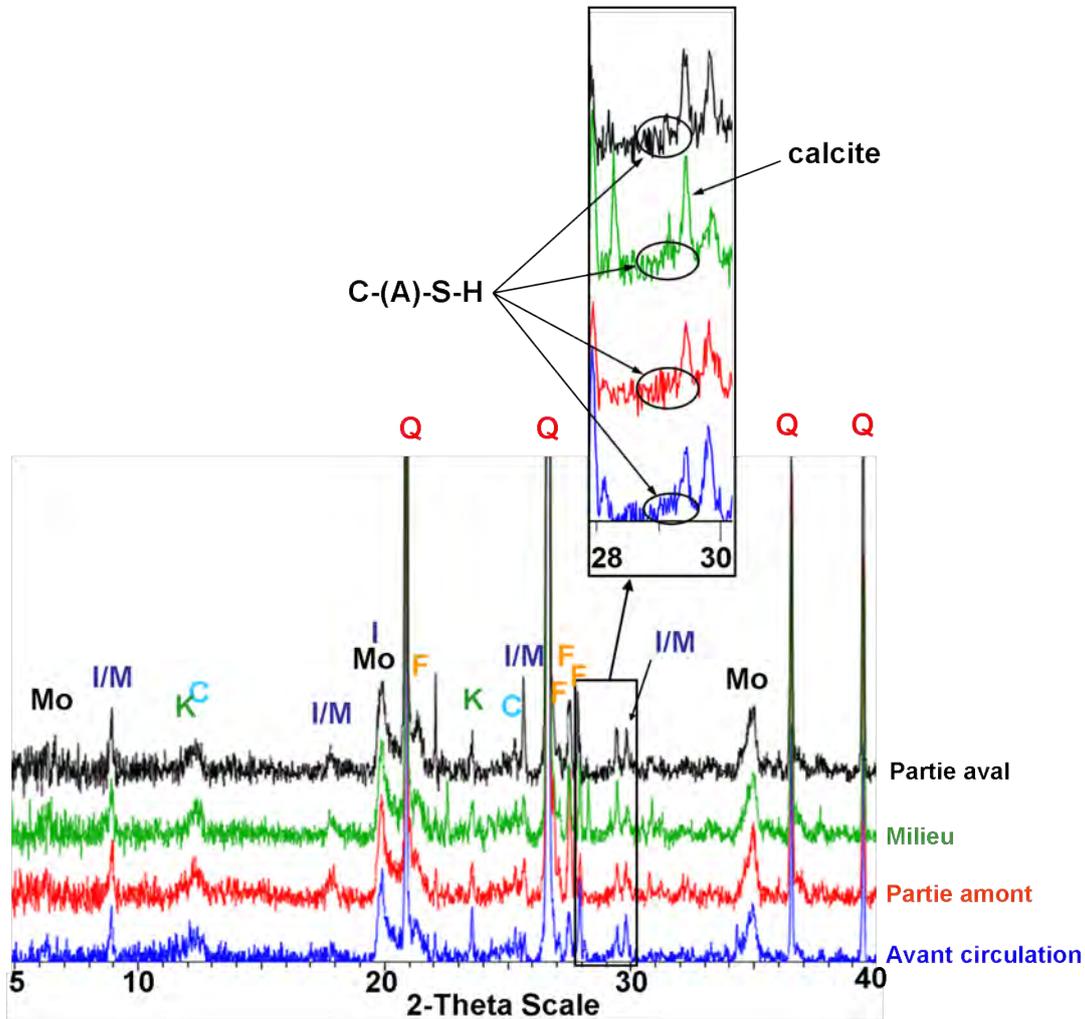


Figure 4.8 – Diagrammes DRX d'une éprouvette de limon de Héricourt (P2) traitée soumise à une circulation d'eau pendant 350 jours.

*C = Chlorite ; F = feldspaths ; I/M = Illite/Muscovite ; K = Kaolinite ;
Mo = Montmorillonite ; Q = Quartz.*

4.1.2.3 Synthèse de l'évolution physico-chimique du limon

L'étude physico-chimique montre une évolution chimique du matériau au cours de la circulation. Celle-ci est toutefois faible, comme l'illustre notamment la faible quantité de calcium lessivé (cet élément est considéré comme le traceur des liants). On met aussi en évidence deux comportements différents alors que toutes les éprouvettes sont préparées

en suivant le même protocole. Ils correspondent aux deux populations observées lors de l'étude hydromécanique.

Pour la population P1, l'évolution du pH des lixiviats est caractéristique d'un système en équilibre avec les phases cimentaires. L'augmentation de la concentration en silicium, concomitante avec la diminution de la concentration en calcium au cours de la circulation, indique alors la dissolution non congruente des C-(A)-S-H [Berner, 1988; Harris *et al.*, 2002; Soler, 2007]. Celle-ci a pu être mise en évidence qualitativement. Toutefois, la majorité du calcium n'est pas lessivé, ce qui montre que les phases cimentaires sont donc globalement peu atteintes.

L'évolution physico-chimique de la population P2 est plus surprenante pour un matériau contenant de la chaux et du ciment. Le pH des lixiviats est, en effet, proche de ceux du limon non traité. L'évolution physico-chimique n'est pas contrôlée par le comportement des phases cimentaires. Les C-(A)-S-H se dissolvent quand même, puisque la quantité de calcium lessivée est supérieure à celle mesurée dans le cas d'une éprouvette de limon non traité. Cependant, leur dissolution est très faible.

4.1.3 Étude microstructurale

4.1.3.1 Observation de l'organisation du matériau

La dernière étape de cette étude multi-échelle est consacrée à l'étude microstructurale. La figure 4.9 présente des clichés MEB d'une zone de fracture d'une éprouvette de limon de Héricourt de la population P1 après 350 jours de circulation. A faible grossissement (figure 4.9a), la microstructure est plus ouverte que celle observée à l'issue de la cure (*cf.* figure 3.6a). On observe aussi la présence de macropores dont la taille atteint quelques dizaines, voire quelques centaines de microns. A plus fort grossissement (figure 4.9b), on observe des phases filandreuses qui n'étaient pas observées durant la cure. Elles sont clairement une conséquence de la circulation. Des analyses EDX indiquent d'ailleurs qu'elles contiennent du calcium. Leur présence est soit la résultante d'une dissolution partielle du gel d'hydrates, soit la conséquence d'une précipitation nouvelle. Leur morphologie effilochée nous amène plutôt à proposer qu'elles sont les restes du gel d'hydrates. En revanche, on observe que ce gel est nettement moins dégradé dans les zones éloignées des macropores, étant donné que les phases filandreuses n'y sont pas visibles (figure 4.9c).

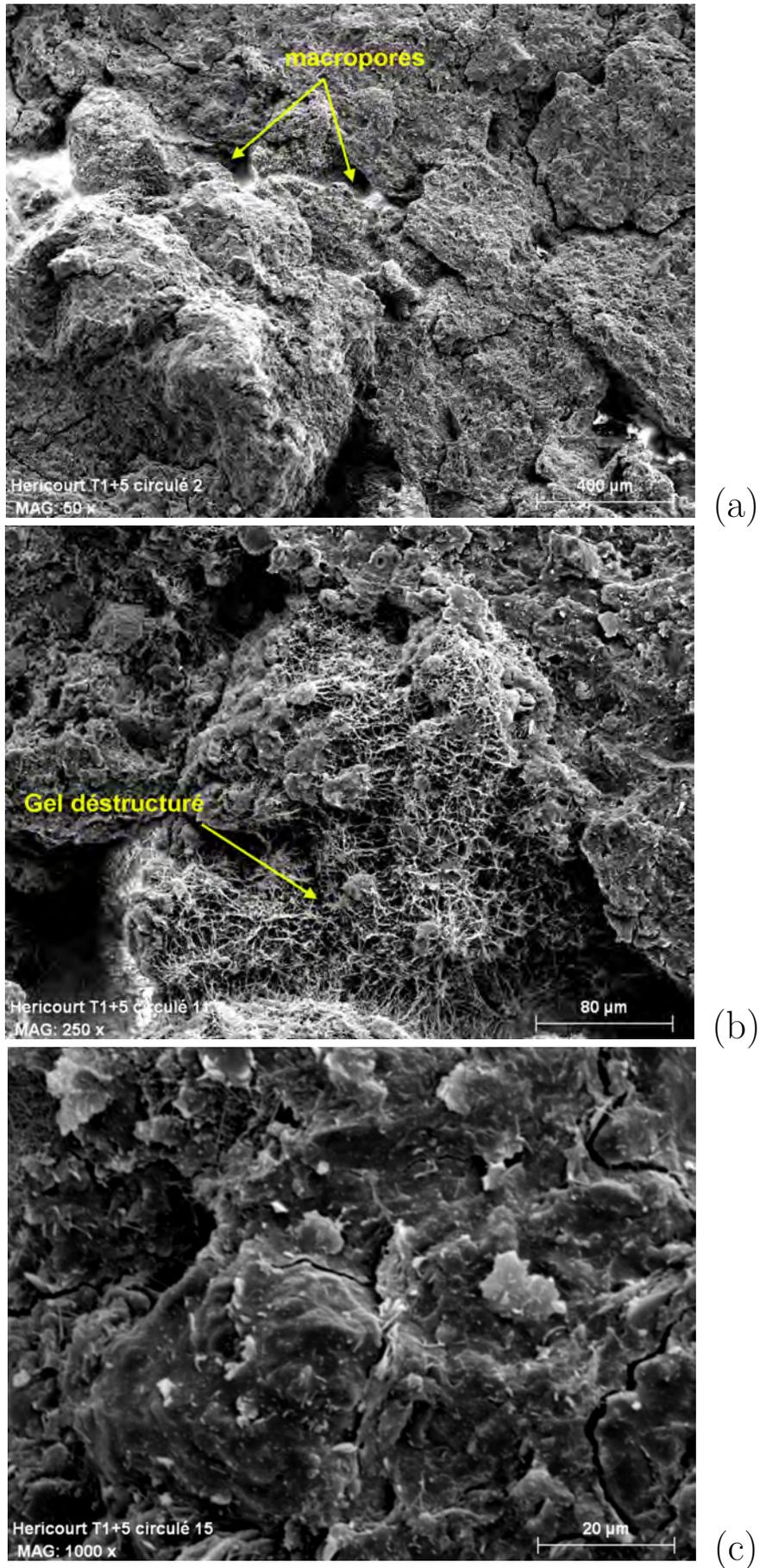


Figure 4.9 – Images MEB d’une éprouvette de limon de Héricourt de la population P1 après 350 jours de circulation.

Pour la population P2, des clichés MEB d'une zone de fracture d'une éprouvette ayant subi 350 jours de circulation sont présentés sur la figure 4.10. L'organisation à faible grossissement (figures 4.10a et 4.10b) est complètement différente de celle mise en évidence pour la population P1. La microstructure est beaucoup plus refermée et les pores observés présentent un diamètre de quelques dizaines de microns au maximum. Les phases filandreuses, visibles dans le cas de la population P1, ne sont ici pas observées. A fort grossissement (figure 4.10c), le gel d'hydrates semble néanmoins avoir été altéré, par rapport à son état initial avant circulation (*cf.* figure 3.6a). Un grand nombre de micropores, dont la taille est de l'ordre de quelques microns, sont aussi visibles sur ce gel.

4.1.3.2 Bilan

Ces observations microstructurales peuvent être résumées par les points suivants :

- i). Les modifications causées par la circulation sont surtout observées au niveau du gel d'hydrates. Cependant, les dégradations restent faibles.
- ii). Pour la population P1, le gel d'hydrates est déstructuré dans certaines zones, et les macropores sont bien visibles.
- iii). Pour la population P2, le gel d'hydrate n'est pas déstructuré comme pour la population P1. En revanche, il contient une plus grande quantité de micropores que dans le cas du matériau avant circulation.

Finalement, ces observations peuvent être reliées au comportement hydromécanique. La faible dégradation du gel d'hydrates explique ainsi que les performances soient peu altérées. De plus, cette étude microstructurale permet de compléter l'étude physico-chimique, puisque de nombreuses phases hydratées contenant du calcium sont encore bien présentes pour les deux populations d'éprouvettes.

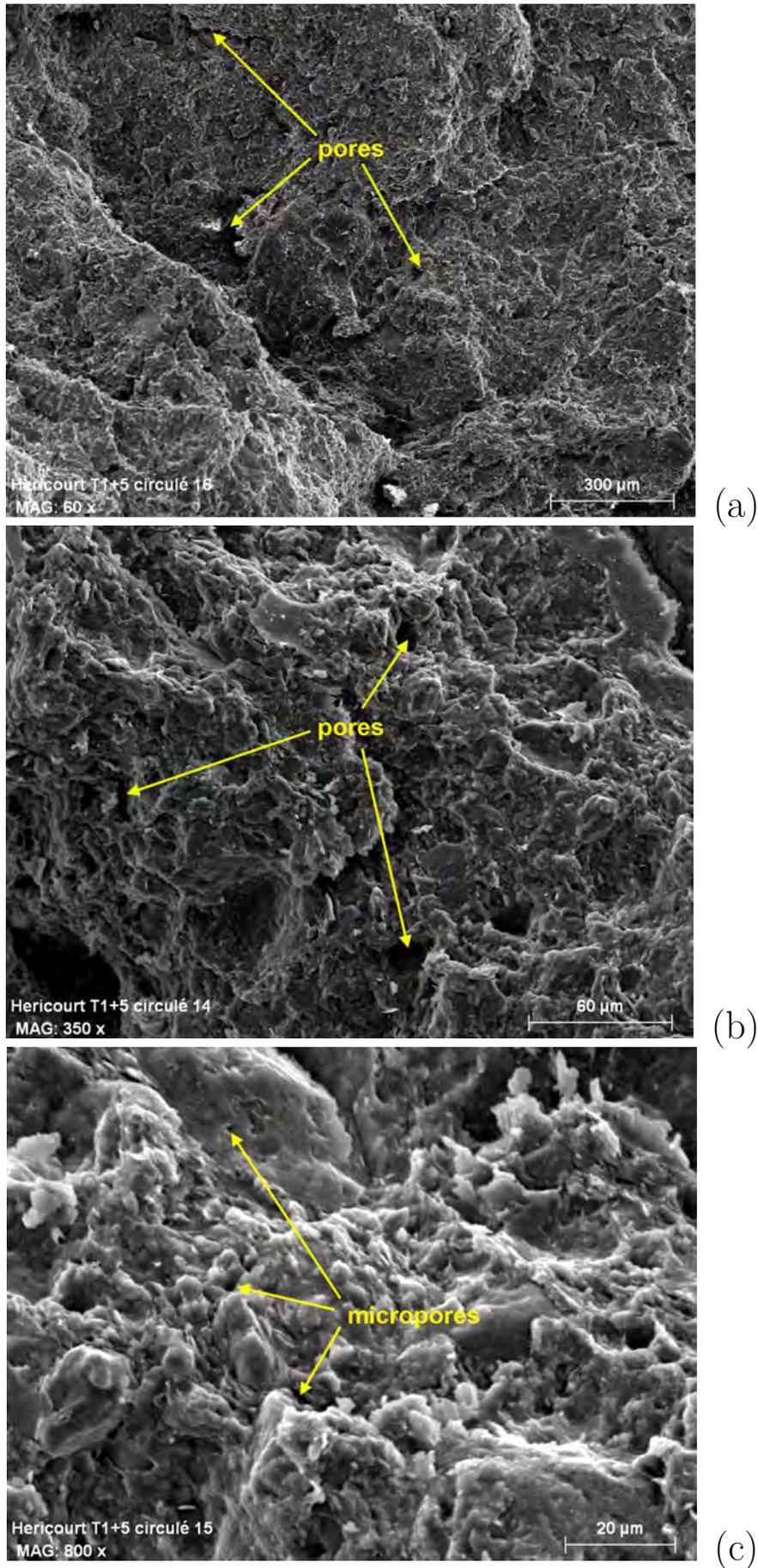


Figure 4.10 – Images MEB d’une éprouvette de limon de Héricourt de la population P2 après 350 jours de circulation.

4.1.4 Discussion sur l'étude multi-échelle du limon de Héricourt

Cette étude multi-échelle montre une évolution physico-chimique du matériau. Les zones de circulation sont facilement identifiables au MEB. Elles sont caractérisées par une déstructuration du gel d'hydrates. Cependant ces modifications ne sont pas suffisantes pour conduire à une perte significative de performance hydromécanique. La diminution de la résistance en compression simple observée durant les tous premiers jours de circulation peut en fait être associée à l'augmentation de la saturation des éprouvettes. En immergeant simplement une éprouvette dans l'eau, on observe effectivement une chute immédiate de la résistance en compression du même ordre de grandeur que celle observée au début de la circulation, ainsi qu'une augmentation du degré de saturation.

Cependant, deux comportements hydromécaniques différents ont pu être observés. Ils présentent des évolutions physico-chimiques et microstructurales distinctes. L'ensemble de ces observations est résumée dans le tableau 4.1.

Table 4.1 – Récapitulatif des différences observées entre les deux populations d'éprouvettes du limon de Héricourt.

Paramètre mesuré	Population P1	Population P2
Rc (à 350 j de circulation)	↘ (très légère)	↗
Perméabilité	10^{-8} m/s	10^{-10} m/s
pH	↘ (de 12 à 11)	↔ (8 - 9)
Calcium lessivé (à 350 j)	14%	1%
Concentration en silicium	↗	↔
Microstructure	Ouverte	Fermée
Morphologie (à 350 j)	Phases résiduelles sur le gel d'hydrates	Gel d'hydrates perforé

En couplant ces observations aux connaissances acquises lors de l'étude de la cure sur la microstructure du limon, on propose un modèle conceptuel pour rendre compte de ces différences. Il est illustré sur la figure 4.11

Le matériau est représenté, comme décrit dans le chapitre 3, comme un ensemble d'agglomérats constitués de grains de quartz (et/ou de feldspaths) et d'argiles. On distingue alors une macroporosité entre ces agglomérats et une microporosité à l'intérieur. La chaux et le ciment se répartissent exclusivement autour de ces agglomérats.

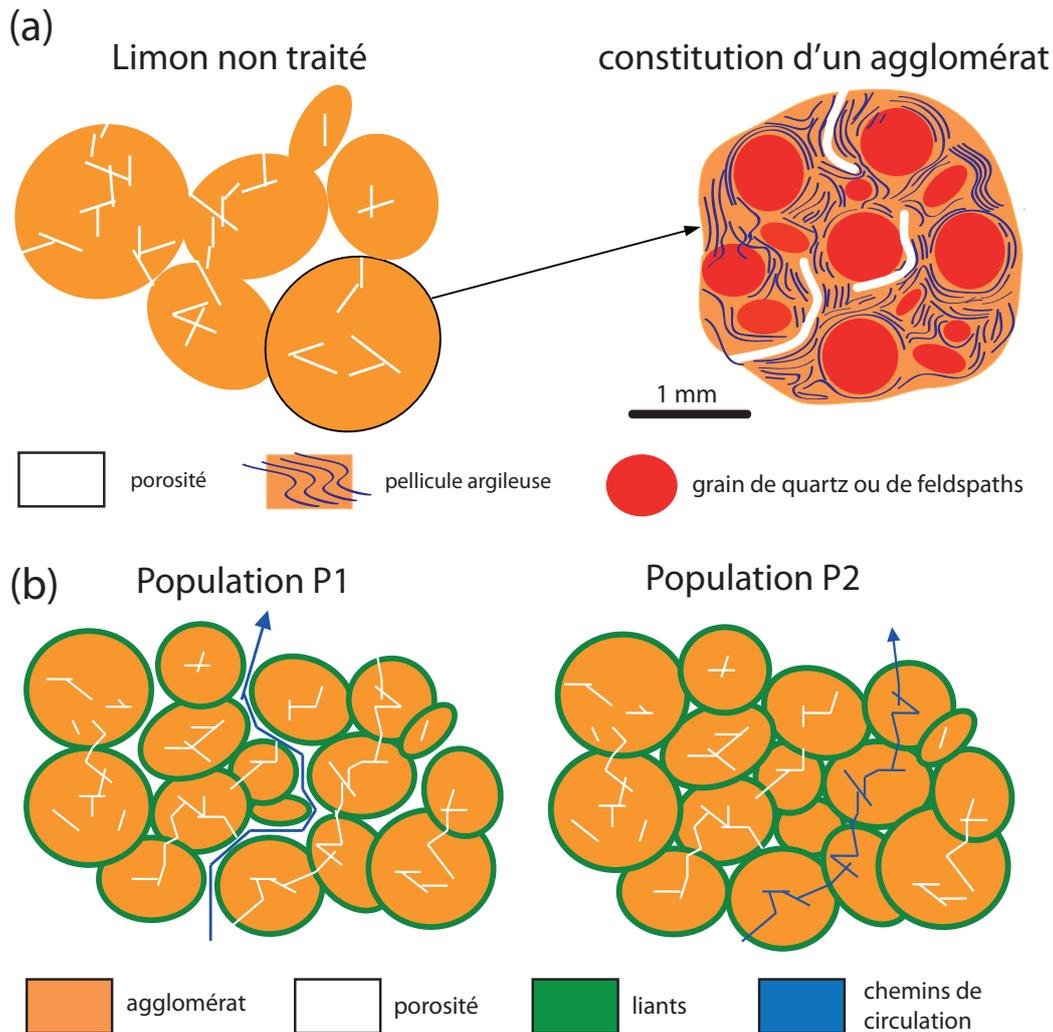


Figure 4.11 – Schéma de l'organisation du limon brut (a), et modèles conceptuels d'écoulements pour les deux populations d'éprouvettes de limon de Héricourt traité lors d'une circulation d'eau (b).

On explique les différences entre les deux populations d'éprouvettes par des cheminement préférentiels. Pour la population P1, l'eau circule dans la macroporosité, qui présente les chemins les plus accessibles. L'eau chemine alors le long du gel d'hydrates. Des observations sur des coupes d'échantillons ont montré que la macroporosité est constituée de pores de plusieurs dizaines, voire centaines de microns de diamètre. La perméabilité est ainsi représentative de cette circulation dans la macroporosité, et les phases hydratées se dissolvent au contact de l'eau. La chimie du système est alors pilotée par ces réactions de dissolution, expliquant les valeurs de pH mesurées. Cependant, et dans un premier temps, les processus d'hydratation du ciment seraient prépondérants devant ces processus de dissolution. Cela permet d'expliquer l'augmentation de la résistance en compression simple au cours des 90 premiers jours. Cette hypothèse est étayée d'une part par l'hydratation du ciment dans l'eau déminéralisée qui a montré que l'épuisement total des phases anhydres

est effectif après plusieurs semaines, et d'autres part, par la mise en évidence au MEB qu'une partie des liants assure uniquement la jonction entre deux agglomérats mitoyens. Ceux-ci sont ainsi probablement isolés des chemins de circulation.

Dans la seconde population, la macroporosité est refermée, et l'eau ne peut pas y accéder. L'eau circule alors à travers les chemins accessibles, au sein de la microporosité, c'est-à-dire préférentiellement à l'intérieur des agglomérats. La perméabilité est donc plus faible que pour la population P1. Entre deux agglomérats mitoyens, l'eau traverse des micropores présents dans le gel d'hydrates sans conduire à un lessivage important. Les pH mesurés sont donc proches du sol non traité, et la décalcification est très faible. Le comportement du matériau est alors proche de celui observé lors d'une cure à teneur en eau constante. Cependant, les observations microstructurales ont été réalisées sur des fragments d'éprouvette. Il est donc possible que la microstructure de la population P2, telle qu'elle est présentée ici, soit restreinte à certaines zones des éprouvettes, mais qu'elle contrôle la globalité de l'écoulement (notamment le débit et donc la dissolution des phases secondaires).

4.2 ALTÉRITE DE VIGNEUX

Cette deuxième partie est consacrée à l'altérite de Vigneux soumise à une circulation d'eau. Les résultats sont présentés en suivant la même démarche que pour le limon de Héricourt.

4.2.1 Étude macroscopique

4.2.1.1 Évolution de la perméabilité

L'évolution de la perméabilité est présentée sur la figure 4.12. En ce qui concerne l'altérite non traitée, la perméabilité est initialement de $1,0 \cdot 10^{-7}$ m/s. Elle diminue ensuite et atteint $2,3 \cdot 10^{-9}$ m/s au bout de 210 jours.

Le traitement conduit à une perméabilité légèrement plus élevée. Elle est au départ de $2,7 \cdot 10^{-7}$ m/s. Au cours de la circulation la perméabilité décroît pour atteindre $1,6 \cdot 10^{-8}$ m/s au bout de 250 jours de circulation. Huit éprouvettes d'altérite traitée sont considérées ici. Contrairement au limon de Héricourt, les perméabilités de l'altérite traitée sont très semblables d'une éprouvette à l'autre. On distingue cette fois-ci une seule population.

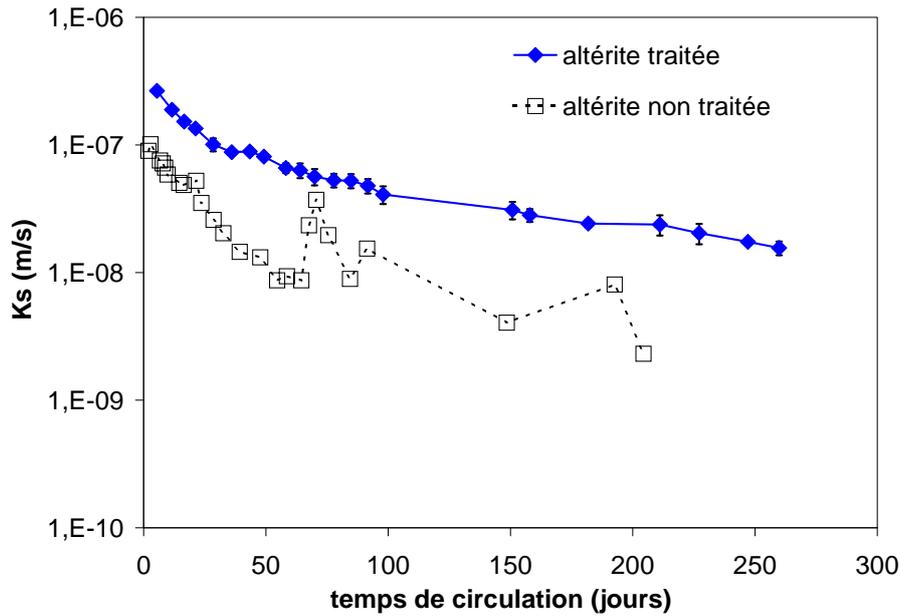


Figure 4.12 – Évolution de la perméabilité de l'altérite de Vigneux traitée avec 1% de chaux et 5% de ciment au cours de la circulation d'eau.

4.2.1.2 Évolution de la résistance en compression simple

La figure 4.13 présente l'évolution du comportement mécanique de l'altérite de Vigneux traitée au cours d'une circulation continue d'eau. Après deux jours de circulation, la résistance en compression simple est de 0,3 MPa, alors qu'elle était de 0,5 MPa juste avant le début de circulation. Cependant, et comme pour le limon de Héricourt, cette diminution est à modérer car les deux éprouvettes considérées présentent une saturation en eau différente. Au cours de la circulation, une diminution rapide de la résistance mécanique est observée. Après 90 jours de circulation, la résistance en compression simple n'est plus que de 0,1 MPa. On mesure d'ailleurs la même valeur au bout de 350 jours. Cette valeur correspond en fait à la résistance en compression simple de l'altérite non traitée, ce qui montre que les effets du traitement sont annihilés.

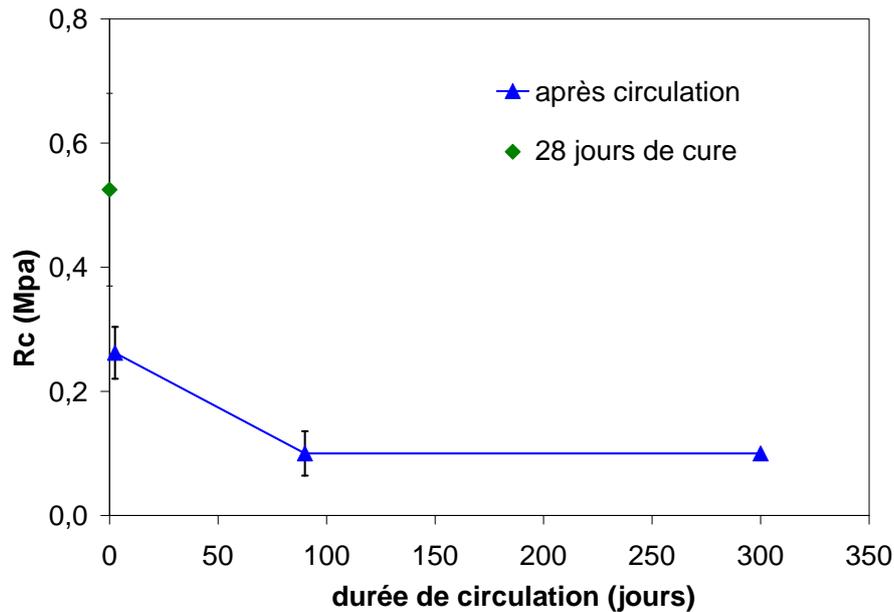


Figure 4.13 – Évolution de la résistance en compression simple de l'altérite de Vigneux traitée à la chaux et au ciment au cours de la circulation d'eau.

4.2.1.3 Comparaison avec le limon de Héricourt

Le comportement hydraulique de l'altérite de Vigneux n'est pas affecté par une variabilité importante, a contrario du limon d'Héricourt. On ne distingue en effet pas deux comportements distincts. La perméabilité de l'altérite est aussi beaucoup plus grande que celle du limon de Héricourt. Une différence de 2 à 3 ordres de grandeur est ainsi observée. En termes de performances mécaniques, de fortes disparités sont, de plus, mises en évidence par rapport au limon de Héricourt. La circulation d'eau provoque cette fois-ci une diminution continue et importante de la résistance en compression simple. Au bout de 90 jours, on retrouve même la performance du sol non traité. Cela montre donc une faible stabilité mécanique. Les différences de perméabilités constatées entre le limon et l'altérite (elles-mêmes causées par une microstructure différente) expliquent sans doute en partie les différences de comportement mécanique observées, puisque les quantités d'eau traversant le matériau sont très différentes.

4.2.2 Étude physico-chimique

Comme pour le limon de Héricourt, l'étude physico-chimique est conduite en deux temps. Dans un premier temps, on présente l'évolution physico-chimie des lixiviats, puis dans un second temps, on présentera l'évolution minéralogique du matériau.

4.2.2.1 Physico-chimie des lixiviats

4.2.2.1.a Présentation des résultats expérimentaux

L'évolution du pH des lixiviats au cours de la circulation dans une éprouvette d'altérite de Vigneux traitée est présentée sur la figure 4.14. Le pH initial est de 12,8, mais il diminue rapidement. Il est inférieur à 10 au bout de 60 jours et atteint 8,4 après 250 jours. En ce qui concerne l'altérite non traitée, le pH des lixiviats est très fluctuant, puisqu'il diminue et augmente successivement entre des pH variant de 6,0 à 7,9.

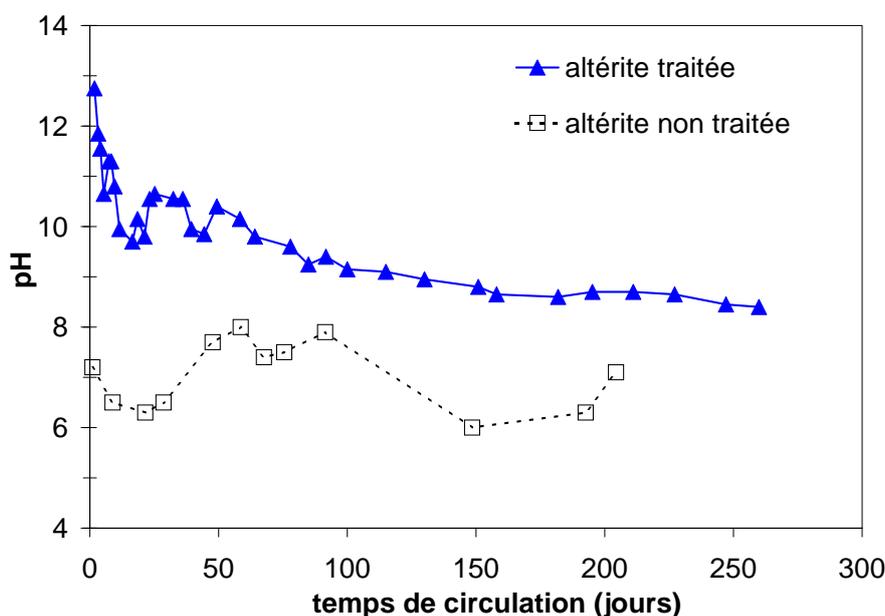


Figure 4.14 – Évolution du pH des lixiviats de l'altérite de Vigneux au cours de la circulation d'eau.

La figure 4.15 présente l'évolution de la concentration en principaux cations au cours de la circulation pour l'altérite traitée et pour l'altérite non traitée. La concentration en calcium (figure 4.15a) dans les lixiviats d'altérite traitée diminue très rapidement. Initialement à 750 mg/L, elle n'est plus que de 36 mg/L au bout de 8 jours. La diminution continue ensuite jusqu'à 250 jours et la concentration en calcium est alors de 10 mg/L.

Concernant le silicium (figure 4.15b), la concentration augmente durant les 10 premiers jours de circulation de 0,6 mg/L jusqu'à 9,5 mg/L dans les lixiviats d'altérite traitée. Par la suite, elle diminue jusqu'à atteindre 3,3 mg/L au bout de 250 jours.

La concentration en aluminium (figure 4.15c) dans les lixiviats d'altérite traitée augmente, quant à elle, jusqu'à 2,3 mg/L pendant les 3 premiers jours puis diminue pour atteindre 1,2 mg/L au bout de 20 jours. La concentration en aluminium évolue ensuite peu, puisque 0,6 mg/L sont mesurés au bout de 250 jours.

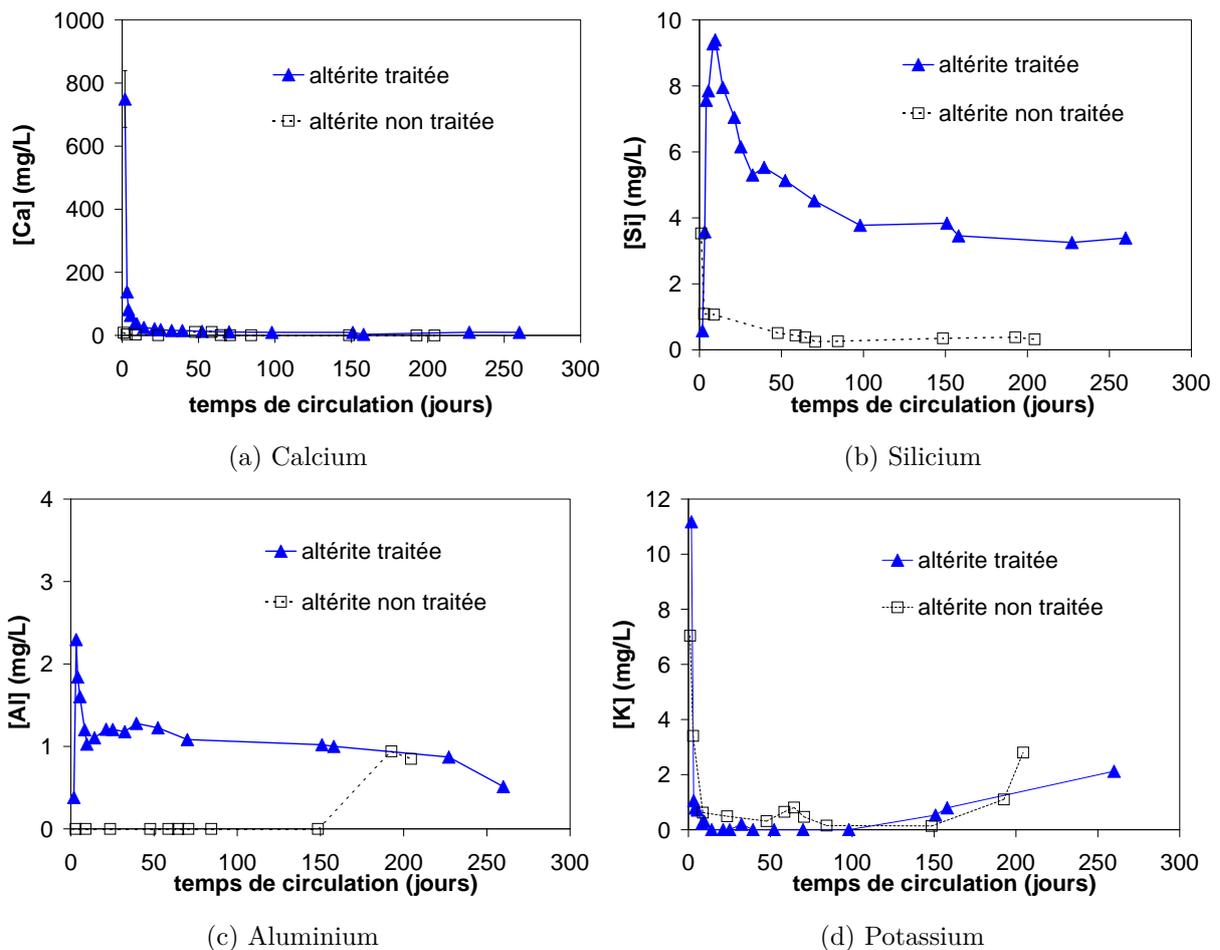


Figure 4.15 – Évolution des concentrations en calcium (a), en silicium (b), en aluminium (c), et en potassium (d) dans les lixiviats au cours de la circulation d'eau de l'altérite de Vigneux.

Pour terminer, la concentration en potassium (figure 4.15d) dans les lixiviats d'altérite traitée est initialement de 11,1 mg/L. Elle diminue rapidement et devient inférieure à la limite de quantification ($LQ = 0,1$ mg/L) au bout de 10 jours. En revanche, elle augmente à partir de 100 jours jusqu'à atteindre 2,1 mg/L au bout de 250 jours. Le potassium peut provenir du ciment ou de l'altérite (sels ou muscovite). La teneur en K_2O dans le ciment est de 0,86% (*cf.* tableau 2.10). On a pu estimer que la quantité totale de potassium lessivée au bout de 60 jours de circulation dans l'altérite traitée est équivalente à 91% du potassium total provenant du ciment. Cette valeur n'évolue pas jusqu'à 100 jours. Aux erreurs de préparations près, on peut donc considérer que tout le potassium provenant du ciment est alors lessivé. Le potassium lessivé après 100 jours de circulation peut donc provenir de l'altération du sol initial.

A l'instar du limon de Héricourt brut, l'altérite contient très peu de calcium. Les analyses chimiques indiquent une proportion de 0,01% (*cf.* tableau 2.6). Là encore, on

considère donc que le calcium lessivé provient intégralement des liants. La figure 4.16a présente l'évolution de la proportion de calcium lessivé au cours du temps. A la différence de ce qui a pu être observé dans le cas du limon de Héricourt, la quantité totale de calcium lessivée est très importante. Celle-ci est d'ailleurs associée à un renouvellement beaucoup plus important du volume poral. Au bout de 250 jours, le volume poral a ainsi été renouvelé 2000 fois. L'intégralité du calcium initialement présent après l'ajout de chaux et de ciment est alors lessivée en moins de 100 jours de circulation.

Enfin la figure 4.16b montre que l'évolution de la quantité de calcium lessivée n'est pas proportionnelle à la racine carrée du temps. À la différence du limon de Héricourt, les processus de dégradation ne sont donc pas gouvernés par la diffusion.

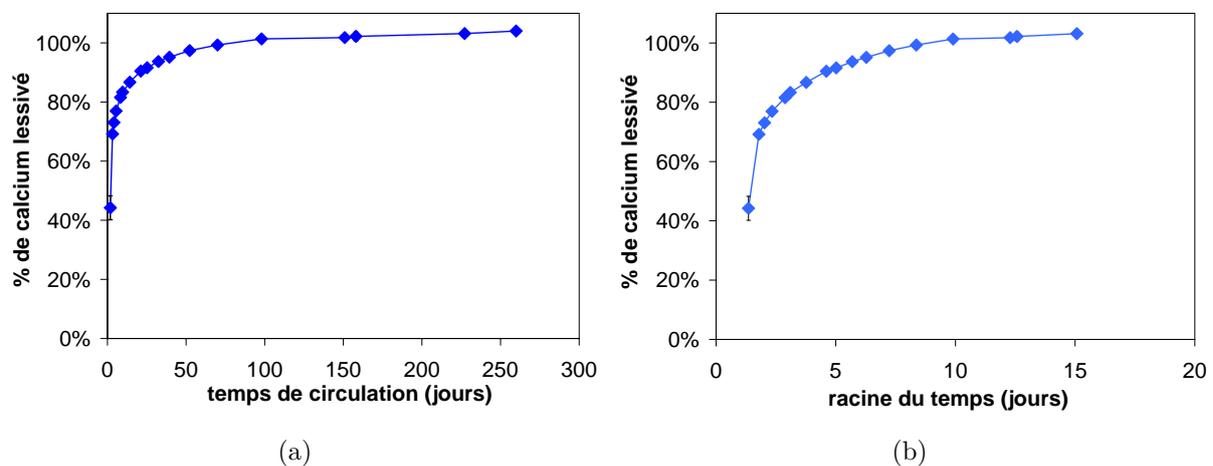


Figure 4.16 – Évolution de la proportion de calcium lixivé lors d'une circulation d'eau dans l'altérite traitée (en fonction du temps, (a), et de la racine carrée du temps, (b)).

4.2.2.1.b Bilan

De cette étude de la solution, on retiendra surtout que la circulation conduit à une dégradation chimique très rapide de l'altérite traitée. Elle se traduit par :

- i). Une diminution du pH jusqu'à une valeur inférieure à 10 en seulement 60 jours.
- ii). Durant cette période le calcium est intégralement lessivé.
- iii). La dégradation n'est pas limitée par la diffusion dès les premiers jours de circulation.
- iv). La dissolution d'une phase porteuse de potassium dans le sol initial après 100 jours de circulation.

4.2.2.2 Physico-chimie du matériau

Les résultats de l'étude physico-chimique des lixiviats montrent une dégradation chimique importante de l'altérite traitée. Afin de les compléter, une étude de la minéralogie du matériau est aussi conduite au cours de la circulation. De la même manière que pour le limon de Héricourt, l'évolution minéralogique du matériau est caractérisée par DRX à partir de trois prélèvements (aval, milieu et amont de l'éprouvette). La figure 4.17 compare les trois diagrammes DRX d'une éprouvette d'altérite de Vigneux traitée après 3 jours de circulation, avec celui d'une éprouvette d'altérite de Vigneux traitée ayant uniquement subi une cure de 28 jours.

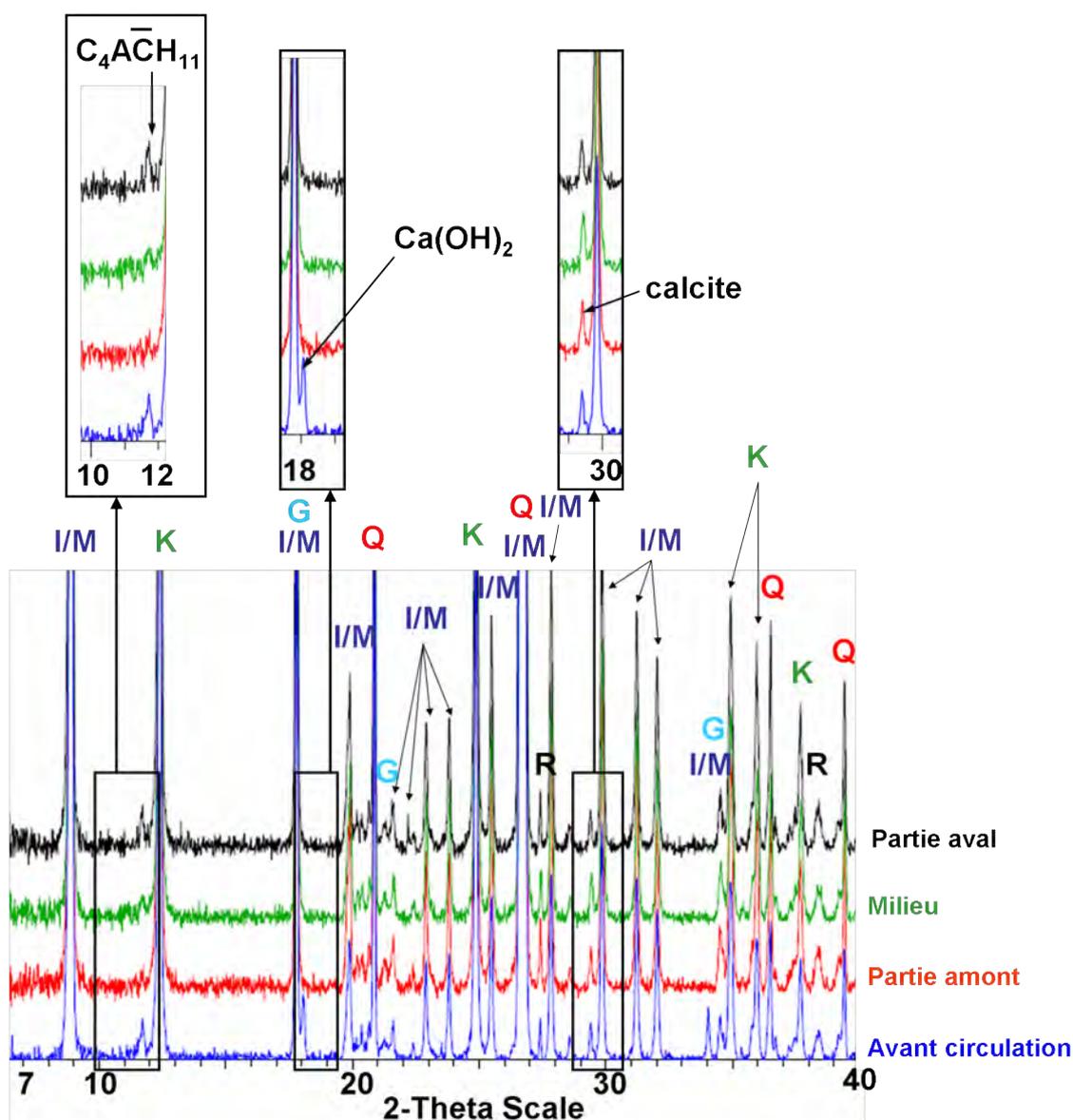


Figure 4.17 – Diagrammes DRX d'une éprouvette d'altérite traitée soumise à une circulation d'eau pendant 3 jours.

G = Goethite ; I/M = Illite/Muscovite ; K = Kaolinite ; Q = Quartz ; R = Rutile.

Le diagramme correspondant au matériau non circulé met en évidence la présence d'un pic à $2\theta = 11,7^\circ$, qui est attribué au carboaluminate de calcium hydraté $C_4A\bar{C}H_{11}$. On note aussi la présence de portlandite et de calcite.

Sur les diffractogrammes correspondant au matériau ayant subi 3 jours de circulation, les pics attribués à la portlandite ne sont pas observés. Le pic du $C_4A\bar{C}H_{11}$ (à $2\theta = 11,7^\circ$) est quant à lui détecté dans les diagrammes correspondant au milieu et à la partie aval de l'éprouvette. Son intensité est d'ailleurs plus grande dans le diagramme correspondant à la partie aval de l'éprouvette. En revanche, ce pic n'est pas observé dans le diagramme correspondant à la partie amont. Le pic à $2\theta = 29,4^\circ$ correspond finalement à la présence de calcite.

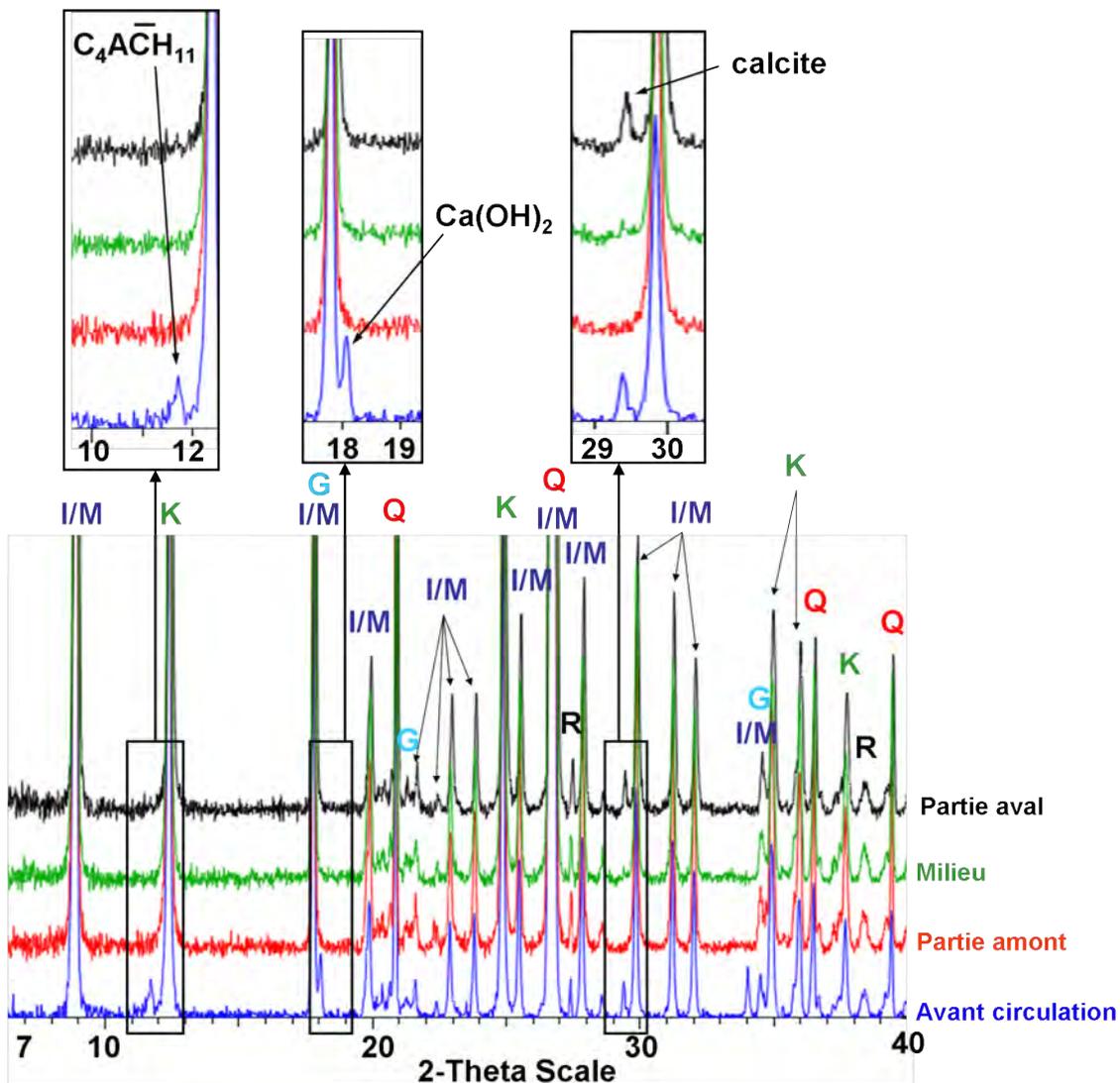


Figure 4.18 – Diagrammes DRX d'une éprouvette d'altérite traitée soumise à une circulation d'eau pendant 250 jours.

G = Goethite ; I/M = Illite/Muscovite ; K = Kaolinite ; Q = Quartz ; R = Rutile.

Après 250 jours de circulation, les trois diffractogrammes d'une éprouvette d'altérite de Vigneux traitée sont présentés sur la figure 4.18. Ils sont comparés avec celui d'une éprouvette d'altérite de Vigneux traitée ayant uniquement subi une cure de 28 jours. Cette fois-ci, et contrairement à ce qui a été montré après 3 jours de circulation, les trois diagrammes enregistrés sur le matériau circulé ne mettent en évidence, ni la présence du pic caractéristique du carboaluminate de calcium hydraté $C_4\overline{A}CH_{11}$ ($2\theta = 11,7^\circ$), ni celle des pics caractéristiques de la portlandite ($2\theta = 18,0^\circ$ et $34,0^\circ$). Seul le pic à $2\theta = 29,4^\circ$ et attribué à la calcite est encore présent.

On retiendra donc de cette étude minéralogique que :

- i). Toutes les modifications minéralogiques apportées par la chaux et le ciment sont annihilées.
- ii). La portlandite se dissout d'abord. Le $C_4\overline{A}CH_{11}$ se dissout ensuite

4.2.2.3 Synthèse de l'évolution physico-chimique de l'altérite

Une forte dégradation chimique de l'altérite traitée est mise en évidence lors de la circulation d'eau. Après 28 jours, l'étude de la cure avait en effet montré la présence de $Ca(OH)_2$, de $C_4\overline{A}CH_{11}$. Lors de la circulation, on assiste dans un premier temps à la dissolution de la portlandite. Cette phase est en effet reconnue dans les ciments comme la phase secondaire la plus instable vis-à-vis des processus de lixiviation, et se dissout donc avant le $C_4\overline{A}CH_{11}$ [Carde *et al.*, 1996; Carde & Francois, 1997; Bourbon, 2001]. Sa dissolution provoque une libération très importante de calcium et d'ions HO^- . Le pH des lixiviats est alors de 12,8. Elle est totalement dissoute au bout de 3 jours seulement. La dissolution du $C_4\overline{A}CH_{11}$ s'opère ensuite, et se traduit par une diminution du pH, du fait du plus faible pH d'équilibre entre $C_4\overline{A}CH_{11}$ et l'eau. Sa dissolution s'accompagne aussi d'un relargage d'aluminium. On a clairement mis en évidence que la dissolution du $C_4\overline{A}CH_{11}$ est progressive de l'amont vers l'aval de l'échantillon. Au bout de 90 jours, tous les $C_4\overline{A}CH_{11}$ sont intégralement dissous et le pH devient inférieur à 10. Dans le domaine des ciments, il est reconnu que ce pH est caractéristique d'un système totalement dégradé [ANDRA, 2001; Bourbon, 2001]. Le bilan chimique du calcium indique qu'à cette échéance, l'intégralité des composés secondaires a d'ailleurs disparu. Parallèlement, la libération en solution de silicium plus importante que dans le cas du sol non traité peut être reliée à la dissolution de phases hydratées contenant du silicium (comme par exemple des C-(A)-S-H). En effet, même si l'étude de la cure (chapitre 3) n'avait pas permis de montrer

leur présence, il est tout de même possible qu'elles soient présentes, mais en quantité pas suffisamment importante pour pouvoir les détecter.

Après 100 jours de circulation, alors que les effets chimiques (et mécaniques, d'après le § 4.2.1) du traitement sont complètement annihilés, on observe une augmentation de la concentration en potassium dans les lixiviats. On a pu estimer qu'après 100 jours de circulation tout le potassium provenant du ciment est lessivé. La dissolution du sol brut peut alors expliquer cette libération de potassium. Dans l'altérite il est essentiellement porté par la muscovite. Sur la base de cette hypothèse et à partir de la quantité totale de potassium recueillie entre 100 et 250 jours de circulation, on a alors pu calculer une cinétique de sa dissolution égale à $7,54 \cdot 10^{-14}$ mol/m²/s. Cette valeur est proche de la vitesse de dissolution de la muscovite proposée par Palandri & Kharaka [2004] ($2,13 \cdot 10^{-13}$ mol/m²/s).

4.2.3 Étude microstructurale

4.2.3.1 Observation de l'évolution de l'organisation du matériau

La figure 4.19 présente des clichés MEB d'une zone de fracture d'une éprouvette d'altérite de Vigneux après 250 jours de circulation. A faible grandissement (figure 4.19a), on observe peu de différences avec le matériau en sortie de cure (figure 3.13). À plus fort grandissement par contre (figures 4.19b et 4.19c), on distingue des phases dont la morphologie est proche du gel d'hydrates observé après 28 jours de cure (figure 3.13). D'autres images réalisées sur cet échantillon (non présentées dans ce document) montrent que leur présence est toutefois restreinte à de très rares zones. D'après l'étude physico-chimique, l'intégralité des liants est d'ailleurs lessivé. Il est alors probable que ces phases correspondent plutôt à des résidus des minéraux primaires du sol altérés. L'étude physico-chimique a effectivement montré que la muscovite se dissout à long terme.

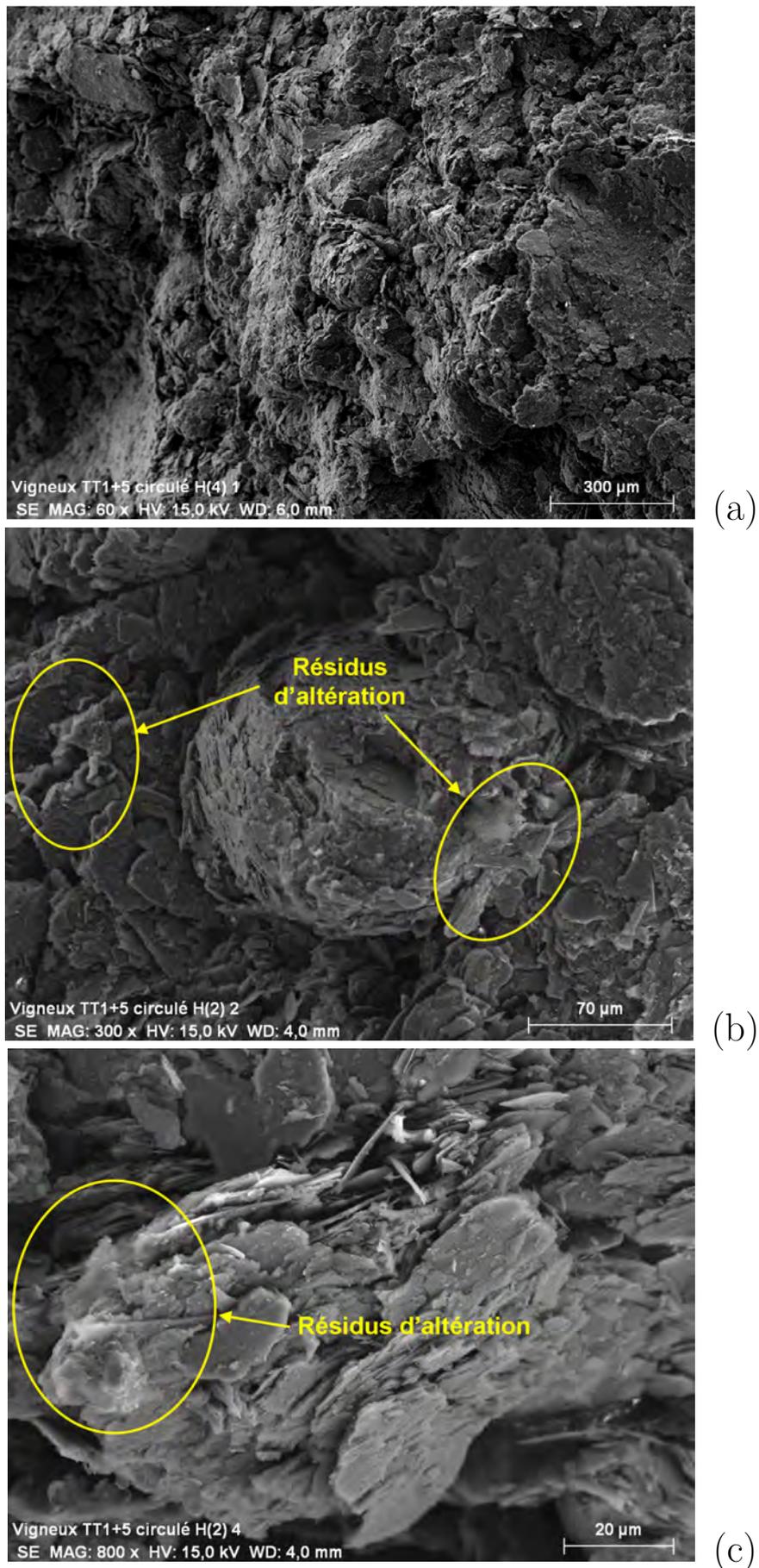


Figure 4.19 – Images MEB d'une éprouvette d'altérite de Vigneux traitée ayant subi une circulation de 250 jours.

4.2.3.2 Bilan

Ces observations au MEB rendent donc compte de modifications notables de la microstructure au cours de la circulation. L'essentiel à retenir se résume aux points suivants :

- i). Toutes les phases hydratées sont dissoutes, traduisant que l'eau circule partout.
- ii). Lorsque les effets du traitement sont annihilés, la microstructure du matériau est pourtant différente de celle du sol non traité. Des phases, qui sont certainement des résidus des minéraux primaires dissous, sont observées.
- iii). Ces phases sont peu nombreuses, expliquant probablement que la performance mécanique soit identique au matériau non traité.

4.2.4 Comparaison des effets de la circulation avec le limon de Héricourt

Cette étude multi-échelle montre une réponse différente entre les deux matériaux. Alors que les phases hydratées sont peu atteintes dans le limon, elles sont complètement dissoutes dans l'altérite pour des conditions de circulation identiques. Entre les deux matériaux, la nature des hydrates est d'abord différente. Le comportement chimique au cours de la circulation est représentatif de cette différence.

Le comportement physico-chimique est lié à celui que l'on peut rencontrer lors de la dégradation des ciments, pour lesquels la dissolution des phases cimentaires est responsable de l'évolution du système. La perte de performance est clairement liée à cette dissolution. Lorsque la dissolution des phases hydratées est totale, dans le cas de l'altérite, la performance du matériau est alors identique à celle du sol non traité. C'est ainsi le cas dès 90 jours de circulation (*cf.* § 4.2.1.2). A l'inverse, cette perte de performance n'est pas observée pour le limon de Héricourt (*cf.* § 4.1.1.2). Ce maintien des performances est cette fois-ci expliqué par une faible dissolution, en tout cas insuffisante pour réduire les performances.

Cependant, et au delà de l'aspect physico-chimique, le comportement du matériau semble surtout influencé par la microstructure initiale. Cette dernière conditionne tout d'abord la perméabilité du matériau. La dissolution plus rapide dans l'altérite pourrait ainsi être expliquée par un débit plus important, entraînant donc un lessivage plus rapide. Cela rejoint ainsi les résultats de Le Runigo [2008] qui a montré que la perte

de performance est d'autant plus élevée que la perméabilité est élevée. Par ailleurs, dans l'altérite, la dégradation complète montre que toutes les phases hydratées peuvent être atteintes par l'eau. À l'inverse, dans le limon de Héricourt, une partie du gel n'est pas altéré, semblant ainsi avoir été protégé de l'eau. Une représentation de l'écoulement dans le limon de Héricourt a été proposée sur la figure 4.11. La figure 4.20 illustre cette fois l'écoulement dans l'altérite.

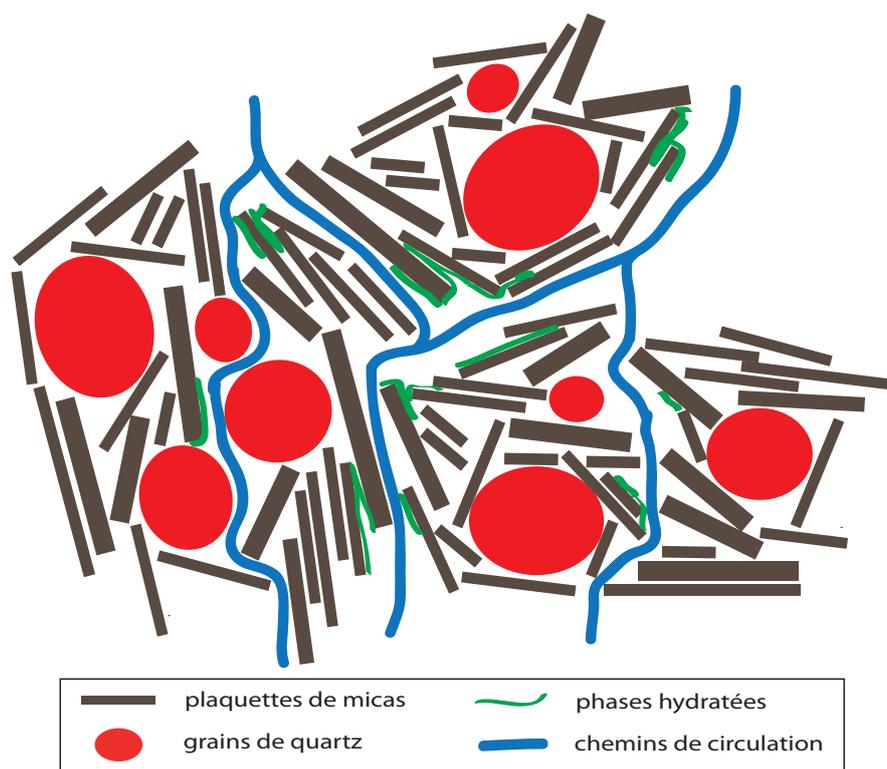


Figure 4.20 – Représentation schématique de la circulation d'eau dans l'altérite de Vigneux.

La microstructure du matériau, et la répartition des liants est ainsi un paramètre clé. La structure granulaire du limon est dans ce sens plus favorable que la structure feuilletée de l'altérite. Cependant, on a aussi mis en évidence que la microstructure du limon peut conduire à des réponses différentes à la circulation d'une éprouvette à l'autre. Cela complique la prévision du comportement de ce matériau.

Finalement, la réponse d'un sol traité à la chaux et au ciment résulte à la fois des effets du traitement sur la nature des phases secondaires formées, et à la fois de l'organisation microstructurale du matériau. Ces deux caractéristiques sont liées à la minéralogie initiale. En plus de conditionner le comportement macroscopique initial (*cf.* chapitre 3), cette dernière joue donc indirectement un rôle prépondérant au cours d'une

circulation d'eau. Toutefois, ayant constaté pour l'altérite de Vigneux une perte rapide des effets du traitement, on a souhaité évaluer si une cure plus longue peut retarder cet effet, et dans quelles proportions. La fin de ce chapitre est donc consacrée à cette étude sur l'altérite de Vigneux.

4.3 EFFETS DE L'AUGMENTATION DU TEMPS DE CURE DE L'ALTERITE.

Pour des raisons de temps d'expériences, la cure longue a été simulée par une cure de 28 jours à 50°C (au lieu de 20°C). Comme on l'a vu dans le chapitre précédent (*cf.* §3.1), une cure à 50°C permet une accélération des cinétiques d'un facteur 12. Cela signifie donc que l'on considère une cure de 330 jours. L'altérite traitée est ensuite soumise à une circulation d'eau en suivant le même protocole expérimental que celui utilisé précédemment. On précise que dans cette partie et dans un souci de simplification, la cure de 28 jours à 20°C sera nommée « cure courte », et la cure de 28 jours à 50°C sera nommée « cure longue ».

4.3.1 Étude macroscopique

4.3.1.1 Évolution de la perméabilité

La figure 4.21 présente l'évolution de la perméabilité au cours du temps. Elle est légèrement inférieure à celle que l'on avait observée après la cure courte. Initialement de $7,5 \cdot 10^{-8}$ m/s, elle diminue lentement.

Au bout de 100 jours, on retrouve une perméabilité identique à celle que l'on avait observée dans le cadre de l'étude de la cure courte. La tendance globale observée pour les deux cures est alors identique.

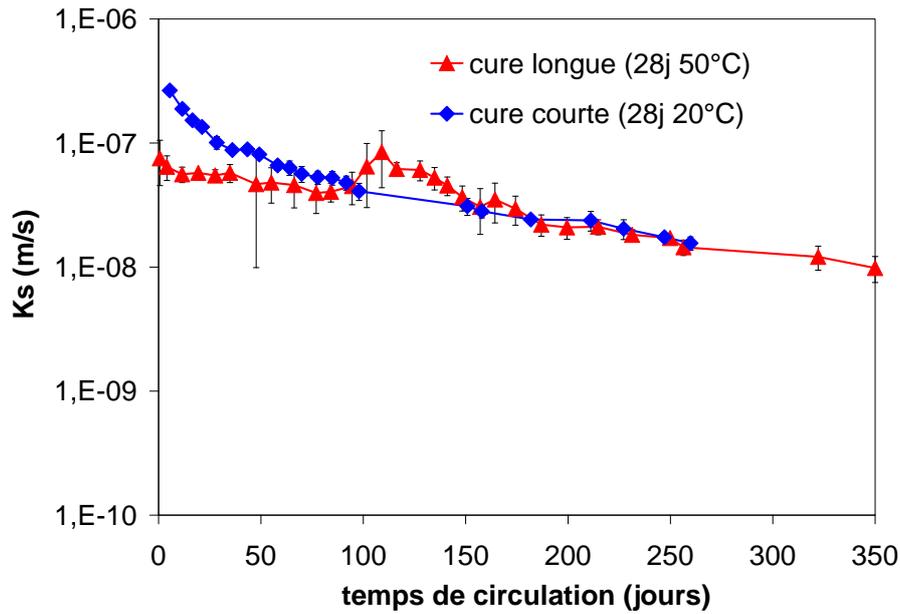


Figure 4.21 – Comparaison de l'évolution de la perméabilité de l'altérite de Vigneux traitée avec 1% de chaux et 5% de ciment au cours de la circulation d'eau après deux cures différentes.

4.3.1.2 Évolution de la résistance en compression simple

La figure 4.22 présente l'évolution de la résistance en compression simple au cours de la circulation d'eau.

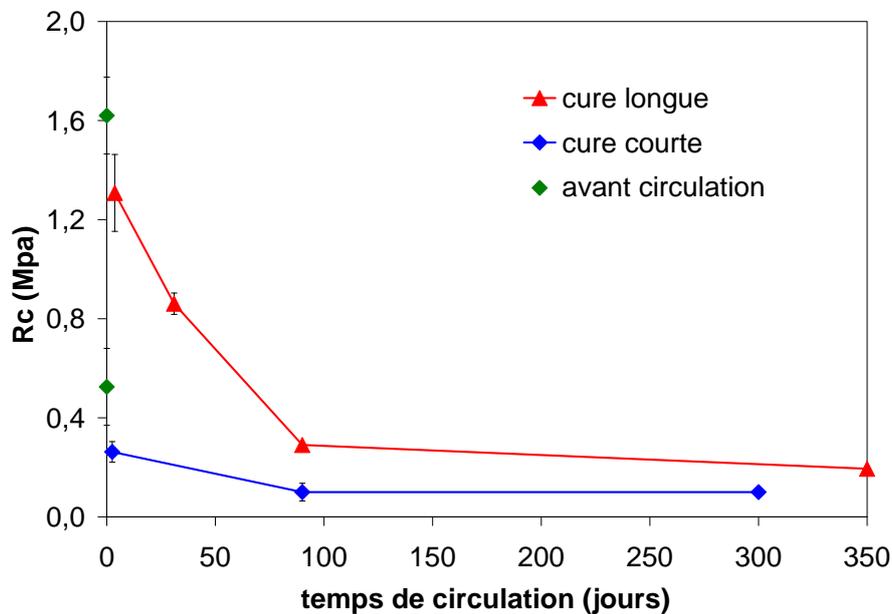


Figure 4.22 – Comparaison de l'évolution de la résistance en compression simple de l'altérite de Vigneux traitée avec 1% de chaux et 5% de ciment au cours de la circulation d'eau après deux cures différentes.

À l'issue de la cure longue, la résistance en compression simple est de 1,62 MPa. Elle diminue nettement moins vite que dans le cas de la circulation après la cure courte. Au bout de 2 jours de circulation, elle est de 1,3 MPa, et diminue ensuite continuellement. Elle est de 0,3 MPa au bout de 90 jours (alors qu'elle était de 0,10 MPa lorsque l'on considérait la cure courte), puis de 0,2 MPa après 350 jours. Cette dernière valeur est par ailleurs tout juste supérieure à la résistance en compression simple de l'altérite non traitée (0,1 MPa).

4.3.1.3 Bilan

De ces résultats, l'influence de l'augmentation du temps de cure se résume surtout aux points suivants :

- i). Pas d'effets significatifs sur l'évolution de la perméabilité.
- ii). La diminution des résistances en compression simple est plus lente.

Par ailleurs, le temps consacré à la formation de phases cimentaires étant plus long, la résistance initiale en début de sollicitation hydrique est plus élevée. Cela signifie que le temps au bout duquel elle redescendra en dessous d'une valeur seuil sera d'autant plus long que la cure sera longue.

4.3.2 Étude physico-chimique

4.3.2.1 Physico-chimie des lixiviats

Dans ce paragraphe, on détaille l'évolution physico-chimique de l'altérite traitée au cours de la circulation. La figure 4.23 présente tout d'abord l'évolution du pH des lixiviats de l'altérite de Vigneux traitée. Elle est comparée avec l'évolution du pH dans le cas de la cure courte. Le pH est initialement de 12,5. Une diminution est observée quasiment immédiatement et le pH devient inférieur à 10 après 120 jours de circulation. La diminution observée est toutefois moins rapide que celle entrevue après la cure courte, puisque le pH était alors inférieur à 10 après seulement 60 jours. Cette diminution continue ensuite et le pH atteint 8,2 au bout de 350 jours de circulation.

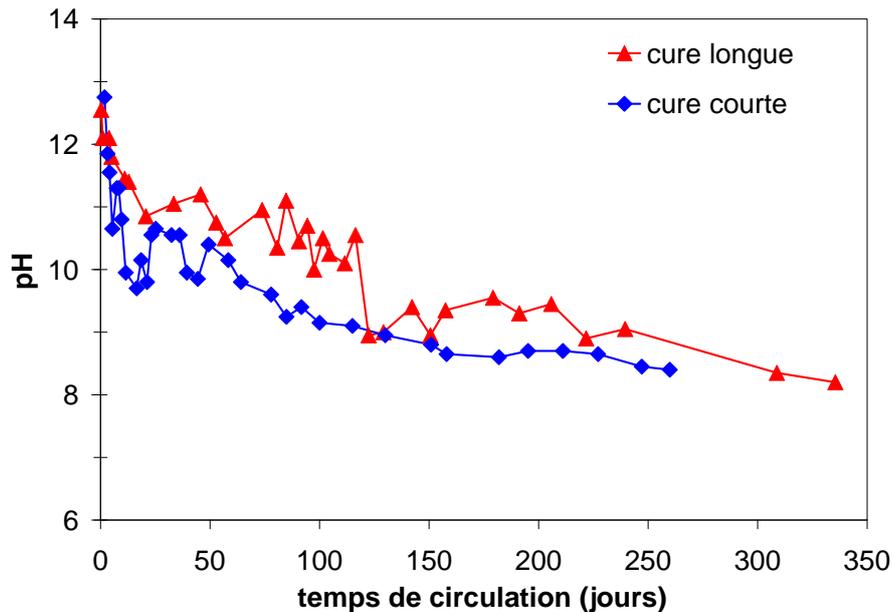


Figure 4.23 – Comparaison de l'évolution du pH des lixiviats de l'altérite de Vigneux au cours de la circulation d'eau après deux cures différentes.

Les évolutions des concentrations en cations au cours de la circulation sont présentées sur la figure 4.24. En ce qui concerne la concentration en calcium (figure 4.24a), celle-ci est initialement de 370 mg/L, et est donc plus faible que celle que l'on a observée après la cure courte. Elle diminue d'ailleurs plus lentement car sa concentration est encore de 52 mg/L au bout de 28 jours de circulation (contre 16 mg/L après la cure courte), et de 16 mg/L après 350 jours. La dissolution des phases cimentaires (qui portent majoritairement le calcium) est donc moins rapide.

La concentration en silicium (figure 4.24b) augmente pour sa part de 0,6 mg/L jusqu'à 6,0 mg/L au bout de 150 jours, et semble se stabiliser ensuite. L'augmentation observée est nettement plus lente que pour la cure courte.

L'évolution de la concentration en aluminium est similaire à celle observée après la cure courte (figure 4.24c), mais les concentrations mesurées sont 5 fois plus importantes. La diminution observée est aussi nettement plus longue lorsque la durée de la cure augmente, mais on retrouve après 150 jours des concentrations identiques dans les deux cas.

Enfin, l'évolution de la concentration en potassium est identique à celle rencontrée après la cure courte pour les 100 premiers jours (figure 4.24d). Après, on ne retrouve pas l'augmentation mise en évidence pour les éprouvettes ayant subi la cure courte, même au bout de 350 jours.

Les évolutions des concentrations en cations sont assez similaires à celles observées pour la cure courte. En revanche, on met en évidence une évolution plus lente de ces

concentrations, traduisant bien un effet retard lié à l'augmentation du temps de cure. Les cinétiques sont surtout différentes pour le silicium et l'aluminium. Au bout de 250 jours, le volume poral a pourtant été renouvelé 2000 fois pour les deux cures. La dissolution moins rapide pour la cure longue n'est donc pas associée à un débit plus élevé. Cela indique probablement que les phases qui se dissolvent sont différentes, ou bien que l'écoulement est différent.

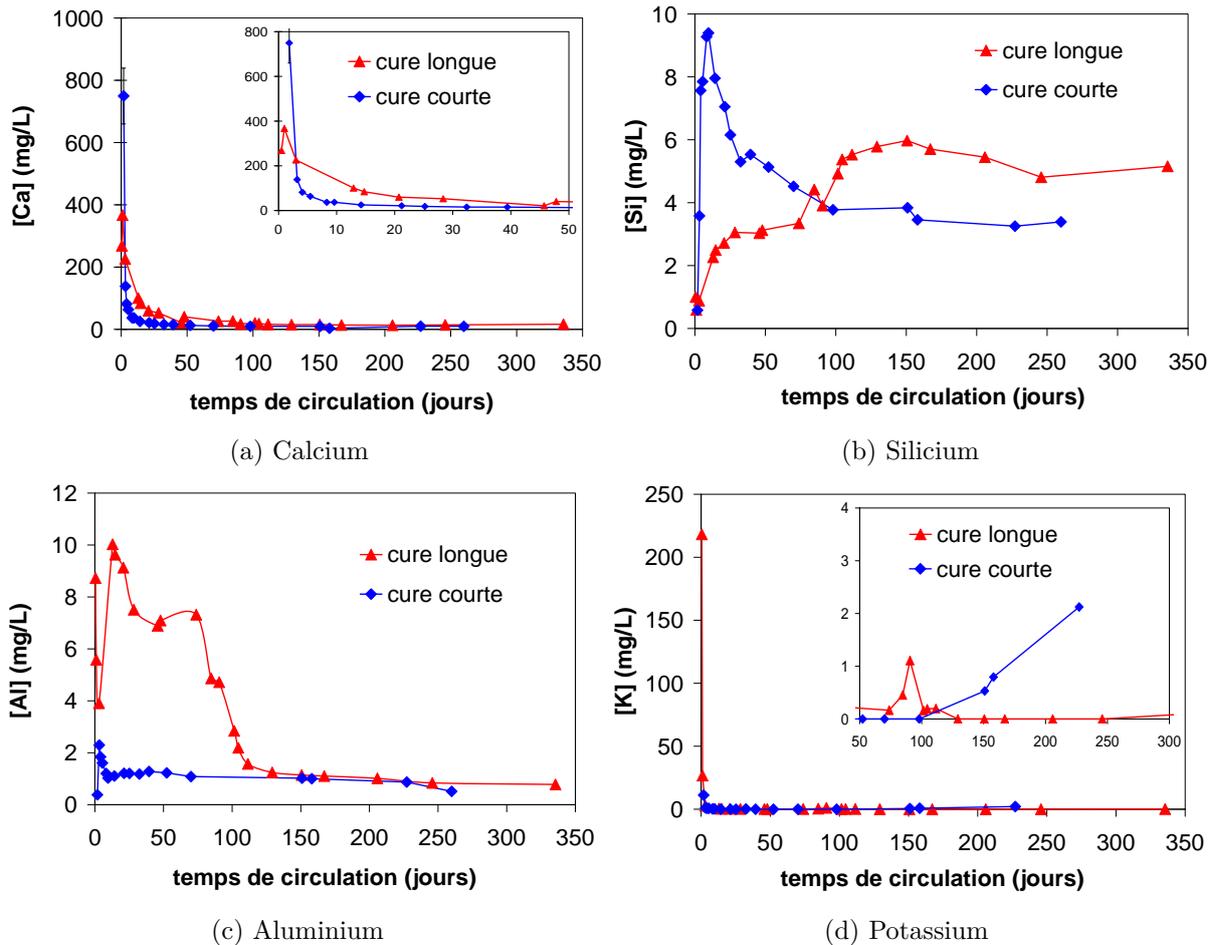


Figure 4.24 – Comparaison de l'évolution des concentrations en calcium, en silicium, en aluminium et en potassium dans les lixiviats au cours de la circulation d'eau de l'altérite de Vigneux après deux cures différentes.

La figure 4.25 présente l'évolution de la proportion de calcium lessivé au cours du temps. Elle est comparée à celle obtenue pour la cure courte. Elle atteint 60% au bout de 350 jours de circulation et plafonne ensuite à cette valeur. Elle est donc nettement plus faible que pour le matériau ayant subi une cure courte, et cette fois-ci, elle n'est pas totale.

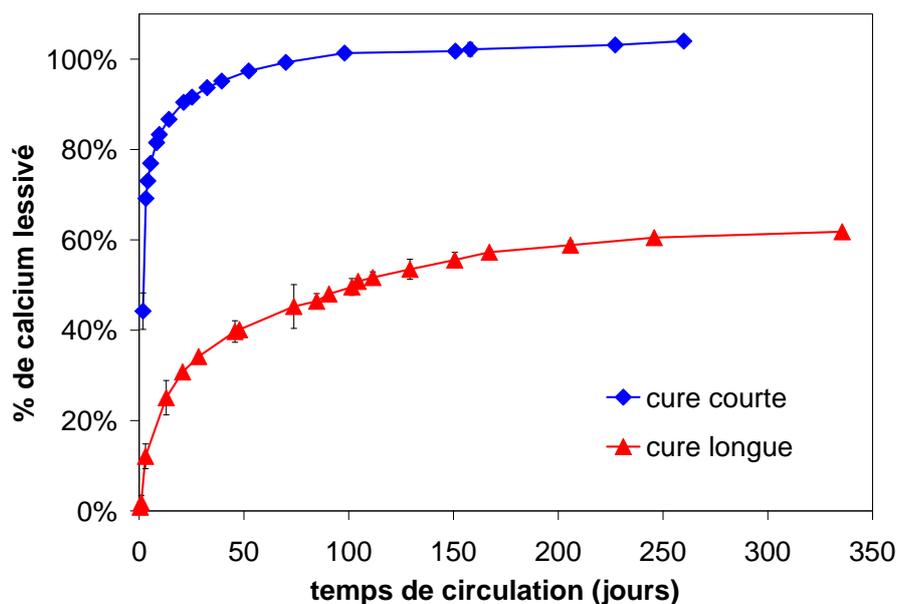


Figure 4.25 – Comparaison de l'évolution de la proportion de calcium lixivé lors d'une circulation d'eau dans l'altérite traitée après deux cures différentes.

4.3.2.2 Évolution de la minéralogie du matériau

La figure 4.26 présente les trois diagrammes DRX d'une éprouvette d'altérite de Vigneux traitée, après 3 jours de circulation (parties amont, milieu et aval). Ils sont comparés avec celui d'une éprouvette d'altérite de Vigneux traitée ayant uniquement subi la cure de 28 jours à 50°C (cure longue). En augmentant la durée de la cure, les réactions conduisant à la formation de phases secondaires se poursuivent. La cure longue est ainsi suffisante pour que de nouvelles phases secondaires se forment.

Uniquement après la cure courte (et avant la circulation), on observait effectivement en DRX :

- i). de la portlandite
- ii). du $C_4A\bar{C}H_{11}$

Après la cure longue, on identifie cette fois-ci :

- i). du $C_4A\bar{C}H_{11}$ (pic à $2\theta = 11,7^\circ$)
- ii). du C_4AH_{19} (pics à $2\theta = 11,0^\circ$)
- iii). du C_4AH_{13} (pics à $2\theta = 11,2^\circ$)
- iv). du monosulfoaluminate de calcium hydraté (AFm) (pics à $2\theta = 9,9^\circ$)

Au bout de 3 jours de circulation, le pic du monosulfoaluminate de calcium hydraté n'est plus observé, alors que les trois autres, sont encore présents. Cette constatation est par ailleurs valable quelle que soit la partie de l'éprouvette considérée. Toutefois, leurs intensités sont plus faibles en partie aval qu'en partie centrale et amont.

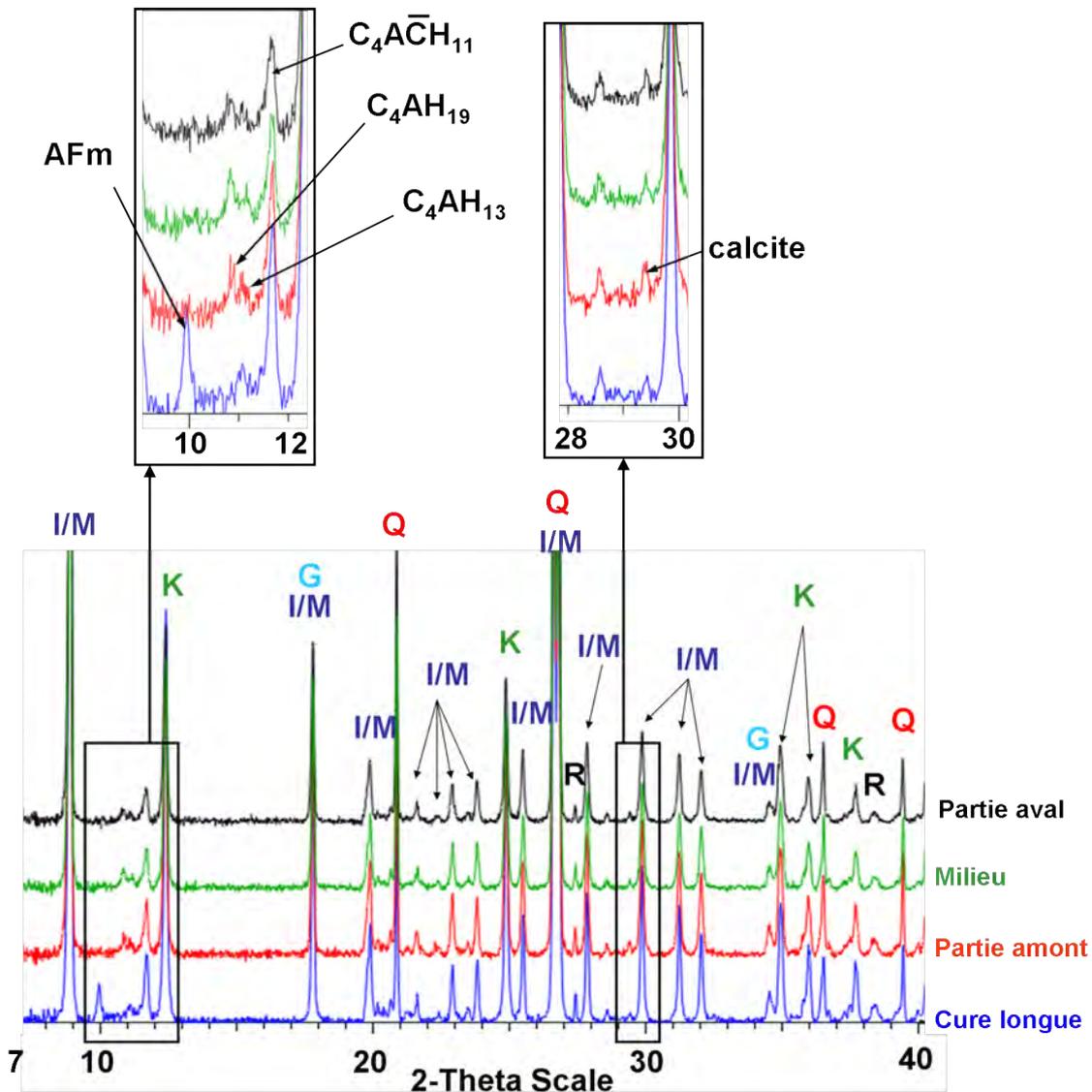


Figure 4.26 – Diagrammes DRX d'une éprouvette d'altérite traitée soumise à une circulation d'eau pendant 3 jours après la cure longue.

G = Goethite ; I/M = Illite/Muscovite ; K = Kaolinite ; Q = Quartz ; R = Rutile.

La figure 4.27 compare cette fois-ci les trois diagrammes DRX d'une éprouvette d'altérite de Vigneux traitée après 350 jours de circulation, avec celui d'une éprouvette d'altérite de Vigneux traitée avant circulation. Les quatre pics consécutifs à l'ajout de chaux et de ciment, détectés sur le diagramme du matériau non circulé, ne sont pas mis en évidence. Cela est valable pour les trois diagrammes correspondant au matériau circulé. Seule la calcite est en fait détectée via un pic à $2\theta = 29,4^\circ$.

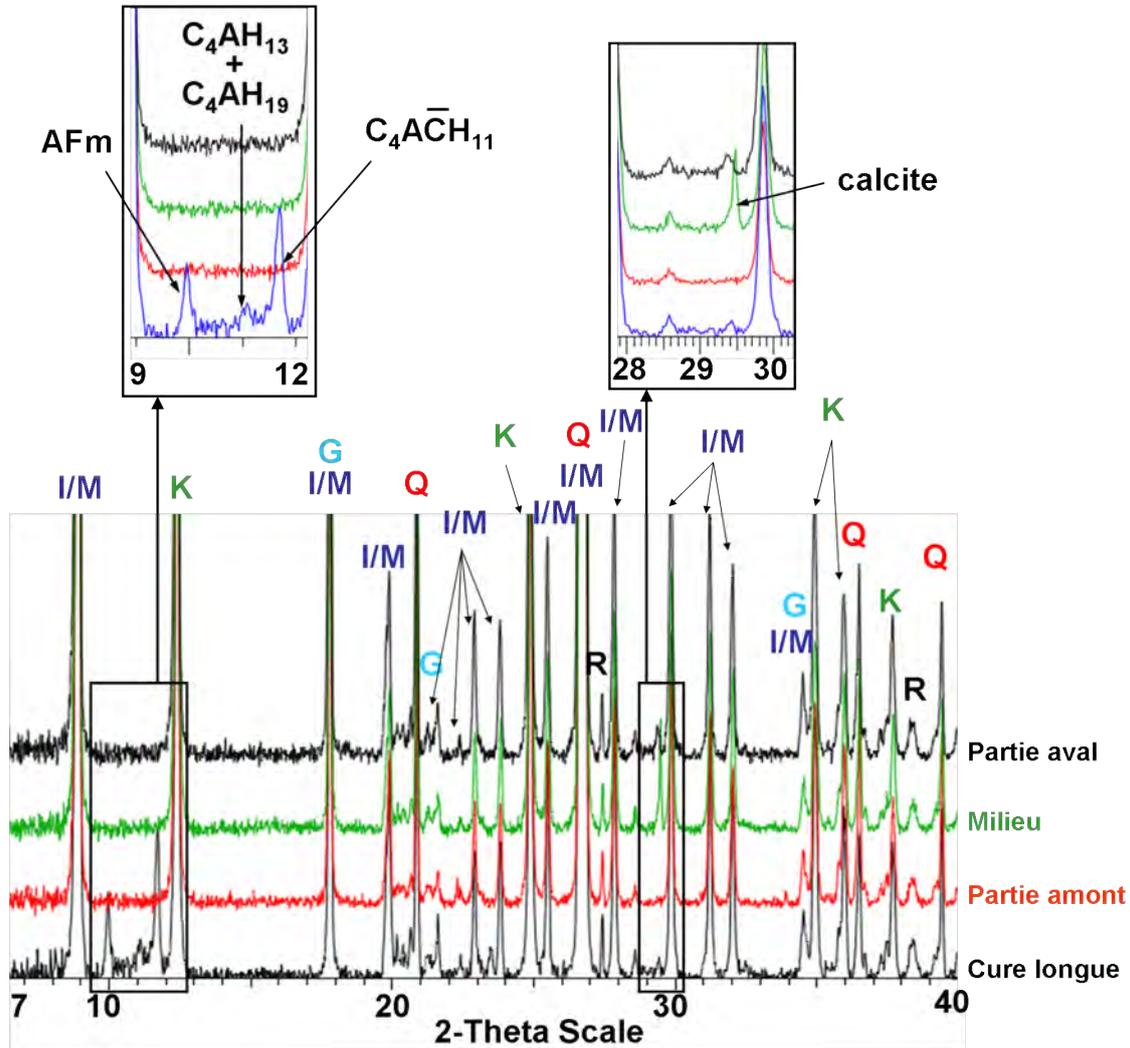


Figure 4.27 – Diagrammes DRX d’une éprouvette d’altérite traitée soumise à une circulation d’eau pendant 350 jours après la cure longue.

G = Goethite ; I/M = Illite/Muscovite ; K = Kaolinite ; Q = Quartz ; R = Rutile.

4.3.2.3 Bilan des effets de l’augmentation du temps de cure sur la physico-chimie

L’évolution du système physico-chimique est peu différente entre les deux cures considérées. On a surtout mis en évidence des cinétiques de dissolution différentes. On assiste ainsi à un retard dans l’établissement des concentrations observées après la cure courte. Cela traduit une dissolution qui se poursuit plus longtemps. Les différences ne sont pas associées à un débit différent entre les deux cures.

La différence de minéralogie entre le matériau ayant subi la cure courte et le matériau ayant subi la cure longue explique alors ces différences. Entre les deux cures, la principale différence en termes de minéralogie est l’absence de portlandite au profit du C_4AH_{19} , du

C_4AH_{13} , du $C_4A\bar{C}H_{11}$ et du monosulfoaluminate de calcium hydraté. Ces phases sont moins sensibles à la circulation d'eau que la portlandite, qui est rapidement dissoute (*cf.* § 4.2.2.1). Ces phases néoformées se dissolvent donc moins vite.

Cependant, même si la dégradation est ralentie, toutes ces phases sont dissoutes au bout de 350 jours. Le pH final est d'ailleurs identique à 8,2.

Ce comportement peut être relié à la perte de performance plus lente, que l'on a pu mettre en évidence (figure 4.22). La composition en phases secondaires a donc une influence nette sur le comportement du sol traité lors d'une circulation d'eau.

Cependant, à la fin de la circulation, 40% du calcium initial reste cette fois-ci dans le matériau. Ce résultat est surprenant car la performance mécanique mesurée à cette échéance (figure 4.22) est très proche de celle du sol non traité. On aurait ainsi pu s'attendre à ce que la quantité totale de calcium lessivée évolue, certes moins vite, mais s'approche de 100% (comme cela a été montré dans le cadre de l'étude après la cure courte (*cf.* figure 4.16)). En ce qui concerne les phases porteuses de calcium, seule de la calcite a été mise en évidence jusqu'à présent.

4.3.3 Étude microstructurale

4.3.3.1 Observation de l'évolution de la microstructure du matériau

La dernière étape de cette étude concernant les effets de l'augmentation du temps de cure consiste en l'investigation de la microstructure. Les clichés MEB d'une zone de fracture d'une éprouvette d'altérite de Vigneux ayant subi une cure longue puis une circulation d'eau durant 350 jours sont présentés sur la figure 4.28. Les images à faible grossissement (figure 4.28a) montrent toujours la même microstructure constituée d'amas de plaquettes. A plus fort grossissement (figure 4.28b et figure 4.28c), on se rend compte que les plaquettes de mica sont par endroits encore recouvertes d'un gel d'hydrates. Il ressemble au gel initial, présent avant la circulation.

On observe aussi des phases d'aspect filandreux, ou déchiqueté (figure 4.28b et figure 4.28c). Elles présentent la même morphologie que celles observées dans le limon de Héricourt ayant subi une circulation (*cf.* figure 4.9). Là encore, des analyses EDX montrent qu'elles contiennent du calcium. Elles sont donc des résidus du gel d'hydrates dissout. Leur structure certainement amorphe explique alors que les analyses DRX n'aient pas permis de les distinguer.

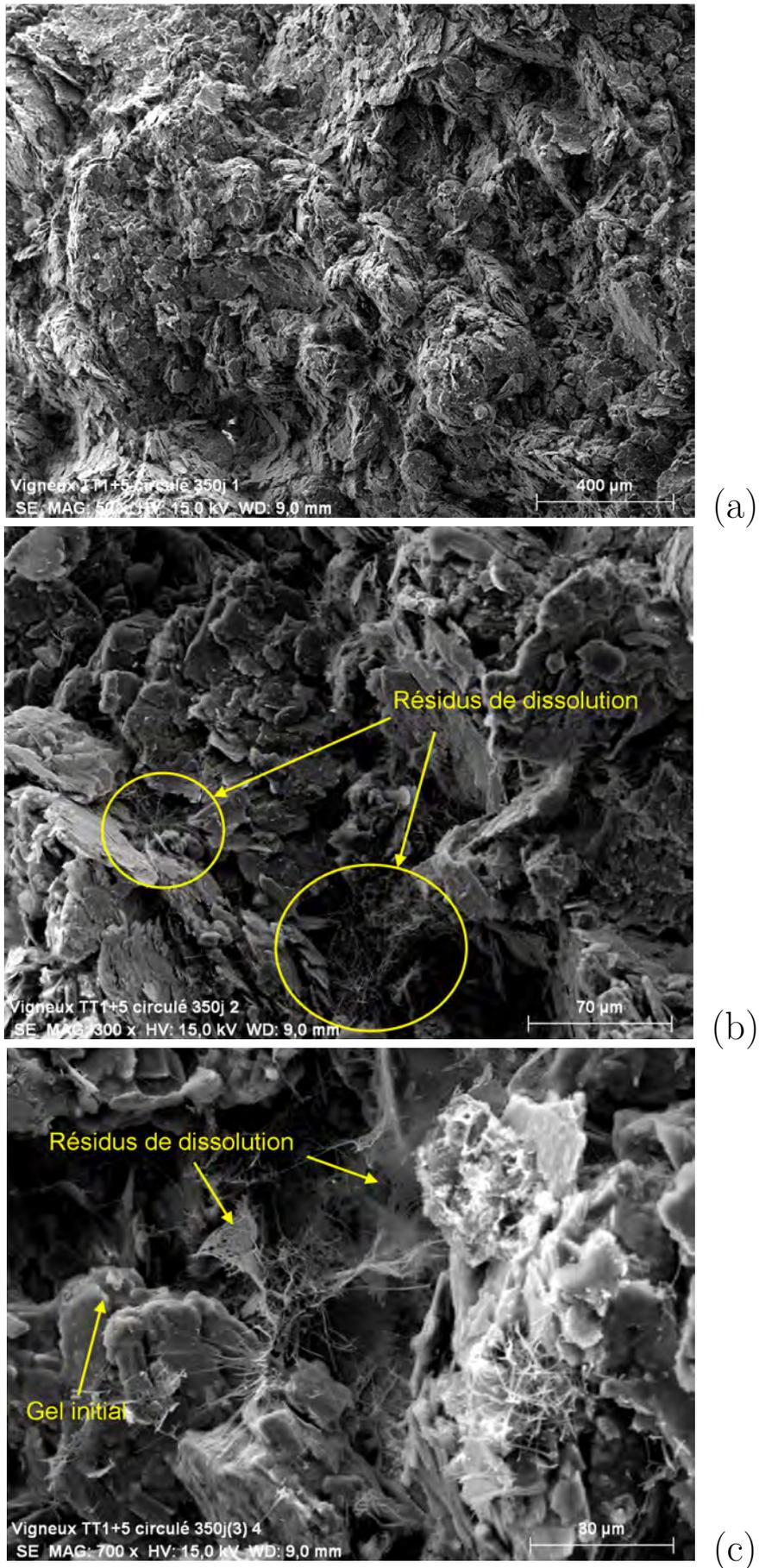


Figure 4.28 – Images MEB d’une éprouvette d’altérite de Vigneux traitée ayant subi une circulation de 350 jours après une cure longue.

4.3.4 Synthèse des effets de l'augmentation du temps de cure

L'augmentation du temps de cure conduit de manière univoque à une meilleure stabilité du matériau vis-à-vis de la circulation d'eau. La perte de performance est ainsi retardée. Pour les deux cures considérées l'organisation microstructurale et les débits d'eau étant similaires, on montre que l'effet retard est essentiellement provoqué par une composition en phases secondaires différentes. Une durée de cure plus longue permet en effet la formation de nouvelles phases hydratées. La différence entre les deux cures tient surtout dans la formation de C_4AH_{13} , de C_4AH_{19} et d'un gel amorphe d'hydrates, en remplacement de la portlandite. Ces phases sont moins sensibles à la dissolution et se dissolvent plus lentement que cette dernière. Le pouvoir tampon est donc présent plus longtemps. Cependant, tout le calcium n'est pas lessivé. Il est alors porté par de la calcite et par des résidus du gel de C-(A)-S-H altéré. Ces résidus semblent stables puisque le lessivage du calcium devient quasi-nul à long terme.

Cependant, on retrouve au bout de 350 jours de circulation une performance mécanique très proche de celle de l'altérite non traitée. Les phases contenant du calcium encore présentes dans le matériau ne permettent donc pas de conférer au sol un gain de performance. Les travaux de Delavernhe [2011] avaient d'ailleurs montré que la présence d'hydrates ne garantit pas forcément l'amélioration des performances. Il est probable que certaines phases ne possèdent pas de propriétés liantes suffisamment importantes. Il est aussi probable qu'elles ne soient pas, dans notre cas, en quantités suffisantes, ou bien qu'elles soient mal réparties.

4.4 CONCLUSION

L'objectif de ce chapitre était d'étudier le comportement de deux limons traités à la chaux et au ciment, puis soumis à une circulation continue d'eau. Ces deux sols fins possèdent initialement une granulométrie proche, mais une minéralogie différente. La circulation a été imposée aux matériaux durant une année. L'originalité de l'étude a consisté dans l'approche multi-échelle qui a été suivie. On s'est ainsi intéressé à l'évolution hydromécanique, physico-chimique, et microstructurale.

On s'est ainsi rendu compte que la réponse des deux sols traités à la circulation est complètement différente. L'altérite est ainsi très sensible aux processus de dissolution des phases hydratées. Il s'ensuit alors une perte rapide des performances mécaniques. Le limon est lui aussi affecté par les processus de dissolution, mais dans des proportions beaucoup

plus faibles. Les performances mécaniques sont peu altérées, même au bout de 350 jours de circulation. En revanche, on a observé l'existence de deux comportements différents pour le limon que l'on a pu expliquer par la mise en place d'écoulements préférentiels.

Par ailleurs, l'altérite étant fortement dégradée, on a souhaité évaluer l'influence de la durée de la cure sur le comportement du matériau au cours de la circulation. On a alors pu mettre en évidence qu'une cure plus longue, assimilable à un retard de l'arrivée d'eau après le traitement du sol, permet de retarder la dégradation physico-chimique du matériau. La perte de performance est ainsi retardée.

Pour conclure, la réponse d'un sol à la circulation d'eau est essentiellement contrôlée par la microstructure, et notamment par l'organisation initiale du sol. Toutefois, le chapitre précédent ayant montré que celle-ci est fortement impactée par la minéralogie du sol, on peut affirmer qu'au delà de la granulométrie d'un sol, la prise en compte de la minéralogie est essentielle pour appréhender son comportement lors d'une circulation d'eau.

Chapitre 5

APPROCHE DE MODÉLISATION COUPLÉE CHIMIE-TRANSPORT

La dernière partie de cette étude consiste en une approche de modélisation géochimique. Les objectifs de cette étape sont multiples. On souhaite d'abord discriminer les mécanismes mis en jeu et/ou valider ceux proposés lors de l'étude expérimentale, notamment lors d'une circulation d'eau. L'objectif est aussi de quantifier ces mécanismes et d'envisager par la suite des modèles prédictifs pour ces matériaux. De tels modèles pourraient alors servir à tester des conditions différentes, comme par exemple d'autres sollicitations hydriques. Ils pourraient aussi permettre de transposer le modèle conçu à des sols de minéralogie différente et/ou stabilisés avec un autre dosage en chaux et en ciment. Pour cela, il est essentiel de proposer un modèle général. On se basera sur des données cinétiques et thermodynamiques issues de la littérature.

Cette partie de modélisation est effectuée à l'aide du logiciel HYTEC en collaboration avec Laurent De Windt de l'école des Mines de Paris. À noter que pour cette étude, seul le limon de Héricourt est considéré. Ce matériau sert dans cette étude de référence. De plus, l'effet du traitement est fort et durable. Les tendances mises en évidence sont bien marquées.

Ce chapitre s'articule en trois parties. Dans un premier temps, on présentera succinctement les principes du code HYTEC. Dans un deuxième temps, l'élaboration du modèle géochimique à l'aide des essais en suspension (lixiviation statique sans prise en compte d'une dynamique d'écoulement) sera détaillée. Dans un dernier temps, en associant des paramètres hydrodynamiques obtenus par traçage, ce modèle géochimique sera appliqué à la simulation des essais de circulation d'eau.

5.1 CONCEPTS DE MODÉLISATION AVEC HY- TEC

Le code de calcul couplé chimie-transport HYTEC, développé à l'école des Mines de Paris [Van der Lee & De Windt, 2001; Van der Lee *et al.*, 2003], est une plate-forme de simulation modulaire. Il est composé du module de calcul géochimique CHESS, du module de calcul hydrodynamique R2D2, et d'un coupleur MPI.

5.1.1 Le module géochimique CHESS

Le module géochimique CHESS (Van der Lee, 1998) prend en compte l'ensemble des réactions chimiques en solution aqueuse. Dans notre cas, les réactions retenues sont principalement les réactions de dissolution/précipitation, d'échange ionique et de complexation de surface. Les calculs sont basés sur les principes de conservation de la matière (Le Chatelier) selon l'équation 5.1. Dans cette équation, X est un élément chimique, CT est la quantité totale de cet élément dans le système, M_i est une espèce chimique (minérale ou aqueuse) contenant l'élément X avec une stoechiométrie α_i .

$$\sum_i (\alpha(X)_i \times M_i) = CT(X) \quad (5.1)$$

Typiquement, le code CHESS considère les réactions à l'équilibre thermodynamique en milieu aqueux et applique les lois d'action de masse décrites dans l'équation 5.2 pour une réaction chimique décrite par l'équation 5.3.

$$K_j = \prod_i (a_{M_i})^{\alpha_{ij}} = \exp\left(\frac{-\Delta_r G^\circ}{RT}\right) \quad (5.2)$$

$$\alpha_{M1} M_1 + \alpha_{M2} M_2 = \alpha_{M3} M_3 + \alpha_{M4} M_4 \quad (5.3)$$

où K_j est la constante d'équilibre thermodynamique, $\Delta_r G^\circ$ l'enthalpie libre molaire standard de la réaction considérée, R la constante des gaz parfaits, T la température absolue, a_{M_i} l'activité de l'espèce M_i . Différents modèles sont applicables par CHESS pour corriger les activités selon la force ionique de la solution. Le modèle de Debye-Huckel est ainsi appliqué pour les solutions dont la force ionique est inférieure à 0,1 M. Pour des forces ioniques supérieures, les modèles de Davies tronqué (force ionique < 0,5

M) et de B-dot (force ionique < 2 M) sont aussi paramétrés dans CHESS. Le modèle de Davies tronqué a été retenu pour cette étude.

Le code permet aussi de prendre en compte la cinétique réactionnelle, notamment pour la dissolution et la précipitation des phases solides, en se basant sur l'équation 5.4.

$$r = A_m \times k(T) \times a_{H^+}^n \times \left(1 - \frac{Q}{K_S}\right)^\alpha \quad \text{avec} \quad A_m = A_s \times [M] \quad (5.4)$$

Avec r la vitesse de dissolution ou de précipitation du minéral, k la constante cinétique intrinsèque de dissolution ou de précipitation, A_m la surface minérale réactive, a_{H^+} l'activité des ions H^+ qui permet de prendre en compte la dépendance en pH de la dissolution ou de la précipitation, Q est le produit des activités des ions, K_S la constante de solubilité, et enfin α et n des paramètres empiriques. Le terme $(1-Q/K_S)^\alpha$ rend compte de la dépendance de la cinétique en fonction de l'écart de la composition chimique du système par rapport à l'équilibre thermodynamique. A_s est la surface spécifique, et $[M]$ est la concentration en minéral.

Pour terminer, l'influence de la température sur la constante cinétique est introduite dans CHESS sous la forme d'une loi d'Arrhenius, selon l'équation 5.5, où E_a est l'énergie d'activation et A une constante.

$$k(T) = A \times \exp\left(-\frac{E_a}{RT}\right) \quad (5.5)$$

La résolution du système d'équation dans CHESS est effectuée au moyen d'un algorithme de type Newton-Raphson.

5.1.2 Couplage avec un code hydrodynamique dans HYTEC

HYTEC est construit par couplage du code de calcul CHESS avec le code hydrodynamique R2D2 [Lagneau, 2003]. Il est basé sur l'équation de transport réactif suivante :

$$\frac{\partial \omega c_i}{\partial t} + \frac{\partial \omega \bar{c}_i}{\partial t} = \text{div} \left(D \omega \overrightarrow{\text{grad}}(c_i) - c_i \vec{U} \right) = L(c_i) \quad (5.6)$$

dans laquelle ω est la porosité locale du milieu poreux, D est le coefficient de diffusion/dispersion, c_i et \bar{c}_i sont respectivement les concentrations en solution (mobile) et les concentrations fixées (par sorption ou sous forme solide) des éléments chimiques, et \vec{U} est la vitesse de Darcy. Il est possible d'utiliser l'option en double porosité de HYTEC pour simuler des chemins préférentiels et une distribution d'agglomérats. La circulation

est alors uniquement convective, et la dispersion est négligée. L'échange de matière avec les agglomérats ne s'effectue que par diffusion.

Le couplage d'un module chimique et d'un module de transport demande que le système soit discrétisé à la fois spatialement et temporellement. Dans HYTEC, la discrétisation spatiale est réalisée par un découpage du système en volumes finis.

HYTEC fonctionne de manière séquentielle itérative. Cela signifie que les calculs relatifs à la chimie sont séparés de ceux relatifs au transport. Des allers-retours sont alors effectués entre les deux modules de calcul, jusqu'à ce qu'une convergence soit trouvée. Le pas de temps est ensuite incrémenté, et un nouveau cycle de calcul séquentiel est effectué. Si la convergence n'est pas atteinte, le pas de temps est diminué et le calcul relancé. HYTEC permet aussi de simuler la rétroaction de la chimie sur les paramètres d'écoulements et de transport. Ce couplage repose sur l'hypothèse que la rétroaction de la chimie sur l'hydrodynamique peut être décrite à l'aide de la seule variable porosité et d'une loi de type Kozeny-Carman pour la perméabilité. Cette fonctionnalité n'a pas été utilisée pour les présentes simulations. Le principe de fonctionnement de HYTEC est présenté sur la figure 5.1.

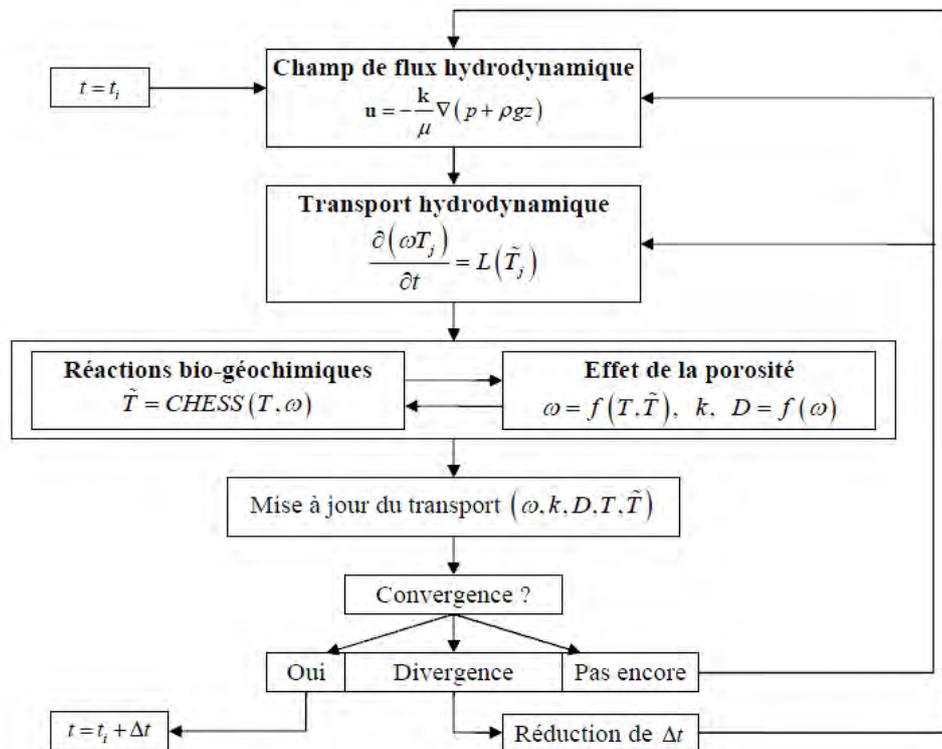


Figure 5.1 – Schéma des actions successives de résolution des équations de transport et de chimie pour un pas de temps donné dans HYTEC [Van der Lee *et al.*, 2003].

5.2 ÉLABORATION DU MODÈLE GÉOCHIMIQUE PAR LA MODÉLISATION DES SUSPENSIONS

Avant même de pouvoir modéliser le comportement des éprouvettes au cours d'une circulation d'eau, il est nécessaire de définir et de calibrer le modèle géochimique. Cela passe d'abord par la prise en compte de la minéralogie du limon de Héricourt (présentée dans le tableau 5.1). Ensuite, une base de données représentative doit être définie afin de décrire son comportement chimique. Enfin, des simulations sont effectuées pour caler le modèle géochimique sur les données expérimentales de l'étude en suspension du limon de Héricourt. Le modèle géochimique validé servira ensuite pour la modélisation des circulations d'eau dans les éprouvettes de limon.

5.2.1 Présentation du modèle géochimique

L'état initial du système pris en compte dans les calculs correspond à celui du limon auquel 1% de chaux et 5% de ciment sont ajoutés, avant le contact avec l'eau déminéralisée (et donc avant l'altération des minéraux). Cette composition chimique initiale est présentée dans le tableau 5.1. Les analyses par DRX tendent à montrer que les feldspaths se présentent sous la forme d'une solution solide de feldspaths sodiques et de feldspaths potassiques. On les considère ici comme un mélange d'albite ($\text{NaAlSi}_3\text{O}_8$) et de microcline (KAlSi_3O_8). Le sodium et le potassium provenant du ciment sont eux introduits sous forme d'oxydes. Cela permet de les représenter sous forme solide et de fixer la quantité totale de ces éléments.

Le système est contraint par le choix d'une base de données représentative en ce qui concerne les données thermodynamiques et cinétiques nécessaires. Les paramètres caractéristiques de dissolution des phases minérales (surface spécifique (A_s) et constante cinétique intrinsèque (k), relatif à l'équation 5.4) ainsi que leur énergie d'activation (relatif à l'équation 5.5) sont présentés dans le tableau 5.1.

Les surfaces spécifiques des minéraux définies ici sont la résultante d'un compromis entre des analyses de BET de la chaux, du ciment et du limon brut, effectuées durant ce travail, et les données répertoriées dans la littérature. On a ainsi fixé que les surfaces réactives des liants sont identiques et égales à $5 \text{ m}^2/\text{g}$. Concernant les minéraux du sol, la surface spécifique du quartz est la plus faible. On l'a fixée ici à $0,1 \text{ m}^2/\text{g}$. À contrario,

des surfaces beaucoup plus importantes ont été retenues pour l'illite et la montmorillonite ($50 \text{ m}^2/\text{g}$) et la kaolinite ($15 \text{ m}^2/\text{g}$), en accord avec les données de la littérature sur les argiles. Les autres minéraux ont des surfaces spécifiques intermédiaires. Concernant les feldspaths (albite et microcline), une surface de $0,5 \text{ m}^2/\text{g}$ est considérée.

Table 5.1 – Composition minéralogique initiale et caractéristiques cinétiques des minéraux.

	concentration [g/L]	As [m ² /g]	log k (25°C) [mol/m ² /s]	n	E _a [kJ/mol]
<i>Chaux</i>					
CaO	1	5	-7	-	-
<i>Ciment</i>					
C3S	2,6	5	-8	-	-
C2S	0,3	5	-9	-	-
C3A	0,7	5	-8	-	-
gypse	0,2	5	-	-	-
K2O	0,015	5	-7	-	-
Na2O	0,0015	5	-7	-	-
Calcite	1,4	0,1	-6		25
<i>Sol</i>					
Albite	1,9	0,5	-13,7	-0.3	70
Goethite	7,5	10	-8	-	90
Illite	9,4	50	-20,7	-0.6	70
Kaolinite	23,5	15	-15,5	-0.3	30
Microcline	7,6	0,5	-14,7	-0.3	70
Montmor.	4,7	50	-14,7	-0.2	50
Quartz	38	0,1	-16,3	-0.5	90

Les constantes cinétiques k , le facteur de dépendance en pH (n), et l'énergie d'activation E_a des minéraux du sol ont été sélectionnées dans la littérature [Kohler *et al.*, 2003; Palandri & Kharaka, 2004; Brantley *et al.*, 2008]. La constante cinétique de la kaolinite provient par contre des travaux de Maubec [2010], et a directement été calculée à partir d'une étude dans une solution de $\text{Ca}(\text{OH})_2$. Concernant la chaux et le ciment, les cinétiques de dissolution des différentes phases qui les composent sont connues pour être nettement plus élevées que celles des minéraux du sol. L'importance relative des cinétiques de dissolution retenues dans les simulations est la suivante : CaO, Na₂O et K₂O très rapides, C₃S et du C₃A rapides, C₂S la plus lente.

Les constantes thermodynamiques des phases solides considérées ici proviennent de la base de données géochimique THERMOCHEM du BRGM [Blanc *et al.*, 2007]. Les silicates de calcium hydratés (C-S-H) sont introduits à l'aide d'une série discrétisée en trois C-S-H de rapport Ca/Si allant de 0,8 à 1,6. L'ensemble des phases solides

considérées pour les calculs, est détaillé dans le tableau 5.2.

Table 5.2 – Phases primaires et secondaires considérées pour les simulations.

Phases primaires	<i>Chaux et ciment :</i> CaO, K ₂ O, Na ₂ O, C ₂ S, C ₃ S, C ₃ A calcite, gypse
	<i>Sol :</i> albite, illite, kaolinite, microcline, montmorillonite, quartz, calcite, goethite (FeO(OH))
Phases secondaires	C-S-H 0.8, C-S-H 1.2, C-S-H 1.6 C ₄ AH ₁₃ , ettringite, gibbsite (Al(OH) ₃) stratlingite (Ca ₂ Al(Al,Si)O ₂ (OH) ₁₀ ,2,25H ₂ O) monocarboaluminate C ₄ A \bar{C} H ₁₁ monosulfoaluminate (CaO) ₃ (Al ₂ O ₃)(CaSO ₄),12H ₂ O hydrotalcite (Mg ₆ Al ₂ (CO ₃)(OH) ₁₆ ,4(H ₂ O)) brucite (Mg(OH) ₂), calcédoine (SiO ₂), SiO ₂ (am) ↔ toutes les phases primaires peuvent précipiter

Les phénomènes d'échanges cationiques sont aussi pris en compte. Leurs constantes de sélectivité sont présentées dans le tableau 5.3. Pour des raisons de simplicité, ils sont intégrés sur un minéral fictif et non réactif. Cela permet principalement d'éviter de séparer la CEC totale via la prise en compte de la contribution de chaque minéraux, qui complexifie le système sans en modifier fondamentalement le comportement.

Table 5.3 – Constantes de sélectivités des échanges cationiques (formalisme de Gaines-Thomas).

Echange cationique	Log K ⁽¹⁾
Na + K ⁺ ⇌ K + Na ⁺	0,60
2 Na + Ca ²⁺ ⇌ Ca + 2 Na ⁺	0,41
2 Na + Mg ²⁺ ⇌ Mg + 2 Na ⁺	0,34

⁽¹⁾ Wersin [2003]

5.2.2 Simulation du système géochimique

5.2.2.1 Évolution chimique

Le code de calcul géochimique CHESS est appliqué pour simuler les essais en suspension présentés au paragraphe 3.3.2.2. En plus du système géochimique défini précédemment, la température et le rapport L/S utilisé lors des essais expérimentaux sont pris en compte. Pour rappel, ces essais avaient été conduits à 20°C et à 50°C avec un rapport L/S de 10. La figure 5.2 compare les résultats expérimentaux de la composition chimique de la solution avec les résultats simulés sur une durée de 300 jours.

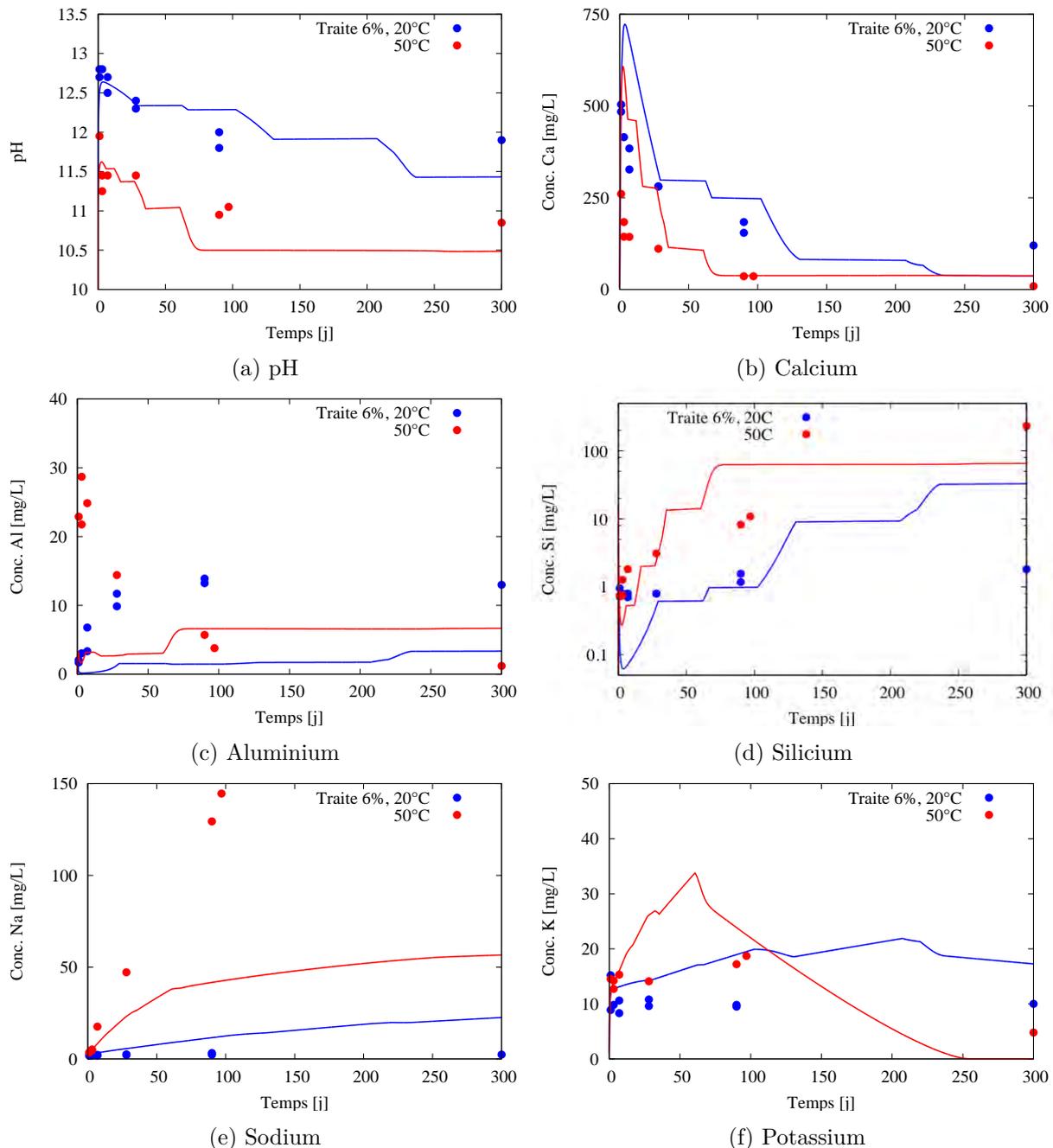


Figure 5.2 – Comparaison des résultats expérimentaux de la composition chimique de la solution dans les essais en suspension (points) avec les résultats simulés avec CHES (trait continu).

D'une manière générale, les simulations reproduisent plutôt bien les tendances observées expérimentalement. C'est ainsi le cas pour le pH et la concentration en calcium même si le calcium est surestimé aux courtes échéances (figures 5.2a et 5.2b). L'aluminium est lui systématiquement sous-estimé (figure 5.2c). La libération du silicium est un peu trop rapide mais suit assez bien les points expérimentaux (figure 5.2d). Concernant le sodium (figure 5.2e), la concentration à 50°C est nettement sous-estimée. Cet élément

provient essentiellement de la dissolution de l'albite. En modifiant sa vitesse de dissolution et son énergie d'activation, il n'a pourtant pas été possible de mieux expliquer son évolution à 50°C. L'allure de l'évolution du potassium (figure 5.2f) est quant à elle bien retranscrite, même si les cinétiques et l'importance des mécanismes dans lequel cet élément entre en jeu, paraissent légèrement surestimés.

La figure 5.3 présente les évolutions du calcium, du sodium, du magnésium et du potassium fixés sur les sites d'échanges. Dès les tous premiers jours de mise en suspension, la forte concentration en calcium, liée à l'ajout de chaux et de ciment, provoque une saturation complète des sites d'échanges en calcium. Au cours du temps, une substitution de ce calcium par du sodium et du potassium est mise en évidence. Elle est cependant faible, puisque 94% des sites sont encore saturés par du calcium. En fraction équivalente, la proportion de sites saturés en sodium et en potassium n'est respectivement que de 2% et 4%. Le magnésium adsorbé est quant à lui immédiatement libéré en solution. Il est ensuite rapidement immobilisé sous forme d'hydroxydes de magnésium (hydratalcite) très peu soluble, et ne participe pas aux réactions d'échanges tant que le pH reste alcalin.

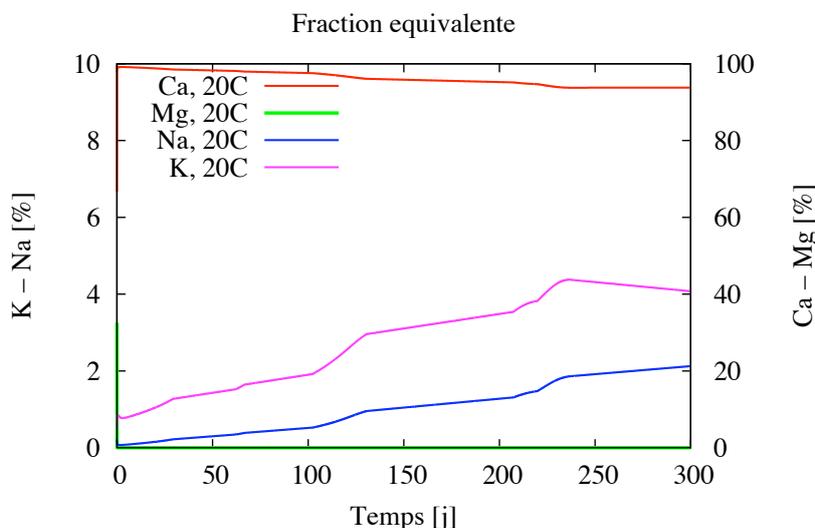


Figure 5.3 – Évolutions simulées des cations fixés sur les sites d'échanges.

5.2.2.2 Évolution simulée des composés secondaires

La figure 5.4 présente les évolutions simulées des composés secondaires formés. La formation des C-S-H apparaît immédiate et rapide, mais après une quarantaine de jours, leur quantité évolue peu (figure 5.4a). Par contre, les C-S-H s'appauvrissent progressivement en calcium via la transformation des C-S-H de rapport Ca/Si = 1,6, d'abord en C-S-H de rapport Ca/Si = 1,2, puis en C-S-H de rapport Ca/Si = 0,8. Cette décalcification est concomitante à la baisse de pH (figure 5.2a). D'après l'allure de ces

courbes, la discrétisation des C-S-H en trois composés de différents rapports Ca/Si paraît adéquate pour rendre compte de l'évolution du système. Concernant les autres produits secondaires considérés dans le modèle (figure 5.4b), du monocarboaluminate se forme immédiatement puis disparaît au bout de quarante jours. A partir du moment où il disparaît, la simulation indique la formation de C-A-S-H. L'ettringite, pour sa part, ne se forme qu'en faible quantité. Elle se dissout progressivement et disparaît au bout de 230 jours. Enfin, de la gibbsite semble précipiter à long terme, mais en très faible quantité. Le monosulfoaluminate, n'est pas présenté ici car la dissolution de l'ettringite à plus long terme ne conduit pas à sa formation.

Finalement, les courbes à 50°C (figures 5.4c et 5.4d) indiquent exactement la même évolution qu'à 20°C. Seules les cinétiques sont plus rapides à température plus élevée. La modélisation rend donc bien compte que la température ne modifie pas les mécanismes réactionnels, mais modifie leurs cinétiques.

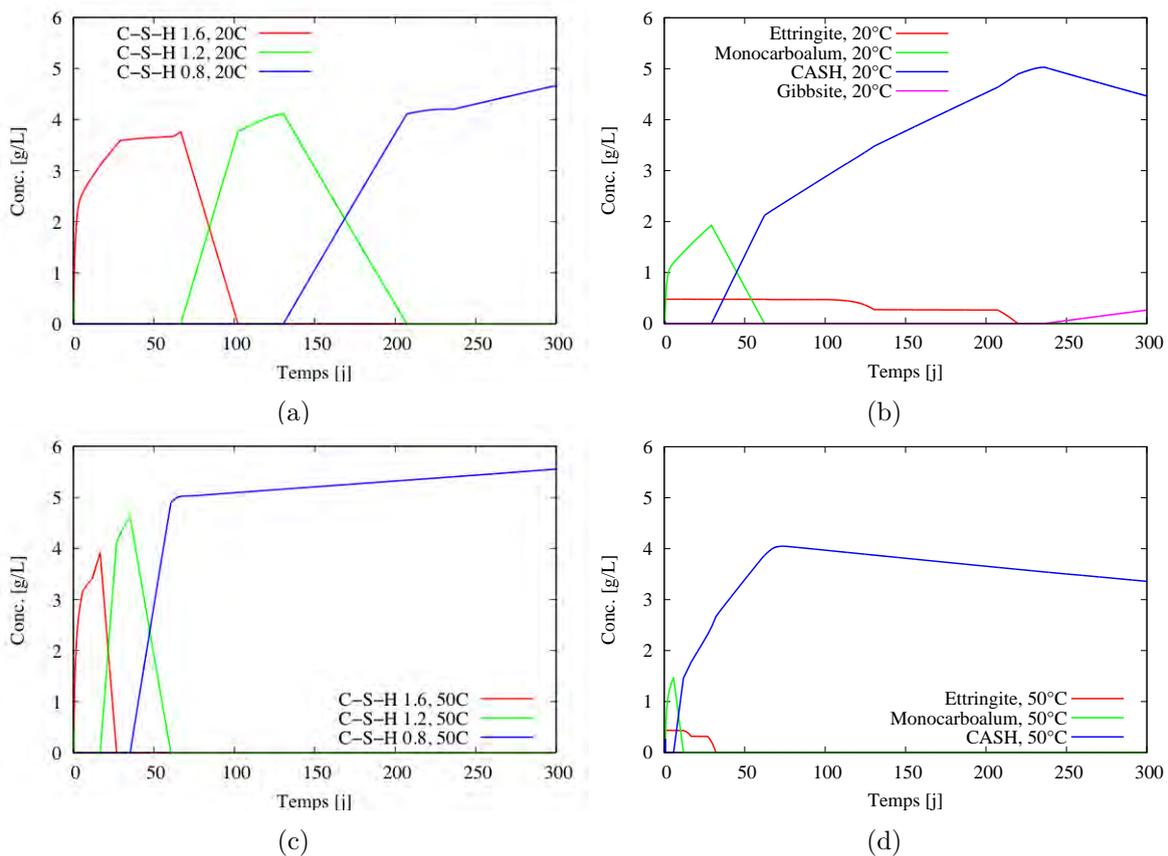


Figure 5.4 – Évolutions simulées des produits secondaires à 20°C (a,b) et à 50°C (c,d).

5.2.2.3 Évolution simulée de la minéralogie du sol

Les évolutions simulées des minéraux initialement présents sont présentées sur la figure 5.5. La simulation indique que les minéraux qui se dissolvent le plus sont la

montmorillonite et la kaolinite. L'albite se dissout elle aussi, mais dans un degré moindre. La microcline et l'illite se dissolvent encore moins rapidement, mais toutes deux, dans le même ordre de grandeur. Le quartz se dissout quant à lui légèrement à long terme, alors que la goethite ne se dissout pas du tout. Enfin, la précipitation de kaolinite, de microcline et d'illite est mise en évidence à long terme.

L'étude expérimentale n'avait pas permis de mettre en évidence cette évolution minérale. Elle est par contre cohérente avec plusieurs études qui montrent la précipitation de ces minéraux dans des solutions alcalines riches en aluminium, silicium, potassium et sodium [Eberl *et al.*, 1993; Bauer & Berger, 1998; Bouchet *et al.*, 2004]. Leur formation peut être associée à la sous-estimation des concentrations en potassium pour les longues échéances à 50°C. La précipitation de ces phases est certainement un peu trop importante. Cependant, il s'avère que le blocage de cette précipitation dans le code de calcul conduit à une moins bonne explication des concentrations en silicium et aluminium à long terme.

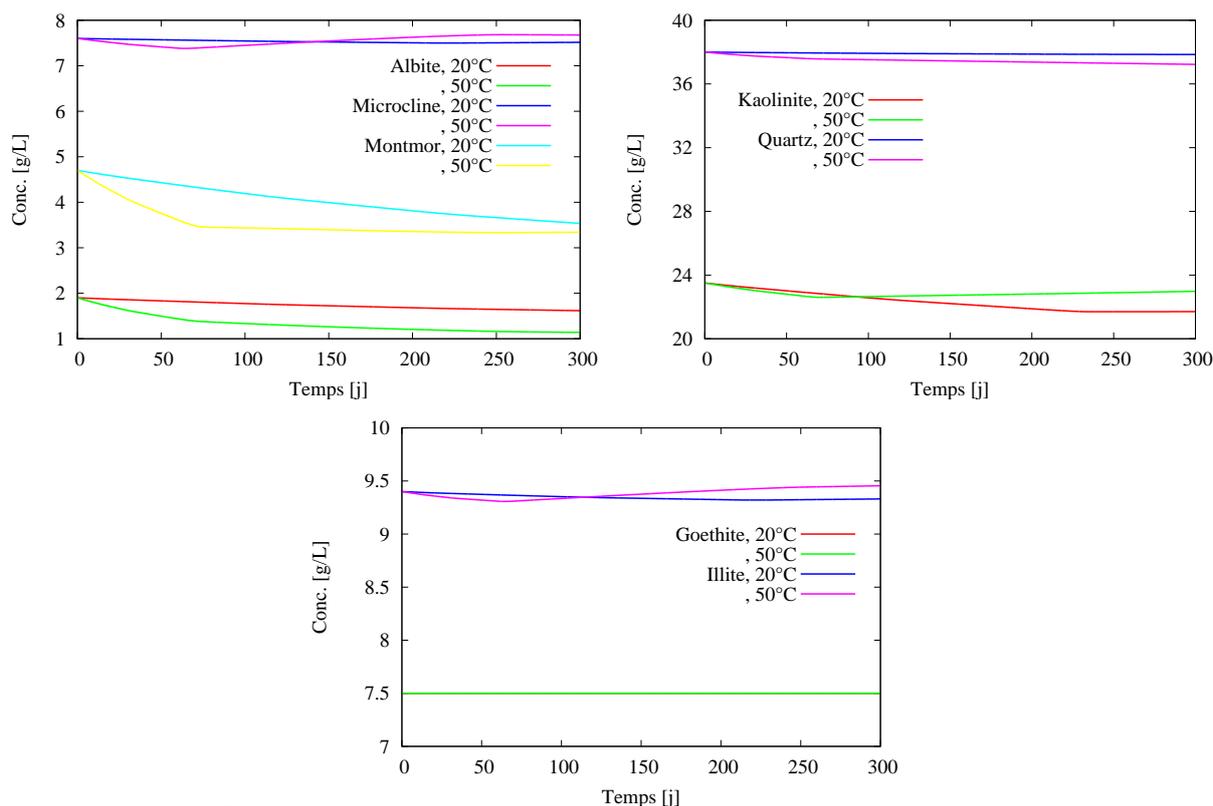


Figure 5.5 – Évolutions simulées des minéraux constitutifs du limon à 20°C et à 50°C.

5.2.3 Évolution simulée durant les premiers jours

La mise en solution de calcium et d'ions HO^- est rapide. On se propose d'utiliser cet outil de modélisation pour étudier l'évolution du système géochimique durant les premiers

instants de la mise en suspension. La figure 5.6 présente tout d'abord l'évolution simulée des principales phases des liants durant les 7 premiers jours suivant la mise en suspension. Les autres phases, et notamment les minéraux du sol ne sont pas présentées. On suppose en effet que les cinétiques de dissolution sont nettement plus lentes. La chaux et le C_3S sont très rapidement consommés. La dissolution du C_2S est quant à elle beaucoup plus lente. En parallèle, la simulation montre une augmentation de la quantité de C-S-H.

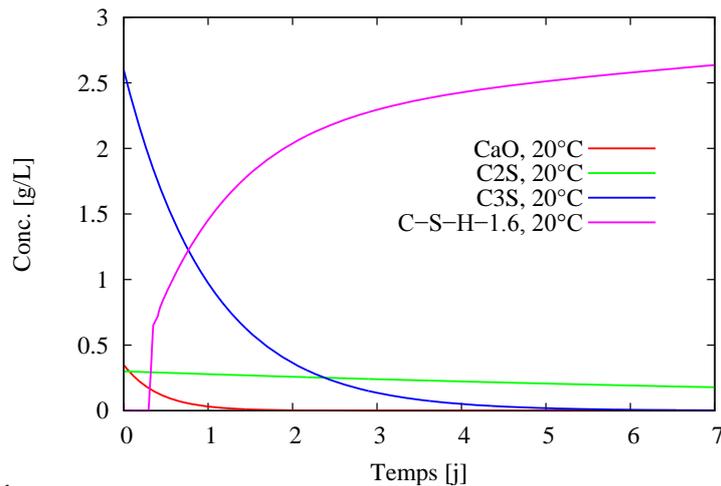


Figure 5.6 – Évolution simulée des principales phases des liants au début de la mise en suspension.

Les évolutions simulées du pH et de la concentration en calcium durant les 7 premiers jours sont pour leur part présentées sur la figure 5.7. Tous deux augmentent alors rapidement. Le pH atteint alors 12,6 en 1 jour, et la concentration en calcium atteint 750 mg/L au bout de 3 jours.

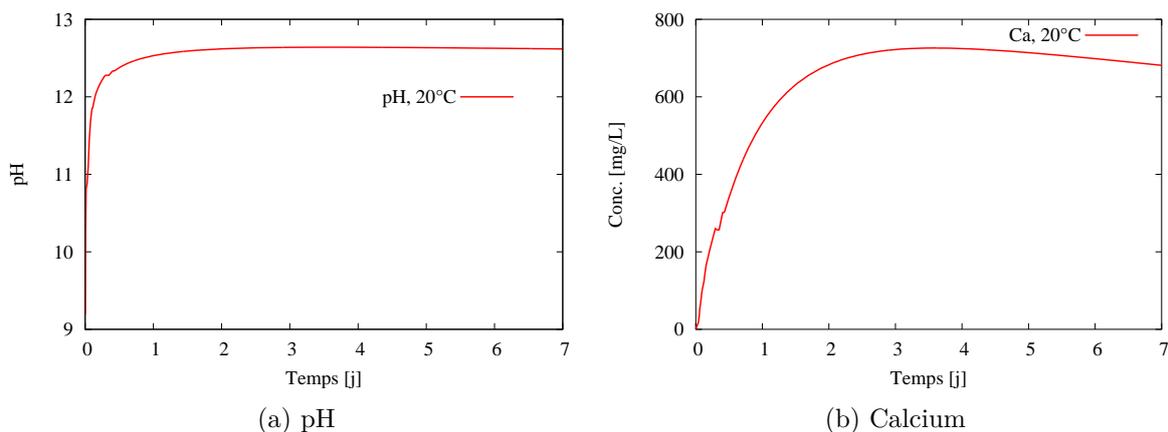


Figure 5.7 – Évolutions simulées du pH (a) et de la concentration en Ca (b) au début de la mise en suspension.

Les évolutions simulées du calcium, du sodium, du magnésium et du potassium fixés sur les sites d'échanges sont présentées sur la figure 5.8. On se limite cette fois-ci au premier jour. L'évolution entre 1 et 7 jours n'est pas significative. Les sites d'échanges (portés

par la montmorillonite) sont initialement occupés par du magnésium et du calcium, et du potassium (1% seulement). La simulation montre que l'ajout de chaux et de ciment conduit à une substitution rapide du magnésium par du calcium. Le potassium adsorbé est quant à lui stable le premier jour suivant l'ajout de chaux et de ciment. La quantité de magnésium libéré dans la solution est cependant très faible. Cet élément précipite alors immédiatement sous forme d'hydrotalcite très peu soluble.

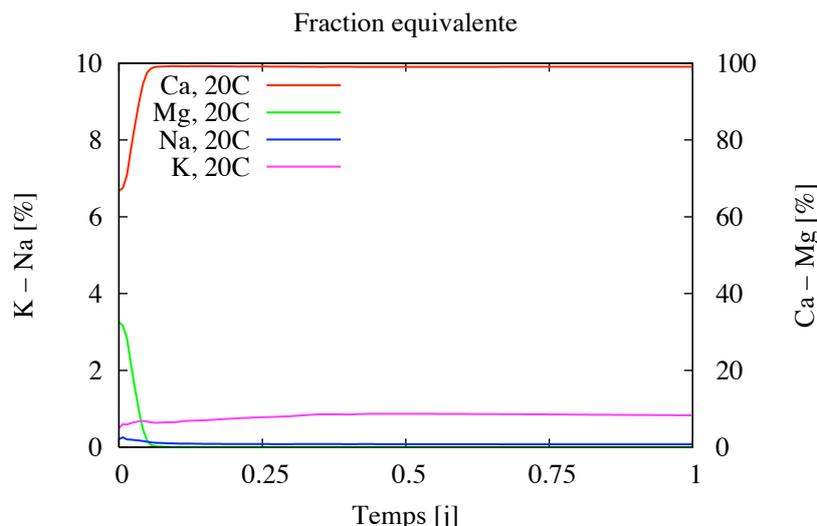


Figure 5.8 – Évolutions simulées des cations fixés sur les sites d'échanges à court terme.

5.2.4 Synthèse

Le modèle géochimique permet globalement de bien décrire les résultats expérimentaux pour les essais en suspension. Les tendances sont en effet bien reproduites. La dissolution de la chaux et du ciment débute immédiatement au contact de l'eau et conduit à une libération importante de calcium et d'ions HO^- . Dès lors que la chaux et le ciment s'hydratent, le calcium s'échange d'abord avec les cations labiles, et ce, jusqu'à la saturation complète des sites d'échange en calcium. Celle-ci est effective en quelques heures. Lorsque la quantité de calcium en solution devient suffisante, il est consommé dans la formation de C-S-H. Cette étape débute rapidement (au bout d'une demi-journée environ).

Les calculs retranscrivent bien, ensuite, les chutes à court terme du pH et de la concentration en calcium. Elles sont clairement expliquées par la précipitation de C-S-H. Ceux-ci sont initialement caractérisés par un haut rapport Ca/Si. D'après la modélisation, la quantité de C-S-H augmente rapidement durant 40 jours. Cependant, leur formation ralentit ensuite considérablement. Cela s'explique par le fait que le calcium et les ions HO^-

ne sont désormais plus consommés dans la formation de C-S-H supplémentaires, mais pour la conversion progressive des C-S-H de haut rapport Ca/Si en C-S-H de rapport Ca/Si plus bas. La diminution de la quantité de calcium en solution et du pH qui en résulte provoque parallèlement une désaturation progressive en calcium des sites d'échanges. Le calcium sorbé est, en effet, substitué lentement par les cations qui sont disponibles en solution, en l'occurrence du sodium et du potassium.

Des études de sensibilité ont été effectuées afin de comprendre l'influence des minéraux sur le comportement du système. L'évolution du sodium est tout d'abord liée au comportement des feldspaths sodiques. Leur dissolution est lente et conduit à une libération de faibles quantités de sodium à court terme. En revanche, on n'explique pas la forte libération de sodium à long terme que l'on avait observée expérimentalement. L'adsorption de sodium est bien trop faible pour expliquer la différence entre les concentrations mesurées et calculées. Le ralentissement de la dissolution des feldspaths sodiques explique certainement cette différence. Il est d'ailleurs étroitement lié à l'évolution du pH de la solution. Cependant, des mécanismes qui n'ont pas été identifiés semblent aussi être mis en jeu.

La dissolution immédiate du K_2O du ciment explique la quantité initiale de potassium en solution. Par la suite, son évolution est surtout gouvernée par le comportement de l'illite. L'influence de la dissolution des feldspaths potassiques est effectivement moindre. L'augmentation, puis la diminution de la concentration en potassium sont ainsi liées à la dissolution, puis à la précipitation de l'illite. Cependant, et là encore, les variations de la quantité simulée de potassium en solution sont un peu trop importantes. Cela traduirait une surestimation de la réactivité de l'illite dans le modèle géochimique. Là encore, cela pourrait s'expliquer par une dépendance en pH un peu élevée et conduisant à une précipitation trop rapide de ce minéral. Une meilleure prise en compte de l'équilibre ionique dans les C-(A)-S-H (compensation par des alcalins du déficit de charge causé par la substitution de Si^{4+} par du Al^{3+}), qui n'a pas été optimisé durant cette étude, pourrait aussi permettre de mieux expliquer le comportement du potassium en solution.

D'une manière générale, c'est en fait l'ensemble des mécanismes réactionnels simulés (dissolution des minéraux, formation de phases secondaires) qui paraissent un peu trop rapides. C'est d'ailleurs surtout le cas à long terme. Cela est notamment mis en évidence par des chutes trop importantes du pH et de la quantité de calcium en solution, mais aussi par une augmentation de la concentration en silicium qui s'effectue trop tôt et trop fortement.

Globalement, et pour terminer, des études de sensibilité ont montré que la montmorillonite a la plus grande influence sur le comportement du limon. La kaolinite a aussi une influence assez élevée, mais moins importante que la montmorillonite. Viennent ensuite les feldspaths sodiques, dont l'influence est assez mesurée. L'illite, les feldspaths potassiques, et le quartz se dissolvent quant à eux de manière très faible et n'ont pas d'influence significative sur le comportement global du sol. Finalement la goethite ne se dissout pas du tout.

5.3 APPLICATION DU MODÈLE GÉOCHIMIQUE À LA SIMULATION DES ESSAIS DE CIRCULATION

Les simulations des essais en suspension, qui viennent d'être présentées, ont permis de valider le modèle géochimique. Afin de simuler les essais de circulation d'eau dans les éprouvettes, le code de calcul géochimique est couplé au code de calcul hydrodynamique R2D2. Dans ce chapitre, on présentera d'abord les paramètres définis dans HYTEC pour simuler les essais expérimentaux de circulation. Ensuite, les résultats de la simulation seront présentés et comparés aux résultats expérimentaux.

5.3.1 Définition et paramètres du système

Dans un premier temps, la géométrie du système doit être définie. Un domaine rectangulaire de 10 cm de longueur et de 5 cm de largeur est utilisé pour modéliser l'éprouvette. Le maillage mono-dimensionnel (1D) est constitué de mailles rectangulaires de 0,2 cm par 5 cm (figure 5.9).



Figure 5.9 – Schéma du maillage considéré dans une éprouvette de 10×5 cm.

La porosité totale (ω) de la colonne est définie grâce aux données expérimentales selon l'équation 5.7 (dans laquelle ρ_d et ρ_s représentent respectivement la masse volumique du sol et la masse volumique des grains) égale à 37%.

$$\omega = 1 - \frac{\rho_d}{\rho_s} \quad (5.7)$$

On considère que l'écoulement s'effectue dans un milieu homogène et est régi par les équations de convection-dispersion (CDE). Il est donc régulé uniquement par les phénomènes convectifs et dispersifs. Un modèle à double porosité a été considéré, avec une répartition de la porosité totale en une porosité inter-agglomérats et une porosité intra-agglomérats (*cf.* tableau 5.4). La circulation s'effectue alors uniquement dans la porosité inter-agglomérats, avec échanges diffusifs entre les agglomérats et cette porosité circulante. La chimie a aussi été affinée. On considère la circulation au contact des phases cimentaires et la chimie du sol non traité dans les zones intra-agglomérats. Cela permet ainsi de retranscrire les observations microscopiques du sol traité (figure 3.9b).

Table 5.4 – Propriétés physiques de la colonne en double porosité.

Paramètre		Inter-agglomérat	Intra-agglomérat ⁽¹⁾
Porosité	[%]	0,20	0,17
Coeff. diffusion pore	[m ² /s]	10 ⁻¹⁰	10 ⁻¹⁰
Dispersivité	[m]	2,2×10 ⁻²	-
Perméabilité	[m/s]	2 10 ⁻⁹	-

⁽¹⁾ Taille moyenne des agglomérats = 2 mm.

Des essais expérimentaux de traçage à l'aide d'un élément non réactif au sein de l'éprouvette ont permis de déterminer une dispersivité de 22 mm. Le coefficient de diffusion est quant à lui fixé à 10⁻¹⁰ m²/s. La simulation est effectuée en régime permanent et saturé en eau. Cependant, afin de rendre compte de la diminution de la perméabilité et du débit au cours de la circulation, les vitesses de Darcy imposées dans HYTEC ne sont pas fixes. Elles sont imposées pas a pas en fonction des mesures expérimentales de perméabilité.

Le modèle géochimique utilisé correspond à celui présenté dans le paragraphe précédent. Cependant, deux modifications sont effectuées. Tout d'abord, la minéralogie du sol est ajustée. En effet, les proportions minéralogiques de la fraction inférieure à 40 μm (utilisée pour la simulation des suspensions) sont légèrement différentes de celles de la fraction inférieure à 5 mm, considérée ici. L'autre ajustement concerne la prise en compte de la chaux et du ciment dans le modèle. Leur hydratation est bien avancée lors de la mise

sous circulation des éprouvettes, puisqu'elles ont auparavant subi 28 jours de cure. Il faut donc considérer initialement la présence de composés secondaires. Cependant, afin d'éviter des erreurs d'ajustement des capacités échanges cationiques si l'on considère directement les phases hydratées, on a préféré introduire la chaux et le ciment sous leur forme anhydre. Leur cinétique de dissolution ont par contre été fixées à une valeur considérablement plus grande ($k = 10^{-2} \text{ mol/m}^2/\text{s}$). La formation des composés secondaires est alors immédiate dès le début de la circulation.

5.3.2 Simulation des essais de circulation

5.3.2.1 Traceur

Dans un premier temps, des résultats expérimentaux de traçage sont simulés afin de valider le choix des paramètres hydrodynamiques, en l'occurrence, la perméabilité, le coefficient de diffusion, la dispersivité et la porosité inter et intra-agglomérats. Le traçage est effectué expérimentalement par l'injection dans les éprouvettes d'une solution de bromure de potassium à 10^{-2} mol/L , en lieu et place de l'eau déminéralisée. Les conditions de pression restent inchangées. La concentration en ions bromures (traceur non réactif) en sortie d'éprouvette est alors suivie. La figure 5.10 compare l'évolution de la concentration en ions bromures simulée et celle mesurée dans les lixiviats. Elle montre qu'en prenant en compte des données présentées dans le tableau 5.4, le code de calcul permet de plutôt bien reproduire les résultats expérimentaux en termes d'écoulement.

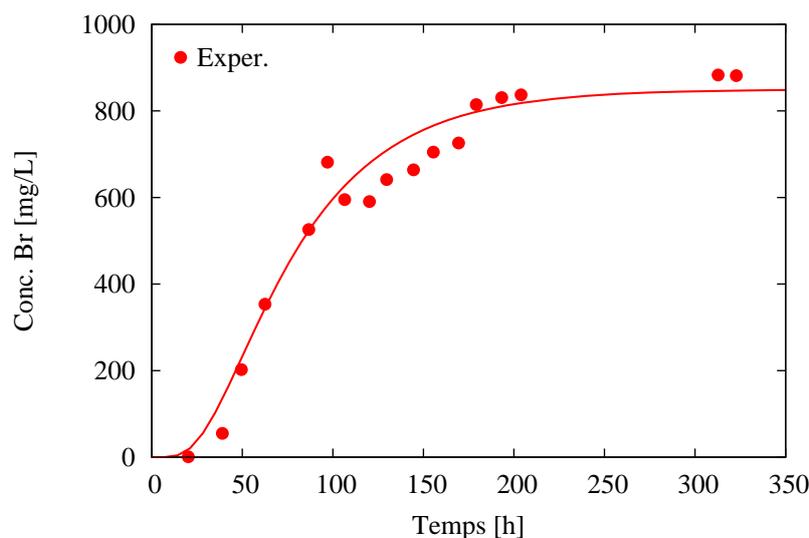


Figure 5.10 – Comparaison de l'évolution expérimentale (points) et simulée (trait) de la concentration en traceur.

5.3.2.2 Évolution de la composition chimique des lixiviats

Les simulations sont effectuées pour 300 jours de circulation à l'aide du code de calcul couplé chimie-transport HYTEC. La figure 5.11 compare l'évolution de la chimie des lixiviats simulée avec les résultats expérimentaux. Les calculs sont effectués en considérant une percolation dans une éprouvette de limon traité (et ayant subi 28 jours de cure avant la circulation) et dans une éprouvette de limon brut.

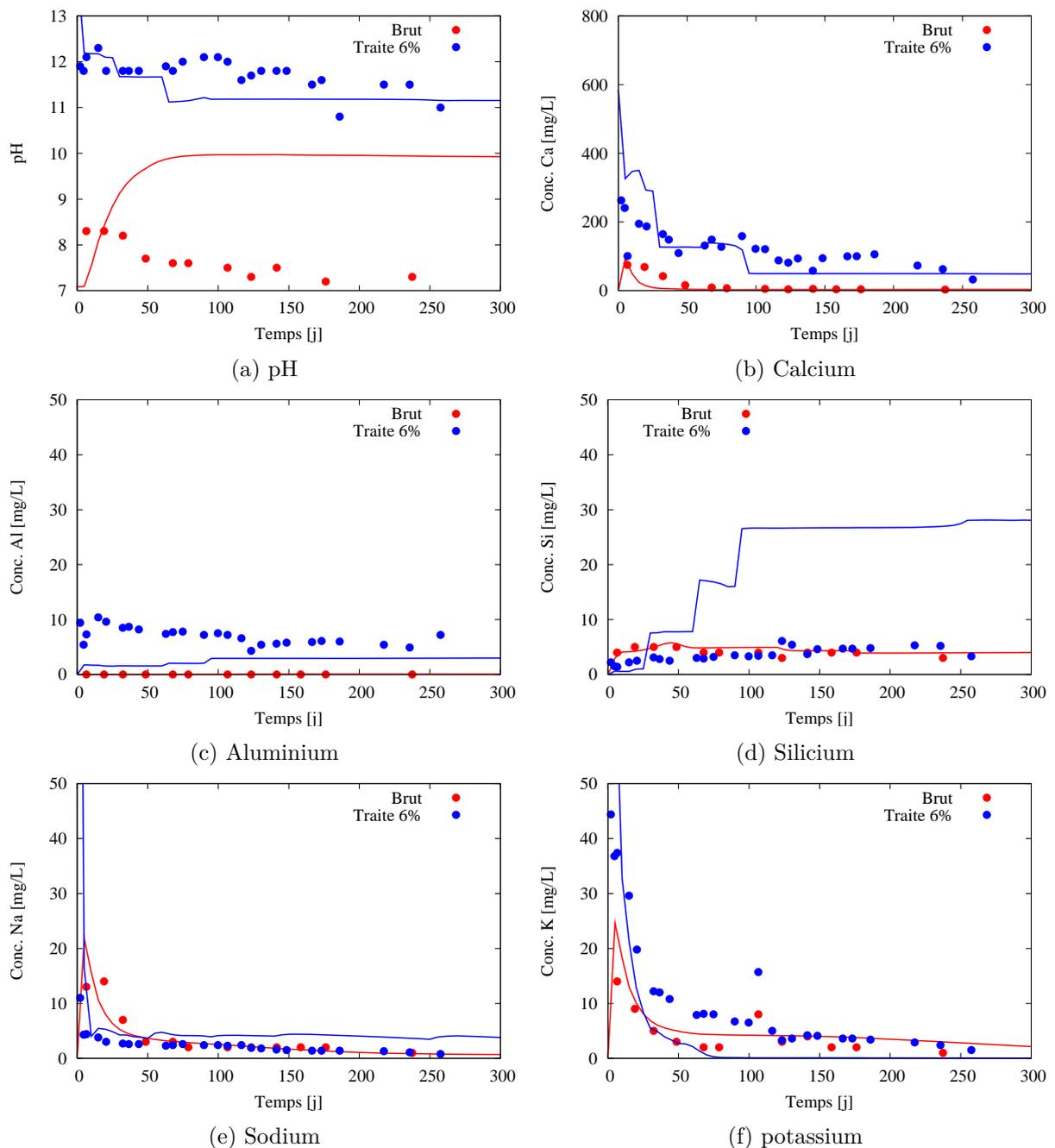


Figure 5.11 – Comparaison des résultats expérimentaux de la composition chimique des lixiviats lors des essais de circulation (points) avec les résultats simulés avec HYTEC (trait continu).

Concernant les éprouvettes de limon brut, le pH est compliqué à modéliser (figure 5.11a). Il est ainsi nettement surestimé et apparaît fortement tamponné par la calcite. Celle-ci a été légèrement surestimée afin de pouvoir retranscrire l'évolution du calcium au début de la circulation. Les concentrations simulées pour les autres cations sont par contre assez proches des résultats expérimentaux. Les concentrations en aluminium, silicium, sodium et potassium sont alors faibles, indiquant que les phénomènes de dissolution dans le sol brut sont faibles, et que le matériau est stable chimiquement.

Les résultats simulés pour les éprouvettes de limon traité reproduisent de manière satisfaisante les résultats expérimentaux. Les évolutions simulées du pH et du calcium indiquent bien une diminution progressive. Leurs valeurs initiales sont néanmoins un peu élevées et leur décroissance légèrement trop rapides (figures 5.11a et 5.11b). De la même manière que pour la simulation géochimique sans prise en compte de l'hydrodynamique, l'aluminium apparaît compliqué à reproduire par la modélisation (figure 5.11c). Là encore, il est fortement sous-estimé. Le silicium (figure 5.11d) est bien modélisé durant les 30 premiers jours, mais il augmente fortement ensuite, traduisant une dissolution trop rapide. Le sodium (figure 5.11e) est surestimé au départ mais est bien simulé par la suite. En ce qui concerne le potassium (figure 5.11f), sa chute est un peu trop brutale.

5.3.2.3 Évolution des hydrates dans les éprouvettes

La figure 5.12 montre l'évolution simulée des C-S-H par HYTEC dans une éprouvette soumise à circulation.

Elle indique une décalcification des C-S-H de rapport $\text{Ca/Si} = 1,6$ vers des C-S-H de rapport $\text{Ca/Si} = 0,8$. Cette décalcification est progressive et s'effectue via le passage par un C-S-H de rapport Ca/Si intermédiaire. Les profils de dissolution indiquent, qu'à un instant donné, les C-S-H en amont de l'éprouvette sont ainsi systématiquement de plus faible rapport Ca/Si que les C-S-H en aval. La décalcification des C-S-H s'effectue donc d'amont en aval. Ceci est à l'image de l'évolution dans le temps des C-S-H dans la modélisation des essais en suspension.

Au bout de 25 jours de circulation (figure 5.12b), les C-S-H de rapport $\text{Ca/Si} = 1,6$ ont quasiment disparu. Ils sont remplacés par des C-S-H de rapport $\text{Ca/Si} = 1,2$, qui eux même disparaissent rapidement, puisque la partie aval n'en contient déjà plus. La dissolution des C-S-H dans l'éprouvette est finalement très avancée au bout de 300 jours de circulation (figure 5.12d). A cette échéance, ils ont même totalement disparu des deux

premiers centimètres de l'éprouvette. Dans le reste de l'éprouvette, ne subsistent, en outre, que des C-S-H de faible rapport Ca/Si.

L'évolution simulée du volume occupé par la fraction solide dans l'éprouvette a été calculée. Celle-ci diminue légèrement au cours du temps du fait surtout de la dissolution des C-S-H. Cela traduit donc une augmentation du volume poral total. La modélisation indique donc que la diminution de la perméabilité qui est observée expérimentalement, n'est pas due à un comblement de la porosité.

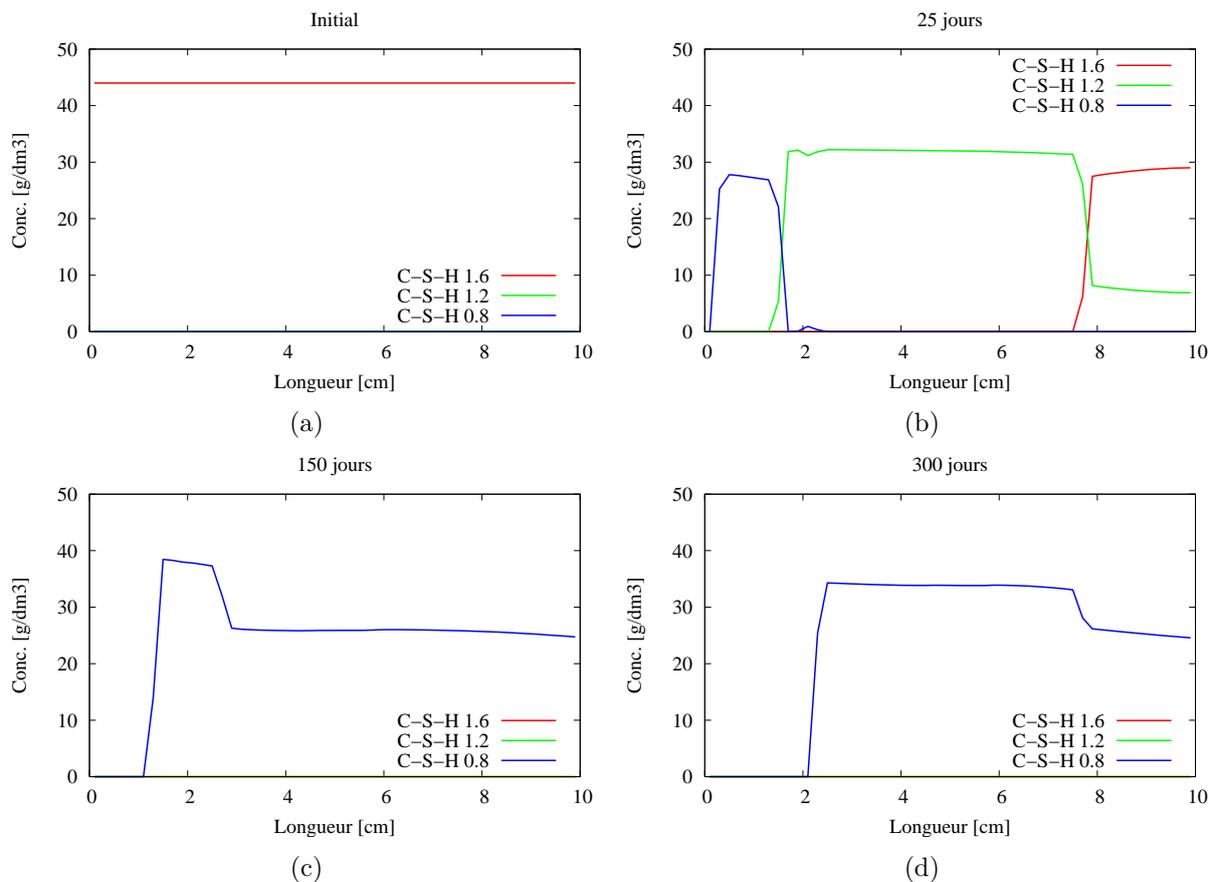


Figure 5.12 – Évolution simulée des C-S-H dans les éprouvettes au cours de la circulation.

5.3.3 Discussion

De ces simulations couplées chimie/transport, il ressort tout d'abord, que les éprouvettes de sol brut sont difficiles à modéliser, surtout en termes de pH. Cette constatation est principalement due au fait que les réactions chimiques qui s'y produisent sont peu importantes, et peu marquées. Cela est confirmé par les faibles concentrations en cations dans les lixiviats, que ce soit dans le cas des résultats expérimentaux et dans les simulations. Par ailleurs, la valeur du pH dans les calculs correspond au pH d'équilibre

de la calcite, dont la cinétique de dissolution est rapide. La prise en compte d'un pré-équilibre de la solution d'injection avec le CO₂ atmosphérique ne suffit pas à diminuer ce pH calculé.

La modélisation des éprouvettes de sol traité est par contre plus aisée, car les mécanismes sont bien plus affirmés. Il apparaît clairement que le comportement chimique du matériau est piloté par les C-S-H. La diminution du pH est ainsi reliée à une modification de la stœchiométrie des C-S-H en équilibre avec le fluide circulant. Initialement caractérisés par un fort ratio Ca/Si, ils se décalcifient fortement au début de la circulation. Par contre, ils subsistent nettement plus longtemps lorsqu'ils sont sous la forme de C-S-H de faible ratio Ca/Si. Ils semblent donc de moins en moins atteints par la dissolution, au fur et à mesure que leur ratio Ca/Si diminuent. Par ailleurs, leur dissolution s'effectue d'amont en aval de la circulation. Cela s'explique par le fait que la solution percolante s'enrichit progressivement en calcium et en ions HO⁻ au fur et à mesure qu'elle avance dans l'éprouvette (et donc que les C-S-H se dissolvent). Elle devient alors de moins en moins agressive pour les C-S-H en aval, qui sont donc partiellement protégés, et ce tant que d'autres se dissolvent en amont.

Il est aussi intéressant de préciser que cette décalcification est associée à une augmentation progressive et importante de la concentration simulée en silicium dans les lixiviats. Expérimentalement, la quantité de silicium en solution est nettement moins importante. Il est probable que la décalcification des C-S-H conduisent à la formation d'un gel de silice, que la modélisation reproduit mal. En effet, les résultats de calcul ne montrent pas la formation de silice amorphe, ou de polymorphes comme la chalcédoine. Une meilleure prise en compte de la dissolution non congruente des C-S-H pourrait ainsi être envisagée.

Les évolutions présentés ici sont le résultat de calculs considérés avec un modèle à double porosité. On note cependant qu'elles sont très proches de celles obtenues avec un modèle à simple porosité sans prise en compte de diffusion dans les agglomérats. Encore une fois, cela confirme que le système est piloté par les phases cimentaires. Les différences entre les deux comportements correspondant aux deux populations d'éprouvettes (P1 et P2) observées expérimentalement n'ont par contre pas été reproduites durant ce travail.

La simulation met en évidence que la décalcification des C-S-H est très importante. Au bout de 300 jours, 72% du calcium contenu initialement dans les C-S-H a ainsi disparu. A ce stade, les données expérimentales indiquent cependant que seulement 14%

du calcium est lessivé (figure 4.6). Durant cette étude de modélisation, on a considéré que l'intégralité des phases étaient atteintes par la circulation. Cette approximation n'était pas représentative d'un matériau réel. On avait bien mis en évidence lors de l'étude expérimentale de la cure et de la circulation que des C-S-H sont isolés des chemins de circulation. On avait d'ailleurs proposé qu'il devait représenter une part importante de la quantité totale d'hydrates. Cependant, ce couplage avec la modélisation est un argument supplémentaire permettant d'affirmer que les C-S-H sont majoritairement protégés de la circulation dans le limon de Héricourt. Par contre, les C-S-H qui sont atteints par la circulation, dont on a pu observer dans le chapitre précédent la structure effilochée, sont bel et bien très fortement dégradés. En couplant à l'évolution des résistances en compression simple, cela indique bien que le maintien des performances est en grande partie conditionné par la présence d'hydrates protégés des chemins de circulation d'eau. Une eau faiblement chargée conduit alors à terme inévitablement à leur dégradation totale.

D'après la simulation, une ouverture de la porosité au cours du temps est aussi mise en évidence. Les processus de dissolution (phases hydratées surtout) ont donc une influence prépondérante par rapport aux processus de précipitation (calcite, autres composés secondaires). La diminution de perméabilité observée expérimentalement au cours de la circulation, ne serait donc pas imputable à un comblement de la porosité.

Pour finir, la modélisation indique globalement une évolution assez abrupte dans le temps alors que les données expérimentales montrent plutôt une libération des éléments chimique s'étalant un peu plus dans le temps. Ce point met en évidence la nécessité de continuer et améliorer la modélisation des résultats expérimentaux.

5.4 CONCLUSION

Pour conclure, cette approche de modélisation est plutôt encourageante. Le modèle géochimique prend ainsi en compte l'essentiel des processus mis en jeu dans les sols traités et permet de retranscrire assez bien les observations expérimentales. Néanmoins, certains mécanismes réactionnels sont difficiles à reproduire, comme ceux expliquant les évolutions de la concentration en calcium et du pH aux courtes échéances. De même, les mécanismes réactionnels simulés semblent encore trop rapides à long terme. A l'heure actuelle, il est apparu que ces divergences à long terme n'ont pas pu être corrigées sans

détériorer les résultats simulés à court terme. De futurs travaux devront se pencher sur ces problématiques.

Ce code de calcul géochimique a été couplé avec un code de transport. Le sol non traité est compliqué à modéliser. Par contre le comportement d'un sol traité et compacté lors d'une circulation d'eau, est bien reproduit. Le système chimique est bel et bien conditionné par les phases cimentaires, et la dissolution des C-S-H ressort bien comme un facteur clé, quant à l'explication des éléments relargués. Le modèle à double porosité qui a été testé ne fournit pas de résultats sensiblement différents. Cependant, des approfondissements seraient certainement à envisager pour tester l'influence de trajets préférentiels de circulation d'eau. L'objectif serait ainsi de répondre à la différence de comportement des deux types d'éprouvettes qui a été mise en évidence expérimentalement.

Dans des travaux futurs, il serait en outre intéressant de préciser le modèle d'hydratation du ciment. L'objectif serait notamment de considérer un ciment déjà hydraté pour la simulation des essais de circulation avec HYTEC. Cela pourrait alors être intéressant pour simuler des circulations d'eau sur des matériaux stabilisés avec d'autres dosages.

Quoi qu'il en soit, le modèle est d'ores et déjà calé de manière satisfaisante par rapport aux résultats expérimentaux acquis pendant 300 jours. Des études prédictives à plus long terme peuvent donc être envisagées en utilisant ce modèle. Cela permettra d'estimer la composition minéralogique à très long terme, et donc d'estimer d'éventuelles modifications des performances mécaniques, celles-ci étant notamment reliées à la nature et à la quantité d'hydrates. Ce modèle pourrait aussi être utilisé dans des études futures pour tester les effets de conditions différentes, comme par exemple la circulation d'une eau plus riche en carbonates ou plus ou moins rapide. Finalement, ce modèle doit servir aussi de base de travail pour envisager de modéliser le comportement physico-chimique de sols ayant une minéralogie différente, notamment les altérites.

CONCLUSION GÉNÉRALE

Le cadre de ce travail de thèse s'est inscrit dans un contexte de préservation des ressources naturelles lors des travaux de génie civil. L'objectif était d'apporter des éléments scientifiques pour mieux comprendre le comportement global des sols traités à la chaux et au ciment. Le cas particulier d'une altérite, sol fin entrant dans la catégorie des limons, et riches en micas a été étudié. Ce sol est actuellement considéré comme inapte au traitement. Un second sol limoneux, mais présentant une minéralogie différente (et notamment dépourvue de micas) a aussi été considéré. Ce limon, « classique » dans les terrassement, est reconnu pour présenter de bonnes performances après traitement. Il a servi de référence pour cette étude.

Le premier objectif de ce travail était de comprendre comment se répercute l'ajout de chaux et de ciment sur le comportement des sols. Pour ce faire, une démarche multi-échelle a été menée. La physico-chimie, la microstructure et le comportement macroscopique ont ainsi été investigués.

On a montré que le comportement du sol traité est avant tout conditionné par la composition minéralogique du sol brut. La minéralogie est responsable de l'organisation microstructurale. Selon leur composition chimique et leur structure cristallographique, les minéraux présentent en effet des formes, des tailles, et des états de surface différents. Ces considérations géométriques expliquent ainsi le mode d'agencement des particules entre-elles, et donc la microstructure du matériau. Elle-même se répercute ensuite sur la performance mécanique. La structure granulaire du limon de Héricourt est ainsi gage d'une performance mécanique élevée. À l'inverse, l'empilement de plaquettes de micas, qui présentent peu de points de contact avec les grains de quartz dans l'altérite, conduit à une faible performance.

Lors de l'ajout de chaux et de ciment, la microstructure initiale conditionne la répartition des liants dans le matériau. Ils se répartissent autour des agglomérats dans le limon. En revanche, ils se répartissent directement en surface des particules de micas dans l'altérite. L'évolution des performances au cours du temps est, quant à elle, principalement reliée à la nature des hydrates formés. Alors que les C-A-H n'apportent pas de performances, les C-(A)-S-H présentent des propriétés liantes supérieures susceptibles d'apporter des performances supérieures.

Cependant, même si elle est nécessaire, la formation de C-(A)-S-H n'est pas non plus une garantie quant à l'obtention de performances mécaniques élevées. Ces phases amorphes doivent d'une part être en quantité suffisante, mais il est aussi essentiel qu'elles se développent sur de longues distances, et assurent une continuité. Cependant, cette étude n'a pas permis de quantifier la part de ces conditions.

La nature des phases secondaires formées et leurs évolutions sont, là encore, fortement conditionnées par la minéralogie du sol. La présence de minéraux perturbe les réactions hydrauliques du ciment. Il semblerait alors que la montmorillonite contrôle l'essentiel du comportement du limon de Héricourt traité, même si la proportion de ce minéral dans ce sol n'est que de 5%. Cela se traduit par une précipitation de C-(A)-S-H. Le comportement de l'altérite (sol ne contenant pas de montmorillonite, mais riche en micas) paraît quant à lui principalement contrôlé par la présence de micas et de kaolinite. Le développement de C-(A)-S-H ne se produit alors qu'à long terme. On restera toutefois prudent sur ces conclusions, car la quantité de ciment considérée pour cette étude est faible (5%), et la détermination précise des hydrates est délicate.

Le second objectif de ce travail était d'étudier l'évolution des sols traités au cours d'une circulation d'eau. La démarche multi-échelle a été conservée, et une approche de modélisation couplée chimie-transport, nouvelle pour ce type de matériaux, a été menée. Le but était alors de comprendre les mécanismes géochimiques à l'origine de l'évolution des sols et de leur microstructure.

Pour les deux sols, une évolution chimique du matériau est mise en évidence, mais dans des proportions différentes. Elle se répercute alors par une évolution hydromécanique différente entre l'altérite et le limon. Le comportement vis-à-vis de la circulation est en fait essentiellement conditionnée par la microstructure et la répartition des liants dans le matériau. L'organisation basée sur un amoncellement de plaquettes recouvertes d'un gel d'hydrates dans l'altérite est ainsi plus propice à la dégradation chimique et mécanique,

que l'organisation en agglomérats, entourés d'un gel hydrates, dans le limon. Pour le limon on a mis en évidence deux comportements différents au cours de la circulation, même si dans les deux cas, la perte de performance est négligeable. Un modèle conceptuel, basé sur le principe d'écoulements préférentiels a été proposé.

Les C-(A)-S-H sont les phases hydratées qui se dissolvent le plus lentement lors d'une circulation d'eau. De plus, leurs résidus semblent stables. Ceux-ci permettent ainsi de maintenir du calcium dans le matériau. Cependant, ces résidus ne conduisent pas à une amélioration des performances mécaniques, soit à cause de faibles propriétés liantes, soit à cause d'une quantité insuffisante. Le maintien d'une performance élevée lors d'une circulation d'eau est donc surtout conditionné à la présence d'un gel de C-(A)-S-H protégé des chemins de circulation, ou d'un gel qui assure un lien entre les particules.

Par ailleurs, l'augmentation du temps de cure était déjà connue pour améliorer les performances du matériau. Durant cette étude, on a aussi mis en évidence qu'elle modifie aussi la réponse physico-chimique et mécanique du matériau à la circulation. Cela se traduit alors par un retard dans la perte de performance.

Enfin, une approche de modélisation couplée chimie-transport a été conduite à l'aide du code de calcul HYTEC (École des Mines de Paris) pour simuler la circulation d'eau. Elle a été réalisée à partir de données cinétiques et thermodynamiques issues de la littérature. Cette première approche est apparue encourageante pour retranscrire les mécanismes géochimiques, ainsi que leurs influences sur l'écoulement et la microstructure. Néanmoins, seul le limon de Héricourt a été considéré dans ce travail.

On peut proposer plusieurs perspectives à cette étude. Tout d'abord, cette étude n'a pas permis d'identifier exactement les différences de minéralogies qui contrôlent les mécanismes physico-chimiques, et donc le comportement du matériau. Est-ce la surface spécifique? la structure cristallographique? la présence de défauts? la forme? la taille? l'affinité avec le calcium? Une piste de recherche future pourrait donc être d'étudier les mécanismes qui ont lieu à la surface des minéraux. Cela devrait permettre de préciser la compréhension des phénomènes de dissolution et d'adsorption. Pour cela, une étude spécifique de la fraction inférieure à 2 μm , qui n'a pas été menée dans ce travail, semble notamment incontournable.

D'une manière plus générale, les connaissances sur les interactions entre le ciment et les minéraux argileux doivent encore être approfondies. Dans les conditions de traitement suivies pendant cette étude, le ciment ne semble pas imposer sa réactivité. Joue-t-il

vraiment un rôle mineur, ou bien n'est-il simplement pas en quantité suffisante? Des études futures pourraient par exemple être conduites pour des dosages plus élevés. Cela permettra d'ailleurs de considérer une plus grande quantité d'hydrates, et de les caractériser plus précisément.

On peut aussi se poser la question de la relation précise entre les phases hydratées et la résistance mécanique du sol traité. Il serait ainsi intéressant de préciser l'influence de la quantité d'hydrates, de leur répartition, et de leur nature. Par exemple, existe-t-il une quantité minimale en dessous de laquelle la performance ne serait pas significativement différente du sol brut? Quelle est l'influence d'une autre microstructure et d'une autre répartition des hydrates sur la performance? Quels types de liaisons sont mis en jeu entre les hydrates et les minéraux?

Le modèle conceptuel de circulation que l'on a proposé est étayé par les évolutions physico-chimique et macroscopique mises en évidence, ainsi que sur des observations microscopiques. Afin d'approfondir la compréhension de la circulation d'eau dans ce type de sol, des études futures pourraient être conduites. Elles devront alors chercher à améliorer ce modèle, ou bien à le remettre en cause. Une piste serait d'évaluer si ce modèle est influencé par l'hétérogénéité du matériau. Il est, en effet, probable que la structure en agglomérats du limon soit très compliquée à répliquer. Même en reproduisant le même protocole de mise en œuvre, de fortes variabilités demeureront donc en termes de microstructure. Pour cela, des mesures de tomographie en 3 dimensions des éprouvettes entières pourraient peut-être fournir des indications plus précises sur des hétérogénéités d'organisation microstructurale et d'écoulement.

Concernant la modélisation couplée chimie-transport, on peut déjà envisager des études supplémentaires à l'aide de cet outil. L'objectif serait alors de mieux comprendre et quantifier les mécanismes mis en jeu. Cependant, des approfondissements sont nécessaires. Il serait ainsi utile de considérer d'autres matériaux, et notamment l'altérite de Vigneux, dont les données expérimentales sont d'ores et déjà disponibles. On pourrait aussi envisager des études prédictives, et évaluer par exemple le comportement de matériaux aux compositions minéralogiques différentes, ou tester d'autres conditions hydriques. Cependant, la composition chimique et minéralogique n'est pas suffisante pour expliquer la performance mécanique. Si ces études prédictives visent à estimer l'évolution des performances, il semble donc essentiel de prendre en compte un paramètre servant d'indicateur de la continuité des phases hydratées dans le matériau.

Pour conclure, cette étude a donc permis d'apporter de nouveaux éléments quant à l'identification des paramètres clés contrôlant le comportement des sols traités. Les conclusions tirées de cette étude peuvent être replacées dans un cadre plus opérationnel. On peut alors en déduire que les méthodes actuelles utilisées dans les chantiers, et basées essentiellement sur la prise en compte de la granulométrie et de quelques paramètres géotechniques (par ailleurs souvent empiriques), ne sont pas suffisantes pour prédire le comportement d'un sol. La prise en compte de la minéralogie apparaît ainsi indispensable si l'on souhaite optimiser l'utilisation et la mise en œuvre des sols.

Finalement, il est important de préciser que les conditions de circulation suivies durant cette étude sont drastiques par rapport à celles pouvant être rencontrées en conditions réelles. Les évolutions mises en évidence ne s'effectueront donc pas à la même vitesse en conditions réelles. Toutefois, il est compliqué de quantifier l'impact du changement d'échelle entre l'échelle du laboratoire et celle du terrain. Afin de les transposer aux conditions de terrain, les données de ce travail pourraient par exemple être couplées avec celles acquises sur le remblai expérimental de Héricourt, situé dans l'est de la France.

Bibliographie

- ADENOT, F. 1992. *Durabilité du béton : caractérisation et modélisation des processus physiques et chimiques de dégradation du ciment*. Ph.D. thesis, Thèse de l'Université d'Orléans. 42, 128
- AGOSTINI, F., LAFHAJ, Z., SKOCZYLAS, F., & LOODSVELDT, H. 2007. Experimental study of accelerated leaching on hollow cylinders of mortar. *Cement and concrete research*, **37**(1), 71 – 78. 42, 45, 47, 49, 128
- AHMED, A., & UGAI, K. 2011. Environmental effects on durability of soil stabilized with recycled gypsum. *Cold regions science and technology*, **66**(2-3), 84 – 92. 49
- AL-MUKHTAR, M., LASLEDJ, A., & ALCOVER, J-F. 2010a. Behaviour and mineralogy changes in lime-treated expansive soil at 20C. *Applied clay science*, **50**(2), 191 – 198. 24, 33, 63
- AL-MUKHTAR, M., LASLEDJ, A., & ALCOVER, J-F. 2010b. Behaviour and mineralogy changes in lime-treated expansive soil at 50C. *Applied clay science*, **50**(2), 199 – 203. 24, 33, 63
- ANDAY, M.C. 1961. Accelerated curing for lime-stabilized soil. *Highway research board. washington d.c.*, **204**, 1 – 13. 33
- ANDERSEN, M.D., JAKOBSEN, H.J., & SKIBSTED, J. 2003. Incorporation of aluminum in the calcium silicate hydrate (C-S-H) of hydrated portland cements : a high-field ^{27}Al and ^{29}Si MAS NMR investigation. *Inorganic chemistry*, **42**(7), 2280 – 2287. 17
- ANDERSEN, M.D., JAKOBSEN, H.J., & SKIBSTED, J. 2004. Characterization of white portland cement hydration and the C-S-H structure in the presence of sodium aluminate by ^{27}Al and ^{29}Si MAS NMR spectroscopy. *Cement and concrete research*, **34**(5), 857 – 868. 17

- ANDRA. 2001. *Référentiel matériaux tome 3 : Les matériaux cimentaires*. Andra. xvi, 41, 44, 47, 146
- ARABI, M., & WILD, S. 1986. Microstructural development in cured soil-lime composites. *Journal of materials science*, **21**, 497 – 503. 33
- ATESOK, G., SOMASUNDARAN, P., & MORGAN, L.J. 1988. Adsorption properties of Ca²⁺ on Na-kaolinite and its effect on flocculation using polyacrylamides. *Colloids and surfaces*, **32**(0), 127 – 138. 19
- BADOUIX, F. 2000. *Modélisation de l'altération à long terme des bétons. Prise en compte de la carbonatation*. Ph.D. thesis, Thèse de l'ENS Cachan. 43
- BAHAR, R., BENAZZOUG, M., & KENAI, S. 2004. Performance of compacted cement-stabilised soil. *Cement and concrete composites*, **26**(7), 811 – 820. xvi, 34, 36, 37, 48
- BARRET, P., & BERTRANDIE, D. 1986. Fundamental hydration kinetic features of the major cement constituents : Ca₃SiO₅ and Ca₂SiO₄. *Journal de chimie physique*, **83**(11-12), 765 – 775. 13
- BAUER, A., & BERGER, G. 1998. Kaolinite and smectite dissolution rate in high molar KOH solutions at 35C and 80C. *Applied geochemistry*, **13**(7), 905 – 916. 19, 20, 23, 118, 173
- BELL, F.G. 1994. An assessment of cement-PFA and lime-PFA used to stabilize clay-size materials. *Bulletin of engineering geology and the environment*, **49**, 25 – 32. xxi, 35, 36
- BELL, F.G. 1996. Lime stabilization of clay minerals and soils. *Engineering geology*, **42**(4), 223 – 237. xv, 22, 23, 33, 34, 36
- BENTZ, D., & GARBOCZIE, E. 1992. Modelling the leaching of calcium hydroxide from cement paste : effects on pore space percolation and diffusivity. *Material and structures*, **25**, 523 – 533. 44
- BERGAYA, F., THENG, B.K.G., & LAGALY, G. 2006. *Handbook of clay science*. Elsevier. xxi, 11
- BERNER, U.R. 1988. Modelling the incongruent dissolution of hydrated cement minerals. *Radiochim. acta*, **44/45**, 387 – 393. 42, 132

-
- BERTRON, A., DUCHESNE, J., & ESCADEILLAS, G. 2005a. Accelerated tests of hardened cement pastes alteration by organic acids : analysis of the pH effect. *Cement and concrete research*, **35**(1), 155 – 166. 42
- BERTRON, A., DUCHESNE, J., & ESCADEILLAS, G. 2005b. Attack of cement pastes exposed to organic acids in manure. *Cement and concrete composites*, **27**(9-10), 898 – 909. 42
- BIN, S., L. ZHIBIN, C. YI, & XIAOPING, Z. 2007. Micropore structure of aggregates in treated soils. *Journal of materials in civil engineering*, **19**(1), 99 – 104. xv, 28
- BLANC, P., LASSIN, A., & PIANTONE, P. 2007. *Thermoddem a database devoted to waste minerals*. 168
- BOARDMAN., D.I., GLENDINNING, S., & ROGERS, C.D.F. 2001. Development of stabilisation and solidification in lime-clay mixes. *Geotechnique*, **51**(6), 533 – 543. 22, 23, 24
- BOUCHET, A., CASSAGNABERE, A., & PARNEIX, J.C. 2004. *Batch experiments : results on MX80*. 23, 173
- BOURBON, X. 2001. *Réactivité chimique et données élémentaires sur les principaux hydrates des matériaux cimentaires*. Tech. rept. C RP AMAT 01.033/A. xvi, 41, 146
- BRADY, P.V., & WALTHER, J.V. 1990. Kinetics of quartz dissolution at low temperatures. *Chemical geology*, **82**(0), 253 – 264. 21
- BRANDL, H. 1981. Alteration of soil parameters by stabilization with lime. *Proceedings of the 10th international conference on soil mechanics and foundation engineering, stockholm.*, **3**, 587 – 594. 37
- BRANTLEY, S.L., KUBICKI, J.D., & WHITE, A.F. 2008. *Kinetics of water-rock interaction*. Springer. 168
- CABANE, N. 2004. *Sols traités à la chaux et aux liants hydrauliques : Contribution à l'identification des éléments perturbateurs de la stabilité*. Ph.D. thesis, École des Mines de St Etienne. xv, 15, 23, 30, 31, 32, 36, 38, 59, 61
- CABRERA, J.G., & NWAKANMA, C.A. 1979. Pozzolanic activity and mechanism of reaction of red tropical soil-lime systems. *Transportation research record*, **702**, 199 – 207. 34

- CAILLIERE, S., & HÉNIN, S. 1963. *Minéralogie des argiles*. 10
- CARDE, C., & FRANCOIS, R. 1997. Effect of ITZ leaching on durability of cement-based materials. *Cement and concrete research*, **27**(7), 971 – 978. 41, 43, 47, 146
- CARDE, C., FRANCOIS, R., & TORRENTI, J-M. 1996. Leaching of both calcium hydroxide and C-S-H from cement paste : Modeling the mechanical behavior. *Cement and concrete research*, **26**(8), 1257 – 1268. 41, 44, 47, 146
- CHAPPUIS, J. 1999. A new model for a better understanding of the cohesion of hardened hydraulic materials. *Colloids and surfaces A : Physicochemical and engineering aspects*, **156**, 223 – 241. 15
- CHEN, J.J., THOMAS, J.J., TAYLOR, H.F.W., & JENNINGS, H.M. 2004. Solubility and structure of calcium silicate hydrate. *Cement and concrete research*, **34**(9), 1499 – 1519. 42
- CHEN, X. 2007. *Influence des ions aluminates sur la composition, la structure et les propriétés cohésives des hydrosilicates de calcium, constituants principaux de la pate de ciment portland hydratée*. Ph.D. thesis, Université de Bourgogne. 17
- CHEREM DA CUNHA, A.L., GONCALVES, J.P., P.M.BUCHLER, & DWECK, J. 2008. Effect of metakaolin pozzolanic activity in the early stages of cement type II paste and mortar hydration. *Journal of thermal analysis and calorimetry*, **92**, 115 – 119. 21, 23, 117
- CHOPIER, C. 2008. *Aptitude des sols au traitement : Cas des micaschistes sériciteux*. Rapport de Master. Institut National Polytechnique de Lorraine. 39, 59
- CHOQUETTE, M., BÉRUBÉ, M-A., & LOCAT, J. 1987. Mineralogical and microtextural changes associated with lime stabilization of marine clays from eastern canada. *Applied clay science*, **2**(3), 215 – 232. 28
- CLARE, K.E., & CRUCHLEY, A.E. 1957. Laboratory experiments in the stabilization of clays with hydrated lime. *Geotechnique*, **7**, 97 – 110. 12
- CONG, X., & KIRKPATRICK, R.J. 1996. ²⁹Si MAS NMR study of the structure of calcium silicate hydrate. *Advanced cement based materials*, **3**(3-4), 144 – 156. 14

-
- CUI, Y.J., & DELAGE, P. 1996. Yielding and plastic behaviour of an unsaturated compacted silt. *Geotechnique*, **46**(2), 291–311. 54
- CUI, Y.J., DELAGE, P., & ALZOGHBI, P. 2003. Retention and transport of a hydrocarbon in a silt. *Geotechnique*, **53**(1), 83–91. 54
- CUISINIER, O., MASROURI, F., PELLETIER, M., VILLIERAS, F., & MOSSER-RUCK, R. 2008. Microstructure of a compacted soil submitted to an alkaline plume. *Applied clay science*, **40**(1-4), 159 – 170. xv, 28, 29
- CUISINIER, O., DENELEE, D., & MASROURI, F. 2009. Shear strength behaviour of compacted clayey soils percolated with an alkaline solution. *Engineering geology*, **108**(3-4), 177 – 188. xvi, 46, 47, 48
- CUISINIER, O., AURIOL, J-C., LE BORGNE, T., & DENELEE, D. 2011. Microstructure and hydraulic conductivity of a compacted lime-treated soil. *Engineering geology*, **123**(3), 187 – 193. 27, 28, 36, 64, 123
- CULTRONE, G., SEBASTIAN, E., & HUERTAS, M. ORTEGA. 2005. Forced and natural carbonation of lime-based mortars with and without additives : Mineralogical and textural changes. *Cement and concrete research*, **35**(12), 2278 – 2289. 42
- DAMIDOT, D., STRONACH, S., KINDNESS, A., ATKINS, M., & GLASSER, F.P. 1994. Thermodynamic investigation of the CaO-Al₂O₃-CaCO₃-H₂O closed-system at 25-degrees-C and the influence of Na₂O. *Cement and concrete research*, **24**(3), 563 – 572. 16
- DELAGE, P., & PELLERIN, F.M. 1984. Influence de la lyophilisation sur la structure d'une argile sensible du quebec. *Clay minerals*, **19**(2), 151 – 160. 68
- DELAGE, P., AUDIGUIER, M., CUI, Y.J., & HOWAT, M.D. 1996. Microstructure of a compacted silt. *Canadian geotechnical journal*, **33**(1), 150 – 158. 27
- DELAGE, P., MARCIAL, D., Y.J.CUI, & RUIZ, X. 2006. Ageing effects in a compacted bentonite : a microstructure approach. *Geotechnique*, **56**(5), 291 – 304. 27
- DELAVERNHE, L. 2011. *étude multi-échelle de la réactivité des altérites lors du traitement à la chaux*. Ph.D. thesis, Université de Nantes. 1, 22, 24, 33, 38, 39, 58, 59, 60, 79, 109, 118, 120, 161
-

- DENELEE, D., CUISINIER, O., HALLAIRE, V., & MASROURI, F. 2006. Microstructural evolution and physico-chemical behaviour of compacted clayey soil submitted to an alkaline plume. *Chinese journal of rock mechanics and engineering*, **25**(4). 46
- DERJAGUIN, B., & LANDAU, L. 1993. Theorie of the stability of strongly charged lyophobic sols and of the adhesion of strongly charged-particules in solutions of electrolytes. *Progress in surface science*, **43**(1-4), 30–59. 9
- DIAMOND, S. 1971. Microstructure and pore structure of compacted clays. *Clays and clay minerals*, **19**(4), 239 – 241. 27
- DIAMOND, S., & KINTER, E.B. 1966. Adsorption of calcium hydroxide by montmorillonite and kaolinite. *Journal of colloid and interface science*, **22**(3), 240 – 249. 19, 22, 25
- DIAMOND, S., WHITE, J.L., & DOLCH, W.L. 1964. Transformation of clay minerals by calcium hydroxyde attack. *Proceedings of the 12th national conference of clays and clay minerals*, Pergamon press, New York, 359 – 369. 23
- DUCHESNE, J., & REARDON, E.J. 1995. Measurement and prediction of portlandite solubility in alkali solutions. *Cement and concrete research*, **25**(5), 1043 – 1053. 20
- EADES, J.L., & GRIM, R.E. 1960. Reaction of hydrated lime with pure clay minerals in soil stabilization. *Highway research board bulletin*, **262**, 51 – 63. 19, 20, 22, 24, 25, 33
- EADES, J.L., & GRIM, R.E. 1966. A quick test to determine lime requirements for lime stabilization. *Highway research record*, **139**, 61 – 72. 22, 23, 25
- EBERL, D.D., VELDE, B., & MCCORMICK, T. 1993. Synthesis of illite-smectite from smectite at earth surface temperatures and high pH. *Clay minerals*, **28**(1), 49 – 60. 173
- FAUCON, P., LE BESCOP, P., ADENOT, F., BONVILLE, P., JACQUINOT, J.F., PINEAU, F., & FELIX, B. 1996. Leaching of cement : Study of the surface layer. *Cement and concrete research*, **26**(11), 1707 – 1715. 42
- FAUCON, P., CHARPENTIER, T., BERTRANDIE, D., NONAT, A., VIRLET, J., & PETIT, J.C. 1998. Characterization of calcium aluminate hydrates and related hydrates of cement pastes by ^{27}Al MQ-MAS NMR. *Inorganic chemistry*, **37**(15), 3726 – 3733. 17

-
- FIEBIG, J., & HOEFS, J. 2002. Hydrothermal alteration of biotite and plagioclase as inferred from intragranular oxygen isotope and cation distribution patterns. *European journal of mineralogy*, **14**(1), 49 – 60. 21
- FRATINI, N. 1949. Solubilita dell'idrato di calcio in presenza di idrato di potassio e idrato di sodio. *Ann. chim. appl.*, **39**, 616. 20
- GALLÉ, C., PEYCELON, H., & BESCOP, P. LE. 2004. Effect of an accelerated chemical degradation on water permeability and pore structure of cementbased materials. *Advances in cement research*, **16**, 105 – 114. 42, 44, 45, 49, 128
- GLASSER, F.P., MARCHAND, J., & SAMSON, E. 2008. Durability of concrete - degradation phenomena involving detrimental chemical reactions. *Cement and concrete research*, **38**(2), 226 – 246. Special Issue – The 12th International Congress on the Chemistry of Cement. Montreal, Canada, July 8-13 2007. 42
- GOSWAMI, R.K., & MAHANTA, C. 2007. Leaching characteristics of residual lateritic soils stabilised with fly ash and lime for geotechnical applications. *Waste management*, **27**(4), 466 – 481. 36, 49, 122
- GTR. 1992. *Guide des terrassements routiers, réalisation des remblais et des couches de forme*. LCPC - SETRA. 58
- HAGA, K., SUTOU, S., HIRONAGA, M., TANAKA, S., & NAGASAKI, S. 2005. Effects of porosity on leaching of Ca from hardened ordinary portland cement paste. *Cement and concrete research*, **35**(9), 1764 – 1775. xvi, 41, 42, 44, 45, 128
- HARRIS, A.W., MANNING, M.C., TEARLE, W.M., & TWEED, C.J. 2002. Testing of models of the dissolution of cements leaching of synthetic CSH gels. *Cement and concrete research*, **32**(5), 731 – 746. 42, 132
- HEUKAMP, F.H., ULM, F.J., & GERMAINE, J.T. 2003. Poroplastic properties of calcium-leached cement-based materials. *Cement and concrete research*, **33**(8), 1155 – 1173. 44, 47
- HIDALGO, A., PETIT, S., DOMINGO, C., ALONSO, C., & ANDRADE, C. 2007. Microstructural characterization of leaching effects in cement pastes due to neutralisation of their alkaline nature : Part I : Portland cement pastes. *Cement and concrete research*, **37**(1), 63 – 70. 44, 45
-

- HILT, G.H., & DAVIDSON, D.T. 1960. Lime fixation in clayey soils. *Highway research board bulletin*, **262**, 20 – 32. 24
- HUERTAS, F.J., CHOU, L., & WOLLAST, R. 1999. Mechanism of kaolinite dissolution at room temperature and pressure part II : kinetic study. *Geochimica et cosmochimica acta*, **63**(19-20), 3261 – 3275. 19, 20
- INGLES, O.G. 1970. Mechanisms of stabilization with inorganic acid and alkalis. *Australian journal research*, **8**, 81 – 95. 22
- ISRAELACHVILI, J. 1992. *Intermolecular and surface forces, second edition*. Academic Press, New York. 25
- JACQUES, D., WANG, L., MARTENS, E., & MALLANTS, D. 2010. Modelling chemical degradation of concrete during leaching with rain and soil water types. *Cement and concrete research*, **40**(8), 1306 – 1313. 41
- JAWED, I., & SKALNY, J. 1978. Alkalies in cement : A review : II. Effects of alkalies on hydration and performance of portland cement. *Cement and concrete research*, **8**(1), 37 – 51. 20
- JOHN, U.E., JEFFERSON, I., BOARDMAN, D.I., GHATAORA, G.S., & HILLS, C.D. 2011. Leaching evaluation of cement stabilisation/solidification treated kaolin clay. *Engineering geology*, **123**(4), 315 – 323. 44
- KAMALI, S., MORANVILLE, M., & LECLERCQ, S. 2008. Material and environmental parameter effects on the leaching of cement pastes : Experiments and modelling. *Cement and concrete research*, **38**(4), 575 – 585. 42, 128
- KHATTAB, A. 2002. *Etude multi-échelles d'un sol argileux plastique traité à la chaux*. Ph.D. thesis, Université d'Orléans. 24
- KHATTAB, S.A., AL-MUKHTAR, M., & FLEUREAU, J.M. 2007. Long-term stability characteristics of a lime-treated plastic soil. *Journal of materials in civil engineering*, **19**, 358 – 366. 27, 28, 36, 43, 44, 45, 46, 48, 49, 123
- KOGBARA, R.B., & AL-TABBAA, A. 2011. Mechanical and leaching behaviour of slag-cement and lime-activated slag stabilised/solidified contaminated soil. *Science of the total environment*, **409**(11), 2325 – 2335. xv, 37, 38

-
- KOHLER, S.J., DUFAUD, F., & OELKERS, E.H. 2003. An experimental study of illite dissolution kinetics as a function of pH from 1.4 to 12.4 and temperature from 5 to 50C. *Geochimica et cosmochimica acta*, **67**(19), 3583 – 3594. 19, 168
- KONAN, K.L., PEYRATOUT, C., BONNET, J.P., SMITH, A., JACQUET, A., MAGNOUX, P., & AYRAULT, P. 2007. Surface properties of kaolin and illite suspensions in concentrated calcium hydroxide medium. *Journal of colloid and interface science*, **307**(1), 101 – 108. 19, 20, 118
- KONAN, K.L., PEYRATOUT, C., SMITH, A., BONNET, J.-P., ROSSIGNOL, S., & OYETOLA, S. 2009. Comparison of surface properties between kaolin and metakaolin in concentrated lime solutions. *Journal of colloid and interface science*, **339**(1), 103 – 109. 33
- LAGNEAU, V. 2003. *R2D2 reactive transport and waterflow on an odd dimension 2 grid*. *Tech. Rep. LHM/RD/03/05*. Tech. rept. Ecole des Mines de Paris (France). 165
- LE BORGNE, T. 2010. *Caractérisation et quantification des éléments perturbateurs de prise lors du traitement des sols*. Ph.D. thesis, Institut national polytechnique de Lorraine. 35, 36, 61
- LE RUNIGO, B. 2008. *Durabilité du limon de jossigny traité a la chaux et soumis a différentes sollicitations hydrauliques : comportements physico-chimique, microstructural, hydraulique et mécanique*. Ph.D. thesis, École Centrale de Nantes. xvi, 12, 28, 36, 37, 43, 44, 48, 50, 54, 74, 123, 149
- LE RUNIGO, B., CUISINIER, O., CUI, Y.J., & DENELEE, D. 2009. Impact of initial state on the fabric and permeability of a lime-treated silt under long-term leaching. *Canadian geotechnical journal*, **46**, 1243 – 1257. xvi, 27, 28, 37, 45, 46, 48, 49, 64
- LE RUNIGO, B., FERBER, V., CUI, Y.J., CUISINIER, O., & DENELEE, D. 2011. Performance of lime-treated silty soil under long-term hydraulic conditions. *Engineering geology*, **118**(1-2), 20 – 28. xvi, 33, 47, 48
- LEA, F.M. 1998. *Chemistry of cement and concrete, 3e edition*. xv, 18
- LECOQ, X. 1993. *étude de l'hydratation à concentration contrôlée du silicate tricalcique Ca₃SiO₅ et des caractéristiques de ses produits de réaction*. Ph.D. thesis, Université de Bourgogne. 14, 15
-

- LITTLE, D.N. 1995. *Handbook for stabilization of pavement subgrades and base courses with lime*. Lime Association of Texas. 19, 20, 22, 24, 25, 33, 63
- LLORET, A., VILLAR, M.V., SANCHEZ, M., GENS, A., PINTADO, X., & ALONSO, E.E. 2003. Mechanical behaviour of heavily compacted bentonite under high suction changes. *Geotechnique*, **53**(1), 27 – 40. 27
- LOCAT, J., BÉRUBÉ, M-A., & CHOQUETTE, M. 1990. Laboratory investigation on the lime stabilization of sensitive clays : shear strength development. *Canadian geotechnical journal*, **27**, 294 – 304. xv, 22, 24, 25, 29, 30, 33
- LOCAT, J., TREMBLAY, H., & LEROUEIL, S. 1996. Mechanical and hydraulic behaviour of a soft inorganic clay treated with lime. *Canadian geotechnical journal*, **33**, 654 – 669. 24, 37
- LOTHENBACH, B., SAOUT, G. LE, GALLUCCI, E., & SCRIVENER, K. 2008. Influence of limestone on the hydration of portland cements. *Cement and concrete research*, **38**(6), 848 – 860. 17
- MATSCHER, T., LOTHENBACH, B., & GLASSER, F.P. 2007. The role of calcium carbonate in cement hydration. *Cement and concrete research*, **37**(4), 551 – 558. 16, 17
- MAUBEC, N. 2010. *Approche multi-échelle du traitement des sols à la chaux. étude des interactions avec les argiles*. Ph.D. thesis, Université de Nantes. xv, 1, 19, 20, 22, 23, 24, 25, 33, 34, 35, 38, 63, 66, 68, 78, 79, 109, 118, 168
- MC CALLISTER, L.D. 1990. *The effects of leaching on lime-treated expansive clays*. Ph.D. thesis, Université du Texas, Arlington. xvi, 12, 36, 37, 43, 44, 47, 48, 49, 50, 74, 122
- MC CALLISTER, L.D., & PETRY, T.M. 1992. Leach tests on lime-treated clays. *Geotechnical testing journal*, **15**(2), 106 – 114. 49
- METELKOVA, Z., BOHAC, J., PRIKRYL, R., & SEDLAROVA, I. 2012. Maturation of loess treated with variable lime admixture : Pore space textural evolution and related phase changes. *Applied clay science*, **61**(0), 37 – 43. xv, 28, 29
- MILLER, G.A., & AZAD, S. 2000. Influence of soil type on stabilization with cement kiln dust. *Construction and building materials*, **14**(2), 89 – 97. 34, 36

-
- MILLOGO, Y., & MOREL, J.C. 2012. Microstructural characterization and mechanical properties of cement stabilised adobes. *Materials and structures*, **45**(9), 1311 – 1318. 21, 24, 35, 118
- MILLOGO, Y., HAJJAJI, M., OUEDRAOGO, R., & GOMINA, M. 2008. Cement-lateritic gravels mixtures : Microstructure and strength characteristics. *Construction and building materials*, **22**(10), 2078 – 2086. 21
- MITCHELL, J.K., & HERZOG, A. 1963. *Reactions accompanying the stabilisation of clay with cement in cement-treated soil mixtures*. Highway Research Record Number 36. Washington, D.C. : National Research Council. pp 147-171. 23
- MOONEY, M.A., & TOOHEY, N.M. 2010. *Accelerated curing and strength-modulus correlation for lime-stabilized soils*. Tech. rept. colorado department of transportation DTD applied research and innovation branch. 63
- MOUDILOU, E. 2000. *Cinétiques et mécanismes de relargage des métaux lourds présents en traces dans les matrices cimentaires*. Ph.D. thesis, université d'Orléans. 13
- MULLER, C.J. 2005. *Pozzolanic activity of natural clay minerals with respect to environmental geotechnics*. Ph.D. thesis, University of Karlsruhe. 9, 22
- NAKAYAMA, S., SAKAMOTO, Y., YAMAGUCHI, T., AKAI, M., TANAKA, T., SATO, T., & IIDA, Y. 2004. Dissolution of montmorillonite in compacted bentonite by highly alkaline aqueous solutions and diffusivity of hydroxide ions. *Applied clay science*, **27**, 53 – 65. 23
- NALBANTOGLU, Z., & TUNCER, E.R. 2001. Compressibility and hydraulic conductivity of a chemically treated expansive clay. *Canadian geotechnical journal*, **38**, 154 – 160. 36, 37, 122
- NGUYEN, V.H., COLINA, H., TORRENTI, J.M., BOULAY, C., & NEDJAR, B. 2007. Chemo-mechanical coupling behaviour of leached concrete : Part I : Experimental results. *Nuclear engineering and design*, **237**(20-21), 2083 – 2089. 42, 128
- NONAT, A. 2004. The structure and stoichiometry of C-S-H. *Cement and concrete research*, **34**(9), 1521 – 1528. 14
- NONAT, A. 2005. Modelling hydration and setting of cement. *Ceramics*, **92**, 247 – 257. 13

- NOWAMOOZ, H., & MASROURI, F. 2010. Relationships between soil fabric and suction cycles in compacted swelling soils. *Engineering geology*, **114**(3-4), 444 – 455. 27
- OKYAY, U.S., & DIAS, D. 2010. Use of lime and cement treated soils as pile supported load transfer platform. *Engineering geology*, **114**(1-2), 34 – 44. 35
- OSULA, D.O.A. 1996. A comparative evaluation of cement and lime modification of laterite. *Engineering geology*, **42**(1), 71 – 81. xv, 23, 24, 26
- PALANDRI, J., & KHARAKA, Y. 2004. *A compilation of rate parameters of water-mineral interaction kinetics for application to geochemical modeling*. Tech. rept. U.S. Geological Survey. Water-Resources Investigations Report 2004-1068. 147, 168
- PARDAL, X., POCHARD, I., & NONAT, A. 2009. Experimental study of Si-Al substitution in calcium-silicate-hydrate (C-S-H) prepared under equilibrium conditions. *Cement and concrete research*, **39**(8), 637 – 643. 17
- PEETHAMPARAN, S., OLEK, J., & LOVELL, J. 2008. Influence of chemical and physical characteristics of cement kiln dusts (CKDs) on their hydration behavior and potential suitability for soil stabilization. *Cement and concrete research*, **38**(6), 803 – 815. 23
- PEREZ, J. 2002. *Etude de l'hydratation des phases constitutives d'un ciment portland et de la résistance mécanique des pâtes pures et mortiers : Influence des trialcanolamines*. Ph.D. thesis, Université de Bourgogne. xv, 16, 17
- PERRET, P. 1979. Application pratique des nouvelles données expérimentales relatives à la stabilisation des sols fins par la chaux. *Bulletin de liaison des laboratoires des ponts et chaussées*, **99**, 110 – 118. 33
- POMAKHINA, E., DENELEE, D., GAILLOT, A-C., PARIS, M., & OUVRARD, G. 2012. ²⁹Si solid state NMR investigation of pozzolanic reaction occurring in lime-treated Ca-bentonite. *Cement and concrete research*, **42**(4), 626 – 632. xv, 21, 22
- POMEROL, C., & RENARD, M. 1995. *éléments de géologie*. Masson, Paris. 5
- PUSCH, R. 1982. *Chemical interaction of clay buffer materials and concrete*. Tech. rept. Technical report SFR 82-01. SKB, Stockholm. 21, 23
- RAJASEKARAN, G., & RAO, S. NARASIMHA. 2002. Permeability characteristics of lime treated marine clay. *Ocean engineering*, **29**(2), 113 – 127. 36, 122

- RAO, S.M., & SHIVANANDA, P. 2005. Role of curing temperature in progress of lime-soil reactions. *Geotechnical and geological engineering*, **23**, 79 – 85. 12, 22, 24
- RENAUDIN, G. 1998. *I/ Etude d'un hydroxyde simple d'aluminium : la bayerte, ii/ Etude d'une famille d'hydroxyde doubles lamellaires d'aluminium et de calcium : les phases AFm (aluminates tétracalciques hydratés)*. Ph.D. thesis, Université Henry Poincaré de Nancy. 111
- RICHARDSON, I.G. 2008. The calcium silicate hydrates. *Cement and concrete research*, **38**(2), 137 – 158. 14
- RODRIGUES, F.A., MONTEIRO, P.J.M., & SPOSITO, G. 2001. The alkali-silica reaction : The effect of monovalent and bivalent cations on the surface charge of opal. *Cement and concrete research*, **31**(11), 1549 – 1552. 25
- ROJAS, M.F., & CABRERA, J. 2002. The effect of temperature on the hydration rate and stability of the hydration phases of metakaolin-lime-water systems. *Cement and concrete research*, **32**(1), 133 – 138. 24
- ROSSI, P.L., ILDEFONSE, P., DE NOBREGA, M.T., & CHAUVEL, A. 1983. Study of structural and mineralogical transformations caused by compaction with or without lime addition to lateric clays from brazil. *Bulletin of the international association of engineering geology*, **28**, 153 – 159. 25
- ROZALEN, M.L., HUERTAS, F.J., BRADY, P.V., CAMA, J., GARCIA-PALMA, S., & LINARES, J. 2008. Experimental study of the effect of pH on the kinetics of montmorillonite dissolution at 25C. *Geochimica et cosmochimica acta*, **72**(17), 4224 – 4253. 19
- RUSSO, G., VECCHIO, S. DAL, & MASCOLO, G. 2007. Microstructure of a lime stabilised compacted silt. *Experimental unsaturated soil mechanics*, **112**, 49 – 56. 28
- SAITO, H., & DEGUCHI, A. 2000. Leaching tests on different mortars using accelerated electrochemical method. *Cement and concrete research*, **30**, 1815 – 1825. 47
- SAKR, K., SAYED, M., & HAFEZ, M. 2003. Immobilization of radioactive waste in mixture of cement, clay and polymer. *Journal of radioanalytical and nuclear chemistry*, **256**, 179 – 184. 21, 117

- SARIOSSEIRI, F., & MUHUNTHAN, B. 2009. Effect of cement treatment on geotechnical properties of some washington state soils. *Engineering geology*, **104**(1-2), 119 – 125. 34
- SCHAEFFNER, M., & PHILIPPE, A. 1970. *Abaissement de la teneur en eau d'un sol par addition de chaux vive*. Tech. rept. Bulletin de liaison des Laboratoires des Ponts et Chaussées. 12
- SCRIVENER, K. L., & NONAT, A. 2011. Hydration of cementitious materials, present and future. *Cement and concrete research*, **41**(7), 651 – 665. Special Issue : 13th International Congress on the Chemistry of Cement. xv, 13, 14, 15
- SCRIVENER, K.L., FULLMANN, T., GALLUCCI, E., WALENTA, G., & BERMEJO, E. 2004. Quantitative study of portland cement hydration by X-ray diffraction/Rietveld analysis and independent methods. *Cement and concrete research*, **34**(9), 1541 – 1547. 17
- SIMMS, P-H., & YANFUL, E.K. 2002. Predicting soil-water characteristic curves of compacted plastic soils from measured pore-size distributions. *Geotechnique*, **52**(4), 269 – 278. 27
- SOLER, J.M. 2007. *Thermodynamic description of the solubility of C-S-H gels in hydrated portland cement*. Tech. rept. Posiva, working report 2007-88, Olkiluoto, Finlande. 42, 132
- STOLTZ, G., CUISINIER, O., & MASROURI, F. 2012. Multi-scale analysis of the swelling and shrinkage of a lime-treated expansive clayey soil. *Applied clay science*, **61**(0), 44 – 51. 27
- STUMM, W. 1997. Reactivity at the mineral-water interface : dissolution and inhibition. *Colloids and surfaces a : Physicochemical and engineering aspects*, **120**(1-3), 143 – 166. 19
- TAYLOR, H.F.W. 1997. *Cement chemistry, second ed.* Thomas Telford, London. 13
- THOMAS, J.J., ROTHSTEIN, D., JENNINGS, H.M., & CHRISTENSEN, B.J. 2003. Effect of hydration temperature on the solubility behavior of Ca-, S-, Al-, and Si-bearing solid phases in portland cement pastes. *Cement and concrete research*, **33**(12), 2037 – 2047. 17

- TOGNAZZI, C. 1998. *Couplages fissuration/dégradation chimique dans les matériaux cimentaires : caractérisation et modélisations*. Ph.D. thesis, Thèse de l'INSA de Toulouse. 42, 128
- TORRENTI, J.M., DIDRY, O., OLLIVIER, J.P., & PLAS, F. 1999. *La dégradation des bétons*. 40, 41, 42, 128
- ULM, F.J., HEUKAMP, F.H., & GERMAINE, J.T. 2002. Residual design strength of cement-based materials for nuclear waste storage systems. *Nuclear engineering and design*, **211**(1), 51 – 60. 47
- ULM, F.J., LEMARCHAND, E., & HEUKAMP, F.H. 2003. Elements of chemomechanics of calcium leaching of cement-based materials at different scales. *Engineering fracture mechanics*, **70**, 871 – 889. 45
- VAN DER LEE, J., & DE WINDT, L. 2001. Present state and future directions of modeling of geochemistry in hydrogeological systems. *Journal of contaminant hydrology*, **47**(2-4), 265 – 282. International Conference on the Chemistry and Migration Behaviour. 164
- VAN DER LEE, J., DE WINDT, L., LAGNEAU, V., & GOBLET, P. 2003. Module-oriented modeling of reactive transport with hytec. *Comput. geosc.*, **29**, 265 – 275. xx, 164, 166
- VENUAT, M. 1980. *Le traitement des sols à la chaux et au ciment*. 12
- VERHASSELT, A.F. 1990. *The nature of the immediate reaction of lime in treating soils for road construction*. Tech. rept. Physico-Chemical Aspects of Soil and Related Materials, ASTM STP 1095, pages 7 - 17. 25
- VERNET, C. 1992. Stabilité chimique des hydrates. Mécanismes de défense du béton face aux agressions chimiques. *Dans Baron J. et Ollivier J-P. Durabilité des bétons, Presses de l'école nationale des Ponts et Chaussées, Paris*, 129 – 169. 12, 15
- VERVEY, E.J., & OVERBEEK, J.T.G. 1948. *Theory of stability of lyophobic colloids*. New york, Elsevier. 9
- VIALIS-TERRISSE, H. 2000. *Interaction des silicates de calcium hydratés, principaux constituants du ciment, avec les chlorures d'alcalins. analogie avec les argiles*. Ph.D. thesis, Université de Bourgogne. xv, 10, 14

- WAKIM, J. 2005. *Influence des solutions aqueuses sur le comportement mécanique des roches argileuses*. Ph.D. thesis, École des mines de Paris. xxi, 11
- WALKER, P.J. 1995. Strength, durability and shrinkage characteristics of cement stabilised soil blocks. *Cement and concrete composites*, **17**(4), 301 – 310. 48
- WASHBURN, E.W. 1921. The dynamics of capillary flow. *Physical review*, **17**(3), 273. 71
- WERSIN, P. 2003. Geochemical modelling of bentonite porewater in high-level waste repositories. *Journal of contaminant hydrology*, **61**(1-4), 405 – 422. 8th International Conference on Chemistry and Migration Behaviour of Actinides and Fission Products in the Geosphere - Migration 01. 169
- WILD, S., ARABI, M., & ROWLANDS, G.O. 1986. Relation between pore size distribution, permeability, and cementitious gel formation in cured clay-lime systems. *Material science and technology*, **3**(12), 1005 – 1011. 28
- XIAO, H.W., & LEE, F. H. 2008. Curing time effect on behavior of cement treated marine clay. *World academy of science, engineering and technology*, **43**, 71 – 78. 34
- XING, H., YANG, X., XU, C., & YE, G. 2009. Strength characteristics and mechanisms of salt-rich soil-cement. *Engineering geology*, **103**(1-2), 33 – 38. 34
- XU, B.A., GILES, D.E., & RITCHIE, I.M. 1997. Reactions of lime with aluminate-containing solutions. *Hydrometallurgy*, **44**(1 - 2), 231 – 244. 23
- YLMÉN, R., JAGLID, U., STEENARI, B.M., & PANAS, I. 2009. Early hydration and setting of portland cement monitored by IR, SEM and Vicat techniques. *Cement and concrete research*, **39**(5), 433 – 439. 15

ANNEXE 1

**Fichiers CHESS pour la
modélisation des essais en
suspension (Limon de Héricourt)**

MODELISATION DES SUSPENSIONS DE LIMON DE HERICOURT A 20°C

temp = 20 C

conc Na[+] = 1 mg/l
conc K[+] = 1 mg/l
conc Ca[2+] = 5.1 mg/l
conc Mg[2+] = 1.9 mg/l
tot HCO3[-] = 30 mg/l

mineral Albite-high = 1.9 g/l
mineral Goethite = 7.5 g/l
mineral Illite-Mg = 9.4 g/l
mineral Kaolinite = 23.5 g/l
mineral Mg-Montmorillonite-Ca = 4.7 g/l
mineral Ca-exch-her = 4.7 g/l
mineral Microcline = 7.6 g/l
mineral Quartz = 38 g/l

mineral Calcite = 1.4 g/l

mineral K2O(s) = 0.015 g/l
mineral Na2O(cr) = 0.0015 g/l
#mineral CaO(cr) = 1 g/l
mineral CaO(cr) = 0.35 g/l
mineral C3A = 0.7 g/l
mineral C2S = 0.3 g/l
mineral C3S = 2.6 g/l
mineral Gypsum = 0.2 g/l

database = ../../tdb/terdouest_th.tdb
exclude colloids, minerals
#include CSH0.8, CSH1.2, CSH1.6, Portlandite
include CSH0.8, CSH1.2, CSH1.6
include C4AH13, Ettringite, Gibbsite, Hydrogarnet, Stratlingite
include Brucite, Hydrotalcite
include Monocarboaluminate, Monosulfoaluminate
include Chalcedony, SiO2(am)

extend surface-sites (MT)2(Ca) {
 logK = 2.1
}
extend surface-sites (MT)2(Mg) {
 logK = 2.0
}

extend mineral CaO(cr) {
 surface = 5 m2/g
 kinetics {
 rate = -1e-7 mol/m2/s at 25 C
 y-term, species = CaO(cr)
 }
}

extend mineral K2O(s) {
 surface = 5 m2/g
 kinetics {
 rate = -1e-7 mol/m2/s at 25 C
 y-term, species = K2O(s)
 }
}

extend mineral Na2O(cr) {
 surface = 5 m2/g
 kinetics {
 rate = -1e-7 mol/m2/s at 25 C
 y-term, species = Na2O(cr)
 }
}

```

extend mineral C3A {
  surface = 5 m2/g
  kinetics {
    rate = -1e-8 mol/m2/s at 25 C
    y-term, species = C3A
  }
}
extend mineral C2S {
  surface = 5 m2/g
  kinetics {
    rate = -1e-9 mol/m2/s at 25 C
    y-term, species = C2S
  }
}
extend mineral C3S {
  surface = 5 m2/g
  kinetics {
    rate = -1e-8 mol/m2/s at 25 C
    y-term, species = C3S
  }
}

extend mineral Albite-high {
  surface = 0.5 m2/g
  kinetics {
    arrhenius-energy = 70 kJ/mol
    rate = -2e-14 mol/m2/s at 25 C
    w-term {
      species = H[+]
      power = -0.3
    }
    y-term, species = Albite-high
  }
  kinetics {
    arrhenius-energy = 70 kJ/mol
    rate = 2e-14 mol/m2/s at 25 C
    w-term {
      species = H[+]
      power = -0.3
    }
    y-term {
      species = Albite-high
      power = 0.1
    }
  }
}
extend mineral Illite-Mg {
  surface = 50 m2/g
  kinetics {
    arrhenius-energy = 70 kJ/mol
    rate = -2e-21 mol/m2/s at 25 C
    w-term {
      species = H[+]
      power = -0.6
    }
    y-term, species = Illite-Mg
  }
  kinetics {
    arrhenius-energy = 70 kJ/mol
    rate = 2e-21 mol/m2/s at 25 C
    w-term {
      species = H[+]
      power = -0.6
    }
    y-term {
      species = Illite-Mg
      power = 0.1
    }
  }
}

```

```

    }
  }
}
extend mineral Kaolinite {
  surface = 15 m2/g
  kinetics {
    arrhenius-energy = 30 kJ/mol
#   rate = -1e-15 mol/m2/s at 25 C
    rate = -3e-16 mol/m2/s at 25 C
    w-term {
      power = -0.3
      species = H[+]
    }
    y-term, species = Kaolinite
  }
  kinetics {
    arrhenius-energy = 30 kJ/mol
#   rate = 1e-15 mol/m2/s at 25 C
    rate = 3e-16 mol/m2/s at 25 C
    w-term {
      power = -0.3
      species = H[+]
    }
    y-term {
      species = Kaolinite
      power = 0.1
    }
  }
}
}
extend mineral Microcline {
  surface = 0.5 m2/g
  kinetics {
    arrhenius-energy = 70 kJ/mol
    rate = -2e-15 mol/m2/s at 25 C
    w-term {
      species = H[+]
      power = -0.3
    }
    y-term, species = Microcline
  }
  kinetics {
    arrhenius-energy = 70 kJ/mol
    rate = 2e-15 mol/m2/s at 25 C
    w-term {
      species = H[+]
      power = -0.3
    }
    y-term {
      species = Microcline
      power = 0.1
    }
  }
}
}
extend mineral Ca-exch-her {
  surface = 50 m2/g
}
extend mineral Mg-Montmorillonite-Ca {
  surface = 50 m2/g
  kinetics {
    arrhenius-energy = 50 kJ/mol
    rate = -2e-15 mol/m2/s at 25 C
    w-term {
      species = H[+]
      power = -0.22
    }
    y-term, species = Mg-Montmorillonite-Ca
  }
}

```

```

kinetics {
  arrhenius-energy = 50 kJ/mol
  rate = 2e-15 mol/m2/s at 25 C
  w-term {
    species = H[+]
    power = -0.22
  }
  y-term {
    species = Mg-Montmorillonite-Ca
    power = 0.1
  }
}
}
}
extend mineral Quartz {
  surface = 0.1 m2/g
  kinetics {
    arrhenius-energy = 90 kJ/mol
    rate = -5e-17 mol/m2/s at 25 C
    w-term {
      species = H[+]
      power = -0.5
    }
    y-term, species = Quartz
  }
  kinetics {
    arrhenius-energy = 90 kJ/mol
    rate = 5e-17 mol/m2/s at 25 C
    w-term {
      species = H[+]
      power = -0.5
    }
    y-term {
      species = Quartz
      power = 0.1
    }
  }
}
}
}

```

bring time to 300 d

output = heric_6p_20c
samples = 3000

```

select time in d
select pH
select aqueous{Ca[2+]} in mg/l
select aqueous{K[+]} in mg/l
select aqueous{Al[3+]} in mg/l
select aqueous{H4(SiO4)} in mg/l
select aqueous{CO3[2-]} in mg/l
select aqueous{Na[+]} in mg/l
select aqueous{Mg[2+]} in mg/l
select fixed{Ca[2+]} in mmol/l
select fixed{Mg[2+]} in mmol/l
select fixed{Na[+]} in mmol/l
select fixed{K[+]} in mmol/l
select minerals in g/l
#select SI{Portlandite}

```

MODELISATION DES SUSPENSIONS DE LIMON DE HERICOURT A 50°C

temp = 50 C

conc Na[+] = 1 mg/l
conc K[+] = 1 mg/l
conc Ca[2+] = 5.1 mg/l
conc Mg[2+] = 1.9 mg/l
tot HCO3[-] = 30 mg/l

mineral Albite-high = 1.9 g/l
mineral Goethite = 7.5 g/l
mineral Illite-Mg = 9.4 g/l
mineral Kaolinite = 23.5 g/l
mineral Mg-Montmorillonite-Ca = 4.7 g/l
mineral Ca-exch-her = 4.7 g/l
mineral Microcline = 7.6 g/l
mineral Quartz = 38 g/l

mineral Calcite = 1.4 g/l

mineral K2O(s) = 0.015 g/l
mineral Na2O(cr) = 0.0015 g/l
#mineral CaO(cr) = 1 g/l
mineral CaO(cr) = 0.35 g/l
mineral C3A = 0.7 g/l
mineral C2S = 0.3 g/l
mineral C3S = 2.6 g/l
mineral Gypsum = 0.2 g/l

database = ../../tdb/terdouest_th.tdb
exclude colloids, minerals
#include CSH0.8, CSH1.2, CSH1.6, Portlandite
include CSH0.8, CSH1.2, CSH1.6
include C4AH13, Ettringite, Gibbsite, Hydrogarnet, Stratlingite
include Brucite, Hydrotalcite
include Monocarboaluminate, Monosulfoaluminate
include Chalcedony, SiO2(am)

extend surface-sites (MT)2(Ca) {
 logK = 2.1
}
extend surface-sites (MT)2(Mg) {
 logK = 2.0
}

extend mineral CaO(cr) {
 surface = 5 m2/g
 kinetics {
 rate = -1e-7 mol/m2/s at 25 C
 y-term, species = CaO(cr)
 }
}

extend mineral K2O(s) {
 surface = 5 m2/g
 kinetics {
 rate = -1e-7 mol/m2/s at 25 C
 y-term, species = K2O(s)
 }
}

extend mineral Na2O(cr) {
 surface = 5 m2/g
 kinetics {
 rate = -1e-7 mol/m2/s at 25 C
 y-term, species = Na2O(cr)
 }
}

```

extend mineral C3A {
  surface = 5 m2/g
  kinetics {
    rate = -1e-8 mol/m2/s at 25 C
    y-term, species = C3A
  }
}
extend mineral C2S {
  surface = 5 m2/g
  kinetics {
    rate = -1e-9 mol/m2/s at 25 C
    y-term, species = C2S
  }
}
extend mineral C3S {
  surface = 5 m2/g
  kinetics {
    rate = -1e-8 mol/m2/s at 25 C
    y-term, species = C3S
  }
}

extend mineral Albite-high {
  surface = 0.5 m2/g
  kinetics {
    arrhenius-energy = 70 kJ/mol
    rate = -2e-14 mol/m2/s at 25 C
    w-term {
      species = H[+]
      power = -0.3
    }
    y-term, species = Albite-high
  }
  kinetics {
    arrhenius-energy = 70 kJ/mol
    rate = 2e-14 mol/m2/s at 25 C
    w-term {
      species = H[+]
      power = -0.3
    }
    y-term {
      species = Albite-high
      power = 0.1
    }
  }
}
extend mineral Illite-Mg {
  surface = 50 m2/g
  kinetics {
    arrhenius-energy = 70 kJ/mol
    rate = -2e-21 mol/m2/s at 25 C
    w-term {
      species = H[+]
      power = -0.6
    }
    y-term, species = Illite-Mg
  }
  kinetics {
    arrhenius-energy = 70 kJ/mol
    rate = 2e-21 mol/m2/s at 25 C
    w-term {
      species = H[+]
      power = -0.6
    }
    y-term {
      species = Illite-Mg
      power = 0.1
    }
  }
}

```

```

    }
  }
}
extend mineral Kaolinite {
  surface = 15 m2/g
  kinetics {
    arrhenius-energy = 30 kJ/mol
#   rate = -1e-15 mol/m2/s at 25 C
    rate = -3e-16 mol/m2/s at 25 C
    w-term {
      power = -0.3
      species = H[+]
    }
    y-term, species = Kaolinite
  }
  kinetics {
    arrhenius-energy = 30 kJ/mol
#   rate = 1e-15 mol/m2/s at 25 C
    rate = 3e-16 mol/m2/s at 25 C
    w-term {
      power = -0.3
      species = H[+]
    }
    y-term {
      species = Kaolinite
      power = 0.1
    }
  }
}
}
extend mineral Microcline {
  surface = 0.5 m2/g
  kinetics {
    arrhenius-energy = 70 kJ/mol
    rate = -2e-15 mol/m2/s at 25 C
    w-term {
      species = H[+]
      power = -0.3
    }
    y-term, species = Microcline
  }
  kinetics {
    arrhenius-energy = 70 kJ/mol
    rate = 2e-15 mol/m2/s at 25 C
    w-term {
      species = H[+]
      power = -0.3
    }
    y-term {
      species = Microcline
      power = 0.1
    }
  }
}
}
extend mineral Ca-exch-her {
  surface = 50 m2/g
}
extend mineral Mg-Montmorillonite-Ca {
  surface = 50 m2/g
  kinetics {
    arrhenius-energy = 50 kJ/mol
    rate = -2e-15 mol/m2/s at 25 C
    w-term {
      species = H[+]
      power = -0.22
    }
    y-term, species = Mg-Montmorillonite-Ca
  }
}

```

```

kinetics {
  arrhenius-energy = 50 kJ/mol
  rate = 2e-15 mol/m2/s at 25 C
  w-term {
    species = H[+]
    power = -0.22
  }
  y-term {
    species = Mg-Montmorillonite-Ca
    power = 0.1
  }
}
}
}
extend mineral Quartz {
  surface = 0.1 m2/g
  kinetics {
    arrhenius-energy = 90 kJ/mol
    rate = -5e-17 mol/m2/s at 25 C
    w-term {
      species = H[+]
      power = -0.5
    }
    y-term, species = Quartz
  }
  kinetics {
    arrhenius-energy = 90 kJ/mol
    rate = 5e-17 mol/m2/s at 25 C
    w-term {
      species = H[+]
      power = -0.5
    }
    y-term {
      species = Quartz
      power = 0.1
    }
  }
}
}
}

```

bring time to 300 d

output = heric_6p_50c
samples = 3000

```

select time in d
select pH
select aqueous{Ca[2+]} in mg/l
select aqueous{K[+]} in mg/l
select aqueous{Al[3+]} in mg/l
select aqueous{H4(SiO4)} in mg/l
select aqueous{CO3[2-]} in mg/l
select aqueous{Na[+]} in mg/l
select aqueous{Mg[2+]} in mg/l
select fixed{Ca[2+]} in mmol/l
select fixed{Mg[2+]} in mmol/l
select fixed{Na[+]} in mmol/l
select fixed{K[+]} in mmol/l
select minerals in g/l
#select SI{Portlandite}

```

ANNEXE 2

**Fichiers HYTEC pour la
modélisation des essais de circulation
d'eau (Limon de Héricourt)**

MODELISATION DE LA CIRCULATION D'EAU SUR LE LIMON DE HERICOURT NON TRAITE

Geometry and hydrogeology

domain = 0,0 0.1,0 0.1,0.01 0,0.01 m

flow-regime = stationary

storage = 1e-4

zone column {

 geometry = rectangle 0.05,0.005,0.1,0.01 m, nodes = 50, 1

 geochem = heric_6p_inter

 permeability = 2e-10 m/s

 dispersivity = 0.022 m

 diffusion-coeff = 1e-10 m²/s

 porosity = 0.20

 block-matrix {

 block-size = 0.002 m

 geochem = heric_6p_intra

 diffusion-coeff = 1e-10 m²/s

 porosity = 0.17

 }

}

boundary injection {

 coordinates = 0,0 0,0.01 m

 flow-condition = constant-flow at 6e-8,0 m/s

 modify at 5 d, flow-condition = constant-flow at 4e-8,0 m/s

 modify at 15 d, flow-condition = constant-flow at 3e-8,0 m/s

 modify at 50 d, flow-condition = constant-flow at 4e-8,0 m/s

 modify at 120 d, flow-condition = constant-flow at 5e-8,0 m/s

 modify at 170 d, flow-condition = constant-flow at 6e-8,0 m/s

 transport-condition = flux using solution

}

boundary out {

 coordinates = 0.1,0 0.1,0.01 m

 flow-condition = constant-head at 0 m

}

Geochemistry

unit solution {

 temp = 20 C

 fug CO2(g) = 4e-4

}

unit heric_6p_inter {

 temp = 20 C

}

unit heric_6p_intra {

 temp = 20 C

 conc Na[+] = 0.04 g/l

 conc K[+] = 0.04 g/l

 conc Ca[2+] = 0.23 g/l

 conc Mg[2+] = 0.09 g/l

 tot HCO3[-] = 1.4 g/l

 mineral Albite-low = 0.1 kg/l

 mineral Goethite = 0.31 kg/l

 mineral Illite-Mg = 0.48 kg/l

 mineral Kaolinite = 0.57 kg/l

 mineral Mg-Montmorillonite-Ca = 0.19 kg/l

 mineral Ca-exch-her = 0.19 kg/l

 mineral Microcline = 0.40 kg/l

 mineral Quartz = 2.61 kg/l

```

    mineral Calcite = 0.04 kg/l
}

database = /home/dewindt/terdouest/terdouest_kevin/tdb/terdouest_th.tdb
exclude colloids, minerals
include Chalcedony, Gibbsite

extend surface-sites (MT)2(Ca) {
    logK = 0.6
}
extend surface-sites (MT)2(Mg) {
    logK = 0.5
}

extend mineral Albite-low {
    surface = 0.5 m2/g
    kinetics {
        rate = -2e-12 mol/m2/s at 25 C
        y-term, species = Albite-low
    }
    kinetics {
        rate = 2e-12 mol/m2/s at 25 C
        y-term {
            species = Albite-low
            power = 0.1
        }
    }
}
extend mineral Illite-Mg {
    surface = 50 m2/g
    kinetics {
        rate = -1e-15 mol/m2/s at 25 C
        y-term, species = Illite-Mg
    }
    kinetics {
        rate = 1e-15 mol/m2/s at 25 C
        y-term {
            species = Illite-Mg
            power = 0.1
        }
    }
}
extend mineral Kaolinite {
    surface = 15 m2/g
    kinetics {
        rate = -1e-13 mol/m2/s at 25 C
        y-term, species = Kaolinite
    }
    kinetics {
        rate = 1e-13 mol/m2/s at 25 C
        y-term {
            species = Kaolinite
            power = 0.1
        }
    }
}
extend mineral Microcline {
    surface = 0.5 m2/g
    kinetics {
        rate = -5e-13 mol/m2/s at 25 C
        y-term, species = Microcline
    }
    kinetics {
        rate = 5e-13 mol/m2/s at 25 C
        y-term {
            species = Microcline
            power = 0.1
        }
    }
}

```

```

    }
  }
}
extend mineral Ca-exch-her {
  surface = 50 m2/g
}
extend mineral Mg-Montmorillonite-Ca {
  surface = 50 m2/g
  kinetics {
    rate = -5e-15 mol/m2/s at 25 C
    y-term, species = Mg-Montmorillonite-Ca
  }
  kinetics {
    rate = 5e-15 mol/m2/s at 25 C
    y-term {
      species = Mg-Montmorillonite-Ca
      power = 0.1
    }
  }
}
}
extend mineral Quartz {
  surface = 0.1 m2/g
  kinetics {
    rate = -1e-12 mol/m2/s at 25 C
    y-term, species = Quartz
  }
  kinetics {
    rate = 1e-12 mol/m2/s at 25 C
    y-term {
      species = Quartz
      power = 0.1
    }
  }
}
}

# Simulation parameters
# -----
duration = 300 d
timestep = variable {
  start = 50 s
  courant-factor = 50
}
launcher {
  hytec = /share/apps/gnu/hytec/hytec-3.7 on compute-0-7, compute-0-7,
compute-0-7
  transport = /share/apps/gnu/hytec/r2d2-2.7 on compute-0-7
}

# Output specifications
# -----
output = $*
sample = 60
verbose = disabled

select pH
select aqueous{Ca[2+]} in mg/l
select aqueous{K[+]} in mg/l
select aqueous{Al[3+]} in mg/l
select aqueous{H4(SiO4)} in mg/l
select aqueous{CO3[2-]} in mg/l
select aqueous{Na[+]} in mg/l
select aqueous{Mg[2+]} in mg/l
select fixed{Ca[2+]} in mmol/l
select fixed{Mg[2+]} in mmol/l
select fixed{Na[+]} in mmol/l
select fixed{K[+]} in mmol/l
select minerals in g/l

```

MODELISATION DE LA CIRCULATION D'EAU SUR LE LIMON DE HERICOURT TRAITE

Geometry and hydrogeology

domain = 0,0 0.1,0 0.1,0.01 0,0.01 m

flow-regime = stationary

storage = 1e-4

zone column {

 geometry = rectangle 0.05,0.005,0.1,0.01 m, nodes = 50, 1

 geochem = heric_6p_inter

 permeability = 2e-9 m/s

 dispersivity = 0.022 m

 diffusion-coeff = 1e-10 m²/s

 porosity = 0.20

 block-matrix {

 block-size = 0.002 m

 geochem = heric_6p_intra

 diffusion-coeff = 1e-10 m²/s

 porosity = 0.17

 }

}

boundary injection {

 coordinates = 0,0 0,0.01 m

 flow-condition = constant-flow at 6e-7,0 m/s

 modify at 10 d, flow-condition = constant-flow at 3.5e-7,0 m/s

 modify at 50 d, flow-condition = constant-flow at 2.4e-7,0 m/s

 modify at 140 d, flow-condition = constant-flow at 2.1e-7,0 m/s

 modify at 250 d, flow-condition = constant-flow at 1.5e-7,0 m/s

 transport-condition = flux using solution

}

boundary out {

 coordinates = 0.1,0 0.1,0.01 m

 flow-condition = constant-head at 0 m

}

Geochemistry

unit solution {

 temp = 20 C

 fug CO₂(g) = 4e-4

}

unit heric_6p_intra {

 temp = 20 C

 conc Na[+] = 0.09 g/l

 conc K[+] = 0.09 g/l

 conc Ca[2+] = 0.50 g/l

 conc Mg[2+] = 0.20 g/l

 tot HCO₃[-] = 3.1 g/l

 mineral Albite-low = 0.20 kg/l

 mineral Calcite = 0.075 kg/l

 mineral Goethite = 0.61 kg/l

 mineral Illite-Mg = 0.94 kg/l

 mineral Kaolinite = 1.11 kg/l

 mineral Mg-Montmorillonite-Ca = 0.37 kg/l

 mineral Ca-exch-her = 0.37 kg/l

 mineral Microcline = 0.78 kg/l

 mineral Quartz = 5.11 kg/l

}

unit heric_6p_inter {

 pH = 14.1

```

tot K[+] = 1.15 g/l
tot Na[+] = 0.19 g/l
mineral CSH1.6 = 220 g/l
mineral Calcite = 51 g/l
mineral C4AH13 = 105 g/l
mineral Ettringite = 40.4 g/l
mineral Brucite = 0.71 g/l
}

database = /home/dewindt/terdouest_kat/tdb/terdouest_th.tdb
exclude colloids, minerals
#include CSH08b, CSH11b, CSH18b, Portlandite
include CSH0.8, CSH1.2, CSH1.6
include C4AH13, Ettringite, Gibbsite, Hydrogarnet, Stratlingite
include Brucite, Hydrotalcite
include Monocarboaluminate, Monosulfoaluminate
include Chalcedony, SiO2(am)

electrostatics = disabled

extend surface-sites (MT)2(Ca) {
  logK = 0.6
}
extend surface-sites (MT)2(Mg) {
  logK = 0.5
}

extend mineral Albite-low {
  surface = 0.5 m2/g
  kinetics {
    arrhenius-energy = 70 kJ/mol
    rate = -2e-14 mol/m2/s at 25 C
    w-term {
      species = H[+]
      power = -0.3
    }
    y-term, species = Albite-low
  }
  kinetics {
    arrhenius-energy = 70 kJ/mol
    rate = 2e-14 mol/m2/s at 25 C
    w-term {
      species = H[+]
      power = -0.3
    }
    y-term {
      species = Albite-low
      power = 0.1
    }
  }
}

extend mineral Illite-Mg {
  surface = 50 m2/g
  kinetics {
    arrhenius-energy = 70 kJ/mol
    rate = -2e-21 mol/m2/s at 25 C
    w-term {
      species = H[+]
      power = -0.6
    }
    y-term, species = Illite-Mg
  }
  kinetics {
    arrhenius-energy = 70 kJ/mol
    rate = 2e-21 mol/m2/s at 25 C
    w-term {
      species = H[+]

```

```

        power = -0.6
    }
    y-term {
        species = Illite-Mg
        power = 0.1
    }
}
}
extend mineral Kaolinite {
    surface = 15 m2/g
    kinetics {
        arrhenius-energy = 30 kJ/mol
        rate = -1e-15 mol/m2/s at 25 C
        w-term {
            power = -0.3
            species = H[+]
        }
        y-term, species = Kaolinite
    }
    kinetics {
        arrhenius-energy = 30 kJ/mol
        rate = 1e-15 mol/m2/s at 25 C
        w-term {
            power = -0.3
            species = H[+]
        }
        y-term {
            species = Kaolinite
            power = 0.1
        }
    }
}
}
extend mineral Microcline {
    surface = 0.5 m2/g
    kinetics {
        arrhenius-energy = 70 kJ/mol
        rate = -2e-15 mol/m2/s at 25 C
        w-term {
            species = H[+]
            power = -0.3
        }
        y-term, species = Microcline
    }
    kinetics {
        arrhenius-energy = 70 kJ/mol
        rate = 2e-15 mol/m2/s at 25 C
        w-term {
            species = H[+]
            power = -0.3
        }
        y-term {
            species = Microcline
            power = 0.1
        }
    }
}
}
extend mineral Ca-exch-her {
    surface = 50 m2/g
}
}
extend mineral Mg-Montmorillonite-Ca {
    surface = 50 m2/g
    kinetics {
        arrhenius-energy = 50 kJ/mol
        rate = -2e-15 mol/m2/s at 25 C
        w-term {
            species = H[+]
            power = -0.22
        }
    }
}
}

```

```

    }
    y-term, species = Mg-Montmorillonite-Ca
  }
  kinetics {
    arrhenius-energy = 50 kJ/mol
    rate = 2e-15 mol/m2/s at 25 C
    w-term {
      species = H[+]
      power = -0.22
    }
    y-term {
      species = Mg-Montmorillonite-Ca
      power = 0.1
    }
  }
}
extend mineral Quartz {
  surface = 0.1 m2/g
  kinetics {
    arrhenius-energy = 90 kJ/mol
    rate = -5e-17 mol/m2/s at 25 C
    w-term {
      species = H[+]
      power = -0.5
    }
    y-term, species = Quartz
  }
  kinetics {
    arrhenius-energy = 90 kJ/mol
    rate = 5e-17 mol/m2/s at 25 C
    w-term {
      species = H[+]
      power = -0.5
    }
    y-term {
      species = Quartz
      power = 0.1
    }
  }
}
}

# Simulation parameters
# -----
duration = 300 d
timestep = variable {
  start = 50 s
  courant-factor = 50
}
launcher {
  hytec = /share/apps/gnu/hytec/hytec-3.7 on compute-0-8, compute-0-8,
compute-0-8
  transport = /share/apps/gnu/hytec/r2d2-2.7 on compute-0-8
}

# Output specifications
# -----
output = $*
sample = 60
verbose = enabled

select pH
select aqueous{Ca[2+]} in mg/l
select aqueous{K[+]} in mg/l
select aqueous{Al[3+]} in mg/l
select aqueous{H4(SiO4)} in mg/l
select aqueous{CO3[2-]} in mg/l
select aqueous{Na[+]} in mg/l

```


ANNEXE 3

Transposition du modèle géochimique à l'altérite de Vigneux

Le système géochimique élaboré pour la modélisation des suspensions dans le cas du limon de Héricourt a été transposé au cas de l'altérite de Vigneux. Seules les proportions des minéraux du sol ont été modifiées, de sorte à représenter la minéralogie complète de l'altérite. Les évolutions simulées et expérimentales du pH et des principaux cations sont présentées sur la figure 5.13. Les fichiers CHESS sont fournis à la suite.

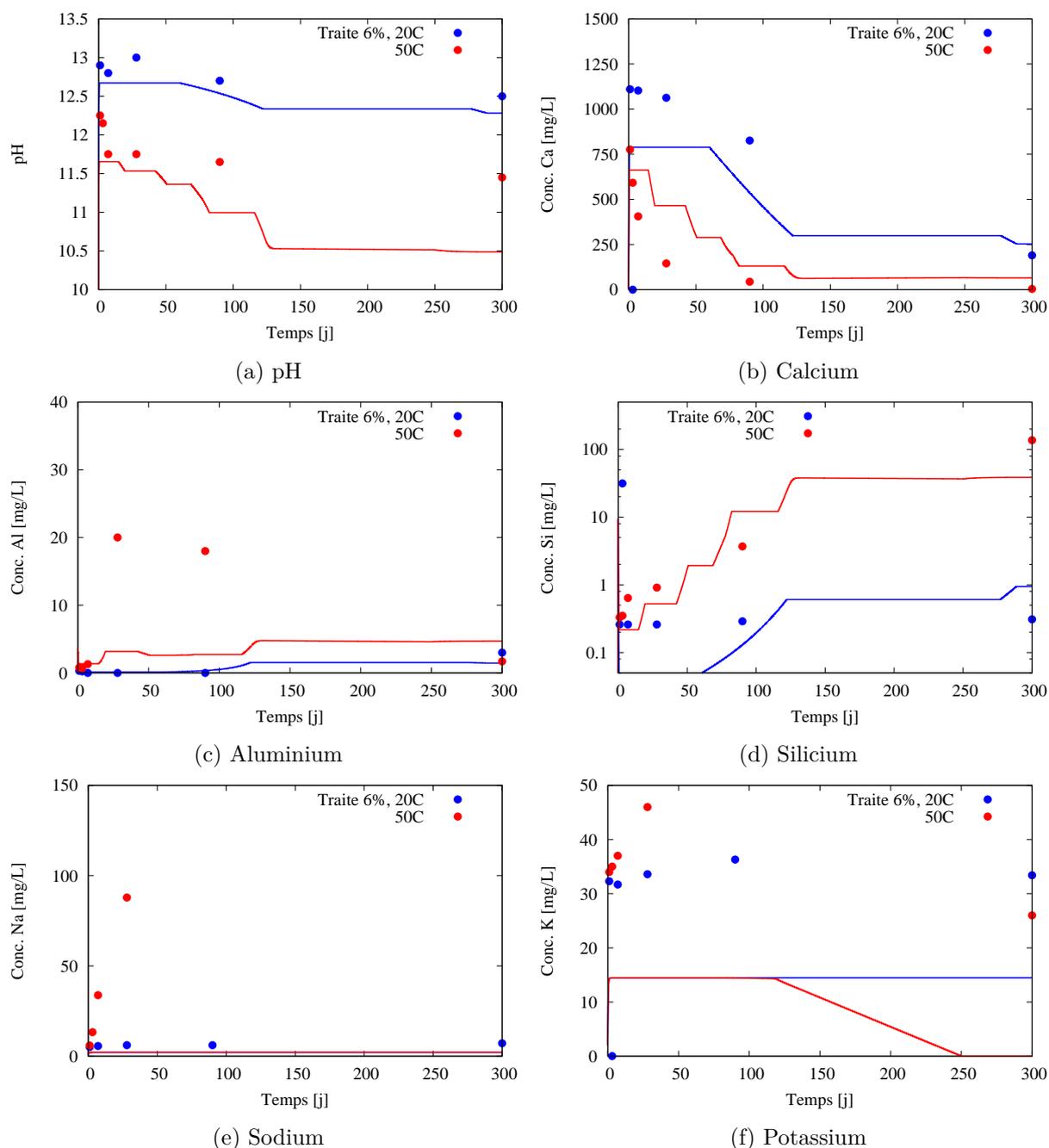


Figure 5.13 – Comparaison des résultats expérimentaux de la composition chimique de la solution dans les essais en suspension (points) avec les résultats simulés avec CHESS (trait continu) (modèle transposé à l'altérite).

MODELISATION DES SUSPENSIONS D'ALTERITE A 20°C

temp = 20 C

conc Na[+] = 1 mg/l
conc K[+] = 2 mg/l
conc Ca[2+] = 5.1 mg/l
conc Mg[2+] = 1.9 mg/l
tot HCO3[-] = 30.8 mg/l

mineral Goethite = 4.4 g/l
mineral Muscovite = 28.9 g/l
mineral Kaolinite = 50.7 g/l
mineral Quartz = 11.8 g/l

mineral Calcite = 2.8 g/l
#carbonates par ATG environ 2%

mineral K2O(s) = 0.015 g/l
mineral Na2O(cr) = 0.0015 g/l
mineral CaO(cr) = 1 g/l
mineral C3A = 0.7 g/l
mineral C2S = 0.3 g/l
mineral C3S = 2.6 g/l
mineral Gypsum = 0.2 g/l

database = tdb/terdouest_th.tdb
exclude colloids, minerals
include CSH0.8, CSH1.2, CSH1.6, Portlandite
include C4AH13, Ettringite, Gibbsite, Hydrogarnet, Stratlingite
include Brucite, Hydrotalcite
include Monocarboaluminate
include SiO2(am)

extend surface-sites (MT)2(Ca) {
 logK = 2.1
}
extend surface-sites (MT)2(Mg) {
 logK = 2.0
}

extend mineral CaO(cr) {
 surface = 5 m2/g
 kinetics {
 rate = -1e-7 mol/m2/s at 25 C
 y-term, species = CaO(cr)
 }
}

extend mineral K2O(s) {
 surface = 5 m2/g
 kinetics {
 rate = -1e-7 mol/m2/s at 25 C
 y-term, species = K2O(s)
 }
}

extend mineral Na2O(cr) {
 surface = 5 m2/g
 kinetics {
 rate = -1e-7 mol/m2/s at 25 C
 y-term, species = Na2O(cr)
 }
}

extend mineral C3A {
 surface = 5 m2/g
 kinetics {
 rate = -1e-8 mol/m2/s at 25 C
 y-term, species = C3A
 }
}

```

    }
}
extend mineral C2S {
  surface = 5 m2/g
  kinetics {
    rate = -1e-9 mol/m2/s at 25 C
    y-term, species = C3S
  }
}
extend mineral C3S {
  surface = 5 m2/g
  kinetics {
    rate = -1e-8 mol/m2/s at 25 C
    y-term, species = C3S
  }
}

extend mineral Muscovite {
  surface = 2.5 m2/g
  kinetics {
    arrhenius-energy = 25 kJ/mol
    rate = -1e-15 mol/m2/s at 25 C
    w-term {
      species = H[+]
      power = -0.22
    }
    y-term, species = Muscovite
  }
  kinetics {
    arrhenius-energy = 25 kJ/mol
    rate = 1e-15 mol/m2/s at 25 C
    w-term {
      species = H[+]
      power = -0.22
    }
  }
}
}
extend mineral Kaolinite {
  surface = 10 m2/g
  kinetics {
    arrhenius-energy = 60 kJ/mol
    rate = -2e-16 mol/m2/s at 25 C
    w-term {
      power = -0.3
      species = H[+]
    }
    y-term, species = Kaolinite
  }
  kinetics {
    arrhenius-energy = 60 kJ/mol
    rate = 2e-16 mol/m2/s at 25 C
    w-term {
      power = -0.3
      species = H[+]
    }
    y-term {
      species = Kaolinite
      power = 0.1
    }
  }
}
}
extend mineral Quartz {
  surface = 0.1 m2/g
  kinetics {
    arrhenius-energy = 90 kJ/mol
    rate = -5e-17 mol/m2/s at 25 C
    w-term {

```

```

        species = H[+]
        power = -0.5
    }
    y-term, species = Quartz
}
kinetics {
    arrhenius-energy = 90 kJ/mol
    rate = 5e-17 mol/m2/s at 25 C
    w-term {
        species = H[+]
        power = -0.5
    }
    y-term {
        species = Quartz
        power = 0.1
    }
}
}
}

```

bring time to 300 d

```

output = vig_6p_20c
samples = 10000

```

```

select time in d
select pH
select aqueous{Ca[2+]} in mg/l
select aqueous{K[+]} in mg/l
select aqueous{Al[3+]} in mg/l
select aqueous{H4(SiO4)} in mg/l
select aqueous{CO3[2-]} in mg/l
select aqueous{Na[+]} in mg/l
select aqueous{Mg[2+]} in mg/l
select fixed{Ca[2+]} in mmol/l
select fixed{Mg[2+]} in mmol/l
select fixed{Na[+]} in mmol/l
select fixed{K[+]} in mmol/l
select minerals in g/l
select SI{Portlandite}
select Portlandite in mg/l

```

MODELISATION DES SUSPENSIONS D'ALTERITE A 50°C

temp = 50 C

conc Na[+] = 1 mg/l
conc K[+] = 2 mg/l
conc Ca[2+] = 5.1 mg/l
conc Mg[2+] = 1.9 mg/l
tot HCO3[-] = 30.8 mg/l

mineral Goethite = 4.4 g/l
mineral Muscovite = 28.9 g/l
mineral Kaolinite = 50.7 g/l
mineral Quartz = 11.8 g/l

mineral Calcite = 2.8 g/l
#carbonates par ATG environ 2%

mineral K2O(s) = 0.015 g/l
mineral Na2O(cr) = 0.0015 g/l
mineral CaO(cr) = 1 g/l
mineral C3A = 0.7 g/l
mineral C2S = 0.3 g/l
mineral C3S = 2.6 g/l
mineral Gypsum = 0.2 g/l

database = tdb/terdouest_th.tdb
exclude colloids, minerals
include CSH0.8, CSH1.2, CSH1.6, Portlandite
include C4AH13, Ettringite, Gibbsite, Hydrogarnet, Stratlingite
include Brucite, Hydrotalcite
include Monocarboaluminate
include SiO2(am)

extend surface-sites (MT)2(Ca) {
 logK = 2.1
}
extend surface-sites (MT)2(Mg) {
 logK = 2.0
}

extend mineral CaO(cr) {
 surface = 5 m2/g
 kinetics {
 rate = -1e-7 mol/m2/s at 25 C
 y-term, species = CaO(cr)
 }
}

extend mineral K2O(s) {
 surface = 5 m2/g
 kinetics {
 rate = -1e-7 mol/m2/s at 25 C
 y-term, species = K2O(s)
 }
}

extend mineral Na2O(cr) {
 surface = 5 m2/g
 kinetics {
 rate = -1e-7 mol/m2/s at 25 C
 y-term, species = Na2O(cr)
 }
}

extend mineral C3A {
 surface = 5 m2/g
 kinetics {
 rate = -1e-8 mol/m2/s at 25 C
 y-term, species = C3A
 }
}

```

    }
}
extend mineral C2S {
  surface = 5 m2/g
  kinetics {
    rate = -1e-9 mol/m2/s at 25 C
    y-term, species = C3S
  }
}
extend mineral C3S {
  surface = 5 m2/g
  kinetics {
    rate = -1e-8 mol/m2/s at 25 C
    y-term, species = C3S
  }
}

extend mineral Muscovite {
  surface = 2.5 m2/g
  kinetics {
    arrhenius-energy = 25 kJ/mol
    rate = -1e-15 mol/m2/s at 25 C
    w-term {
      species = H[+]
      power = -0.22
    }
    y-term, species = Muscovite
  }
  kinetics {
    arrhenius-energy = 25 kJ/mol
    rate = 1e-15 mol/m2/s at 25 C
    w-term {
      species = H[+]
      power = -0.22
    }
  }
}
}
extend mineral Kaolinite {
  surface = 10 m2/g
  kinetics {
    arrhenius-energy = 60 kJ/mol
    rate = -2e-16 mol/m2/s at 25 C
    w-term {
      power = -0.3
      species = H[+]
    }
    y-term, species = Kaolinite
  }
  kinetics {
    arrhenius-energy = 60 kJ/mol
    rate = 2e-16 mol/m2/s at 25 C
    w-term {
      power = -0.3
      species = H[+]
    }
    y-term {
      species = Kaolinite
      power = 0.1
    }
  }
}
}
extend mineral Quartz {
  surface = 0.1 m2/g
  kinetics {
    arrhenius-energy = 90 kJ/mol
    rate = -5e-17 mol/m2/s at 25 C
    w-term {

```

```

    species = H[+]
    power = -0.5
  }
  y-term, species = Quartz
}
kinetics {
  arrhenius-energy = 90 kJ/mol
  rate = 5e-17 mol/m2/s at 25 C
  w-term {
    species = H[+]
    power = -0.5
  }
  y-term {
    species = Quartz
    power = 0.1
  }
}
}
}

```

bring time to 300 d

```

output = vig_6p_50c
samples = 10000

```

```

select time in d
select pH
select aqueous{Ca[2+]} in mg/l
select aqueous{K[+]} in mg/l
select aqueous{Al[3+]} in mg/l
select aqueous{H4(SiO4)} in mg/l
select aqueous{CO3[2-]} in mg/l
select aqueous{Na[+]} in mg/l
select aqueous{Mg[2+]} in mg/l
select fixed{Ca[2+]} in mmol/l
select fixed{Mg[2+]} in mmol/l
select fixed{Na[+]} in mmol/l
select fixed{K[+]} in mmol/l
select minerals in g/l
select SI{Portlandite}
select Portlandite in mg/l

```


RÉSUMÉ EN FRANÇAIS

La stabilisation des sols à la chaux et aux liants hydrauliques permet de valoriser des sols aux propriétés médiocres. Dans cette étude, une démarche multi-échelle a été mise en œuvre pour décrire les effets du traitement mixte sur les caractéristiques et les propriétés de sols limoneux qui présentent une composition minéralogique différente. Cette démarche a également été mise en œuvre pour comprendre la réponse physico-chimique et mécanique de ces sols traités lors d'une circulation d'eau.

Les propriétés hydromécaniques du sol traité s'avèrent conditionnées par l'organisation microstructurale, elle-même étant dépendante de la minéralogie du sol. Dans un limon dépourvu de micas, les particules argileuses entourent des particules plus grossières pour former des agglomérats millimétriques autour desquels se déposent les liants. Le développement d'un gel de C-(A)-S-H assure alors une continuité dans l'ensemble du matériau, et le développement des performances mécaniques est satisfaisant. Le limon riche en micas présente une microstructure radicalement différente. L'abondance de micas induit un amas de plaquettes sur lesquelles sont dispersés les liants. La performance mécanique est alors bien plus faible.

La circulation prolongée et continue d'eau est conditionnée par cette organisation microstructurale. Dans le cas du limon dépourvu de micas, celle-ci assure ainsi un maintien des performances mécaniques en réponse au faible lessivage des produits cimentaires. Par contre dans le limon riche en micas, les phases cimentaires sont fortement atteintes par la circulation. La perte des effets du traitement est alors totale, même si un retard de l'arrivée d'eau permet de la ralentir.

MOTS CLÉS : sols naturels, stabilisation, chaux, ciment, microstructure, lixiviation, hydrates, argiles, micas

RÉSUMÉ EN ANGLAIS

Soil stabilization with lime and hydraulic binders leads to improve soil with low properties. In this study, a multi-scale approach was implemented to describe the effects of mixed treatment on the characteristics and properties of stabilized silts having a different mineralogical composition. This approach has also been used to understand the physico-chemical and mechanical response of these stabilized silts during water flow.

Hydromechanical properties of stabilized silt are conditioned by the microstructural organization itself being dependent on soil mineralogy. In silt without micas, clay particles coat the coarser particles of the soil (quartz and feldspars) to form agglomerates. These agglomerates are overlaid hydrates products formed by the hydration of lime and cement. The development of C-(A)-S-H gel ensures continuity throughout the material. The development of mechanical performance is also satisfactory. In the other hand, the second silt, rich in micas, presents a microstructure fundamentally different. The abundance of mica platelets induces a cluster of individual particles on which are scattered the hydrated products. As a consequence, the mechanical performance is lower.

Long term effects of a continuous water flow are conditioned by these microstructural organizations. In the case of silt without micas, the mechanical performance is maintained in response to the low leaching of cementitious products. The soil fabric preserves the treatment effects. Inversely, silt-rich micas, cementitious phases are strongly affected by water flow. The loss of the treatment effect is then complete, although a delay in the water percolation can slow it down.

KEY WORDS : Natural silt, stabilisation, lime, cement, microstructure, water percolation, hydrates, micas