



HAL
open science

Caractérisation minéralogique, thermique et microscopique des sols fins en technique routière

Yvette Sedjro Tankpinou Kiki

► **To cite this version:**

Yvette Sedjro Tankpinou Kiki. Caractérisation minéralogique, thermique et microscopique des sols fins en technique routière. Autre. Université de Bordeaux; Université d'Abomey-Calavi (Bénin), 2016. Français. NNT : 2016BORD0227 . tel-01476079

HAL Id: tel-01476079

<https://theses.hal.science/tel-01476079>

Submitted on 24 Feb 2017

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.

THÈSE EN COTUTELLE PRÉSENTÉE
POUR OBTENIR LE GRADE DE

DOCTEUR DE

L'UNIVERSITÉ DE BORDEAUX
ET DE L'UNIVERSITÉ D'ABOMEY-CALAVI

ECOLE DOCTORALE SCIENCES PHYSIQUES DE L'INGENIEUR
ECOLE DOCTORALE DES SCIENCES DE L'INGENIEUR
SPÉCIALITÉ MECANIQUE

Par Yvette Sèdjro TANKPINOU KIKI

**CARACTERISATION MINERALOGIQUE, THERMIQUE ET
MICROSCOPIQUE DE SOLS FINS EN TECHNIQUE ROUTIERE**

Sous la direction de Richard FABRE, Nadia SAIYOURI et de Victor GBAGUIDI

Soutenue le 08 Novembre 2016

Membres du jury :

Mme	PANTET	Anne	Université du Havre	Président
M.	FLEUREAU	Jean-Marie	Ecole Centrale de Paris	Rapporteur
M.	AL- MUKHTAR	Muzahim	Université d'Orléans	Rapporteur
M.	FABRE	Richard	Université de Bordeaux	Examineur
Mme	SAIYOURI	Nadia	Université de Bordeaux	Examineur
M.	GBAGUIDI	Victor	Université d'Abomey-Calavi	Examineur
M.	ANGUY	Yannick	Université de Bordeaux	Invité

A

Celui dont le Nom est au-dessus de tout nom,

Mon Admirable Conseiller et mon Ami Fidèle.

REMERCIEMENTS

Avant tout, je voudrais honorer le gouvernement du Bénin qui a financé cette thèse dans le cadre de la formation des formateurs.

Je rends un hommage mérité au professeur Richard FABRE qui a accepté et a cru en nos capacités de faire aboutir des travaux de recherche ; au professeur Nadia SAIYOURI pour son flair et son dynamisme; au Professeur Victor S. GBAGUIDI qui a constitué pour nous un levier et qui nous a vraiment poussé jusqu'à l'aboutissement de ces travaux.

Ma plus profonde gratitude au professeur Anne PANTET pour avoir conduit les travaux du jury de soutenance de cette thèse.

J'adresse mes remerciements aux professeurs Jean-Marie FLEUREAU et Muzahim AL-MUKHTAR pour avoir accepté de rapporter ce travail et d'avoir participé à mon jury.

Mes chaleureux remerciements à Yannick ANGUY, Cécile GABORIEAU, Eric LEBRAUD, Bernard SOLBES pour leur déterminante contribution.

Que tout le personnel et les collègues du laboratoire I2M-GCE trouvent ici l'expression de mon admiration.

Mes remerciements au Professeur Antoine VIANOU, directeur de l'École doctorale des Sciences de l'Ingénieur pour son soutien

Tous mes remerciements aux collègues du laboratoire d'Energetique et de Mécanique Appliquée, qui m'ont apporté leur aide lors des travaux sur le terrain.

Ma plus vive reconnaissance au Professeur Félix HONTINFINDE de la Faculté des Sciences et Techniques de l'Université d'Abomey-Calavi pour m'avoir permis d'intégrer le corps des Enseignants-Chercheurs.

Mes plus chaleureux remerciements à Alain, Yannick, Landry et Carine KIKI, Victorine et Désiré TANKPINOU, tous mes frères et sœurs pour m'avoir offert leur soutien ; je leur témoigne toute ma gratitude et ma profonde affection.

Nous tenons aussi à remercier très vivement tous ceux qui de façon anonyme ont contribué à la réussite de cette thèse.

A tous merci.

QUELQUES ABREVIATIONS

Sigles d'organismes

AFNOR	Association Française de Normalisation
CEBTP	Centre d'Etude des bâtiments et Travaux Publics
I2M-GCE	Institut de Mécanique et d'Ingénierie – Génie Civil Environnemental (Bordeaux - France)
LEMA	Laboratoire d'Énergétique et de Mécanique Appliquée (Université d'Abomey-Calavi - Bénin)
LCPC	Laboratoire Central des Ponts et Chaussées (actuellement IFSTTAR)
SETRA	Service d'Études sur les Transports, les Routes et leurs Aménagements

Sigles - Routes

GTR	Guide technique des Terrassements Routiers, Réalisation des remblais et des couches de forme
GTS	Guide technique du Traitement des Sols à la chaux et/ou aux liants hydrauliques
ICBR	Indice Californian Bearing Ratio
LHR	Liant Hydraulique Routier
OPM	Optimum Proctor Modifié
OPN	Optimum Proctor Normal
PST	Partie Supérieure de Terrassement

Symboles – Géotechnique et mécanique des sols

D	Dimension maximale pour laquelle le passant est compris entre 80 et 99%
D_{max}	Dimension maximale des plus gros éléments contenus dans un sol
E_c	Module d'élasticité en compression
F	Force
F_r	Force à la rupture
IP	Indice de Plasticité
IPI	Indice Portant Immédiat
M.O.	Matière Organique
MPa	Mégapascal [10^6 N.m^{-2} ou $10^6 \text{ kg.m}^{-1}.\text{s}^{-2}$]
ρ_{dOP}	Masse volumique sèche optimum Proctor
ρ_{dOPN}	Masse volumique sèche optimum Proctor normal
R_{c60}	Résistance à la compression simple à 60 jours
R_c	Résistance à la compression simple
R_{ci}	Résistance à la compression simple après immersion
R_{it}	Résistance à la traction indirecte
R_t	Résistance en traction directe. $R_t = 0,8R_{it}$
T_0 à T_4	Classe mécanique (R_t ; E)
VB	Valeur de Bleu de méthylène
w	Teneur en eau
w_L	Limite de Liquidité
w_{nat}	Teneur en eau naturelle
w_{OP}	Teneur en eau à l'optimum Proctor
w_{OPN}	Teneur en eau à l'optimum Proctor normal
w_P	Limite de Plasticité
w_{RE}	Limite de Retrait
w_{sat}	Teneur en eau de saturation

Symboles / sigles – Physico-chimie et analyses microstructurales

ATD	Analyse Thermodifférentielle
ATG	Analyse Thermo Gravimétrique
EDS	Energy Dispersive Spetroscopy
DRX	Diffraction des Rayons X
h	Heure
ICP-OES	Spectrométrie d'Emission Optique par Plasma à Couplage Inductif
PF	Perte au Feu
MEB	Microscope Electronique à Balayage
LD	Limite de détection

Notation cimentière

C:	CaO
Č:	CO ₂
S:	SiO ₂
Š:	SO ₃
A:	Al ₂ O ₃
H:	H ₂ O

TABLE DES MATIERES

LISTE DES FIGURES	VII
LISTE DES TABLEAUX.....	XI
INTRODUCTION GENERALE	1
CHAPITRE 1- LES SOLS FINS POUR UNE UTILISATION DANS LES INFRASTRUCTURES ROUTIERES	5
1-1- LES SOLS FINS.....	5
1-1-1- ORIGINE.....	5
1-1-2- STRUCTURE ET ORGANISATION.....	7
<i>1-1-2-1- Les minéraux phylliteux</i>	<i>8</i>
<i>1-1-2-2- Les minéraux fibreux.....</i>	<i>12</i>
<i>1-1-2-3- Les minéraux interstratifiés.....</i>	<i>14</i>
1-1-2-4- Les minéraux associés	14
1-1-3- MECANISMES DE GONFLEMENT ET DE RETRAIT DES SOLS ARGILEUX	15
1-2- TRAITEMENT DES SOLS.....	16
1-2-1- LES LIANTS HYDRAULIQUES	17
<i>1-2-1-1- La chaux.....</i>	<i>18</i>
<i>1-2-1-2- Le ciment.....</i>	<i>18</i>
<i>1-2-1-3- Les liants hydrauliques routiers (LHR).....</i>	<i>19</i>
1-2-2- ACTION DU TRAITEMENT SUR LES PROPRIETES GEOTECHNIQUES	20
1-2-2-1- Granulométrie.....	20
1-2-2-2- Limites d'Atterberg	20
1-2-2-3- Caractéristiques de compactage.....	21
1-2-2-4- Caractéristiques mécaniques	22
1-2-3- MECANISMES PHYSICO-CHIMIQUES DU TRAITEMENT	23
1-2-3-1- Modification de l'état hydrique.....	23
1-2-3-2- Floculation des particules.....	23
1-2-3-3- Carbonatation.....	24
1-2-3-4- Hydratation - Réactions pouzzolaniques.....	25
1-2-3-5- Perturbations éventuelles liées au traitement	25
1-2-3-5-1- Perturbation de la prise attribuée aux argiles.....	26
1-2-3-5-2- Perturbations attribuées au soufre.....	27
1-2-3-5-3- Autres perturbations	29
1-3- CONDITIONS D'UTILISATION DES SOLS FINS EN STRUCTURE ROUTIERE	30
1-3-1- APPROCHE GTR-GTS.....	31
<i>1-3-2-1- PST (terrain naturel + Remblai éventuel).....</i>	<i>31</i>
<i>1-3-2-2- Couches de forme.....</i>	<i>31</i>
<i>1-3-1-3- Couche de fondation</i>	<i>32</i>
1-3-1-3-1- Type de sols concernés.....	32
1-3-1-3-2- Résistances mécaniques requises.....	33
1-3-2- APPROCHE CEBTP	35
1-3-2-1- Plateforme.....	35
1-3-2-2- Couche de forme	35
1-3-2-3- Couche de fondation	36
1-4- CONCLUSION.....	37
CHAPITRE 2 : MILIEUX D'ETUDE ET DEMARCHES EXPERIMENTALES.....	39
2-1- SITES DE PRÉLÈVEMENT DES SOLS	39

2-1-1- CONTEXTE GÉOLOGIQUE.....	39
2-1-2- SITUATION GÉOGRAPHIQUE.....	40
2-2- DÉMARCHES EXPÉRIMENTALES.....	42
2-2-1- PRELEVEMENT ET PREPARATION DES ECHANTILLONS.....	43
2-2-2- DOSAGE DES ELEMENTS CHIMIQUES PAR LA METHODE ICP-OES.....	45
2-2-3- ANALYSE THERMIQUE DIFFERENTIELLE ET ANALYSE THERMOGRAVIMETRIQUE.....	46
2-2-4- DIFFRACTION AUX RAYONS X.....	49
2-2-5- MICROSCOPIE ELECTRONIQUE A BALAYAGE.....	52
2-2-6- ESSAIS D'IDENTIFICATION NORMALISES.....	55
2-2-7- ESSAI DE GONFLEMENT LIBRE.....	58
2-2-8- ESSAIS DE COMPRESSIBILITE ŒDOMETRIQUE.....	59
2-2-9- ESSAIS PROCTOR ET ESSAIS CBR.....	61
2-2-10- TRAITEMENT DE SOLS.....	63
2-2-10-1- Dosage en liant.....	63
2-2-10-2- Préparation et traitement des matériaux.....	64
2-2-10-3- Confection des éprouvettes.....	65
2-2-10-4- Mode de conservation.....	66
2-2-10-5- Temps de cure.....	66
2-2-11- ESSAIS DE COMPRESSION ET DE TRACTION - MODULE DE COMPRESSION.....	67
2-3- CONCLUSION.....	70
CHAPITRE 3 : CARACTERISATION AU LABORATOIRE DES SOLS NATURELS.....	71
3-1- ESSAIS MACROSCOPIQUES.....	71
3-1-1- IDENTIFICATION GEOTECHNIQUE.....	71
3-1-1-1- <i>Granulométrie</i>	71
3-1-1-2- <i>Plasticité</i>	72
3-1-1-3- <i>Retrait</i>	73
3-1-1-4- <i>Valeur de bleu - Surface spécifique – Capacité d'échange cationique</i>	74
3-1-1-5- <i>Classification</i>	74
3-1-1-6- <i>Méthodes indirectes de caractérisation du gonflement à partir des paramètres d'identification</i>	76
3-1-2- ESSAI DE GONFLEMENT LIBRE.....	81
3-1-3- ESSAIS DE COMPRESSIBILITE ŒDOMETRIQUE.....	81
3-1-4- SYNTHESE DE L'ETUDE MACROSCOPIQUE.....	84
3-2- ANALYSE CHIMIQUE, THERMIQUE, MINERALOGIQUE ET OBSERVATIONS AU	
MICROSCOPE.....	85
3-2-1- ANALYSE SOMMAIRE ET COMPARATIVE DES RESULTATS.....	85
3-2-1-1- <i>Dosage des éléments chimiques par la spectrométrie</i>	85
3-2-1-2- <i>Analyse thermique différentielle et thermogravimétrie</i>	87
3-2-1-3- <i>Diffraction aux Rayons X</i>	89
3-2-1-4- <i>Morphologies observées au MEB</i>	90
3-2-2- ANALYSE DES RESULTATS PAR ECHANTILLON.....	90
3-2-2-1- <i>Étude préliminaire de quatre échantillons de référence</i>	90
3-2-2-2- <i>Echantillon AT1</i>	95
3-2-2-3- <i>Echantillon LT</i>	101
3-2-2-4- <i>Echantillon SA</i>	107
3-2-2-5- <i>Echantillon AT2</i>	112
3-2-2-6- <i>Echantillon Sm</i>	118
3-2-2-7- <i>Echantillon SAM</i>	124
3-2-3- QUANTIFICATION DES PRINCIPAUX CONSTITUANTS DES SOLS.....	128
3-2-3- 1- <i>Quantification à partir de l'analyse thermique</i>	129
3-2-3- 2- <i>Quantification à partir de la DRX</i>	129
3-2-4- SYNTHESE DE L'ANALYSE MICROSCOPIQUE.....	136

3-3- CONCLUSIONS.....	137
CHAPITRE 4 : ÉTUDE DU TRAITEMENT DES SOLS AU LIANT HYDRAULIQUE ROUTIER.....	139
4-1- ASPECTS MACROSCOPIQUES.....	140
4-1-1- ESSAIS DE CARACTERISATION MECANIQUE SUR LES SOLS NATURELS.....	140
4-1-2- RESULTATS DES ESSAIS DE TRAITEMENTS DES SOLS	141
4-1-2-1- <i>Références Proctor et Indices CBR</i>	142
4-1-2-2- <i>Résistance à la compression simple</i>	144
4-1-2-3- <i>Résistance à la traction indirecte</i>	145
4-1-2-4- <i>Module</i>	146
4-1-3- UTILISATION DES SOLS EN TECHNOLOGIE ROUTIERE	147
4-1-3-1- <i>Approche GTR 2000 et GTS 2000 et 2007</i>	147
4-1-3-1-1- Sols à l'état naturel.....	147
4-1-3-1-2- Sols traités au Liant hydraulique	148
4-1-3-2- <i>Approche CEBTP 1980</i>	151
4-1-3-2-1- Sols à l'état naturel.....	151
4-1-3-2-2- Sols traités	151
4-1-4- SYNTHÈSE SUR L'ASPECT MACROSCOPIQUE DE L'ÉTUDE	152
4-2- ASPECTS MICROSCOPIQUES	153
4-2-1- ANALYSES CHIMIQUES PAR SPECTROMÉTRIE (ICP-OES).....	154
4-2-2- ATD / ATG COUPLÉES AU SPECTROMÈTRE DE MASSE	155
4-2-3- DIFFRACTION AUX RAYONS X.....	161
4-2-4- OBSERVATIONS AU MEBE.....	163
4-2-5- SYNTHÈSES SUR L'ASPECT MICROSCOPIQUE DE L'ÉTUDE	171
4-3- CONCLUSION.....	171
5- CONCLUSIONS GÉNÉRALES	173
BIBLIOGRAPHIE.....	177
ANNEXES.....	187
ANNEXE 1: CLASSIFICATION	187
ANNEXE 2: DIFFÉRENTS CAS POSSIBLE DE PST AVEC LES CLASSES D'ARASE CORRESPONDANTES	193
ANNEXE 3: DÉTERMINATION DE LA PRESSION DE PRECONSOLIDATION PAR LA MÉTHODE DE PACHECO SILVA	194
ANNEXE 4: MÉTHODES INDIRECTES D'ESTIMATION DU POTENTIEL DE GONFLEMENT	195
ANNEXE 5: LES SYMBOLES DE "QUALITÉ" DU DIFFRACTOGRAMME	197
ANNEXE 6: COURBES ATD/ATG/DTG DES ÉCHANTILLONS TRAITÉS	198
ANNEXE 7: QUANTIFICATIONS À PARTIR DES SPECTRES EDS	201
RESUME	211

LISTE DES FIGURES

Figure 1-1: Couches tétraédrique et octaédrique (Gautier 2008).....	7
Figure 1-2: Agencement des couches octaédriques et tétraédriques (Gautier, 2008).	8
Figure 1-3: Structure (A) et morphologie (B) d'une kaolinite bien cristallisée (Mineralogical Society 2016)	9
Figure 1-4 : Structure muscovite/illite (A) et morphologie muscovite (B) illite (C) (Mineralogical Society 2016).....	10
Figure 1-5: Représentation schématique de la structure d'une montmorillonite (Gautier 2008)	11
Figure 1-6 : Morphologie d'une smectite (Mineralogical Society 2016).....	12
Figure 1-7: Schéma de la structure des minéraux argileux fibreux	13
Figure 1-8: Morphologie de minéraux fibreux (Mineralogical Society 2016).....	13
Figure 1-9: Courbe de retrait (Tripathy et al. 2002).....	16
Figure 1-10: Modification des limites d'Atterberg d'un sol après traitement à la chaux [adaptée de Fediex, 2009].....	20
Figure 1-11: Modification des caractéristiques de compactage d'un sol après traitement à la chaux (LCPC-SETRA 2000a).....	21
Figure 1-12 : Différentes formes d'ettringite développée dans des bétons: massive (1), comprimée (2) et en aiguille (3) (Divet, 2001).....	28
Figure 1-13 : Variation volumique lors de la formation de l'ettringite (Orsetti 1997).	28
Figure 1-14: Coupe d'une route (d'après LCPC-SETRA 2000b).....	30
Figure 1-15: Zones de classement du matériau en fonction des couples (Rt, E ₃₀) (LCPC-SETRA 2000a)	32
Figure 1-16: Abaque des classes mécaniques des sols traités pour une réutilisation en assise de chaussée (SETRA 2007).....	34
Figure 2-1 : Carte de situation et carte géologique (d'après Volkoff et Willaime 1976) montrant la dépression de la Lama au Sud du Bénin avec délimitation de la zone de prélèvement.....	40
Figure 2-2 : Sondage géologique à Lokossa (Slansky 1962)	41
Figure 2-3 : Localisation des sites de prélèvements.....	41
Figure 2-4 : Prélèvement de sols argileux.....	43
Figure 2-5 : Sol argileux séché (Lama1) et réduit à une taille inférieure à 5 mm.....	44
Figure 2-6 : Sol Lama 2 en place après une fouille de 1m.....	44
Figure 2-7 : Sable des cordons littoraux en place	45
Figure 2-8 : Sable argileux du continental terminal en place	45
Figure 2-9: Exemple de courbes ATD/ATG/DTG (Tchadjie 2012).....	47
Figure 2-10: Appareil ATD/ATG et Spectromètre	48
Figure 2-11 : Illustration de la loi de Bragg (Hubert 2008)	50
Figure 2-12: Diffractomètre utilisé	51
Figure 2-13 : Principales émissions électroniques et électromagnétiques dues aux interactions d'un faisceau d'électrons avec un échantillon (Ruste 2013a).....	53
Figure 2-14: Microscope Électronique à Balayage Environnemental de l'I2M.....	54
Figure 2-15 : Tableau synoptique de la classification des matériaux (D _{max} ≤ 50 mm) selon leur nature (LCPC-SETRA, 1992).....	56
Figure 2-16 : Détermination de la limite de retrait effective (d'après Bigot et Zerhouni 2000).....	57
Figure 2-17: Principe de la mesure de l'indice de gonflement I _G selon la norme XP P84-703	58

Figure 2-18: Volumes initiaux correspondant à 2g de prise	58
Figure 2-19: Volumes finaux obtenus	59
Figure 2-20: Cellule œdométrique	59
Figure 2-21: Courbe de compressibilité œdométrique avec illustration des paramètres (Magnan 2015)	60
Figure 2-22 : Exemple de courbe Proctor	62
Figure 2-23 : Dispositif de poinçonnement pour l'essai CBR.....	62
Figure 2-24 : Caractéristiques de la mini-dame	65
Figure 2- 25: Éprouvettes désagrégées	66
Figure 2-26 : Principe de l'essai de compression	67
Figure 2-27 : Courbe force-déformation	68
Figure 2-28: Presse MTS utilisée (I2M-GCE).....	69
Figure 2-29: Éprouvettes en place pour la compression.....	69
Figure 2-30: Eprouvettes en place pour la traction	70
Figure 3-1 : Courbes granulométriques des matériaux étudiés.....	71
Figure 3-2 : Diagramme de plasticité de Casagrande.....	72
Figure 3-3 : Courbes de retrait	73
Figure 3-4 : Diagramme de sensibilité des sols à l'eau (selon Magnan et Youssefian 1989).....	77
Figure 3-5 : Courbes de compressibilité oedométrique	82
Figure 3-6 : Courbes ATD des échantillons étudiés avec indication des phénomènes communs	87
Figure 3-7 : Pertes de masse des échantillons étudiés.....	88
Figure 3-8 : Diffractogrammes juxtaposés des échantillons argileux par la méthode des poudres	89
Figure 3-9 : Morphologie des échantillons.....	90
Figure 3-10 : Courbes ATD – ATG – DTG de la kaolinite et de la montmorillonite de référence.....	92
Figure 3-11 : Courbes ATD – ATG – DTG de la bentonite et de la palygorskite de référence	93
Figure 3-12 : Spectrogrammes de masse des argiles de référence.....	94
Figure 3-13 : Spectres EDS et quantification des argiles de référence.....	95
Figure 3-14 : DRX sur lames orientées (naturel – four à 550°C) de AT1.....	96
Figure 3-15 : Photos MEB et spectres de AT1	96
Figure 3-16 : Eléments de cartographie de AT1	97
Figure 3-17 : Superposition de cartographies d'éléments de AT1	98
Figure 3-18 : Reconstitution de phases - Spectre et quantification de AT1	98
Figure 3-19 : Courbes ATD – TD – DTG de AT1	99
Figure 3-20 : Spectre de masse de AT1	99
Figure 3-21 : Recherche des fiches dans la base pour AT1	100
Figure 3-22 : DRX sur lames orientées (naturel – four à 550°C) de LT	101
Figure 3-23 : Photos MEB et spectres EDS de LT	102
Figure 3-24 : Cartographies chimiques élémentaires de LT	103
Figure 3-25 : Superposition d'éléments de cartographie de LT	103
Figure 3-26 : Reconstitution de phase et spectre de la phase principale de LT (en bleu)	104
Figure 3-27 : Courbes ATD – TD – DTG de LT	104
Figure 3-28 : Spectre de masse de LT	105
Figure 3-29 : Recherche des fiches dans la base pour LT	106
Figure 3-30 : DRX sur lames orientées (naturel – four à 550°C) de SA	107
Figure 3-31 : Quelques images MEB de SA	107

Figure 3-32 : Spectres et quantification de SA	108
Figure 3-33 : Cartographies chimiques élémentaires de SA	108
Figure 3-34 : Superposition de quelques cartographies élémentaires de SA	109
Figure 3-35 : Reconstitution de phase - Spectre et quantification de SA	109
Figure 3-36 : Courbes ATD – TD – DTG de SA	110
Figure 3-37 : Spectromètre de masse de SA	110
Figure 3-38 : Recherche des fiches dans la base pour SA à l'aide du logiciel EVA	111
Figure 3-39 : DRX sur lames orientées (naturel – four à 550°C) de AT2	112
Figure 3-40 : Images et spectres EDS de AT2	113
Figure 3-41 : Cartographies d'éléments de AT2	114
Figure 3-42 : Superposition de quelques cartographies élémentaires de de AT2	115
Figure 3-43 : Reconstitution de phase - Spectres de phases et quantification pour AT2	115
Figure 3-44 : Courbes ATD – TD – DTG de AT2	116
Figure 3-45 : Spectromètre de masse de AT2	116
Figure 3-46 : Recherche des fiches de la base pour AT2	117
Figure 3-47 : DRX sur lames orientées (naturel – four à 550°C) de Sm.....	118
Figure 3-48 : Photos MEB et spectres de Sm	119
Figure 3-49 : Cartographie d'éléments pour Sm.....	120
Figure 3-50 : Superposition de cartographies élémentaires pour Sm Bleu (K) - cyan (Si) – Magenta (Ti) - Vert (Fe) - jaune (Ca).....	120
Figure 3-51 : Reconstitution de phases – Spectres de phase et quantification pour Sm	121
Figure 3-52 : Courbes ATD – TD – DTG de Sm	122
Figure 3-53 : Spectre de masse de Sm	122
Figure 3-54 : Recherche des fiches de la base pour Sm	123
Figure 3-55 : DRX sur lames orientées (naturel – four à 550°C) de SAm.....	124
Figure 3-56 : Photos MEB et Spectre EDS de SAm.....	124
Figure 3-57 : Cartographie d'éléments pour SAm	125
Figure 3-58 : Superposition de cartographies élémentaires pour SAm (Potassium (bleu), silice (cyan), titane (magenta)).....	126
Figure 3-59 : Reconstitution de phases – Spectres de phase et quantification pour SAm	126
Figure 3-60 : Courbes ATD – TD – DTG de SAm	127
Figure 3-61 : Spectre de masse de SAm	127
Figure 3-62 : Recherche des fiches de la base pour SAm	128
Figure 4-1: Courbes Proctor des trois sols.....	140
Figure 4-2: Courbes Proctor Normal et Modifié des sols avant et après traitement.....	142
Figure 4-3: Evolution du CBR des sols en fonction de la teneur en LHR.....	143
Figure 4-4: Résistance à la compression (Rc) en fonction du temps de cure et du dosage en liant.....	145
Figure 4-5: Évolution des résistances en traction en fonction de la teneur en liant et du temps de cure	146
Figure 4-6: Évolution du module à 28 et 90 jours	146
Figure 4-7: Classification GTR des trois sols (d'après LCPC SETRA 2000b)	147
Figure 4-8 : Classement des matériaux traités selon (Rt ₉₀ ; Et ₉₀) pour une couche de forme (d'après LCPC SETRA 2000a).....	149
Figure 4-9 : Classement des matériaux traités selon (Rt ₉₀ ; Et ₉₀) pour une couche d'assises (d'après SETRA 2007).....	150
Figure 4-10: Courbes ATD de AT non traité et traité	156

Figure 4-11: Spectromètres de masse de AT non traité et traité	156
Figure 4-12: Evolution de la perte de masse de AT	157
Figure 4-13: Courbes ATD de Sm naturel et traité	157
Figure 4-14: Courbes ATD ATG et spectromètres de masse de Sm naturel et traité	158
Figure 4-15: Evolution de la perte de masse de Sm	158
Figure 4-16: Courbes ATD de SAm naturel et traité.....	159
Figure 4-17: Spectromètre de masse de SAm naturel et traité.....	159
Figure 4-18: Evolution de la perte de masse de SAm	160
Figure 4-19: Diffractogrammes juxtaposés de AT	162
Figure 4-20: Diffractogrammes juxtaposés de Sm	162
Figure 4-21: Diffractogrammes juxtaposés de SAm	163
Figure 4-22: Images MEB de AT non traité (A) et traité à 6% (B).....	164
Figure 4-23: Images MEB de AT traité à 6%	164
Figure 4-24 : Images MEB de AT traité.....	165
Figure 4-25: Eléments de cartographie de AT 6%	165
Figure 4-26: Reconstitution de phases de AT 6%	166
Figure 4-27: Quelques images MEB de Sm 6%	167
Figure 4-28: Image MEB et spectre EDS de différentes parties de Sm traité à 6%.....	167
Figure 4-29: Éléments de cartographie de Sm 6%	168
Figure 4-30: Image MEB et spectre EDS de SAm 6%	169
Figure 4-31: Éléments de cartographie de SAm 6%	169
Figure 4-32: Reconstitution de phases - Spectres de SAm 6%	170
Figure A-1: Classification des sols fins (+ de 50 % d'éléments < 0,08 mm) en laboratoire. Diagramme de plasticité	187
Figure A-2: Classification GTR des fins (+ de 50 % d'éléments < 0,08 mm) [GTR, LCPC-SETRA, 2000]	188
Figure A-3: Détermination de la contrainte de préconsolidation par la méthode de Pacheco Silva.....	194
Figure A-4: Courbes ATD/ATG/DTG de l'échantillon AT traité à 3%	198
Figure A-5: Courbes ATD/ATG/DTG de l'échantillon AT traité à 9%	198
Figure A-6: Courbes ATD/ATG/DTG de l'échantillon Sm traité à 3%.....	199
Figure A-7: Courbes ATD/ATG/DTG de l'échantillon Sm traité à 9%.....	199
Figure A-8: Courbes ATD/ATG/DTG de l'échantillon SAm traité à 3%	200
Figure A-9: Courbes ATD/ATG/DTG de l'échantillon SAm traité à 9%	200

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1-1: Composition des différentes classes de ciment (NF EN197-1).....	18
Tableau 1-2: Caractéristiques mécaniques requises pour l'utilisation d'un sol traité en couches de forme (LCPC-SETRA 2000a).....	31
Tableau 1-3: Critères d'argilosité et granularité des sols fins et sableux utilisables en couches d'assise (SETRA 2007).....	32
Tableau 1-4: Caractéristiques mécaniques requises pour l'utilisation d'un sol traité en couches d'assise [SETRA 2007].....	33
Tableau 1-5: Seuils de classes mécaniques des sols traités (SETRA, 2007)	34
Tableau 1-6: Classes de trafic (CEBTP, 1984)	35
Tableau 1-7: Caractéristiques des sables argileux utilisables en couche de fondation (CEBTP, 1984)..	36
Tableau 1-8: Caractéristiques des sables argileux aptes pour un traitement (CEBTP, 1984)	36
Tableau 1-9 : Caractéristiques requises des sables argileux après traitement (CEBTP, 1984).....	37
Tableau 2-1: Pics caractéristiques de quelques minéraux (Delvigne 1965).....	48
Tableau 2-2: Pertes en poids théorique attribuées aux molécules enlevées (Robert 1977, Saiyouri 1996)	49
Tableau 3-1: Surface spécifique et CEC des minéraux argileux courants	74
Tableau 3-2: Paramètres d'identification des sols	75
Tableau 3-3: Désignation des échantillons de sols étudiés	76
Tableau 3-4: Sensibilité d'une argile au retrait-gonflement d'après Chassagneux et al. 1996	76
Tableau 3-5: Indice d'activité de bleu Acb de quelques argiles (d'après Lautrin 1989).....	77
Tableau 3-6: Estimation du potentiel de gonflement	78
Tableau 3-7: Valeurs estimées de l'amplitude relative du tassement (teneur en eau de saturation - limite de retrait).....	79
Tableau 3-8: Expansion probable des sols (d'après Holtz 1970)	79
Tableau 3-9: Expansion totale probable en % des 6 sols (dans les conditions sèches à saturées) sous une surcharge de 6,9 kPa.....	79
Tableau 3-10: Synthèse de quelques classifications basées sur les paramètres d'identification	80
Tableau 3-11: Résultats d'essai de gonflement dans l'eau.....	81
Tableau 3-12: Résumé des résultats d'essais œdométriques	82
Tableau 3-13: Corrélation de C _g vis-à-vis du risque pathologique (d'après Chassagneux et al. 1996) ..	83
Tableau 3-14: Indices de compression (Costet et Sanglerat 1981)	83
Tableau 3-15: Classification des sols suivant $\frac{C_c}{1 + e_0}$ (Phillipponat et Hubert 2015).....	83
Tableau 3-16: Synthèses de quelques classifications basées sur les essais œdométriques	84
Tableau 3-17 : Eléments chimiques majeurs de quelques matériaux de référence	85
Tableau 3-18: Composition chimique des sols étudiés	86
Tableau 3-19: Teneur en carbonates de calcium et en matières organiques.....	87
Tableau 3-20 : Récapitulatif des pertes de masse associées aux différents phénomènes	89
Tableau 3-21: Eléments chimiques majeurs des matériaux de référence.....	91
Tableau 3-22: Teneur en carbonates des argiles de références étudiées.....	91

Tableau 3-23: Composition chimique ICP-OES de AT1	100
Tableau 3-24: Minéraux les plus probables de AT1 selon le logiciel EVA.....	101
Tableau 3-25: Composition des pertes de masse de LT avec d'autres palygorskites.....	105
Tableau 3-26: Composition chimique ICP-OES de LT	106
Tableau 3-27: Minéraux les plus probables de LT	106
Tableau 3-28: Composition chimique ICP-OES de SA.....	111
Tableau 3-29: Minéraux les plus probables de SA	112
Tableau 3-30: Composition chimique ICP-OES de AT2	117
Tableau 3-31: Minéraux les plus probables de AT2	118
Tableau 3-32: Composition chimique ICP-OES de Sm.....	122
Tableau 3-33: Minéraux les plus probables de Sm	123
Tableau 3-34 : Composition chimique ICP-OES de SAm	128
Tableau 3-35: Minéraux les plus probables de SAm	128
Tableau 3-36: Minéraux constitutifs des échantillons étudiés (DRX sur le passant à 80 µm)	129
Tableau 3-37: Pourcentage de minéraux argileux dans l'échantillon global	130
Tableau 3-38: Concentration moyenne dans la croûte terrestre des éléments mis en évidence	131
Tableau 3-39: Composition surfacique des spectres du sol AT1	132
Tableau 3-40: Composition surfacique des spectres du sol LT	133
Tableau 3-41: Composition surfacique des spectres du sol SA	133
Tableau 3-42: Composition surfacique des spectres du sol AT2	134
Tableau 3-43: Composition surfacique des spectres du sol Sm	135
Tableau 3-44: Composition surfacique des spectres du sol SAm	135
Tableau 3-45: Proportion des différents minéraux des six sols à partir de la microanalyse (MEB).....	135
Tableau 4-1: Caractéristiques physiques et mécaniques des sols naturels	141
Tableau 4-2: Récapitulatif des résultats Proctor et CBR	144
Tableau 4-3: Paramètres d'identification simple des sols naturels.....	147
Tableau 4-4: Récapitulatif des caractéristiques après traitement	148
Tableau 4-5 : Utilisation possible des sols après traitement (GTR-GTS)	150
Tableau 4-6 : Récapitulatif des critères d'utilisation des sols non traités	151
Tableau 4-7: Caractéristiques des sables argileux aptes pour un traitement (CEBTP 1984).....	151
Tableau 4-8 : Caractéristiques des sols après traitement	152
Tableau 4-9 : Utilisation possible des sols après traitement en couche de fondation (CEBTP).....	152
Tableau 4-10: Matériaux cimentaires les plus courants.....	153
Tableau 4-11: Teneur en éléments chimiques des échantillons.....	154
Tableau 4-12: Teneur en carbonate de calcium et en soufre des échantillons	154
Tableau 4-13: Récapitulatif des pertes de masse	160
Tableau 4-14: Quelques pics de matériaux cimentaires.....	161
Tableau 4-15: Composition surfacique des spectres du sol AT 6%	166
Tableau 4-16: Composition surfacique des spectres du sol SAm 6%	170

Introduction générale

Les sols « gonflants », sujets au retrait et au gonflement, sont des sols qui se distinguent par une forte concentration en argiles ; ces sols augmentent de volume au contact de l'eau et se rétractent en formant des fentes de rétrécissement au départ de celle-ci. Les sols argileux sont fréquemment rencontrés dans plusieurs régions du monde (USA, Australie, Afrique du Sud, Maghreb, Éthiopie, Madagascar, Israël, etc.) où ils posent une réelle problématique justifiée par le nombre important des travaux et publications qui y sont consacrés depuis longtemps; selon plusieurs auteurs (Cisse 1985; Chen 1988; Mouroux et al. 1988; Snethen 1980 ; Saiyouri et al. 2004; Plat et al. 2009; Tran 2014), l'amplitude des phénomènes de gonflement et de retrait, est fonction de la nature de l'argile et son état initial.

De nos jours encore, une recherche soutenue se fait pour limiter les conséquences occasionnées par ce phénomène représentant une part importante et croissante des sinistres classés dans les catastrophes naturelles. En France, afin de sensibiliser les constructeurs sur ce risque, il a été mis à la disposition du public depuis 2004 (BRGM 2012) le site www.argiles.fr, un site de référence sur les risques liés au retrait-gonflement des argiles; ce site permet de s'informer sur les manifestations du phénomène et la manière de les prévenir, et donne accès aux cartes d'aléa des risques du retrait-gonflement disponibles.

Dans les zones tropicales, la présence de ces sols s'explique car des argiles peuvent se former par altération des roches basiques sous des conditions climatiques alternant saison sèche, saison humide ou des conditions de dépôts particulières (Livet 1988). Les alternances saisonnières très contrastées régnant dans ces zones favorisent de fortes variations de teneur en eau dans les sols. Ainsi durant la saison pluvieuse, les sols accumulent d'importantes quantités d'eau qui, par la suite s'évaporent progressivement durant la saison sèche. Des observations effectuées à Kimberley (Afrique du Sud) ont révélé des amplitudes de gonflement de 0,6 m pour une couche de sols gonflants de 6 m d'épaisseur (Williams 1991).

Au Bénin, ces sols se trouvent au Sud dans la dépression médiane de la Lama où ils sont à l'origine de beaucoup de désordres multiples et multiformes dans des ouvrages, aussi bien les bâtiments que les structures routières. Face à cette situation, et à l'instar des chercheurs d'autres pays du monde, des études ont été initiées sur le phénomène (Adjati 1986; Adande-Kinti 1998)

dans le but de définir des moyens de prévention pour avoir des ouvrages durables. L'aspect traitement des sols a été le plus étudié. Les produits de stabilisation alors connus étant la chaux, le ciment, les sels. Des travaux effectués au Bénin, il ressort que la solution obtenue à partir de la cosse du parkia biglobosa (nééré) réduirait le gonflement des sols argileux (Kiki 2004).

Dans le contexte actuel, n'étant plus concevable d'adopter d'autres solutions que de construire sur les matériaux en place et souvent avec ceux-ci (Livet 1988), une maîtrise des sols de la région s'avère donc indispensable; celle-ci passe nécessairement par une caractérisation complète au laboratoire. Or l'analyse bibliographique révèle que les causes des désordres créés par les sols argileux (échelle macroscopique) trouvent leur origine souvent à l'échelle microscopique.

Les essais géotechniques routiers sont réglementés par plusieurs normes qui se basent essentiellement sur des paramètres mécaniques pour apprécier la conformité d'emploi d'un matériau. Dans le cas particulier des sols fins argileux, la caractérisation du potentiel de gonflement des sols à partir de méthodes indirectes se basant sur différents paramètres d'identification donnent quelquefois des résultats ne permettant pas au final de se prononcer sans équivoque sur le caractère gonflant des sols. Ainsi, malgré la multiplicité de corrélations établies, l'appréciation du comportement des sols par les seuls paramètres mécaniques est quelquefois biaisée. Dans cette situation, les caractéristiques géotechniques macroscopiques des sols, indispensables à connaître, doivent être complétées. Ainsi cette étude permettra de rechercher, dans le domaine des techniques routières, d'autres moyens de caractérisation pouvant permettre d'apporter des approches de solution en ce qui concerne la caractérisation des sols en s'appuyant entre autres sur le développement, sans cesse croissant, des outils d'analyse à l'échelle microscopique.

Aussi, la réalisation de structures routières dans le cas des sols fins est souvent difficile par leur forte humidité et/ou leur forte argilosité (LCPC SETRA 2000a). Les sols fins, à l'état naturel, sont souvent mis au rebut et substitués par des matériaux présentant de meilleures caractéristiques mécaniques (Maubec 2010). Cependant, actuellement le contexte de développement durable, les enjeux économiques et environnementaux incitent, lors des travaux de terrassement, à valoriser les matériaux locaux présentant parfois des caractéristiques mécaniques inadéquates pour être employés (Abdo 2009a). Cette valorisation se fait de plus en plus par le traitement des sols au liant hydraulique routier (LHR), puisque l'expérience a montré qu'il permet de modifier le comportement mécanique et la maniabilité des sols afin de les rendre aptes au terrassement quand bien même, dans le cas des sols fins très plastiques, la situation est un peu plus délicate.

Ainsi, ce travail se propose :

- de comprendre les manifestations mécaniques/macroscopiques à partir d'éléments apportés par les analyses chimiques, thermiques, minéralogiques et microscopiques.
- de contribuer à l'accessibilité de la dépression de la Lama, difficile d'accès en saison pluvieuse, en contribuant à une meilleure caractérisation des matériaux routiers.

La démarche scientifique et méthodologique que nous avons choisie consiste à :

- caractériser les prélèvements de sols argileux issus de la dépression de la Lama par une approche multi-échelle. Cette démarche consiste à interpréter les observations macroscopiques : caractéristiques mécaniques (références Proctor, indice CBR, résistance à la compression, résistance à la traction, module) et physiques (granulométrie, plasticité, retrait, paramètres de gonflement et de compressibilité œdométrique) à la lumière d'observations microscopiques : chimiques (ICP-OES), minéralogiques (Diffraction aux Rayons X), thermiques (ATD), microscopique (MEBE).
- faire une étude de traitement de sols en place et de matériaux d'apport se trouvant le moins éloigné possible de la zone d'étude avec pour objectif une valorisation d'utilisation en couches d'assise (technique routière).
- ressortir les points importants apportés par la panoplie d'essais de caractérisation ainsi que de traitement et préciser les points forts apportés par les nouveaux essais dans la procédure habituelle d'étude géotechnique routière.

Le présent rapport de recherche a été scindé en quatre chapitres :

- le **premier chapitre** est une synthèse bibliographique sur les aspects relatifs à l'utilisation des sols fins en géotechnique routière. Il est d'abord consacré aux sols et concerne la structure et l'organisation, les mécanismes de gonflement et de retrait; ensuite, l'état actuel des connaissances sur le traitement des sols argileux à la chaux et au liant hydraulique routier est abordé; enfin, ce chapitre présente les conditions d'utilisation des matériaux en assise de chaussée.
- le **deuxième chapitre** présente les milieux d'étude ainsi que la démarche expérimentale et les techniques de caractérisations employées lors de cette étude.
- le **troisième chapitre** présente les résultats de caractérisation microscopique (chimique, minéralogique, DRX, ATD) et macroscopique (identification géotechnique, compressibilité, mécanique) des sols étudiés (quatre sols prélevés au Sud du Bénin dans des zones où ces sols argileux posent des problèmes en infrastructure routière et deux sols pouvant entrer dans la constitution des couches de chaussées).
- le **quatrième chapitre** est consacré à l'étude au laboratoire du traitement. L'influence du traitement sur les sols a été mesurée grâce aux caractéristiques mécaniques (indice CBR, résistance à la compression simple, résistance à la traction indirecte, module d'élasticité) des matériaux argileux traités ; le suivi de la résistance à la compression simple des éprouvettes immergées dans l'eau, pour simuler un contact prolongé avec l'eau, a été également fait.
- enfin, la **conclusion** suivie des recommandations, des suggestions et des perspectives.

Chapitre 1- Les sols fins pour une utilisation dans les infrastructures routières

Les sols sont des matériaux complexes composés de phases solides (particules minérales ou organiques), liquide (eau interstitielle chargée en éléments solubles) et gazeuse. La géotechnique routière valorise le sol comme matériau support et/ou de construction et s'intéresse, si besoin, à ses interactions avec les agents chimiques de traitement au nombre desquels se trouvent la chaux, les ciments et les liants hydrauliques routiers.

Ce chapitre décrit la complexité du sol et de ses constituants ainsi que leur agencement, présente différentes méthodes de caractérisation des sols au laboratoire et fait le point sur les connaissances relatives aux mécanismes de stabilisation des sols par les liants hydrauliques; les conditions d'utilisation des sols fins en technologie routière sont également abordées.

1-1- Les sols fins

Le sol est « une formation naturelle de surface, à structure meuble et d'épaisseur variable, résultant de la transformation de la roche-mère sous-jacente sous l'influence de divers processus, physico-chimiques et biologiques, au contact de l'atmosphère et des êtres vivants » (Jean et Guibert 2011). Les sols sont constitués de particules de minéraux regroupées en agrégats. Ces minéraux, stables ou évolutifs sous l'influence des intempéries (conditions barométriques et climatiques de la surface de la terre), se présentent généralement dans les sols sous forme (Cabane 2005) :

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

1-1-1- Origine

Les sols ont deux origines principales qui sont :

- la **désagrégation des roches** par altération mécanique et physico-chimique sous l'effet d'agents naturels:

- fissuration consécutive à la décompression, aux effets des chocs thermiques ;
- action mécanique (chocs et frottements) dans un processus naturel de transport gravitaire glaciaire, fluvial, marin, éolien ;
- attaque chimique sous l'effet des circulations d'eaux agressives (acides ou basiques).

➤ la **décomposition d'organismes vivants** : végétaux (tourbes) ou animaux (craies).

Les sols que l'on rencontre dans la nature ont des dimensions de grains très variables. D'après la classification française (Magnan 1997), on distingue : les blocs (> 200 mm) ; les galets et cailloux : (20 à 200 mm) ; les graviers (2 à 20 mm) ; les sables (de 20 µm à 2 mm) ; les limons (de 2 à 20 µm) et les argiles (< 2 µm).

Notre domaine d'étude s'étend des sols argileux aux sols sableux. Généralement ces sols, à l'état naturel, sont un mélange de sable, d'argile ainsi que d'autres minéraux tels que l'alumine, les sulfures, les oxydes et les hydroxydes, les feldspaths, les carbonates, la matière organique, etc., chacun de ces minéraux jouant un rôle non négligeable dans les propriétés physico-chimiques du sol.

Le **sable** est souvent le produit de la décomposition du granite par arénisation ou du micaschiste du fait de l'érosion. Ainsi, ses composants les plus fréquents sont le quartz (forme bien cristallisée de la silice qui est l'élément le moins altérable du granite), ainsi que les micas et les feldspaths. La plupart des sables proviennent de l'érosion de roches granitiques mais il y a aussi une grande partie du sable qui est apportée par les courants fluviaux. Les bandes sablonneuses rencontrées le long du littoral dépendent donc fortement de la nature des roches qui les entourent et de la puissance des vagues.

L'**argile** se forme le plus souvent par altération chimique des roches qui affleurent à la surface de l'écorce terrestre sous l'action des eaux. Le domaine privilégié de l'argile se trouve donc dans les zones superficielles, où elle est associée à des dépôts sédimentaires, provenant des roches magmatiques, métamorphiques ou sédimentaires rencontrées dans le substratum régional. Les argiles ont trois origines possibles (Millot 1964) :

- **l'héritage**, c'est l'apport de minéraux formés ailleurs sur le continent et transportés soit par l'eau, soit par le vent. Au cours du transport, les argiles déjà formées ne subissent que de faibles modifications de structure et de composition. En général, elles arrivent ensuite dans la mer ou dans les bassins lacustres ;

- **la transformation**, les minéraux argileux conservent certains caractères structuraux des matériaux originels, mais ils subissent au cours du transport des transformations qui peuvent être importantes et qui les font passer d'un type minéralogique à un autre par élimination de certains cations ou par fixation d'ions;

- **la néogenèse**, les minéraux argileux sont dans ce cas formés par précipitation d'ions en solution (Si^{4+} , Al^{3+} et K^+) susceptibles de réagir entre eux quand ils sont mis en contact par diffusion ou mélange. Les composés ainsi formés sont stables dans les conditions physico-chimiques du milieu où ils ont pris naissance.

1-1-2- Structure et organisation

La teneur en argiles joue un rôle déterminant dans le comportement du sol et les multiples conditions de formation sont à l'origine des disparités de composition observées entre les différents minéraux argileux. Ce paragraphe nous permet de comprendre les multiples facettes des argiles.

Les minéraux argileux sont essentiellement des phyllosilicates dont l'élément de base constituant la structure est un feuillet bidimensionnel silicaté qui résulte de l'empilement de couches tétraédriques et octaédriques.

Le plan de tétraèdres, noté T, est composé de tétraèdres d'atomes d'oxygène autour de chaque atome noté Z (Figure 1-1). Dans la couche tétraédrique, le cation dominant est Si^{4+} mais de fréquentes substitutions ont lieu avec Al^{3+} et, plus rarement, avec Fe^{3+} . Le plan d'octaèdres, noté O, est formé par des atomes d'oxygène et des groupements hydroxyles autour de chaque atome noté M. Ces octaèdres (Figure 1-1) forment un réseau hexagonal répété infiniment dans le plan du feuillet.

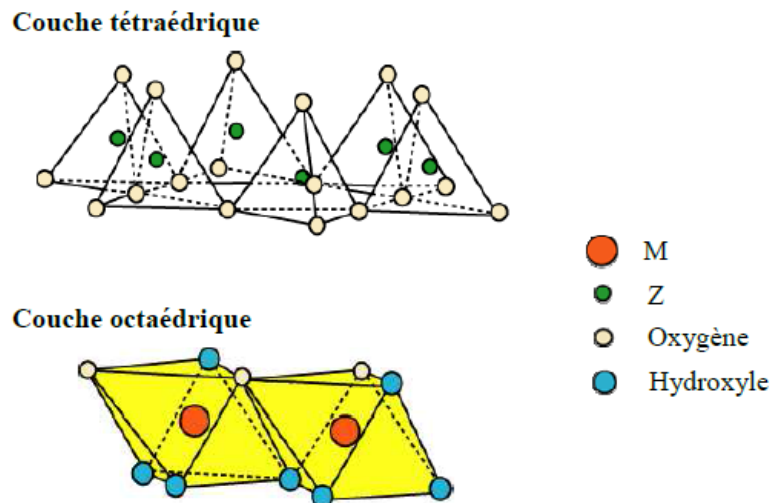


Figure 1-1: Couches tétraédrique et octaédrique (Gautier 2008)

L'association de couches tétraédriques et octaédriques constitue un empilement compact présentant des cavités octaédriques dans lesquelles peuvent se loger des ions bivalents ou trivalents. La stabilité du feuillet est assurée par la présence de cations à l'intérieur de ces cavités. L'occupation de la couche octaédrique peut être faite soit par $2M^{3+}$ (Al^{3+} par exemple dans le cas du gibbsite $Al(OH)_3$), soit par $3M^{2+}$ (Mg^{2+} par exemple dans le cas de brucite $Mg(OH)_2$), ce qui conduit à distinguer les phyllosilicates dioctaédriques (deux sites octaédriques sur trois sont occupés), des phyllosilicates trioctaédriques (tous les sites sont occupés). On peut noter éventuellement une substitution des cations Al^{3+} par Fe^{2+} et surtout Mg^{2+} , pour les couches de type dioctaédrique.

Sur la base du mode d'agencement des tétraèdres et des octaèdres, on distingue trois grandes familles de minéraux argileux : les minéraux phylliteux, les minéraux fibreux, les minéraux interstratifiés.

1-1-2-1- Les minéraux phylliteux

Les minéraux phylliteux sont de loin les plus répandus et les plus étudiés. Ce sont des minéraux qui présentent une structure en feuillets. Leur classification en grands groupes structuraux s'appuie, d'une part sur le mode d'association des couches structurales et, d'autre part, sur le degré d'occupation des sites de la couche octaédrique.

L'agencement de ces couches permet de distinguer trois principaux groupes de minéraux (Figure 1-2):

- Groupe 1:1 ou T-O (1 couche octaédrique et 1 couche tétraédrique) équidistance voisine de 7 Å ;

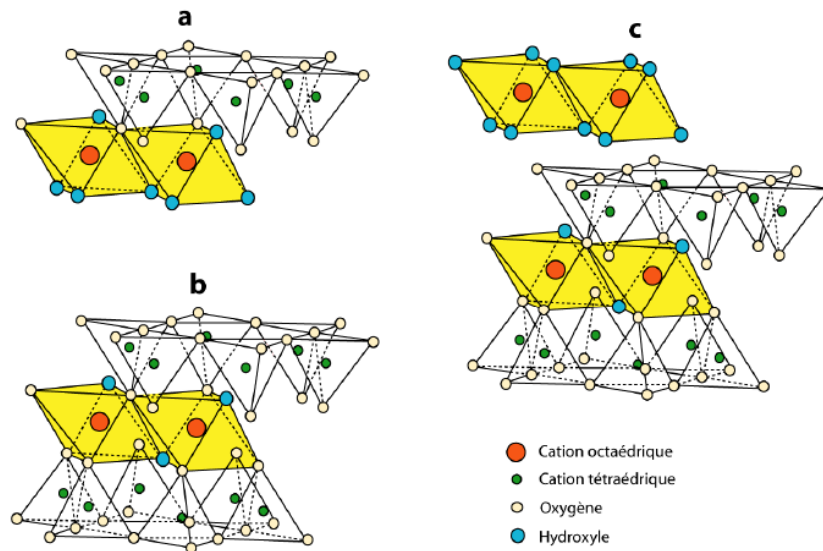


Figure 1-2: Agencement des couches octaédriques et tétraédriques (Gautier, 2008).

(a) feuillet de type 1:1, (b) feuillet de type 2:1,
(c) feuillet de type 2:1:1 avec une couche brucitique ou gibbsitique

- Groupe 2:1 ou T-O-T (1 couche octaédrique insérée entre 2 couches tétraédriques) équidistance variable entre 9 et 15 Å, suivant le remplissage ou non de l'espace interfoliaire;

- Groupe 2:1:1 ou T-O-T-O est similaire au type précédent mais l'espace interfoliaire est occupé par une couche d'octaèdre brucitique (cation octaédrique = Mg) ou gibbsitique (cation octaédrique = Al). L'équidistance caractéristique est alors de 14 Å environ.

Les particularités les plus fréquentes sont décrites ci-après (Decarreau, 1990) :

La kaolinite

La kaolinite est un phyllosilicate de type 1:1 dioctaédrique qui est constitué d'un empilement régulier de feuillets composés d'une couche tétraédrique siliceuse en alternance avec une couche octaédrique alumineuse. La distance basale du feuillet élémentaire varie de 7 à 7,4 Å (Figure 1-3-A) et la formule structurale est $2[\text{Si}_2\text{O}_5\text{Al}_2(\text{OH})_4]$.

Chaque tétraèdre SiO_4 de la couche tétraédrique est relié aux tétraèdres voisins par trois de ses sommets, le quatrième sommet étant lié à la couche octaédrique sous-jacente. Cette dernière est formée par la superposition de deux plans anioniques qui délimitent trois types de sites octaédriques non équivalents, désignés A, B et C, qui sont disposés suivant une géométrie hexagonale. L'un de ces sites reste vacant afin d'assurer la neutralité électrique du feuillet. La position des sites vacants permet de différencier la kaolinite des autres minéraux appartenant à cette même famille. Ainsi, une kaolinite idéale est caractérisée par un empilement de feuillets où tous les sites B sont libres alors que, par exemple, la dickite est constituée par une alternance de feuillets inoccupés de type B et de type C.

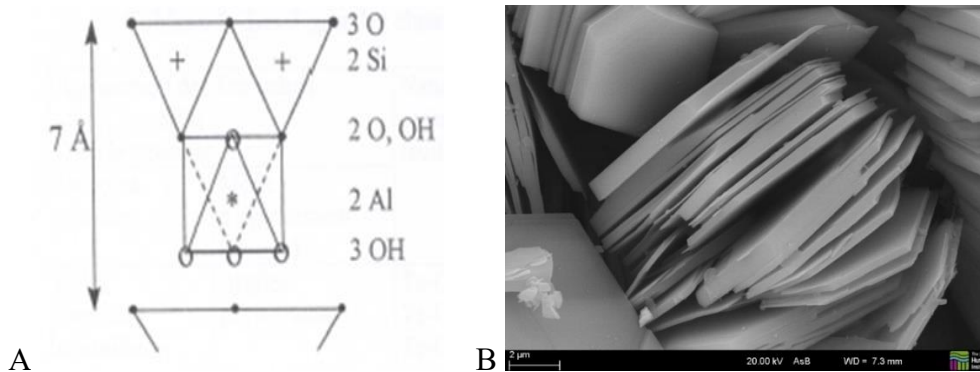


Figure 1-3: Structure (A) et morphologie (B) d'une kaolinite bien cristallisée (Mineralogical Society 2016)

Les liaisons au sein du feuillet sont de type ionocovalentes, sachant que les liaisons Si-O ont un caractère covalent plus marqué que les liaisons Al-O qui sont essentiellement ioniques (Nana Koumtoudji 2004). D'un feuillet de kaolinite à l'autre des ions hydroxyles OH^- des couches octaédriques sont en vis-à-vis d'un plan contenant des ions d'oxygène O^{2-} de la couche tétraédrique. Les liaisons interfeuillets sont réalisées par des ponts hydrogène et des forces d'attraction de Van Der Waals. Cependant, Zamama parle surtout des forces d'attraction électrostatiques entre les deux surfaces de feuillets de polarité opposée (Zamama 1984). La composition chimique massique d'une kaolinite pure correspondant à la formule structurale est : $\text{SiO}_2 = 46,5\%$; $\text{Al}_2\text{O}_3 = 39,5\%$; $\text{H}_2\text{O} = 13,9\%$.

Typiquement, une particule de kaolinite est constituée de l'empilement de l'ordre d'une centaine de feuillets; elle se présente au MEB sous forme de plaquettes hexagonales (Figure 1-3-B) de dimensions variables entre 3 et 10 μm de diamètre avec une épaisseur de l'ordre de 0,7 μm . Elle a une grande surface spécifique comprise entre 10 et 100 m^2/g et une masse volumique

d'environ $2,6 \text{ g/cm}^3$. Cependant, à l'état naturel, la kaolinite se trouve associée à d'autres minéraux, notamment du quartz, des feldspaths et des micas en quantité variable ; des oxydes et hydroxydes de fer et/ou d'aluminium, des carbonates et des matières organiques sont également présents mais en faible proportion.

Les micas : Muscovite - illite

La muscovite et l'illite appartiennent à la famille des phyllosilicates 2:1 dioctaédriques, caractérisée par un empilement régulier de feuillets constitués d'une couche octaédrique alumineuse prise en sandwich entre deux couches tétraédriques. Chaque couche tétraédrique forme un pavage bidimensionnel constitué d'anneaux hexagonaux de six tétraèdres partageant chacun trois sommets avec les tétraèdres voisins. Les oxygènes ainsi partagés sont dits «oxygènes pontants». Le quatrième sommet de chaque tétraèdre assure la liaison avec un cation de la couche octaédrique. Ainsi, chaque octaèdre comporte deux groupements hydroxyles (OH) et quatre oxygènes apicaux.

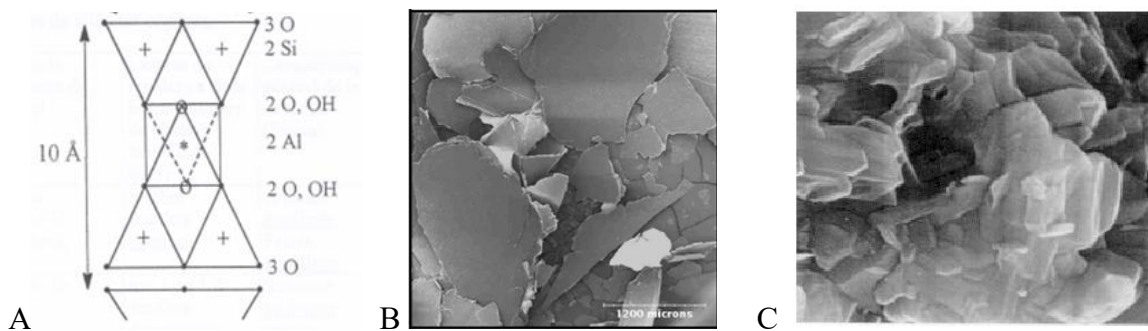


Figure 1-4 : Structure muscovite/illite (A) et morphologie muscovite (B) illite (C)
(Mineralogical Society 2016)

Les substitutions se font plus souvent dans ce type de phyllites contrairement au cas de la kaolinite. Dans le cas particulier de la muscovite, il y a une substitution partielle des ions silicium du site tétraédrique par les ions aluminium. Ce phénomène entraîne un déficit de charge du feuillet qui est compensé par la présence d'ions potassium dans l'espace interfoliaire. Cette situation conduit à une distance basale du feuillet élémentaire comprise entre 9,9 et 10,1 Å. Une muscovite est un silicate hydroxylé d'aluminium et de potassium. Structuellement, l'illite est assez similaire à la muscovite mais avec un peu plus de silicium, de magnésium, de fer, et d'eau. Les liaisons au sein des feuillets sont identiques au cas de la kaolinite citée plus haut alors que les liaisons interfeuillets sont assurées par l'attraction électrostatique entre les feuillets et les ions potassium et sont de ce fait plus fortes par rapport au cas de la kaolinite. Comme la plupart des phyllosilicates, la muscovite se présente au MEB sous forme de plaquettes, ces dernières sont plus grandes (Figure 1-4-B) que celles de la kaolinite et peuvent même atteindre un diamètre de 1,5 mm et une épaisseur de 0,1 mm.

Les smectites

Les smectites appartiennent à la famille des phyllosilicates 2:1 gonflants. Le feuillet élémentaire est caractérisé par l'empilement de 2 couches tétraédriques séparées par une couche octaédrique. Les atomes de silicium constituent majoritairement les tétraèdres mais des cations (Al, Fe) peuvent se substituer au Si dans ces tétraèdres. Les couches octaédriques sont quant à elles composées d'aluminium, de magnésium, de fer, etc... La montmorillonite, dont une représentation schématique est donnée à la Figure 1-5, est la smectite la plus connue et la plus étudiée. La distance interfoliaire varie de 14 à 17Å.

Les minéraux smectitiques diffèrent selon que les substitutions isomorphiques sont prédominantes dans les couches tétraédriques et/ou octaédriques ainsi que selon la composition chimique de leurs couches octaédriques, autrement dit suivant que le minéral est dioctaédrique ou trioctaédrique.

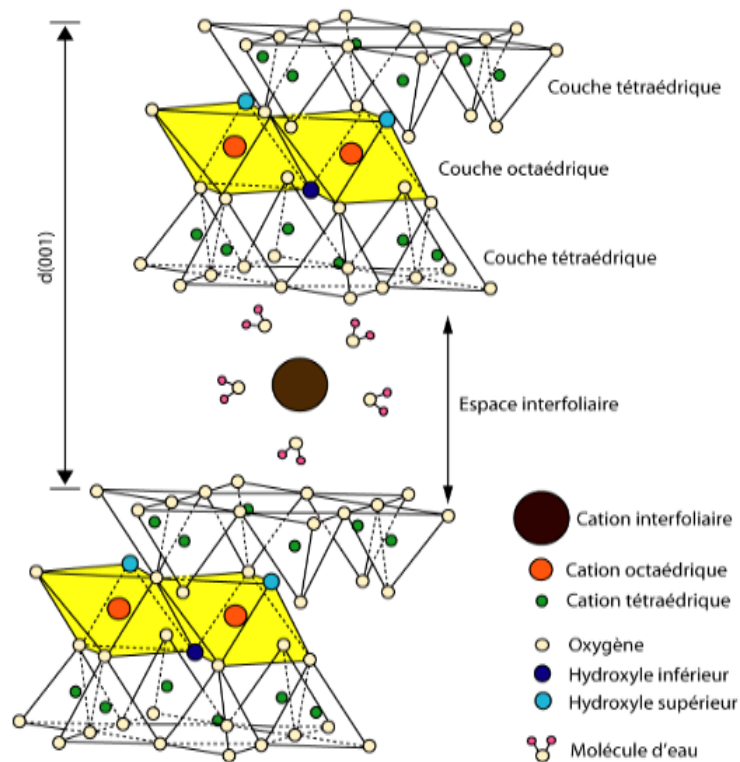


Figure 1-5: Représentation schématique de la structure d'une montmorillonite (Gautier 2008)

Les smectites dioctaédriques sont les beidellites, les nontronites et les montmorillonites. Dans l'idéal, les beidellites et les nontronites ont un déficit de charge tétraédrique comme les saponites (Si^{4+} substitué par Al^{3+}), alors que les montmorillonites ont un déficit de charge octaédrique (Al^{3+} substitué par Mg^{2+} essentiellement). En fait, les smectites dioctaédriques possèdent le plus souvent à la fois des déficits de charges tétraédriques et octaédriques et c'est cette tendance qui les classe parmi les montmorillonites ou les beidellites. Les smectites trioctaédriques correspondent aux saponites ou aux stévensites dont la couche octaédrique contient essentiellement Mg^{2+} .

Les substitutions sont alors majoritairement tétraédriques : Si^{4+} remplacé par Al^{3+} ou Fe^{3+} dans la saponite et négligeables dans la stévensite. Par ailleurs, la couche interfoliaire est également de nature variable (cations mono ou divalents avec 1 ou 2 couches d'eau). Les cations qui assurent la compensation du déficit de charge du feuillet T-O-T. sont principalement Na^+ , Ca^{2+} , Mg^{2+} et K^+ . Ils se localisent en général au-dessus du centre des cavités hexagonales de la couche tétraédrique, à des cotes variables en fonction de leur taille, de leur sphère d'hydratation et du déficit de charges du feuillet. Les cations interfoliaires sont moins abondants dans les smectites ce qui limite d'autant la quantité des liaisons entre leurs feuillets T-O-T, et leur confère une aptitude au gonflement. Des molécules d'eau sont ainsi susceptibles de s'intercaler dans l'espace interfoliaire et le degré d'hydratation dépend de la nature du cation interfoliaire et de l'humidité relative des conditions de température, de pression. Il est possible d'augmenter la distance basale des smectites en remplaçant l'eau de l'espace interfoliaire par un composé organique. Le plus utilisé est l'éthylène glycol car il confère aux smectites une distance basale de 1,7 nm environ, quelle que soit la nature du cation interfoliaire.

La Figure 1-6 présente la morphologie d'une smectite où l'on observe la structure feuilletée.

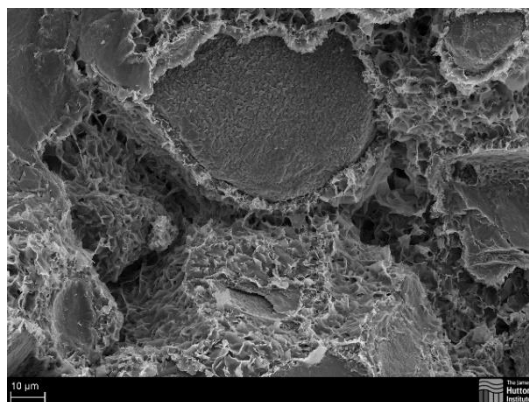


Figure 1-6 : Morphologie d'une smectite (Mineralogical Society 2016)

1-1-2-2- Les minéraux fibreux

Contrairement aux phyllosilicates stricto sensu, les minéraux fibreux présentent une organisation cristalline à trois dimensions comprenant des canaux (Rautureau 2011). Leur morphologie et les dimensions des particules ne sont clairement révélées que par la microscopie. Leur structure se présente sous la forme dite en pseudo-feuillets ou en briques creuses (Bouna 2012). Ce pseudo-feuillet est constitué de plans continus dans lesquels les oxygènes sont aux sommets d'un hexagone plus ou moins régulier. Entre deux plans continus d'oxygène, se trouvent deux plans discontinus formés d'oxygène et d'hydroxyle et dont l'empilement forme des octaèdres enchevêtrés créant ainsi un ruban. Cette rupture donne naissance à des lacunes qui forment des canaux structuraux entre des rubans. La largeur de ces rubans est caractéristique de chaque famille. Les oxygènes du plan continu forment la base de tétraèdres dont la pointe est constituée par un oxygène du ruban. Ces tétraèdres sont occupés en leur centre par des ions Si^{4+} . Les ions Mg^{2+} ou Al^{3+} occupent les lacunes octaédriques. Les substitutions isomorphiques de Si par Al dans les couches tétraédriques de ces minéraux fibreux sont limitées. Les rubans se terminent par des liaisons entre ces cations et des molécules d'eau.

La Figure 1-7 présente le schéma de la section perpendiculaire à l'axe d'une fibre montrant les éléments de feuillets et les canaux, répartis en quinconce.

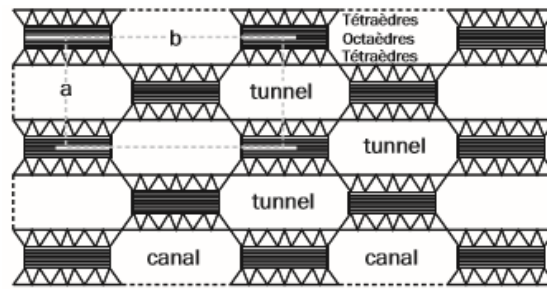


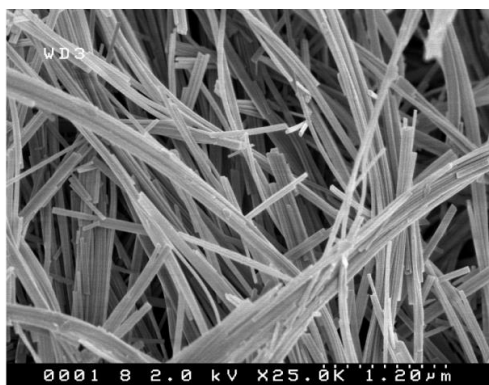
Figure 1-7: Schéma de la structure des minéraux argileux fibreux (Rautureau et al. 2004)

On distingue les canaux internes, appelés « tunnels » qui peuvent accepter des molécules et les retenir dans un espace à trois dimensions et les canaux superficiels des fibres qui ont une ouverture sur l'extérieur (Volle 2011). Dans cette structure, les canaux peuvent être remplis par de l'eau dite zéolithique, tandis que leurs bords sont recouverts de molécules liées aux cations octaédriques (eau de coordination). L'eau zéolithique est facilement éliminée par élévation de température (Singer et Galan 2011); environ 12% sont totalement éliminés à 200°C.

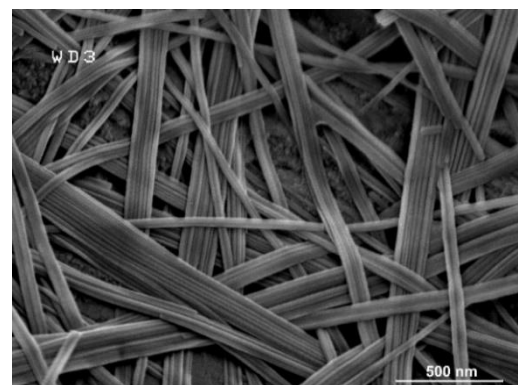
On distingue deux principales familles :

- o la famille des palygorskites où l'emplacement des deux plans discontinus fait apparaître un ruban à cinq octaèdres. Les particules ont la forme d'aiguilles rigides (Figure 1-8-A). Sa structure est partiellement dioctaédrique, ce qui lui confère une activité supplémentaire des faces des éléments de feuillets. Al et Fe se substituent à Mg dans la couche octaédrique. La palygorskite est riche en Mg et Al; sa formule idéale est $\text{Si}_8\text{O}_{20}\text{Al}_2\text{Mg}_2(\text{OH})_2(\text{H}_2\text{O})_4$. Dans cette formule OH_2 et H_2O représentent respectivement les eaux de cristallisation et zéolithique.

- o la famille des sépiolites où l'empilement des deux plans discontinus fait apparaître un ruban à huit octaèdres. Les particules ont la forme de fibres flexibles (Figure 1-8-B). La sépiolite est purement magnésienne; sa formule idéale est $\text{Si}_6\text{Mg}_4\text{O}_{15}(\text{OH})_2\text{H}_2\text{O}$. Sa structure est typiquement tri-octaédrique.



(A) Palygorskite



(B) Sépiolite

Figure 1-8: Morphologie de minéraux fibreux (Mineralogical Society 2016)

1-1-2-3- Les minéraux interstratifiés

A l'état naturel, il existe deux types de minéraux argileux :

➤ ceux qui sont constitués par un seul type de feuillet ou d'espace interfoliaire : on parle alors de phyllosilicates minéralogiquement homogènes ou minéraux argileux simples. Ces matériaux constituent des systèmes «modèles» et leur étude permet d'établir des comportements idéaux.

➤ ceux qui sont constitués par plusieurs types de feuillets : on parle alors de minéraux multicouches ou interstratifiés. Il s'agit d'édifices complexes constitués par la superposition de feuillets qui sont :

- soit de nature différente

- soit de même nature mais qui diffèrent par leurs remplissages interfoliaires : c'est le cas de la montmorillonite hydratée où l'espace interfoliaire peut contenir une, deux, trois ou quatre couches d'eau (Ben Rhaïem et al. 1986).

- soit différents par la nature et le remplissage interfoliaire : illite-montmorillonite avec des feuillets de montmorillonite dans des états d'hydratation variables.

Les minéraux argileux interstratifiés reconnus dans les sols sont composés de l'empilement d'au moins deux types de feuillets : 1:1/2:1, 2:1/2:1, 2:1/2:1:1. Les récents développements ont révélé que les interstratifiés à trois composants 2:1/2:1/2:1:1 par exemple Illite/Smectite/Chlorite (I/S/Ch) (Lanson et al. 2009) étaient plus répandus qu'on ne le pensait. Les minéraux interstratifiés sont fréquemment rencontrés dans les sols et les séquences d'altération de phyllosilicates primaires. Leurs processus de formation dans les sols sont encore mal connus.

On distingue les interstratifiés ordonnés (parfois réguliers) et les interstratifiés désordonnés. Si les interstratifiés ordonnés comportent deux feuillets élémentaires de composition différente (ex illite 1,0 nm et smectite 1,52 nm), la régularité signifie que la composition est proche de 50% illite - 50% smectite. Les interstratifiés mica/vermiculite et chlorite/vermiculite sont en général ordonnés. Ils se forment par l'altération de phyllosilicates préexistants comme la biotite dans les roches cristallines (Caner 2011).

1-1-2-4- Les minéraux associés

Les principaux minéraux associés qui se retrouvent dans les sols fins sableux et argileux sont :

** Les oxydes et les oxy-hydroxydes de fer*

Les minéraux de fer les plus courants dans les argiles sont : l'hématite (Fe_2O_3), la magnétite (Fe_3O_4), la goéthite (FeOOH). Leur densité étant élevée, ils contribuent au renforcement des propriétés mécaniques des argiles.

** Les feldspaths*

Ce sont des tectosilicates avec remplacement partiel des ions Si^{4+} par Al^{3+} dans les tétraèdres. Ceci entraîne un déficit de charge qui est compensé par l'insertion dans leur structure des ions

K^+ , Na^+ et Ca^{2+} . On assiste donc à la formation des feldspaths de type potassique $(Si_3AlO_8)K$, sodique $(Si_3AlO_8)Na$ et calcique $(Si_2Al_2O_8)Ca$.

** Les carbonates*

Les carbonates existent sous plusieurs types dont les plus connus sont : la calcite ($CaCO_3$), la magnésite ($MgCO_3$), la dolomite $(Ca,Mg)(CO_3)_2$. La calcite et la dolomite sont les plus fréquemment rencontrées dans les argiles.

** La matière organique*

Dans les sols, le terme de matière organique regroupe tous les produits constitués de molécules carbonées. Cette matière organique peut avoir deux origines : une origine récente liée au développement d'un sol pédologique ou une origine ancienne dont la formation est associée à la genèse de la roche. Elle se trouve en général sous forme d'acides humiques qui forment de grandes chaînes avec de nombreux groupements fonctionnels tels que benzénique (cycle à 6 C), carboxyle ($COOH$), et carbonyle ($C=O$). Lorsque la matière organique «vieillit», sa structure tend en général vers une simplification des chaînes carbonées correspondant à une diminution de leur taille et de leur complexité. La matière organique influence la dispersion des argiles; sa présence retarde la réaction pouzzolanique car elle enveloppe la surface de l'argile et gêne ainsi la réaction chaux/argile.

1-1-3- Mécanismes de gonflement et de retrait des sols argileux

Les analyses minéralogiques montrent que certaines argiles, pour lesquelles les liaisons interfeuillet sont très faibles, ont la propriété de fixer les molécules d'eau entre deux feuillets voisins. L'eau pénètre à l'intérieur des particules et s'organise en couches monomoléculaires, il s'agit alors d'un gonflement intraparticulaire ou interfoliaire. C'est le cas des smectites telles que la montmorillonite sodique et dans une moindre mesure de la montmorillonite calcique (Tessier 1984 ; Cases et al. 1990; Nowamooz 2007). Ce gonflement intervient à l'échelle la plus petite de la structure argileuse mais peut présenter une ampleur très importante. En dehors de ce cas particulier, qui définit les argiles dites "gonflantes", le gonflement est interparticulaire. Ce gonflement contrairement au gonflement interfoliaire, a une ampleur assez limitée, mais affecte toutes les argiles. Le processus de gonflement interparticulaire met en jeu séparément ou de façon combinée des phénomènes physico-chimiques et mécaniques variés. Compte tenu de la structure ionique, il apparaît d'importantes interactions physico-chimiques entre les particules argileuses et l'eau.

Le retrait consiste en une diminution du volume du sol due à l'évaporation de l'eau présente dans ses pores. L'assèchement progressif du sol provoque des tensions capillaires et la formation de ménisques autour des particules du sol. Les tensions capillaires sont à l'origine de contraintes de cisaillement. Plus l'eau s'évapore, plus les tensions capillaires augmentent et plus, les rayons des pores diminuent. Parallèlement, la résistance à la traction du sol augmente. Quand cette résistance atteint les contraintes engendrées par les tensions capillaires, le retrait s'arrête, le volume du sol ne diminue plus. Pendant le drainage du sol on peut observer trois phases successives (Kim et al. 1992). Dans la première phase, tous les macropores sont

complètement saturés. L'air n'entre pas dans les pores; la diminution du volume du sol est égale au volume d'eau perdue; c'est le "retrait normal"; la deuxième phase, appelée phase transitionnelle, commence au point d'entrée d'air due à l'évaporation de l'eau de surface des macropores. Le sol se désature et l'air entre dans les pores. En revanche, l'air sera enfermé dans les pores et quelques pores seront encore saturés. La diminution du volume de sol est beaucoup plus faible que le volume d'eau perdue: c'est le "retrait résiduel"; dans la dernière phase, il y a "absence de retrait" : le volume du sol ne peut plus varier du fait de l'agencement des particules, mais l'eau continue de s'évaporer (Figure 1-9).

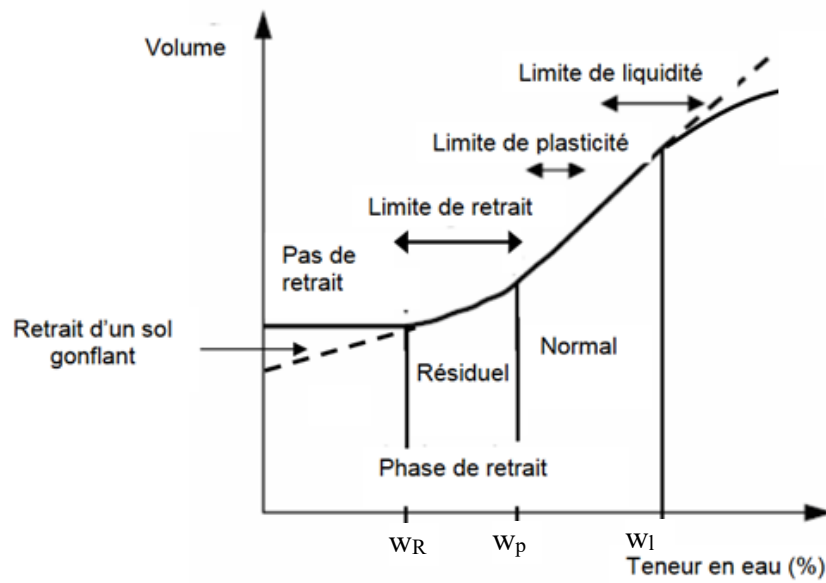


Figure 1-9: Courbe de retrait (Tripathy et al. 2002)

Le retrait évolue de manière linéaire jusqu'à une teneur en eau w_R définie comme la limite de retrait (Figure 1-9). A partir de cette limite, le sol perd de l'eau sans grande variation de volume. On considère la limite de retrait comme l'intersection de deux segments présentant le retrait normal et l'absence de retrait. Pour les sols gonflants, les variations de volume continuent même pour les teneurs en eau inférieures à celles de limite de retrait.

1-2- Traitement des sols

Le traitement des sols a pour objectif l'amélioration de leurs caractéristiques mécaniques (résistance, portance, ...) et la réduction de certains paramètres (gonflement, retrait, etc.). Dans le cas des sols argileux, le traitement est utilisé pour réduire la sensibilité du sol aux variations volumiques dues la plupart du temps aux variations de la teneur en eau.

Le compactage, opération importante dans la mise en œuvre d'une structure routière, a pour objectif la réduction de la porosité du sol ; il est souvent utilisé pour valoriser les sols fins afin de les rendre aptes au terrassement. La granulométrie, la morphologie des particules du sol, la teneur en argile, ... ont une influence sur le comportement du sol lors du compactage. En effet, en raison de leur petite taille, les particules d'argiles permettent d'augmenter la densité sèche

du sol en comblant sa porosité. Cependant, dans le cas des sols essentiellement argileux, un simple compactage ne permet pas toujours de garantir de bonnes caractéristiques pour une couche de sol mise en place, la cohésion étant avant tout liée à la teneur en eau du sol. L'utilisation d'agents chimiques permettant une stabilisation irréversible est donc nécessaire.

De nombreux travaux ont montré que des sels minéraux tels que les chlorures de calcium (CaCl_2) ou de potassium (KCl), ou le carbonate de potassium (KCO_3), réduisent sensiblement le gonflement des argiles naturelles (Iltis 1979). Hachichi et Fleureau (1999) ont mené une étude sur la stabilisation de sept sols par des sels : le chlorure de potassium (KCl), le chlorure de sodium (NaCl), le chlorure de calcium (CaCl_2), le chlorure d'ammonium (NH_4Cl). Dans la majorité des cas, des réductions substantielles sont obtenues avec de fortes concentrations en sels.

Au Bénin, des travaux sur la stabilisation des sols gonflants à partir de la cosse du fruit de l'arbre *Parkia biglobosa* ont été réalisés ; la cosse sèche contiendrait des dérivés aminés comme la parquine et le tannin en proportion très considérable (Adewoye et al. 1987). L'étude à l'échelle du laboratoire d'une argile smectique traitée a permis d'avoir les résultats suivants : une réduction de l'indice de plasticité, une augmentation des résistances à la compression simple, une augmentation sensible de la teneur en eau optimale ; une augmentation de l'indice portant CBR; une diminution significative de 58 % pour l'amplitude du gonflement et de 38% pour la pression de gonflement (Kiki 2004). D'autres aspects de l'étude comme la lixiviation ainsi que des essais en vraie grandeur sont envisagées.

Dans la suite nous allons nous focaliser sur les liants hydrauliques (chaux, ciment et liant hydraulique routier qui restent les principaux liants utilisés pour le traitement des sols (Sheffield et al.1987; Conner et Hoeffners 1998 ; Malviya et Chaudhary 2006).

1-2-1- Les liants hydrauliques

Le traitement des sols à la chaux est une technique connue depuis plusieurs siècles, avec par exemple la construction de la grande muraille de Chine ou encore les voies et les habitations romaines construites avec de la chaux (Maubec 2010). Le traitement des sols au ciment est plus récent puisque la fabrication du ciment remonte aux environs de 1830. Ce n'est que depuis les années 1950 que le traitement des sols s'est développé en technique routière avec notamment de la chaux et des ciments. En France, la technique de la stabilisation des sols par la chaux et/ou le ciment est vulgarisée en 1980 (Vénuat 1980). Se sont développés, à partir des années 1980, les liants hydrauliques routiers (LHR), mis au point spécialement pour une utilisation en traitement des sols, pour la confection des couches de forme, de matériaux d'assises de chaussées (couches de base, couches de fondation) et pour le retraitement en place à froid des anciennes chaussées. Aujourd'hui, le traitement des sols à la chaux et/ou aux liants hydrauliques s'applique à près d'un tiers du volume des sols terrassés chaque année en France, toutes applications confondues. Ce succès s'explique par les gains qu'il permet de réaliser en permettant le réemploi de sols médiocres, le terrassement en saison défavorable ou la réalisation de couches de chaussées à haut niveau de sollicitation.

1-2-1-1- La chaux

La chaux est une matière obtenue par décomposition thermique du calcaire aux environs de 1000°C. Chimiquement, c'est un oxyde de calcium avec plus ou moins d'oxyde de magnésium. On distingue :

- La chaux vive qui est le produit direct de la thermolyse (ou calcination) du calcaire, principalement de l'oxyde de calcium (CaO).
- La chaux aérienne, ou chaux éteinte, obtenue par la réaction de la chaux vive avec de l'eau ; elle est constituée surtout d'hydroxyde de calcium (Ca(OH)₂) et réagit avec le CO₂ de l'air.
- La chaux hydraulique contient en plus des silicates et des aluminates, car elle provient de calcaire argileux; ses propriétés se rapprochent de celles des ciments.

Les propriétés de la chaux utilisée pour le traitement de sol sont définies par les normes NF P98-101 et NF EN 459-1.

1-2-1-2- Le ciment

Le ciment est un produit provenant du refroidissement du clinker qui contient un mélange de silicates et d'aluminates de calcium porté à 1450 – 1550 °C, température de fusion. Le ciment usuel est aussi appelé liant hydraulique, car il a la propriété de s'hydrater et de durcir en présence d'eau; cette hydratation transforme la pâte liante, qui a une consistance de départ plus ou moins fluide, en un solide pratiquement insoluble dans l'eau. Le Tableau 1-1 donne pour les classes CEMI à CEMIII la proportion de clinker, constituant de base du ciment, et des autres composantes essentielles.

Le traitement au ciment convient plus particulièrement aux sols peu plastiques, qui sont à priori inadaptés au traitement à la chaux du fait de leur faible teneur en argile, auxquels il apporte cohésion, résistance mécanique, stabilité à l'eau; pour ces sols, le ciment Portland composé (classe CEMII) est très utilisé. Pour les sols très plastiques, le ciment CLK (classe CEMIII très riche en laitier) combiné à de la chaux serait plus indiqué (Delfault 1990).

Tableau 1-1: Composition des différentes classes de ciment (NF EN197-1)

	Ciment Portland	Ciment Portland composé		Ciment de haut fourneau		
	CPA-CEM I	CPJ-CEM II/A	CPJ-CEM II/B	CHF-CEM III/A	CHF-CEM III/B	CLK-CEM III/C
Clinker (K)	/95%	/80% ≤94%	/65% ≤79%	/35% ≤64%	/20% ≤34%	/5% ≤19%
Laitier (S)	*	6% ≤ total ≤20% (fumée de silice ≤ 10%)	21% ≤ total ≤35% (fumée de silice ≤ 10%)	/36% ≤65%	/66% ≤80%	/81% ≤95%
Pouzzolanes (Z)	*			*	*	*
Cendres siliceuses (V)	*			*	*	*
Fumée de silice (D)	*			*	*	*
Cendres calciques (W)	*			*	*	*

1-2-1-3- Les liants hydrauliques routiers (LHR)

Un liant hydraulique routier spécial est un produit fini, fabriqué en usine et distribué prêt à l'emploi. Il se présente sous forme d'une poudre minérale qui, mélangée avec de l'eau, forme une pâte faisant prise et durcissant progressivement, aussi bien à l'air que sous l'eau. Par rapport au ciment, sa teneur en clinker est généralement faible et sa cinétique de prise et de durcissement peut être plus lente, propriété très recherchée dans les travaux routiers pour des raisons de délai de maniabilité minimal des matériaux. La composition, les spécifications et les critères de conformité des LHR sont régis par les normes NF P15-108, NF EN 13282-1 à 3.

Un des objectifs du traitement des sols aux liants hydrauliques routiers est similaire à celui du traitement à la chaux dans la mesure où il peut permettre d'améliorer les caractéristiques initiales des matériaux peu ou pas plastiques, dont les teneurs en eau naturelles trop élevées ne permettent pas de réaliser des remblais dans de bonnes conditions et avec des garanties suffisantes de qualité. Cependant, l'objectif principal est d'obtenir un développement rapide et durable des résistances mécaniques: avec le traitement, il est possible de valoriser des matériaux aux caractéristiques initiales médiocres tels que calcaire, limons, argiles, sables, marnes, matériaux évolutifs, etc. pour les utiliser en ouvrages de terrassements, ainsi qu'en assises de chaussées; un retraitement en place des anciennes chaussées est aussi possible plutôt qu'une évacuation avec remplacement par des matériaux neufs (Abdo 2009b).

Les principes d'action du LHR ne sont pas fondamentalement différents de ceux des ciments car on y retrouve, mais en proportions différentes, les mêmes constituants et donc des phénomènes de prise hydraulique de même nature, mais le plus souvent avec des cinétiques spécifiques. Ces constituants apportent soit des propriétés hydrauliques, pouzzolaniques et physiques et peuvent avoir plusieurs de ces propriétés, à un degré plus ou moins développé. En fonction de la nature des constituants utilisés et de leur dosage, il existe une grande variété de liants hydrauliques routiers.

Les principaux constituants d'un liant hydraulique routier sont :

- le clinker ;
- des sous-produits d'autres industries (laitiers, cendres volantes) qui subissent, en vue de leur incorporation dans les liants, une sélection et une préparation plus ou moins élaborée ;
- des produits naturels qui, en vue de leur incorporation dans les liants, ne subissent pas d'autre traitement qu'un séchage et une pulvérisation (fillers, pouzzolanes naturelles);
- d'un activant de prise (chaux généralement).

Des matériaux minéraux naturels ou issus des procédés de fabrication du clinker, de laitiers issus de la sidérurgie au carbone en filière oxygène, etc. peuvent servir de constituants secondaires (dans une proportion n'excédant pas 5% en masse) au LHR; ils ont pour but d'améliorer les propriétés physiques du LHR telles que l'ouvrabilité ou la rétention d'eau.

Le traitement des matériaux aux liants hydrauliques routiers offrent tout à la fois des avantages :

- techniques (bon comportement par temps chaud sans déformation, gestion plus souple de la fabrication par rapport aux ciments),
- économiques (réutilisation des matériaux en place, utilisation des sous-produits d'industries ne nécessitant pas de cuisson spécifique, réduction des coûts de transport),
- écologiques et environnementaux (le travail à froid réduit sensiblement la pollution et le rejet de vapeurs nocives dans l'atmosphère).

1-2-2- Action du traitement sur les propriétés géotechniques

1-2-2-1- Granulométrie

Certains auteurs comme Osula (1996) se sont intéressés à l'effet de la chaux sur la granulométrie des sols après malaxage et avant compactage. Les résultats indiquent que l'ajout de chaux induit une diminution des particules inférieures à $2\ \mu\text{m}$, et une augmentation des particules de plus grande taille. Ces modifications de granulométrie sont amplifiées avec l'ajout de fortes quantités de chaux et sont aussi dépendantes du temps: pour des temps de cure plus longs, la diminution de particules inférieures à $2\ \mu\text{m}$ est plus importante. Selon cet auteur, ces résultats sont la conséquence de la floculation des particules suite à l'ajout de chaux.

1-2-2-2- Limites d'Atterberg

De nombreux auteurs (Rogers et Glendinning, 1996) indiquent que l'ajout de chaux entraîne une modification des limites d'Atterberg. En effet, il est constaté une amélioration immédiate de l'ouvrabilité et des résistances mécaniques qui se traduit par une réduction de la plasticité marquée par un abaissement de l'indice de plasticité (IP), résultat d'une forte augmentation de la limite de plasticité (w_p), une plus faible augmentation de la limite de liquidité (w_L), et de la diminution de la teneur en eau (w). Ces auteurs notent que l'ampleur des modifications de plasticité ne dépend pas du temps de cure, mais de la quantité de chaux ajoutée.

Le processus est schématisé sur la Figure 1-10.

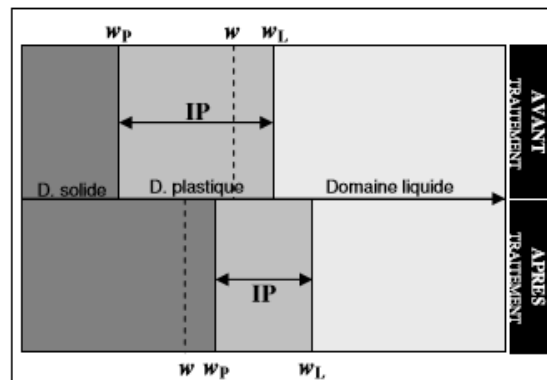


Figure 1-10: Modification des limites d'Atterberg d'un sol après traitement à la chaux [adaptée de Fediex, 2009]

La partie supérieure du schéma présente le comportement du sol naturel, la partie inférieure reprend les effets d'un traitement sur l'évolution des limites d'Atterberg.

1-2-2-3- Caractéristiques de compactage

La courbe Proctor d'un sol traité à la chaux est plus aplatie, ce qui traduit une diminution de sa sensibilité à l'eau. Le caractère exothermique de la réaction d'hydratation de la chaux (Eq 1-1) conduit par ailleurs à une diminution de la masse volumique sèche optimale (γ_{dOP}) et à une augmentation de la teneur en eau optimale Proctor (w_{OP}) dues à la réorganisation des particules du sol en agglomérats.

L'ampleur de ces modifications dépend de la quantité de chaux ajoutée ; il est ainsi admis que, plus la quantité de chaux ajoutée est importante, plus la teneur en eau sera décalée vers les fortes teneurs en eau, et plus leur densité sèche optimale sera faible.

La Figure 1-11, extraite du GTS (LCPC-SETRA 2000a), donne l'allure générale des courbes Proctor normal $\rho_d = f(w)$ d'un sol argileux avant et après traitement à la chaux.

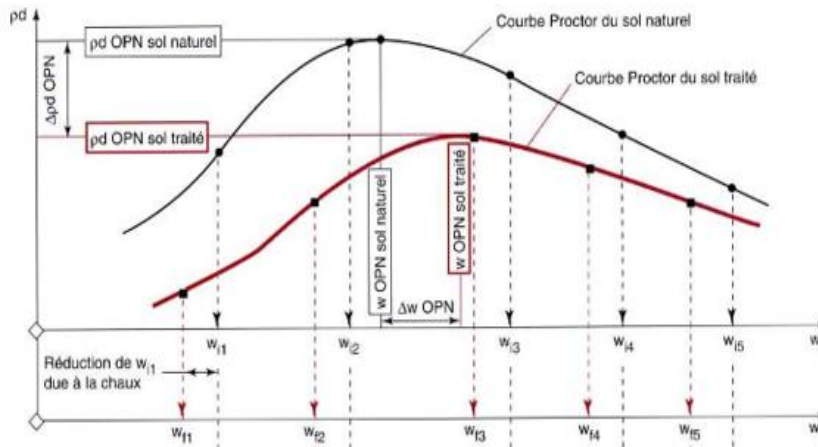


Figure 1-11: Modification des caractéristiques de compactage d'un sol après traitement à la chaux (LCPC-SETRA 2000a)

Les principaux constituants des liants hydrauliques (chaux, ciment, LHR) sont les mêmes, seules diffèrent les proportions; (par exemple, la teneur en clinker est généralement faible pour le LHR par rapport au ciment) ainsi les mêmes réactions se produisent mais à diverses échelles.

Comme pour la chaux, le LHR incorporé à un sol conduit à une réduction de la teneur en eau du mélange : un abaissement de teneur en eau de 0,3 à 0,5% lors de l'apport de 1% de liant hydraulique par rapport à la masse sèche du sol est constaté. Cependant on ne note pas de modifications géotechniques immédiates notables, ni de modifications importantes de la courbe Proctor après traitement au LHR (Abdo 2009b).

Le liant hydraulique routier a la faculté de former à température ordinaire, en présence d'eau, un certain nombre des composés hydratés, stables, ayant des propriétés analogues à celles des composés formés par les ciments en présence d'eau. La prise et le durcissement sont dus à la

formation de composés hydratés stables, très peu solubles dans l'eau, présentant une forte adhérence entre eux et aux sols ou granulats destinés au traitement, et créant ainsi progressivement une cohésion croissante des pâtes et des mélanges. Ce sont les cristaux de silicate monocalcique hydraté qui, en se fixant entre eux et aux constituants du matériau où ils ont pris naissance, confèrent à ce dernier sa résistance. Le développement et la multiplication de ces microcristaux dans le temps, leur enchevêtrement, leur feutrage progressif donnent au mélange (liant hydraulique routier + sol + eau) une certaine cohésion et une résistance mécanique qui croît avec le temps en fonction des conditions extérieures. La vitesse et le taux d'hydratation dépendent principalement des constituants des liants hydrauliques routiers, de leur finesse, de la température, etc.

Lorsque le sol est très peu argileux, mais surtout formé de grains, les constituants hydratés du liant enrobent et relient les grains entre eux formant des sortes de ponts de plus en plus nombreux et solides, ce qui explique bien que la portance, la rigidité, le module de déformation, les résistances mécaniques croissent dans le temps. Dans le cas d'un sol argileux où le milieu est plus finement divisé, l'hydroxyde de calcium $\text{Ca}(\text{OH})_2$ formé par l'hydratation du clinker pourra peu à peu se combiner aux éléments argileux du sol qui, dans certains cas, pourront ralentir la prise du liant hydraulique. De ce fait, pour les sols argileux, on préconise un traitement préalable à la chaux dont les actions immédiates permettent d'amener le sol à un état optimal pour le traitement au liant hydraulique (Abdo 2009b).

1-2-2-4- Caractéristiques mécaniques

L'ajout de chaux et de ciment ou de liant hydraulique routier conduit à une augmentation de la résistance à la compression simple (R_c), de la résistance à la traction (R_t) et une augmentation du module d'élasticité (E) des sols compactés. Ces augmentations sont associées à la formation des produits cimentaires (Little 1995 ; Bell 1996). Il a été constaté par exemple (Abdo 2008 ; Chardard et Gandille 2008 ; Fediex 2009) les éléments suivants:

- Amélioration de la résistance à la compression simple (R_c) :
 - la résistance à la compression simple d'un sol traité à 2% de chaux passe de 0,30MPa à 24h de cure à 0,45MPa à 28j, puis à 0,50 après 360j. Pour un traitement à 6% de chaux les résistances aux mêmes échéances sont de 0,4; 0,9 et 1,0MPa.
 - l'apport de 3% de LHR permet à un limon de classe A1 de développer des R_c de 1,1MPa à 28j et de 1,19MPa à 60j. Un dosage de 4% de LHR permet d'atteindre 1,70MPa à 60j. Cette même résistance est obtenue pour 5% de LHR à 28j.
- Amélioration de la résistance à la traction indirecte (R_{it}) et une augmentation du module d'élasticité (E) :
 - l'apport de 3% de LHR permet à un limon de classe A1 de développer des R_{it} de 0,16MPa à 28j, de 0,27MPa à 60j et de 0,28MPa à 90j avec des modules d'élasticité respectifs de 3897MPa, 5112MPa et 5301MPa.
 - un traitement à 5% de LHR permet d'obtenir un couple (R_{it} ; E) de (0,40MPa ; 8505MPa) à 90j.

Xing et al. (2009) montrent qu'il existe une relation entre le développement des performances mécaniques (résistance à la compression simple R_c) d'un sol traité et la formation des hydrates. En effet plus leur développement est important, plus R_c est élevée. Les composés calciques provenant de l'hydratation des liants portent ainsi une part importante de la structure (Burlion et al. 2006).

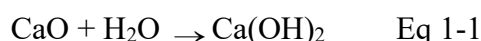
1-2-3- Mécanismes physico-chimiques du traitement

Traiter un sol avec un liant consiste à le mélanger intimement avec cet élément d'apport pour lui conférer de nouvelles propriétés; ce traitement utilise les affinités chimiques du sol et du liant, par opposition au traitement mécanique qu'est le compactage et qui peut se superposer au premier. Les interactions des liants avec les particules des sols peuvent être décrites par une succession de processus physico-chimiques complexes aux cinétiques variables qui modifient le comportement mécanique des sols. Généralement, on distingue deux effets lors du traitement (Boardman et al. 2001) :

- les effets à court terme qui interviennent dans les heures qui suivent la mise en contact entre le liant et le sol et peuvent se résumer à une modification texturale du sol, suite à un changement de l'état hydrique du sol et à un processus de floculation/agglomération des particules ;
- les effets à long terme généralement attribués à la formation de composés aux propriétés liantes qui résultent de réactions pouzzolaniques.

1-2-3-1- Modification de l'état hydrique

Lorsque de la chaux vive (CaO) est ajoutée à un sol humide, une réaction exothermique se produit: il s'agit de l'hydratation de la chaux vive qui conduit à la formation d'hydroxyde de calcium Ca(OH)_2 .



Le caractère exothermique et la consommation d'eau nécessaire à la réaction d'hydratation entraîne une diminution de la teneur en eau du sol. Dans la pratique, on estime que l'incorporation de 1% de chaux vive dans un sol entraîne une diminution d'environ 1% de sa teneur en eau (LCPC-SETRA 2000a).

1-2-3-2- Floculation des particules

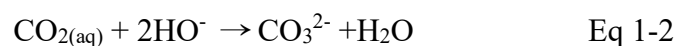
L'utilisation de chaux vive modifie la structure d'un sol ; sa consistance passe d'un état plastique à une structure grumeleuse stable. D'un point de vue macroscopique, des études rapportent que l'ajout de chaux provoque rapidement une floculation des particules argileuses (Cabane 2005). D'un point de vue physico-chimique, la réaction se traduit par une attraction de particules qui va aboutir à la formation de flocs ; en effet, la plupart des minéraux argileux ont la particularité de posséder une charge de surface non nulle.

Dans le cas du traitement des argiles, l'ajout de chaux conduit à la libération d'ions calcium qui favorisera la déprotonation de la surface des minéraux argileux et la création de charges négatives; cet apport en ions calcium peut également conduire à une réaction d'échange cationique, en fonction de la nature des cations initialement adsorbés à la surface des minéraux argileux. La conséquence de l'échange cationique et de la grande quantité d'ions calcium présents à la surface, suite à l'ajout de chaux, conduit à un rapprochement des particules qui va engendrer leur floculation (Little 1995). Ce processus prend place dans les quelques heures qui suivent l'ajout de la chaux (Locat et al. 1990). Toutefois, d'après les travaux de Rossi et al. (1983), la floculation pourrait résulter d'une réaction immédiate entre la chaux, adsorbée à la surface des particules argileuses, et les sites aluminols (Al-OH) et silanols (Si-OH) des minéraux argileux, qui entraînerait la formation, en très faible quantité, de phases de type silicates et aluminates de calcium hydratés. Ces composés pourraient assurer les liens entre les particules et être responsables de ces effets instantanés.

Toutefois, tous les minéraux argileux ne possèdent pas la même capacité à échanger leurs cations, de par leur différence de structure et leur taux de substitution au sein des feuillets. La kaolinite ne possède pas de cations interfoliaires. Pour ce minéral, seuls les cations localisés sur les surfaces externes basales ou latérales peuvent être échangés. Pour les autres minéraux, qui possèdent des cations dans l'espace interfoliaire, la capacité d'échange cationique est beaucoup plus élevée, à l'exception, toutefois des illites. Pour ce minéral, la structure possède une forte charge qui est compensée par du potassium. Outre cette forte charge qui entraîne une forte interaction entre les feuillets et le potassium, ce cation a la particularité de posséder un diamètre correspondant au diamètre de la cavité des tétraèdres. Ces interactions réduisent la mobilité de ce cation et empêchent toute réaction d'échange avec un autre cation.

1-2-3-3- Carbonatation

Plusieurs études (Bell 1996; Rossi et al. 1983) ont montré la formation de calcite (CaCO₃) qui apparaît au cours de la maturation lors du traitement des sols. Celle-ci résulte de la carbonatation de la chaux avec le dioxyde de carbone de l'air par une succession de deux réactions: une fois dissout dans l'eau interstitielle, le dioxyde de carbone réagit avec les ions hydroxyles pour former des ions carbonates qui réagissent ensuite avec les ions calcium apportés par la chaux pour former du carbonate de calcium.

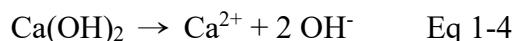


Les cristaux de carbonate possèdent une propriété liante très faible. Les performances mécaniques ne sont pas ou très peu améliorées par la présence de carbonates. Par conséquent, la carbonatation est considérée comme une réaction perturbatrice du traitement, puisqu'elle consomme une partie de la chaux destinée aux réactions pouzzolaniques, sans pour autant améliorer les performances mécaniques des matériaux traités.

1-2-3-4- Hydratation - Réactions pouzzolaniques

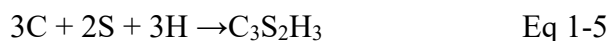
La « **propriété pouzzolanique** » est l'aptitude d'un matériau à se combiner à température ambiante et en présence d'eau avec le liant en particulier la chaux pour donner des hydrates très peu solubles. Ce sont des réactions d'hydratation plus ou moins lentes (pouvant se déclencher quelques semaines après le début de l'hydratation et se déroulant sur des périodes de quelques jours à quelques années) qui peuvent se produire en fonction de la minéralogie du matériau à traiter, du pH et/ou de la quantité de calcium disponible dans le milieu (Locat et al. 1996).

La dissolution de l'hydroxyde de calcium hydraté Ca(OH)_2 s'écrit :

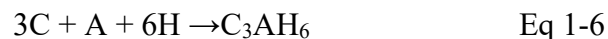


La réaction entraîne la libération d'ions calcium (Ca^{2+}) et hydroxydes (OH^-) en solution. Ces derniers vont entraîner une augmentation plus ou moins importante du pH du sol en fonction de la quantité de chaux ajoutée. A 20°C, le pH maximal que peut atteindre le sol est celui d'une solution saturée en portlandite CH (hydroxyde de calcium hydraté), à savoir 12,64 (Le Runigo, 2008). Au pH de 12,64 les molécules de silice et d'alumine dissociées réagissent avec le calcium apporté par les produits de traitement pour former de nouveaux hydrates. Ces réactions s'écrivent en notation cimentière :

- ✓ silicates de calcium hydratés (CSH)



- ✓ aluminates de calcium hydratés (CAH)



- ✓ ou encore aluminosilicates de calcium hydratés (CASH)



Ces phases augmentent la cohésion entre les particules argileuses, ce qui confère aux matériaux de meilleures propriétés mécaniques.

La nature des hydrates formés au cours des réactions pouzzolaniques dépend de la nature des argiles présentes dans le sol et de plusieurs facteurs, dont la teneur en chaux. En effet, plusieurs études montrent que ces phases n'apparaissent que si la quantité de chaux ajoutée initialement est suffisante (Little 1995).

1-2-3-5- Perturbations éventuelles liées au traitement

Si la stabilisation des sols à la chaux se pratique depuis fort longtemps, son étude reste relativement récente. Les aspects méthodologiques permettant de définir l'aptitude d'un sol au traitement sont synthétisés dans le Guide de Traitement des Sols (LCPC-SETRA 2000a) et l'utilisation des sols traités en couche de forme est maintenant extrêmement répandue.

Cependant, les expériences acquises révèlent quelquefois des échecs au niveau des terrassements (Cabane 2005).

Trois ordres de perturbations de la stabilisation des sols sont répertoriés (Cabane 2005):

- des gonflements importants pouvant atteindre plusieurs centimètres ;
- le développement de fissuration importante :
 - linéaire pouvant mesurer plusieurs dizaines de mètres de long ;
 - en étoile ponctuelle située au pourtour des points de gonflements les plus élevés ;
- une diminution des résistances mécaniques.

Le développement de ces perturbations apparaît en quelques semaines après le traitement des sols avec de la chaux et/ou des liants hydrauliques. L'immersion de la structure construite est un facteur important dans l'apparition des problèmes. Deux types de causes sont évoqués : les minéraux argileux et les minéraux annexes ou solutions (polluants).

1-2-3-5-1- Perturbation de la prise attribuée aux argiles

Les argiles ont la propriété de pouvoir échanger une partie de leurs cations constitutifs ou adsorbés en surface. La capacité d'échange cationique ou CEC dépend de la nature des argiles et du pH du sol. Ainsi, on a pour la kaolinite $0,05 < \text{CEC} < 0,1$ méq/g; pour l'illite $0,2 < \text{CEC} < 0,5$ méq/g et pour la smectite $\text{CEC} \approx 1$ méq/g. Les valeurs relatives à la kaolinite sont les plus faibles. Cette argile ne fixe des cations que sur les zones latérales des feuillets alors que les smectites captent des cations sur leurs faces externes et internes.

Le Roux en 1969, le premier, a montré que la stabilisation à la chaux (avec des dosages de 3 à 7 % et 90 jours de cure) permet la formation de nouveaux minéraux par réaction pouzzolanique: des silicates et aluminates calciques hydratés sont formés à partir des argiles. Cette réaction pouzzolanique est une réaction lente qui demande, à température ordinaire, plusieurs mois avant que ses résultats puissent être appréciés. Les différentes espèces d'argiles ne réagissent ni avec la même cinétique ni de la même manière. Si lors de la réaction pouzzolanique, la réactivité chimique des argiles est mesurée par la quantité d'hydrates (CSH et CAH) solubles par l'acide, alors l'ordre de réactivité décroissant est : smectite, illite et kaolinite. En revanche du point de vue des résistances mécaniques, c'est la kaolinite qui permet l'acquisition des meilleures caractéristiques mécaniques par rapport à l'illite et la smectite.

La sensibilité à l'eau des sols riches en smectites persiste après traitement. Selon Guettala et Guenfoud (1997), des sols argileux dont le passant à $2 \mu\text{m}$ est compris entre 20 et 50 % ne permettent pas d'obtenir l'insensibilité à l'eau. Quel que soit le dosage en ciment (de 3 à 15 % de CPA) la résistance en compression simple après une immersion de 1 j (précédée d'une cure dans une atmosphère humide d'une durée de 27 j) est quasiment nulle alors que les sols composés seulement d'illite ou d'un mélange kaolinite/illite conservent des résistances mécaniques importantes :

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

Globalement quatre critères, jugés importants, expliquent les perturbations de prise du traitement :

- ❖ la nature des argiles : dans l'ensemble, quels que soient les liants utilisés, les propriétés mécaniques diminuent dans l'ordre kaolinite, illite, smectite. Ces différences sont reliées aux différences de CEC reliée à la valeur de bleu (VB) ;
- ❖ la quantité de ces minéraux argileux ;
- ❖ la structure du sol à plusieurs échelles ;
- ❖ la disponibilité de l'eau dans le sol (afin d'hydrater les liants).

1-2-3-5-2- Perturbations attribuées au soufre

Présents dans les sols le plus souvent sous forme de gypse ou de pyrite, les sulfates et sulfures s'avèrent néfastes, car leur action peut déjà être très dommageable pour des teneurs de l'ordre de 1 %. En début de prise, ces constituants ont un rôle généralement bénéfique de régulateur de prise, mais, si l'alimentation en sulfates ou sulfures et en eau est suffisante, leur action se poursuit par la formation d'ettringite, espèce cristalline très gonflante (Cabane 2005).

Dans les bétons, la formule chimique de la phase principale est $\text{Ca}_6\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3(\text{OH})_{12}\cdot 26\text{H}_2\text{O}$. Sa structure en aiguilles, principalement hexagonales de longueurs variables en fonction des conditions d'hydratation (jusqu'à plusieurs dizaines de microns), confère aux matériaux qui contiennent de l'ettringite primaire des propriétés mécaniques intéressantes (Odler 2000). Le développement de ce minéral n'est pas problématique car se faisant avant la prise du ciment : l'ettringite peut se développer au sein de la suspension.

L'ettringite peut provoquer un gonflement si elle se forme après la prise (plusieurs mois ou années). Cette ettringite, dite secondaire, est produite par «l'attaque» des sulfates. La réaction est aussi appelée formation d'ettringite différée.

Dans le cas de l'ettringite, deux faciès de minéraux sont observés (Divet 2001):

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

Il existe des stades intermédiaires entre ces deux faciès principalement l'ettringite comprimée (Figure 1-12).

Lors du traitement des sols, la réaction sulfatique se produit quelques jours à quelques semaines après la réalisation du traitement. Les composés formés dans le cas des sols sont l'ettringite différée et la thaumasite. La thaumasite (CaSiO_3 , SO_4Ca , $\text{CaCO}_3\cdot 15\text{H}_2\text{O}$) est un minéral considéré comme résultant de la transformation de l'ettringite par substitution de l'alumine par de la silice et du carbonate. La distinction entre ettringite et thaumasite n'est pas toujours aisée; dans quelques cas, on trouve la présence concomitante de thaumasite et d'ettringite (Louarn et Larive 1993).

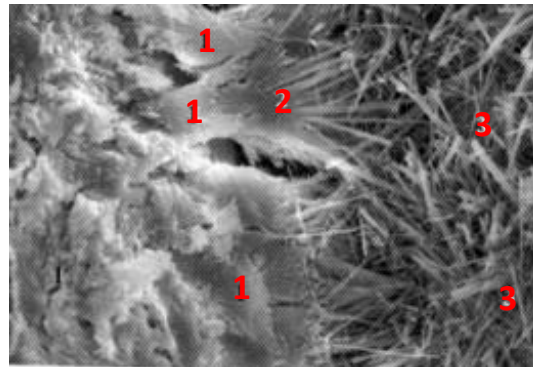


Figure 1-12 : Différentes formes d'ettringite développée dans des bétons: massive (1), comprimée (2) et en aiguille (3) (Divet, 2001)

Les dégradations attribuées aux minéraux secondaires sulfatés sont dues au fait que la variation volumique « globale » (enveloppe) qui accompagne la cristallisation de l'ettringite ou de la thaumasite est toujours considérée comme positive, c'est à dire que le volume total occupé par l'hydrate est toujours plus grand que le volume des réactifs initiaux (Figure 1-13). La morphologie en aiguille de ces minéraux secondaires sulfatés explique ainsi que peu de matière suffit à provoquer un gonflement en milieu confiné (Le Roux et Orsetti 2000).

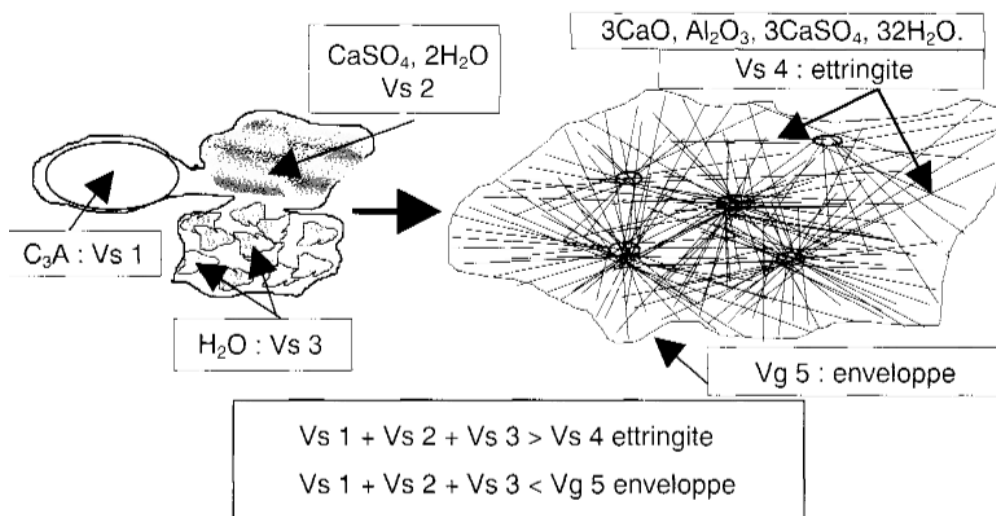


Figure 1-13 : Variation volumique lors de la formation de l'ettringite (Orsetti 1997).

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

Le soufre en excès peut provenir du sol : sols sulfatés; sols pyriteux; eaux séléniteuses (nappes souterraines, eaux de ruissellement)

L'alumine a deux origines possibles (Orsetti 1997) :

- ✓ les liants hydrauliques, on parle de l'attaque de type I
- ✓ les argiles via la réaction pouzzolanique, on parle d'attaque de type II

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

- ✓ du type d'argiles, les smectites sont connues pour libérer plus d'alumine que la kaolinite (Le Roux 1969)
- ✓ de la teneur en argiles du sol. Une faible proportion d'argiles d'une dizaine de pour cent suffit à favoriser la formation d'ettringite (Tasong et al. 1998).

1-2-3-5-3- Autres perturbations

Dans le sol, il peut exister d'autres éléments présents en faible quantité et pouvant avoir une origine extérieure au sol. Leurs effets sur le déroulement de la prise hydraulique sont variables:

❖ Azote

Dans les sols, l'azote se présente sous la forme d'ions ammonium (NH_4^+) ou de nitrate (NO_3^-). Dans le cadre du traitement des sols, les composés azotés sont signalés comme retardateurs voire inhibiteurs de la prise (LCPC-SETRA 2000a). En ce qui concerne le retard de prise, il semble que le chaulage du sol soit une technique permettant de neutraliser l'ammonium. Le suivi de la réaction peut-être effectué par le dégagement d'ammoniac. Les perturbations attribuables à l'azote, peuvent résulter d'interactions physico-chimiques entre les liants et deux composés azotés (l'ion nitrate et l'ion ammonium). Ces composés réagissent avec les liants pour former de nouveaux composés chimiques.

❖ Phosphates

Le phosphate est un composé qui peut être présent au sein du sol naturel :

- ✓ sous forme organique au sein des matières organiques en décomposition
- ✓ sous forme piégée, adsorbé par les surfaces des minéraux argileux, oxydes et hydroxydes de fer et d'aluminium
- ✓ sous forme d'engrais : acide phosphorique H_3PO_4 et composés ammono-phosphatés $[(\text{NH}_4)_2 \text{HPO}_4$ et $(\text{NH}_4)_3 \text{PO}_4]$ (Blot 1993).

Avec l'introduction de la chaux et/ou des liants hydrauliques lors de la stabilisation, les phosphates instables vont réagir avec l'ion calcium pour former des phosphates de calcium insolubles et peut-être des phosphates d'alumine.

➤ Substances organiques

Dans le cas des sols riches en matières organiques, les effets ne peuvent pas être prévus avant l'étude géotechnique. Cependant il est envisageable de réduire les effets retardateurs par l'ajout d'un agent chimique accélérateur de prise. Il est généralement conseillé d'utiliser préalablement un traitement soit à la chaux soit au chlorure de calcium (Rey et al. 2000).

1-3- Conditions d'utilisation des sols fins en structure routière

La conception d'une route procède d'une succession d'étapes qui varient en fonction de la topographie et de la nature du sol et du sous-sol. Sur la coupe type d'une route (Figure 1-14-A) proposée par le Guide technique des Terrassements Routiers (GTR), on distingue :

- la Partie Supérieure des Terrassements (PST) ainsi que l'arase de terrassement: en fonction de l'environnement hydrique 7 classes de PST sont définies. La classe (ARj) de l'arase est déterminée à partir des caractéristiques du sol naturel en place et de son état hydrique (voir détail en annexe 2)

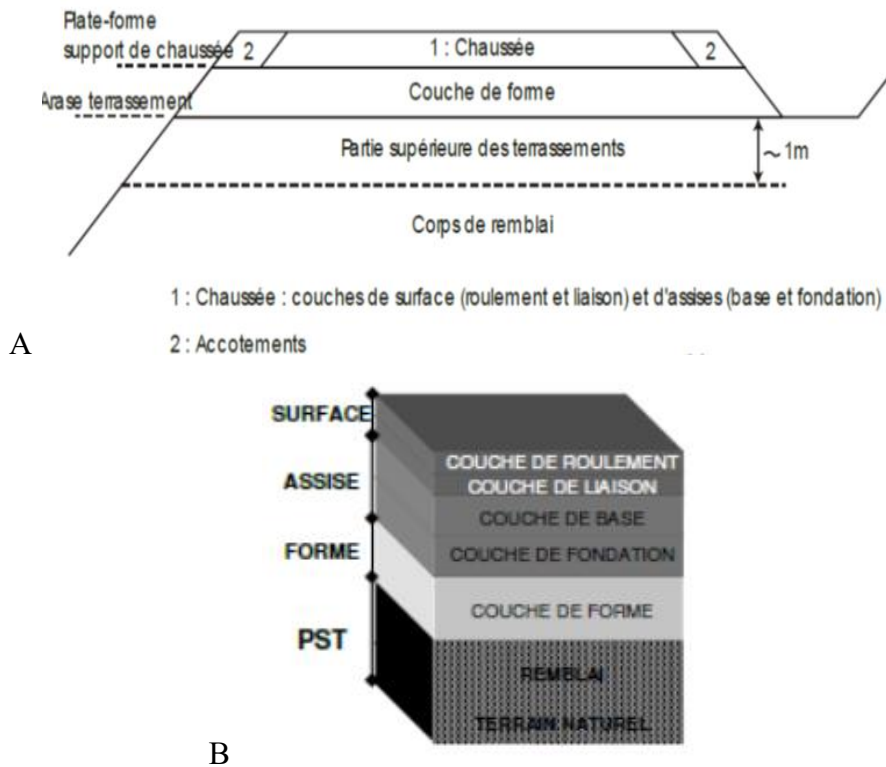


Figure 1-14: Coupe d'une route (d'après LCPC-SETRA 2000b)

- la couche de forme qui recouvre la PST. Pendant les travaux, elle assure la protection du sol-support, permet d'améliorer la qualité du nivellement ainsi que la circulation des engins. En service, elle permet d'homogénéiser les caractéristiques mécaniques des matériaux constituant le sol ou le remblai, et d'améliorer la portance à long terme.
- la chaussée proprement dite qui se subdivise en plusieurs couches Figure 1-14-B :
 - Les couches d'assise (couche de base et couche de fondation) apportent à la chaussée la résistance mécanique aux charges verticales induites par le trafic et répartissent les pressions sur la plate-forme support afin de maintenir les déformations à un niveau admissible.
 - la couche de surface qui se compose de la couche de roulement et éventuellement d'une couche de liaison entre la couche de roulement et les couches d'assise.

Le domaine d'utilisation des sols fins traités à la chaux et/ou aux liants hydrauliques concerne en général le remblai, la couche de forme et la couche de fondation.

Il existe plusieurs approches selon les pays parmi lesquels l'approche GTR-GTS utilisée en France et l'approche CEBTP encore utilisée en Afrique de l'Ouest surtout dans la phase pré-dimensionnement. Ces approches se basent sur plusieurs critères physiques et mécaniques issus d'essais normalisés.

1-3-1- Approche GTR-GTS

Le GTR précise les types de matériaux retenus (limoneux, rocheux, sableux, sous-produits industriels) et donne les caractéristiques indispensables à leur utilisation. Il fournit des précisions sur la nature et la qualité des études de traitement à mener en fonction de la destination des matériaux à traiter et des techniques de mise en œuvre.

1-3-2-1- PST (terrain naturel + Remblai éventuel)

Dans le cas des sols fins, comme les limons et argiles, les sables fortement argileux et humides, le traitement à la chaux est adapté pour l'utilisation en remblai ou pour l'amélioration de la portance de la partie supérieure des terrassements (PST), grâce essentiellement à ses effets immédiats (assèchement et floculation des éléments fins). Par contre, le traitement au ciment ou au LHR convient plus aux sols peu plastiques ou peu argileux, comme les sables pour l'utilisation en remblai ou en couche de forme.

1-3-2-2- Couches de forme

Le Tableau 1-2 montre les caractéristiques mécaniques requises pour l'utilisation d'un sol traité en couches de forme.

Tableau 1-2: Caractéristiques mécaniques requises pour l'utilisation d'un sol traité en couches de forme (LCPC-SETRA 2000a)

Aspect du comportement du sol traité considéré	Caractéristiques mécaniques représentatives	Critères de jugement
Age autorisant la circulation sur la couche traitée	Résistance de compression (R_c) à 7 et 28 j	La couche de forme peut être circulée dès $R_c \geq 1$ MPa. L'âge au bout duquel cette condition est réalisée est déduit par interpolation entre les valeurs de R_c mesurées à 7 et 28 j
Résistance à l'immersion au jeune âge	R_c après 28 j de cure normale suivis de 32 j d'immersion totale dans l'eau à 20°C (R_{ci}) R_c après 60 j de cure normale (R_{c60})	La résistance à l'immersion au jeune âge est satisfaisante si: $R_{ci}/R_{c60} \geq 0,80$ lorsque $VB \leq 0,5$ $R_{ci}/R_{c60} \geq 0,60$ lorsque $VB > 0,5$
Performances escomptables à long terme	Résistance à la traction (R_t) ou R_{it} ($R_t = 0,8 R_{it}$) et module élastique E_t ou E_{it} mesurés à 28 et 90 j	Le couple (R_t , E) déterminé à 90 j conduit au moins à un matériau de classe mécanique 5

Pour la couche de forme, où les propriétés mécaniques élevées de la plateforme sont rapidement requises et recherchées, le traitement à la chaux des sols plastiques peut constituer un traitement en soi, mais est surtout utilisé comme traitement préliminaire à un traitement au ciment ou aux LHR. La mise en œuvre ou non d'une couche de forme dépend d'une part, de la classe de la PST et d'autre part de celle de l'arase (voir annexe 2).

La Figure 1-15 montre les zones de classement (1 à 5) qui correspondent aux classes mécaniques attribuées aux matériaux traités de la couche de forme.

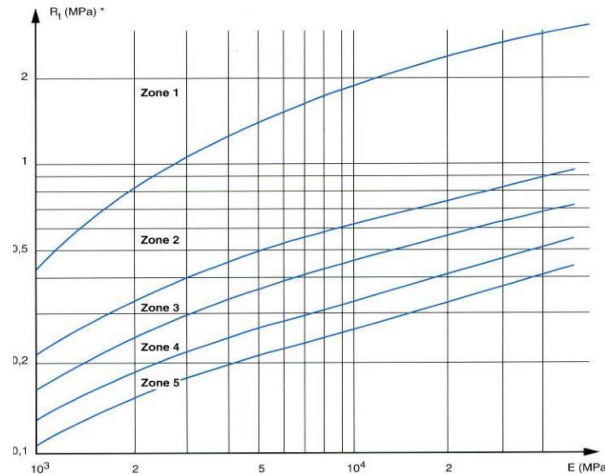


Figure 1-15: Zones de classement du matériau en fonction des couples (R_t , E_{30}) (LCPC-SETRA 2000a)

Les niveaux de performance sont croissants de la zone 5 à la zone 1. Un classement en zone 5 ne permet pas de valider une réutilisation du matériau, les performances mécaniques étant alors considérées comme trop faibles.

1-3-1-3- Couche de fondation

1-3-1-3-1- Type de sols concernés

La réutilisation d'un sol fin ou sableux en couches d'assise de chaussée est régie par les prescriptions du GTS (SETRA 2007) qui fixe des paramètres de granularité et d'argilosité à ne pas dépasser (Tableau 1-3).

Tableau 1-3: Critères d'argilosité et granularité des sols fins et sableux utilisables en couches d'assise (SETRA 2007)

Types de sols concernés par le GTS 2007		Critères limitatifs		
		Argilosité	Granularité en mm	
			D_{max} (*)	D (**)
Sols fins	A1, A2	$VB < 5$ ou $I_p < 20$	$\leq 31,5$	≤ 20
Sols sableux	B5, B6	$VB < 2,5$	≤ 8	$\leq 6,3$
	B2	$0,2 < VB < 1$		

(*) D_{max} : dimension maximale des plus gros éléments contenus dans le sol (selon NF P11-300)

(**) D: dimension maximale de tamis pour laquelle le passant est compris entre 80 et 90%

Seuls des sols de classes A1, A2 et B2, B5 et B6 peuvent répondre à ces critères spécifiques.

1-3-1-3-2- Résistances mécaniques requises

Le GTS 2007 fixe les performances mécaniques à atteindre à court et à long termes pour une valorisation des matériaux traités en couches d'assise. Ces performances sont évaluées sur des éprouvettes conservées en cure normale, c'est-à-dire en moule hermétique, à $20 \pm 2^\circ\text{C}$. Ce mode de conservation, limitant les échanges avec le milieu extérieur, est le plus représentatif des conditions de mise en œuvre des matériaux d'assise enserrés dans le profil routier.

Le comportement d'un sol traité à court terme, c'est-à-dire avant 28 jours, est évalué par deux essais principaux dont les objectifs sont précisés dans le Tableau 1-4.

Tableau 1-4: Caractéristiques mécaniques requises pour l'utilisation d'un sol traité en couches d'assise (SETRA 2007)

Aspect du comportement du sol traité considéré	Caractéristiques mécaniques représentatives	Critères de jugement
Critère de traficabilité Age autorisant la circulation sur la couche traitée	R_c à 7 et 28 j	La couche d'assise peut être circulée dès $R_c \geq 1 \text{ MPa}$ L'âge au bout duquel cette condition est réalisée est déduit par interpolation entre les valeurs de R_c mesurées à 7 et 28 j
Critère d'insensibilité à l'eau Résistance à l'immersion au jeune âge	R_c après 28j de cure normale suivis de 32 j d'immersion totale dans l'eau à 20°C (R_{ci}) R_c après 60 j de cure normale (R_{c60})	La résistance à l'immersion au jeune âge est satisfaisante si: $R_{ci}/R_{c60} \geq 0,80$ lorsque $VB \leq 0,5$ $R_{ci}/R_{c60} \geq 0,70$ lorsque $VB > 0,5$
Performances escomptables à long terme	R_t ou R_{it} ($R_t = 0,8 R_{it}$) et module élastique E_t ou E_{it} mesurés à 28 et 90 j et, si nécessaire, à 180 j dans le cas de liants à prise lente	Le couple (R_t, E) déterminé à 90 j (ou éventuellement à 180 j dans le cas de liant à prise lente) conduit au moins à un matériau de classe mécanique T1

La résistance à la compression simple R_c est un indicateur de l'intégrité physique du matériau solidifié. Il est considéré comme l'indicateur mécanique de référence. Les performances élevées au jeune âge ne permettent pas de déclarer le sol apte au traitement, les essais n'offrant pas la possibilité d'anticiper des gonflements structurels. Une fois les ouvrages exposés à leur environnement, les performances mécaniques du sol traité doivent être suffisamment élevées pour leur permettre de rester stables et de supporter les différentes charges auxquelles ils peuvent être soumis. Deux essais permettent de juger de cette durabilité.

- La résistance à la compression simple après immersion (R_{ci}) représente un indicateur de la sensibilité du matériau solidifié à l'eau. Dans la perspective de réutiliser les matériaux solidifiés en technique routière, le GTS préconise de poursuivre l'étude des échantillons pour lesquels le seuil de R_c de 1MPa est envisageable par un essai de mise en immersion.

- la résistance à la traction indirecte R_t , mesurée conjointement au module d'élasticité du matériau solidifié E_t à 30% de la charge de rupture à 90 jours, permet d'évaluer les performances à long terme du matériau et de lui attribuer une classe mécanique utile au dimensionnement de la couche d'assise. Cette classe est estimée à partir d'un abaque (R_t ; E) donné dans le GTS 2007 et reproduit à la Figure 1-16.

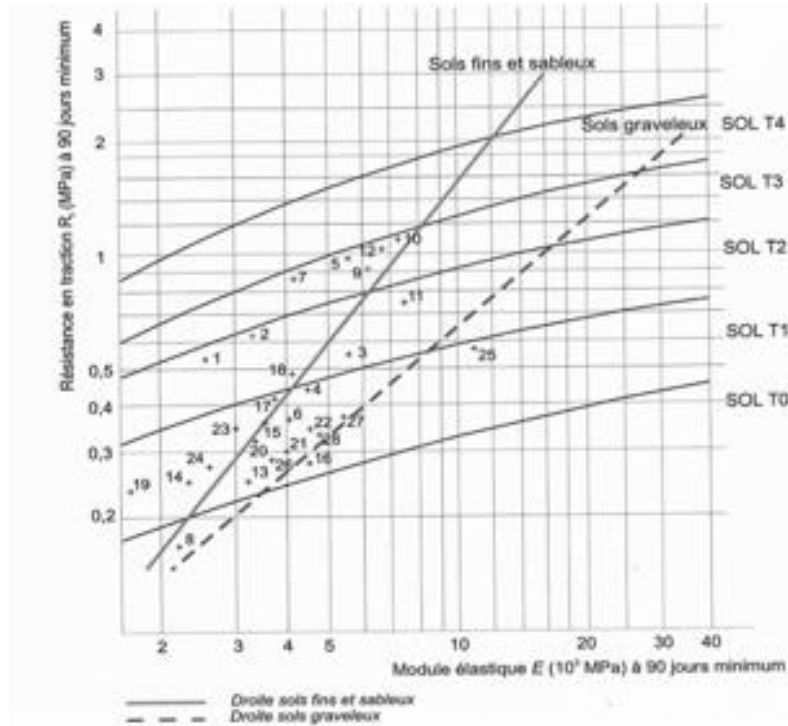


Figure 1-16: Abaque des classes mécaniques des sols traités pour une réutilisation en assise de chaussée (SETRA 2007)

Quatre limites y figurent, délimitant les zones de classement T0 à T4. Plus la classe est élevée et plus les performances mécaniques sont intéressantes. Les caractéristiques mécaniques des trois premières limites sont données dans le Tableau 1-5, pour les sols fins et sableux. La zone T1 est le minimum requis pour l'utilisation d'un matériau traité en couche d'assise mais les professionnels considèrent généralement qu'il faut atteindre la zone T2 pour que cela représente un intérêt technico-économique (Abdo 2009b).

Tableau 1-5: Seuils de classes mécaniques des sols traités (SETRA 2007)

Type de sol	Limite T0/T1	Limite T1/T2	Limite T2/T3
Sols fins et sableux	E 2500 MPa	E 4000 MPa	E 6200 MPa
	R_t 0,20 MPa	R_t 0,44 MPa	R_t 0,80 MPa

1-3-2- Approche CEBTP

Le guide pratique de dimensionnement des chaussées pour les pays tropicaux édité par le Centre Expérimental de Recherches et d'Etudes du Bâtiment et des Travaux Publics (CEBTP 1984) se base sur le trafic et la portance des sols de plate-forme.

Les classes de trafic sont définies au Tableau 1-6 en considérant une durée de vie moyenne de quinze ans; le "poids lourd" est un véhicule ayant un poids total, en charge, supérieur à 3t. Le nombre de véhicule/jour inclut toutes classes de véhicules; le pourcentage moyen de poids lourds est supposé de l'ordre de 30% du trafic total.

Tableau 1-6: Classes de trafic (CEBTP 1984)

Classe de trafic	Trafic équivalent (véhicule / jour)	Nombre équivalent Poids Lourds sur la durée de vie
T1	< 300	< 5 10 ⁵
T2	de 300 à 1000	De 5 10 ⁵ à 1,5 10 ⁶
T3	de 1000 à 3000	de 1,5 10 ⁶ à 4 10 ⁶
T4	de 3000 à 6000	de 4 10 ⁶ à 10 ⁷
T5	de 6000 à 12000	de 10 ⁷ à 2.10 ⁷

1-3-2-1- Plateforme

Le guide entend par « plate-forme » la couche de 30 cm d'épaisseur reposant sur les terrassements. Il est indispensable de disposer d'une bonne assise pour que le corps de chaussée soit mis en place dans des conditions suffisantes et pour qu'il conserve, dans le temps, une indéformabilité suffisante. Bien que les tableaux de dimensionnement du guide proposent des épaisseurs de chaussées pour les sols de CBR inférieur à 5, il sera préférable de substituer à ces sols des matériaux de meilleure qualité ou de traiter la plateforme en place. Le CBR à prendre en compte pour le dimensionnement dépendra de l'épaisseur et de la qualité du matériau de substitution.

Les sols à éliminer ou à traiter ont, outre un CBR très faible, les caractéristiques géotechniques suivantes : IP > 40 et w₁ > 70 - Gonflement linéaire (GL) dans le moule CBR > 2% - Teneur en matières organiques (MO) > 3%. Le traitement à la chaux permettra d'obtenir un abaissement de la teneur en eau naturelle et de l'Indice de Plasticité (IP).

1-3-2-2- Couche de forme

La couche de forme est indispensable sur les sols pour lesquels il est impossible d'atteindre 95% de la densité OPM. Le matériau de substitution ou d'apport à mettre en couche de forme pour pallier l'insuffisance du sol naturel et, éventuellement, permettre la circulation du chantier devra être sélectionné et avoir un CBR > à 5. Sont à éviter les sols dont le pourcentage de fines est supérieur à 35% et l'IP supérieur à 20. Pourront être traités des sols fins dont l'IP est inférieur à 25.

1-3-2-3- Couche de fondation

Les matériaux pour couche de fondation doivent avoir un CBR au moins égal à 30 obtenu pour une densité sèche correspondant à 95% de l'OPM. Les autres recommandations données ci-après dépendent des matériaux mis en œuvre. Les tolérances de pourcentage de fines et d'indice de plasticité varient selon l'importance du trafic. Dans le cas des sables argileux, les caractéristiques géotechniques des matériaux généralement utilisables sont les suivantes:

Tableau 1-7: Caractéristiques des sables argileux utilisables en couche de fondation (CEBTP 1984)

Granulométrie	0/2 à 0/10
Passant à 80 μm (P_{80})	10 à 30%
IP	5 à 20
$P_{80} \times \text{IP}$	100 à 500
γ_{dOPM}	1,9 à 2,1
W_{opt}	7 à 13%
Gonflement maximal	2,5%

Dans certains cas, le traitement de sable argileux peut être nécessaire pour des structures comportant une couche de base en grave bitume ou en grave ciment. Les sables argileux aptes à être traités pourront avoir les caractéristiques suivantes (Tableau 1-8).

Tableau 1-8: Caractéristiques des sables argileux aptes pour un traitement (CEBTP 1984)

Dimension maximale	0,5 à 10 mm
Passant à 80 μm	< 50%
Coefficient d'uniformité	$C_u > 5$
Indice de plasticité	< 30
Module de plasticité ($P_{425} \times \text{IP}$) (P_{425} est le passant à 0,425 mm)	< 2 500
Teneur en matières organiques (MO)	< 2%

Après traitement, on devra obtenir sur des éprouvettes compactées à 95% de la densité OPM et réalisés dans des moules Proctor, les valeurs minimales suivantes (Tableau 1-9). Les éprouvettes pour essai de compression à sec seront démoulées 24 heures après leur compactage; elles seront paraffinées ou conservées en sacs plastiques étanches durant la cure à l'air. Les conditions de cure (hygrométrie, température) devront être enregistrées.

Tableau 1-9 : Caractéristiques requises des sables argileux après traitement (CEBTP 1984)

	T1 - T3	T4 - T5
Résistance à la compression simple après 7 jours de cure à l'air (R_c en bars)	5	10
Résistance à la compression simple après 3 jours de cure à l'air + 4 jours d'immersion (R'_c en bars)	2,5	5
Rapport R'_c/R_c	0,5	
CBR (après 7 jours de cure à l'air)	80	120
CBR (après 3 jours de cure à l'air+ 4 jours d'immersion)	60	80

1-4- Conclusion

Les sols sont des milieux complexes constitués d'un mélange de particules (minéraux, matières organiques, ...); leurs propriétés physiques et mécaniques dépendent de la nature des assemblages minéraux, notamment argileux. Ce sont des formations naturelles provenant principalement de la désagrégation des roches dans diverses conditions de formation.

Les minéraux argileux sont des particules de petite taille ($< 2\mu\text{m}$) appartenant à la famille des phyllosilicates ; ils se présentent pour la plupart du temps sous forme de feuillets mais on distingue également des minéraux fibreux. Les minéraux montrent une grande variété de composition et d'organisation. Leur proportion et leur nature sont des sources de variabilité de comportement des sols argileux. Ils peuvent présenter des variations de taille considérables et destabiliser le sol en fonction de leur teneur en eau. La présence de composés organiques et de composants minéraux solubles (sulfates, nitrates, phosphates) est aussi une source de modification comportementale du sol. Ces éléments seront d'autant plus pénalisants qu'ils sont susceptibles de réagir avec les liants employés pour la stabilisation des sols argileux. La microstructure du sol et l'arrangement des grains entre eux peuvent aussi modifier le comportement du sol notamment vis-à-vis de l'eau.

Certains minéraux argileux développent particulièrement des phénomènes de retrait et de gonflement qui ont des conséquences sur les ouvrages érigés sur les sols contenant une forte proportion de ces minéraux.

La plupart des études dédiées au traitement des sols argileux montrent des effets notoires apparaissant lors du traitement ; en particulier, les LHR modifient de façon sensible le comportement des sols argileux peu ou pas plastiques, grâce à deux actions distinctes : une diminution de la teneur en eau et des modifications à long terme des propriétés géotechniques et de résistances mécaniques du sol du fait de la prise hydraulique. Pour les sols argileux plastiques, qui sont a priori inadaptés au traitement au liant hydraulique, et dont le traitement à la chaux ne permet pas, seul, d'obtenir rapidement les caractéristiques mécaniques requises pour la plate-forme, on réalise un traitement mixte à la chaux et au liant hydraulique routier. Le traitement préalable à la chaux, par les actions immédiates de celle-ci, permet d'amener le sol

argileux à un état optimal pour le traitement au liant hydraulique routier. Ce type de traitement est essentiellement utilisé en couche de forme et en couches d'assises de chaussées.

Les caractéristiques physico-chimiques des liants, les conditions de mélange (dosage, ordre d'introduction, durée de malaxage, température de cure...) et de mise en œuvre (compactage, teneur en eau...) influencent sur l'efficacité du traitement.

Pour l'utilisation des sols fins en technologie routière, plusieurs méthodes de caractérisation existent parmi lesquelles la méthode GTR-GTS et la méthode du CEBTP. Ces méthodes bien que différentes, se basent sur les paramètres physiques et mécaniques issus des essais géotechniques normalisés.

Suite à ces données bibliographiques, le chapitre suivant a pour objet la présentation des milieux d'étude, des principes des essais réalisés ainsi que la description des démarches expérimentales. Par la suite, les résultats d'essais ainsi que les connaissances qui en découlent seront abordées.

Chapitre 2 : Milieux d'étude et démarches expérimentales

Ce chapitre présente la situation géographique, géologique et géomorphologique du milieu d'étude. Les dispositifs utilisés lors de l'étude expérimentale ainsi que la méthodologie mise en place pour la caractérisation des sols étudiés y sont également présentés.

2-1- Sites de prélèvement des sols

2-1-1- Contexte géologique

Les sols argileux objets de cette étude sont issus de la région du Mono-Couffo faisant partie de la dépression médiane de la Lama au Sud du Bénin. Cette dépression est formée par une bande de largeur maximum 25 km et couvre une aire estimée à plus de 3000 km² (Igué et Weller 2000).

Du point de vue géologique, la zone d'étude se situe dans le bassin sédimentaire côtier et intégrée dans la province géologique appelée "la baie du Dahomey". Ce bassin s'étend de la mer jusqu'à la hauteur d'Aplahoué, d'Abomey, de Kétou (Cf. Figure 2-1). La carte indique l'âge des formations géologiques ; celles-ci sont d'origine sédimentaire. De façon très schématique, on distingue (Volkoff et Willaime 1976):

- les formations du Paléocène et de l'Eocène : Généralement de nature argileuse, elles tapissent le fond de la dépression de la Lama. Ces matériaux sont toujours argileux. A ces argiles peuvent être associés soit des niveaux phosphatés, soit des bancs calcaires de faible puissance, rarement affleurants.

- les formations du Continental Terminal : D'âge Miocène, elles ne laissent apparaître que leur « terme supérieur » constitué de matériaux meubles argilo-sableux, surmontant des niveaux de grès ou de galets roulés fréquemment visibles en bordure de plateaux. Communément appelé « Terre de Barre », ce matériau est presque toujours de couleur rouge, meuble, argilo-sableux.

- les formations littorales : Elles sont constituées d'une série de cordons sableux, sensiblement parallèles à la côte actuelle, entre lesquels s'étirent de petites dépressions où se relayent lagunes et marécages. Le « complexe côtier » comporte schématiquement 2 types de matériaux :

- un matériau essentiellement sableux, légèrement coloré sur les cordons récents ou actuels en bordure de mer, blanc et délavé dans les secteurs hydromorphes;
- un matériau à sable jaune (sable silteux), légèrement argileux sur les cordons intérieurs plus anciens.

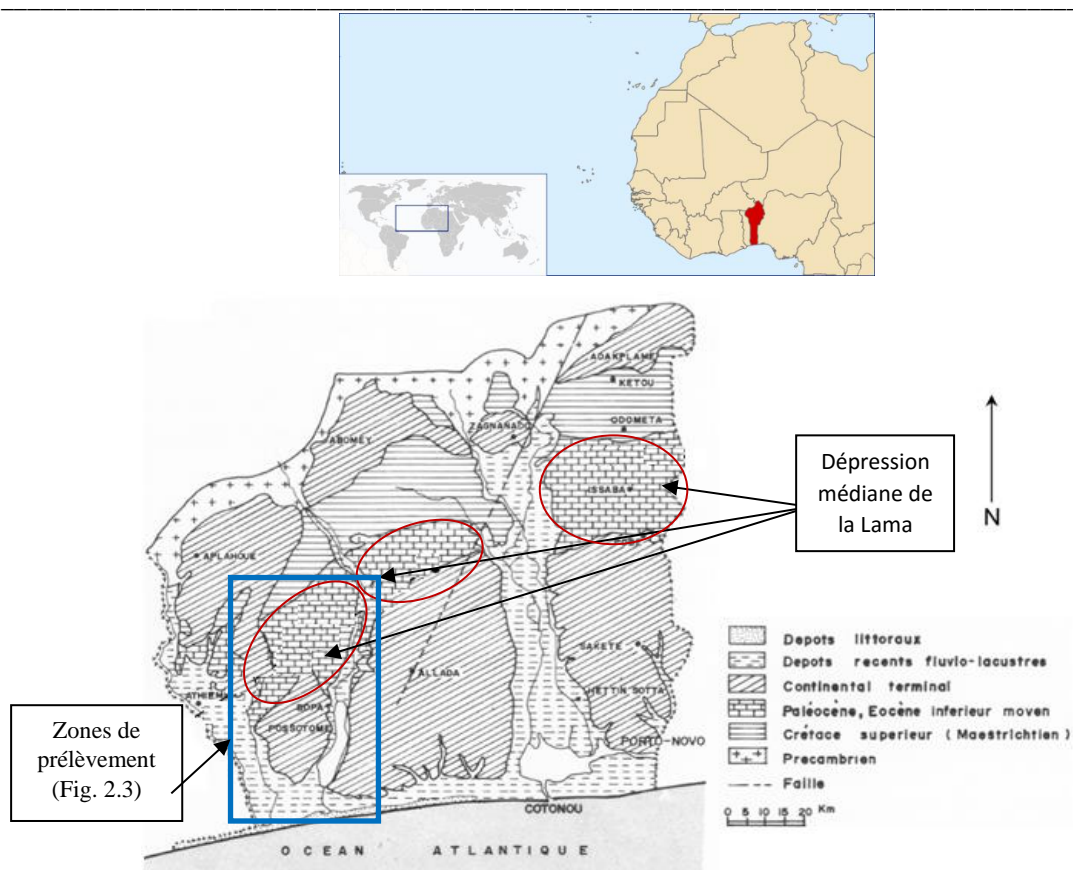


Figure 2-1 : Carte de situation et carte géologique (d'après Volkoff et Willaime 1976) montrant la dépression de la Lama au Sud du Bénin avec délimitation de la zone de prélèvement

Les sondages réalisés par divers chercheurs dans la dépression de la Lama, montrent la présence d'argile. Ceux réalisés par Slansky en 1962 s'avèrent être particulièrement intéressants. A Lokossa, on note la présence d'argile jusqu'à de très grandes profondeurs (Figure 2-2).

2-1-2- Situation géographique

Vu qu'il y a déjà eu quelques travaux qui se sont focalisés sur la partie Est dans les régions d'Issaba et d'Onigbolo, (Adjati 1986; Adande-Kinti 1998; Kiki 2004), quatre sites ont été choisis dans la partie ouest de la dépression en se basant sur l'aspect visuel du terrain et sur l'importance des désordres observés : il s'agit des sites d'Adjaïgbonou (**Lama 1**), Lokossa (**Lama 2**), Ouèdèmè (**Lama 3**) et Kpinnou (**Lama 4**) (Figure 2-3).

Dans l'optique d'un aménagement rendant accessible la zone en toute saison, deux sols sableux d'origine différente ont été choisis pour servir éventuellement de matériau d'apport: l'un provenant du complexe côtier des formations littorales (**Ouidah**) et l'autre de la formation du continental terminal (**Bopa**).

Les lieux de prélèvement sont représentés sur la Figure 2-3; les échantillons sont désignés en fonction du nom du site de prélèvement. Le milieu d'étude est limité par les longitudes 1°5 et 2°1 Est et les latitudes 6°2 et 7°5 Nord.

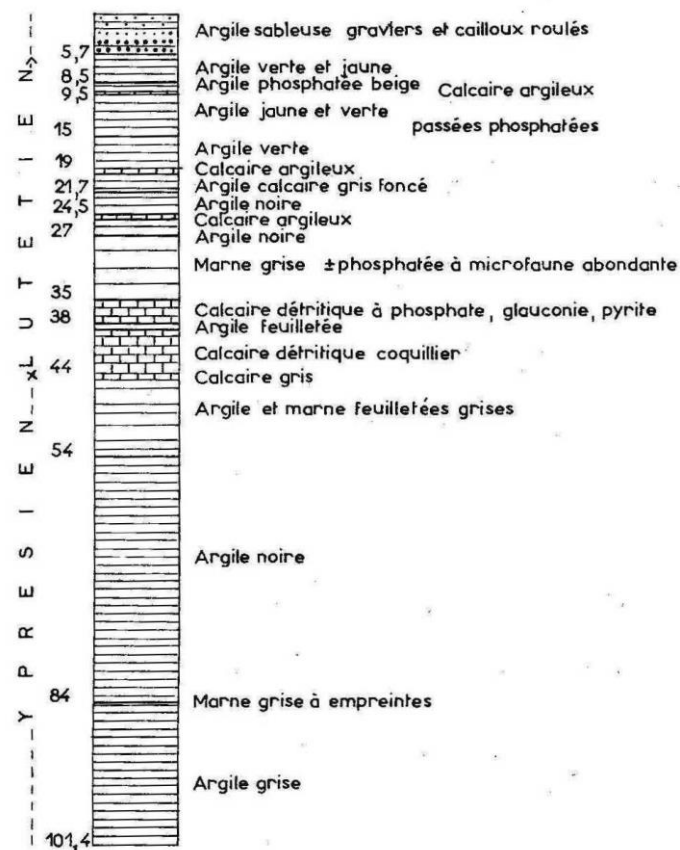


Figure 2-2 : Sondage géologique à Lokossa (Slansky 1962)

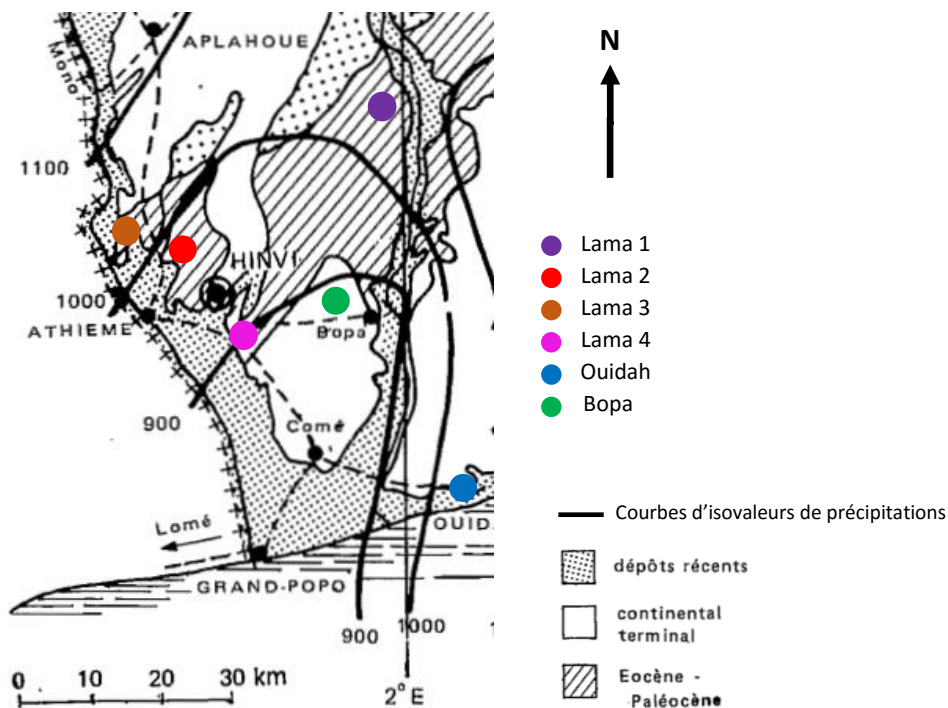


Figure 2-3 : Localisation des sites de prélèvements

2-2- Démarches expérimentales

Il existe plusieurs types de caractérisation d'un sol argileux: la caractérisation microscopique (observation au microscopique, analyse chimique, minéralogique, thermique) et la caractérisation macroscopique (description visuelle, géotechnique, mécanique,...).

Pour pouvoir atteindre les objectifs de cette étude, il apparaît nécessaire d'adopter une méthodologie rigoureuse permettant de :

- définir le plus précisément possible les caractéristiques des sols retenus,
- faire des comparaisons: cette condition impose de choisir puis de fixer un mode de prélèvement et de préparation des échantillons ainsi qu'une formulation de traitement commune à tous les sols étudiés.

La majorité des tests géotechniques normalisés apportent des données d'ordre macroscopique (du mètre au centimètre). Quelques essais usuels comme l'analyse granulométrique, la valeur de bleu, permettent d'aborder un domaine dimensionnel plus réduit (du millimètre au micromètre) mais l'information reste partielle. Des analyses comme les observations au Microscope Electronique à Balayage (MEB), la diffraction aux rayons X et l'analyse Thermodifférentielle (ATD) et l'analyse thermogravimétrique (ATG) sont des outils qui permettent de réaliser les études à l'échelle microscopique. Ainsi, dans le but de disposer du maximum d'informations et d'établir la relation entre le comportement macroscopique et le caractère microscopique des sols, plusieurs types d'analyses ont été réalisés : analyses physiques, chimiques, thermiques, minéralogiques, mécaniques. Plusieurs laboratoires ont eu à intervenir dans la réalisation de ces essais :

- Le Service d'Analyse des Roches et des Minéraux (SARM) de Nancy pour l'étude chimique ;
- L'Institut des Sciences Moléculaires (ISM) de Bordeaux pour les analyses thermiques (ATD/ATG) ;
- L'Institut de Chimie de la Matière Condensée de Bordeaux (ICMCB) pour les analyses de diffractions aux Rayons X (DRX) ;
- La plateforme de microscopie environnementale de l'Institut de Mécanique et d'Ingénierie (I2M) de Bordeaux pour les observations au MEB et les analyses X en Spectrométrie à Sélection d'Energie (X-EDS);
- La section EcoMatériaux du laboratoire I2M de Bordeaux pour certains essais d'identification et les essais de compressibilité œdométrique ;
- Le laboratoire d'Énergétique et de Mécanique Appliquée (LEMA) de l'Université d'Abomey-Calavi (UAC) pour certains essais d'identification, les essais Proctor et les essais CBR ;
- Le laboratoire Environnements et Paléoenvironnements Océaniques et Continentaux (EPOC) de Bordeaux pour la calcimétrie et le dosage en matières organiques;
- La plateforme mécanique de l'I2M à Bordeaux pour les essais de résistance à la compression et à la traction par flexion.

2-2-1- Prélèvement et préparation des échantillons

Après réalisation de puits, une masse moyenne de 300 kg par sol a été prélevée pour mener l'ensemble des essais.

Les prélèvements intacts ont été faits par carottage et destinés aux essais de compressibilité œdométriques.



Trous coupants en place



Prélèvement intact



Conditionnement des prélèvements intacts

Figure 2-4 : Prélèvement de sols argileux

Pour les prélèvements remaniés, la préparation de l'échantillon initial destiné aux autres essais (microscopiques, mécaniques, ...) et qui doit permettre un échantillonnage représentatif à chaque phase de l'étude a été faite. Pour chaque sol, après diverses tentatives d'homogénéisation en place sur des mottes atteignant des dimensions de 200 mm, il a été nécessaire, en raison de la plasticité du sol, de réduire manuellement les mottes à une dimension raisonnable, de l'ordre de 50 mm, de rigidifier ces morceaux d'argile par séchage à l'étuve réglée à 45°C; de briser les mottes sèches manuellement pour obtenir des éléments fins de taille 5 mm. Suivant les essais, le broyage a été poursuivi au besoin.



Figure 2-5 : Sol argileux séché (Lama1) et réduit à une taille inférieure à 5 mm



Figure 2-6 : Sol **Lama 2** en place après une fouille de 1m

On note différents aspects visuels des échantillons prélevés ; ceci dénote de la diversité des sols argileux dans une même aire géographique.

L'échantillon « **Lama 1** » (Figure 2-5) est une argile compacte de couleur noire prélevée à une profondeur de 1 m.

L'échantillon «**Lama 2** » est recueilli après une fouille de 1m: c'est un échantillon de couleur beige et se présentant à l'état sec sous forme de feuillets (Figure 2-6). Ce matériau a une structure plus ou moins résistante qui se fragmente en libérant des fines. On pourrait le considérer comme un schiste sédimentaire ou une argilite. Cet échantillon se trouve donc à l'interface sol/roche.

L'échantillon « **Lama 3** » est un sol de couleur marron vif tandis que l'échantillon « **Lama 4** » est une argile de couleur brune tendant vers le noir.

Les sols sableux proviennent l'un, du « complexe côtier » des formations littorales et l'autre de la formation du continental terminal.



Figure 2-7 : Sable des cordons littoraux en place

Les photos de la Figure 2-7 montrent que les sables bien que dans le même environnement n'ont pas la même coloration. L'échantillon « **Ouidah** » prélevé est un sable silteux jaunâtre pris dans les dépôts littoraux de Ouidah.



Figure 2-8 : Sable argileux du continental terminal en place

L'échantillon « **Bopa** », un sable argileux de couleur rougeâtre encore appelé « terre de barre » est pris sur le plateau de Bopa (**Figure 2-8**). Ces matériaux sont, soit des dépôts sédimentaires du type des sables du Continental Terminal, soit des arènes résultant de l'altération in situ des granitoïdes ayant localement subi un remaniement de type colluvial.

2-2-2- Dosage des éléments chimiques par la méthode ICP-OES

L'ICP-OES (Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectrometry) est une technique de quantification basée sur l'analyse par spectrométrie optique de photons générés par un plasma d'argon à couplage inductif (Frayet et al. 2012). Outre l'obtention de limites de détection de l'ordre du $\mu\text{g/L}$ en phase dissoute et inférieure au mg/kg en phase solide, cet appareil se

caractérisé par une grande souplesse, tant en ce qui concerne le type d'échantillon analysé (liquide aqueux ou solvant organique, solution chargée en sels dissous), que des éléments analysés (plus de 70); il permet le dosage des éléments majeurs (concentration supérieure à 1/1000) et mineurs (concentration comprise entre 0,1/1000 et 1/1000) (Cloquet 2013).

Les éléments majeurs de la croûte terrestre représentent à eux seuls 99,4% (Baize 1997) et sont répartis comme suit:

Oxygène	46,6%	Calcium	3,63%	Titane	0,44%
Silicium	27,7%	Sodium	2,80%	Hydrogène	0,14%
Aluminium	8,1%	Potassium	2,5%	Phosphore	0,11%
Fer	5%	Magnésium	2,0%	Manganèse	0,10%

Les essais ont été réalisés par le Service d'Analyse des Roches et Minéraux au Centre de Recherche Pétrographique et Géologique (SARM-CRPG) de Nancy.

Après porphyrisation en dessous de 80 μ m, 300 mg de l'échantillon en poudre sont fusionnés dans des creusets en platine avec 900 mg de métaborate de lithium LiBO₂ ultra-pure à 980°C et passés dans un four tunnel à vitesse constante pendant environ 60 minutes. Cette méthode permet de s'assurer que tous les échantillons ont subi le même gradient thermique. Le mélange est ensuite dissout dans une solution d'acide nitrique (HNO₃) placée dans un récipient en polypropylène, puis agité à 20°C pendant 12 h. Les mesures des éléments majeurs et mineurs sont alors réalisées.

Pour la mesure de la perte au feu, 0,6 g de produit est introduit dans un creuset en alumine. L'ensemble creuset + échantillon est placé dans un four puis chauffé à 5°C/min jusqu'à 980 °C. Après un palier de 3 h 30 min, le creuset est refroidi dans le four jusqu'à 200 °C puis placé dans un dessiccateur afin d'éviter la reprise d'eau pendant l'étape finale du refroidissement. La différence entre la masse initiale et la masse mesurée après refroidissement correspond alors à la perte au feu.

2-2-3- Analyse thermique différentielle et analyse thermogravimétrique

L'analyse thermique différentielle (ATD) associée à l'analyse thermogravimétrique (ATG) est une technique couplée qui permet la mesure de plusieurs grandeurs physiques (masse, température, ...) à partir d'un même échantillon et au même instant.

L'ATD a été mise au point par Roberts-Austen en 1899 et consiste à suivre l'évolution de la différence de température entre l'échantillon étudié et un échantillon de référence thermiquement inactif dans le domaine de température exploré (Teyssède et Lacabanne 1996). Elle permet de mettre en évidence la quantité de chaleur dégagée (réactions exothermiques) ou absorbée (réactions endothermiques) lors des différentes transformations chimiques et minéralogiques pouvant se produire au cours de la cuisson de l'échantillon. D'une manière générale, aux réactions endothermiques (DT<0) correspondent successivement le départ de l'eau adsorbée, de l'eau interfoliaire et de l'eau de cristallisation. Aux réactions exothermiques

(DT>0) correspond la formation de nouveaux minéraux (néocristallisation) ou une combustion de matière organique.

L'ATG ou thermogravimétrie est une méthode d'analyse thermique qui permet de suivre la variation de masse d'un échantillon en fonction du temps ou de la température dans une atmosphère contrôlée (Wirth et al. 2014). Ces pertes de masse sont mesurées en fonction d'une élévation graduelle de la température de chauffe. Elle est utile pour l'étude des réactions qui se font avec volatilisation de certains constituants ou combinaison avec une phase gazeuse. Les informations données sont très souvent complémentaires de celles de l'ATD. Les pertes en masse en fonction de la température permettent d'obtenir la courbe d'analyse thermogravimétrique (courbe ATG) pour mieux apprécier les températures de début et de fin de perte de masse. Les résultats d'ATG peuvent être dérivés et lissés afin d'obtenir les courbes de dérivées thermogravimétriques (DTG) qui présentent également des pics traduisant les points d'inflexion des courbes d'ATG et correspondant aux réactions chimiques qui ont lieu (libération des fragments). L'utilisation simultanée des pics d'ATD ou de DTG permettent de délimiter nettement les températures de début et de fin des réactions de décomposition avec le chauffage et par conséquent de déterminer le nombre de constituants d'un matériau complexe.

La Figure 2-9 illustre un exemple de courbes ATD/ATG/DTG.

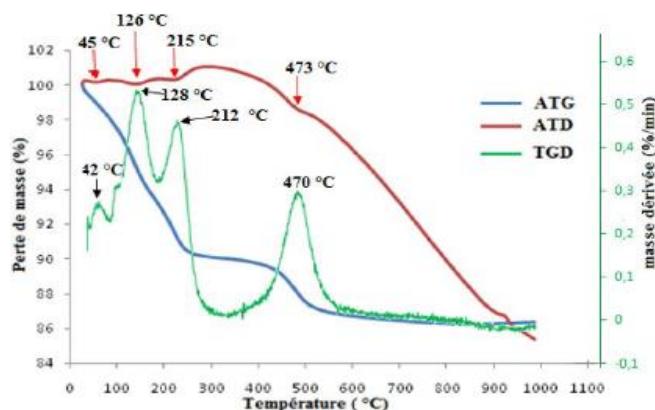


Figure 2-9: Exemple de courbes ATD/ATG/DTG (Tchadjie 2012)

Le Tableau 2-1 indique en fonction de la température les pics caractéristiques des matériaux argileux les plus fréquents dans la littérature.

L'ATD/ATG peut aussi être couplée à la spectrométrie de masse qui est une technique permettant de détecter et d'identifier des molécules par mesure de leur masse. Son principe réside dans la séparation en phase gazeuse de molécules chargées (ions) en fonction de leur rapport masse/charge (m/z).

Les transformations affectant les minéraux argileux pendant un traitement thermique s'accompagnent de départ d'eau physiquement liée (déshydratation) et chimiquement liée (déshydroxylation), de CO_2 et/ou de matière organique. Sur la base de plusieurs études (Hubert 2008 ; Yigzaw 2009; Bouna 2012), les intervalles suivants de température peuvent être retenues: eau liée aux cations (0-250°C), hydroxydes (250-400°C), silicates (400-750°C), carbonates (750-850°C).

Tableau 2-1: Pics caractéristiques de quelques minéraux (Delvigne 1965)

Minéraux		Pics caractéristiques
Phyllosilicates	Kaolinite	Pic endothermique très marqué entre 450-550°C suivi parfois d'un autre petit pic endothermique vers 900°C ; pic exothermique intense vers 950°C
	Montmorillonite	Pic endothermique entre 100-200°C : si cations très hydratés, dédoublement du pic sinon un seul pic non accentué Pic endothermique entre 500-900°C : pour la nontronite, large pic vers 550-600°C, la beidellite alumineuse a un pic étroit vers 700°C, la saponite magnésienne 800-900°C Allures variables au-delà de 900°C.
	Vermiculite	Deux pics endothermiques à 150-250°C (cation Mg) ; si autre cation modification de la réaction. Entre 500 et 800°C, pas de pic net, sauf un faible à 800°C ; Pic exothermique entre 800 et 850°C.
	Illites	Pic endothermique entre 100-150°C - Réaction exothermique entre 550-650°C - Pic endothermique vers 900°C - Réaction exothermique entre 900-1000°C
	Chlorites	Pas de réaction endothermique à basse température si bien cristallisé sinon un pic endothermique vers 100-150°C. Deux pics endothermiques très marqués, l'un entre 600 et 700°C, le second plus faible vers 800°C. Pic exothermique entre 800 et 900°C
	Sépiolite	Pic endothermique large entre 100 et 200°C. Série de pics endothermiques, très peu nets, entre 200 et 700°C variables. Pic endothermique vers 800°C immédiatement suivi d'un pic exothermique très accentué.
	Palygorskite	Trois pics endothermiques : entre 100- 150°C, entre 225-350°C et entre 400 et 700°C
Hydroxydes	Gibbsite	Pic à 300°C
	Goethite	Pic à 300°C
	Brucite	Pic à 400°C
Carbonate	Calcite	Pic à 850°C
	Dolomite	Pic à 760°C et à 840°C

L'analyse thermogravimétrique (ATG)/thermodifférentielle (ATD) couplée à un spectromètre de masse a été réalisée à l'Institut des Sciences Moléculaires (ISM) de Bordeaux. L'analyse a été effectuée entre 30° et 1000°C à la vitesse de 10°C/mn sous balayage d'argon à l'aide d'un dispositif NETZSCH STA 409.



Figure 2-10: Appareil ATD/ATG et Spectromètre

La spectrométrie de masse a été réalisée avec un appareil Thermostar de Balzers Instruments (0-300 amu) de type quadripôle (ligne de transfert chauffée à 190°C). Le filament de la source est en yttrium.

Chaque phyllosilicate est caractérisé par un domaine de déshydroxylation particulier, de ce fait, les mesures d'ATG peuvent servir pour une analyse qualitative et même quantitative dans les cas favorables par exemple lorsque les transformations ne s'effectuent pas dans la même zone de température. Les calculs se font à partir de la proportion mesurée de la perte de masse et de la proportion théorique de perte de masse présentée dans le Tableau 2-2.

Tableau 2-2: Pertes en poids théorique attribuées aux molécules enlevées (Robert 1977, Saiyouri 1996)

Minéraux argileux	Molécules enlevées	Perte en poids théorique (%)
Kaolinite	2H ₂ O	14
Montmorillonite	1H ₂ O	4,8
Vermiculite	H ₂ O	4,4
Illites	H ₂ O	4,9
Chlorites	3H ₂ O	14

La formulation de calcul est décrite comme suit :

$$p_r = \frac{p_m}{p_t} \quad \text{Eq 2-1}$$

où

p_r : proportion réelle de chaque composant minéral dans l'argile ;

p_m : proportion mesurée de la perte de masse de chaque composant minéral ;

p_t : proportion théorique de la perte de masse de chaque composant minéral.

2-2-4- Diffraction aux Rayons X

La diffractométrie aux rayons X (DRX) est une méthode en général adaptée pour l'étude de composés ordonnés à l'échelle atomique et particulièrement à l'identification de la composition minéralogique des assemblages argileux pour lesquels elle permet d'identifier les phases cristallines. La méthode consiste à appliquer un rayonnement d'une longueur d'onde du domaine des rayons X (entre 0,1 et 10 nm) sur un échantillon. L'analyse des phases cristallines est rendue possible grâce aux périodicités de l'arrangement atomique des cristaux. Ces périodicités sont dues à un empilement de plans identiques dans un cristal et sont décrites par des longueurs correspondant à la distance entre les plans (Figure 2-11).

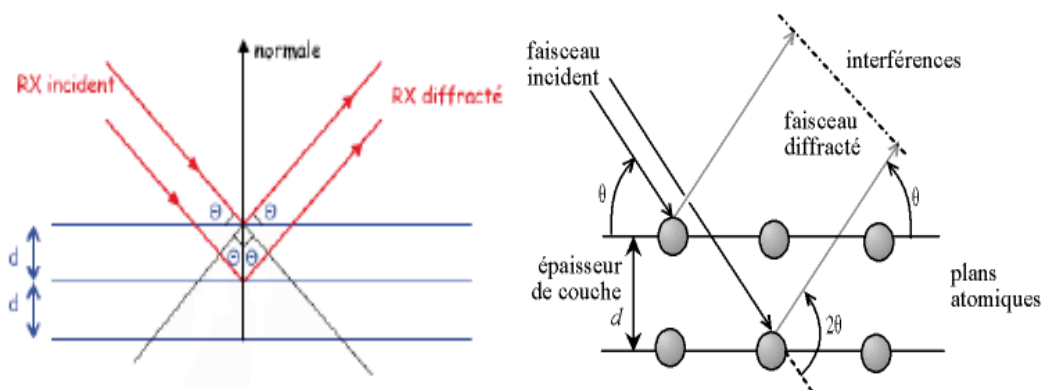


Figure 2-11 : Illustration de la loi de Bragg (Hubert 2008)

La méthode est basée sur l'application expérimentale de la loi de Bragg :

$$2d\sin\theta = n\lambda \quad \text{Eq 2-2}$$

où

- n est l'ordre de la diffraction,
- λ est la longueur d'onde de la source émettrice,
- d est l'espacement entre deux plans parallèles successifs du réseau cristallin,
- θ l'angle de diffraction.

La présence de quartz, de feldspaths, de calcite, de dolomite est identifiée à partir des réflexions principales respectivement à 3,3 Å, 3,25 Å, 3,03 Å et 2,89 Å. En ce qui concerne les oxydes de fer, la goéthite et l'hématite sont détectés respectivement à 4,15Å (21,35°) et 2,69 Å (33,2°).

Selon Benzerara (2014), le bilan des variations cristallographiques selon les traitements physico-chimiques se résume comme suit :

- l'illite est détectée par la présence de raies à 10 Å, 5 Å et 0,34 Å qui correspondent aux réflexions (001), (002) et (003) d'une phase illitique non affectée par le traitement à l'éthylène-glycol et le chauffage à 550°C (Brindley & Brown 1980).

- la kaolinite est mise en évidence par la présence de réflexions (001) et (002) à 7,15 Å et 3,5 Å à l'état naturel, non modifiées par le traitement à l'éthylène-glycol, mais qui disparaissent après un chauffage à 550°C, (déshydroxylation de la kaolinite).

- la composante smectitique est mise en évidence par la présence de réflexions (001) à 14 Å à l'état naturel ; elle est diagnostiquée par la présence, dans le diffractogramme glycolé, d'une réflexion (001) développée aux environs de 17 Å, qui s'établit vers 10 Å après chauffage à 550°C, par départ de l'eau interfoliaire.

- la palygorskite est détectée par sa réflexion (110) à 10,5 Å qui disparaît après chauffage à 500°C. Ce comportement est dû à une grande perte en eau de coordination de ces minéraux.

Les raies caractéristiques des minéraux argileux sont en général, sauf pour la kaolinite, larges et étalées, au contraire, celles des minéraux non argileux sont étroites et intenses ce qui traduit un excellent état de cristallisation.

Les diffractogrammes des interstratifiés sont très différents des espèces simples qui les constituent et dépendent de la nature, de la proportion et des séquences d'empilement des différents feuillets (Caner 2011). Les positions des pics, intermédiaires entre les deux phases pures les constituant, dépendent de leurs proportions.

La diffraction des rayons X peut également être exploitée de façon quantitative car, la surface des pics de diffraction dans le diagramme (2θ , I) donne des informations sur la quantité de la phase présente. Pour un mélange de phases, plus une phase est présente en proportion importante, plus la surface nette, se trouvant entre la courbe et la ligne de fond continu de ses pics est grande; cependant, la complexité des compositions chimiques et minéralogiques des argiles (due très souvent à des défauts cristallins) rend la quantification délicate.

Les analyses par diffraction des rayons X ont été réalisées dans le Service Rayons X de l'Institut de Chimie de la Matière Condensée de Bordeaux (ICMCB-CNRS UPR9048), sur un diffractomètre PANalytical PW3020 à géométrie Bragg-Brentano $\theta - 2\theta$, équipé d'un monochromateur arrière, d'une détection proportionnelle et d'une anticathode de cuivre en utilisant une tension de travail 45 kV et une intensité de 40 mA (Figure 2-12). Les mesures ont été faites sur un domaine angulaire de 3 à 80° en 2θ avec un pas de mesure de 0,02° pour une durée totale d'acquisition de 3 heures et 12 minutes à température ambiante.

Pour chaque sol, les minéraux en présence ont été déterminés à partir des spectres de diffraction des rayons X effectués :

- sur la fraction totale : l'échantillon de poudre représentatif du matériau dans sa globalité, a été obtenu après séchage des échantillons dans une étuve, puis broyage manuel le plus finement possible dans un mortier en agate. Une petite quantité de cette poudre a été étalée sur une lame de verre.

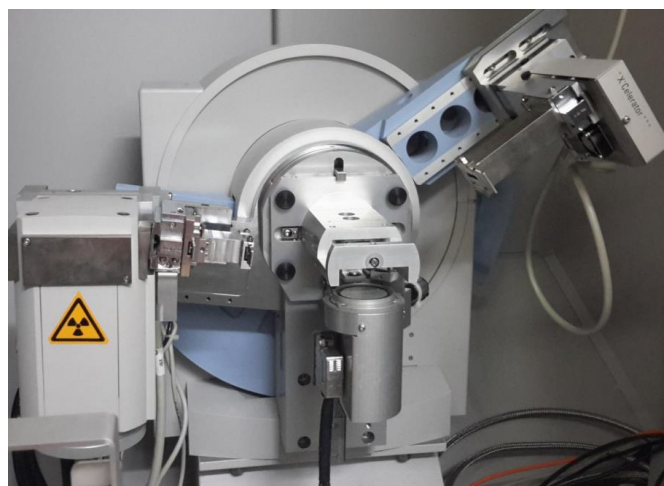


Figure 2-12: Diffractomètre utilisé

- sur la fraction fine : la fraction argileuse ($< 2\mu\text{m}$) est obtenue par sédimentation, selon le protocole suivant : dans une première étape, 2,5g de matériau sont mis en suspension dans 40ml d'eau pure et agités pendant 5 minutes ; après l'agitation, la suspension est laissée au

repos pendant 100 minutes c'est-à-dire le temps nécessaire pour récupérer la fraction inférieure à 2 μm , qui se situe dans les 2 cm supérieurs de la suspension. Les observations ont été faites sur des lames séchées à l'air libre (état naturel), et sur des lames portées à chauffage à 550°C.

A partir des diffractogrammes obtenus une recherche de phases a été menée avec le logiciel EVA (BRUKER-AXS®) qui utilise la base de données JCPDS-ICDD (Joint Committee on Powder Diffraction Standards - International Centre for Diffraction Data). Ce logiciel est un algorithme récent de recherche de pics (Gravereau 2012) qui permet de comparer les pics du diffractogramme avec plusieurs fiches incorporées au logiciel.

La méthode « Rapport d'intensité de référence (RIR) », permet de connaître les différents rapports indépendants des fractions massiques $\frac{m_i}{m_j}$ des phases cristallisées observées.

Pour le logiciel utilisé, le corindon a été utilisé pour établir des coefficients d'étalonnage de référence $\frac{I}{I_{cor}}$ (rapport d'intensité). Pour chaque phase, la valeur, lorsqu'elle est disponible est indiquée sur la fiche PDF associée.

Dans le cas de "n" phases toutes cristallisées, les différentes valeurs m_i , sont déduites à partir des "n-1" relations indépendantes des mélanges de phases prises 2 à 2 avec les formules :

$$\frac{m_i}{m_j} = \frac{\left(\frac{I}{I_{cor}}\right)_j I_i}{\left(\frac{I}{I_{cor}}\right)_i I_j} \quad \text{Eq 2-3}$$

et de la relation complémentaire:

$$\sum_{i=1}^n m_i = 1 \quad \text{Eq 2-4}$$

Avec le logiciel, l'abondance relative de chaque minéral identifié peut être estimée en tenant compte de la surface nette des pics dans le diffractogramme (Gravereau 2012) lorsque les I/I_{cor} sont disponibles. Cette méthode est « semi-quantitative » car il n'est pas possible de définir l'erreur commise sur la mesure. En effet, comme les échantillons de référence n'ont pas la même nature que l'échantillon inconnu et n'ont pas subi la même préparation, il n'est pas possible d'utiliser l'écart type obtenu sur l'étalonnage pour avoir une estimation de l'erreur.

2-2-5- Microscopie électronique à balayage

La microscopie électronique à balayage MEB (ou « Scanning Electron Microscopy » SEM) est une technique puissante d'observation des surfaces (Ruste 2013a). L'instrument permet de former un pinceau quasi parallèle, très fin (jusqu'à quelques nanomètres), d'électrons fortement accélérés par des tensions réglables de 0,1 à 30 kV, de le focaliser sur la zone à examiner et de la balayer progressivement. Des détecteurs d'électrons spécifiques (secondaires, rétrodiffusés, parfois absorbés) complétés par des détecteurs de photons, permettent de recueillir des signaux

significatifs lors du balayage de la surface et d'en former diverses images significatives. Comme illustré par la Figure 2-13, lorsqu'un faisceau électronique d'énergie E_0 pénètre dans un échantillon solide, il subit un certain nombre d'interactions.

Les interactions élastiques conduisent à une émission électronique rétrodiffusée, constituée d'électrons primaires : les électrons rétrodiffusés (ERD). Le rendement de la rétrodiffusion dépend du numéro atomique (Z) de l'atome cible et augmente avec celui-ci. Ainsi, une zone cible riche en un élément lourd apparaîtra sur l'image plus claire qu'une zone contenant un élément plus léger (Auclair 2016; Ruste 2013b). L'image fournit donc des informations qualitatives sur les variations de composition chimique de la surface de l'échantillon.

Les interactions inélastiques conduisent à une émission électronique secondaire, de faible énergie (typiquement inférieure à 50 eV); l'image obtenue après traitement du signal est très informative en ce qui concerne la topographie de la surface de l'échantillon.

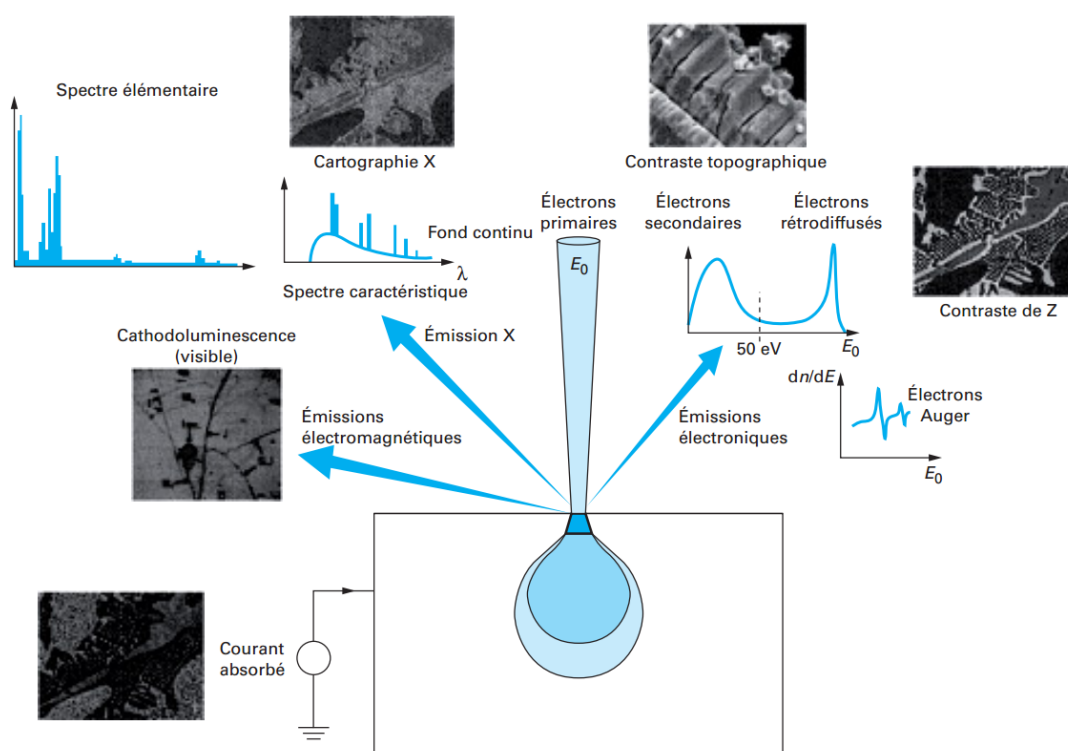


Figure 2-13 : Principales émissions électroniques et électromagnétiques dues aux interactions d'un faisceau d'électrons avec un échantillon (Ruste 2013a)

Une interaction inélastique avec émission d'un électron conduit à l'ionisation de l'atome alors excité; il peut se désexciter par émission de rayons X. Le traitement des signaux X permet de trier les photons par énergie, d'attribuer chaque photon détecté à un élément chimique (analyse qualitative) mais aussi de compter les photons en fonction de leur énergie (en eV). Cependant, les photons X de trop basse énergie ne pouvant être détectés, l'analyse ne prend pas en compte les éléments à petit numéro atomique (H, He, Li et Be). Il est donc possible de procéder à une analyse chimique quantitative localisée de la surface d'un échantillon: c'est la microanalyse X. Combinée aux outils d'imagerie MEB, l'EDS (*Energy Dispersive X-ray Spectroscopy* ou

"spectroscopie à rayons X à sélection d'énergie" en français) fournit l'analyse élémentaire sur des surfaces aussi petites qu'un micromètre en diamètre.

La cartographie X à l'EDS a pour objectif la détermination de la nature des éléments en chaque pixel de l'image. On peut ainsi enregistrer les teneurs en divers éléments chimiques en tout point d'une image MEB par l'EDS. On peut réaliser des cartographies élémentaires en associant une couleur arbitraire (d'intensité normalisée en 0 et 255 proportionnelle à la « concentration » de l'élément) à certains éléments analysés. Lorsqu'on les superpose (overlays) ces cartographies élémentaires permettent de distinguer facilement les diverses phases minérales constituant un matériau polyphasé. Comme pour les analyses ponctuelles, ces teneurs peuvent être quantifiées. La totalité de l'information spectrale étant stockée en chaque pixel, on peut aussi recalculer la composition globale d'une zone sélectionnée de l'échantillon.

Depuis quelques années, de nouvelles générations d'instruments sont venues compléter les microscopes classiques en permettant de placer les échantillons observés dans un vide partiel peu élevé. Mis au point récemment, la MEB à chambre environnementale ou ESEM (Environmental Scanning Electron Microscopy) permet d'observer des échantillons non conducteurs maintenus en atmosphère à pression élevée, neutre, sèche ou humide ou parfois réactive (oxydante ou réductrice).

Dans le cadre de cette étude, les images en électrons secondaires et électrons rétrodiffusés ont été obtenues en utilisant un Microscope Electronique à Balayage environnemental Field Emission Gun (FEG) Quanta 250 (MEBE). Les analyses chimiques ont été réalisées avec un EDS (Energy Dispersive Spectrometer) Edax Apollo XL. La Figure 2-14 montre un spectromètre X à dispersion de longueur d'onde.

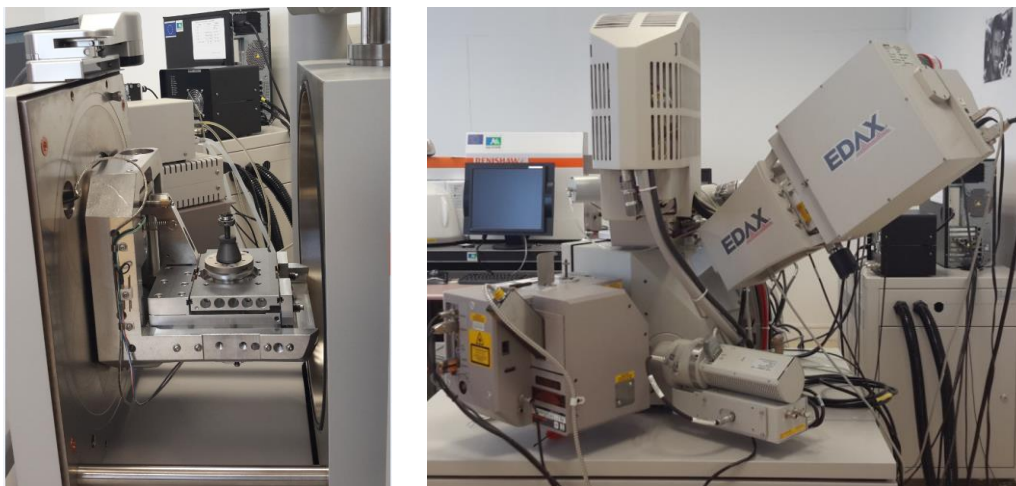


Figure 2-14: Microscope Électronique à Balayage Environnemental de l'I2M

Pour chaque échantillon, une cartographie 2D aux rayons X a été acquise sur toute la surface de l'échantillon avec le spectromètre EDS. Pour cela, des clichés BSE (Back Scattered Electrons) en électrons rétrodiffusés ont été pris au GAD (Gaseous Analytical Detector) sur la zone retenue. En mode cartographie, pour chaque élément, plus la couleur (arbitraire) est vive, plus l'élément est présent. En d'autres termes, l'intensité d'une couleur ne se compare pas d'une cartographie à l'autre; les zones noires présentes sur l'ensemble des cartographies indiquent des

zones qui ne sont pas dans le plan d'observation. Dès lors, elles ne sont pas vues par le détecteur EDS.

Outre les cartographies élémentaires, on obtient des spectres EDS. L'ensemble des spectres peut être, à posteriori, analysé d'un point de vue statistique : c'est l'analyse en composition / reconstitution de phases. La démarche consiste à identifier N classes de spectres, chaque classe étant représentée par son spectre type et l'appartenance du spectre local mesuré en tout pixel à une classe donnée (appartenance exclusive) se fait au sens d'un critère de similarité (au sens statistique du terme).

Ainsi donc pour chaque sol, à partir des données de rayons X, nous avons procédé à :

- des superpositions de cartes de composition élémentaires pour des éléments sélectionnés;
- la reconstitution des principales phases minérales en utilisant une méthode statistique disponible sous la Genesis Software EDAX (release 6.39).

2-2-6- Essais d'identification normalisés

Les essais d'identification effectués au laboratoire sur les sols argileux sont indispensables lorsque l'on s'y intéresse en tant que matériaux ou support de construction. Ils conduisent à une description précise et chiffrée nécessaire car des sols d'aspects très voisins peuvent présenter des comportements très différents. Dans ce paragraphe ils sont orientés dans l'optique de la caractérisation des sols argileux et de leur application en technique routière.

On distingue classiquement deux grandes catégories d'essais d'identification :

- les essais qui répondent de l'arrangement et de la répartition des phases (squelette solide, eau, air). Ces essais caractérisent l'état du sol et ne peuvent être réalisés que sur des échantillons intacts (porosité, indice des vides, ...);
- les essais qui traduisent les propriétés des particules du sol et l'intensité de leurs liaisons avec l'eau. Ces essais caractérisent la nature du sol et sont réalisés sur des échantillons intacts ou remaniés (granulométrie, plasticité, essai au bleu de méthylène, ...).

Les systèmes de classification des sols ont pour but de ranger les sols en familles présentant les mêmes caractéristiques géotechniques ou des caractéristiques très voisines. Les résultats des essais d'identification servent de base aux divers systèmes de classification des sols et permettent aussi d'estimer au moyen de corrélations des ordres de grandeur de certaines propriétés des sols. Il existe de très nombreux systèmes de classification des sols parmi lesquels:

- la "classification GTR" dans le cadre de la réutilisation des sols pour la réalisation des remblais et des couches de forme (NF P 11-300),

- la "classification LPC", qui n'est autre que la classification USCS (Unified Soil Classification System) adaptée aux seuils granulométriques utilisés en France; elle utilise simultanément la granularité et la plasticité du sol.

- la classification américaine "Highway Research Board" (HRB).

Ces trois différentes classifications sont présentées en annexe 1.

La classification GTR est basée sur les caractéristiques granulométriques : D_{max} , passant à $80\mu m$ et sur la valeur au bleu du sol et/ou sur l'indice de plasticité I_p . La classification établie pour les sols de $D_{max} \leq 50$ mm à partir de ces différents paramètres est résumée par la Figure 2-15.

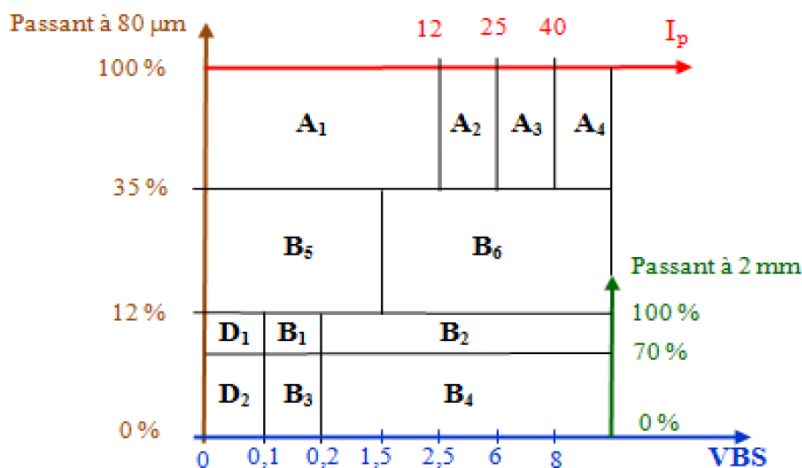


Figure 2-15 : Tableau synoptique de la classification des matériaux ($D_{max} \leq 50$ mm) selon leur nature (LCPC-SETRA, 1992)

Les essais d'identification simple réalisés sont énumérés ci-après; ils ont été réalisés en se basant sur la normalisation française :

- (a) La teneur en eau massique est mesurée par séchage à l'étuve à $105^{\circ}C$ pendant 24 heures. (NF P 94-050)
- (b) La masse volumique des sols fins en laboratoire a été déterminée suivant la norme NF P 94-053
- (c) La masse volumique des particules solides des sols a été déterminé par la méthode du pycnomètre à eau (NF P 94-054)
- (d) Les analyses granulométriques, pour les éléments de dimension supérieure ou égale à $80 \mu m$, ont été effectuées par tamisage à sec après lavage en pesant le refus obtenu sur chaque tamis (NF P 94-056); pour les particules inférieures à $80 \mu m$, les analyses ont été effectuées par sédimentation (NF P 94-057). L'essai permet de déterminer la proportion de particules sédimentées, pour une dimension donnée calculée suivant la loi de Stokes qui exprime la relation entre la vitesse de décantation d'une particule solide sphérique dans un liquide et le diamètre de cette particule.
- (e) Les limites d'Atterberg sont des teneurs en eau pondérale (exprimées en %) correspondant à des transitions particulières de la consistance du sol. La teneur en eau, pour laquelle s'effectue le passage de l'état solide à l'état plastique, est appelée limite de plasticité w_p et celle pour laquelle s'effectue le passage de l'état plastique à l'état liquide est appelée limite de liquidité w_L ; elles ont été déterminées selon la norme NF P 94-050 sur la fraction $0/400\mu m$, à l'aide de l'appareil de Casagrande pour la limite de liquidité et au rouleau pour la limite de plasticité (NF P 94-051). L'indice de plasticité

($I_p = w_L - w_p$) est déduit des résultats de cet essai. D'autres indices prennent en compte la proportion d'argile ($\% < 2\mu\text{m}$) par exemple le coefficient d'argilosité (Magnan et Youssefian 1989) ($A = VB/<2\mu\text{m}$).

- (f) La limite de retrait effective a été mesurée selon la norme XP P94-060-2. Cet essai consiste à mesurer la variation de hauteur d'une éprouvette cylindrique extraite d'un échantillon intact, disposée sur un bâti et soumise à dessiccation à l'air libre, puis à l'étuve. L'évolution de la variation de hauteur avec la teneur en eau représente la courbe de retrait à partir de laquelle la limite de retrait effective est déterminée. On peut calculer l'indice de retrait ($I_R = w_L - w_R$).

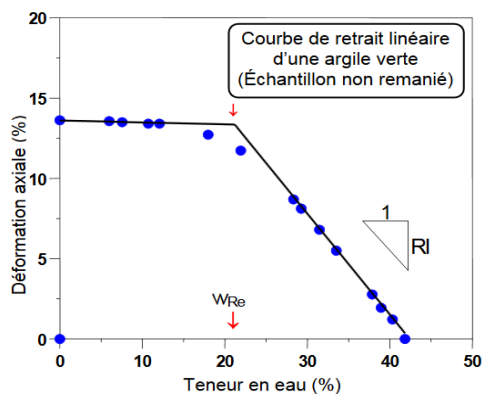


Figure 2-16 : Détermination de la limite de retrait effective (d'après Bigot et Zerhouni 2000)

- (g) L'essai au bleu de méthylène a été effectué selon la norme NF P 94-068. Cet essai consiste à mesurer, pour 100 g de matériau, la quantité de bleu de méthylène nécessaire pour recouvrir la surface externe et interne des particules présentant un déficit de charge.
- (h) La détermination du carbone et du soufre a été fait au laboratoire EPOC avec un appareil spécialisé : le LECO CS 200. Le dosage au LECO est basé sur l'absorbance dans le spectre infra-rouge du CO_2 et du SO_2 formés par combustion de l'échantillon. Pour doser le carbone et le soufre, on ajoute à la prise d'essai deux catalyseurs dont le but est d'accélérer la combustion. Le four atteint une température de 1500°C (en 7 secondes depuis la température ambiante) sous un courant d'oxygène pur qui arrive au dessus et en dessous du creuset, il se produit alors un dégagement gazeux (CO_2 et SO_2) qui passe alors dans la cellule infrarouge pour mesure par un système d'acquisition incorporé. Les résultats sont donnés sous forme de pourcentages de soufre et de carbone (CO_2 et SO_2). Connaissant la teneur en carbone organique, la teneur en matière organique est obtenue à l'aide d'un facteur correctif de 1,724 (NFP 94-055):

$$\text{MO}(\%) = C_{\text{org}}(\%) \times 1,724 \quad \text{Eq 2-5}$$

- (i) La teneur en carbonate a été déterminée par la méthode du calcimètre (NF P94-048). Le principe est de mesurer le volume de CO_2 dégagé par action d'un excès d'acide chlorhydrique (HCl) sur le carbonate de calcium d'un échantillon de sol ou de roche.

2-2-7- Essai de gonflement libre

L'essai de gonflement libre dans l'eau est un essai simple et rapide, pour indiquer le caractère gonflant ou non d'un sol. La réalisation de l'essai s'est basée sur le principe de la mesure de l'indice de gonflement en laboratoire selon la norme XP P 84-703. L'essai consiste à introduire 2g d'échantillon dans 100 ml d'eau et à observer le volume occupé après 24h d'immersion (Figure 2-17). Le volume occupé, exprimé en $\text{cm}^3/2\text{g}$, est appelé indice de gonflement (I_G) selon cette norme.

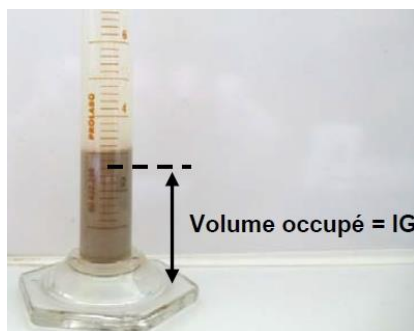


Figure 2-17: Principe de la mesure de l'indice de gonflement I_G selon la norme XP P84-703

Une étude réalisée se basant sur ce principe (Haas et al. 2015), a montré une certaine fiabilité de la mesure, notamment grâce aux relations établies avec les analyses minéralogiques et les valeurs de bleu V_B .

Pour cette étude, l'essai a consisté à imbiber d'eau le matériau et à le tamiser sous l'eau au tamis de $400\ \mu\text{m}$; le matériau recueilli est ensuite séché à l'étuve puis broyé dans un mortier en agate et tamisé à sec à $400\ \mu\text{m}$. Le volume initial (V_{initial}) des 2g de prise d'essai a été mesuré (Figure 2-18). La prise d'essai est ensuite introduite dans une éprouvette contenant de l'eau; le volume du dépôt après 24 h (V_{final}) est alors mesuré (Figure 2-19).

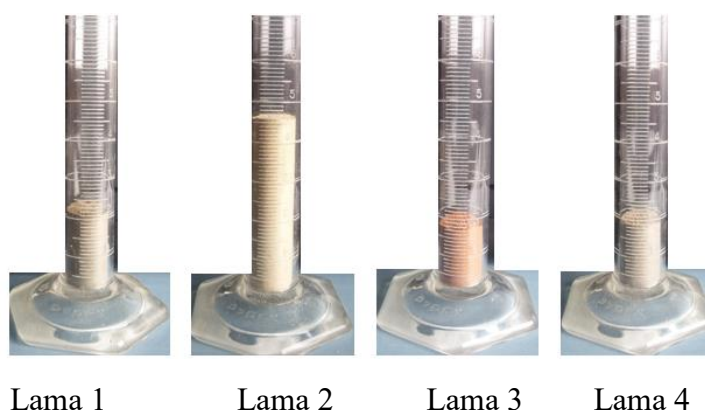


Figure 2-18: Volumes initiaux correspondant à 2g de prise

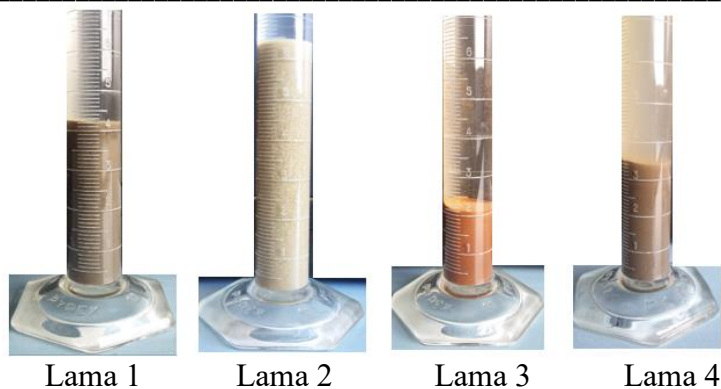


Figure 2-19: Volumes finaux obtenus

Sont déduits de cet essai la masse volumique de la poudre de sol et le pourcentage de gonflement dans l'eau par la formule :

$$\text{Masse volumique de l'échantillon (g/cm}^3\text{)} = \frac{2}{V_{initial}} \quad \text{Eq 2-6}$$

$$\text{Pourcentage de gonflement libre} = \frac{V_{final} - V_{initial}}{V_{initial}} \times 100 \quad \text{Eq 2-7}$$

Ainsi, cet essai permet non seulement de déterminer un indice de gonflement libre d'un sol argileux (indépendant de la prise d'essai) mais aussi d'apprécier la masse volumique sèche d'un échantillon sous forme de poudre sèche obtenue après broyage.

2-2-8- Essais de compressibilité œdométrique

L'essai de compressibilité œdométrique avec chargements par paliers (NP P 94-090-1) s'effectue sur une éprouvette de sol placée dans une enceinte cylindrique rigide (bague œdométrique). Après mise en place, l'éprouvette est soumise à une imbibition sous le poids du piston (Figure 2-20).

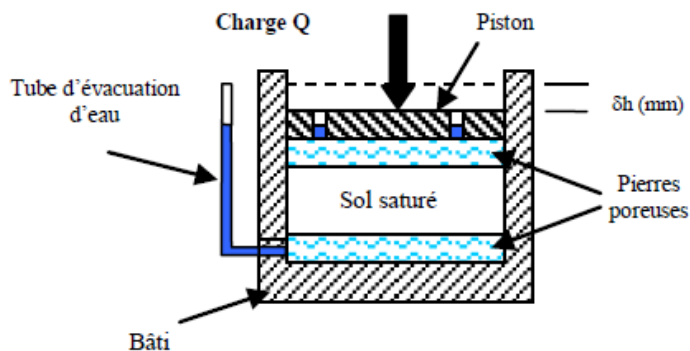


Figure 2-20: Cellule œdométrique

Après stabilisation du gonflement, le chargement s'effectue par paliers selon un taux de chargement approprié jusqu'à stabilisation des déformations sous chaque palier. Cette méthode qui nécessite une seule éprouvette permet d'obtenir la courbe de compressibilité du sol saturé (indice des vides en fonction du logarithme de la contrainte effective).

Selon l'essai, on peut distinguer plusieurs cycles de chargement/déchargement (Figure 2-21) : la partie ABCD correspond à un premier chargement ; la partie DE à déchargement partiel. La partie EFG correspond à un deuxième chargement et le déchargement final est représenté par la droite GH.

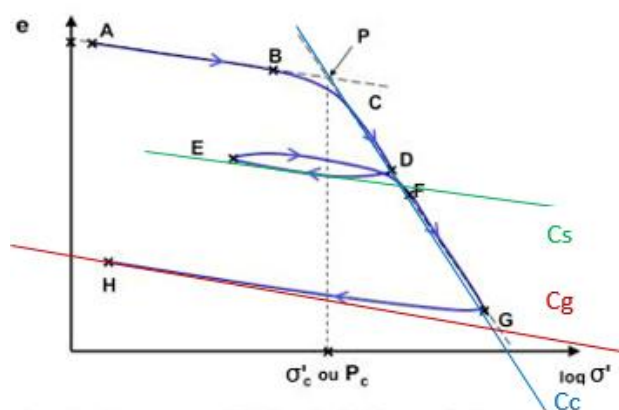


Figure 2-21: Courbe de compressibilité œdométrique avec illustration des paramètres (Magnan 2015)

Les paramètres mesurés à partir de la courbe de compressibilité du sol saturé, sont l'indice des vides initial (e_0); l'indice de re-compression ou de gonflement libre C_s , l'indice de compression C_c , le coefficient de gonflement C_g , la contrainte de préconsolidation σ'_p .

La contrainte de pré-consolidation σ'_p représente la contrainte effective maximale sous laquelle le sol s'est déjà consolidé au cours de son histoire. Elle est déterminée à partir de la courbe de compressibilité (indice des vides en fonction du logarithme de la contrainte effective). Elle a été déterminée par la méthode de Pacheco Silva (Cf. annexe 3) qui est indépendante de l'échelle des axes contrairement à la méthode Casagrande (Pinto 1992, Renato 2005).

Les indices sont déterminés graphiquement en effectuant le rapport de la variation des indices des vides Δe sur la variation du logarithme de la charge ($\Delta \log \sigma'_v$) pour les différentes parties de la courbe.

$$C_s (C_c \text{ ou } C_g) = \frac{e_1 - e_2}{\log \frac{\sigma'_{v2}}{\sigma'_{v1}}} \quad \text{Eq 2-8}$$

L'indice de re-compression ou de gonflement libre (**Cs**) traduit la déformabilité d'un échantillon non gonflant en deçà de la contrainte de consolidation à laquelle il a été soumis. Il est déterminé à partir de la courbe du premier déchargement.

L'indice de compression (**Cc**) est déterminé à partir de la courbe créée par le second chargement: c'est la pente de la tangente à la courbe vierge qui permet de préciser la sensibilité du sol au tassement le long de cette courbe.

Le coefficient de gonflement (**Cg**): Il rend compte de la susceptibilité d'une argile vis-à-vis du retrait gonflement. La courbe permettant de calculer cet indice est la courbe créée lors du déchargement final.

L'essai de compressibilité sur matériaux fins quasi saturés avec chargement par paliers (NP P 94-090-1) a été réalisé à partir de prélèvements intacts sur les sols à l'exception de **Lama 2**. En effet, vu la difficulté de carottage et la fragmentation de l'échantillon, le matériau a été réduit en poudre et reconstitué à son état initial de densité sèche et de teneur en eau in situ.

Les essais sont menés dans des moules œdométriques conventionnels selon la norme. Les échantillons cylindriques sont taillés et les extrémités sont dressées de façon à obtenir des surfaces planes parallèles et perpendiculaires à l'axe de l'échantillon. Une fois l'échantillon taillé, il est introduit dans le moule sur sa surface intérieure et est soumis au processus d'imbibition sous une contrainte correspondant au poids du piston. Des pierres poreuses sèches et des papiers filtres sont placés dans le moule au-dessus et en dessous de l'échantillon, le comparateur est mis en place sur le piston. Une fois la déformation du gonflement stabilisée, le chargement a été effectué par paliers en doublant la charge (50, 100, 200 et 400 kPa) suivi du déchargement jusqu'à 50 kPa puis d'un rechargement jusqu'à 800 kPa et enfin le déchargement.

L'acquisition des mesures a été faite à intervalles de temps croissants grâce aux différents capteurs de déplacement au 1/1000 de mm reliés à une centrale d'acquisition ELE Geotechnical Software DS7.

2-2-9- Essais Proctor et essais CBR

Par une opération de compactage qui permet de resserrer la texture du sol, de réduire ses déformations, d'améliorer sa portance et sa résistance, l'essai Proctor (NF P94-093; NF EN 13286-2) permet de déterminer la masse volumique sèche apparente maximale ρ_{dOP} obtenue pour une teneur en eau spécifique et optimale w_{OP} . La masse volumique sèche apparente finale d'un sol dépend de la nature de celui-ci, de la teneur en eau et de l'énergie de compactage.

On distingue deux types : l'essai Proctor normal et l'essai Proctor modifié ; les deux essais sont identiques dans leur principe, seules diffèrent les valeurs des paramètres qui définissent l'énergie de compactage appliquée. Le principe de ces essais consiste à humidifier un matériau à plusieurs teneurs en eau et à le compacter, pour chacune des teneurs en eau, selon un procédé et une énergie conventionnels. Pour chacune des valeurs de teneur en eau considérées, on détermine la masse volumique sèche du matériau et on trace la courbe des variations de cette masse volumique en fonction de la teneur en eau (courbe Proctor).

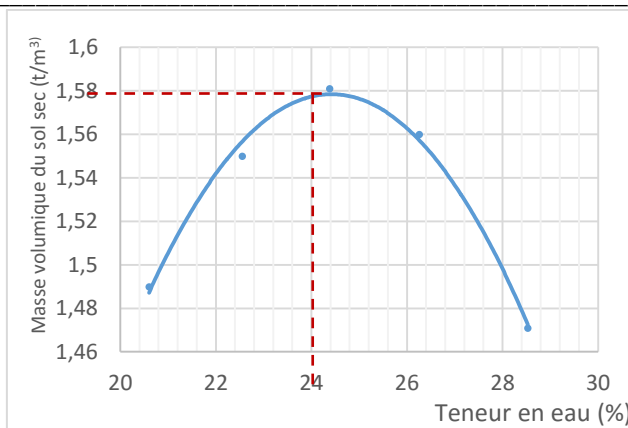


Figure 2-22 : Exemple de courbe Proctor

D'une manière générale cette courbe présente une valeur maximale de la masse volumique du matériau sec qui est obtenue pour une valeur particulière de la teneur en eau (Figure 2-22) : ce sont les caractéristiques optimales de compactage Proctor normal ou modifié suivant l'essai réalisé.

L'essai CBR (California Bearing Ratio) permet de réaliser la caractérisation mécanique des sols à divers degrés de compactage. Le principe de l'essai CBR (NF P94-078; NF EN 13286-47) consiste à mesurer les forces à appliquer sur un poinçon cylindrique pour le faire pénétrer à vitesse constante dans une éprouvette de matériau (Figure 2-23). Il permet de calculer la portance du sol, en estimant sa résistance au poinçonnement. Les valeurs particulières des deux forces (F_1 et F_2) ayant provoqué deux enfoncements conventionnels (2,5mm et 5mm) sont respectivement rapportés aux valeurs des forces observées sur un matériau de référence pour les mêmes enfoncements.

$$I\ CBR_{2,5} = \frac{F_1}{7} \qquad I\ CBR_5 = \frac{F_2}{10,5} \qquad \text{Eq 2-9}$$

L'indice CBR recherché est défini conventionnellement comme étant la plus grande valeur, exprimée en pourcentage, des deux rapports ainsi calculés.

$$CBR = 100 * \text{Max} (I\ CBR_{2,5} ; I\ CBR_5) \qquad \text{Eq 2-10}$$



Figure 2-23 : Dispositif de poinçonnement pour l'essai CBR

L'éprouvette peut être poinçonnée soit :

- immédiatement après sa confection (indice CBR immédiat ou Indice Portant Immédiat): c'est le cas par exemple où les sols sont traités à la chaux et/ou aux liants hydrauliques pour augmenter leurs performances mécaniques. L'action des traitements n'étant pas instantanée, il est nécessaire de s'assurer que, immédiatement après compactage, le sol présente une portance améliorée et suffisante pour permettre la circulation des engins de chantier.

- après avoir été immergée durant quatre jours à 20°C avec des charges supplémentaires (Indice CBR après immersion) pour simuler une condition de forte pluie par exemple.

Ces indices dépendent en partie de la nature du sol (granularité, plasticité), elles dépendent davantage de sa teneur en eau, de sa masse volumique sèche et de son degré de saturation qui sont des caractéristiques d'état, celles-ci étant fonction des conditions de mise en œuvre et d'environnement.

Ces essais ont été réalisés au Laboratoire LEMA d'Abomey-Calavi suivant les normes NF P94 093 ; NF EN 13286-2 pour les essais Proctor et les normes NF P94 057 ; NF EN 13286- 47 pour les essais CBR. Pour l'essai CBR, les caractéristiques retenues sont les suivantes: teneur en eau : w_{OPM} ; masse volumique sèche : ρ_{OPM} ; état de saturation : celui obtenu après quatre jours d'immersion.

2-2-10- Traitement de sols

Les conditions de malaxage des mélanges, de confection et de conservation des éprouvettes ont été identiques pour l'ensemble des éprouvettes d'une même série d'essais.

2-2-10-1- Dosage en liant

Le traitement de sols avec une valeur au bleu (VB) supérieure à 1 requiert l'emploi de 1 à 2% de chaux. L'utilisation d'un liant hydraulique seul s'applique à des matériaux plus sableux (VB ≤ 1) avec des dosages de l'ordre de 5 à 7% (Malviya et Chaudhary 2006 ; Abdo 2008 ; Chardard et Gandille 2008). L'apport en chaux doit être suffisant pour conférer au sol une portance immédiate lui permettant de supporter la circulation des engins de chantier. L'apport d'un ciment ou d'un liant hydraulique routier doit permettre de développer les performances mécaniques exigées pour une valorisation du matériau en assise de chaussée. En outre, le traitement doit permettre d'assurer la durabilité de la sous-couche routière.

Sur la base des propositions énoncées par le GTS (LCPC-SETRA 2000b), la formulation indicative, pour un chantier de faible importance, pour un sol de classe A3 est de 2% de chaux vive et 7% de C_{32,5} et pour un sol de classe B2 6% de C_{32,5} + correcteur éventuel. La diversité des sols, tant par leur nature que par leur teneur en eau naturelle, ne permet cependant pas de proposer une formulation générale. De plus, les caractéristiques physico-chimiques des liants, les conditions de mélange et de mise en œuvre influencent l'efficacité du traitement.

Les ciments courants (classes CEMI à V) ont été utilisés en traitement de sol majoritairement jusqu'aux années 1980. Ils sont progressivement remplacés par les LHR, plus appropriés aux conditions et aux exigences de mise en œuvre des matériaux de PST, de remblais et de couches de forme (Cimbéton 2004 ; Rossi et al. 2007). Il peut en effet être envisagé d'optimiser leur composition pour les adapter à un type de sol particulier ou à des conditions de mise en œuvre spécifiques (conditions climatiques, contraintes d'organisation de chantier, etc.).

L'étude expérimentale devant permettre de quantifier puis de comparer l'influence du LHR sur les différents sols étudiés, nous avons retenu de choisir 3 dosages pour le LHR : la valeur minimale 3%, une valeur intermédiaire de 6% et une valeur de 9% pour apprécier l'influence d'un « surdosage » sur les caractéristiques des sols traités. Un traitement préalable de 2% à la chaux a été fait pour l'argile. Ainsi se résume pour la présente étude, les dosages retenus:

- pour le sol argileux, un traitement mixte chaux 2% + LHR (3, 6 et 9%)
- pour les sols sableux un traitement au LHR (3, 6 et %).

La chaux vive (Chaux Pure Tradi 100 NHL5 NF EN 459-1) fournie par la société Saint-Astier et utilisée pour l'étude répond aux prescriptions des normes NF P98-101 et NF EN 459. Le Liant Hydraulique Routier est fourni par la société CALCIA. Il répond à la norme NF P15-108.

2-2-10-2- Préparation et traitement des matériaux

La même procédure de préparation et de compactage a été utilisée pour chacune des éprouvettes de sol considérées dans ce travail de manière à limiter la dispersion entre les caractéristiques initiales des éprouvettes fabriquées. Cette procédure a été adaptée de la norme NFP 94-093 et est donnée ci-après :

- 1- Mélange du sol avec de l'eau afin d'atteindre la teneur en eau de compactage fixée;
- 2- Conservation du mélange dans des sacs plastiques de manière à homogénéiser la teneur en eau au sein du matériau
 - a. 24 h pour l'argile
 - b. 2 h pour le sable silteux et le pour le sable argileux
- 3- La quantité de liant introduite (M_L) a été calculée selon l'expression suivante à partir de la teneur en liant (T_L) et de la masse du sol sec (M_s):

$$M_L = M_s \frac{T_L}{1-T_L} \quad \text{Eq 2-11}$$

La quantité de liant est ajoutée au matériau préalablement humidifié puis le mélange est malaxé.

- 4- Dans le cas du traitement au LHR seul, le mélange est conservé pendant 15 minutes au maximum dans un sac hermétique à température ambiante. Dans le cas du traitement mixte (à la chaux puis au LHR) faire d'abord le mélange avec la chaux et conserver pendant 1 heure dans un sac hermétique pendant 1 heure à température ambiante, puis reprendre le processus avec le LHR mais avec un temps de conservation maximale du mélange de 15 minutes au maximum

5- Compactage dynamique des éprouvettes.

2-2-10-3- Confection des éprouvettes

Deux types d'essais mécaniques, les essais CBR après immersion et les essais de compression et de traction, ont été réalisés.

Pour la première catégorie, le compactage a été fait en utilisant les références Proctor Modifié et les moules CBR (NF P94-078) pour se mettre dans les conditions du CEBTP.

Pour les essais de compression et de traction, les éprouvettes de matériaux non traités et traités au liant, ont été confectionnées par compactage dynamique dans les conditions optimales de compacité Proctor Normal de façon à s'approcher des conditions de compactage généralement employées dans la pratique sur chantier. La masse de matériau correspondant au volume du moule est estimée à partir des références Proctor Normal est donnée par la formule :

$$M = \rho_{d \max} * V * \left(1 + \frac{w_{opt}}{100} \right) \quad \text{Eq 2-12}$$

Où $\rho_{d \max}$ est la densité sèche du matériau à l'optimum Proctor Normal,

V le volume de l'éprouvette,

w_{opt} la teneur en eau à l'optimum Proctor Normal.

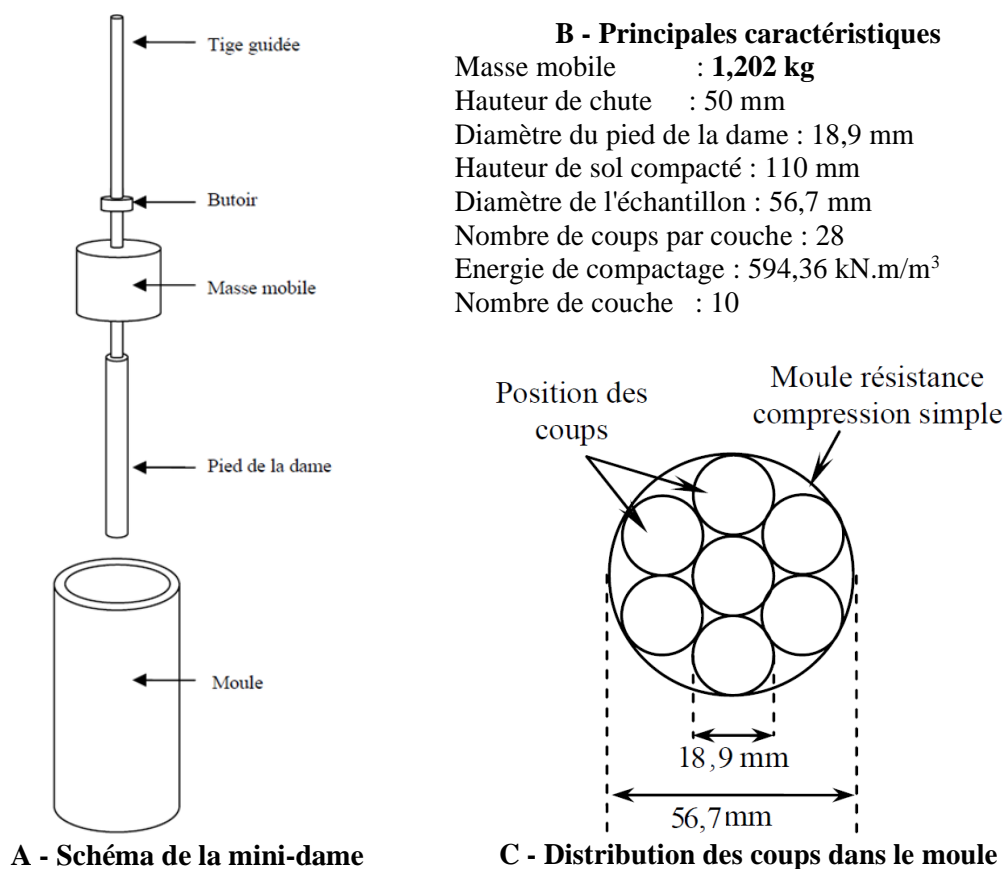


Figure 2-24 : Caractéristiques de la mini-dame

Les éprouvettes ont été compactées directement dans des moules cylindriques à l'aide d'une mini-dame Proctor conçue pour reproduire l'énergie Proctor normal. Cette procédure de compactage est similaire à celle employée par Ferber (2005). Les caractéristiques de la mini-dame ainsi que du compactage sont présentés à la Figure 2-24. Après le compactage, les éprouvettes ont été arasées, puis pesées.

2-2-10-4- Mode de conservation

Après compactage, différents modes de conservation sont utilisés :

- pour les essais CBR, les éprouvettes conservées dans leurs moules ont été immergées pendant 96h dans l'eau sous une surcharge de 6,9kg.
- pour les résistances à la compression simple (R_c) et les résistances à la traction indirecte (R_{it}), les éprouvettes sont conservées selon les conditions d'une cure normale, c'est-à-dire en moule hermétiquement fermé en atmosphère humide, empêchant tout échange avec le milieu extérieur, à une température θ de $20 \pm 2^\circ\text{C}$; Ces conditions permettent à la fois de maintenir constante la teneur en eau des éprouvettes et d'éviter les contacts avec l'air, afin de limiter la carbonatation de la chaux au sein des matériaux.
- la vérification d'une insensibilité à l'eau (résistance à la compression simple) s'est fait sur des éprouvettes conservées 3j en cure normale puis 4j en immersion totale dans l'eau à 20°C (méthode CEBTP) et sur des éprouvettes conservées 28j en cure normale puis 32j en immersion totale dans l'eau à 20°C (méthode GTS). Quelques unes des éprouvettes ainsi conservées ont été désagrégées et n'ont pu être soumises aux essais de compression (Figure 2- 25)



Figure 2- 25: Éprouvettes désagrégées

2-2-10-5- Temps de cure

Les éprouvettes ont été écrasées respectivement après les temps de cures ci-après :

- sept (7) jours à sec,
- trois jours (3) à sec + quatre (4) jours immergés dans l'eau,

- vingt huit (28) jours à sec,
- soixante (60) jours à sec,
- vingt huit (28) jours à sec + trente deux (32) jours immergés dans l'eau,
- quatre vingts dix jours (90) à sec.

2-2-11- Essais de compression et de traction - Module de compression

L'essai de résistance en compression simple (NF EN 13286-41) consiste à solliciter une éprouvette cylindrique entre deux plateaux perpendiculairement à son axe principal (Figure 2-26).

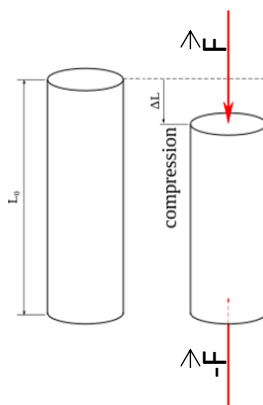


Figure 2-26 : Principe de l'essai de compression

La contrainte à la rupture est alors :

$$R_c = \frac{4F_r}{\pi\Phi^2} \quad \text{Eq 2-13}$$

avec

- R_c en MPa, la résistance à la compression de l'éprouvette
- ϕ en mm, le diamètre de l'éprouvette
- F_r en N, l'effort maximal supporté par l'éprouvette.

Le principe de l'essai de détermination des résistances à la traction indirecte R_{it} (NF EN 13286-42) consiste à effectuer une traction indirecte en appliquant une charge linéaire sur deux génératrices diamétralement opposées d'une éprouvette cylindrique. Au cours de l'essai dit aussi essai brésilien, la rupture est obtenue par traction au centre de l'éprouvette. On évite ainsi les difficultés de collage des têtes nécessaire dans les essais de traction directe. La résistance est déterminée à partir de la force appliquée par la presse au moment de la rupture de l'échantillon (F_r en N) en utilisant la formule suivante :

$$R_{it} = \frac{2F_r}{\pi h\Phi} \quad \text{Eq 2-14}$$

avec

R_{it} en MPa, la résistance à la traction indirecte de l'éprouvette
 F_r en N, l'effort maximal supporté par l'éprouvette
 h en mm, la longueur de l'éprouvette
 ϕ en mm, le diamètre de l'éprouvette

La résistance à la traction (R_t) correspond à 80% de la résistance à la traction indirecte :

$$R_t = 0,8 R_{it} \quad \text{Eq 2-15}$$

Suivant la norme NF EN 13286-43, le module d'élasticité en compression (E_c) se détermine à partir de la courbe force-déformation enregistrée pendant l'essai sur une éprouvette soumise à une contrainte de compression uniaxiale conformément à la NF EN 13286-41. F_r et ϵ_3 doivent être déterminés en utilisant les données enregistrées conformément à la Figure 2-27.

Le module d'élasticité se détermine alors par la formule :

$$E_c = \frac{1,2F_r}{\pi\phi^2 \epsilon_3} \quad \text{Eq 2-16}$$

où :

- E_c est le module d'élasticité en compression, exprimé en méga pascals (MPa) ;
- F_r est la force maximale supportée, exprimée en newtons (N) ;
- ϕ est le diamètre de l'éprouvette, exprimé en millimètres (mm) ;
- ϵ_3 est l'allongement longitudinal de l'éprouvette, lorsque $F = 0,3 F_r$.

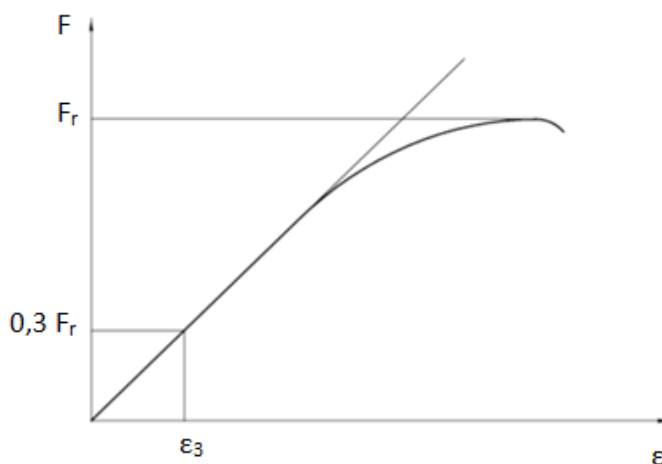


Figure 2-27 : Courbe force-déformation

Les écrasements ont été faits suivant le principe des normes NF EN 13286-41 et 42. L'appareil utilisé est de marque MTS System Criterion C45.105 (Figure 2-28); le logiciel de pilotage et d'acquisition est Testworks version 4.

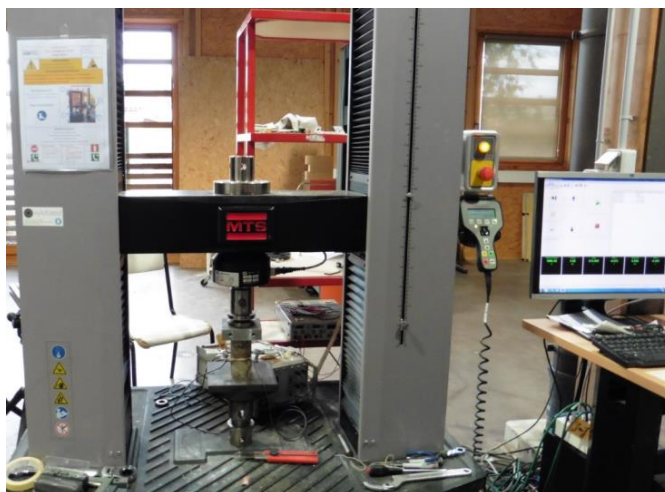


Figure 2-28: Presse MTS utilisée (I2M-GCE)

Les essais ont été conduits en déplacement imposé : 1mm/mn pour la détermination des résistances en compression et 0,5 mm/mn pour celles en traction. La Figure 2-29 montre quelques éprouvettes en place pour la détermination des résistances à la compression et la Figure 2-30 des éprouvettes pour la détermination des résistances à la traction indirecte.

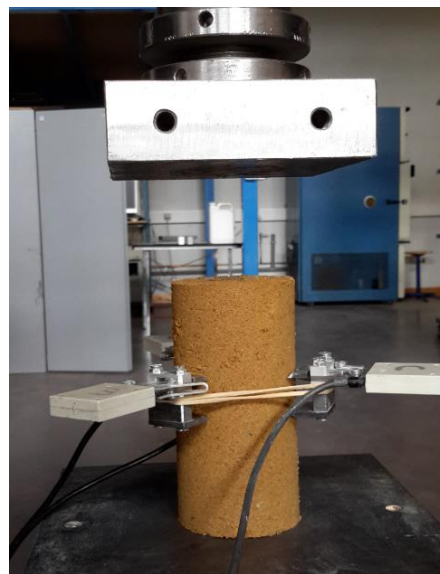
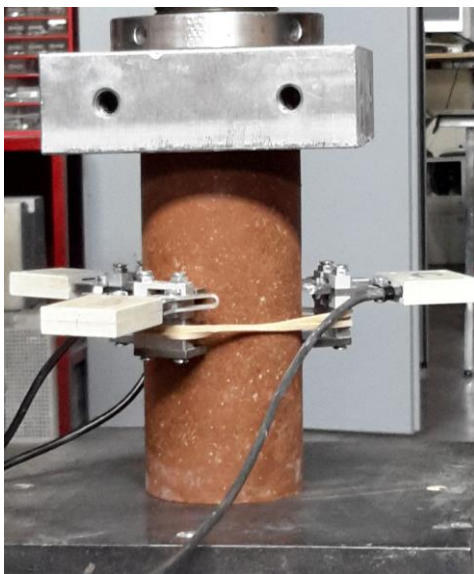


Figure 2-29: Éprouvettes en place pour la compression

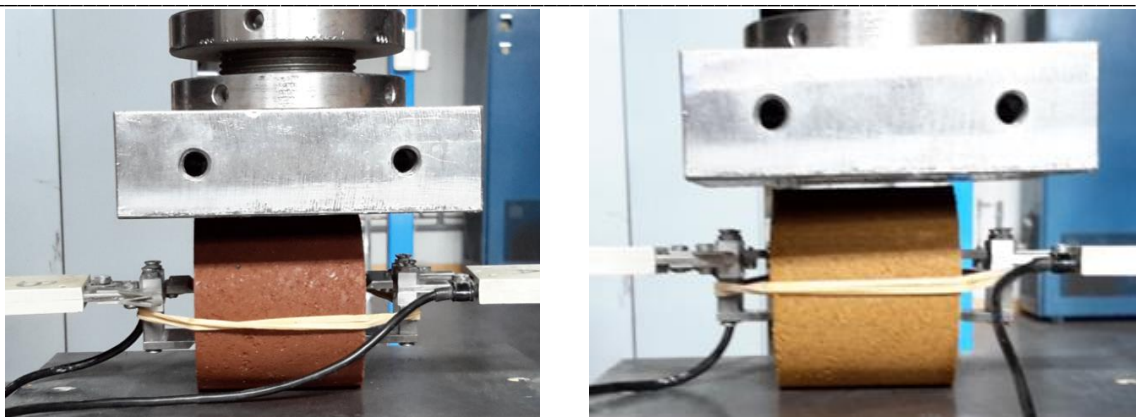


Figure 2-30: Eprouvettes en place pour la traction

2-3- Conclusion

Dans ce chapitre, la provenance ainsi que différents aspects des matériaux étudiés pour les travaux réalisés ont été présentés. Une approche multi-échelle permettant de réaliser une large gamme d'essais a été adoptée. Les différentes techniques de préparation d'échantillons ainsi que les méthodes de caractérisation physique, chimique, microstructurale, thermique et mécanique ont été également décrites.

Dans le chapitre suivant, les résultats des essais microscopiques et des essais macroscopiques sur les échantillons naturels seront présentés. Ces résultats seront également interprétés et corrélés entre eux afin de comprendre le mécanisme des propriétés macroscopiques des sols argileux, partant de leurs caractéristiques microscopiques.

Chapitre 3 : Caractérisation au laboratoire des sols naturels

Le présent chapitre donne les résultats des essais effectués sur les sols non traités. Il s'agit :

- des "essais macroscopiques" (essais d'identifications, essais de gonflement libre, essais de compressibilité œdométrique et essais mécaniques) et
- des "essais microscopiques" (ICP-OES, ATD/ATG, DRX, MEB).

Les essais mécaniques (essai Proctor, essai CBR, détermination de la résistance à la compression simple et de la résistance à la traction indirecte) ont été effectués sur les trois sols destinés au traitement à la chaux et/ou au liant hydraulique routier dans l'optique d'un dimensionnement de chaussées. Leurs résultats sont présentés dans le chapitre 4 consacré à l'étude du traitement des sols.

3-1- Essais macroscopiques

3-1-1- Identification géotechnique

Les résultats des paramètres d'identification simple sont présentés dans les paragraphes suivants.

3-1-1-1- Granulométrie

Les courbes de la Figure 3-1 représentent la répartition dimensionnelle (obtenue par tamisage puis par sédimentométrie) des particules des sols étudiés.

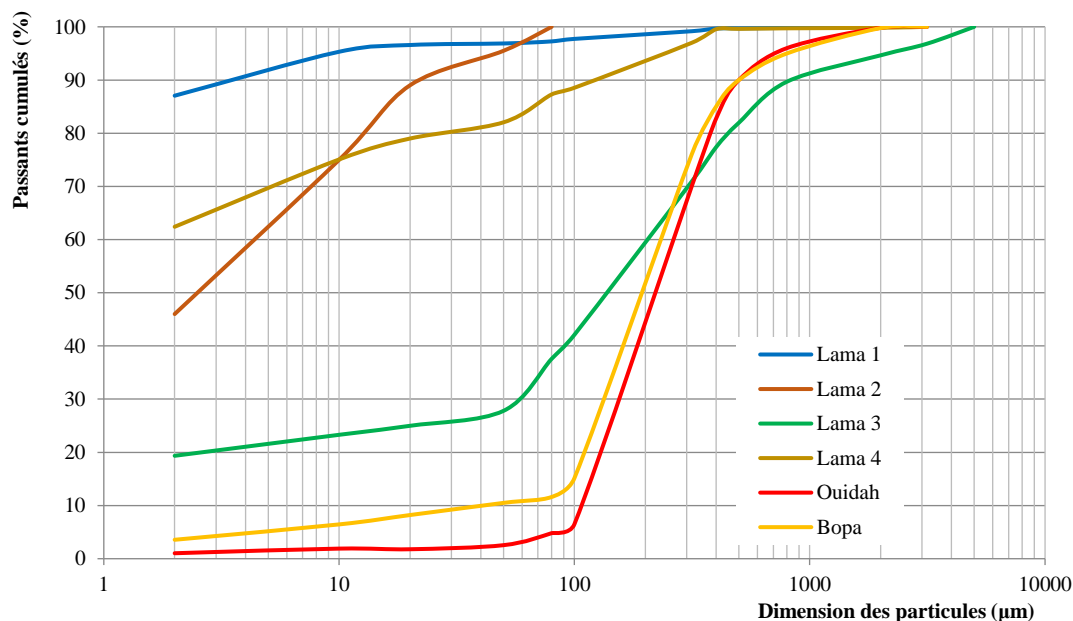


Figure 3-1 : Courbes granulométriques des matériaux étudiés

On note deux catégories de courbes : la première concerne les sols **Lama 1**, **Lama 2** et **Lama 4**. La courbe de **Lama 1** tend vers l'horizontale ce qui signifie que les dimensions des particules ne varient presque pas : c'est le sol le plus argileux du point de vue granulométrique suivi de **Lama 4**. Ces sols sont complètement exempts d'éléments grossiers. On remarque, dans cet ensemble, que bien que le pourcentage de passant au tamis 80 μm pour l'échantillon **Lama 2** soit de 100%, sa fraction fine ($<2 \mu\text{m}$) est très inférieure à celle des échantillons **Lama 1** et **Lama 4** ; il présente la courbe la moins étalée.

La deuxième catégorie concerne les sols **Lama 3**, **Ouidah** et **Bopa**, pour lesquels on note une forme en "S" très accentuée pour **Ouidah** et **Bopa**. **Ouidah** est légèrement plus grossier (sa courbe granulométrique étant décalée vers le bas) que **Bopa** qui l'est plus que **Lama 3**.

3-1-1-2- Plasticité

Les limites d'Atterberg ont été déterminées sur tous les échantillons sauf sur **Ouidah** où l'équivalent de sable (ES) a été déterminé en lieu et place et a donné une valeur de **67**.

Les résultats sont représentés sur l'abaque de plasticité de Casagrande qui donne des renseignements pertinents sur l'argilosité. En effet les sols argileux se placent en général de façon structurée dans un diagramme « limite de liquidité w_L - Indice de plasticité I_p ». Les dénominations des sols dépendent de leur position dans le diagramme par rapport à une droite appelée ligne A d'équation $I_p = 0,73 (w_L - 20)$ (ISO 1996) pour $w_l > 30$. On a des argiles au-dessus de la ligne A, des limons en dessous. On a des sols peu plastiques si $w_L < 50$ et très plastiques si $w_L > 50$. Les argiles gonflantes se placeraient de façon presque parallèle au-dessus de la ligne A et en dessous d'une ligne U définie par $I_p = 0,9(w_L - 8)$ (Vijayvergiya et Ghazzaly 1973).

La position des échantillons dans ce diagramme est représentée sur la Figure 3-2.

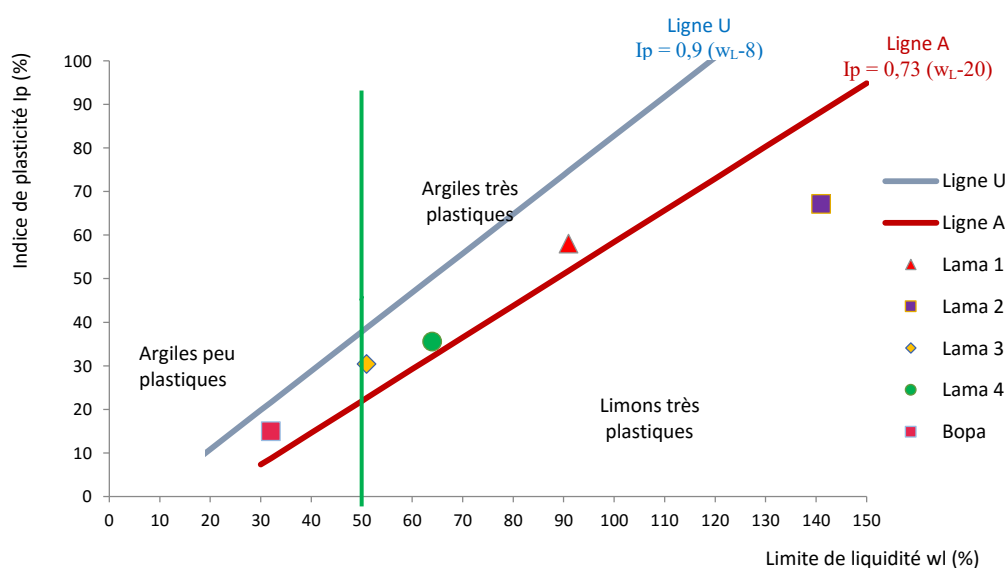


Figure 3-2 : Diagramme de plasticité de Casagrande.

On remarque que dans ce diagramme destiné aux sols de teneur en argile > 50%, les échantillons **Lama 1** et **Lama 4** sont classés dans le domaine des argiles très plastiques alors que l'échantillon **Lama 2** est un limon très plastique ; ceci est justifié par sa teneur en argile ($\% < 2 \mu\text{m} = 46$). Pour les deux derniers échantillons **Lama 3** et **Bopa** de teneur en argile < 50% (respectivement 19,35% et 11,61%), le positionnement sur l'abaque permet juste de vérifier le caractère limoneux ou argileux de l'échantillon. Les deux échantillons sont argileux, **Bopa** est peu plastique tandis que **Lama 3** est à la limite des domaines peu et très plastiques.

3-1-1-3- Retrait

Les courbes de retrait sont présentées à la Figure 3-3.

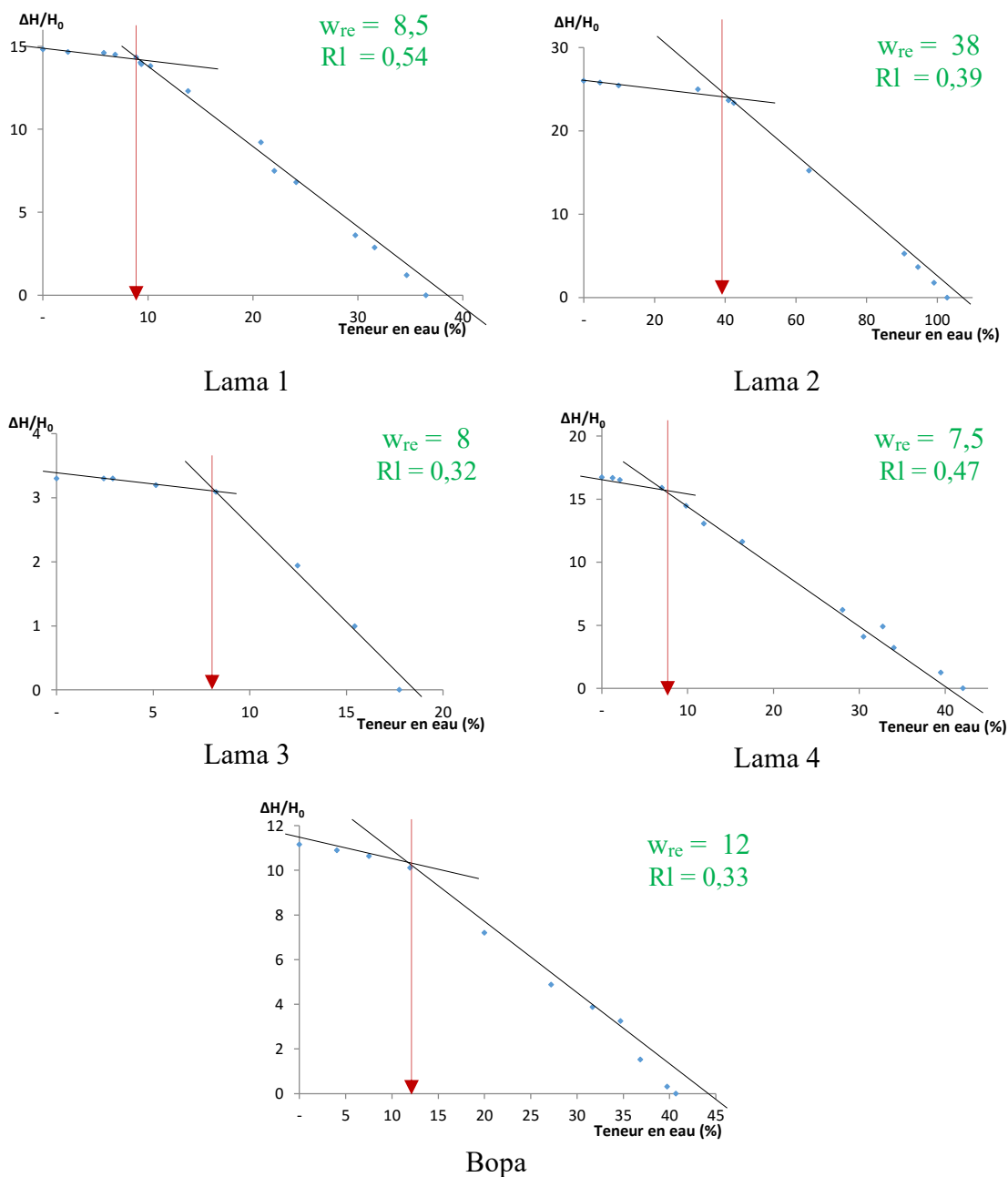


Figure 3-3 : Courbes de retrait

Les paramètres de retrait linéaire issues de ces courbes sont différents d'un sol à l'autre notamment en ce qui concerne **Lama 2** qui admet une limite de retrait (w_{re}) élevée qu'on pourrait cependant attribuer à sa limite de liquidité élevée ; par contre le facteur de retrait linéaire R_l est en dessous de celui de **Lama 1** et **Lama 4**.

3-1-1-4- Valeur de bleu - Surface spécifique – Capacité d'échange cationique

Les valeurs issues de l'essai au bleu de méthylène sont présentées au Tableau 3-2. Cet essai permet d'évaluer aussi indirectement la capacité d'échange cationique (CEC) et la surface spécifique développée par les minéraux argileux (Ss). Connaissant la masse molaire du bleu de méthylène, et en admettant que le bleu est entièrement adsorbé sous forme monovalente (Clément 1988), la capacité d'échange cationique de l'argile est déterminée par la relation suivante :

$$CEC(meq/100g) = \frac{VB(g/100g)}{374} \times 1000 \quad \text{Eq 3-1}$$

Pour déterminer la surface spécifique totale, on considère que les molécules de bleu sont disposées d'une façon telle que la surface couverte est de 130 \AA^2 par molécule (elles sont disposées parallèlement aux couches d'argile et forment une couche monomoléculaire). La surface spécifique totale est donnée par la relation suivante:

$$Ss(m^2/g) = VB \times \frac{6,023 \cdot 10^{23} \times 130 \cdot 10^{-20}}{374 \times 100} = 20,93 \times VB(g/100g) \quad \text{Eq 3-2}$$

Tableau 3-1: Surface spécifique et CEC des minéraux argileux courants (Bultel 2001; Mitchell 1993)

Argile	Kaolinite	Illite	Smectite (montmorillonite)
Surface spécifique (m ² /g)	10 - 45	65 - 100	700 - 840
CEC (méq/100g)	3 - 15	10 - 40	80 - 150

La surface spécifique varie pour les sols argileux (Tableau 3-2) de 46 pour **Lama 3** à 251 pour **Lama 1**. La capacité d'échange cationique varie de 5,9 à 32,1 meq/100g (Tableau 3-2). En comparant ces valeurs à celles du tableau précédent, on peut dire que les échantillons sont des mélanges de deux ou plusieurs types de phyllosilicates.

3-1-1-5- Classification

D'après la classification GTR (Figure 2-15), les sols **Lama 1** et **Lama 2** sont classés A4 (argiles et argiles marneuses très plastiques) alors que les sols **Lama 3** et **Lama 4** sont classés A3 (argiles et argiles marneuses, limons très plastiques). Les échantillons **Bopa** et **Ouidah** sont classés B2 (sable argileux).

D'après la classification HRB (High Research Board), les échantillons **Lama 1** à **Lama 4** sont classés A-7. Il s'agit de sols argileux non intéressants comme sous-couche de chaussée.

L'échantillon **Ouidah** classé A-3(0) correspond à un sable fin et l'échantillon **Bopa** classé A-2-6(0) est un sable argileux; ce sont des sols respectivement "bon" et "passable" comme sous-sol de chaussée (Annexe 1).

La classification LPC (1980) rejoint la classification suivant le diagramme de Casagrande sauf que l'échantillon **Lama 3** est un sable argileux (SA), **Ouid** est un sable mal gradué (Sm) et **Bopa** un sable argileux mal gradué (Sm-SA) (Annexe 1).

L'ensemble des résultats d'identification simple sont résumés dans le Tableau 3-2.

Tableau 3-2: Paramètres d'identification des sols

N°	Caractéristiques géotechniques	Lama 1	Lama 2	Lama 3	Lama 4	Ouidah	Bopa
1	Fraction fine (<80 µm)	97,26	100,00	37,58	87,29	4,81	11,61
2	Fraction argileuse (<2 µm)	87,05	46,0	19,35	62,4	1,03	3,56
3	Masse volumique sèche (g/cm ³)	1,18	0,67	1,84	1,15	1,70	1,32
4	Masse volumique des particules solides (g/cm ³)	2,69	2,35	2,70	2,71	2,67	2,65
5	Teneur en eau in situ	45,36	44,39	12,22	25,73	6,12	10,92
6	Teneur en eau de saturation	47,88	112,14	37,06	50,14	13,10	20,22
7	Limite de liquidité (w _L)	91	141	51	64	ES = 67	32
8	Limite de plasticité (w _p)	33	73	20	28		17
9	Indice de plasticité (Ip)	58	67	30	36		14,68
10	Limite de retrait (w _{RE})	8,5	38,0	8,0	7,5		12,00
11	Indice de retrait (w _I - w _{RE})	82,5	103,0	43,0	56,5		20,10
12	Facteur de retrait (RI)	0,54	0,39	0,32	0,47		0,33
13	Plage de retrait (w _{sat} - w _{RE})	39,4	74,1	29,1	42,6		8,2
14	Valeur de bleu (V _b)	12,00	8,75	2,21	9,00	0,28	1,00
15	Indice d'activité de bleu (100*V _b /P ₂)	13,79	19,02	11,41	14,42	-	-
16	Capacité d'échange cationique (meq/100g)	32,09	23,40	5,91	24,06	0,75	2,67
17	Surface spécifique totale (m ² /g)	251,10	183,09	46,22	188,33	5,86	20,93
18	Classification GTR	A4	A4	A3	A3	B2	B2
19	Classification LPC	At	Lt	SA	At	Sm	Sm-SA
20	Classification HRB	A-7-5(20)	A-7-5(20)	A-7-6(5)	A-7-6(20)	A-3(0)	A-2-6(0)

Dans la suite, les échantillons seront nommés à partir de la codification de la classification LPC comme mentionnés dans le Tableau 3-3.

Tableau 3-3: Désignation des échantillons de sols étudiés

	Lama 1	Lama 2	Lama 3	Lama 4	Ouidah	Bopa
Classification LPC	At	Lt	SA	At	Sm	Sm-SA
Désignation des sols	AT1	LT	SA	AT2	Sm	SAm
Signification	Argile très plastique 1	Limon très plastique	Sable argileux	Argile très plastique 2	Sable mal gradué	Sable argileux mal gradué

3-1-1-6- Méthodes indirectes de caractérisation du gonflement à partir des paramètres d'identification

A partir des paramètres d'identification, plusieurs chercheurs ont essayé de prédire la sensibilité des sols au retrait/gonflement sous plusieurs formes.

Méthode 1 : Sensibilité à partir de la valeur de bleu

Chassagneux et al. (1996) ont établi des seuils de sensibilité des sols argileux à partir de la valeur de bleu VB (Tableau 3-4).

Tableau 3-4: Sensibilité d'une argile au retrait-gonflement d'après Chassagneux et al. 1996

Valeur de bleu (VB)	Sensibilité
< 2,5	Faible
2,5 - 6	Moyen
6 - 8	Forte
> 8	Très forte

Au vu de cette classification, les sols Lama 1 (**AT1**), Lama 2 (**LT**) et Lama 4 (**AT2**) ont une sensibilité très forte, les sols Lama 3 (**SA**), Ouidah (**Sm**) et Bopa (**SAm**) sont de sensibilité faible.

Méthode 2: Sensibilité à partir de la valeur de bleu et de la teneur en particules argileuses

À partir de la valeur de bleu et de la teneur en particules argileuses P_2 (teneur en particules de dimension inférieure à 2 μm), on peut qualifier le degré d'argilosité du sol fin à l'aide du diagramme de sensibilité à l'eau établi par Magnan et Youssefian en 1989 (Figure 3-4).

Cette classification ne concerne que les sols **AT1**, **LT** et **AT2** qui ont une teneur en fines $P_{80} > 50\%$. Selon ce diagramme, les trois échantillons sont classés en argiles très actives.

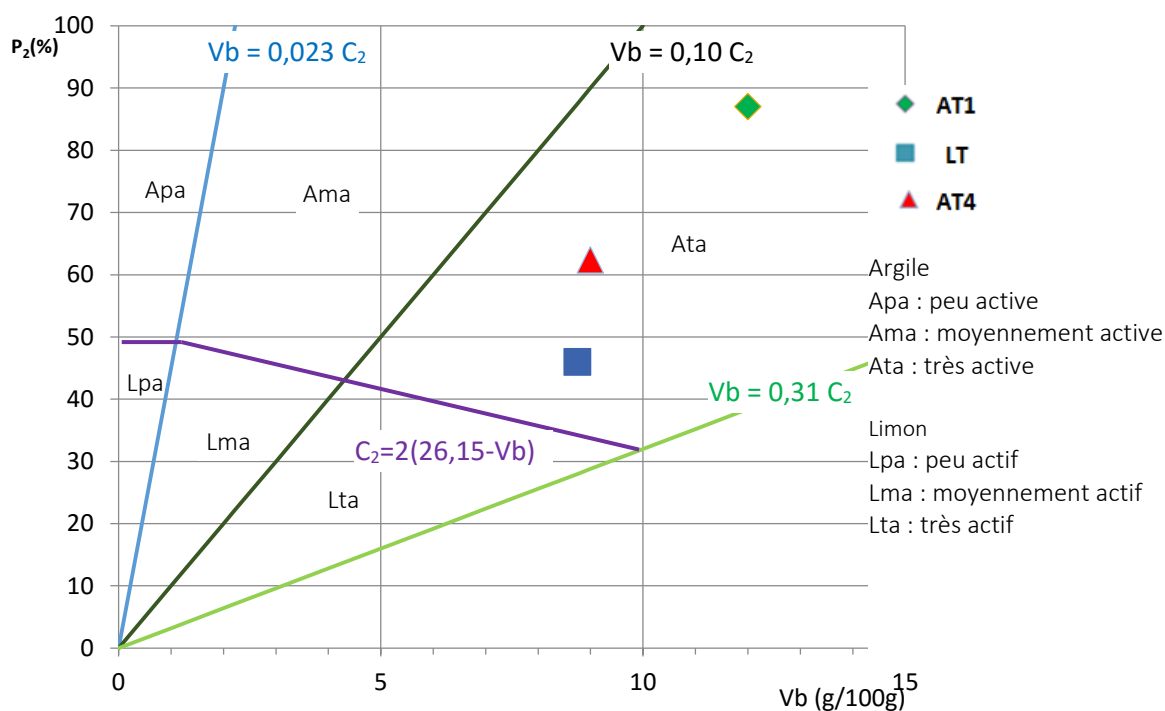


Figure 3-4 : Diagramme de sensibilité des sols à l'eau (selon Magnan et Youssefian 1989)

Méthode 3: Qualité de la phase argileuse à partir de la valeur de bleu et de la teneur en particules argileuses

Avec la valeur de bleu du sol, Lautrin (1989) propose de vérifier la qualité de la phase argileuse à partir de l'indice d'activité de bleu « A_{cb} », et de le relier qualitativement à la famille d'argile présente dans la fraction fine du sol, par l'expression:

$$A_{cb} = \frac{100 \times VB}{P_2} \quad \text{Eq 3-3}$$

avec P_2 : teneur en éléments de dimensions $< 2 \mu\text{m}$ (%) et VB en g/100g de sol.

Cet indice, qui est un bon marqueur de l'activité colloïdale, augmente avec la teneur en smectites, et les plus faibles valeurs sont obtenues pour des fractions argileuses peu réactives composées essentiellement de kaolinite. Il a été déterminé expérimentalement 7 catégories de sols classés selon leur coefficient d'activité A_{cb} (Tableau 3-5).

Tableau 3-5: Indice d'activité de bleu A_{cb} de quelques argiles (d'après Lautrin 1989)

A_{cb}	Type d'argile	Classe
0 à 1	Sol non argileux	1
1 à 3	Argiles inactives	2
3 à 5	Argiles peu actives	3
5 à 8	Argiles normales	4
8 à 13	Argiles actives	5
13 à 18	Argiles très actives	6
> 18	Argiles nocives	7

Les valeurs, présentées dans le Tableau 3-2, sont déterminées sur les 4 sols les plus argileux car **Sm** et **Sam** n'admettent pratiquement pas de fraction argileuse. D'après ces valeurs, les argiles **AT1** et **AT2** sont des argiles très actives, l'argile **LT** est une argile nocive et l'argile **SA** est active.

Méthode 4: Estimation du potentiel de gonflement

Nous avons fait quelques simulations à partir de certaines méthodes empiriques fréquemment utilisées dans la pratique et s'appuyant sur certains paramètres d'identification des sols. Les corrélations utilisées par ces auteurs sont présentées en annexe 4. Aussi, les résultats obtenus sur la base de ces corrélations sont présentés dans le Tableau 3-6.

Tableau 3-6: Estimation du potentiel de gonflement

Auteurs	Paramètres	Potentiel de gonflement				
		AT1	LT	SA	AT2	Sam
Prian et al. (2000)	I_p	Très fort	Très fort	Fort	Fort	Moyen
Ranganatham et Satyanarayana (1965)	I_R	Très fort	Très fort	Fort	Fort	Faible
Chen (1988)	w_l et P_{74}	Très élevé	Très élevé	Moyen à élevé	Elevé	Faible
Holtz et al. (1973) cité par Vincent et al. (2006)	w_l , w_R , et I_p	Fort	-	Fort	Fort	Faible
Bigot et Zerhouni (2000)	V_b , I_p et P_{80}	Fort	Fort	Moyen	Fort	Faible

Pour les échantillons **AT1** et **LT** le potentiel de gonflement est estimé « élevé à très élevé » selon tous les auteurs ; la classification de Holtz ne s'adapte pas à l'échantillon **LT** à cause de ses valeurs élevées de limites d'Atterberg. Le potentiel est estimé « moyen à élevé » pour **SA**. Pour **AT2**, le potentiel est prévu "fort". Pour **Sam**, tous les auteurs s'accordent pour dire que le potentiel de gonflement de cet échantillon est faible sauf Prian et al. (2000).

Pour **Sm**, sol sableux, aucun risque de gonflement n'est à prévoir.

Méthode 5: Estimation du potentiel de retrait

Selon Mastchenko (2001), le potentiel de retrait est faible (pour $R_l < 0,40$), moyen (pour $0,40 < R_l < 0,65$), fort (pour $0,65 < R_l < 0,75$) et très fort (pour $R_l > 0,75$).

En se basant sur cette classification, **SA** et **Sam** présentent une faible sensibilité au retrait tandis que les échantillons **AT1** et **AT2** présentent une sensibilité moyenne. **LT** est un peu particulier au vu de ses limites d'Atterberg ($IP = 67$) et de l'indice de retrait (103); ces valeurs considérables peuvent laisser présager de l'influence de la teneur en eau sur le comportement du sol.

Méthode 6: Estimation de l'amplitude de tassement

Une relation empirique proposée par Bigot et Zerhouni (2000) permet de calculer, si la dessiccation est totale, la variation relative optimale du tassement d'un sol au passage d'un état de teneur en eau w (en %) à l'état limite de teneur en eau w_{RE} , avec :

$$dH/H (\%) = R_l (w - w_{RE}) \quad \text{Eq 3-4}$$

où R_l = valeur de la pente de la courbe de retrait linéaire entre w et w_{RE} .

En prenant comme teneur en eau (w), la teneur en eau de saturation (w_{sat}), on a les valeurs suivantes données par le Tableau 3-7:

Tableau 3-7: Valeurs estimées de l'amplitude relative du tassement (teneur en eau de saturation - limite de retrait)

	AT1	LT	SA	AT2	Sm	SAm
dH/H (%)	21,10	28,68	9,37	20,07	-	2,74

Méthode 7: Estimation de l'expansion

Le Tableau 3-8 donne un résumé de l'expertise de l'USBR, basée sur de nombreuses recherches sur les argiles gonflantes.

Tableau 3-8: Expansion probable des sols (d'après Holtz 1970)

Teneur en colloïdes (P<1 μm)	Indice de plasticité I_p	Limite de retrait w_s	Expansion probable en % de la variation de volume totale (dans les conditions sèches à saturées) sous une surcharge de 6,9 kPa
> 28	> 35	< 11	> 30
20-31	25 – 41	7 – 12	20 - 30
13 – 23	15 – 28	10 – 16	10 - 20
< 15	< 18	> 15	< 10

D'après ce tableau, en privilégiant la teneur en colloïdes, puis l'indice de plasticité, on aboutit aux résultats du Tableau 3-9.

Tableau 3-9: Expansion totale probable en % des 6 sols (dans les conditions sèches à saturées) sous une surcharge de 6,9 kPa

AT1	LT	SA	AT2	Sm	SAm
>30	>30	10 - 20	20 - 30	-	< 10

Les valeurs de tassement (Tableau 3-7) et les fourchettes de valeur d'expansion probable (Tableau 3-9) amènent à conclure que les sols **AT1**, **LT**, **SA** et **AT2** sont sujets à des phénomènes de retrait / gonflement. In situ, ce phénomène se développe de manière cyclique entre la saison sèche où le sol (jusqu'à une certaine profondeur) atteint une teneur en eau en dessous de la limite de retrait et la saison pluvieuse où la teneur en eau de saturation est atteinte.

Méthode 8: Estimation du seuil de risque de ruine sur construction

Des acteurs de la construction (B.E Géotechniques et experts en construction) indiquent que le seuil de risque de ruine sur construction est avéré lorsque $R_1 > 0,3$, associé à une large plage de retrait ($w_{sat} - w_{RE} > 10 \%$).

Les échantillons **AT1**, **LT**, **SA** et **AT2** répondent à ces critères du B.E Géotechniques et experts en construction.

Synthèse des méthodes précédentes

Le Tableau 3-10 nous donne un aperçu des conclusions des différentes méthodes présentées.

Tableau 3-10: Synthèse de quelques classifications basées sur les paramètres d'identification

Méthodes	AT1	LT	SA	AT2	Sm	SAm
1: Sensibilité à partir de VB	Très forte	Très forte	Faible	Très forte	Faible	Faible
2: Sensibilité à partir de VB et de P2	Argile très active	Argile très active	-	Argile très active	-	-
3: Qualité de la phase argileuse à partir VB et de P ₂	Argile très active	Argile nocive	Active	Argile très active	-	-
4: Estimation du potentiel de gonflement	Elevé à très élevé	Elevé à très élevé	Moyen à élevé	Elevé	-	Faible
5: Estimation du potentiel de retrait	Moyen	Faible	Faible	Moyen	-	Faible
6: Estimation du tassement (%)	21,10	28,68	9,37	20,07	-	2,74
7: Estimation de l'expansion	>30	>30	10 - 20	20 - 30	-	< 10
8: Estimation du seuil de risque de ruine sur construction	Avéré	Avéré	Avéré	Avéré	-	Non avéré

Ces méthodes ne sont ni basées sur les mêmes paramètres ni sur le même nombre de paramètres. La méthode d'estimation du potentiel de retrait (méthode 5 basée sur le facteur de retrait linéaire) ne semble pas corrélérer avec les autres méthodes notamment la méthode d'estimation du potentiel de gonflement (méthode 4 basée sur différents paramètres) bien que le retrait soit fortement lié au gonflement. Le potentiel de retrait est estimé faible pour **LT**; ceci est dû à ses

fortes valeurs de limite de liquidité. Contrairement, l'amplitude de tassement (de la teneur en eau de saturation à la limite de retrait) est plus élevée pour **LT** que pour les autres échantillons. Hormis ces quelques incompatibilités, on note une concordance au niveau de la plupart des méthodes. On peut retenir que les sols argileux (**AT1**, **AT2** et **LT**) objets de la présente étude présentent une forte sensibilité au phénomène de retrait/gonflement.

3-1-2- Essai de gonflement libre

L'essai de gonflement libre a été réalisé sur les quatre sols les plus argileux (**AT1**, **LT**, **SA** et **AT2**). Les résultats sont présentés dans le tableau suivant.

Tableau 3-11: Résultats d'essai de gonflement dans l'eau

Paramètres	AT1	LT	SA	AT2
Masse de l'échantillon sec (g)	2	2	2	2
Volume de l'échantillon sec (cm ³)	2,16	4,6	1,76	1,88
Volume du dépôt atteint après 24h de gonflement libre dans l'eau (cm ³)	4,12	6,48	2,12	3,2
Masse volumique de la poudre de sol $\frac{2}{V_{initial}}$ (g/cm ³)	0,926	0,435	1,136	1,064
Pourcentage de gonflement libre $\frac{V_{final} - V_{initial}}{V_{initial}} \times 100$	90,74	40,87	20,45	70,21

Il importe de noter la masse volumique très faible de la poudre de sol de l'échantillon **LT**; en effet on remarque sur la Figure 2-18 (§ 2-2-7) le volume initial important de cet échantillon par rapport aux autres (la prise d'essai est la même pour les 4 échantillons : 2g) ce qui engendre une masse volumique très faible de la poudre de sol ; on pourrait en déduire que les vides de cet échantillon sont considérables; concernant les 3 autres échantillons, le plus pesant est l'échantillon **SA** avec le plus faible pourcentage de gonflement libre.

Les informations obtenues sur la masse volumique sont importantes et constituent un complément à l'exploitation des données de l'essai suivant la norme XP 84-703. En terme de gonflement, bien que **AT1** et **AT2** soient proches en masse volumique, **AT1** gonfle beaucoup plus. Quant à **LT**, son pourcentage de gonflement libre ne se ressent pas certainement parce que le gonflement développé est absorbé par les vides existants au niveau des particules.

3-1-3- Essais de compressibilité œdométrique

Les courbes œdométriques des quatre échantillons argileux sont présentées à la Figure 3-5.

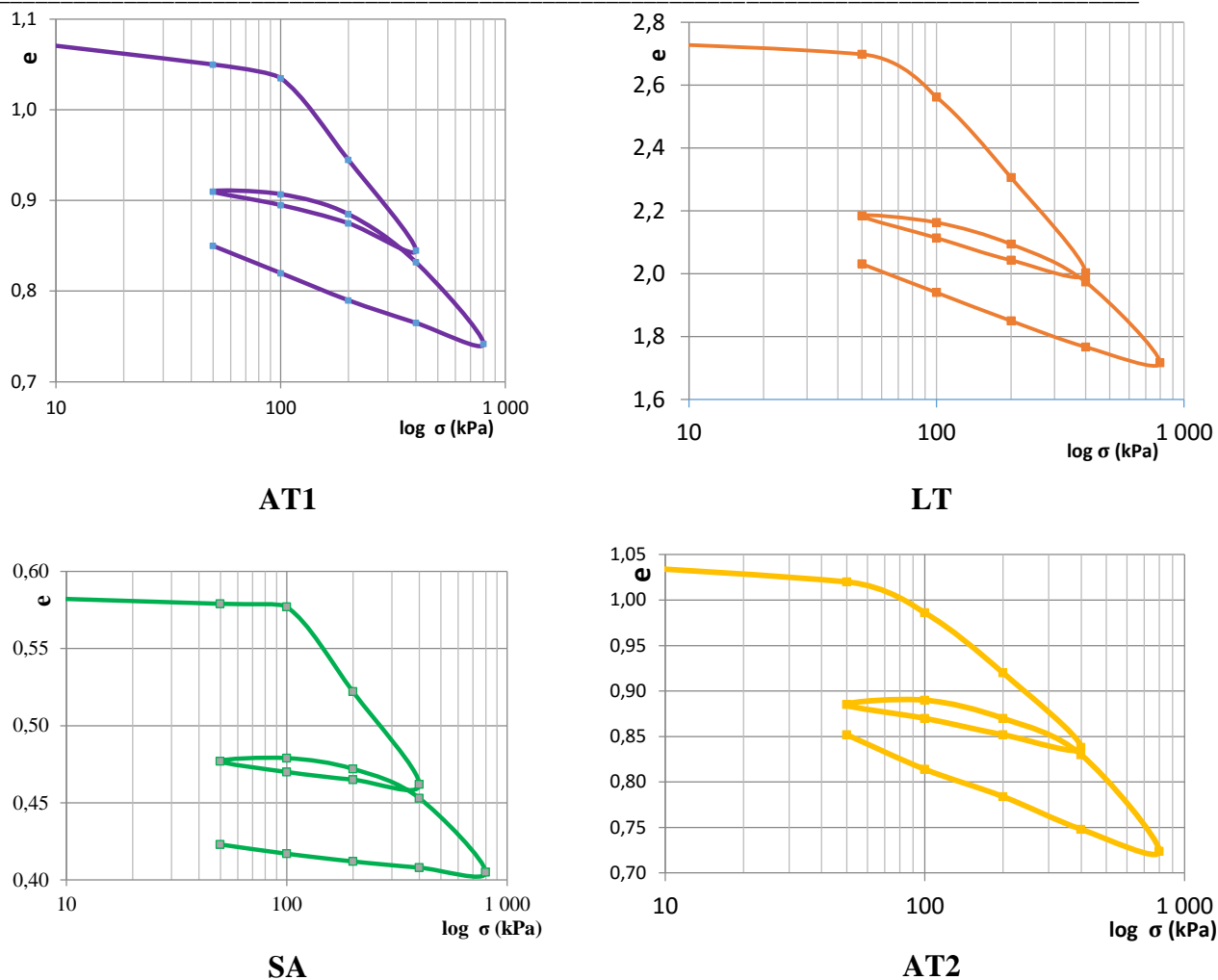


Figure 3-5 : Courbes de compressibilité oedométrique

Le Tableau 3-12 présente les paramètres obtenus à partir des courbes à savoir: indice des vides initial (e_0), contrainte de préconsolidation (σ'_p), indice de décompression (C_s) indice de compression (C_c) et coefficient de gonflement (C_g).

Tableau 3-12: Résumé des résultats d'essais œdométriques

	AT1	LT	SA	AT2
e_0	1,07	2,75	0,59	1,02
σ'_p (kPa)	90	80	100	80
C_s	0,046	0,236	0,007	0,055
C_c	0,316	0,928	0,191	0,246
C_g	0,095	0,292	0,017	0,115
$\frac{C_g}{C_c}$	0,30	0,31	0,089	0,47
$\frac{C_c}{1+e_0}$	0,153	0,247	0,120	0,122

Par rapport aux autres échantillons, l'indice des vides est très important pour **LT**, ce qui lui donne les valeurs les plus élevées de C_c . On note également que la plus forte valeur de C_g est obtenue pour **LT** ($C_g = 0,292$). Nous avons alors déterminé les valeurs du ratio $\frac{C_g}{C_c}$ indiquant les capacités de recouvrance des déformations induites par le chargement (**AT1**: 0,30 - **LT** : 0,31 - **AT2**: 0,47). Ces valeurs sont similaires pour les échantillons **AT1** et **LT** ce qui signifie que suivant ce ratio, ces deux échantillons ont les mêmes capacités de recouvrance alors que le coefficient de gonflement de **LT** est plus de 3 fois supérieur à celui de **AT1**. Pour l'échantillon **SA**, qui est un sable argileux, la valeur de C_g est la plus faible.

Le Tableau 3-13 donne la corrélation des valeurs du coefficient de gonflement (C_g) vis-à-vis du risque pathologique sur les fondations d'ouvrages (Chretien 2010).

Tableau 3-13: Corrélation de C_g vis-à-vis du risque pathologique (d'après Chassagneux et al. 1996)

Coefficient de gonflement C_g	Risque pathologique
$\geq 0,09$	Certain
0,05 – 0,09	Très grand
0,025 – 0,05	Grand
$< 0,025$	Peu probable

Le Tableau 3-14 donne l'ordre de grandeur de l'indice de compression proposé par Costet et Sanglerat (1981) pour différents types de sols.

Tableau 3-14: Indices de compression (Costet et Sanglerat 1981)

Sols	C_c
Sable	$0,01 < C_c < 0,10$
Argile raide (kaolinite)	$0,10 < C_c < 0,25$
Argile moyenne	$0,25 < C_c < 0,80$
Argile molle (montmorillonite)	$0,80 < C_c < 2,5$

Le Tableau 3-15 donne une classification des sols suivant les valeurs de $\frac{C_c}{1 + e_0}$. Ce paramètre est important car toute surcharge au-delà de la pression de préconsolidation entraîne un tassement qui lui est proportionnel.

Tableau 3-15: Classification des sols suivant $\frac{C_c}{1 + e_0}$ (Phillipponat et Hubert 2015)

$\frac{C_c}{1 + e_0} < 0,015$	$0,015 < \frac{C_c}{1 + e_0} < 0,05$	$0,05 < \frac{C_c}{1 + e_0} < 0,20$	$\frac{C_c}{1 + e_0} > 0,20$
Sol incompressible	Sol peu compressible	Sol moyennement compressible	Sol très compressible

Le Tableau 3-16 synthétise les classifications basées sur les tableaux précédents.

Tableau 3-16: Synthèses de quelques classifications basées sur les essais œdométriques

	AT1	LT	SA	AT2
Classification suivant Cc (Costet et Sanglerat 1981)	Argile moyenne	Argile molle	Argile raide (sableuse)	Argile moyenne
Risque pathologique suivant Cg (Phillipponat 1978)	Certain	Certain	Peu probable	Certain
Classification suivant Cc/1+e ₀ (Phillipponat et Hubert 2015)	moyennement compressible	très compressible	moyennement compressible	moyennement compressible

De ce tableau, il ressort ce qui suit:

- **LT** est un sol très compressible et les autres ne le sont que moyennement.
- **LT** serait une argile molle de type montmorillonite au vu de la classification de Costet et Sanglerat (1981).
- En se basant sur l'indice de gonflement Cg, il existe un risque pathologique certain pour les sols **AT1**, **LT** et **AT2** (Cg > 0,09) et un risque peu probable pour **SA** (Cg = 0,017). Cette interprétation basée sur les valeurs du coefficient de gonflement sera complète si on associe les valeurs du taux de recouvrance.

3-1-4- Synthèse de l'étude macroscopique

D'après les résultats des essais d'identification effectués, les sols **AT1**, **LT** et **AT2** ont une forte sensibilité au gonflement. Ces essais ont particulièrement révélé pour **LT** une valeur très élevée de limite de liquidité: 141 contre 91 pour **AT1** et 64 pour **AT2** (Cf. Tableau 3-2). Une autre singularité de cet échantillon est sa faible densité sèche de 0,67 qui est égale au tiers de la densité de **SA** (1,85) correspondant à une argile sableuse. Cette dernière remarque amène à dire que **LT** est un sol très poreux d'indice des vides élevé (Tableau 3-12) et de très forte sensibilité à l'eau ; ce qui explique sa valeur élevée de limite de liquidité.

Les essais de gonflement libre réalisés permettent de conclure que **AT1** est le plus gonflant (90,7%) suivi par **AT2** (70,2%) puis **LT** (40,9%) et **SA** (20,4%). De plus, la mesure de la masse volumique des poudres de sol sec au cours de cet essai de gonflement libre, confirme la légèreté de l'échantillon **LT** car nous avons constaté que les valeurs de la densité des échantillons (sol pulvérisé) suivent exactement la même tendance; la densité de la poudre de l'échantillon **LT** (0,435) est approximativement le tiers de la densité de poudre de l'échantillon **SA** (1,136).

Ainsi, **LT** qui présente des résultats d'essais d'identification (forte valeur de limite de liquidité, granulométrie) le positionnant dans la catégorie des sols de potentiel de gonflement « élevé » à « très élevé », devrait être une argile très réactive, et en principe également présenter un plus fort taux de gonflement libre par rapport à **AT1**, ce qui n'est pas le cas. Ainsi en considérant cette catégorie d'essais géotechniques macroscopiques effectués, les résultats de l'essai de

gonflement libre montrent que les résultats des essais physiques ne sont toujours pas suffisants pour caractériser le comportement de tous les sols argileux au gonflement.

Les essais réalisés à l'œdomètre montrent que **AT1** et **LT** admettent presque le même ratio $\frac{c_g}{c_c}$, **LT** étant le plus compressible et admettant le plus fort coefficient de gonflement. Pour ces deux échantillons, en se basant sur les résultats oedométriques et sur la classification de Chassagneux et al. (1996) présenté au Tableau 3-13, le risque serait plus élevé pour les constructions sur ces sites. Au vu de ces différents résultats macroscopiques, les essais oedométriques ne peuvent non plus permettre seuls d'apprécier le potentiel de gonflement d'un sol argileux.

Nous avons donc été amenés à réaliser des essais microscopiques pour compléter les observations faites au niveau des essais macroscopiques afin d'avoir des informations complémentaires pouvant permettre d'avoir une meilleure compréhension du comportement au gonflement des sols étudiés.

3-2- Analyse chimique, thermique, minéralogique et observations au microscope

Afin de dégager le plus d'informations de ces essais, nous nous sommes basés sur les résultats tirés de la littérature et nous avons également étudié dans les mêmes conditions d'essais quatre échantillons d'argile de référence. Dans un premier temps, une brève analyse comparative des résultats des six sols étudiés a été faite afin de relever les différences d'un échantillon à l'autre. Ensuite une analyse approfondie a été faite par échantillon afin d'en extraire toutes les informations pertinentes.

3-2-1- Analyse sommaire et comparative des résultats

3-2-1-1- Dosage des éléments chimiques par la spectrométrie

Le Tableau 3-17 présente quelques résultats extraits de la littérature sur la composition chimique de quelques matériaux types (El Faleh et al. 2002; Truche 2011).

Tableau 3-17 : Eléments chimiques majeurs de quelques matériaux de référence

	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	FeO	MgO	CaO	Na ₂ O	K ₂ O	H ₂ O
Quartz	100	-	-	-	-	-	-	-	-
Kaolinite	46,55	39,5	-	-	-	-	-	-	13,96
Illite	54,01	17,02	-	1,85	3,11	-	-	7,26	12,03
Muscovite	45,30	38,40	-	-	-	-	-	11,80	4,50
Smectites	43,77	18,57	-	-	-	1,02	1,13	-	36,09
Goethite	-	-	89,86	-	-	-	-	-	10,14
Palygorskite moyen Atlas	57,91	13,68	3,82	-	8,47	0,35	1,58	0,73	13,32

Les teneurs en éléments varient d'un matériau à un autre. Si pour la kaolinite pure, on note trois éléments chimiques en présence (SiO_2 , Al_2O_3 , H_2O), pour la palygorskite, on en dénombre davantage; la perte au feu est, de loin, plus élevée pour les smectites.

Les résultats obtenus sur les échantillons testés sont regroupés dans le Tableau 3-18. Les résultats obtenus confirment que nous sommes en présence de sols argileux.

Tableau 3-18: Composition chimique des sols étudiés

Eléments	AT1	LT	SA	AT2	Sm	SAm
SiO_2	50,40	51,12	55,43	54,93	74,91	52,78
Al_2O_3	16,87	15,27	16,79	17,89	11,25	22,94
Fe_2O_3	7,43	5,30	10,85	6,74	3,93	7,82
MgO	1,72	5,73	0,46	1,12	0,11	0,19
CaO	1,44	0,67	0,95	1,39	0,07	0,24
Na_2O	0,07	0,08	0,10	0,76	0,09	0,02
K_2O	0,17	0,66	0,25	1,38	1,00	0,12
MnO	0,09	0,09	0,11	0,14	0,04	0,12
TiO_2	1,17	0,73	1,25	1,28	1,69	1,91
P_2O_5	0,06	0,18	0,40	0,15	0,05	0,11
H_2O	20,25	19,58	12,82	13,87	5,88	12,36
Total	99,65	99,40	99,39	99,65	99,01	98,60

En s'appuyant sur les valeurs du Tableau 3-17, les observations suivantes s'imposent:

- La perte au feu varie entre 5,88 (**Sm**) et 20,25% (**AT1**). On peut déjà noter que **Sm** est le plus riche en quartz donc le moins argileux; **AT1** et **LT** ont les pertes au feu les plus élevées;
- les teneurs en silice dépassent 50% ; la teneur est de 74,91% en particulier pour **Sm**;
- les teneurs en aluminium tournent autour d'une valeur moyenne de 16 pour **AT1**, **LT**, **SA** et **AT2** ; il est plus faible pour **Sm** (11,25%) et plus élevé pour **SAm** (22,94%); cette valeur révèle au vu du Tableau 3-17 un sol riche en kaolinite ou en muscovite.
- la teneur en fer va de 3,93% (**Sm**) à 10,83% (pour **SA**); les sols étudiés contiennent des oxydes de fer.
- **LT** contient une teneur relativement plus importante de magnésium (5,73%) à l'inverse de **Sm** (0,11%) ;
- le CaO , caractéristique des smectites, varie de 0,07% (**Sm**) à 1,44% (**AT1**) ; donc les sols comme **AT1** et **AT2** contiennent de l'oxyde de calcium libre (en faible quantité) ou de la calcite ;
- les teneurs en Na_2O sont assez faibles ; la teneur la plus élevée est celle de **AT2** (0,76%) ;
- les teneurs en potassium, caractéristique de l'illite et de la muscovite, sont faibles ; elles varient de 0,12% (**SAm**) à 1,38% (**AT2**) ;
- les teneurs en MnO sont assez faibles ; elles varient de 0,04% (**Sm**) à 0,14% (**AT2**) ;

- les teneurs en TiO_2 bien que faibles (0,73 à 1,91%) sont néanmoins relativement élevées pour des sols argileux « purs »; il en est de même des teneurs en P_2O_5 (0,05 à 0,40%).

En somme, on peut conclure que chaque sol étudié est un mélange de plusieurs types de minéraux argileux dans des proportions diverses.

Les teneurs en constituants chimiques particuliers, comme le carbonate de calcium ($CaCO_3$) et les matières organiques (MO), ont été déterminées et présentées dans le Tableau 3-19. En effet, la matière organique peut conditionner le comportement du sol par sa grande déformabilité et son aptitude à l'évolution chimique; pour les sols à traiter au liant hydraulique, la teneur initiale en calcite peut influencer sur le traitement.

Tableau 3-19: Teneur en carbonates de calcium et en matières organiques

Eléments	AT1	LT	SA	AT2	Sm	SAm
% $CaCO_3$	6,06	7,24	6,45	5,43	5,62	2,75
% MO	2,72	0,31	1,29	2,65	0,85	1,21

Les teneurs en $CaCO_3$ varient de 2,75% (SAm) à 7,24% (LT). Les teneurs en matières organiques varient de 0,31% à 2,72% ce qui montre que les sols sont faiblement organiques (MO < 10 %) d'après Magnan, 1997.

3-2-1-2- Analyse thermique différentielle et thermogravimétrie

Les courbes d'analyse thermique différentielle (ATD) des échantillons prélevés sont présentées à la Figure 3-6.

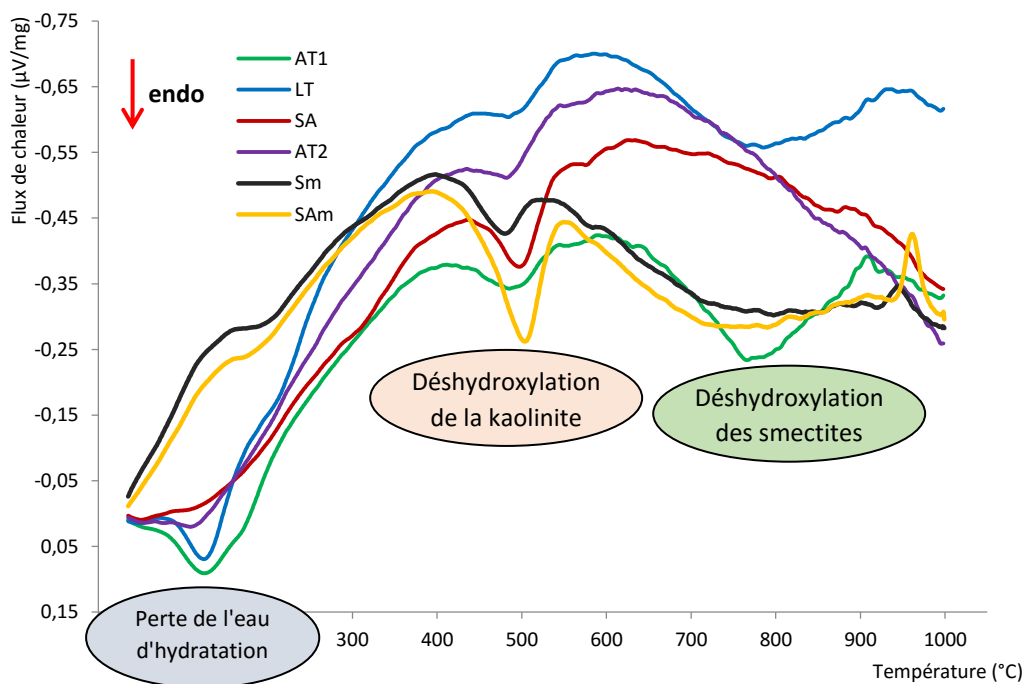


Figure 3-6 : Courbes ATD des échantillons étudiés avec indication des phénomènes communs

On note de l'analyse de ces courbes ce qui suit :

- un pic endothermique au voisinage de 125°C pour les échantillons **AT1**, **LT** et **AT2** ce qui traduit la perte de l'eau d'hydratation hygroscopique (déshydratation) et montre encore une fois le caractère hydrophile de ces matériaux. Pour les échantillons **SA**, **Sm** et **SAm**, ce pic n'est pas très perceptible et est moins précis; on peut donc déjà attribuer la majeure partie des pertes au feu constatées pour ces échantillons à l'eau de constitution;

- pour tous les échantillons, un important pic endothermique entre 450° et 550°C caractéristique de la déshydroxylation de la kaolinite ;

- vers 900°C, quelques pics exothermiques.

- les échantillons **AT1** et **LT** présentent un large pic endothermique entre 700 et 850°C ;

- l'échantillon **SA** présente un léger pic endothermique au voisinage de 320° caractéristique des hydroxydes. Les oxyhydroxydes ou les composés ferriques amorphes peuvent être aussi sujet à décomposition ; les températures de décomposition de ces composés reportées dans la littérature sont respectivement de 245-325 °C.

- les échantillons **Sm** et **SAm** présentent particulièrement un pic exothermique autour de 950°C.

Les résultats d'analyse thermogravimétrique sont reportés sur la Figure 3-7.

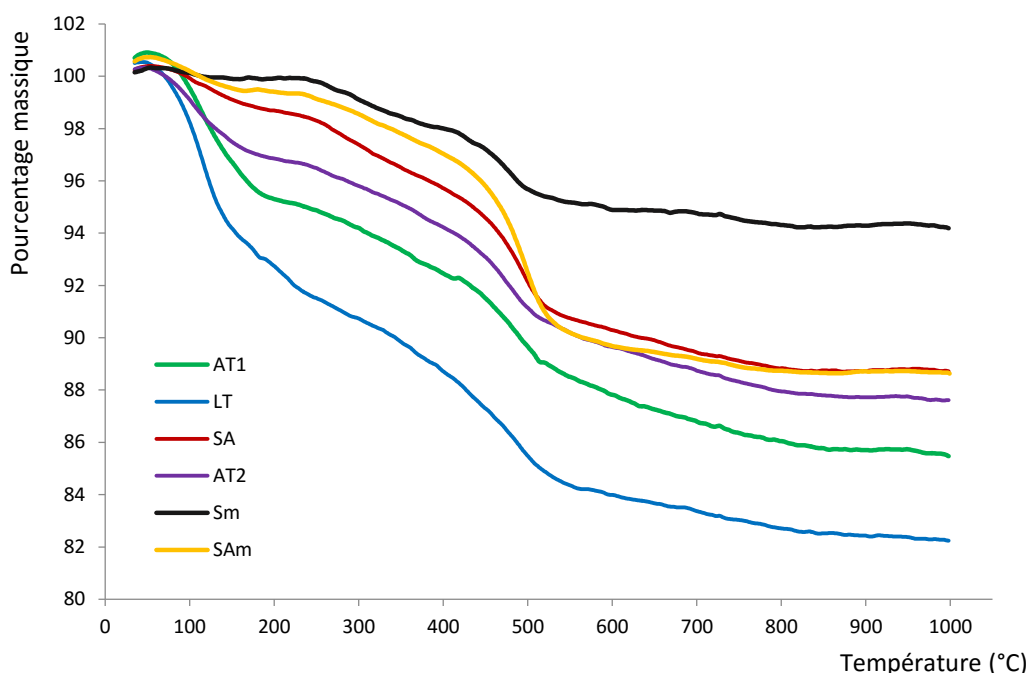


Figure 3-7 : Pertes de masse des échantillons étudiés

Le Tableau 3-20 présente les pertes de masse par échantillon dans différentes fourchettes de température (Cf. § 2-2-3).

L'échantillon **LT** est celui qui subit la plus grande perte de masse, la plus grande partie s'étant produite avant 550°C. L'échantillon **SA** malgré que sa perte en eau soit inférieure à tous les

autres échantillons présente la perte la plus importante attribuée à la décomposition des hydroxydes.

Tableau 3-20 : Récapitulatif des pertes de masse associées aux différents phénomènes

Echantillon	Perte de masse					Total
	entre 0 et 250°C (déshydratation)	entre 250 et 400°C (décomposition des hydroxydes)	entre 400-750°C (déshydroxylation des phyllosilicates)	entre 750 et 850°C (décarbonatation)	Entre 850 et 1000°C	
1	5,83	2,41	6,10	0,58	0,07	14,99
2	8,99	2,80	5,68	0,51	0,28	18,26
3	1,94	2,58	6,60	0,36	0,03	11,52
4	3,78	2,26	5,91	0,52	0,07	12,54
5	0,35	1,79	3,47	0,29	0,05	5,96
6	1,43	2,10	8,14	0,24	0,02	11,93

Pour ce qui concerne l'eau adsorbée, l'échantillon **LT** est celui qui en a perdu le plus, suivi de près par l'échantillon **AT1**. La plus grande part de perte de masse observée a lieu avant 500°C ; globalement, la calcination des argiles étudiées conduit à une perte de masse d'environ 8 à 14% à 500 °C et de l'ordre de 11 à 17% à 900 °C.

3-2-1-3- Diffraction aux Rayons X

Les diagrammes de diffraction des rayons X (DRX) des échantillons étudiés sont présentés sur la Figure 3-8.

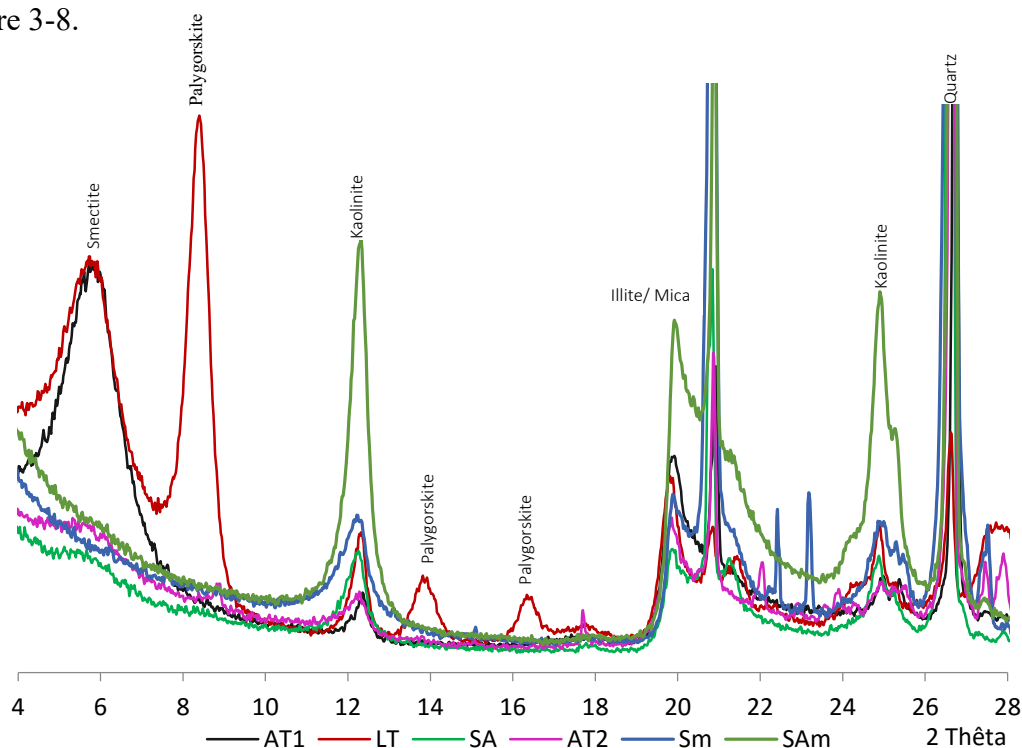


Figure 3-8 : Diffractogrammes juxtaposés des échantillons argileux par la méthode des poudres

L'analyse de ces diffractogrammes de poudre nous permet de constater que les minéraux les plus présents dans les échantillons sont : le quartz, la kaolinite, les smectites, la palygorskite, l'illite/mica, la goethite.

3-2-1-4- Morphologies observées au MEB

La Figure 3-9 présente la morphologie observée au MEB des sols étudiés. On retrouve divers aspects. L'échantillon **AT1** se présente sous forme de feuillets (Figure 3-9-A) tandis que pour **LT**, on observe les fibres (Figure 3-9-B); pour les échantillons **SA**, **Sm** et **SAm**, on distingue les plaquettes (Figure 3-9-C, E et F), quant à **AT2**, on observe également des feuillets (Figure 3-9-D).

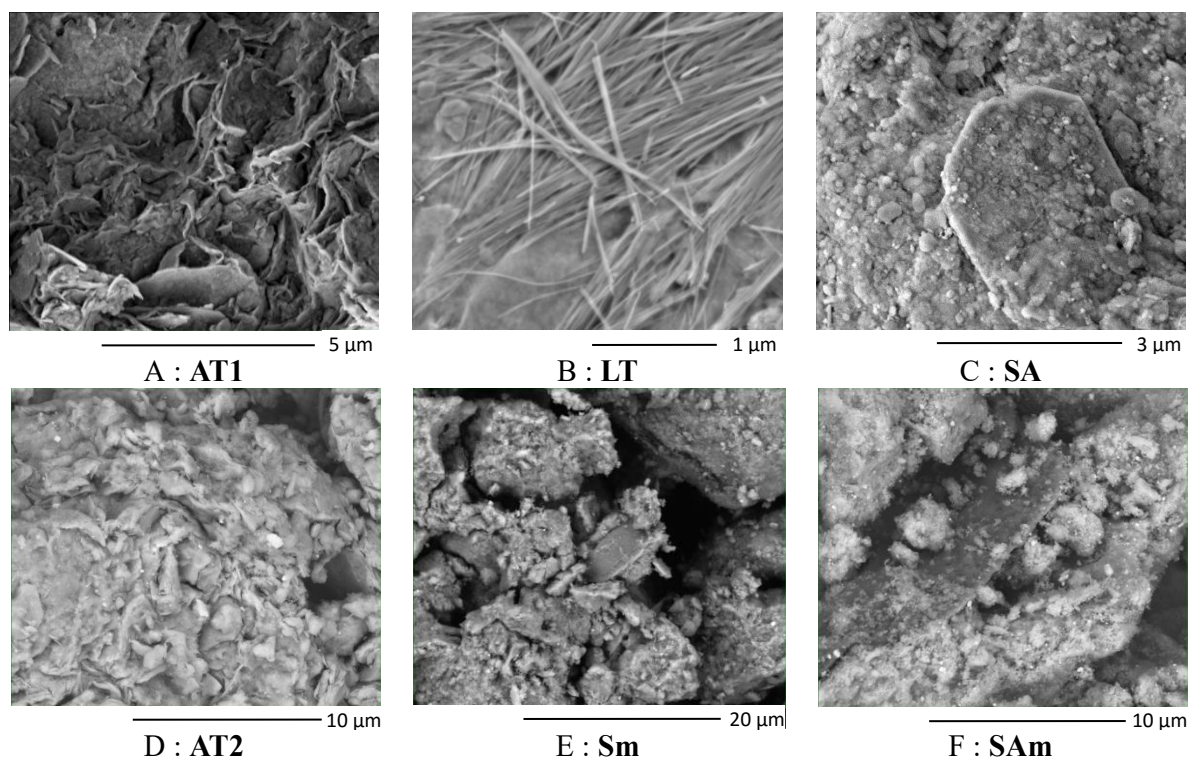


Figure 3-9 : Morphologie des échantillons

3-2-2- Analyse des résultats par échantillon

L'analyse approfondie des résultats s'est basée sur les résultats de quatre échantillons de référence préalablement étudiés dans les mêmes conditions d'essais.

3-2-2-1- Étude préliminaire de quatre échantillons de référence

Il s'agit d'une kaolinite de Dry Branch en Georgie, une montmorillonite de Polkville (Mississippi), d'une palygorskite Pit de Georgie et d'une bentonite calcique. Les trois premiers sont collectés par le Dr Ralph J. Holmes et vérifiés sous sa direction dans les laboratoires de l'Université de minéralogie de Columbia par comparaison avec les échantillons d'origine utilisés par l'American Institute Clay Standards Project Mineral Petroleum n°49. Quant à la

bentonite calcique, elle est produite en France. Ces échantillons ont été soumis à l'analyse chimique ICP-OES, à l'ATD-ATG, et aux observations MEB suivies des analyses à l'EDS.

Le Tableau 3-21 présente les résultats de la composition chimique des quatre argiles de référence.

Tableau 3-21: Eléments chimiques majeurs des matériaux de référence

	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	MnO	MgO	CaO	Na ₂ O	K ₂ O	TiO ₂	P ₂ O ₅	PF
Kaolinite	44,89	37,25	0,61	< L.D.	0,09	0,20	0,03	0,19	1,65	< L.D.	14,38
Montmorillonite	49,39	17,05	6,41	0,01	2,80	2,08	< L.D.	< L.D.	0,18	< L.D.	22,31
Bentonite calcique	48,02	15,64	5,62	0,11	3,38	4,91	1,18	3,65	0,53	0,30	16,34
Palygorskite	58,74	9,37	3,37	0,02	8,33	1,30	0,05	0,87	0,47	0,70	16,88

Les valeurs obtenues pour la kaolinite sont similaires à celles du Tableau 3-18.

On note une faible teneur en aluminium pour la palygorskite (9,37%); cette valeur est faible par rapport à celle de la palygorskite du moyen atlas présenté au Tableau 3-17 mais est comparable à celle obtenue par Wei et al. (2014) pour la palygorskite de Xuyi Minerals Co (Chine) qui est de 9,35%.

La perte au feu de la montmorillonite est la plus élevée mais on peut avoir des valeurs beaucoup plus importantes (Tableau 3-17). La bentonite calcique a une teneur en eau plus faible que les smectites; sa teneur en CaO est la plus élevée.

Le Tableau 3-22 présente la teneur en carbonates des argiles de références étudiées où l'on observe la teneur en calcite élevée pour la bentonite calcique (10,12%). Pour les autres minéraux, elle varie de 3,4 à 4,8%.

Tableau 3-22: Teneur en carbonates des argiles de références étudiées

	Kaolinite	Montmorillonite	Bentonite calcique	Palygorskite
% CaCO ₃	3,47	3,42	10,12	4,82

Sur la figure 3-10 et la figure 3-11 sont présentées les courbes ATD – ATG – DTG des 4 argiles de référence. La Figure 3-12 présente les spectrogrammes de masse.

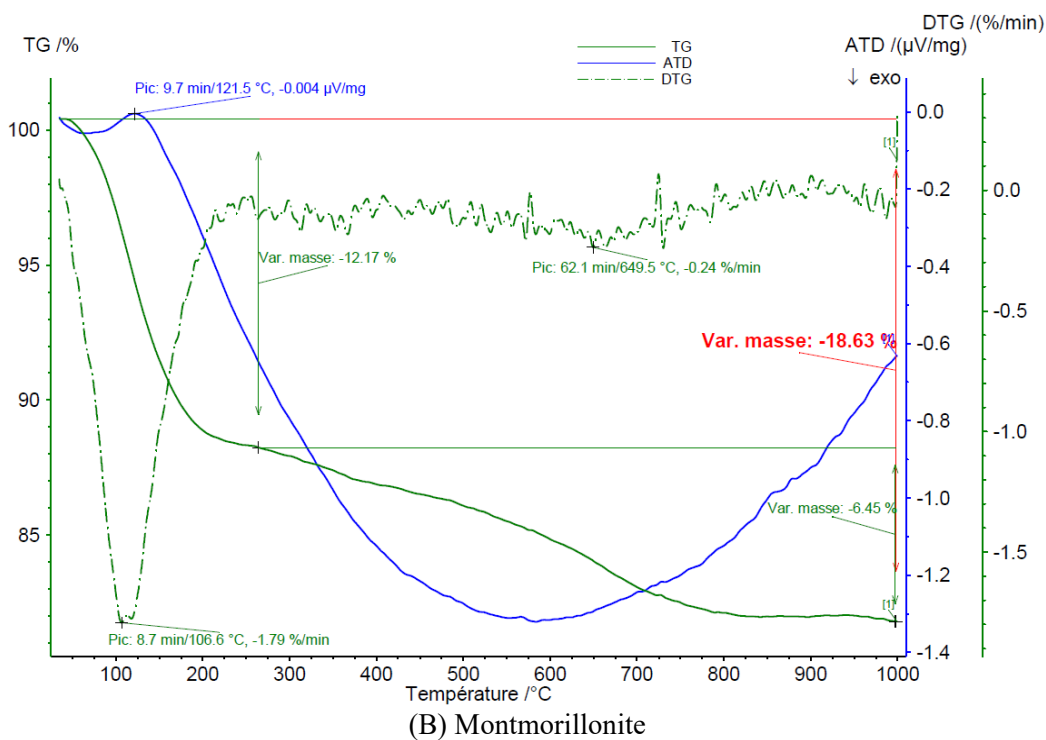
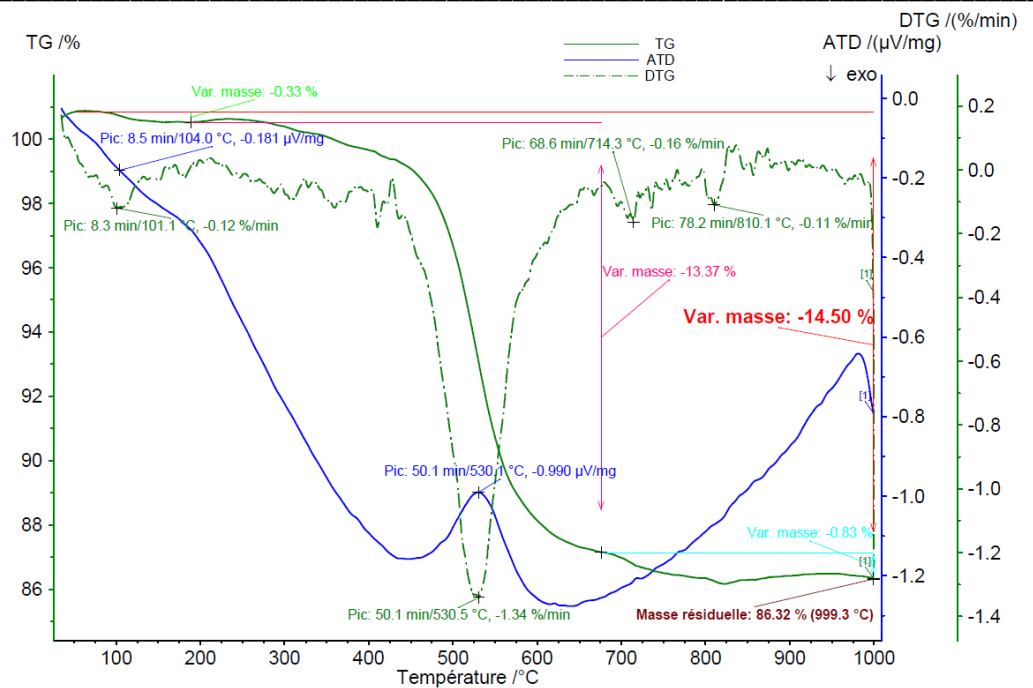


Figure 3-10 : Courbes ATD – ATG – DTG de la kaolinite et de la montmorillonite de référence

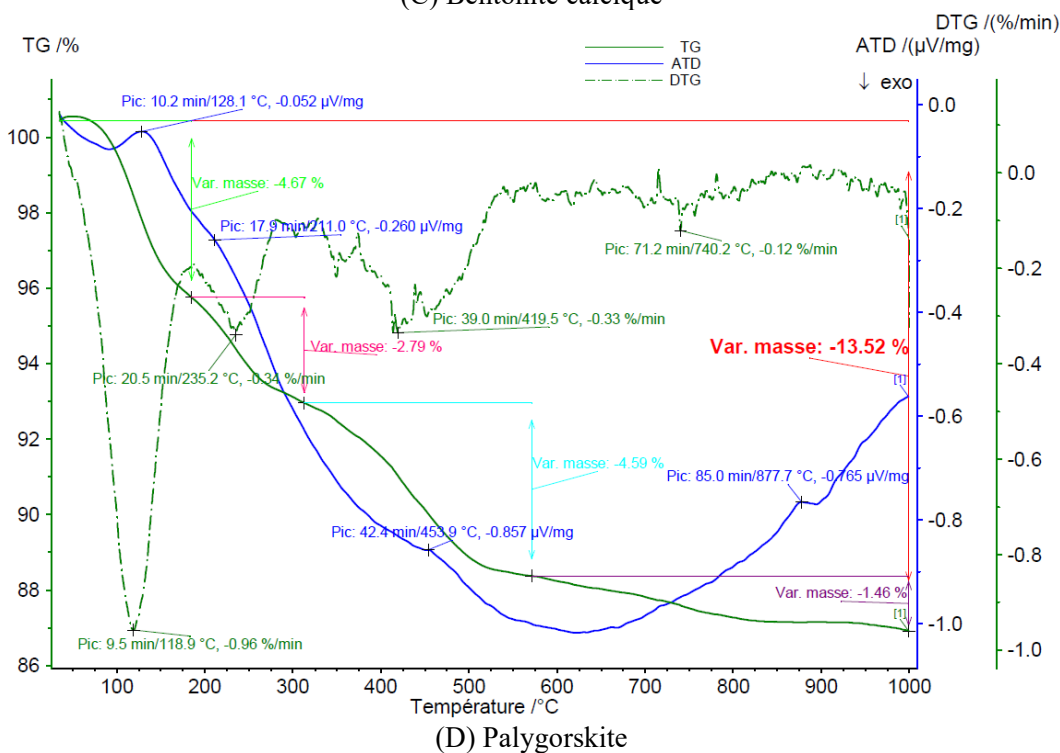
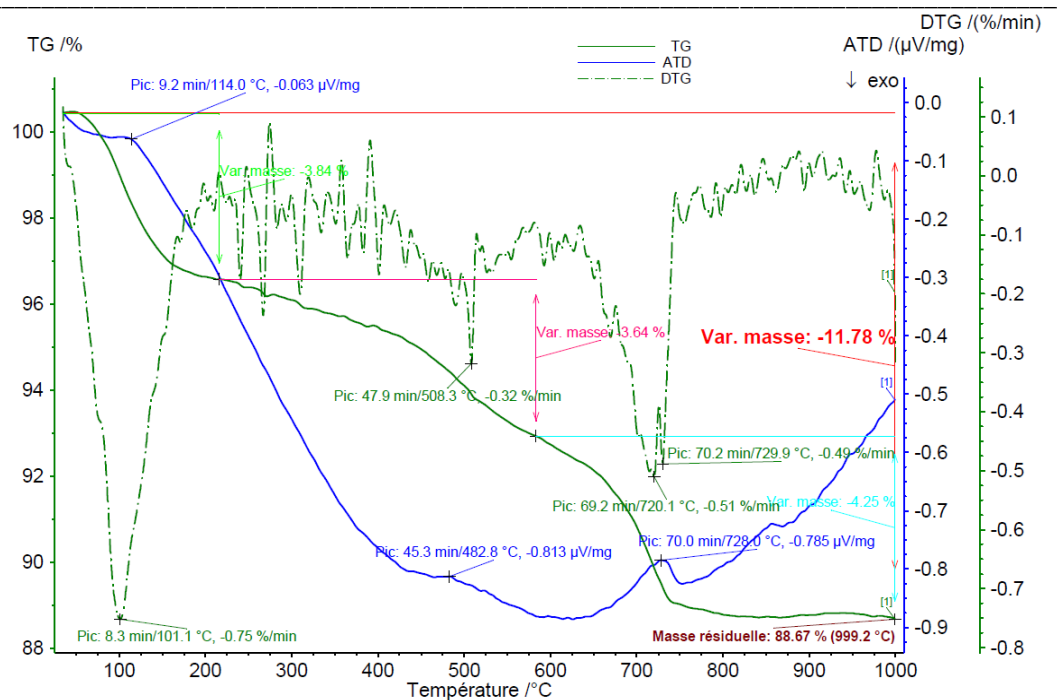


Figure 3-11 : Courbes ATD – ATG – DTG de la bentonite et de la palygorskite de référence

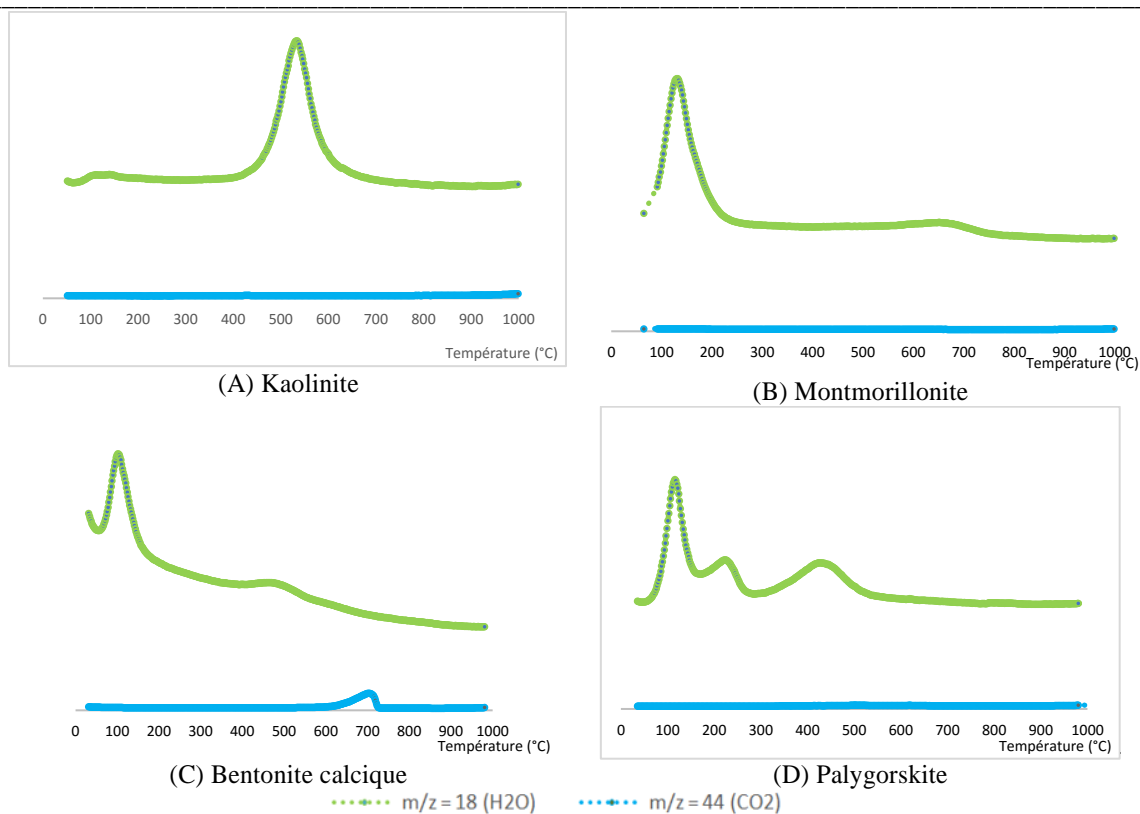


Figure 3-12 : Spectrogrammes de masse des argiles de référence

Pour la **kaolinite**, en dehors de la perte de masse de 0,33% attribuée au départ de l'eau libre vers 100°C (pic ATD pratiquement invisible mais confirmé par un pic DTG), on a un pic ATD endothermique fondamental à 530°C auquel est associée la quasi-totalité de la perte de masse (13,37%) puis un pic exothermique à 980°C correspondant à une perte de masse de 0,83%. La plus grande perte de masse est précisée par le spectrogramme de masse et a eu lieu entre 460 et 610°C (Figure 3-12-A).

Pour la **montmorillonite**, on a pratiquement un seul pic ATD à 121°C correspondant à une perte de masse de 12,17% partie entre 100 et 220°C. La deuxième perte de masse de 6,45% effectuée notamment jusqu'à 750°C ne reflète pratiquement pas de pic. Cependant après 800°C, on note une suite de petits pics (Figure 3-10-B).

Pour la **bentonite calcique**, on note trois départs d'eau importants (Figure 3-12-C):

- le premier entre 100 et 200°C correspondant à une perte de masse de 3,84% et à un pic ATD à 114°C;
- le deuxième entre 400 et 560°C correspondant à une perte de masse de 3,64% et à de petits pics ATD diffus entre 450 et 520°C mais confirmé par un pic DTG à 482°C (Figure 3-11-C);
- un troisième associé à une perte de masse de 4,25 % entre 650 et 740°C. Ce départ de CO₂ explique la décarbonatation de la calcite, le pic endothermique ATD étant à 728°C.

Pour la **palygorskite**, entre 100 et 560°C, on note trois différentes pertes de masses: la première de 4,67% a eu lieu entre 100 et 180°C avec un pic ATD à 128°; la seconde de 2,79% entre 200

et 300°C ; le pic ATD correspondant n'est pas net mais est confirmé par un pic DTG à 235°. La troisième perte de masse de 4,59% a eu lieu entre 300 et 560°C associée à un pic endothermique à 453°C. On note une quatrième perte de 1,46% entre 560 et 1000°C avec un pic ATD à 877°C.

A l'aide de la microscopie Electronique à Balayage, la microanalyse X a été effectuée sur les échantillons. Les spectres EDS et les quantifications sont présentés à la Figure 3-13.

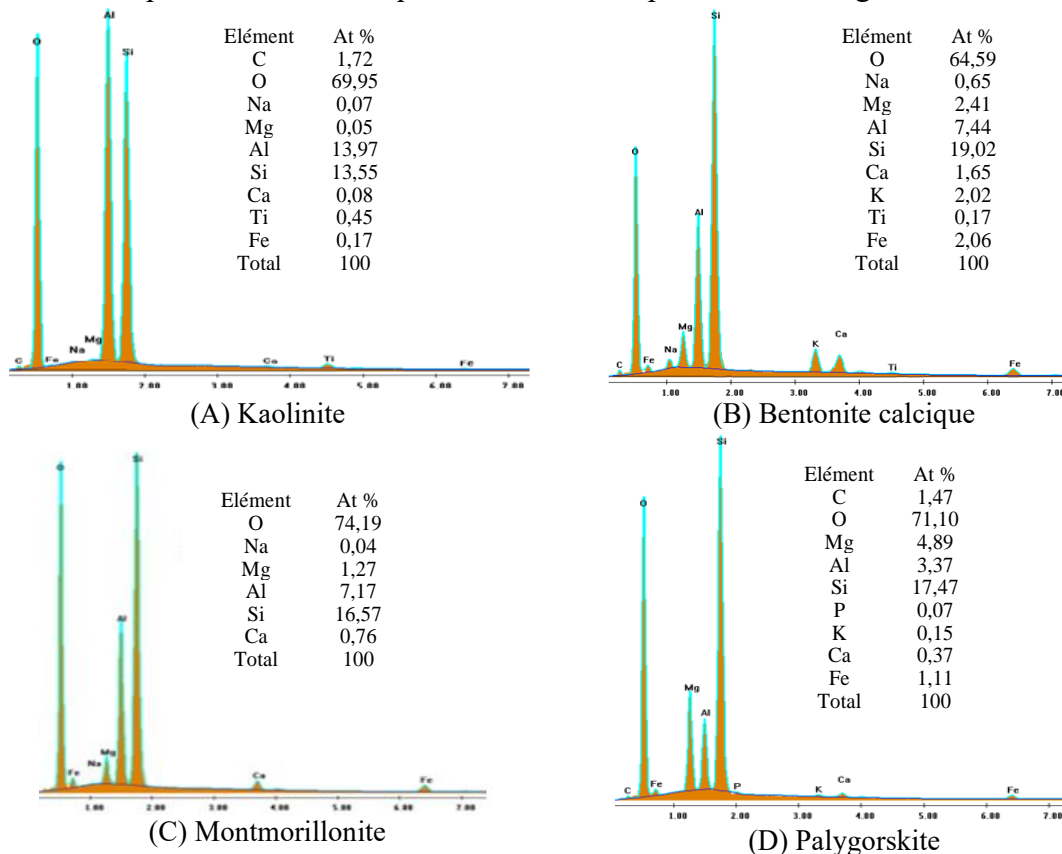


Figure 3-13 : Spectres EDS et quantification des argiles de référence

Ces spectres permettent de voir les éléments en présence ainsi que l'allure des pics. Pour la quantification, la kaolinite se reconnaît grâce au ratio Si/Al voisin de 1 et au rapport O/Si+Al de 2,25. En se basant sur la formule chimique $(Al_2Si_2O_5(OH)_4)$. On aura en % Atomique (%At), la même quantité de Si et de Al (~14%) et avoir 4,5 fois plus d'oxygène que de Si.

La kaolinite est un minéral de formule chimique relativement stable par rapport aux autres types de minéraux argileux dont les formules chimiques sont fortement dépendantes des éléments mineurs qui peuvent être plus ou moins présents. Cependant, à chaque type de minéral est associée une allure de spectre qui peut être considéré comme spectre de référence.

3-2-2-2- Echantillon AT1

La Figure 3-14 présente les diffractogrammes sur lames orientées de AT1.

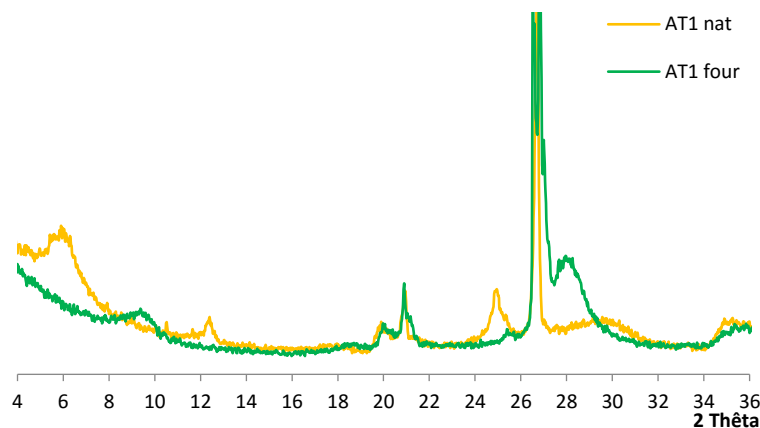


Figure 3-14 : DRX sur lames orientées (naturel – four à 550°C) de AT1

La raie 14Å (6,32°) qui passe à 10Å (8,84°) laisse envisager la présence de smectites. La raie 7Å (12,62°) qui disparaît après chauffage montre la présence de kaolinite. Le quartz est représenté par sa raie à 26,7°. On ne note pas une présence illitique qui se serait manifestée par la présence de raies à 10 Å (8,84°), 5 Å (17,73°) non affectée par le chauffage à 550°C.

L’observation au microscope a donné les images et les spectres de la Figure 3-15.

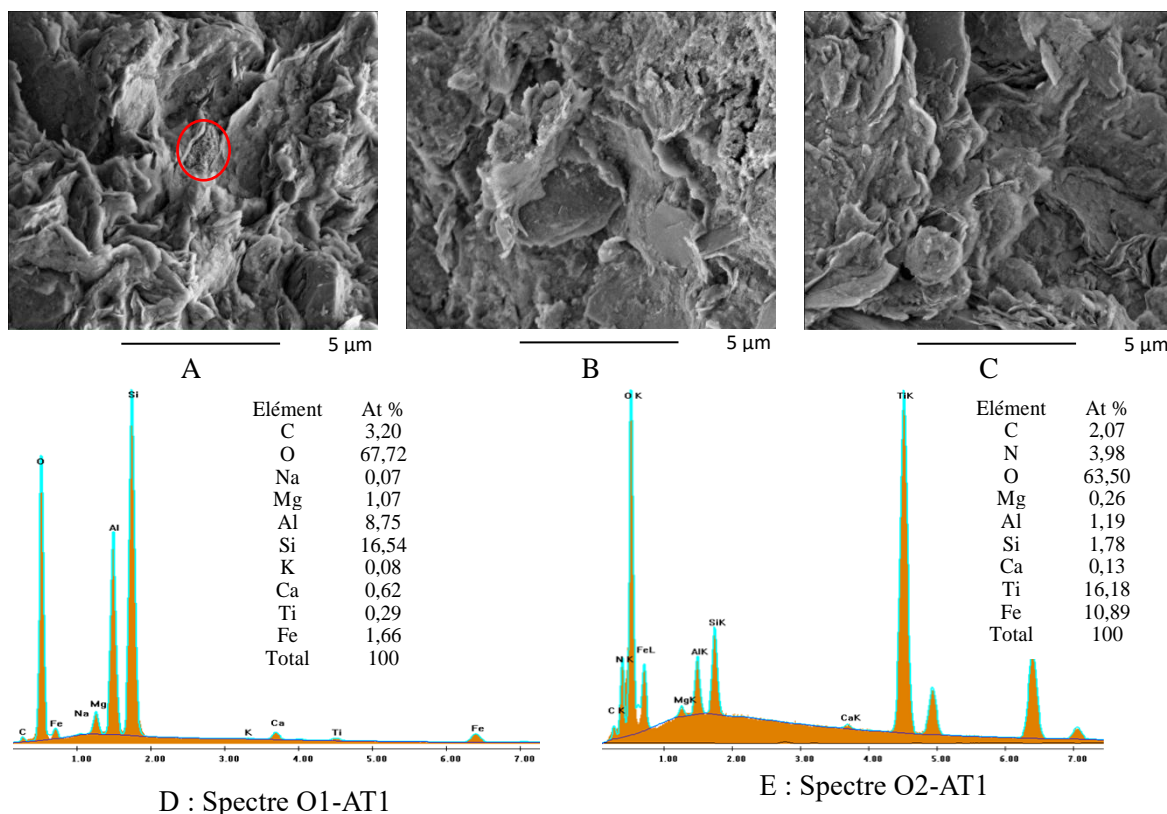


Figure 3-15 : Photos MEB et spectres de AT1

On note la structure feuilletée des smectites ; ces feuillets ont une extension latérale extrêmement grande par rapport à leur épaisseur et sont apparemment flexibles, même si cette

flexibilité diminue lorsqu'ils sont accolés. Le premier spectre montre la signature d'une smectite (au vu de la Figure 3-13-C, spectre de référence d'une montmorillonite) alors que la seconde nous révèle principalement les oxydes de titane et de fer comme on le constate sur la partie encerclée en rouge sur la Figure 3-15-A. L'interprétation minéralogique du spectre O1-AT1 (Figure 3-15-D) révèle une smectite pure et celle du spectre O2-AT1 (Figure 3-15-E) un mélange de TiO_2 (49%), de goethite (33%) et de silicates (probablement de la kaolinite).

La Figure 3-16 présente les acquisitions de la cartographie réalisée sur l'échantillon.

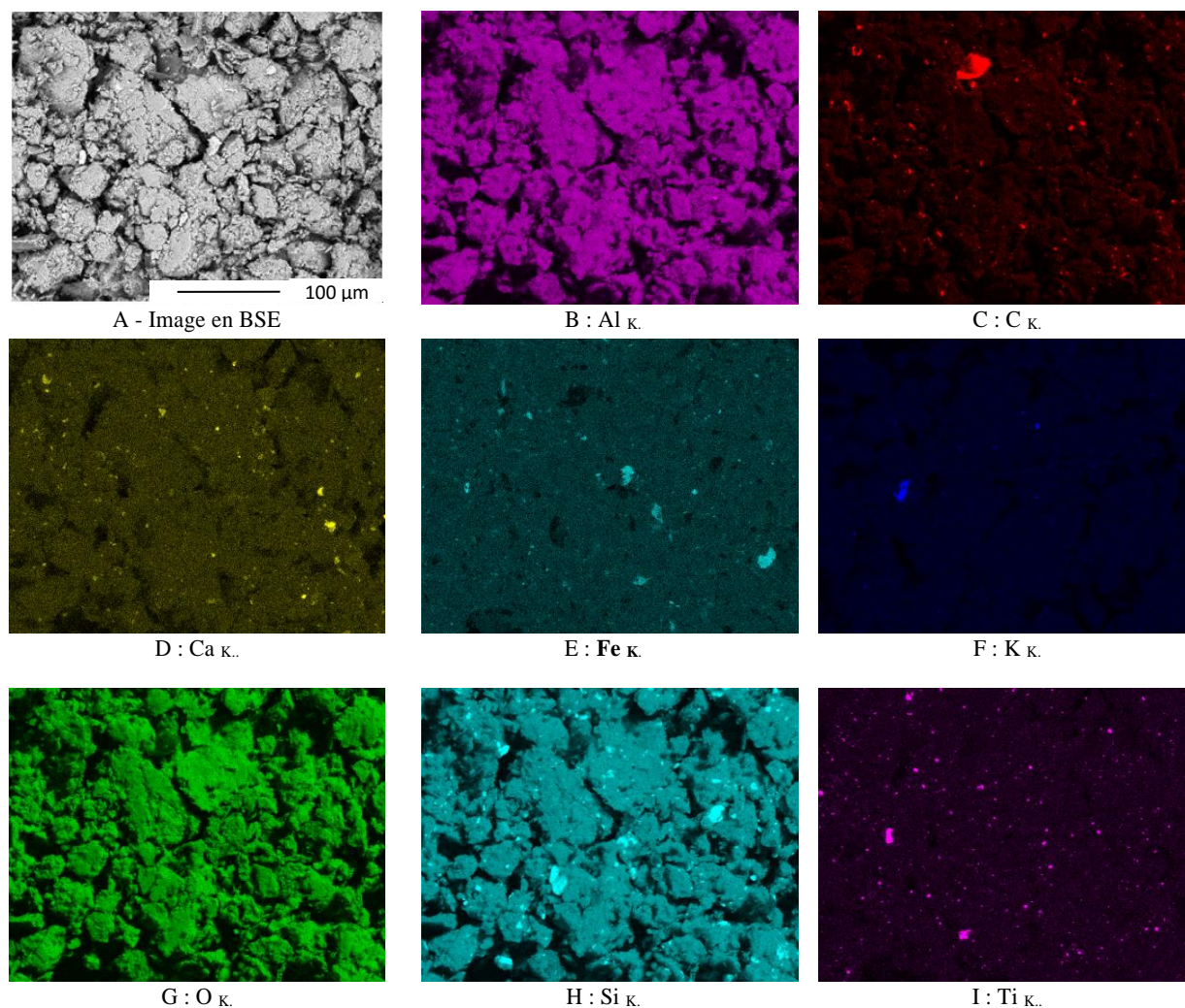


Figure 3-16 : Eléments de cartographie de AT1

De cette cartographie découlent les remarques suivantes : pour certains éléments (aluminium, chlore, magnésium, sodium et oxygène), on note une homogénéité au niveau de la répartition qui dénotent que ces éléments se retrouvent de manière uniforme dans l'échantillon; pour d'autres éléments (carbone, calcium, fer, silice, potassium, titane), qui se retrouvent également dans tout l'échantillon, on note une concentration par endroits. Ces éléments sont superposés sur la Figure 3-17 et peuvent donc être sous forme d'oxyde. Le carbone (en rouge) provient certainement des matières organiques présentes dans l'environnement naturel des sols. Le fer

(en vert) est assez représenté et justifie sa teneur de 7,43% révélée par l'analyse chimique; on note également quelques grains de quartz (en cyan).

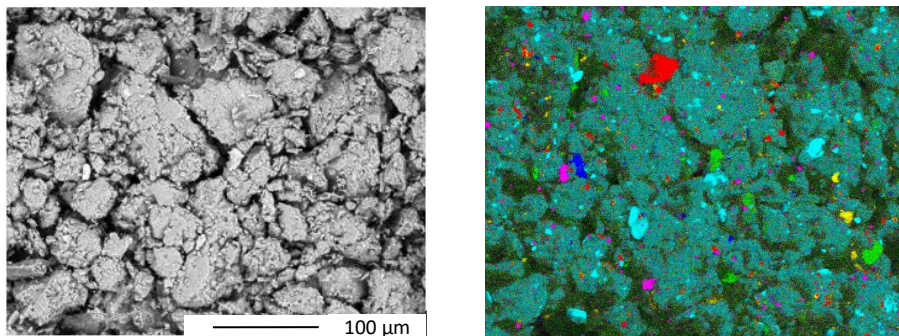
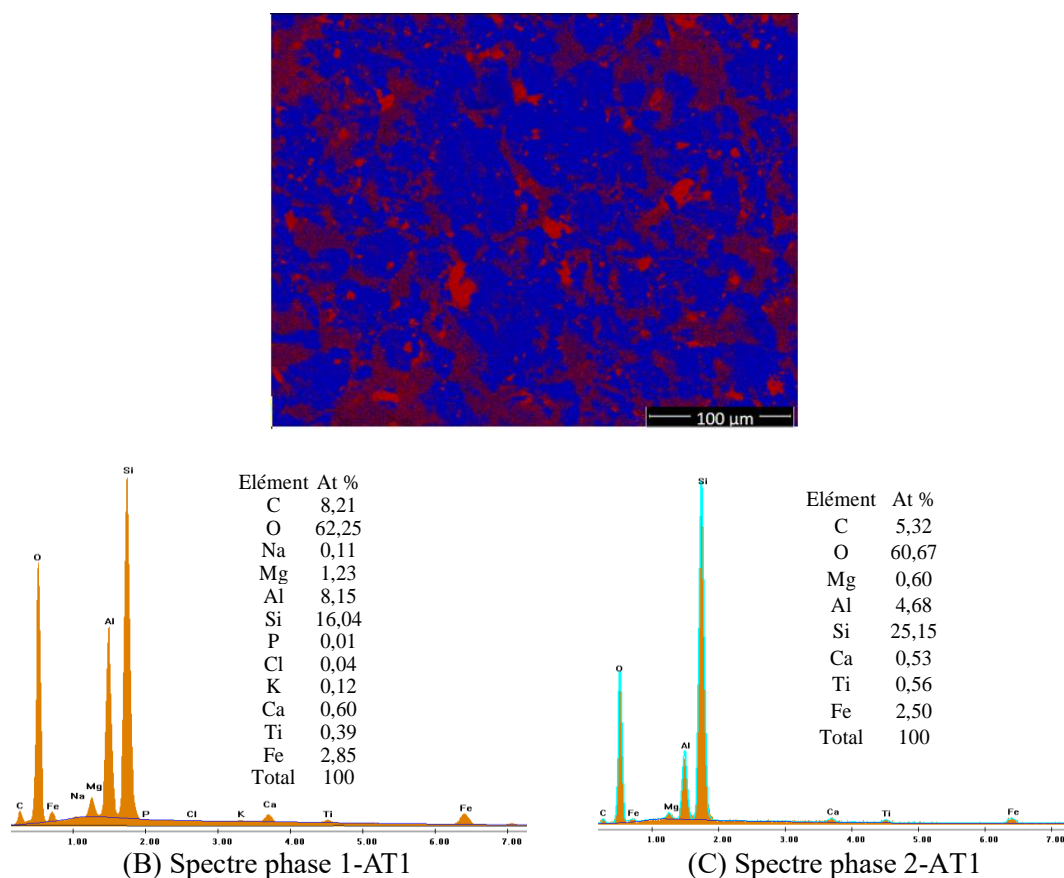


Figure 3-17 : Superposition de cartographies d'éléments de **AT1**
Si (cyan), K (bleu), C (rouge) Fe (vert), Ti (magenta), Ca (jaune)

A partir des des spectres EDS ponctuels collectés en chaque pixel, une reconstitution de phase a été faite par une approche statistique et a donné le résultat présenté à la Figure 3-18. On note deux phases : la phase 1 majoritaire en bleu (74,5 % de la surface nette) et la phase 2 (25,5 %) est en rouge. La première phase en bleu est une smectite comme le montre son spectre (Figure 3-18-B) dont les pourcentages atomiques de la quantification sont compatibles avec celui d'une montmorillonite de référence (Figure 3-13-C). La deuxième phase dont la quantification révèle 25,15% en pourcentage atomique de Si est constituée de quartz dans un fond argileux.



(B) Spectre phase 1-AT1 (C) Spectre phase 2-AT1
Figure 3-18 : Reconstitution de phases - Spectre et quantification de **AT1**

Les résultats d'analyse thermique différentielle/thermogravimétrie associée à la spectrométrie de masse sont présentés à la Figure 3-19 et la Figure 3-20.

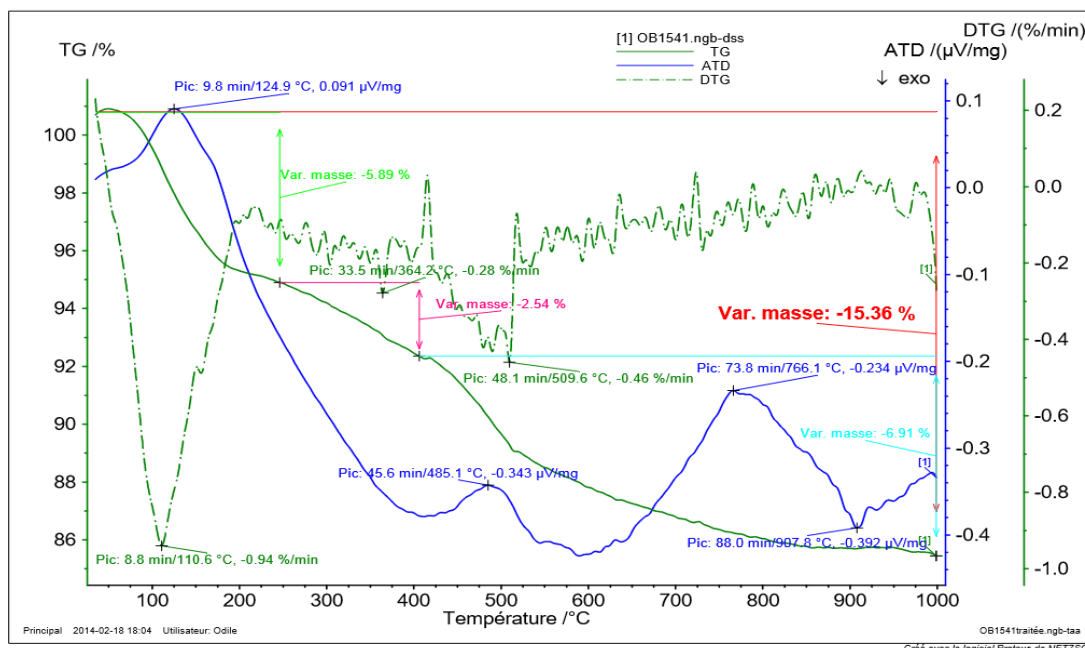


Figure 3-19 : Courbes ATD – TD – DTG de AT1

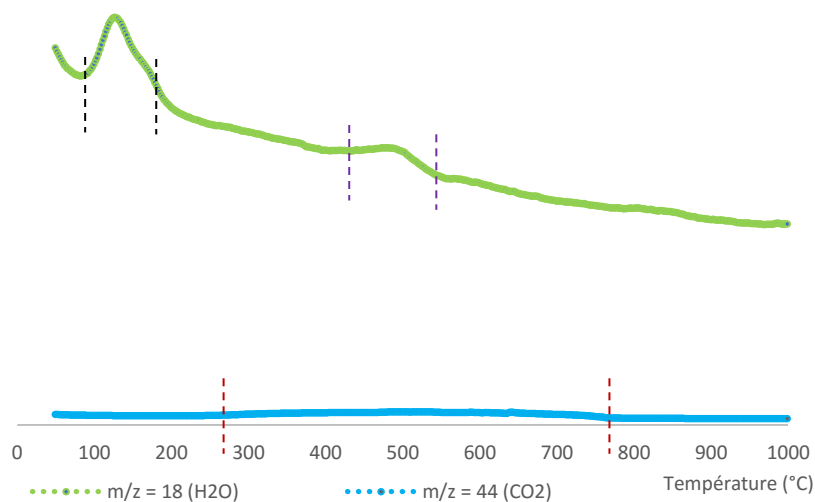


Figure 3-20 : Spectre de masse de AT1

Les thermogrammes présentés montrent :

- un pic endothermique à 124,9°C, accompagné d'une perte de masse de 5,89% correspondant à une déshydratation (départ d'eau interparticulaire et interfoliaire). Le phénomène est visible entre 80 et 180°C sur la Figure 3-20.

- un pic endothermique légèrement marqué à 485,1°C, accompagné d'une perte massique typique de la déshydroxylation des feuillets de kaolinite et /ou de smectite.

- un large pic endothermique à 766,1°C caractéristique des smectites; néanmoins, on note une faible perte de masse liée à ce pic.

- le spectrogramme de masse (Figure 3-20) nous révèle un léger départ de CO₂ entre 280 et 770°C qui justifie la teneur en carbonate de 6,06% de ce sol mentionnée au Tableau 3-19.

- un pic exothermique aux alentours de 907°C, typique d'une destruction et d'une recristallisation du réseau silicaté. Ce pic est suivi d'autres petits pics.

Les courbes thermogravimétriques des réactions endothermiques sont formées de deux pentes. La première située entre 50 et 230°C correspond à la perte de poids due à la déshydratation, la grandeur de celle-ci (5,89%) fait présumer l'existence d'espèces hydratées. La seconde pente (entre 300 et 1000°C) révèle que la déshydroxylation des groupes OH des couches silicatées et des hydroxydes s'effectue en deux temps. Ce comportement peut être éventuellement rapporté à la présence de deux types de minéraux. Les valeurs de déshydroxylation de 9,41% d'argile déshydratée est inférieure à la perte de poids théorique de la kaolinite pure (13,37%). Une partie de cette perte pourrait s'expliquer par la présence, soit des OH liés à la matière organique, soit à des oxyhydroxydes de fer.

Les résultats de l'analyse chimique par ICP-OES sont présentés au Tableau 3-23 où l'on note les valeurs courantes de teneur en SiO₂ et Al₂O₃. La perte au feu de 20,25% est plus importante que la perte de masse révélée par l'ATG. On note une présence considérable en Fe₂O₃ (7,43%) et une teneur moindre en TiO₂ (1,17%) qui est cependant considérable pour des sols naturels.

Tableau 3-23: Composition chimique ICP-OES de **AT1**

Eléments	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	MgO	CaO	Na ₂ O	K ₂ O	MnO	TiO ₂	P ₂ O ₅	H ₂ O	Total
AT1	50,4	16,87	7,43	1,72	1,44	0,07	0,17	0,09	1,17	0,06	20,25	99,65

Une recherche de pics les plus pertinents à l'aide du logiciel de traitement EVA (qui utilise la base de données JCPDS-ICDD) a été effectuée et a permis d'avoir la configuration de la Figure 3-21.

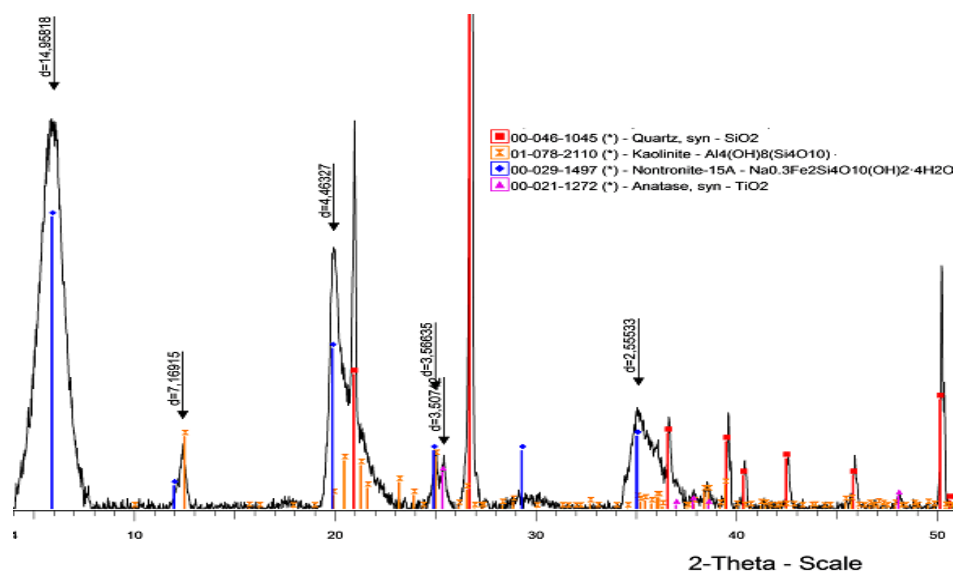


Figure 3-21 : Recherche des fiches dans la base pour **AT1**

De cette recherche basée sur tous les aspects précédemment abordés, on peut retenir que les minéraux les plus probables faisant parti de **AT1** sont ceux présentés dans le Tableau 3-24. Ce tableau donne le nom du minéral, le numéro de la fiche JCPDS-ICDD, la formule proposée, sa qualité, ainsi que le ratio I/Icor lorsqu'il est disponible (Cf. § 2-2-4-). Les différents types de qualité des fiches sont précisés en annexe 5.

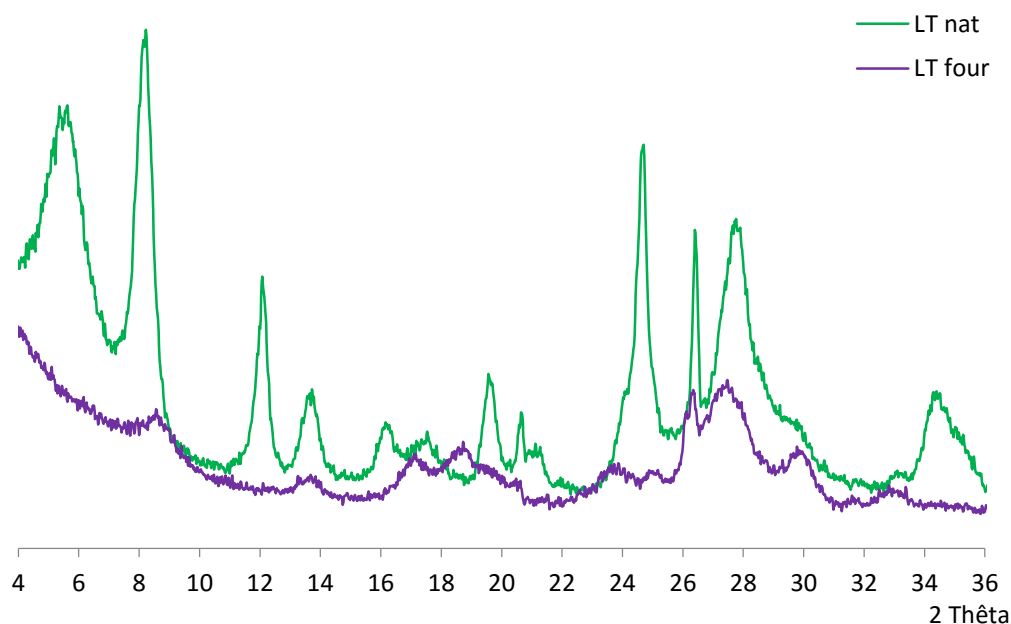
Tableau 3-24: Minéraux les plus probables de **AT1** selon le logiciel EVA

Minéral	Fiche	Formule	Qualité	I/Icor
Quartz	00-46-1045	SiO ₂	*	3,41
Kaolinite	01-78-2110	Al ₄ (OH) ₈ (Si ₄ O ₁₀)	*	0,87
Smectite	00-029-1497	Na _{0,3} Fe ₂ Si ₄ O ₁₀ (OH) ₂ 4H ₂ O	*	-
Anatase	00-021-1272	TiO ₂	*	3,3

Les éléments manquants dans les formules (au vu de l'ICP-OES) sont notamment le CaO, le K₂O et le MnO. Sur la cartographie, on constate que ces éléments sont concentrés en certains endroits (Figure 3-17) et donc n'ont pu être détectés ou pris en compte en raison de leur faible quantité.

3-2-2-3- Echantillon *LT*

La Figure 3-22 présente les diffractogrammes sur lames orientées (naturel – four à 550°C) de **LT**.

Figure 3-22 : DRX sur lames orientées (naturel – four à 550°C) de **LT**

La raie $15,5\text{\AA}$ ($5,7^\circ$) qui passe à 10\AA ($8,84^\circ$) laisse envisager la présence de smectites. La raie $7,1\text{\AA}$ (12°) qui disparaît après chauffage et la raie $3,60\text{\AA}$ ($24,7^\circ$) montrent la présence de kaolinite. On ne note pas une présence illitique qui se serait manifestée par la présence de raies à 10\AA ($8,84^\circ$), 5\AA ($17,73^\circ$) non affectée par le chauffage à 550°C . La palygorskite est mise en évidence par sa raie à $10,5\text{\AA}$ ($8,40^\circ$), puis deux autres réflexions à $6,5\text{\AA}$ ($13,60^\circ$) et $5,3\text{\AA}$ ($16,70^\circ$) ; cette première réflexion à $10,5\text{\AA}$ ($8,4^\circ$) a disparu après chauffage à 500°C ; ce comportement est dû à une grande perte en eau de ces minéraux avant 500°C révélée par l'analyse thermogravimétrique. On note d'autres raies à $3,2\text{\AA}$ ($27,8^\circ$) et $2,61\text{\AA}$ ($34,3^\circ$) respectivement indicateurs de plagioclase (tectosilicates de la famille des feldspaths) et de boehmite (polymorphe γ de $\text{AlO}(\text{OH})$). On remarque la raie du quartz à $26,7^\circ$ habituellement importante est très minime ce qui laisse présager de l'absence de quartz dans l'échantillon.

L'observation au microscope électronique à balayage environnemental (MEBE), a été faite sur des échantillons bruts dont la surface observée a été obtenue par fracture. On note la structure fibreuse des minéraux qui se présentent sous forme de bâtonnets de 1 à $3\mu\text{m}$ de longueur et de $0,05$ à $0,1\mu\text{m}$ environ d'épaisseur (Figure 3-23-A, B et C). Ces fibres sont mélangées à quelques particules de forme plus arrondie.

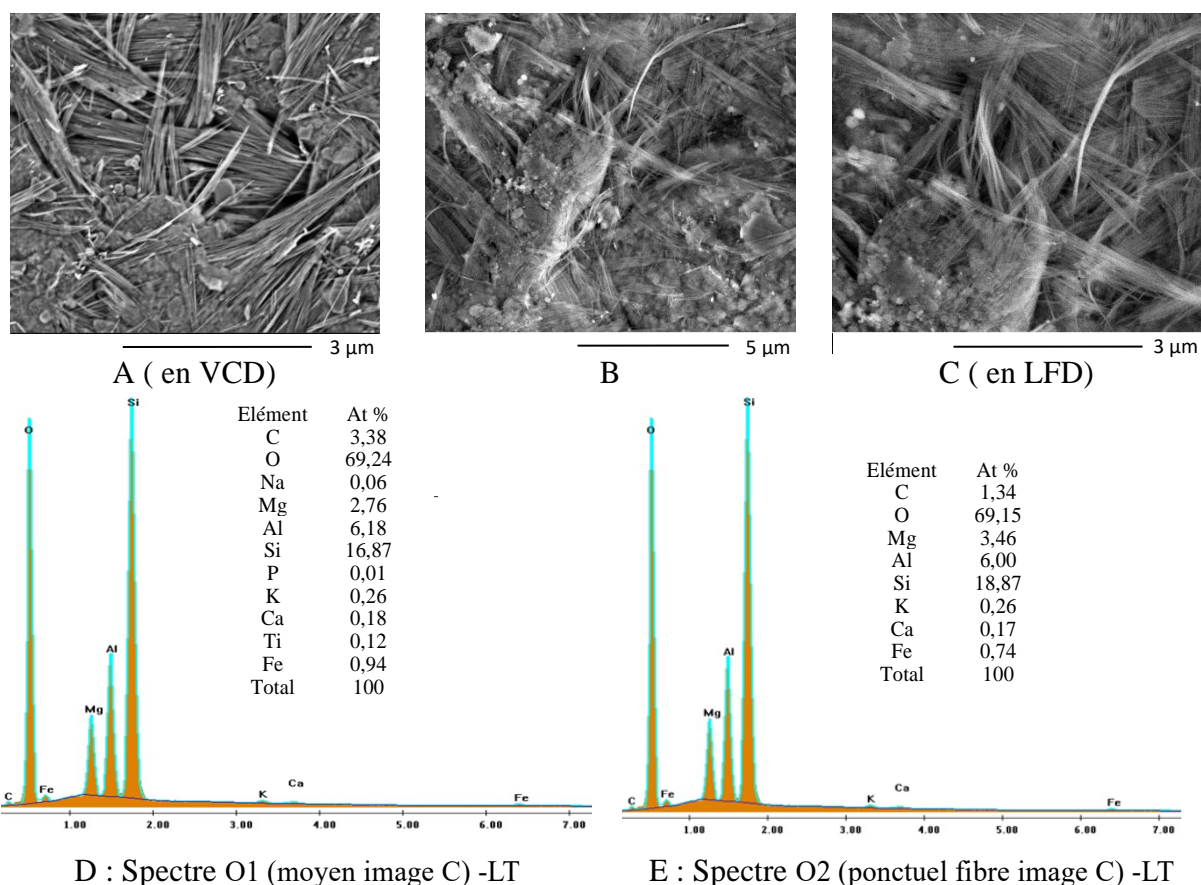


Figure 3-23 : Photos MEB et spectres EDS de LT

L'interprétation minéralogique de la quantification (At %) du spectre O1 (moyen) – LT (Figure 3-23-D) et du spectre O2 (ponctuel fibre) – LT (Figure 3-23-E) révèle essentiellement de la palygorskite.

La cartographie réalisée nous donne les acquisitions de la Figure 3-24. Pour presque tous les éléments, on note une homogénéité au niveau de leur répartition dans l'échantillon. On note néanmoins quelques points lumineux au niveau des éléments comme le carbone, le fer, le potassium et le titane. Ces éléments sont superposés sur la Figure 3-25.

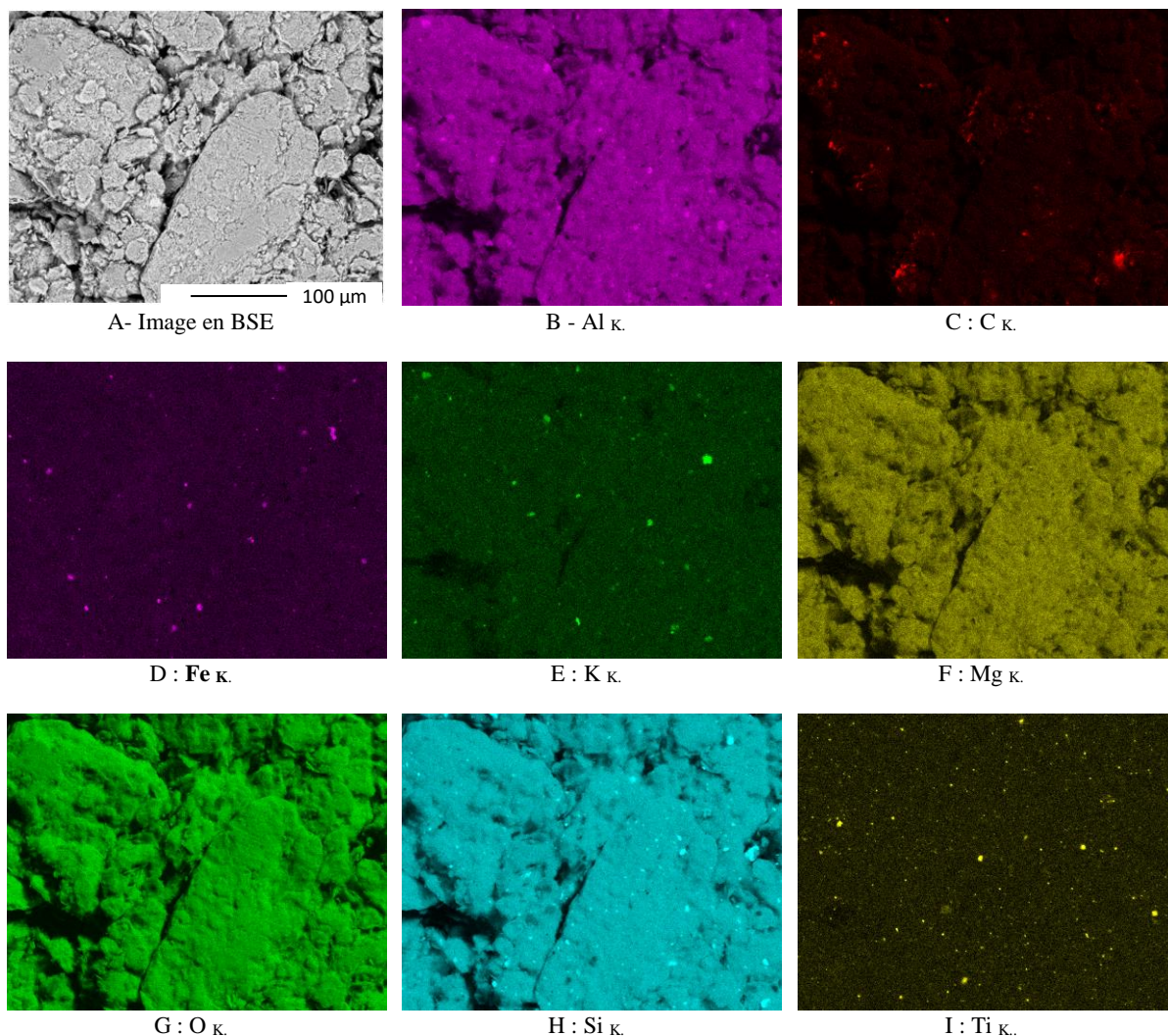


Figure 3-24 : Cartographies chimiques élémentaires de LT

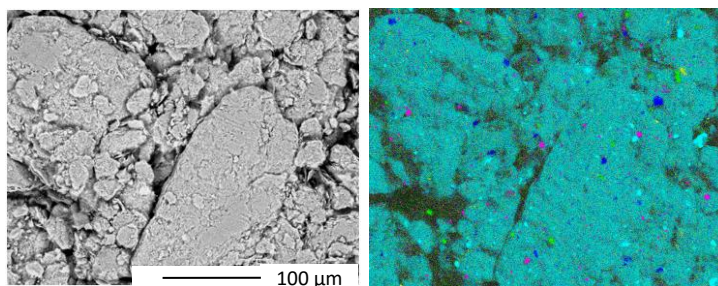


Figure 3-25 : Superposition d'éléments de cartographie de LT
Si (cyan), K (bleu), Fe (vert), Ti (magenta) – Ca (jaune)

A partir des spectres EDS ponctuels collectés en chaque pixel, une reconstitution de phase a été faite par une approche statistique et est présentée sur la Figure 3-26. La cartographie effectuée

sur l'échantillon **LT** montre que c'est un sol très homogène. En effet, on a une seule phase dominante en bleu; les parties en vert représentent des zones d'ombre créées par un important relief et non accessible à l'analyse.

La similitude du spectre (Figure 3-26-B) avec les précédents (Figure 3-23-D et E) confirme l'homogénéité du matériau. La phase 1 majoritaire en bleu est un mélange de palygorskite et de smectite (tel que révélé par la DRX); son spectre (Figure 3-26-B), dont la quantification en % atomique est compatible avec la stœchiométrie d'une palygorskite de référence (Figure 3-13-D), la seule différence étant que le magnésium est en plus petite quantité dans l'échantillon **LT** et que le fer est aussi présent (1,45%).

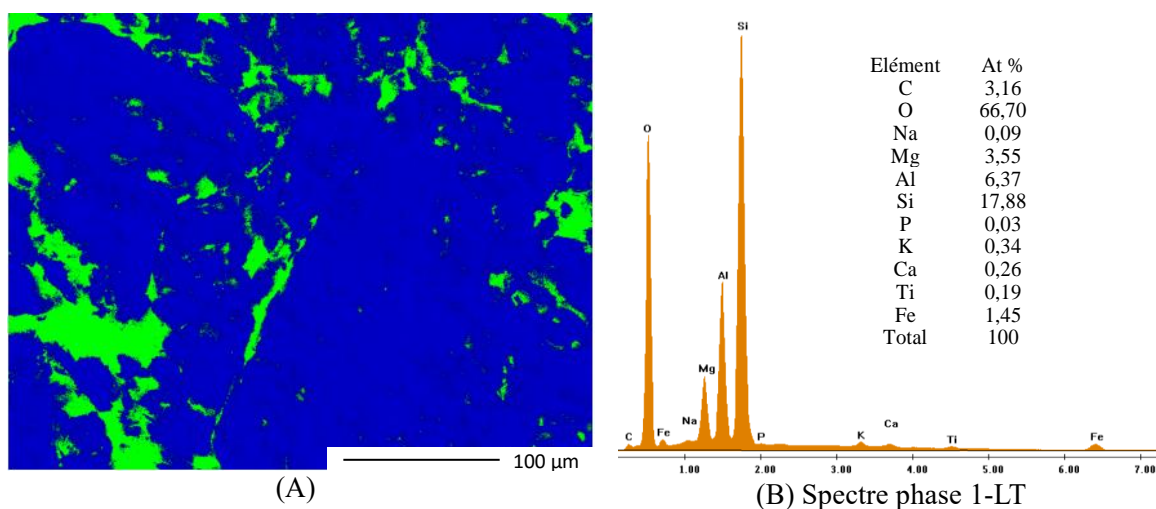


Figure 3-26 : Reconstitution de phase et spectre de la phase principale de **LT** (en bleu)

Les résultats d'analyse thermique différentielle/thermogravimétrie associée à la spectrométrie de masse sont présentées à la Figure 3-27 et à la Figure 3-28.

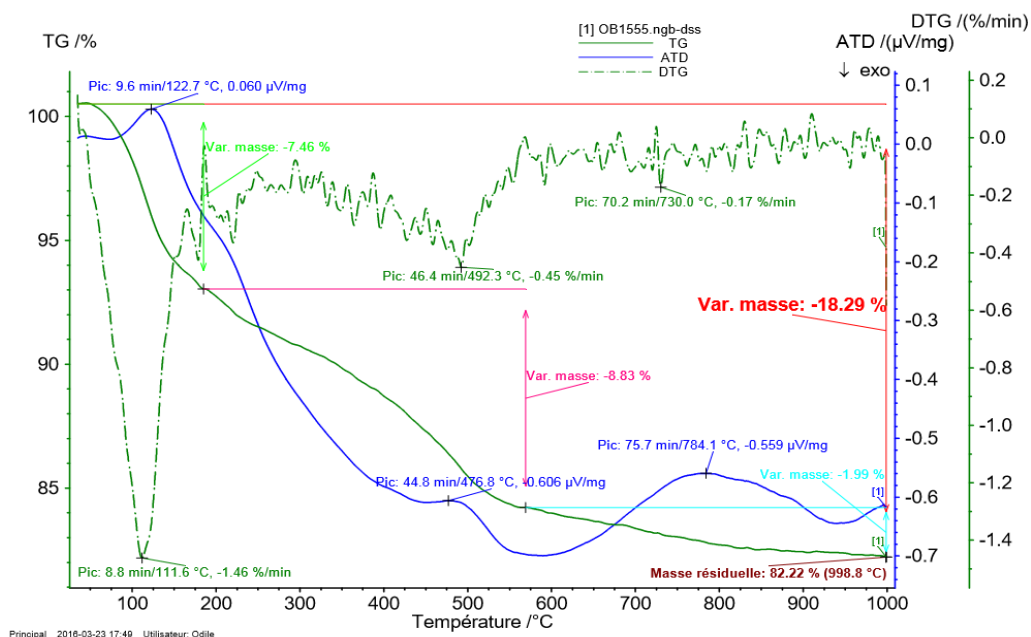


Figure 3-27 : Courbes ATD – TD – DTG de **LT**

Tout comme le spectrogramme de masse de la palygorskite de référence (Figure 3-12-D), la Figure 3-28 révèle 3 départs d'eau avant 600°C. On note dans l'intervalle 0 - 220°C (perte de masse associée = 8,37 %) le premier effet très important (premier pic à 124,3 °C) s'explique par la perte de l'eau zéolithique, c'est-à-dire l'eau comprise dans les canaux structuraux des argiles fibreuses. On note un dédoublement du pic plutôt mis en exergue par la courbe DTG à 179°.

Le deuxième phénomène mieux perçu sur la courbe DTG (pic à 221°C) correspond au départ de l'eau de cristallisation coordonnée aux cations octaédriques en bordure des éléments de feuillets; ce phénomène se produit dans la fourchette de température 220 - 325°C avec une perte de masse associée = 1,80 %.

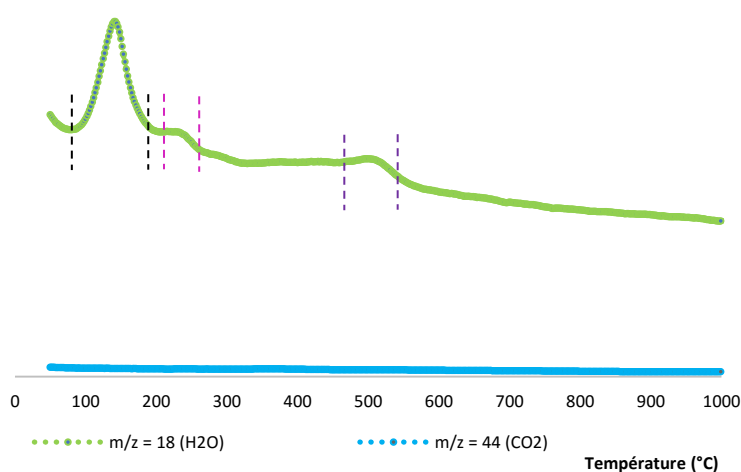


Figure 3-28 : Spectre de masse de **LT**

Dans la fourchette 325°C - 555°C (perte de masse associée = 6,05 %) se produit le troisième effet relativement important (pic à 483,8°C) témoignant du départ des hydroxydes structuraux. Ces pertes de masses associées aux plages de températures précédemment définies peuvent être comparées (Tableau 3-25) à ceux de deux palygorskites (palygorskite du moyen-âge et palygorskite de Nianing (El Faleh et al. 2002)). La 1^{ère} perte de masse est proche de celle des 2 argiles; cependant la deuxième est plus faible et la 3^{ème} perte plus élevée. La somme des 3 pertes de 16,22% est cependant comparable à celle des deux palygorskites.

Tableau 3-25: Composition des pertes de masse de **LT** avec d'autres palygorskites

	1 ^{ère} perte (%)	2 ^{ème} perte (%)	3 ^{ème} perte (%)	Perte totale (%)
LT	8,4	1,8	6,0	16,2
Palygorskite du moyen-âge	8,2	3,3	4,4	15,9
Palygorskite de Nianing	8,8	3,9	3,9	16,7

On note ensuite un large pic endo autour de 785,6° associée à une perte de masse de 1,99% qui peut être attribuée à une smectite; l'essentiel de l'eau est partie avant 600° confirme qu'il s'agit plutôt d'une argile à dominance fibreuse (Yan et al. 2012).

Les résultats de l'analyse chimique de cet échantillon sont présentés au Tableau 3-26.

Tableau 3-26: Composition chimique ICP-OES de LT

Eléments	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	MgO	CaO	Na ₂ O	K ₂ O	MnO	TiO ₂	P ₂ O ₅	H ₂ O	Total
LT	51,12	15,27	5,3	5,73	0,67	0,08	0,66	0,09	0,73	0,18	19,58	99,4

En dehors des valeurs de SiO₂, Al₂O₃ et de MgO escomptées, ce tableau révèle une forte teneur en Fe₂O₃ (5,3%). Cette présence est confirmée par les résultats de la Figure 3-24-D.

Une recherche de pics les plus pertinents à l'aide du logiciel EVA a été effectuée et a permis d'avoir la configuration de la Figure 3-29.

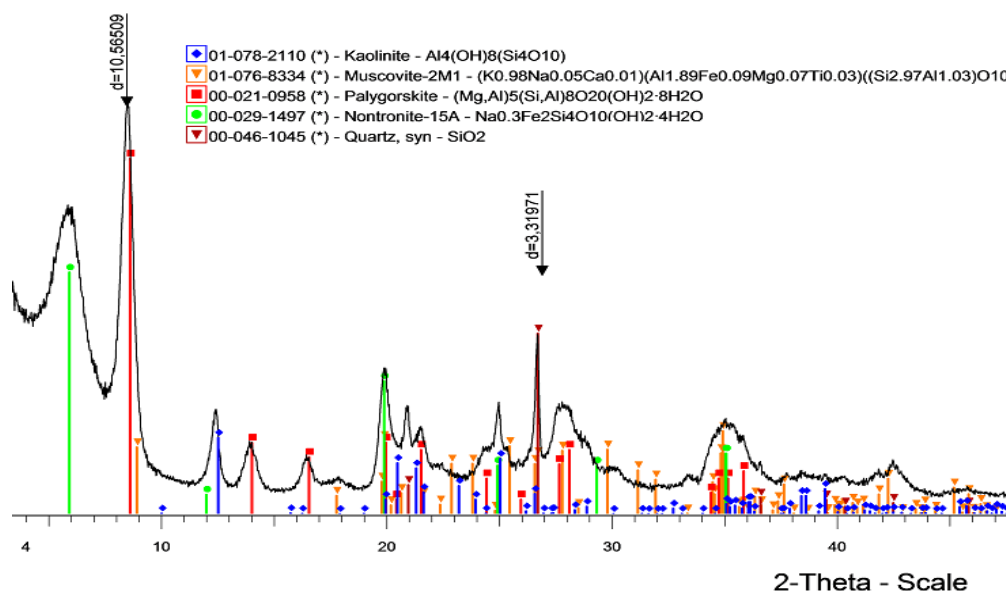


Figure 3-29 : Recherche des fiches dans la base pour LT

De cette recherche basée sur tous les aspects précédemment abordés, on peut retenir les minéraux les plus probables de LT présentés au Tableau 3-27. La nontronite est une forme de smectite, un silicate hydraté naturel de fer appartenant à la famille des argiles. La palygorskite, une argile fibreuse. La muscovite, un silicate d'aluminium de potassium, de magnésium, de titane, de sodium, de calcium et de fer.

Tableau 3-27: Minéraux les plus probables de LT

Minéral	Fiche	Formule	Qualité	I/Icor
Quartz	00-46-1045	SiO ₂	*	3,41
Kaolinite	01-78-2110	Al ₄ (OH) ₈ (Si ₄ O ₁₀)	*	0,87
Palygorskite	00-021-0958	(Mg,Al) ₅ (Si,Al) ₈ O ₂₀ (OH) ₂ 8H ₂ O	*	-
Smectite	00-029-1497	Na _{0.3} Fe ₂ Si ₄ O ₁₀ (OH) ₂ 4H ₂ O	*	-
Muscovite	01-076-8334	(K _{0.98} Na _{0.05} Ca _{0.01})(Al _{1.89} Fe _{0.09} Mg _{0.07} Ti _{0.03})(Si _{2.97} Al _{1.03})O ₁₀	*	0,42

3-2-2-4- Echantillon SA

La Figure 3-30 présente les diffractogrammes sur lames orientées de SA.

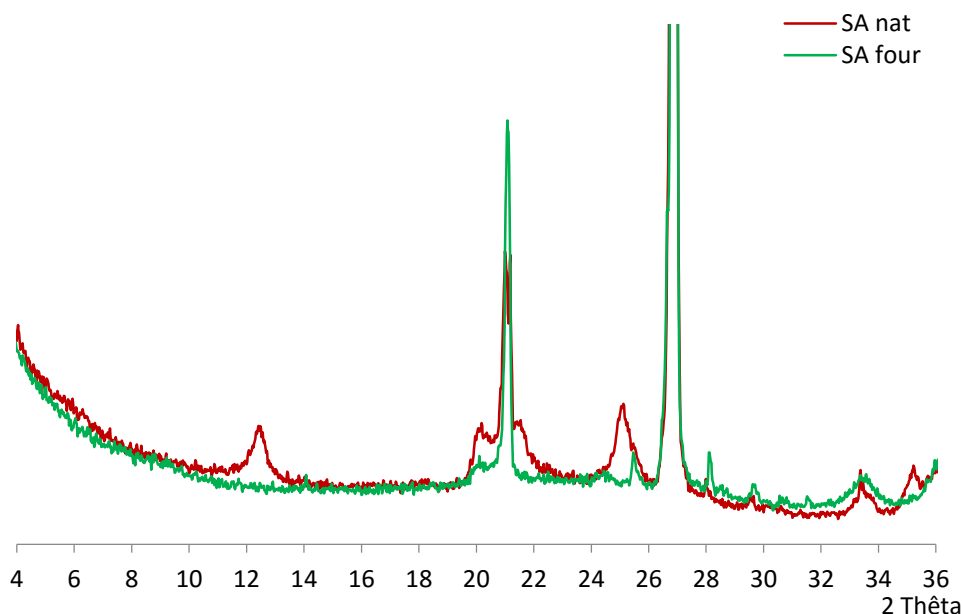


Figure 3-30 : DRX sur lames orientées (naturel – four à 550°C) de SA

La première raie est obtenue à 7Å (12,62°) ; elle disparaît après chauffage ce qui montre la présence de kaolinite. Le quartz est représenté par sa raie à 26,7°. On note une raie à 33,2° signe d'un oxyde de fer.

L'observation au microscope a donné les images ainsi que les spectres de la Figure 3-31.

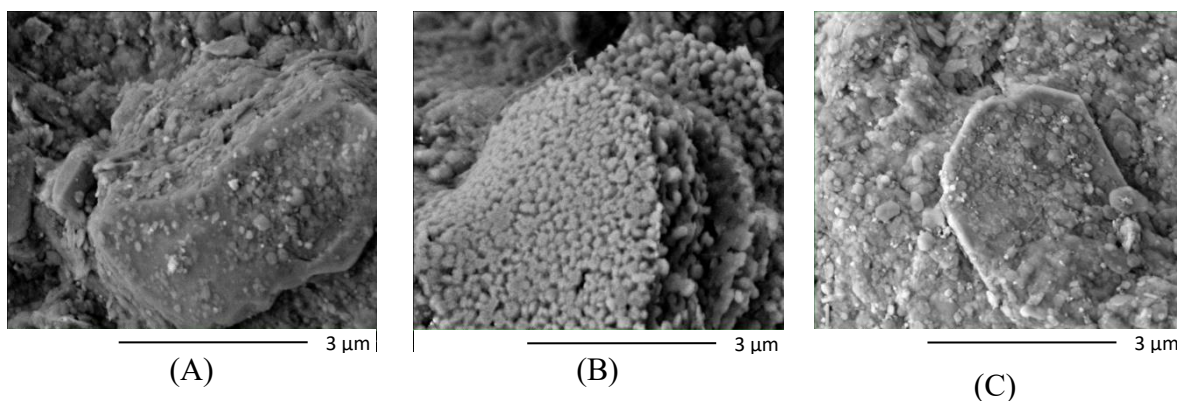


Figure 3-31 : Quelques images MEB de SA

On note deux différents aspects : une superposition de particules de forme hexagonale (Figure 3-31-A), une structure grumeleuse qui a l'aspect d'un oxyde de fer (Figure 3-31-B). La Figure 3-31-C montre une particule recouverte d'oxyde et d'autres éléments.

Quelques spectres réalisés à différents endroits sont présentés à la Figure 3-32.

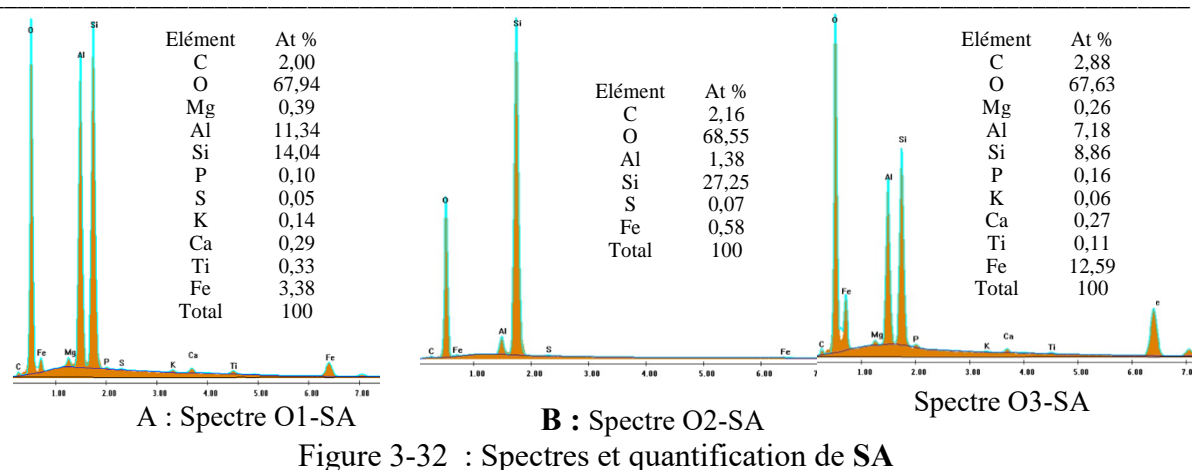


Figure 3-32 : Spectres et quantification de SA

L'interprétation minéralogique de la quantification (At %) du spectre O1 – SA (Figure 3-32-A) révèle (au premier ordre) la présence de 74 % de kaolinite, 8% de SiO₂ et 10.2 % de goethite. L'interprétation minéralogique de la quantification (At %) du spectre O2 – SA (Figure 3-32-B) révèle essentiellement la présence de quartz tandis que l'interprétation du spectre O3 – SA (Figure 3-32-C) révèle un mélange de 47% de kaolinite, 5% de quartz et 38 % de goethite.

La cartographie réalisée a permis d'avoir les acquisitions de la Figure 3-33.

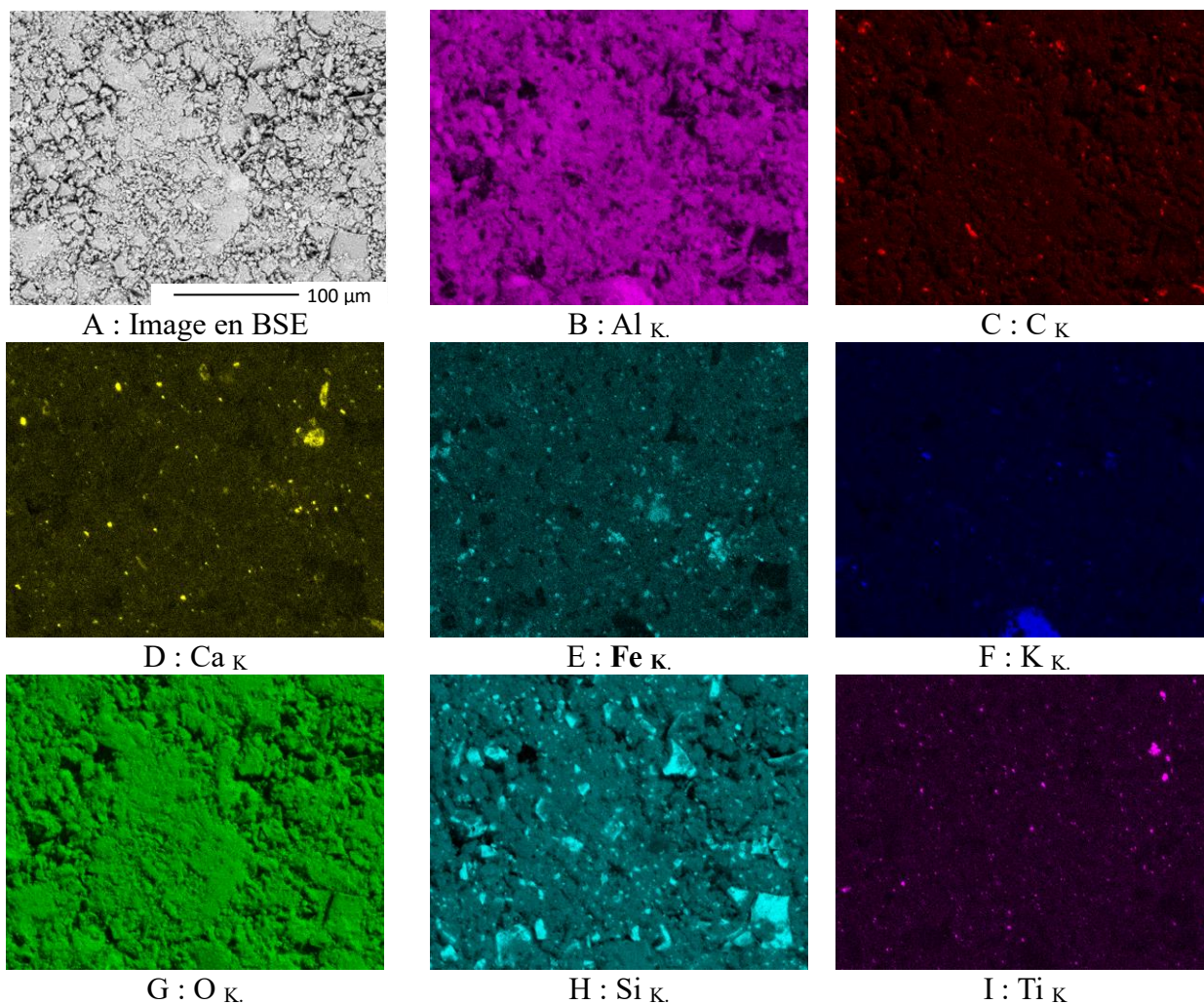


Figure 3-33 : Cartographies chimiques élémentaires de SA

On note une concentration par endroits des éléments (C, Ca, Fe, K, Mg, Si, Ti), qui se retrouvent également dans tout l'échantillon. Ces éléments sont superposés sur la Figure 3-34.

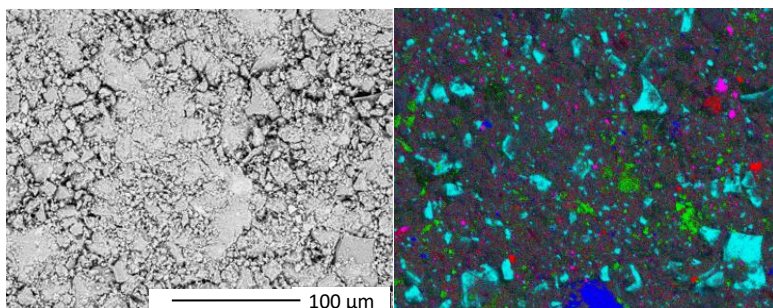
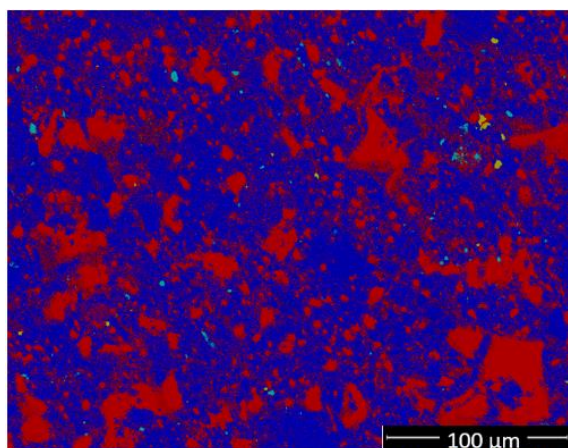


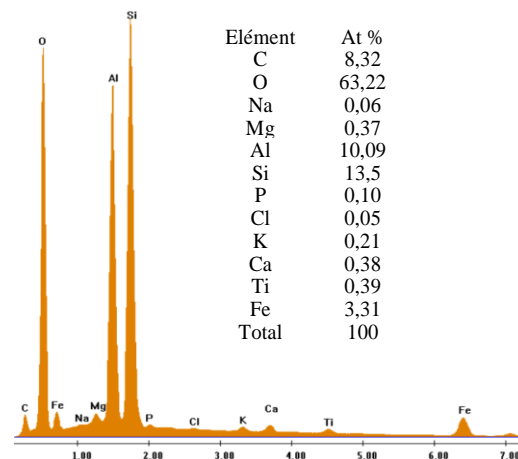
Figure 3-34 : Superposition de quelques cartographies élémentaires de SA
Si (cyan), K (bleu), Mg (rouge), Fe (vert), Ti (magenta)

A partir des des spectres EDS collectés en chaque pixel, une reconstitution de phase a été faite et a donné le résultat suivant : 3 phases ont été identifiées dont deux principales. Les spectres types (identifiés statistiquement) caractéristiques de chacune des phases sont représentés ci-après.



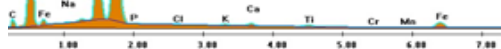
A

Elément	At %
C	6,79
O	63,29
Na	0,04
Mg	0,16
Al	5,15
Si	21,90
P	0,05
Cl	0,03
K	0,10
Ca	0,21
Ti	0,19
Cr	0,02
Mn	0,03
Fe	2,04
Total	100

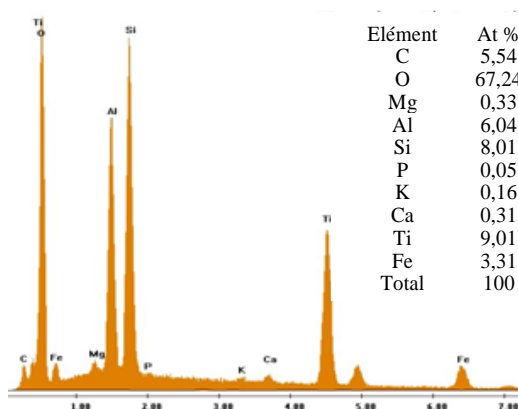


B : Spectre phase 1 - SA

Elément	At %
C	8,32
O	63,22
Na	0,06
Mg	0,37
Al	10,09
Si	13,5
P	0,10
Cl	0,05
K	0,21
Ca	0,38
Ti	0,39
Fe	3,31
Total	100



C : Spectre phase 2 - SA



D : Spectre phase 3 - SA

Elément	At %
C	5,54
O	67,24
Mg	0,33
Al	6,04
Si	8,01
P	0,05
K	0,16
Ca	0,31
Ti	9,01
Fe	3,31
Total	100

Figure 3-35 : Reconstitution de phase - Spectre et quantification de SA

L'interprétation minéralogique de la quantification (At %) du spectre de la phase 1 – SA majoritaire en bleu (63,05 % de la surface nette) révèle (au premier ordre) un mélange de 66 % de kaolinite, 10% de SiO₂ et 10 % de goethite. L'interprétation minéralogique de la quantification (At %) de la phase 2 – SA (en rouge) (Figure 3-35-C) (36,46%) est majoritairement du quartz. Le spectre de la phase 3-SA représentée par la couleur verte (0,16 %) (Figure 3-35-C) est constituée d'oxydes de titane et de fer et de silicates.

Les résultats d'analyse thermique différentielle et thermogravimétrie associée à la spectrométrie de masse sont présentées à la Figure 3-36 et la Figure 3-37.

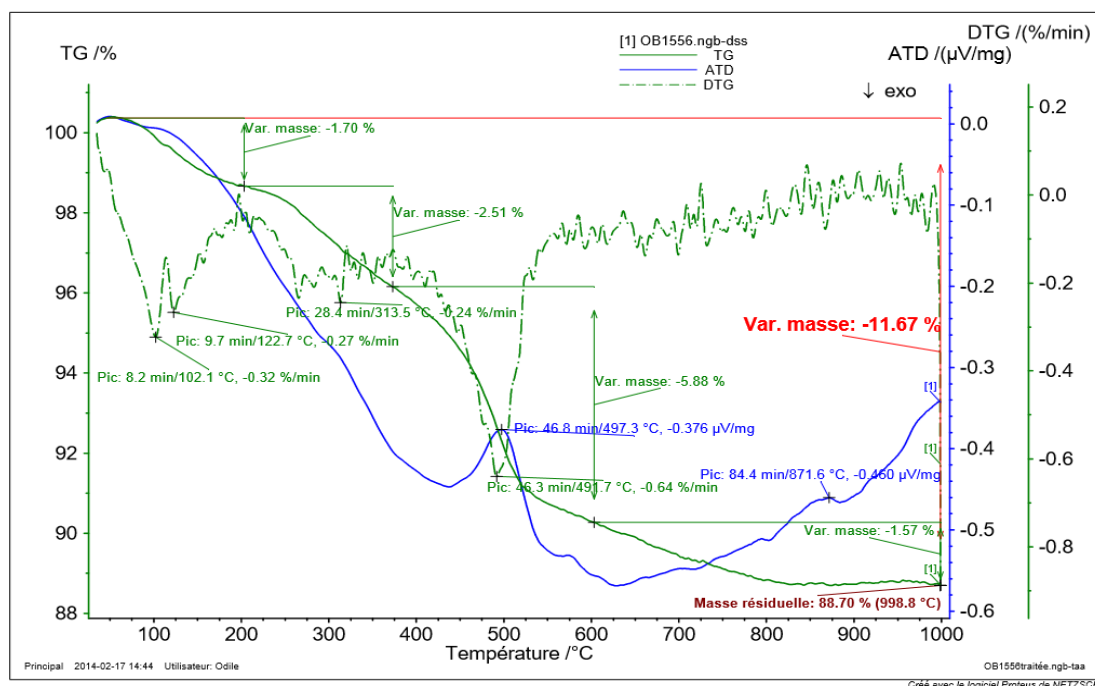


Figure 3-36 : Courbes ATD – TD – DTG de SA

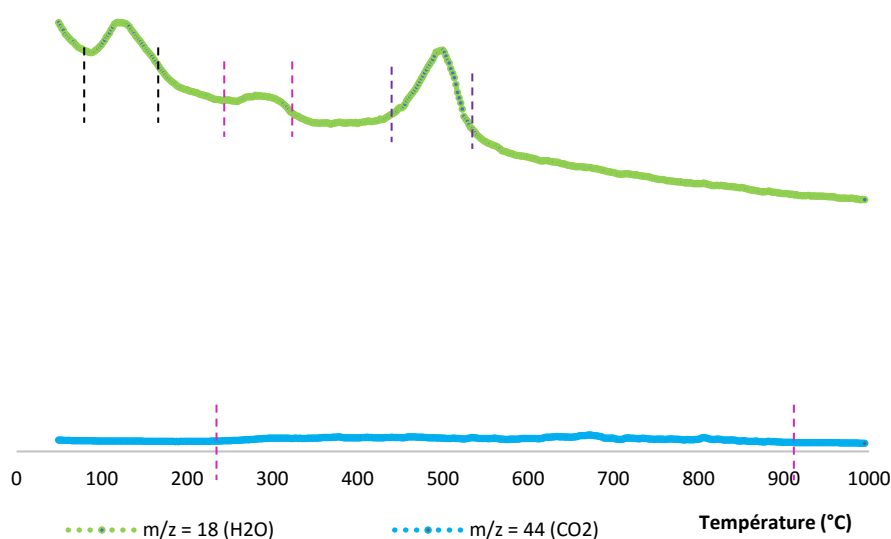


Figure 3-37 : Spectromètre de masse de SA

Le pic ATD attribué au départ de l'eau interfoliaire et interparticulaire n'est pas perceptible ; cependant la courbe DTG montre un pic à 102°C suivi d'un autre à 122,7°C. Une perte de masse de 1,70% est associée à ce premier phénomène. Dans ce diagramme apparaît une très faible inflexion endothermique vers les 300°C confirmée par un pic DTG à 313°C et associée à une perte de masse de 2,51% qui marque la présence d'oxyhydroxyde de fer. Le phénomène est précisé sur le spectromètre de masse entre 260°C et 340°C. L'essentiel de la perte de masse se note entre 460° et 540° correspondant à la déshydroxylation de la kaolinite; on note un pic endothermique très marqué à 491,7°C suivi d'un petit pic endothermique vers 580°C qui marque la transformation du quartz α en quartz β . La dernière perte de masse de 1,57% est associée à une série de petits pics : exothermiques à 800 et 882°C et endothermique à 871°C. Une étude de Soro (2003) a montré qu'une teneur en fer considérable de la kaolinite pouvait conduire à la disparition complète du pic exothermique à 980°C.

Les résultats de l'analyse chimique par ICP-OES sont présentés au Tableau 3-28. On note une teneur assez élevée en fer et une perte au feu relativement faible de 12,82% qui laisse présager d'une teneur en quartz relativement considérable.

Tableau 3-28: Composition chimique ICP-OES de SA

Eléments	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	MgO	CaO	Na ₂ O	K ₂ O	MnO	TiO ₂	P ₂ O ₅	H ₂ O	Total
SA	55,43	16,79	10,85	0,46	0,95	0,10	0,25	0,11	1,25	0,40	12,82	99,39

La Figure 3-38 nous donne les résultats de recherche des pics les plus pertinents à l'aide du logiciel EVA.

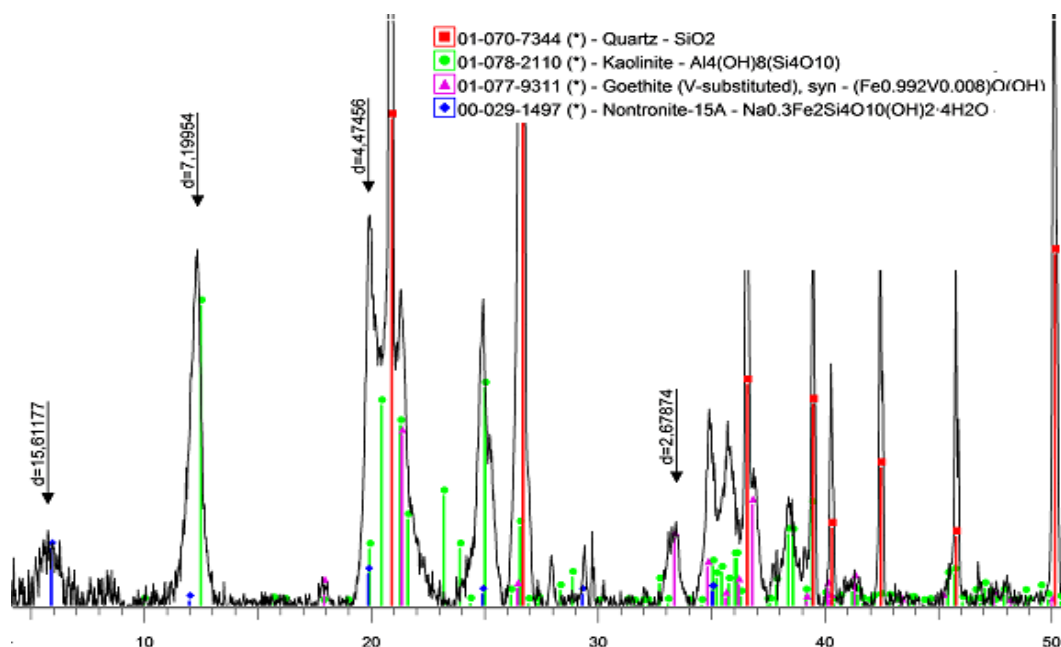


Figure 3-38 : Recherche des fiches dans la base pour SA à l'aide du logiciel EVA

De ces diverses analyses, on peut retenir que les minéraux les plus probables faisant parti de lama 3 sont les suivants (Tableau 3-29).

Tableau 3-29: Minéraux les plus probables de SA

Minéral	Fiche	Formule	Qualité	I/Icor
Quartz	00-46-1045	SiO ₂	*	3,05
Kaolinite	01-78-2110	Al ₄ (OH) ₈ (Si ₄ O ₁₀)	*	0,87
Smectite	00-029-1497	Na _{0,3} Fe ₂ Si ₄ O ₁₀ (OH) ₂ 4H ₂ O	*	-
Goethite	01-077-9311	(Fe _{0,992} V _{0,008})O(OH)	*	2,92

Les éléments manquants dans les formules (au vu de l'ICP-OES) sont notamment le TiO₂, le CaO, le K₂O et le MnO sont en traces.

3-2-2-5- Echantillon AT2

La Figure 3-39 présente les diffractogrammes sur lames orientées (naturel – four à 550°C) de AT2.

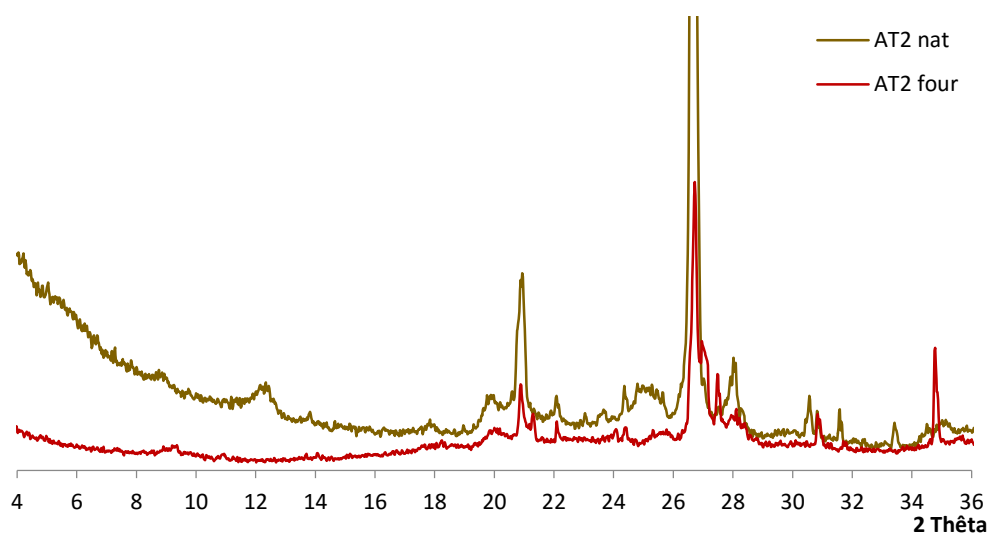


Figure 3-39 : DRX sur lames orientées (naturel – four à 550°C) de AT2

La faible raie à 14Å (6,32°) qui passe à 10Å (8,84°) laisse envisager la présence de smectites. La raie 7Å (12,62°) qui disparaît après chauffage montre la présence de kaolinite. Le quartz est représenté par une raie caractéristique à 26,7°. On note une légère présence illitique qui se manifeste par la présence de raies à 10 Å (8,84°), 5 Å (17,73°) non affectée par le chauffage à 550°C.

L'observation au microscope a donné les images et spectres présentés sur la Figure 3-40.

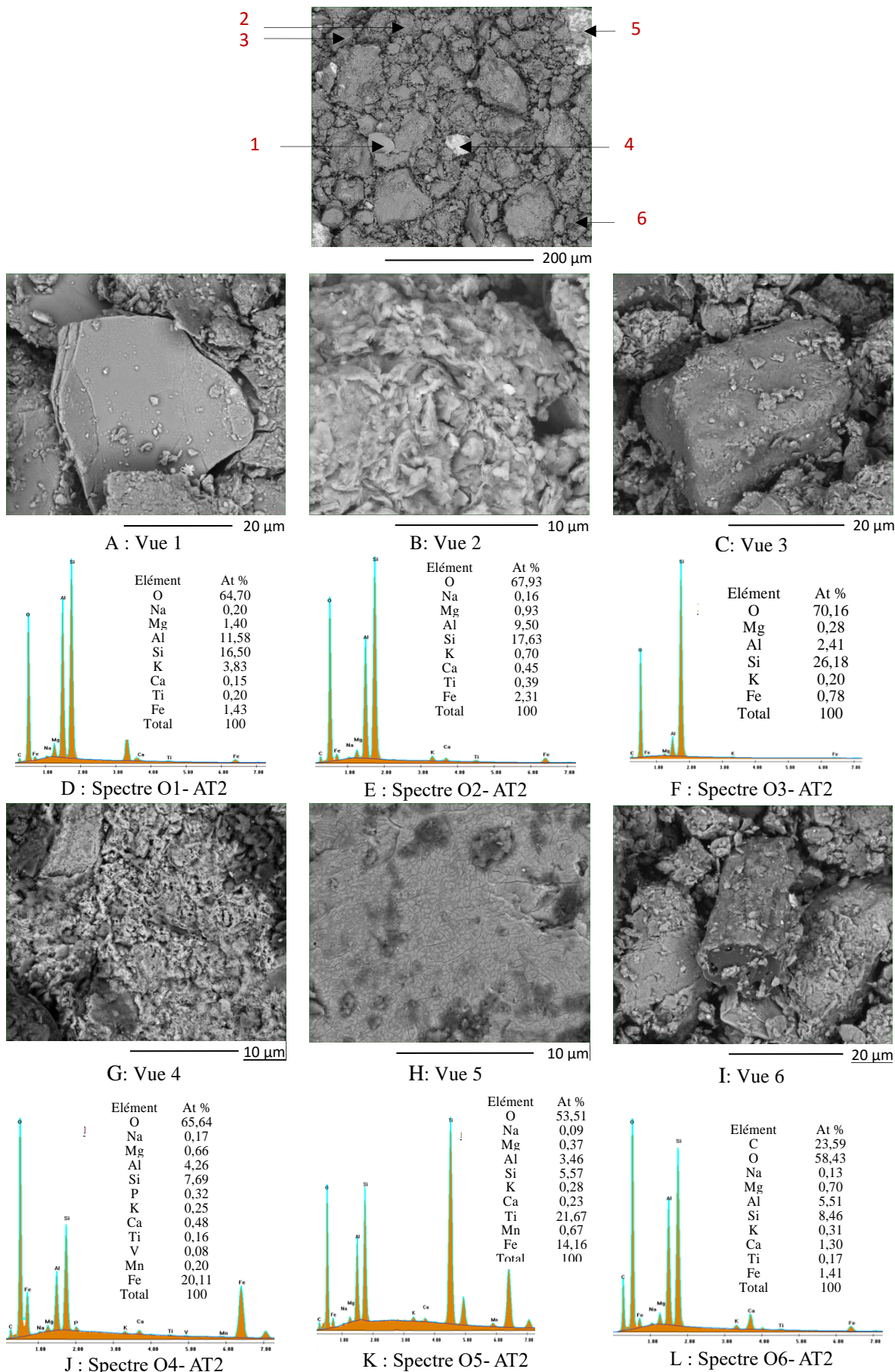


Figure 3-40 : Images et spectres EDS de AT2

Les plaquettes visibles sur la Figure 3-40-A ainsi que le spectre EDS local (Figure 3-40-D) acquis sur ces plaquettes illustre que nous sommes en présence d'illite. La Figure 3-40-B et le spectre EDS local de la Figure 3-40-E peuvent faire penser à un smectite ou à un inter-stratifié. L'interprétation du spectre EDS de la Fig. 3-40-E reste néanmoins délicate. Le spectre EDS (Figure 3-40-C) mesuré localement confirme qu'il s'agit de quartz avec des traces de silicates. Le spectre de la Figure 3-40-J mesuré sur la Figure 3-40-G suggère la présence marquée d'oxyhydroxydes de Fer et d'argiles (inter stratifiés illite –smectite) ; On retrouve aussi une forte présence d'oxyhydroxydes de Fe et d'oxyde de Ti sur le spectre de la Figure 3-40-K mesure sur la Figure 3-40-H. Enfin le spectre de la Figure 3-40-L révèle la présence de matière organique (Figure 3-40-I). L'acquisition de données spectrales en mode cartographie réalisée sur cet échantillon a donné les images élémentaires de la Figure 3-41.

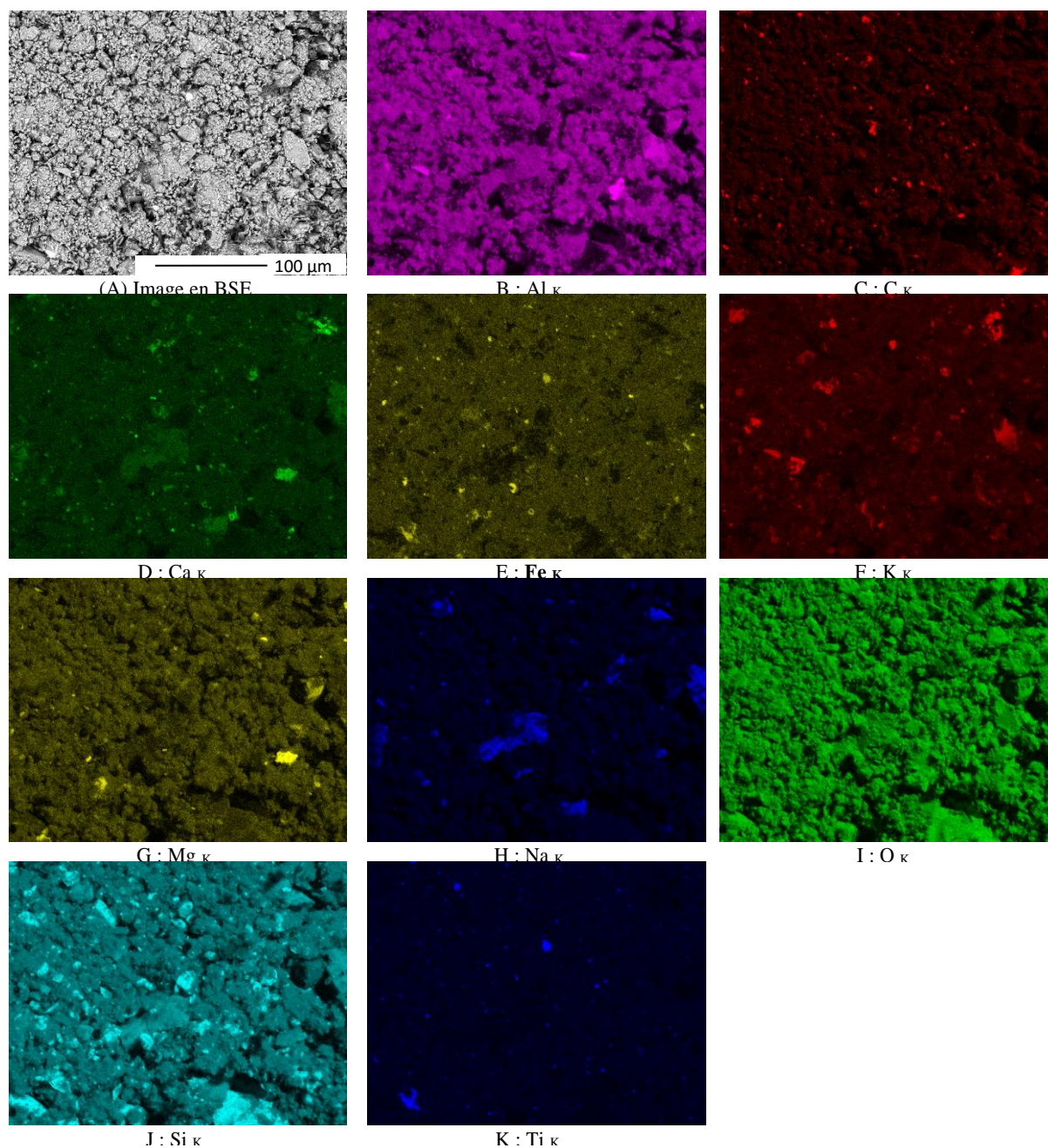


Figure 3-41 : Cartographies d'éléments de AT2

Si l'on note pour l'aluminium et l'oxygène une homogénéité au niveau de leur répartition dans l'échantillon, on constate que pour la plupart des éléments (Calcium, fer, potassium, magnésium, sodium, silice et titane), qui se retrouvent également dans tout l'échantillon, on note une concentration par endroits. Ces éléments sont superposés sur la Figure 3-42.

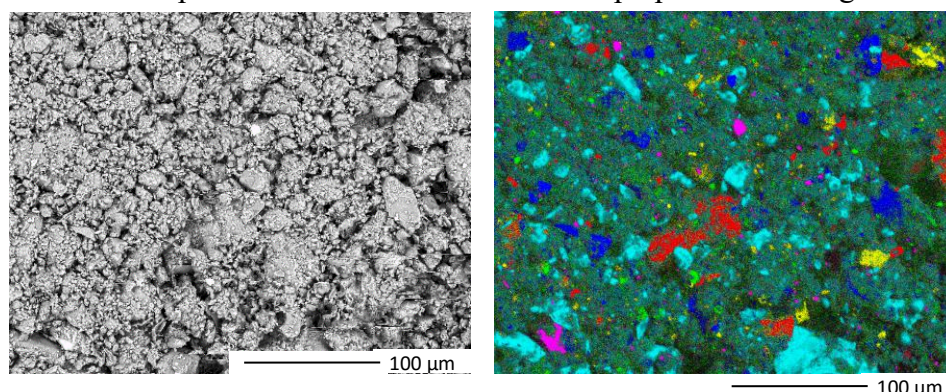
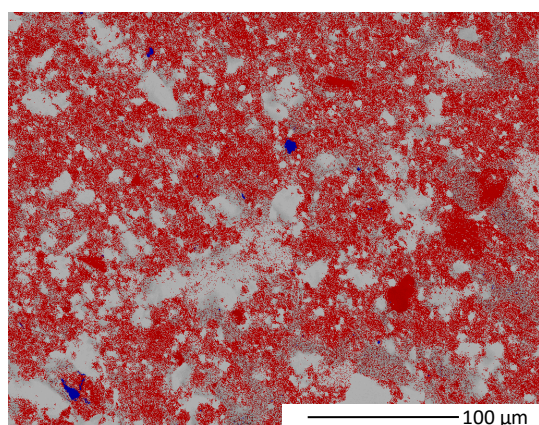


Figure 3-42 : Superposition de quelques cartographies élémentaires de de **AT2**
Bleu (K) - cyan (Si) – Magenta (Ti) - Vert (Fe) - jaune (Ca) – Rouge (Na)

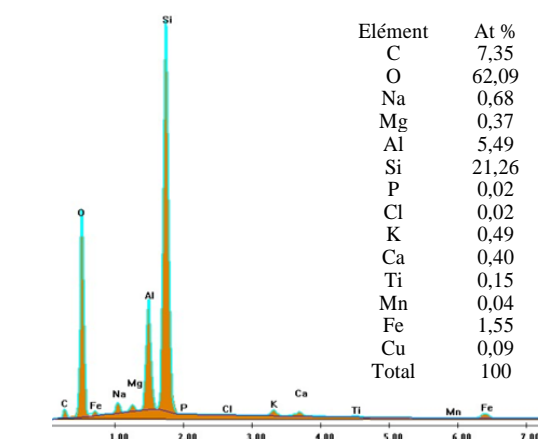
Ces superpositions révèlent l'hétérogénéité du matériau. On remarque une part importante de quartz, de potassium, de calcium et moins de fer sous forme d'oxyde.

A partir des spectres EDS ponctuels collectés en chaque pixel, une reconstitution de phase a été faite par une approche statistique et a donné la répartition minérale présentée sur la Figure 3-43.

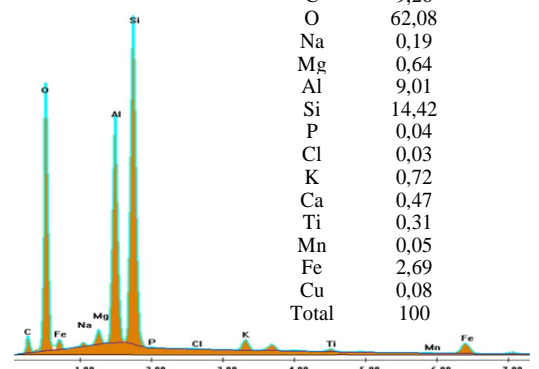


A

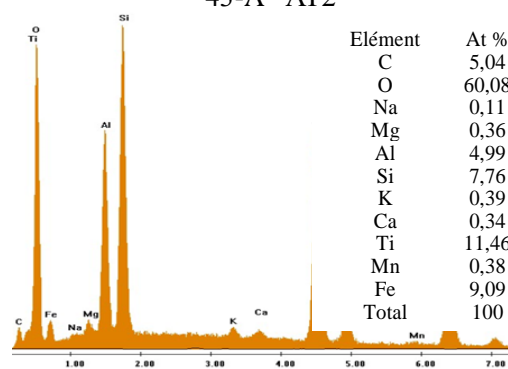
Elément	At %
C	9,26
O	62,08
Na	0,19
Mg	0,64
Al	9,01
Si	14,42
P	0,04
Cl	0,03
K	0,72
Ca	0,47
Ti	0,31
Mn	0,05
Fe	2,69
Cu	0,08
Total	100



B : Spectre de la phase 1 en gris sur la Figure 3-43-A – AT2



C : Spectre de la phase 2 en rouge sur la Figure 3-43-A – AT2



D : Spectre phase 3 – AT2

Figure 3-43 : Reconstitution de phase - Spectres de phases et quantification pour **AT2**

La reconstitution de phases de la Fig. 3-43 donne donc 3 phases principales : l'interprétation minéralogique de la première phase en gris (occupant 54% de la surface de la Figure 3-43-A) n'est pas triviale : la quantification At % donnée sur la Figure 3-43-B est néanmoins compatible avec un mélange dominé par quartz (47,5 %) de kaolinite (36%), d'oxyhydroxydes de Fe 5%. Le spectre EDS (Figure 3-43-C) de la deuxième phase en rouge sur la Figure 3-43-A (46 % de la surface) révèle un mélange d'argiles qui peuvent être des inter-stratifiés smectite-kaolinite-illite. La troisième phase en bleu moins présente inclut des oxydes de titane et des oxyhydroxydes de fer sur un *fond* argileux.

Les résultats d'analyse thermique différentielle/thermogravimétrie associée à la spectrométrie de masse sont présentées à la Figure 3-44 et à la Figure 3-45.

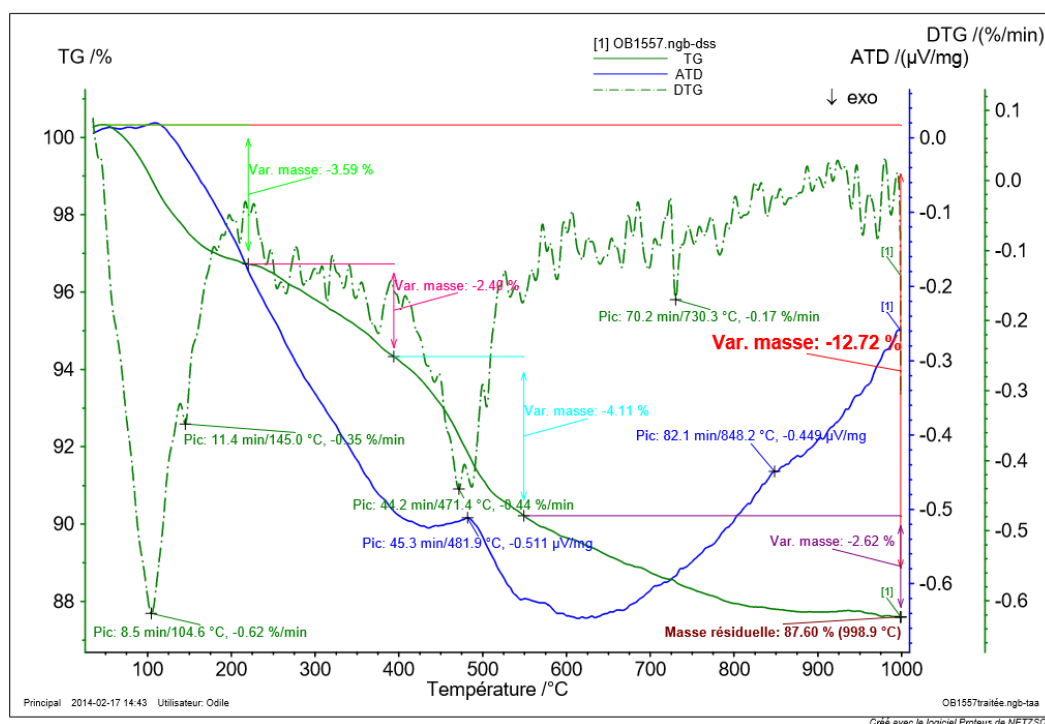


Figure 3-44 : Courbes ATD – TD – DTG de AT2

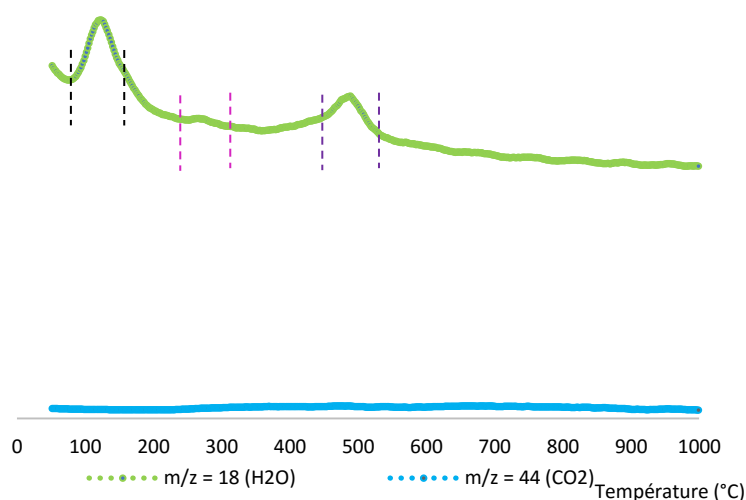


Figure 3-45 : Spectromètre de masse de AT2

Le spectromètre de masse nous montre 4 départs d'eau entre les fourchettes de températures 100-200°C; 260-320°C et 440-520°C; le dernier départ se fait de 520°C jusqu'à la fin. Au premier départ correspond un pic endothermique pas très net à 109° avec une perte de masse associée de 3,59 %. Le deuxième départ est accompagné d'une perte de masse de 2,49%. Au troisième départ, on note ensuite un pic endothermique marqué à 481,9° accompagnée d'une perte de masse d'environ 4,11 %. Entre 600° et 1000°C, on note plusieurs petits pics pas très précis avec cependant une perte de masse associée de 2,62% pour la 4ème perte de masse.

Les résultats de l'analyse chimique par ICP-OES sont présentés au Tableau 3-30.

Tableau 3-30: Composition chimique ICP-OES de **AT2**

Eléments	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	MgO	CaO	Na ₂ O	K ₂ O	MnO	TiO ₂	P ₂ O ₅	H ₂ O	Total
AT2	54,93	17,89	6,74	1,12	1,39	0,76	1,38	0,14	1,28	0,15	13,87	99,6

En plus de l'oxyde de fer qui est en teneur de 6,74 %, on constate que tous les éléments présents ont des teneurs comprises entre 1,12 et 1,39 % sauf l'oxyde de manganèse (0,14%) et le phosphore (0,15%).

La Figure 3-47 nous donne les résultats de recherche des pics les plus pertinents à l'aide du logiciel EVA.

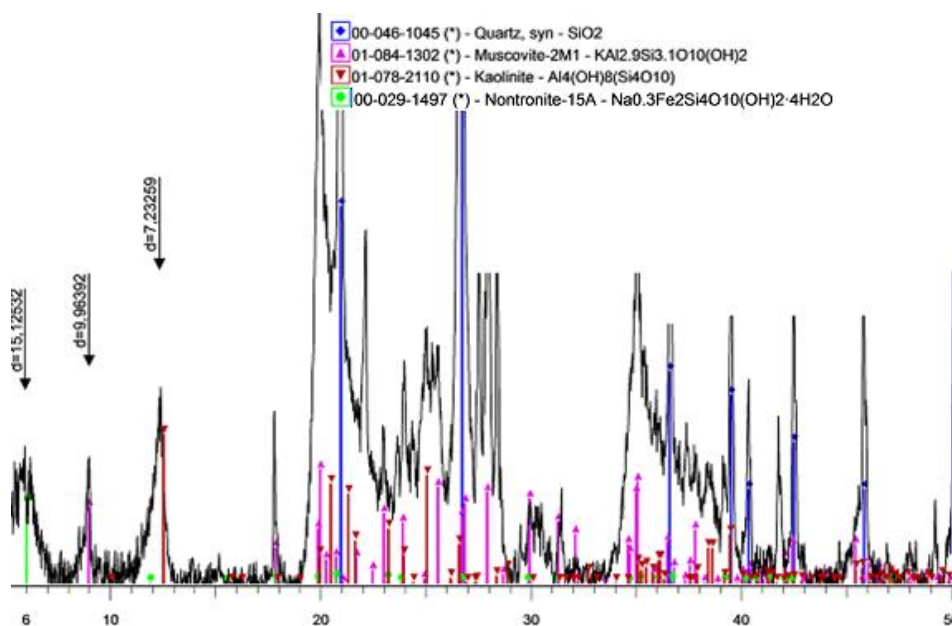


Figure 3-46 : Recherche des fiches de la base pour **AT2**

De cette recherche basée sur tous les aspects précédemment abordés, on peut retenir que les minéraux les plus probables faisant parti de **AT2** sont les suivants (Tableau 3-31).

Tableau 3-31: Minéraux les plus probables de **AT2**

Minéral	Fiche	Formule	Qualité	I/Icor
Quartz	00-46-1045	SiO ₂	*	3,41
Kaolinite	00-078-2110	Al ₄ (OH) ₈ Si ₄ O ₁₀	*	0,87
Smectite	00-029-1497	Na _{0,3} Fe ₂ Si ₄ O ₁₀ (OH) ₂ ·4H ₂ O	*	-
Muscovite	01-084-1302	KAl _{2,9} Si _{3,1} O ₁₀ (OH) ₂	*	0,37

Les éléments manquants dans les formules (au vu de l'ICP-OES) sont notamment le TiO₂, le K₂O et le MnO concentrés par certains endroits (Figure 3-41) et qui pourraient se présenter sous forme d'oxyde.

3-2-2-6- Echantillon **Sm**

La Figure 3-47 présente les diffractogrammes sur lames orientées (naturel – four à 550°C) de **Sm**.

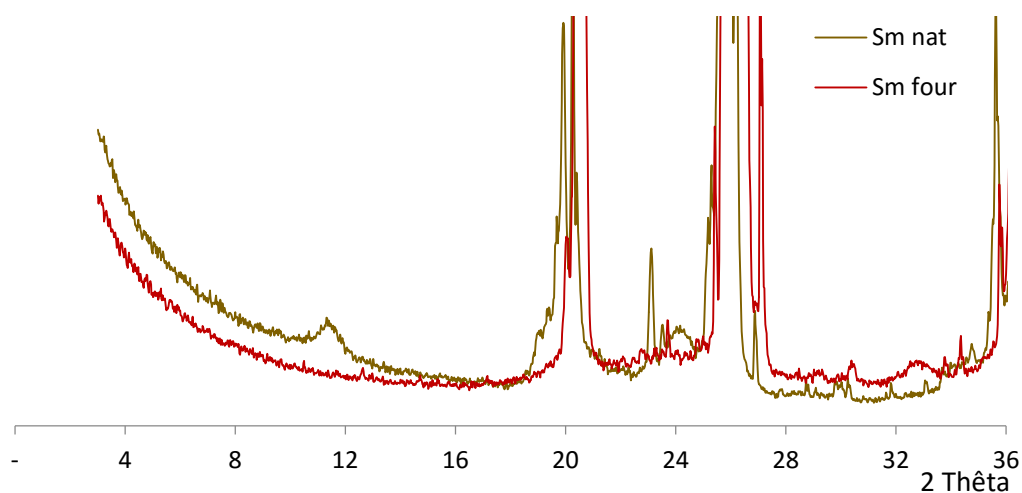


Figure 3-47 : DRX sur lames orientées (naturel – four à 550°C) de **Sm**

La raie 7Å (12,62°) qui disparaît après chauffage montre la présence de kaolinite. Le quartz est représenté par sa raie à 26,7°.

L'observation au microscope a donné les images de la Figure 3-48.

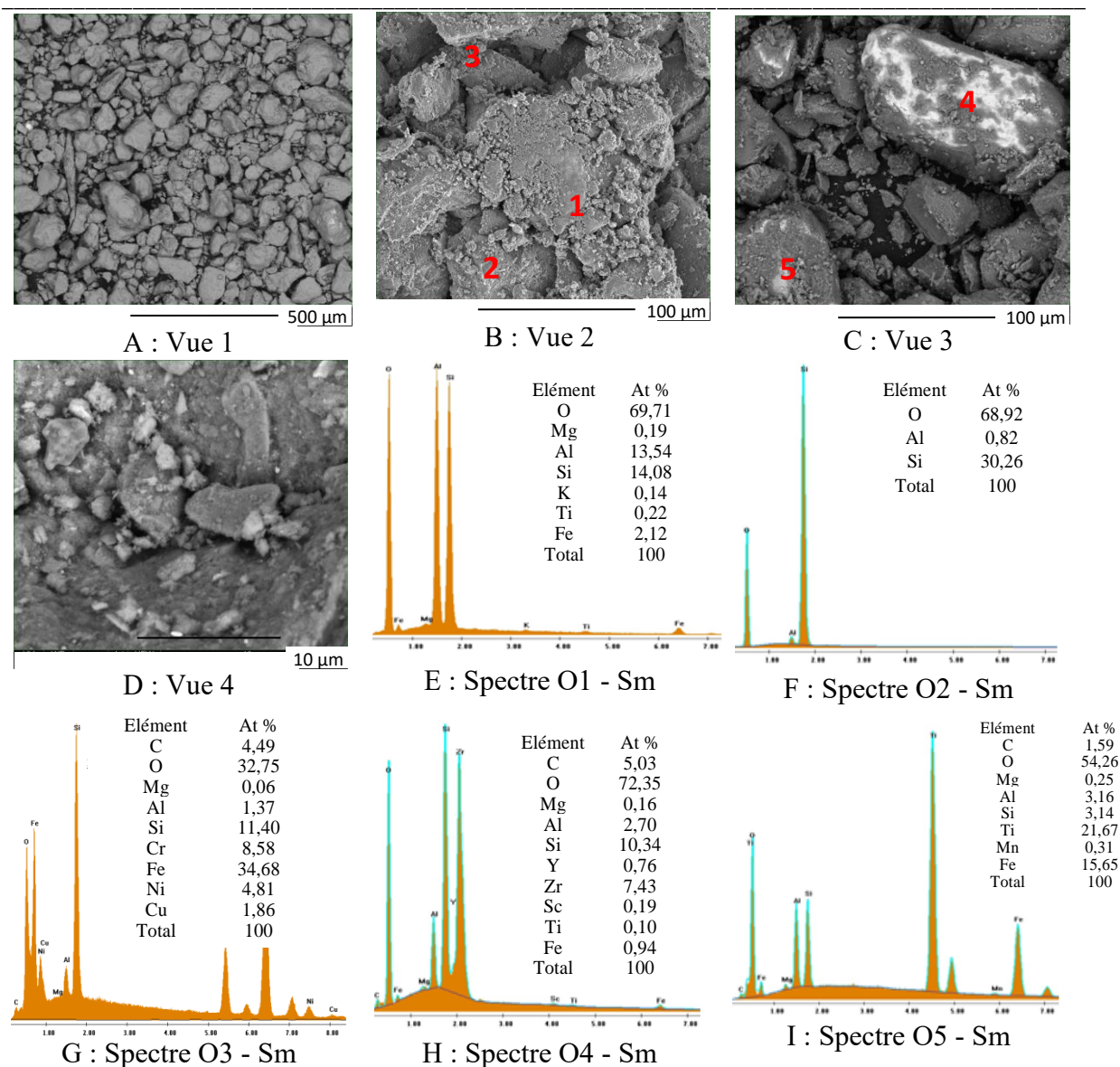


Figure 3-48 : Photos MEB et spectres de Sm

La Figure 3-48-A montre que la fraction observée est un sol grenu d'éléments de diamètre moyen 50 µm enrobés de particules fines (Figure 3-48-B). Le spectre EDS O1 – Sm (Figure 3-48-E) mesuré localement sur la zone 1 de la Fig. 3-48-B) révèle une kaolinite (90%) en présence discrète de fer (oxyhydroxydes) (6.5%). Le spectre EDS O2 – Sm (Figure 3-48-F) mesuré localement sur la zone 2 de la Figure 3-48-B) met en évidence un grain de quartz. Sur le spectre de la Figure 3-48-G pris sur la zone 3 de la Figure 3-48-B, on note la présence de métaux de transition : Cu, Ni, Cr et Fe. L'interprétation de la quantification At(%) du spectre O4 – Sm (Figure 3-48-H) mesuré localement sur la zone 4 de la Figure 3-48-C suggère la présence de zircon et de kaolinite. L'oxygène étant très haut, il est difficile d'aller plus loin pour ce spectre. Enfin, le spectre O5 – Sm (Figure 3-48-I) pris localement sur la zone 5 de la Figure 3-48-C indique un mélange dominé par TiO₂ et des oxyhydroxydes de Fe.

La cartographie EDS réalisée nous donne les cartographies élémentaires présentées sur la Figure 3-49.

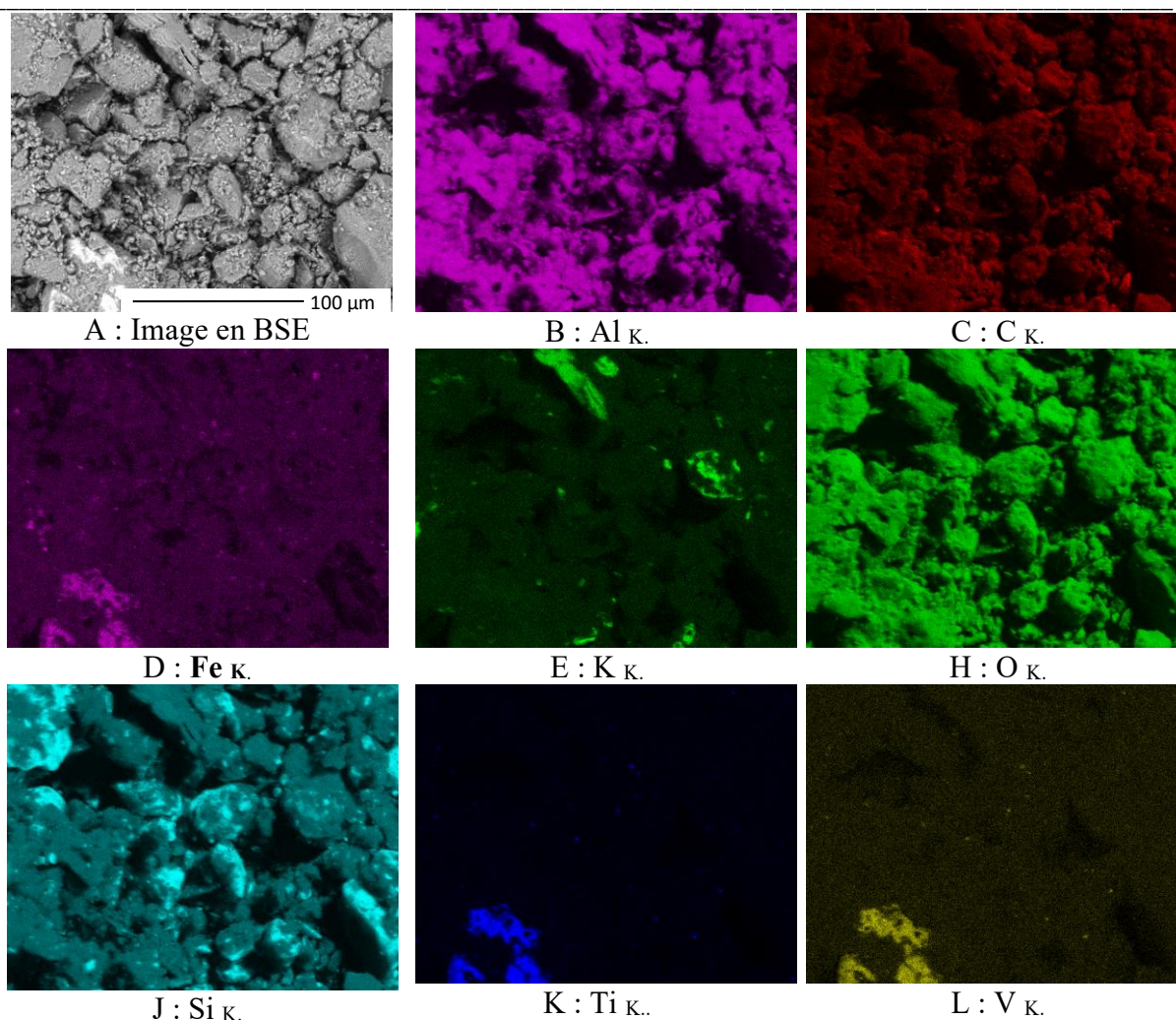


Figure 3-49 : Cartographie d'éléments pour **Sm**

La cartographie montre l'homogénéité au niveau de la répartition des éléments comme l'aluminium, le sodium et l'oxygène. Le silicium (Si) se localise un peu partout ; le potassium (K) se retrouve par endroit ; cependant les métaux lourds comme le fer, le titane et le vanadium sont rassemblés dans une même zone (Figure 3-49-D, K et L). La superposition des éléments est présentée à la Figure 3-50. L'image BSE zone (Figure 3-49-A) confirme le fait que les métaux lourds apparaissent plus clairs.

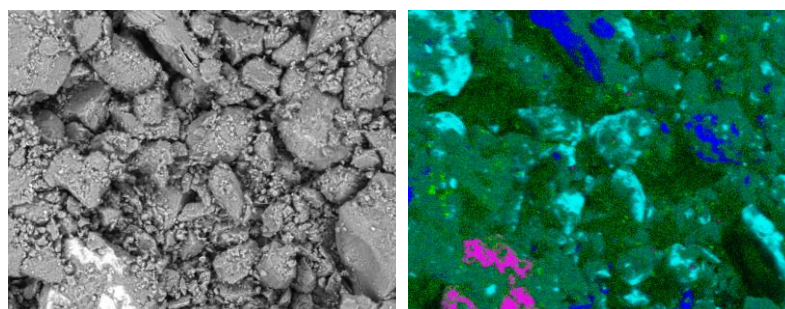


Figure 3-50 : Superposition de cartographies élémentaires pour **Sm** Bleu (K) - cyan (Si) – Magenta (Ti) - Vert (Fe) - jaune (Ca)

A partir des données spectrales acquises en mode cartographie, on obtient la reconstitution de phases de la la Figure 3-51.

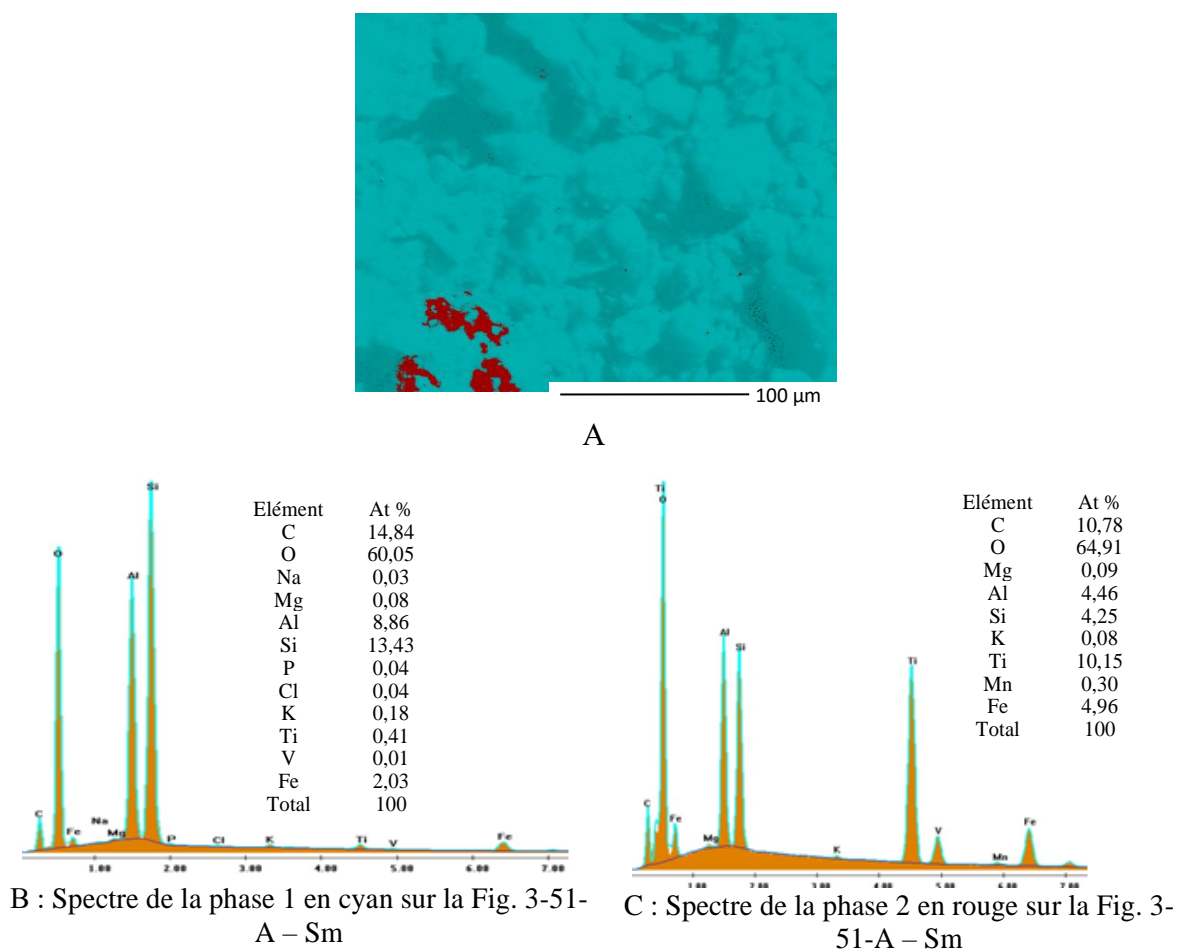


Figure 3-51 : Reconstitution de phases – Spectres de phase et quantification pour **Sm**

On note deux phases : la phase 1 majoritaire en cyan (98,10% de la surface de la Figure 3-51-A) et la phase 2 (1,87%) est en rouge. L'interprétation minéralogique de la quantification (At %) du spectre de la phase 1 (Figure 3-51-B) est compatible un mélange dominé par de la kaolinite et du quartz. L'interprétation minéralogique du spectre EDS de la phase 2 (Figure 3-51-C) sous-tend un mélange de TiO_2 , de kaolinite et d'oxyhydroxydes de Fe.

Les résultats d'analyse thermique différentielle et thermogravimétrie associée à la spectrométrie de masse sont présentées à la Figure 3-52 et à la Figure 3-53. On note un palier entre 166° et 200°C pour l'ATD, pratiquement pas de perte de masse jusqu'à 250°C. Entre 250° et 400°C (départ des OH), on a une première perte de masse suivie d'une autre entre 400° et 600°C correspondant certainement à la déshydroxylation de la kaolinite. Entre ces températures, on note un pic endothermique très marqué à 480,2°C suivi d'un petit pic endothermique vers 580°C confirmé par un pic DTG assez précis marque probablement la transformation du quartz α en quartz β . Il s'en suit plusieurs petits pics peu précis et finalement un pic exothermique assez marqué à 943°C bien développé, qui signifierait la recristallisation

de la kaolinite. Ces phénomènes observés depuis 600°C se sont faits pratiquement sans variation de masse.

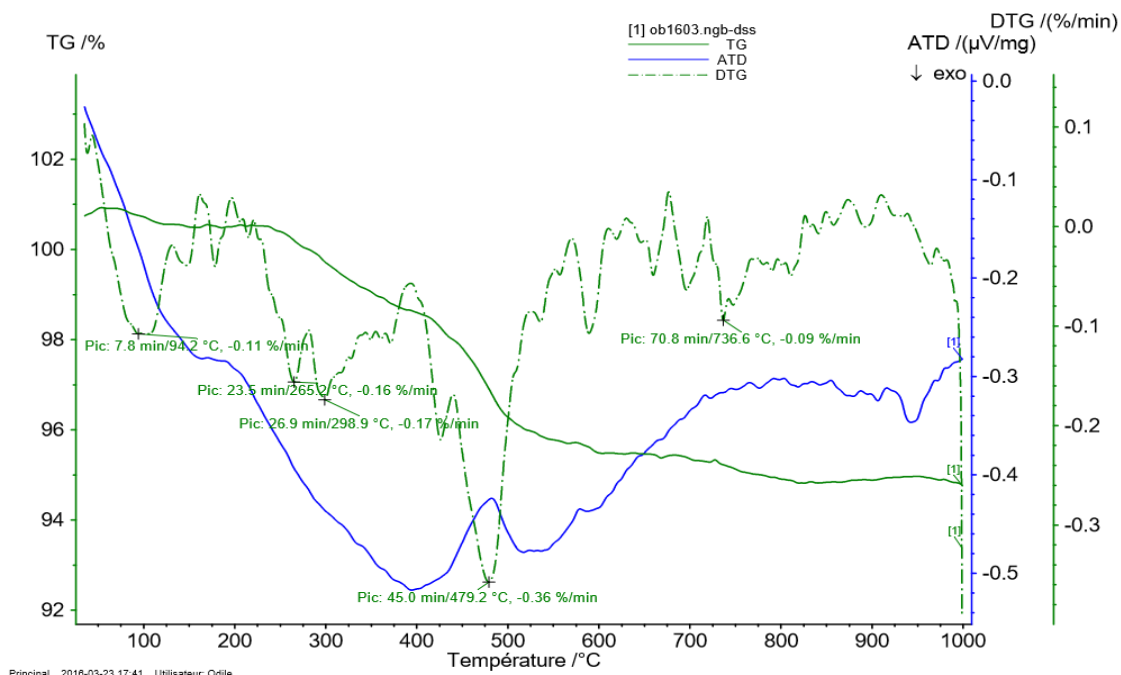


Figure 3-52 : Courbes ATD – TD – DTG de Sm

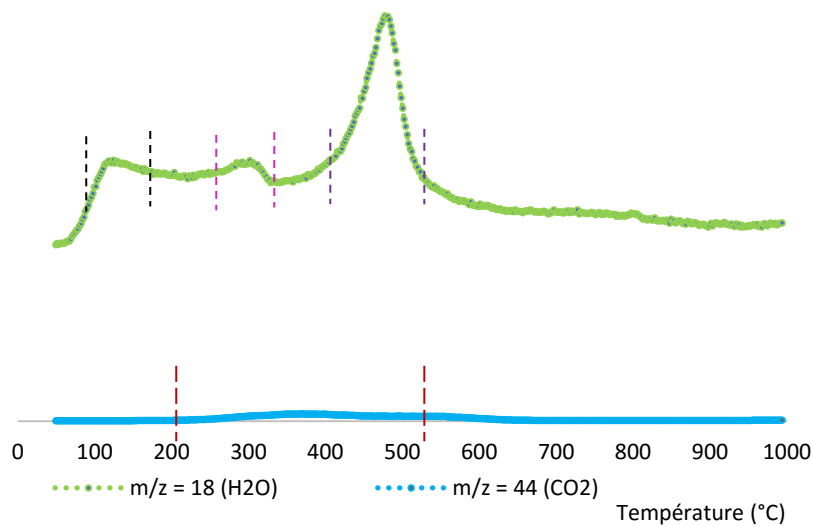


Figure 3-53 : Spectre de masse de Sm

Les résultats de l'analyse chimique par ICP-OES sont présentés au Tableau 3-32.

Tableau 3-32: Composition chimique ICP-OES de Sm

Eléments	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	MgO	CaO	Na ₂ O	K ₂ O	MnO	TiO ₂	P ₂ O ₅	H ₂ O	Total
Sm	74,91	11,25	3,93	0,11	0,07	0,09	1,00	0,04	1,69	0,05	5,88	99,01

En dehors de la teneur ordinairement faible en Al_2O_3 (11,25%), la forte teneur en silice (74,91%) associée à la faible perte au feu (5,88%) montre la présence de minéraux quartzeux plus que de minéraux argileux dans cet échantillon ; il y a également le Fe_2O_3 (3,93%) ainsi que le TiO_2 (1,69%) suivi du K_2O (1%) ; les autres éléments sont minimes.

La Figure 3-54 donne le résultat de la recherche des fiches par le logiciel EVA.

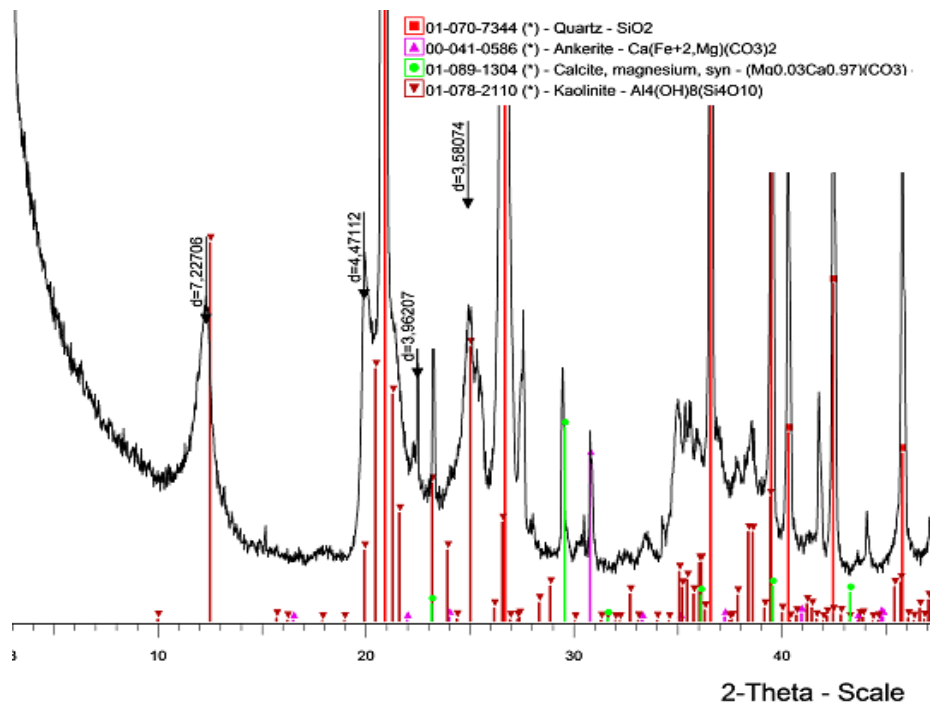


Figure 3-54 : Recherche des fiches de la base pour **Sm**

De cette recherche basée sur tous les aspects précédemment abordés, on peut retenir que les minéraux les plus probables faisant parti de **Sm** sont les suivants (Tableau 3-33). Les éléments manquants dans les formules (au vu de l'ICP-OES) sont notamment le TiO_2 , le CaO , le K_2O et le MnO .

Tableau 3-33: Minéraux les plus probables de **Sm**

Minéral	Formule	Fiche	Qualité	I/Icor
Quartz	SiO_2	01-70-7344	*	3,05
Kaolinite	$Al_4(OH)_8(Si_4O_{10})$	01-78-2110	*	0,87
Ankérite	$Ca(Fe^{+2},Mg)(CO_3)_2$	00-041-0586	*	2,8
Calcite, Magnésium	$(Mg_{0,03}Ca_{0,97})(CO_3)$	01-077-9311	*	3,12

3-2-2-7- Echantillon SAm

La Figure 3-55 présente les diffractogrammes sur lames orientées de SAm.

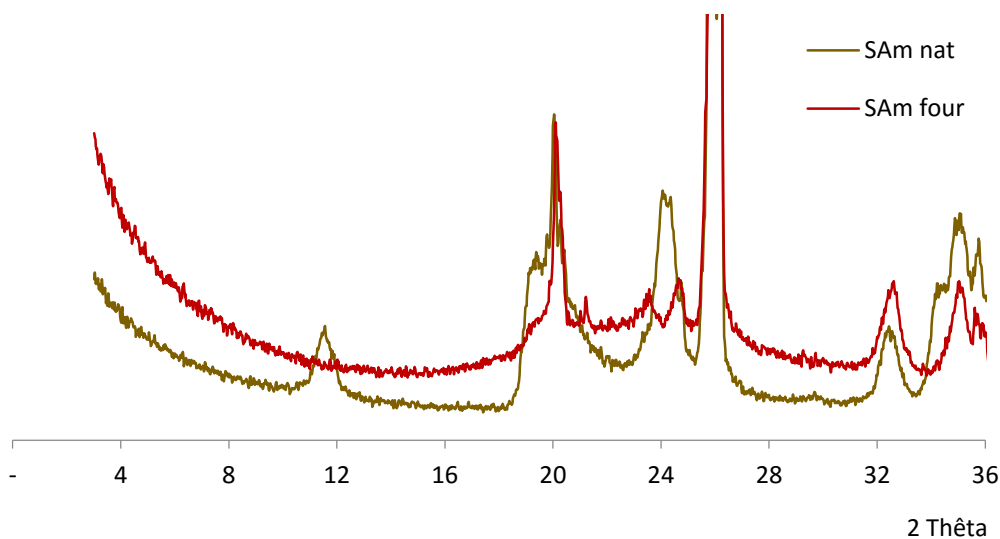


Figure 3-55 : DRX sur lames orientées (naturel – four à 550°C) de SAm

La raie 7Å (12,62°) qui disparaît après chauffage montre la présence de kaolinite. Le quartz est représenté par sa raie à 26,7°.

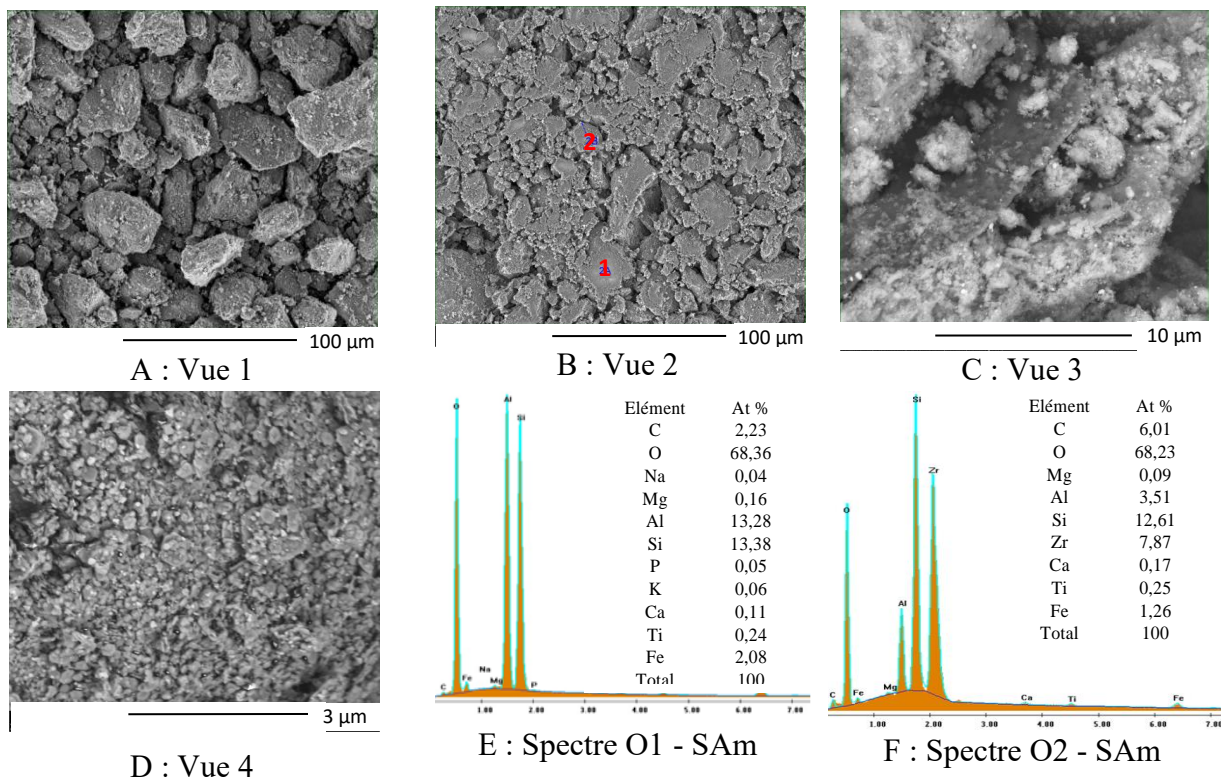


Figure 3-56 : Photos MEB et Spectre EDS de SAm

L'observation au MEB et à l'EDS a donné les résultats illustrés sur la Figure 3-56. Le spectre EDS de la Figure 3-56-E mesuré localement sur la zone 1 de la Figure 3-56-B révèle essentiellement de la kaolinite (87%) mélangée à un peu d'oxydes de Fe (6%) et de TiO_2 (moins de 1%). Le spectre EDS de la Figure 3-56-F mesuré localement sur la zone 2 de la Fig. 3-56-B révèle un mélange dominé par du zircon et de la kaolinite avec un peu d'oxyhydroxydes de Fe. Sur la Figure 3-56-C, on distingue une plaquette de kaolinite de dimension d'environ $10\mu m$.

L'analyse EDS en cartographie qui a été réalisée fournit les cartographies élémentaires de la Figure 3-57.

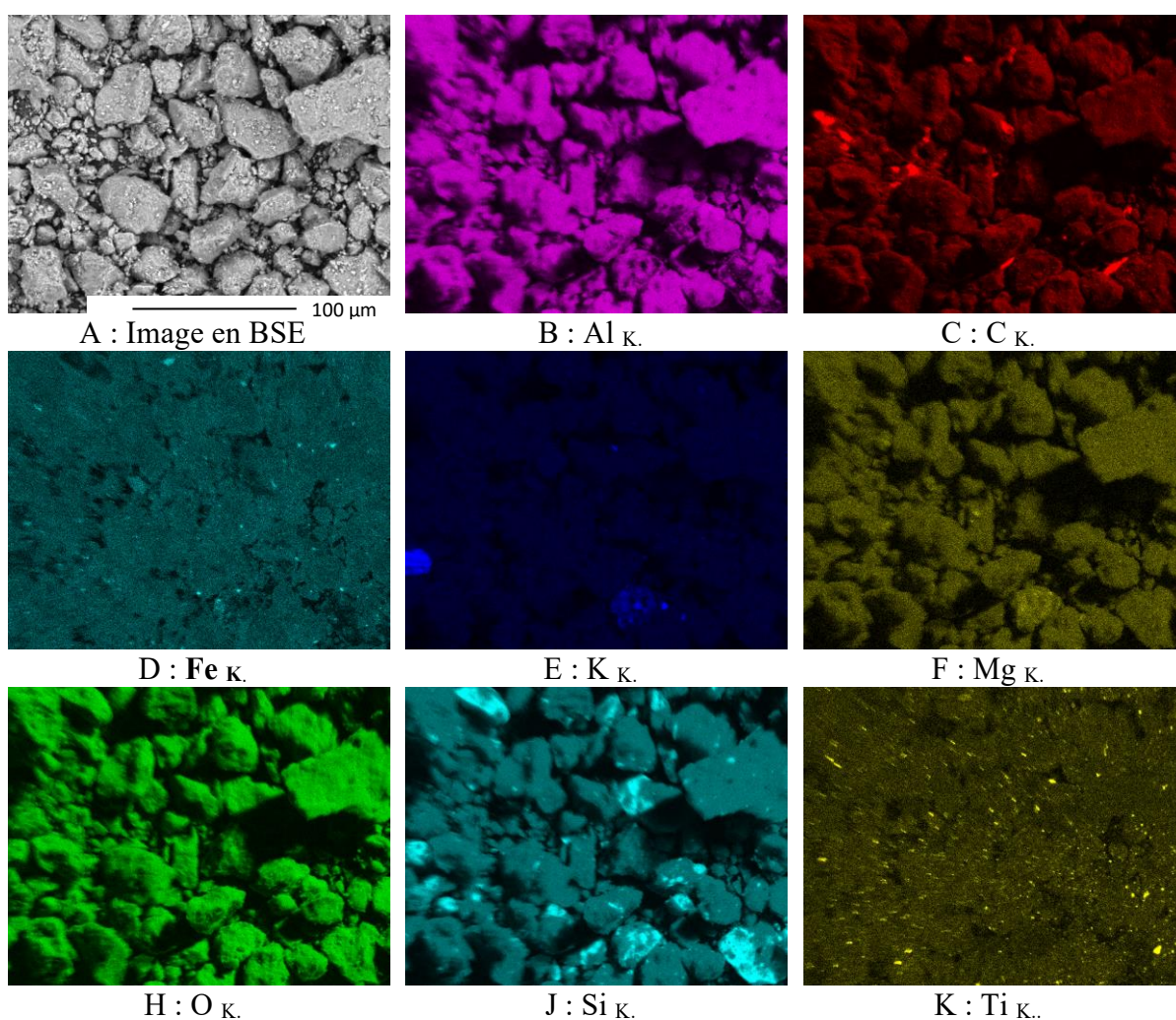


Figure 3-57 : Cartographie d'éléments pour SAM

En dehors de l'aluminium et de l'oxygène qui sont uniformément répartis, on distingue le fer (Figure 3-57-D), le potassium (Figure 3-57-E), le silicium (Figure 3-57-J) et le titane (Figure 3-57-K) sont dispersés aléatoirement sur la surface observée. Ces éléments sont superposés sur la Figure 3-58 où l'on n'observe pas leur chevauchement.

A partir des données spectrales acquises en mode cartographie, une reconstitution de phases a été faite et le résultat est présenté à la Figure 3-59 avec les spectres types caractéristiques de chacune des phases.

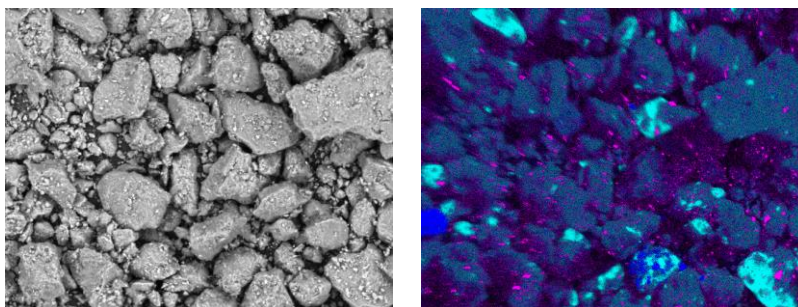
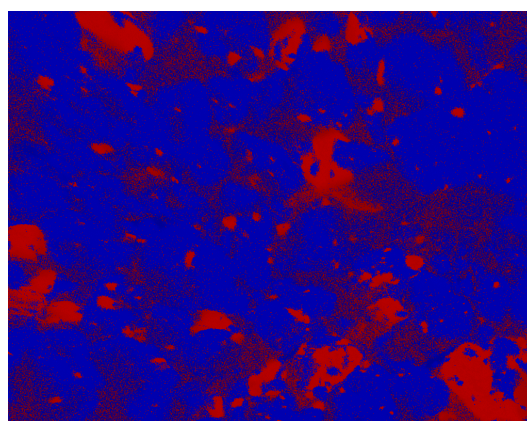
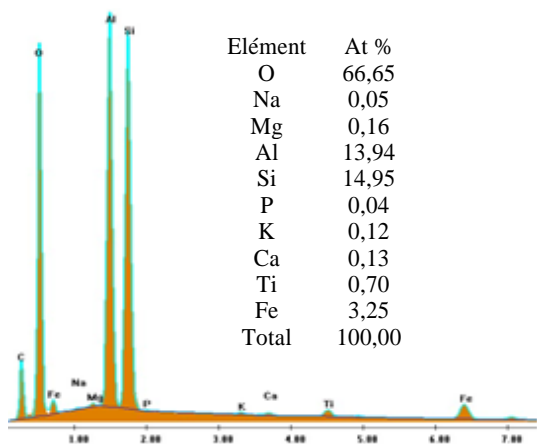


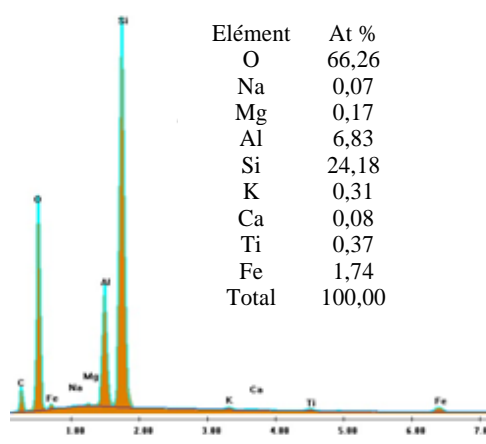
Figure 3-58 : Superposition de cartographies élémentaires pour **SAm** (Potassium (bleu), silice (cyan), titane (magenta))



A



B : Spectre phase 1 - SAm



C : Spectre phase 2 - SAm

Figure 3-59 : Reconstitution de phases – Spectres de phase et quantification pour **SAm**

On note deux phases : la première phase majoritaire en bleu (76,07 % de la surface nette) et la deuxième phase (23,93 %) en rouge. L'interprétation minéralogique du spectre de la première phase (Figure 3-59-B) est une kaolinite (91%) avec un peu d'oxyhydroxydes de Fe et de SiO₂.

La deuxième phase (Figure 3-59-C) est un mélange de quartz (52%), de kaolinite (44,5%) et d'oxyhydroxydes de Fe (5%).

Les résultats d'analyse thermique différentielle et thermogravimétrique associée à la spectrométrie de masse sont présentées à la Figure 3-60 et à la Figure 3-61.

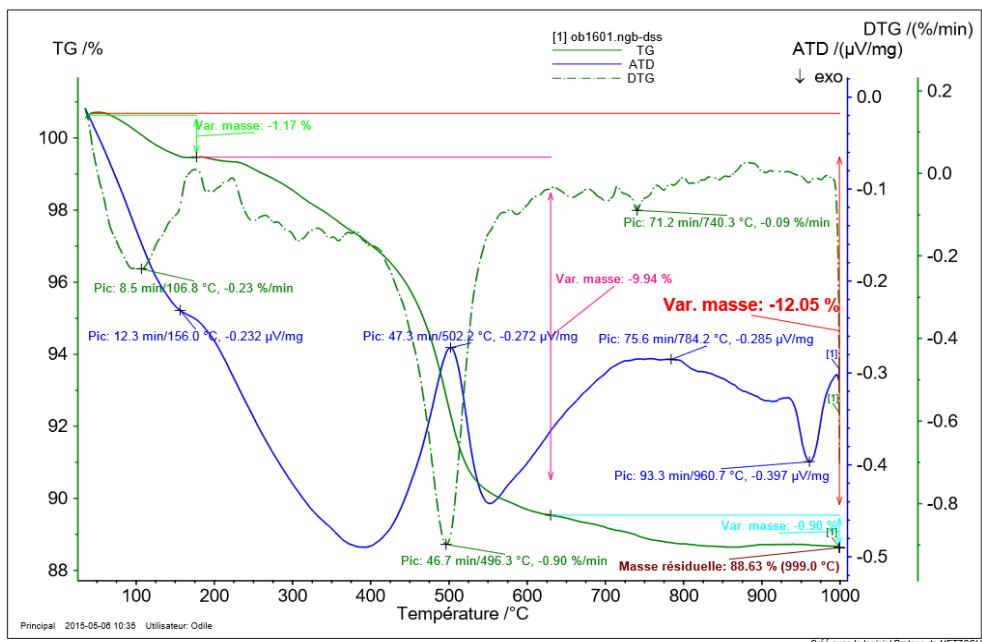


Figure 3-60 : Courbes ATD – TD – DTG de **SAm**

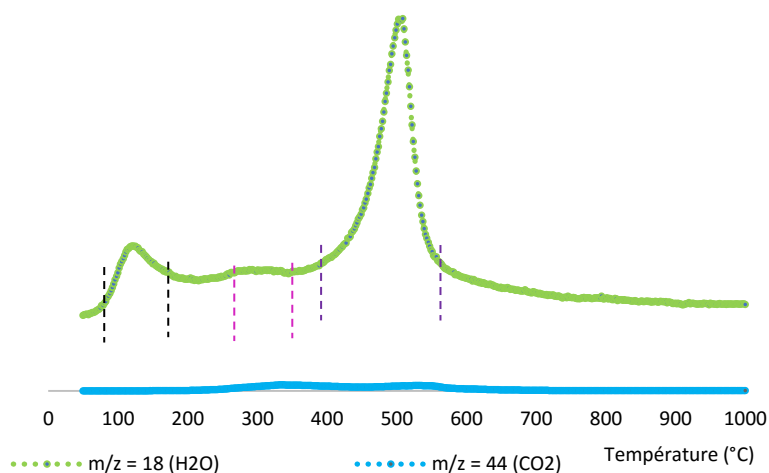


Figure 3-61 : Spectre de masse de **SAm**

On note un palier autour de 156°C pour l'ATD avec une perte de masse de 1,17%. La plus grande perte de masse (9,92%) a lieu entre 160 et 625°C correspondant à la déshydroxylation de la kaolinite. On note quelques petits pics peu précis autour de 784° et finalement un pic exothermique assez marqué à 960°C qui signifierait la recristallisation de la kaolinite en mullite. Ce phénomène s'est réalisé avec une variation de masse (0,90%).

Les résultats de l'analyse chimique par ICP-OES sont présentés au Tableau 3-34. Par rapport aux autres échantillons, l'aluminium paraît important ; on note toujours la présence du fer.

Tableau 3-34 : Composition chimique ICP-OES de **SAm**

Eléments	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	MgO	CaO	Na ₂ O	K ₂ O	MnO	TiO ₂	P ₂ O ₅	H ₂ O	Total
SAm	52,78	22,94	7,82	0,19	0,24	0,02	0,12	0,12	1,91	0,11	12,36	98,60

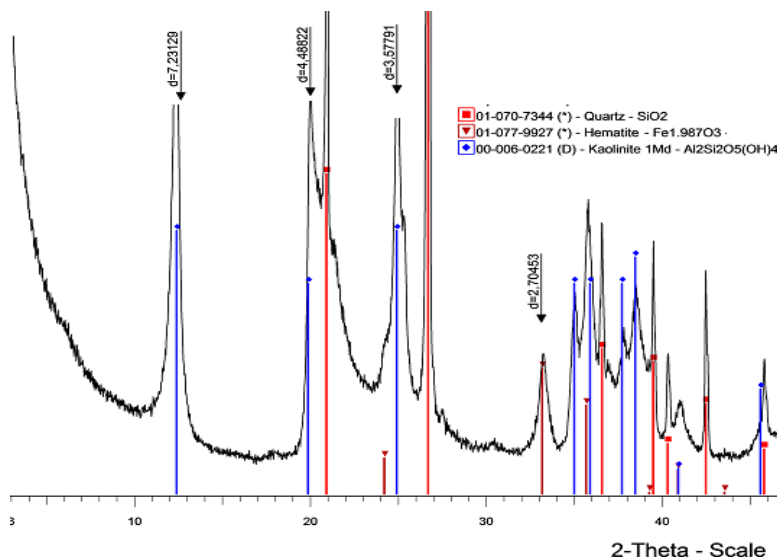


Figure 3-62 : Recherche des fiches de la base pour **SAm**

De cette recherche basée sur tous les aspects précédemment abordés, on peut retenir que les minéraux les plus probables faisant parti de **SAm** sont les suivants (Tableau 3-35).

Tableau 3-35: Minéraux les plus probables de **SAm**

Minéral	Fiche	Formule	Qualité	I/Icor
Quartz	01-70-7344	SiO ₂	*	3,05
Kaolinite	00-006-0221	Al ₂ Si ₂ O ₅ (OH) ₄	D	0,87
Hématite	01-077-9927	Fe _{1,987} O ₃	*	3,2

Les éléments manquants dans les formules (au vu de l'ICP-OES) sont notamment le TiO₂, le CaO, le K₂O et le MnO, éléments qui sont concentrés en certains endroits sur la cartographie (Figure 3-57).

3-2-3- Quantification des principaux constituants des sols

Avec les méthodes utilisées, notamment l'ATD/ATG couplée à la spectrométrie de masse, la Diffraction aux Rayons X, la microanalyse X à l'EDS couplée aux observations MEB, les quantifications des proportions des différents minéraux sont possibles mais compte tenu du caractère naturel de ces sols, quelques difficultés apparaissent en cas de forte hétérogénéité.

3-2-3- 1- Quantification à partir de l'analyse thermique

Elle permet surtout de déterminer les proportions relatives des minéraux argileux des sols. D'après les analyses minéralogiques, **AT1** est un mélange de deux types d'argile (kaolinite et smectite). Ces deux minéraux ayant des températures de réactions différentes, nous avons essayé une quantification par l'analyse thermique en faisant l'hypothèse que la perte de masse due exclusivement aux minéraux argileux s'est faite pour cet échantillon entre 400° et 550°C pour la kaolinite et entre 550° et 1000°C pour la smectite (Cf. Tableau 2-1 et Figure 3-19). Avant 400°C, il y a la perte de masse associée au départ d'eau interparticulaire et interfoliaire et celle associée au départ des ions OH des oxyhydroxydes de fer. L'estimation des pourcentages de minéraux argileux présents a été effectuée en attribuant une perte de poids théorique de 14% pour la kaolinite et de 4,2% pour la smectite (Cf. Tableau 2-2 du §2-2-3). A l'issue des calculs effectués sur la base de l'équation (Eq 2-1), on trouve pour les minéraux argileux, une teneur en smectite de 72,23% et une teneur en kaolinite de 28,24%. Cependant, il faudra aussi estimer les proportions de quartz (SiO₂) et d'anatase (TiO₂) dans cet échantillon révélé par la DRX ce qui modifiera les valeurs trouvées.

3-2-3- 2- Quantification à partir de la DRX

Les phases responsables des pics présents sur les diffractogrammes ont été identifiées en utilisant la base de données Powder File Diffraction (PDF) incorporée au logiciel de traitement EVA. Avec ce logiciel, l'abondance relative de chaque minéral identifié peut être estimée semi-quantitativement en tenant compte de la surface nette de ses pics dans le diffractogramme et des valeurs de I/I_{cor} données par le logiciel. Les valeurs de I/I_{cor} des minéraux, comme la palygorskite et de la smectite bien que de très bonne qualité (*), n'étaient pas disponibles; nous avons pris les I/I_{cor} des fiches s'en rapprochant le plus. Ainsi une quantification sommaire a pu être faite. Le Tableau 3-36 présente le bilan minéralogique à partir des résultats de DRX des six échantillons.

Tableau 3-36: Minéraux constitutifs des échantillons étudiés (DRX sur le passant à 80 µm)

Minéral	AT1	LT	SA	AT2	Sm	SAm
Quartz SiO ₂	46	2	60	61	64	30
Kaolinite Al ₂ Si ₂ O ₅ (OH ₄)	12	8	37	22	32	66
Smectite Na _{0,3} Fe ₂ Si ₄ O ₁₀ (OH) ₂ 4H ₂ O	40	3	1	4		
Anatase TiO ₂	2					
Palygorskite (Mg,Al) ₅ (Si,Al) ₈ O ₂₀ (OH) ₂ 8H ₂ O		85				
Muscovite A K _{0,98} Na _{0,05} Ca _{0,01} (Al _{1,89} Fe _{0,09} Mg _{0,07} Ti _{0,03}) (Si _{2,97} Al _{1,03})O ₁₀		2				
Goethite (Fe _{0,992} V _{0,008})O(OH)			2			
Muscovite KAl _{2,9} Si _{3,1} O ₁₀ (OH) ₂				13		
Ankérite Ca(Fe ⁺² ,Mg)(CO ₃) ₂					2	
Calcite, magnésium (Mg _{0,03} Ca _{0,97})(CO ₃)					2	
Hématite (Fe _{1,987} O ₃)						4

Ces valeurs du Tableau 3-36 ont été déterminées sur le passant à 80 microns. En prenant en compte les P_{80} , le tableau suivant donne les proportions se trouvant dans l'échantillon global.

Tableau 3-37: Pourcentage de minéraux argileux dans l'échantillon global

	AT1	LT	SA	AT2	Sm	SAm
P_{80}	97,26	100	37,58	87,29	4,81	11,61
% Kaolinite	11,67	8,0	13,90	19,20	1,54	7,66
% Smectite	38,9	3,0	0,38	3,49		
% Palygorskite		85,0				
% Muscovite A		2,0				
% Muscovite B				11,35		
Teneur totale en minéraux argileux	50,57	98	14,28	34,04	1,54	7,66

De ce tableau, il ressort que tous les sols étudiés contiennent des minéraux argileux notamment la kaolinite, la smectite, la palygorskite et la muscovite dans des proportions très variables. Bien que l'échantillon **LT** soit le plus riche en minéraux argileux (98%), le sol contenant le plus de minéraux gonflants est **AT1** (38,9 % smectite).

3-2-3-3- Quantification et interprétation à partir de la microanalyse X

Par application d'une correction de matrice dite ZAF, la spectrométrie à sélection d'énergie (EDS) couplée au MEB permet de quantifier (% atomique et/ou massique) la composition chimique élémentaire de la surface examinée. A partir des pourcentages atomiques (dits titres massiques) des éléments présents, on procède à l'interprétation minéralogique en s'appuyant, entre autres, sur la comparaison des spectres obtenus à des spectres de référence, sur la connaissance des minéraux présents acquise à l'aide de techniques complémentaires (par exemple la DRX).

Principe

L'idée est ici d'interpréter en termes de minéralogie un spectre EDS dont la composition élémentaire (At %) globale a été quantifiée par exemple par la méthode ZAF. Si le spectre EDS reflète un minéral pur, l'exercice est généralement aisé. En cas de mélange de plusieurs minéraux « candidats », l'idée est de commencer l'interprétation à partir d'un élément chimique qu'on ne trouve que dans un minéral du mélange « à tester ».

Supposons que cet élément soit le titane (Ti) dans de l'anatase (TiO_2). La **proportion surfacique** de TiO_2 (**PS(TiO_2)**) sera déterminée en considérant :

- le pourcentage atomique de Ti (**%At Ti**)_{éch} de l'échantillon (via la stœchiométrie donnée par la microanalyse X) ainsi que

- le pourcentage atomique de Ti ($\%At\ Ti$)_{fb} dans la formule chimique de base du l'anatase (TiO₂) (dans ce cas par exemple $P_{Ti} = 1/3$).

$$PS(TiO_2) = \frac{(\%At\ Ti)_{éch}}{(\%At\ Ti)_{fb}}$$

On itère le processus en considérant un autre minéral dont on suppose la présence.

Pour certains mélanges complexes (mélanges d'argiles par exemple) l'exercice peut devenir hasardeux et on a souvent besoin de techniques complémentaires, par exemple la spectroscopie Raman, pour guider et orienter l'interprétation minéralogique. Dans certains cas, l'identification de l'ensemble des minéraux formant un mélange avec l'occupation surfacique de chaque composante peut s'avérer impraticable, nécessitant de refaire une acquisition EDS sur une zone plus simple.

Formes courantes des éléments chimiques dans les sols

Les analyses chimiques réalisées par la méthode ICP-OES nous ont permis de mettre en évidence les douze éléments majeurs sous forme d'oxyde (SiO₂, Al₂O₃, Fe₂O₃, MgO, CaO, Na₂O, K₂O, MnO, TiO₂, P₂O₅, H₂O). Quant à l'EDS couplée à la microscopie, la détection de l'hydrogène (H) n'est pas possible car l'analyse ne prend pas en compte les éléments à faible numéro atomique (Cf. § 2-2-5). En plus des éléments cités précédemment (hormis le H₂O), l'analyse EDS nous a permis de mettre en évidence quelques autres éléments dont la concentration dans la croûte terrestre est synthétisée comme suit:

Tableau 3-38: Concentration moyenne dans la croûte terrestre des éléments mis en évidence

Éléments	Concentration	Éléments	Concentration
Chrome (Cr)	0,020%	Nickel (Ni)	0,0080%
Zirconium (Zr)	0,019%	Azote (N)	0,0046%
Vanadium (V)	0,016%	Cuivre (Cu)	0,0045%

Le chrome est un minéral qui n'est pas fréquent dans les minéraux argileux. Le principal minéral de chrome s'appelle la chromite (FeCr₂O₄). Dans l'échantillon **Sm**, il est associé au fer, au nickel et au cuivre.

Le zirconium est généralement sous forme de zircons (silicates de zirconium ZrSiO₄) dans les sols; ils sont très résistants et perdurent même si la roche mère est détruite complètement par l'altération et l'érosion. Il a été détecté dans les sols **Sm** et **SAm**.

Dans la formule de la goethite proposée par le logiciel EVA pour **SA**, on note une substitution d'une partie du fer par le vanadium ; on note également sa présence en trace dans les sols **AT2** et **Sm**. Les sols argileux contiennent plus de vanadium que d'autres sols. Il se combine souvent avec l'aluminium dans l'argile résiduelle (Bisson et al. 2012).

L'azote (N) a été détecté ponctuellement dans le sol **AT1**. Il peut se trouver sous plusieurs formes (ammonium NH₄⁺, nitrate NO₃⁻, ...). Il peut provenir de l'utilisation des engrais.

Dans les sols, les principales formes du nickel, et en particulier NiOH^+ , sont adsorbées à la surface d'oxydes amorphes de fer, d'aluminium ou de manganèse (Bisson et al. 2006) et dans une moindre mesure à la surface de minéraux argileux. Il se substitue parfois au fer et au magnésium et est le plus souvent associé au manganèse et au chrome. Le nickel a été observé dans le sol **Sm**.

Dans le sol, le cuivre (Cu) est principalement lié à la matière organique ainsi qu'aux oxydes de Mn et de Fe. Mais le cuivre peut être aussi emprisonné dans les feuillets des argiles. On peut trouver aussi du cuivre sous forme lié d'hydroxyde, de carbonate ou de phosphate (Juste et al. 1995). Le sol **Sm** en contient.

Hypothèse - Simplification

Pour l'observation, les échantillons sont déposés sur un porte-échantillon en carbone. Le carbone (C) détecté par l'EDS, peut être lié à la présence de matière organique dans l'échantillon observé. Cependant, les pourcentages atomiques obtenus pour l'élément Carbone peuvent parfois être biaisés surtout lorsque l'échantillon observé est sous forme granulaire; aussi on négligera la valeur de l'élément C dans les calculs stœchiométriques sauf cas particuliers. Au cours des observations, des spectres ont été réalisés et nommés (**O_i**). Lors des reconstitutions de phases après la cartographie, les spectres de différentes phases ont été faits et nommés (**Phase j**). Les calculs ont été menés pour chaque spectre.

Echantillon AT1

Pour les spectres **O₁** et **Phase 1** compatibles avec le spectre du montmorillonite de référence, le calcul a été fait en considérant la formule idéale d'une montmorillonite: $(\text{Na,Ca})_{0,3}(\text{Al,Mg})_2\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ et en supposant que tout le silicium est contenu dans la smectite. Le spectre **Observ 2** montre essentiellement du titane, du fer mais aussi exceptionnellement de l'azote. Dans le calcul ont été privilégiés le titane et la goethite. La teneur en aluminium révèle plus de kaolinite que de smectite au vu du ratio Al/Si voisin de 1. L'azote a été pris en compte en considérant la forme ammoniac (NH_4^+). Le spectre de la phase 2 révèle quatre éléments principaux: l'oxygène, l'aluminium, le silicium et le fer. L'observation de cette phase montre les éléments Si et Fe isolés mis en évidence par la cartographie; cette phase est donc un mélange d'oxyde de fer, de silice et d'argile. Les résultats des calculs (en pourcentage) sont résumés dans le Tableau 3-39.

Tableau 3-39: Composition surfacique des spectres du sol **AT1**

		O		Phase		
		1	2	1 (74,5%)	2 (25,5%)	Moyenne
Anatase	TiO ₂	0,9	49,6	1,3	1,8	1,4
Goethite	FeOOH	5,1	33,4	9,3	7,9	9,0
Smectite	$(\text{Na,Ca})_{0,3}(\text{Al,Mg})_2\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	86,7		88,7	-	66,1
Kaolinite	Si ₂ Al ₂ O ₆ H ₄		11,8		25,4	6,5
Quartz	SiO ₂				64,9	16,5
Azote			4,1			
Total		92,7	98,8	99,3	100,0	99,5

Ainsi, pour le spectre de l'observation 1 (Figure 3-15) et pour le spectre de la phase 1 (Figure 3-18), respectivement 86,7% et 88,7% de smectite sont obtenues.

Echantillon MT

En se basant sur la formule idéale de la palygorskite ci-dessous, on obtient les valeurs en pourcentage atomique de Si, Al+Mg et de O, indiqués dans le tableau pour une palygorskite pure. Ensuite à partir du pourcentage atomique de Si pour les différents spectres obtenus au cours de l'observation de **LT** (spectre O1 : Figure 3-23-D ; spectre O2 : Figure 3-23-E ; spectre phase 1 : Figure 3-26-B)

Tableau 3-40: Composition surfacique des spectres du sol **LT**

	Si	Al+Mg	O	Total	Proportion de palygorskite
Formule idéale (Mg,Al) ₂ Si ₄ O ₁₀ (OH)·4(H ₂ O)	19,0	9,5	71,4	100	100
Spectre O1	16,9	8,9	69,2	95,1	89
Spectre O2	18,9	9,5	69,2	97,5	99
Spectre Phase 1	17,9	9,9	68,9	96,7	94

De ce tableau, il ressort que pour le spectre O2 correspondant aux fibres (Figure 3-23), on obtient 99% de palygorskite ce qui confirme qu'il s'agit bien exclusivement de minéraux fibreux ; pour le spectre de la phase unique issu de la cartographie (Figure 3-24) 94% en palygorskite sont obtenus.

Echantillon SA

Les calculs ont été conduits en retenant les composés principaux révélés par la DRX : la kaolinite, la goethite, l'anatase et le quartz. Ces calculs ont abouti aux proportions du Tableau 3-41.

Tableau 3-41: Composition surfacique des spectres du sol **SA**

		<i>O</i>			<i>Phase</i>			
		<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>	<i>1</i> (63%)	<i>2</i> (36,5%)	<i>3</i> (0,2%)	<i>Moyenne</i>
Kaolinite	Si ₂ Al ₂ O ₉ H ₄	74	9,2	47	66	35,9	41,6	58,3
Anatase	TiO ₂	1,0	-	0,3	1,3	0,6	28,6	1,1
Goethite	FeOOH	10,2	1,8	38	10	6,6	10,5	9,2
Quartz	SiO ₂	8	79,3	5	10	53,9	6,3	26,7
Total		93,2	90,3	90,3	87,3	97,0	87,0	95,3

Echantillon AT2

Cet échantillon est un mélange de quartz et de trois argiles qui contiennent de l'aluminium (Al), du silicium (Si). Si pour la muscovite, la détermination de sa proportion se fait connaissant le pourcentage atomique du potassium (K), pour la kaolinite, la smectite et le quartz, la répartition de la teneur en silice est quelquefois difficile. Toutefois on pourra se baser sur les images MEBE ainsi que sur le ratio Al+Mg/Si pour définir l'argile dominante.

Ainsi, l'image associée au spectre **O1** met en évidence comme minéral dominant la muscovite. Pour le Spectre **O2**, la proportion de muscovite a d'abord été déterminée en partant du pourcentage atomique de K, puis celle de la smectite à partir du pourcentage atomique de (Na+Ca)_{0,4}. Le reste de l'aluminium a été attribué à la kaolinite et enfin le reste du silicium a été attribué à la silice. Ce même type d'approche a été retenu pour les autres spectres. Les calculs ont abouti aux valeurs du Tableau 3-42.

Tableau 3-42: Composition surfacique des spectres du sol **AT2**

		Muscovite (KAl _{2,9} Si _{3,1} O ₁₀ (OH) ₂)	Smectite (Na,Ca) _{0,4} (Al,Mg) ₂ Si ₄ O ₁₀ (OH) ₂ .2H ₂ O	Kaolinite Si ₂ Al ₂ O ₉ H ₄	Anatase TiO ₂	Goethite FeOOH	Quartz SiO ₂	Matières organiques CO	Total
O	1	72,8	17,85	0,8	0,6	4,3	3,0		99,3
	2	13,3	31,1	34,8	1,2	6,9	12,0		99,3
	3	3,8	-	11,9	-	2,3	71,2		89,2
	4	-	33,1	-	0,5	60,3	3,6		97,5
	5				48,5	31,7			80,3
	6	5,9	-	30,0	0,5	4,2	8,7	47,2	96,4
Phase	1 (54%)	10,0	-	36	0,5	5,0	47,5	-	94,8
	2 (45,8%)	15,1	37,1	30,5	1,0	8,9	4,4		97,0
	3 (0,2%)	7,05	21,8	12,2	32,7	26,0	0,2		100,0
	Moyenne	12,3	17,0	30	0,8	6,8	29		95,9

Echantillon Sm

Les observations MEB effectuées n'ont pas mis en évidence les carbonates révélées par la DRX. En outre, en plus de la kaolinite et de la silice mentionnées par la DRX (Figure 3-54), on note la présence de plusieurs éléments comme le zirconium associé avec d'autres métaux. Dans les calculs, les formes généralement observées et évoquées précédemment ont été retenues.

Le spectre **O3** révèle particulièrement des métaux dont les pourcentages atomiques sont les suivantes: Fe (34,68%), Cr (8,58%) nickel (4,81%), cuivre (1,86%) contre O (32,75%). La même remarque est faite pour le spectre **O5** où il est noté une forte teneur de Ti (21,67%) et de Fe (15,65%). Pour ces cas où les surfaces observées sont riches en métaux, on s'en tiendra au caractère qualitatif de la mesure.

Tableau 3-43: Composition surfacique des spectres du sol **Sm**

		<i>O</i>		<i>Phase</i>		
		<i>1</i>	<i>2</i>	<i>1</i> (98,1%)	<i>2</i> (1,87%)	<i>Moyenne</i>
Kaolinite	Si ₂ Al ₂ O ₉ H ₄	90	5,3	67,3	31,0	66,6
Anatase	TiO ₂	0,7	-	1,4	34,1	2,0
Hématite	Fe ₂ O ₃	6,5	-	5,9	13,9	6,1
Quartz	SiO ₂	1,6	88,3	16,0		15,7
Calcite	CaCO ₃			2,2		2,2
		98,8	93,6	92,8	79,0	92,5

Echantillon **SAm**

Les résultats sont présentés au Tableau 3-44. La kaolinite est le minéral argileux le plus abondant de l'échantillon **SAm**. Le spectre **O2** montre une teneur importante en zircon.

Tableau 3-44: Composition surfacique des spectres du sol **SAm**

		<i>O</i>		<i>Phase</i>		
		<i>1</i>	<i>2</i>	<i>1</i> (76,1%)	<i>2</i> (23,9%)	<i>Moyenne</i>
Kaolinite	Si ₂ Al ₂ O ₉ H ₄	87	24,27	91	44	79,75
Hématite	Fe ₂ O ₃	6	3,35	7	5	6,52
Quartz	SiO ₂	0,31	3,93	2	51	13,73
Zircon	ZrSiO ₄		50,24			
Total		93,31	81,79	100	100	100

Le Tableau 3-45 donne la synthèse des minéraux présents dans les six sols naturels étudiés à partir des observations MEBE et des spectres EDS des cartographies.

Tableau 3-45: Proportion des différents minéraux des six sols à partir de la microanalyse (MEB)

Minéral	AT1	LT	SA	AT2	Sm	SAm
Smectite	66,1			17,05		
Kaolinite	6,5		58,26	29,4	66,6	76,8
Palygorskite		97,0				
Muscovite				12,35		
Quartz	6,5		26,70	29,4	15,7	14,4
Goethite	9,0		9,24	6,8		
Hematite					6,1	7,0
Calcite					2,2	
Anatase	1,4		1,07	0,8	2,0	1,8
Total	89,5	97,0	95,27	95,9	92,6	100

A partir de ce tableau récapitulatif, on peut retenir que les échantillons étudiés, par leur caractère naturel, présentent des structures chimiques complexes en raison du fait qu'ils sont également contaminés par des substances organiques, des carbonates, des oxydes et des hydroxydes. Ainsi, les essais physico-chimiques et minéralogiques réalisés ont permis de préciser la nature des minéraux argileux qui composent les sols. La composition minéralogique est largement variable: ces sols sont essentiellement un mélange de 2 à 4 types d'argiles plus ou moins sensibles à l'eau (palygorskite, smectite, kaolinite, muscovite) et d'autres minéraux, principalement le quartz et la calcite; on y retrouve également de la matière organique. L'échantillon **AT2** est celui qui regroupe le plus d'éléments diversifiés. L'échantillon **LT** (palygorskite) ne contient pratiquement pas de quartz sous forme cristalline.

3-2-4- Synthèse de l'analyse microscopique

Les sols fins argileux sont tous constitués de phyllosilicates dont la différenciation est quelquefois fastidieuse. Ainsi, afin d'éviter toute ambiguïté, l'étude microscopique des échantillons a été réalisée à partir de quatre méthodes d'investigation:

- le dosage des éléments chimiques par la spectrométrie,
- l'analyse thermique différentielle et thermogravimétrique couplée à la spectrométrie de masse,
- la diffraction aux Rayons X,
- l'observation au MEBE couplée à la microanalyse X.

Ces méthodes se sont révélées complémentaires et ont permis d'identifier les minéraux argileux en présence et de se rendre compte de leur morphologie.

Au préalable, quatre argiles de référence étudiées dans les mêmes conditions nous ont permis d'avoir une base de données utile pour l'interprétation des résultats des sols étudiés.

Les analyses chimiques ont été très déterminantes au cours des recherches de pics DRX dans le choix des minéraux proposés par la base de données et répondant au mieux aux pics trouvés. Les analyses thermiques couplées au spectromètre de masse ont permis de mettre en évidence les différents types de minéraux argileux et de connaître sans équivoque les fourchettes de températures des départs de H₂O et de CO₂.

Les quantifications obtenues à partir des spectres de la microanalyse X à l'EDS couplée au MEB sont quelquefois différentes de celles obtenues à la DRX. Plusieurs raisons expliquent cet état de fait, entre autres:

- l'hétérogénéité des sols.
- la taille des surfaces observées. En effet, la section de l'échantillon observée est de l'ordre de quelques mm² pour la DRX et largement variable et inférieure au mm² pour le MEB. Ceci est confirmé par les cartographies EDS qui sont capables d'identifier plusieurs phases de

compositions chimiques différentes sur des zones réduites. Cependant une fois les calculs par spectre effectués une valeur moyenne en composition de toute la zone observée est connue.

- la teneur en quartz généralement plus faible avec les mesures EDS s'explique par le fait qu'au cours des observations au MEBE la priorité était donnée aux morphologies des minéraux argileux présents, la recherche étant alors orientée vers les zones les plus argileuses.

Toutes ces remarques mettent en exergue le problème d'échelle et d'échantillonnage des surfaces observées.

3-3- Conclusions

Six échantillons de sols prélevés au Sud du Bénin ont été soumis à différents types d'essais. Les quatre premiers prélèvements ont été faits dans la région ouest de la Lama afin de caractériser les sols argileux de cette région, sensibles au phénomène de retrait/gonflement.

La maîtrise de leurs comportements devrait permettre de résoudre les problèmes d'accessibilité dans la région en toute saison. Dans cette optique, deux autres prélèvements ont été faits et soumis à des études pour avoir au besoin des matériaux de substitution dans les meilleures conditions possibles pour des ouvrages routiers.

Deux catégories de méthodes d'analyses ont été utilisées:

- la caractérisation macroscopique comportant les essais géotechniques couramment utilisés ;
- la caractérisation microscopique comportant les analyses chimiques, thermiques, minéralogiques (par méthode de diffraction aux Rayons X) et les observations au microscope électronique à balayage environnemental couplées à la microanalyse X.

Les différents essais chimiques, minéralogiques, thermiques et microscopiques réalisés sur les échantillons ont permis de déduire les phases minérales dominantes des sols. La kaolinite et le quartz sont les minéraux dominants dans les échantillons **SA**, **Sm** et **SAm**. L'échantillon **AT2** est un mélange de plusieurs types d'argile; cependant l'échantillon **AT1** est dominé par une argile smectitique et l'échantillon **LT** est principalement de la palygorskite, une argile fibreuse. Les techniques complémentaires des essais non usuels en géotechnique routière, utilisées nous ont permis d'avoir une bonne compréhension des différences de comportement de ces sols argileux à travers leurs propriétés géotechniques (compressibilité et gonflement).

En fait, des différences significatives de comportement ont été observées pour **AT1** et **LT** qui sont essentiellement des argiles du point de vue identification par les paramètres d'état géotechnique. En effet, en se basant sur les essais de gonflement libre et les essais de compressibilité œdométrique, le rapport $\frac{C_g}{C_c}$ est presque le même pour les deux échantillons, mais le gonflement libre est respectivement de 90% et 40% pour l'échantillon **AT1** et **LT**. Ce phénomène a été expliqué à partir des essais microscopiques (minéralogiques, chimiques, thermiques et observations MEBE) par la différence de composition minéralogique de chaque

sol; aussi la structure fibreuse révélée par la MEBE pour **LT** (palygorskite) est à l'origine de ce comportement macroscopique particulier.

Somme toute, l'exploitation des résultats a confirmé le fort potentiel de gonflement et de retrait des échantillons **AT1** et **AT2**, qui sont donc à l'origine des fortes dégradations rencontrées dans la région. L'échantillon **LT** constitué de minéraux fibreux, compte tenu de la singularité de ces minéraux, ne peut pas être « gonflant » comme les phyllosilicates lamellaires. L'échantillon **LT** n'est pas à l'origine des dégradations observées; toutefois, in situ, ce matériau s'intercale quelquefois avec les matériaux de type **AT1** en formant des strates.

Dans le cas des sols argileux, cette étude révèle l'insuffisance des méthodes de caractérisation géotechnique, en particulier dans la recherche de leur potentiel gonflant par les méthodes indirectes de caractérisation basées sur les paramètres d'identification géotechnique à savoir la granulométrie, les limites d'Atterberg et la valeur au bleu de méthylène.

Au titre des essais macroscopiques, l'essai de gonflement libre, qui a révélé la particularité de l'échantillon **LT**, pourrait être mieux élaboré pour la caractérisation des sols argileux dans le domaine routier. En effet, nous avons noté que c'est un essai simple et rapide dont les résultats sont assez concordants. Il pourrait être facilement exécuté par les laboratoires de géotechnique routière dans la phase d'avant-projet.

Chapitre 4 : Étude du traitement des sols au Liant hydraulique routier

La présente étude de traitement a pour but principal l'observation et la compréhension des modifications comportementales de sols fins traités au LHR et destinés à une utilisation en technique routière. En effet, si les sols fins peu ou moyennement plastiques de classe A1 et A2 (suivant la classification GTR annexe 1) ont fait l'objet de nombreuses études avec des résultats exploitables intéressants, il n'en est pas de même pour les sols fins très plastiques notamment de classe A4 pour qui, des dispositions particulières sont requises ; en effet ces sols de classe A4 sont réputés, selon le GTR, comme étant des sols très cohérents et de très faible coefficient de perméabilité; la variation de leur teneur en eau est extrêmement lente avec pour conséquence d'important retrait ou gonflement. Dès lors, leur utilisation en remblai ou en couche de forme n'est normalement pas envisageable (LCPC SETRA 2000a).

Parmi les sols argileux étudiés, **AT1** et **LT** sont de classe A4; **SA** et **AT2** sont de classe A3 dans la classification GTR. Dans la classification LPC/USCS, **AT1** et **AT2** sont des argiles très plastiques et **LT** un limon très plastique. Alors pour l'étude du traitement notre choix a été porté sur l'argile très plastique de classe A4 (**AT1**) en tenant compte des remarques faites ci-dessus. En effet, rares sont les chercheurs qui ont entrepris des études de traitement de ces sols. Delfaut en 1990 est l'un de ceux-là à avoir engagé des études sur les possibilités de traitement des sols de classe A4 et sa recherche a porté sur la réutilisation en remblai ainsi que sur la réalisation des couches de forme après traitement à la chaux vive et au ciment CLK d'une argile plastique du Sparnacien de classe A4. Selon cet auteur, la teneur en eau est un élément important de la réussite du traitement et le dosage en ciment peut-être limité à 6 ou 7%.

Un facteur déterminant des avantages économiques et environnementaux est la possibilité d'utilisation des matériaux de proximité. De plus, l'obtention de résultats concluants des études de traitement de ces sols, le plus souvent évités en construction routière, revêt un intérêt particulier car il élargirait le choix des matériaux performants utilisables en corps de chaussées.

Notons que le sol **AT1** ($P_{<2\mu m} = 87\%$; $P_{<80\mu m} = 97\%$; $I_p=58$; $V_b=12$), retenu pour notre étude, présente des caractéristiques plus critiques que celles du sol étudié par Delfaut ($P_{<2\mu m} = 61\%$; $P_{<80\mu m} = 80\%$; $I_p=54$; $V_b=12$) et traité à la chaux et au ciment CLK.

S'agissant de notre étude, nous avons fait le choix du liant hydraulique routier (LHR) au lieu du ciment CLK car ce sont des liants spécifiques de plus en plus développés par les cimentiers et exclusivement destinés aux traitements des sols.

Le traitement des sols **Sm** et **Sam**, classés B2, a été également étudié car leur utilisation en sous-couches de chaussées n'est pas systématique.

Ces études de traitement ont pour but d'apprécier l'effet du LHR sur les sols étudiés. Il s'agira entre autres, en se fondant sur les essais effectués d'expliquer au mieux les différentes améliorations, définir les meilleures conditions du traitement et faire ressortir éventuellement d'autres aspects non encore maîtrisés du traitement.

Dans la suite, **AT1** sera simplement désigné **AT**.

4-1- Aspects macroscopiques

Les résultats des essais macroscopiques de nos sols traités seront présentés.

Une comparaison sera faite selon les guides techniques de Traitement des sols à la chaux et/ou aux liants hydrauliques puis également selon la méthode du CEBTP.

4-1-1- Essais de caractérisation mécanique sur les sols naturels

Les essais de caractérisations mécaniques (essais Proctor - CBR, essais de compression, essais de traction) tels que décrits au § 2-2-11, ont été effectués sur les trois sols destinés au traitement au liant hydraulique routier.

La Figure 4-1 présente les courbes Proctor normal (en tirets) et Proctor modifié (trait plein). Les deux types d'essais ont été réalisés pour pouvoir exploiter les résultats dans le système GTR-GTS (OPN) et dans le système CEBTP (OPM).

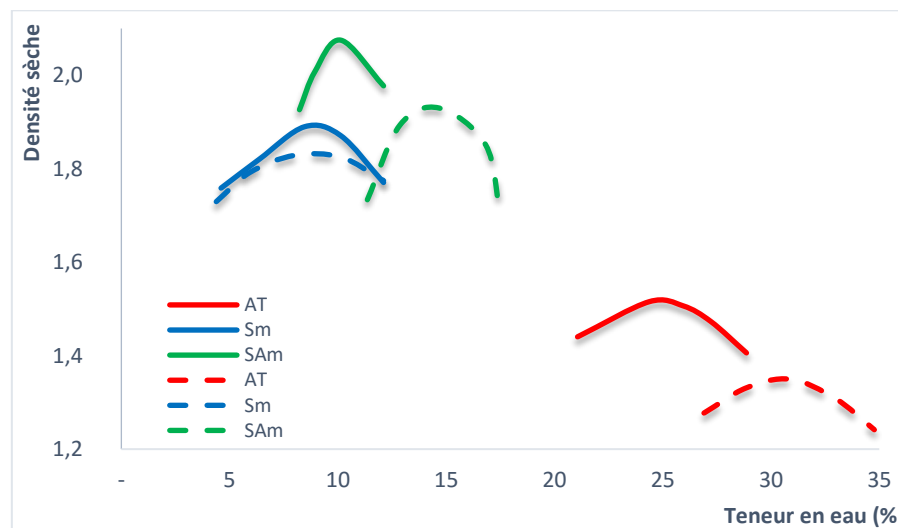


Figure 4-1: Courbes Proctor des trois sols

Les caractéristiques physiques et mécaniques se trouvent résumées dans le Tableau 4-1. On note que le sol **Sm**, le moins argileux, admet l'indice CBR (ICBR) le plus élevé par rapport à **SAm** qui admet la plus forte densité sèche. Pour ce dernier la valeur plus faible du CBR peut s'expliquer par une plus forte sensibilité à l'eau pendant les 96h d'imbibition.

Tableau 4-1: Caractéristiques physiques et mécaniques des sols naturels

Caractéristiques	AT	Sm	SAm
Densité sèche maximale OPM (ρ_{dOPM})	1,52	1,89	2,07
Teneur en eau optimale (w_{OPM} en %)	25	8,95	10,10
Indice CBR à 95% OPM après 96h d'imbibition	4,6	52	20
Densité sèche maximale OPN (ρ_{dOPN})	1,35	1,83	1,93
Teneur en eau optimale (w_{OPN} en %)	30,6	9,0	14,3
Résistance à la compression simple (R_c en MPa)	0,155	0,194	0,362
Résistance à la traction indirecte (R_{it} en MPa)	0,073	0,055	0,087
Module compression (MPa)	29	39	262

De plus, **Sm** admet un module relativement faible qui est lié à une plus grande déformation au cours de la compression; il admet également la plus faible résistance à la traction indirecte; ceci peut s'expliquer par son manque de cohésion par rapport aux deux autres qui sont plus argileux comme l'ont déjà constaté Barzegar et al. (1995), pour qui la teneur en argile dans un sol donné a une influence notable sur sa résistance à la traction. De plus, ils ont constaté que lorsque la granulométrie des particules d'argile est plus fine, sa résistance à la traction devient plus importante à cause du nombre important de contacts interparticulaires formés, ce qui induit une forte cohésion entre les grains.

4-1-2- Résultats des essais de traitements des sols

L'aspect macroscopique de l'étude de traitement a été réalisé au travers des résultats d'essais mécaniques (Proctor, CBR, résistance à la compression et résistance à la traction). Les conditions de traitement des sols sont décrites au § 2-2-10. Pour rappel, les sols ont été traités à 3, 6 et 9% de LHR. Le sol **AT** a connu un prétraitement de 2% à la chaux. Les conditions de conservation et de temps de cure étaient :

- pour les essais CBR, trois jours à température ambiante puis une immersion des éprouvettes conservées dans les moules CBR dans l'eau sous une surcharge de 6,9kg pendant 96h.
- pour les essais de résistance à la compression (R_c) et de résistance à la traction indirecte (R_{it}), une conservation des éprouvettes selon les conditions d'une cure normale, c'est-à-dire en moule hermétiquement fermé à une température de $20 \pm 2^\circ\text{C}$. Les éprouvettes ont été écrasées respectivement après les temps de cure ci-après : 7j à sec, 3j à sec + 4j immergés dans l'eau, 28 j à sec, 60 j à sec, 28 j à sec + 32 j immergés dans l'eau, 90j à sec.

4-1-2-1- Références Proctor et Indices CBR

Les références Proctor (teneur en eau optimale w_{opt} et densité sèche maximale $\rho_{d_{max}}$) déterminées sur les sols naturels ainsi que ceux traités se présentent pour les trois sols sur la Figure 4-2. Le récapitulatif est présenté au Tableau 4-2.

Des différences de comportement des trois sols après traitement sont observées, l'optimum Proctor se plaçant différemment par rapport à l'optimum Proctor du sol naturel dans chacun des cas.

L'échantillon AT manifeste une nette augmentation de masse volumique sèche optimale et une nette diminution de la teneur en eau optimale à 3 et 6% de traitement pour les deux énergies de compactage (Normal et Modifié). A 9% on note une quasi-stabilité des résultats par rapport à 6% pour l'énergie Proctor Normal.

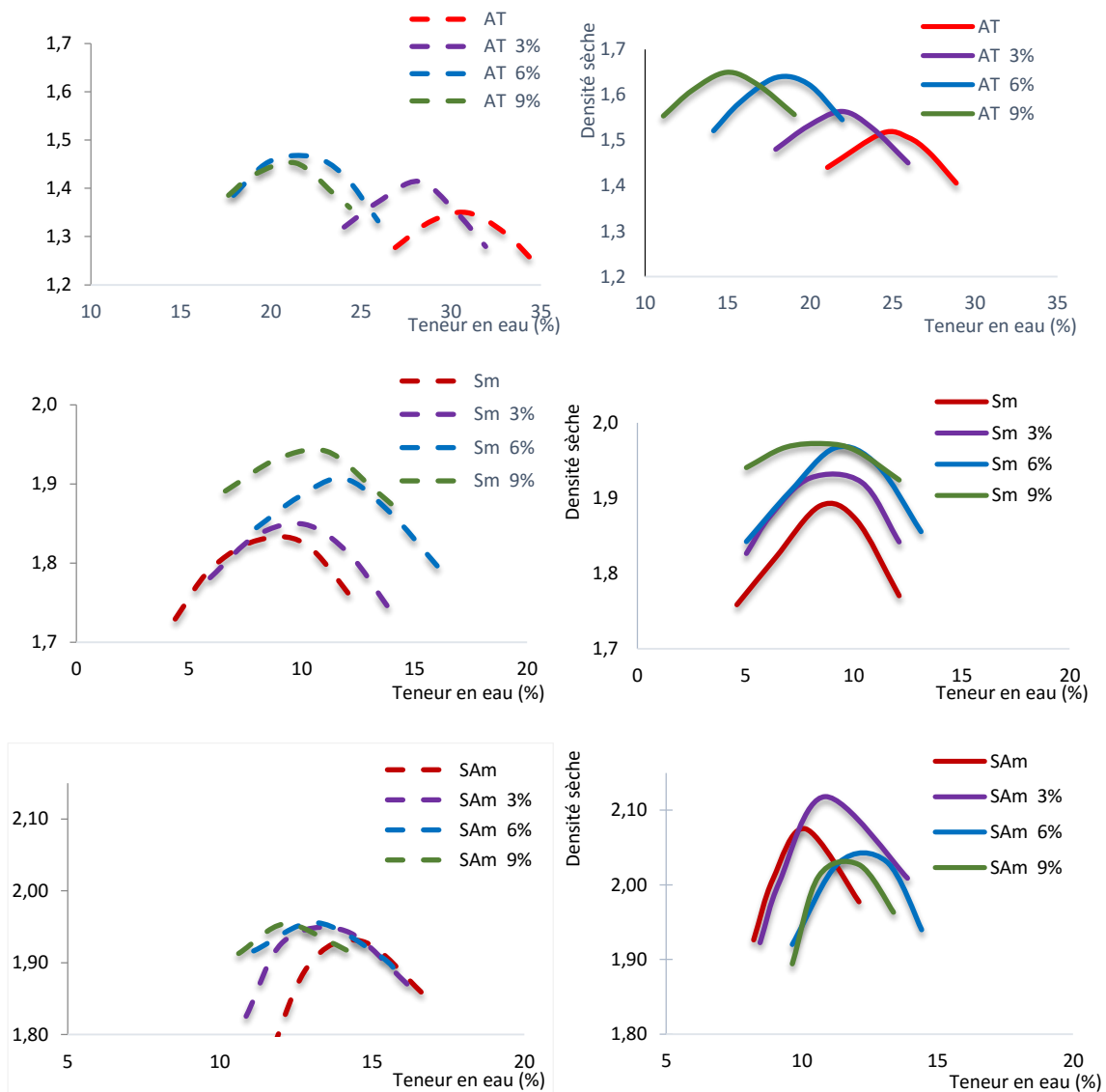


Figure 4-2: Courbes Proctor Normal et Modifié des sols avant et après traitement

Pour l'échantillon **Sm**, si l'augmentation de masse volumique sèche optimale est évidente, on note plutôt une faible évolution à la hausse de la teneur en eau optimale. Les mêmes tendances sont obtenues pour les courbes Proctor Normal et Proctor Modifié pour les échantillons **AT** et **SAm**.

Pour l'échantillon **SAm**, une augmentation de masse volumique sèche optimale et une diminution de la teneur en eau optimale à 3 et 6% de traitement pour le Proctor Normal; pour l'échantillon **SA**, on note une légère baisse de la teneur en eau optimale. La variation de la teneur en eau en fonction du traitement suit la même tendance révélée par les essais chimiques; particulièrement pour le traitement à 6%, on note une baisse des teneurs en eau optimales pour **AT**, une augmentation des teneurs en eau optimales pour **Sm**, par contre, pour **SAm** (sable argileux), on note une baisse pour l'énergie Proctor Normal et une hausse pour l'énergie Proctor Modifié.

Selon le LCPC-SETRA 2000a, après traitement à la chaux, la modification des caractéristiques de compactage d'un sol argileux de classe A2 serait telle que l'on ait une augmentation de la teneur en eau optimale et une diminution de la masse volumique sèche optimale (Figure 1-11). Cependant, dans le cas de notre étude où le liant utilisé est un LHR, cette remarque n'a été observée que pour l'échantillon **SAm** entre 3% et 6% de traitement.

L'évolution de l'indice CBR après 96h d'immersion à 95 % de l'Optimum Proctor Modifié en fonction de la teneur en LHR est représentée sur la Figure 4-3 dont l'axe des ordonnées a été mis en échelle logarithmique pour mieux apprécier l'évolution des indices en fonction du traitement.

Pour **AT**, qui est un sol argileux très plastique, le CBR passe de 4 pour le sol non traité à 10 pour le sol traité à 9%. Pour les échantillons **Sm** et **SAm**, on note une évolution considérable de l'indice CBR avec un facteur multiplicatif respectivement de 9 et de 7 pour le passage de l'indice du sol non traité à celui du sol traité à 9%.

Le récapitulatif de ces résultats est présenté au Tableau 4-2.

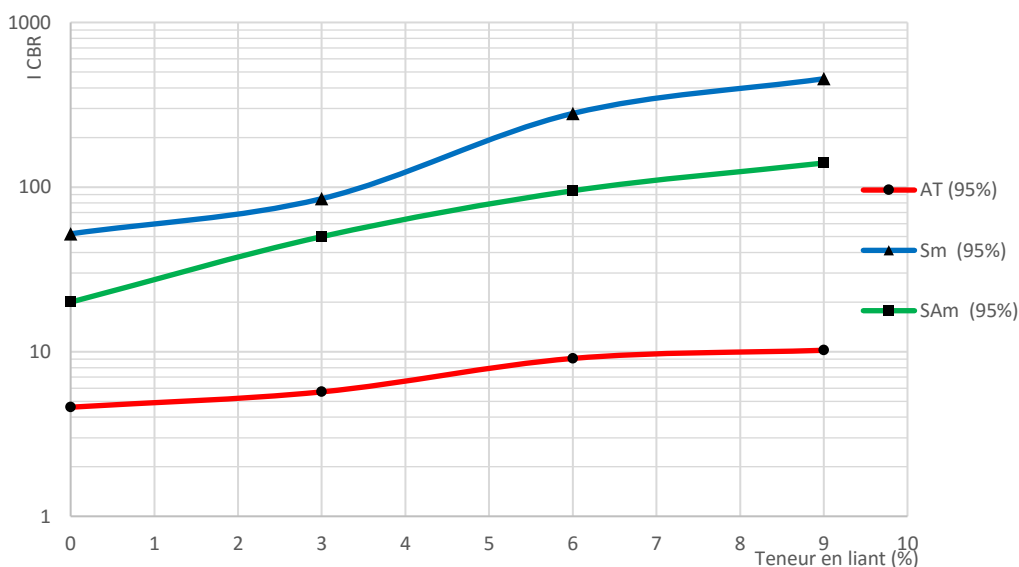


Figure 4-3: Evolution du CBR des sols en fonction de la teneur en LHR

Tableau 4-2: Récapitulatif des résultats Proctor et CBR

	Proctor Normal		Proctor Modifié		CBR après 96 h d'immersion	
	ρ_{dmax} (t/m ³)	w _{opt} (%)	ρ_{dmax} (t/m ³)	w _{opt} (%)	95 % OPM	Gonflement linéaire GL (%)
AT	1,35	30,6	1,52	25	4,6	2,74
AT 3%	1,415	28,2	1,56	21,95	5,7	2,54
AT 6%	1,468	21,5	1,64	18,5	9	2,50
AT 9%	1,454	21,1	1,65	15,1	10	2,45
Sm	1,832	9	1,892	8,95	52	0,03
Sm 3%	1,85	9,6	1,93	9	85	0,02
Sm 6%	1,908	11,6	1,97	9,5	280	-
Sm 9%	1,944	10,5	1,973	8,4	455	-
SAm	1,93	14,3	2,07	10,1	20	0,07
SAm 3%	1,95	13,4	2,12	11	50	0,04
SAm 6%	1,956	13,15	2,04	12,3	95	0,02
SAm 9%	1,958	12,2	2,03	11,6	140	0,02

Le gonflement linéaire (GL) mesuré au cours de l'essai pendant les 96 h d'imbibition des éprouvettes dans les moules CBR et soumises à des surcharges de 6,9 kg montre une insensibilité à l'eau des sols **Sm** et **SAm** ($0 < GL < 0,7\%$). Pour l'échantillon **AT** (argile smectique) la valeur du gonflement linéaire indique que la sensibilité du sol à l'eau n'a pas été beaucoup amoindrie par le traitement ; ces résultats confortent les observations de Guettala et Guenfoud (1997), qui ont montré que la sensibilité à l'eau des sols riches en smectites persiste après traitement.

4-1-2-2- Résistance à la compression simple

La Figure 4-4 représente l'évolution de la résistance à la compression simple en fonction du temps de cure des trois sols après traitement aux différents teneurs en liant.

Les résistances du sol argileux **AT** évoluent lentement pour atteindre une valeur de 1MPa à 9%. Aux teneurs en liants de 6 et 9%, **Sm** présente de meilleures résistances. Pour les sols **Sm** et **SAm**, et les traitements à 6 et 9%, la limite de 1MPa est atteinte dès 7 jours.

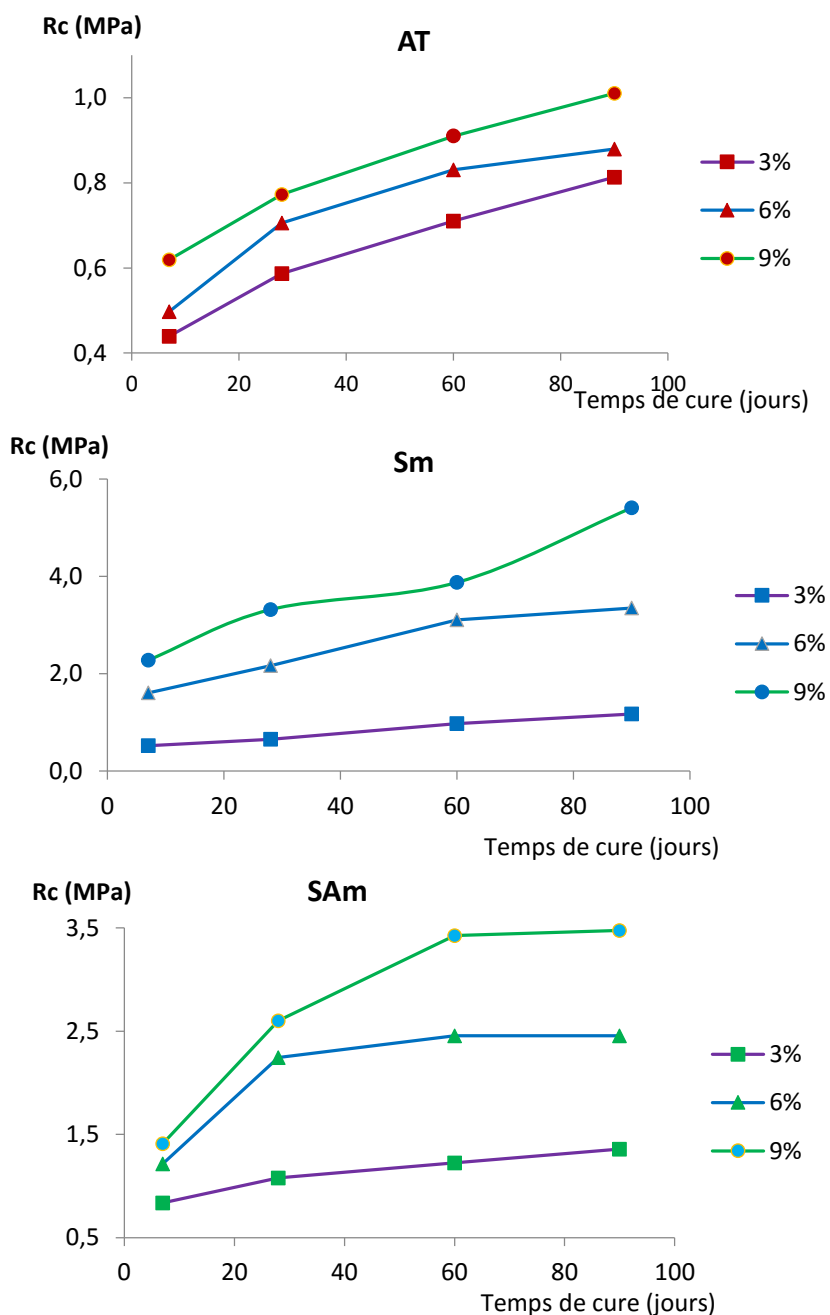


Figure 4-4: Résistance à la compression (Rc) en fonction du temps de cure et du dosage en liant

4-1-2-3- Résistance à la traction indirecte

L'évolution de la résistance à la traction ($R_t = 0,8R_{it}$) des sols en fonction du temps de cure, avant et après traitement, est présentée à la Figure 4-5.

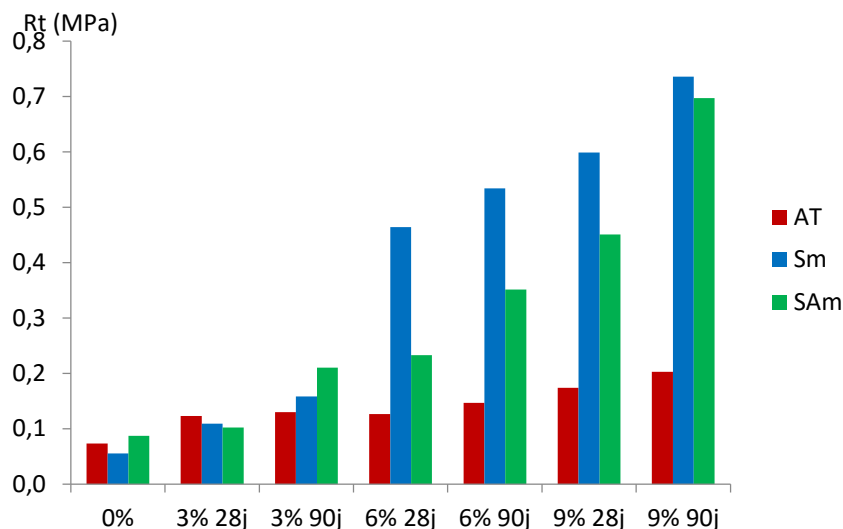


Figure 4-5: Évolution des résistances en traction en fonction de la teneur en liant et du temps de cure

Globalement, on note une évolution des teneurs en liants en fonction de la teneur en liant et du temps de cure. On note que **Sm** qui admettait la plus faible résistance à la traction avant traitement, admet les résistances les plus élevées après traitement. L'évolution de l'échantillon **AT** n'est pas importante.

4-1-2-4- Module

Les modules à 28 jours et à 90 jours ont été déterminés concomitamment aux essais de compression. Leur évolution est présentée à la Figure 4-6.

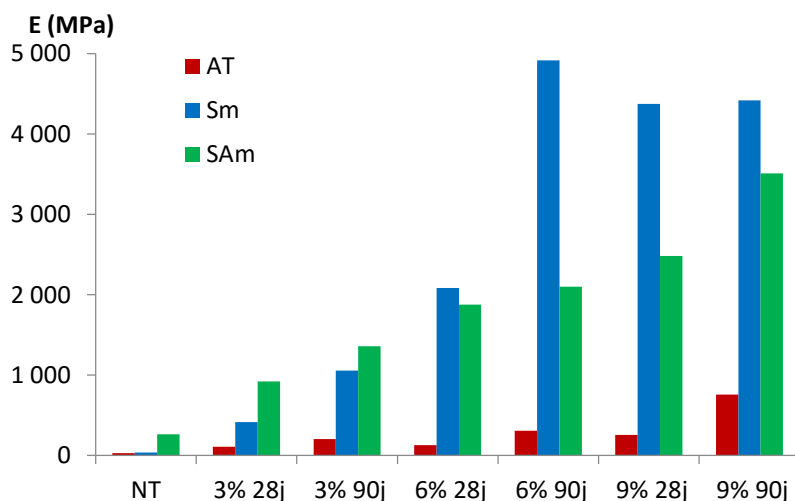


Figure 4-6: Évolution du module à 28 et 90 jours

On constate que pour **AT** et **SAm**, les modules ont progressivement évolué en fonction du temps et du dosage; cependant pour **Sm**, qui a développé les meilleurs modules, la valeur du module déterminé après 90 jours de cure a chuté entre 6% et 9% de traitement.

4-1-3- Utilisation des sols en technologie routière

Quelques caractéristiques des sols naturels qui ont été traités sont rappelées dans le tableau ci-dessous.

Tableau 4-3: Paramètres d'identification simple des sols naturels

Caractéristiques	AT	Sm	SAm
D_{max} (mm)	2	2	2
Fraction inférieure à $80\mu\text{m}$ (%)	97,26	4,81	11,61
Fraction inférieure à $2\mu\text{m}$ (%)	87,05	1,03	3,56
VB	12	0,28	1
Limite de liquidité	91	-	32
IP	58	-	15
ρ_{dmax}	1,52	1,89	2,07
w_{opt}	25	8,95	10,1
CBR 95% OPM	4,6	52	20
Gonflement linéaire (GL)	2,74	0,03	0,07

4-1-3-1- Approche GTR 2000 et GTS 2000 et 2007

4-1-3-1-1- Sols à l'état naturel

La classification GTR des sols traités est donnée à la Figure 4-7.

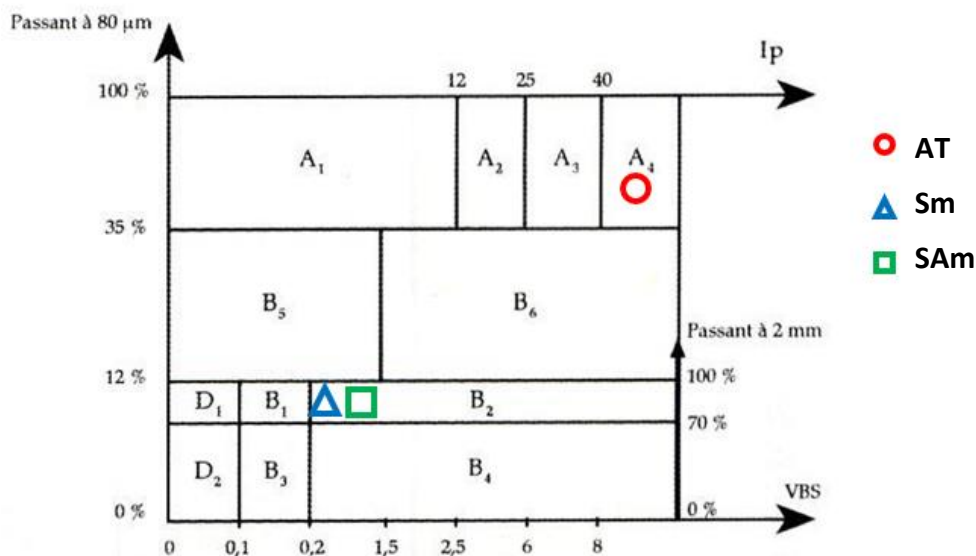


Figure 4-7: Classification GTR des trois sols (d'après LCPC SETRA 2000b)

Selon la classification GTR (Tableau 3-2), le sol **AT** est de classe **A4** donc est une argile très plastique. Son emploi en remblai ou en couche de forme n'est donc pas envisageable.

Les sols **Sm** et **SAm** sont des sables argileux ou peu argileux de classe **B2**; la différence est surtout caractérisée par la VB et l'IP tel que mentionné dans le Tableau 4-3. La plasticité des fines de ces sols les rend sensibles à l'eau. Leur temps de réaction aux variations de l'environnement hydrique et climatique est court, tout en pouvant varier assez largement en

fonction de leur perméabilité. A l'état naturel, ils peuvent être utilisés comme remblais et comme couche de forme ; dans un état hydrique moyen et avec un compactage moyen ils peuvent être considérés comme PST 2 avec une classe d'arase AR1 (Cf. Annexe 2). Toutefois, la grande sensibilité à l'eau de ces sols de classe B2 impose quelquefois de les traiter avec un liant hydraulique.

4-1-3-1-2- Sols traités au Liant hydraulique

Les aspects du comportement du sol traité considérés sont :

- l'âge autorisant la circulation : Comme mentionné au Tableau 1-2 et au Tableau 1-4 du § 1-3-1-, la couche mise en œuvre peut être circulée dès que $R_c \geq 1$ MPa. L'âge au bout duquel cette condition est réalisée étant déduit par interpolation entre les valeurs de R_c mesurées à 7 et 28j
- la résistance à l'immersion : elle s'apprécie avec le ratio R_{c60i}/R_{c60} avec R_{c60i} la résistance à la compression déterminée après 28 jours de cure normale et 32 jours d'immersion et R_{c60} la résistance à la compression après 60 jours de cure normale.
- les performances à long terme : elles sont mesurées à partir du couple (R_{t90} ; E_{t90}).

Le Tableau 4-4 présente les caractéristiques mécaniques obtenues après traitement pour les sols.

Tableau 4-4: Récapitulatif des caractéristiques après traitement

		AT			Sm			SAm		
		3%	6%	9%	3%	6%	9%	3%	6%	9%
Age autorisant la circulation	Rc ₇ (MPa)	0,44	0,50	0,62	0,52	1,61	2,28	0,84	1,21	1,41
	Rc ₂₈ (MPa)	0,59	0,71	0,77	0,65	2,52	3,32	1,08	2,24	2,80
	Age (jours)	-	-	-	-	< 7	< 7	21	< 7	< 7
Résistance à l'immersion	Rc _{60i} (MPa)	0,27	0,33	0,44	0,56	2,48	3,13	0,815	1,78	2,79
	Rc ₆₀ (MPa)	0,71	0,82	0,91	0,97	3,11	3,87	1,22	2,46	3,43
	R_{c60i}/R_{c60}	0,38	0,40	0,48	0,58	0,80	0,81	0,67	0,72	0,81
Performances à long terme	Rt ₂₈ (MPa)	0,099	0,101	0,139	0,087	0,372	0,479	0,082	0,186	0,361
	Et ₂₈ (MPa)	110	129	257	417	2 083	4375	920	1875	2483
	Rt ₉₀ (MPa)	0,104	0,118	0,162	0,127	0,427	0,589	0,168	0,281	0,558
	Et ₉₀ (MPa)	269	306	357	1058	4916	4416	1 360	2 100	3 510

Ainsi, quel que soit la teneur en liant, le critère d'âge, autorisant la circulation, n'est pas satisfait pour AT. Toutefois, la limite de 1 MPa de résistance à la compression simple a été obtenue au laboratoire après 88 jours.

Pour **Sm**, le critère de traficabilité n'est pas satisfait pour une teneur en eau de 3%. A 6 et 9% la limite des 1MPa est atteinte même avant 7 jours.

Pour **SAm**, le critère de traficabilité est satisfait à 21 jours pour une teneur en eau de 3%. A 6 et 9% la limite des 1MPa est atteinte même avant 7 jours.

* Utilisation en couche de forme

Le critère de résistance à l'immersion au jeune âge est satisfait pour les sols de $VB > 0,5$ si $R_{c60i}/R_{c60} > 0,6$ et si $R_{c60i}/R_{c60} > 0,8$ pour les sols de $VB \leq 0,5$.

Au vu du Tableau 4-4, ce critère n'est pas respecté pour **AT** et pour **Sm** à 3% tandis qu'il l'est pour **Sm** à 6 et 9% ainsi que pour **SAm** quel que soit le traitement.

Suivant le GTS 2000 (remblais et couches de forme), sont reportés sur l'abaque présenté à la Figure 4-8 les couples (R_t ; E) obtenus à 90 jours de cure des sols traités.

Ne figurent pas les couples (R_t ; E) de l'argile (**AT**) car les valeurs du module obtenues sont inférieures à 10^3 MPa. Pour **Sm**, on note le passage rapide de la zone 5 (traitement à 3%) à la zone 3 (traitement à 6%), puis à la zone 2 (9% de LHR) qui atteste d'une capacité du matériau traité à être réutilisé en assise de chaussée. Pour **SAm**, le passage a été progressif: zone 4 (traitement à 3%) à la zone 3 (traitement à 6%) puis à la zone 2 (traitement à 9%).

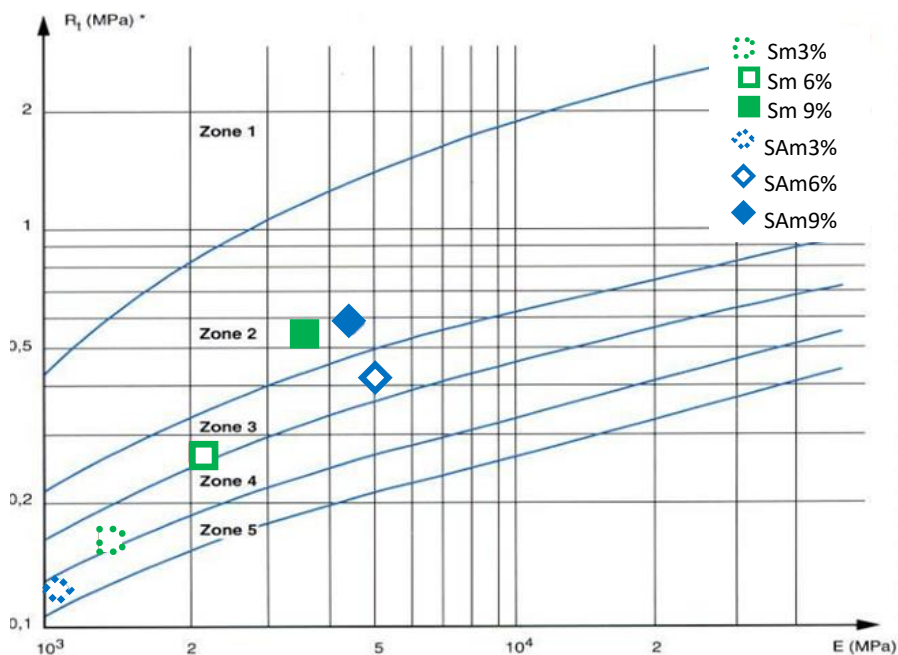


Figure 4-8 : Classement des matériaux traités selon (R_{t90} ; E_{t90}) pour une couche de forme (d'après LCPC SETRA 2000a)

* Utilisation en couche d'assises

Le critère de résistance à l'immersion au jeune âge est satisfait pour les sols de $VB > 0,5$ si $R_{c60i}/R_{c60} > 0,7$ et si $R_{c60i}/R_{c60} > 0,8$ pour les sols de $VB \leq 0,5$. Ce critère n'est respecté que pour **Sm** à 9% et **SAm** à 6 et 9%.

Suivant le GTS 2007, figurent sur l’abaque présenté à la Figure 4-9 les couples (Rt ; E) obtenus à 90 jours de cure des sols traités. Seuls ont pu être positionnés les couples des sols **Sm** et **SAm** traités à 6 et à 9% qui ont atteint les classes de résistance T1 et T2.

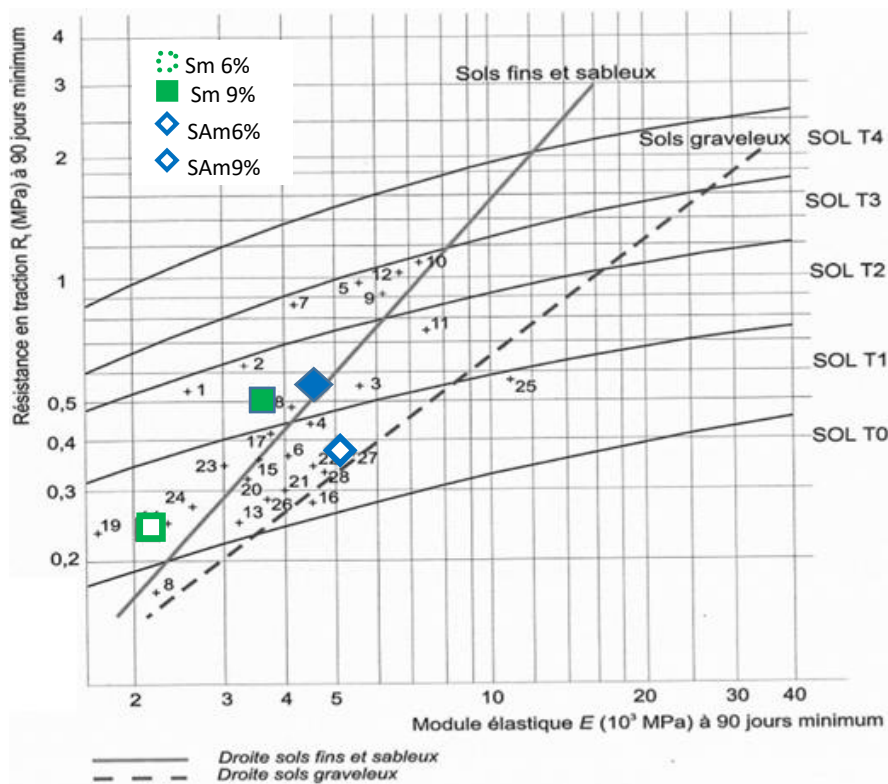


Figure 4-9 : Classement des matériaux traités selon (Rt₉₀ ; Et₉₀) pour une couche d'assises (d’après SETRA 2007)

Le sol **AT**, après traitement au liant hydraulique, pourra être utilisé que comme Partie Supérieure des Terrassements de même que le sol **Sm** 3% et **SAm** 3%. Pour la couche de forme et couche d’assises, les sols traités utilisables sont classés dans le Tableau 4-5 en fonction des zones et des classes mécaniques.

Tableau 4-5 : Utilisation possible des sols après traitement (GTR-GTS)

	Couche de forme	Couche d'assises
Sm 6%	zone 5	Classe T1
Sm 9%	zone 2	Classe T2
SAm 3%	zone 4	Non
SAm 6%	zone 3	Classe T1
SAm 9%	zone 2	Classe T2

4-1-3-2- Approche CEBTP 1980

4-1-3-2-1- Sols à l'état naturel

Les caractéristiques (dans l'approche CEBTP) des sols naturels qui seront traités sont rappelées dans le tableau ci-dessous.

Tableau 4-6 : Récapitulatif des critères d'utilisation des sols non traités

Critères		AT	Sm	SAm
Plateforme	IP < 40	Non	Oui	Oui
	LL < 70			
	GL < 2%			
	MO < 3%			
Couche de forme	CBR > 5	Non	Oui	Oui
	IP < 20			
	P ₈₀ < 35			
Couche de fondation	1,9 < ρ _{dmax} < 2,1	Non	Non	Non
	7 < w _{opt} < 13			
	CBR 95% OPM > 30			
	10 < P ₈₀ < 30			
	5 < IP < 20			

Ainsi, le sol **AT** ne peut pas être utilisé dans son état naturel; il devra être substitué ou traité en place. **Sm** et **SAm** peuvent être utilisés en l'état comme plateforme et couche de forme.

Selon le CEBTP, pour pouvoir être traité, il faut que les sols argileux répondent en outre à d'autres critères rappelés dans le Tableau 4-7.

Tableau 4-7: Caractéristiques des sables argileux aptes pour un traitement (CEBTP 1984)

		Sm	SAm
Dimension maximale	0,5 à 10mm	2	2
Passant à 80 µm	< 50%	4,81	11,61
Coefficient d'uniformité	Cu > 5	2,47	5,33
Indice de plasticité	< 30	-	15
Module de plasticité (m x IP) (m est le passant à 0,425mm)	< 2 500	-	88 x 15 = 1320
MO	< 2%	0,85	1,21

Ainsi, **SAm** vérifie toutes les conditions pour être traitée au Liant. Quant à **Sm**, il ne répond pas au critère du coefficient d'uniformité (Cu > 5).

4-1-3-2-2- Sols traités

Les sols **Sm** et **SAm** non traités peuvent être utilisés en plateforme et couche de forme; le traitement apportera une amélioration de leurs performances mécaniques et les matériaux traités pourront être utilisés au besoin comme matériaux de plateforme et couche de forme. Pour une utilisation en couche de fondation, après traitement, on devra obtenir sur des éprouvettes

compactées à 95% de la densité OPM et réalisées dans des moules Proctor, les valeurs minimales (en fonction du trafic) présentées au Tableau 4-8 ; ce tableau donne également les valeurs atteintes pour les sols étudiés après traitement.

Tableau 4-8 : Caractéristiques des sols après traitement

	Valeurs minimales		AT			Sm			SAm		
	T1 - T3	T4 - T5	3%	6%	9%	3%	6%	9%	3%	6%	9%
R _{c7} en bars	5	10	4,39	4,97	6,19	5,24	16,06	22,79	8,36	12,14	14,11
R' _{c3+4} en bars	2,5	5	-	-	2,58	2,72	11,58	16,52	5,01	11,01	12,48
Rapport R' _c /R _c	0,5		-	-	0,42	0,52	0,72	0,72	0,60	0,91	0,88
CBR	60	80	5	9	10	85	280	455	50	95	140

Tableau 4-9 : Utilisation possible des sols après traitement en couche de fondation (CEBTP)

	Sm			SAm		
	3%	6%	9%	3%	6%	9%
T1 - T3	Oui	Oui	Oui	Non	Oui	Oui
T4 - T5	Non	Oui	Oui	Non	Oui	Oui

4-1-4- Synthèse sur l'aspect macroscopique de l'étude

Le développement d'hydrates cimentaires est confirmé par les bonnes réponses obtenues après traitement pour les caractéristiques mécaniques étudiées (ICBR, résistance à la compression simple, résistance à la traction indirecte, module). Toutefois, les améliorations constatées dépendent de chaque type de sol. En effet, les résultats ont révélé :

- les différences de comportement des courbes Proctor des sols traités (évolution de la teneur en eau optimale et de la densité sèche maximale en fonction de la teneur en liant)
- évolution des paramètres mécaniques dans diverses proportions (très faible évolution pour **AT** et évolution rapide pour **Sm**)
- une sensibilité à l'eau de certains échantillons traités.

En se basant sur le Tableau 4-5 et le Tableau 4-9 relatifs à l'utilisation des sols étudiés en technique routière par la méthode GTR-GTS et la méthode CEBTP,

- les sols **Sm** et **SAm** traités à 6 et 9% sont utilisables en couche de forme et d'assises.
- le sol **SAm** 3% peut être utilisé comme couche de forme mais ne peut pas l'être comme couche d'assises. Selon le GTS, le sol **Sm** 3% n'est pas utilisable à cause de son insensibilité à

l'eau alors que dans l'approche CEBTP, il pourra être utilisé en couche de fondation mais pour les classes de trafic T1 à T3.

- le sol **AT** tel que traité dans cette étude (2% de chaux + 3 à 9% de LHR - compactage dans les conditions OPN), ne peut être utilisé ni comme couche de forme, ni comme couche de fondation. Il pourra toutefois être maintenu comme Partie Supérieure des Terrassements (PST) dans certaines conditions de mise en œuvre. Ces résultats macroscopiques posent encore le problème de difficulté de traitement des sols argileux très plastiques. Or l'obtention de résultats plus concluants serait intéressante pour contribuer à l'exploitation des sols de classe A4.

L'analyse de ces divers résultats obtenus a été poursuivie, au niveau des essais microscopiques réalisés, pour une meilleure compréhension des phénomènes mis en évidence.

4-2- Aspects microscopiques

Par le traitement, les nouveaux composants apportés sont notamment: la Chaux (CaO), la portlandite (Ca(OH)₂), le gypse (CaSO₄·H₂O) et l'anhydrite (CaSO₄). Les nouveaux composés susceptibles d'être formés sont répertoriés dans le Tableau 4-10. La troisième colonne présente la notation cimentière basée sur la nomenclature suivante: C ≡ CaO ; Ć ≡ CO₂ ; S ≡ SiO₂ ; Š ≡ SO₃ ; A ≡ Al₂O₃ ; H ≡ H₂O.

Tableau 4-10: Matériaux cimentaires les plus courants

	Formule développée	Notation cimentière	Formule condensée
Calcite	CaCO ₃	CaĆ	CaCO ₃
Portlandite	Ca(OH) ₂	CH	CaO ₂ H ₂
Silicates de calcium hydratés (CSH)	3CaO 2SiO ₂ 3H ₂ O	C ₃ S ₂ H ₃	Ca ₃ Si ₂ O ₁₀ H ₆
Aluminates de calcium hydratés (CAH)	3CaO Al ₂ O ₃ 6H ₂ O	C ₃ AH ₆	Ca ₃ Al ₂ O ₁₂ H ₁₂
Aluminosilicates de calcium hydratés (CASH)	3CaO Al ₂ O ₃ SiO ₂ 6H ₂ O	C ₃ ASH ₆	Ca ₃ Al ₂ SiO ₁₄ H ₁₂
	2CaO Al ₂ O ₃ SiO ₂ 8H ₂ O	C ₂ ASH ₈	Ca ₂ Al ₂ SiO ₁₇ H ₁₆
Ettringite (CAŠH)	Ca ₆ Al ₂ (SO ₄) ₃ (OH) ₁₂ ·26H ₂ O	C ₆ A ₂ Š ₃ H ₂₆	Ca ₆ Al ₂ S ₃ O ₅₀ H ₆₄
Thaumasite (CSŠĆH)	CaSiO ₃ , SO ₄ Ca, CaCO ₃ 15H ₂ O	C ₃ SŠĆH ₁₅	Ca ₃ SiSCO ₂₅ H ₃₀

En traitement de sol, la minéralogie et la microstructure des analyses, sont principalement axées vers la recherche de l'effet du traitement sur les propriétés de solidification du sol par l'apparition de matériaux cimentaires. Particulièrement, les CSH, les CAH et les CASH sont les principaux facteurs de résistance à long terme et donc d'amélioration des propriétés géotechniques du sol (Al-Mukhtar et al. 2012).

Seuls les échantillons de sols traités à 6% de LHR (l'argile ayant subi un prétraitement de 2% à la chaux) et conservés pendant 90 jours en cure normale ont été soumis aux observations MEBE

et à la microanalyse X. Les échantillons de sols traités à 3 et 9% de LHR et conservés pendant 90 jours en cure normale ont été soumis aux analyses thermiques et minéralogiques. Tous les échantillons traités ont été soumis aux analyses chimiques.

4-2-1- Analyses chimiques par spectrométrie (ICP-OES)

Les résultats d'analyse chimique par la méthode ICP-OES sur les sols naturels et traités se présentent au Tableau 4-11.

Tableau 4-11: Teneur en éléments chimiques des échantillons

	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	MnO	MgO	CaO	Na ₂ O	K ₂ O	TiO ₂	P ₂ O ₅	PF	Total
AT	50,40	16,87	7,43	0,09	1,72	1,44	0,07	0,17	1,17	0,06	20,25	99,65
AT 3%	46,18	16,27	6,85	0,14	2,11	6,78	0,05	0,15	1,04	0,06	18,94	98,57
AT 6%	45,16	15,61	6,26	0,13	1,88	7,96	0,11	0,32	1,05	< L.D.	21,13	99,60
AT 9%	42,82	14,57	5,70	0,15	2,14	12,01	0,12	0,32	0,96	< L.D.	20,71	99,48
Sm	74,91	11,25	3,93	0,04	0,11	0,07	0,09	1,00	1,69	0,05	5,88	99,01
Sm 3%	60,13	14,36	5,78	0,05	1,00	4,56	0,29	1,92	0,92	0,10	10,12	99,24
Sm 6%	54,91	13,25	5,12	0,08	1,38	9,33	0,28	1,74	0,85	0,10	12,04	99,07
Sm 9%	47,80	14,19	4,30	0,12	1,52	13,81	0,11	0,58	1,43	0,07	14,60	98,54
SAm	52,78	22,94	7,82	0,12	0,19	0,24	0,02	0,12	1,91	0,11	12,36	98,60
SAm 3%	49,60	19,24	8,20	0,13	0,82	5,36	0,07	0,21	1,54	0,19	13,37	98,73
SAm 6%	46,86	19,32	6,18	0,15	1,02	8,95	0,06	0,18	1,48	0,10	14,57	98,88
SAm 9%	45,06	17,73	7,31	0,15	1,23	9,75	0,09	0,22	1,35	0,17	15,45	98,50

Pour tous les échantillons traités, on observe de toute évidence une augmentation de la teneur en CaO, due à l'incorporation des liants, compensée par une baisse de la teneur en SiO₂; elle est très prononcée pour l'échantillon **Sm** (sable silteux traité à 9%) pour lequel on note une grande variation au niveau de la teneur en CaO qui passe de 0,07 à 13,81% accompagnée d'une forte augmentation de la perte au feu (H₂O) qui va de 5,88 à 14,60%.

Le Tableau 4-12 donne les teneurs en calcite (obtenu par calcimétrie) et en soufre (obtenu par dosage du carbone) avant et après traitement à 6% aux liants hydrauliques routiers.

Tableau 4-12: Teneur en carbonate de calcium et en soufre des échantillons

	AT	AT 6%	Sm	Sm 6%	SAm	SAm 6%
CaCO ₃	6,06	9,6	5,6	15,9	2,7	14,6
Soufre	0,13	0,19	0,11	0,68	0,46	0,6

La teneur en carbonate de calcium varie considérablement après traitement, quant à la teneur en soufre la plus grande augmentation concerne l'échantillon **Sm**. Ces variations proviennent de l'apport des liants hydrauliques. Pour **Sm** et **SAm**, la réaction de carbonatation s'est donc majoritairement produite.

4-2-2- ATD / ATG couplées au spectromètre de masse

La technique d'analyse thermique différentielle et thermogravimétrique (ATD/ATG) est utilisée pour les matériaux cimentaires car elle permet d'évaluer, de façon quantitative, les proportions des différentes phases (silicates, aluminates et aluminosilicate de calcium hydratés, portlandite, calcite, ettringite, etc.) qui y sont présentes. La masse diminue notablement lors de la déshydratation (ou déshydroxylation) des nouveaux composés formés et lors de la décarbonatation de la calcite. Dans le cas d'une pâte de ciment, ces réactions de décomposition chimique sont décalées les unes par rapport aux autres, ce qui permet de distinguer la contribution de chaque phase à la perte de masse (Chen 2009; Baroghel-Bouny 1994):

- entre 450 et 550°C, décomposition de la portlandite en chaux libre;
- entre 550 et 650°C, décomposition (par déshydratation) des phases d'hydrates cimentaires et formation d'une nouvelle forme de silicate bicalcique.
- entre 650 et 800°C, décomposition du carbonate de calcium. Le calcaire se décompose par une réaction fortement endothermique qui libère du gaz carbonique.

Dans le cas des sols traités au liant, les températures de réaction des minéraux argileux coïncident avec ceux des matériaux exclusivement cimentaires. Par une analyse comparative des pertes de masse (sols naturels, sols traités), les réactions dues aux matériaux cimentaires pourront être mises en évidence.

Les spectromètres de masse mettront en évidence particulièrement les courbes de H₂O et CO₂ respectivement ($m/z = 18$; $m/z = 44$) m étant la masse et z le nombre de protons. Les courbes ATD/ATG/DTG des échantillons traités sont présentés en annexe. De ces courbes sont extraites les informations figurant sur les courbes récapitulatives ci-après qui présentent pour chaque sol naturel et traité les courbes superposées ATD/ATG et les spectromètres de masse correspondants.

Echantillon AT

Pour l'échantillon **AT**, le pic attribué au départ de l'eau liée (124°C) est légèrement déplacé vers les basses températures; le pic attribué à la kaolinite (485°C) n'a pas connu de modification avec le traitement; de pics de calcite sont apparus pour les sols traités. Le large pic endothermique attribué aux smectites et observé à 766°C a été réduite et diminué vers de plus fortes températures (820°C); le petit pic exothermique à 907°C tend à disparaître avec le traitement.

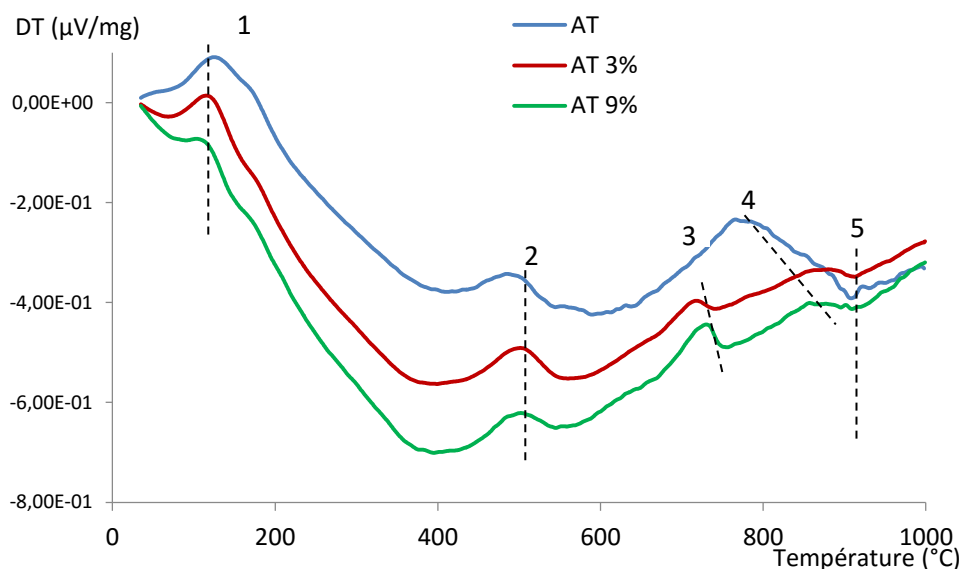


Figure 4-10: Courbes ATD de **AT** non traité et traité

Le spectrogramme de masse de l'échantillon non traité révèle que pour les départs d'eau (H_2O), les fourchettes de température correspondante n'ont pas varié avec le traitement. Par contre, pour le dioxyde de carbone (CO_2) le départ s'est fait progressivement entre 200 et 760°C pour l'échantillon non traité. Pour l'échantillon traité, on note trois pics d'intensités différentes aux mêmes températures, le plus intense étant obtenu entre 660 et 720°C preuve d'une décomposition de la calcite. Un dernier départ est constaté pour l'échantillon traité à 9% entre 880 et 920°C.

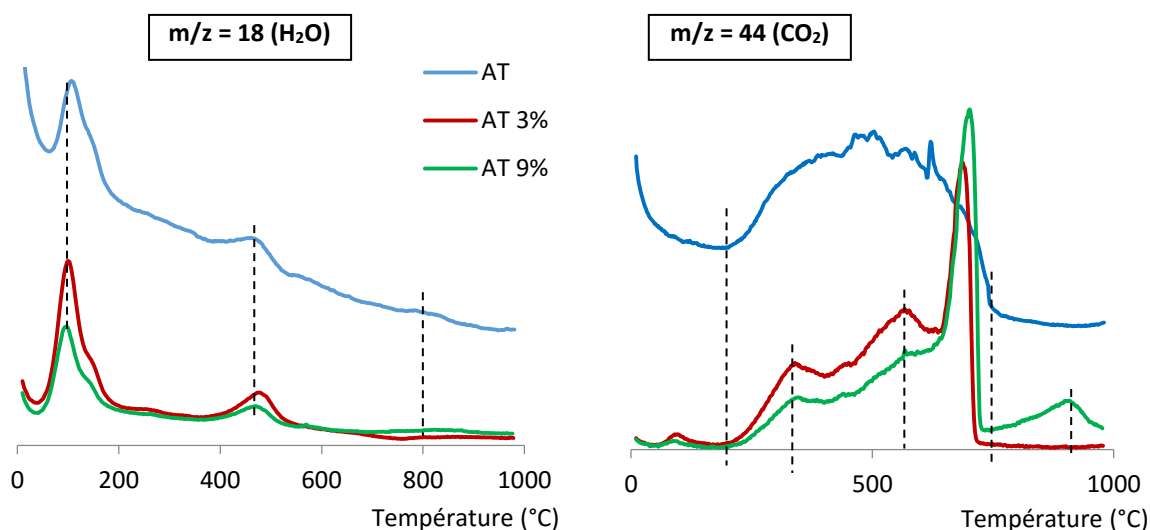


Figure 4-11: Spectromètres de masse de **AT** non traité et traité

L'écart entre les pertes de masse commence par s'accroître au voisinage de 500°C (Figure 4-12). Les plus grandes différences de perte de masse obtenues suite au traitement se sont produites pour les intervalles 0-100 et 650-800. Le premier correspond au départ d'eau tandis que le second correspond au départ de CO_2 .

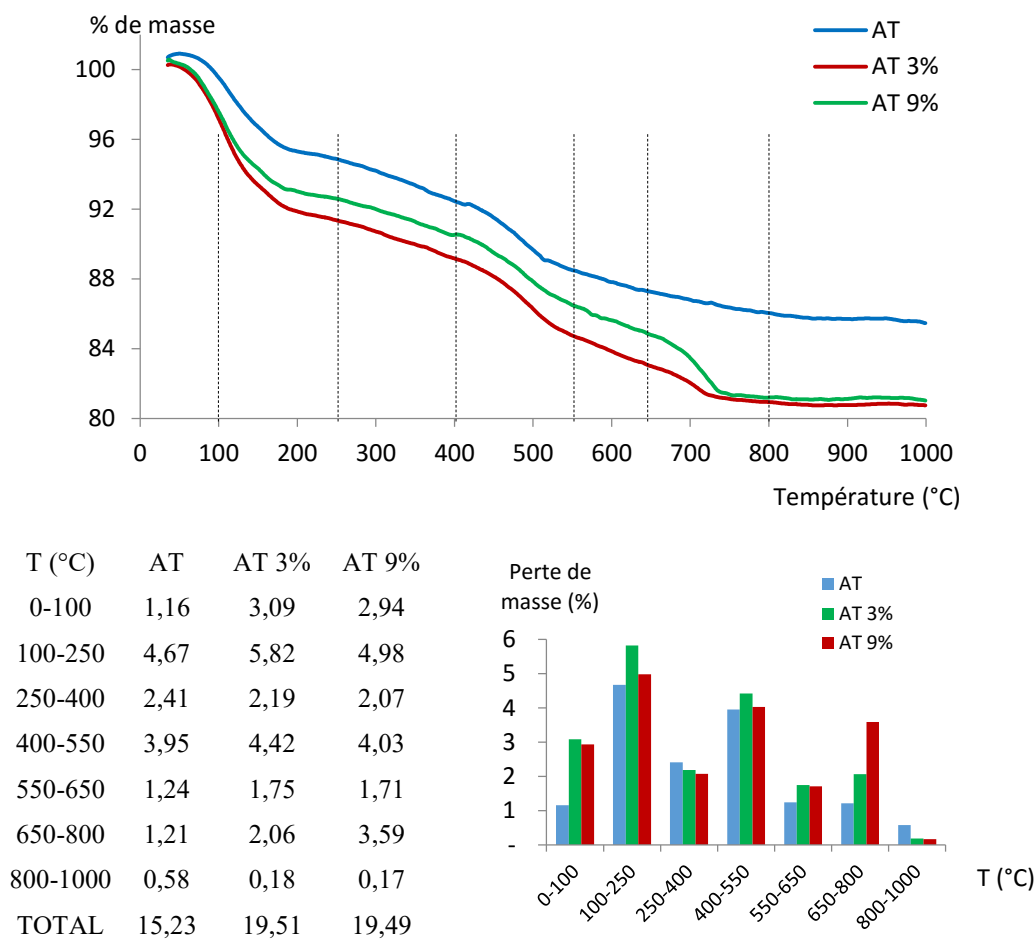


Figure 4-12: Evolution de la perte de masse de AT

Echantillon Sm

Pour **Sm**, hormis le pic attribué à la kaolinite, le traitement a modifié la position des pics ATD. Le pic exothermique obtenu à 943°C n'est plus perceptible pour l'échantillon traité.

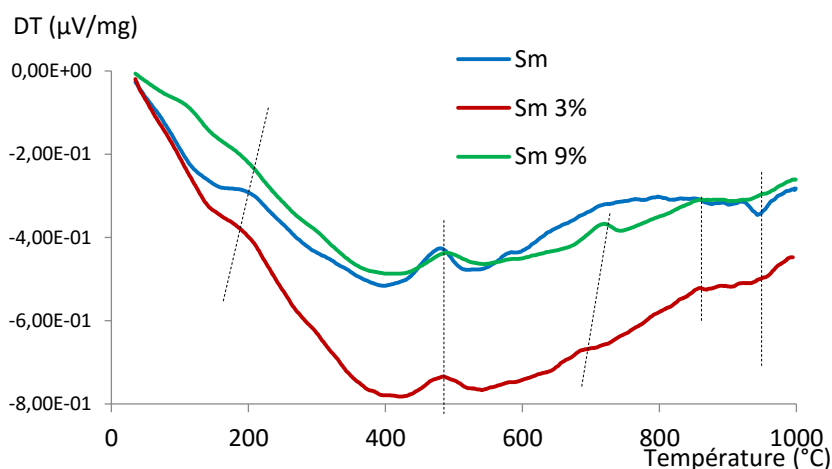


Figure 4-13: Courbes ATD de **Sm** naturel et traité

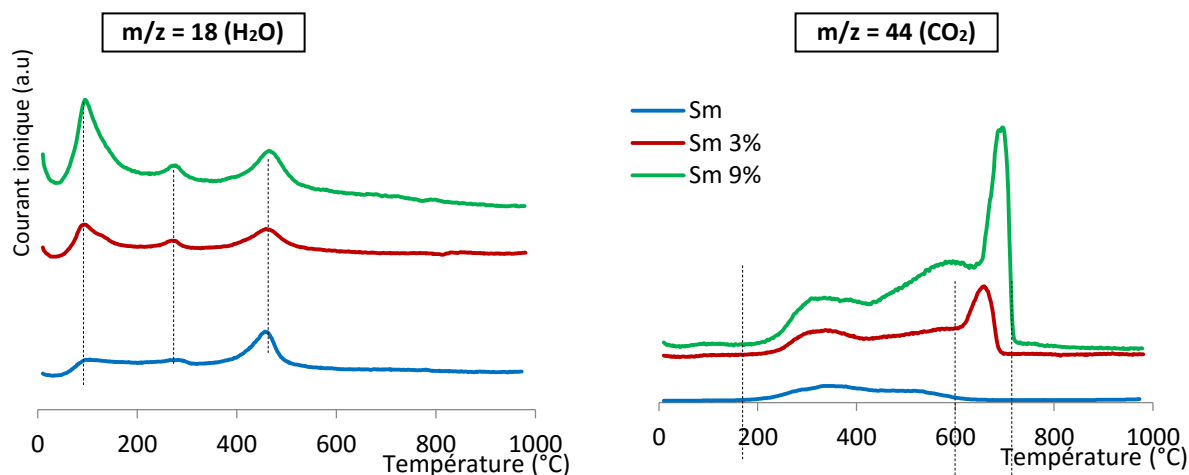


Figure 4-14: Courbes ATD ATG et spectromètres de masse de **Sm** naturel et traité

Comme pour l'échantillon **AT**, les fourchettes de température correspondantes au départ d'eau (H₂O) n'ont pas varié avec le traitement. Pour le CO₂, on note un départ uniforme entre 160 et 600°C pour l'échantillon non traité, 2 pics supplémentaires pour le traitement à 6% et 3 pour celui à 9%.

L'évolution de perte de masse est donnée par la Figure 4-15.

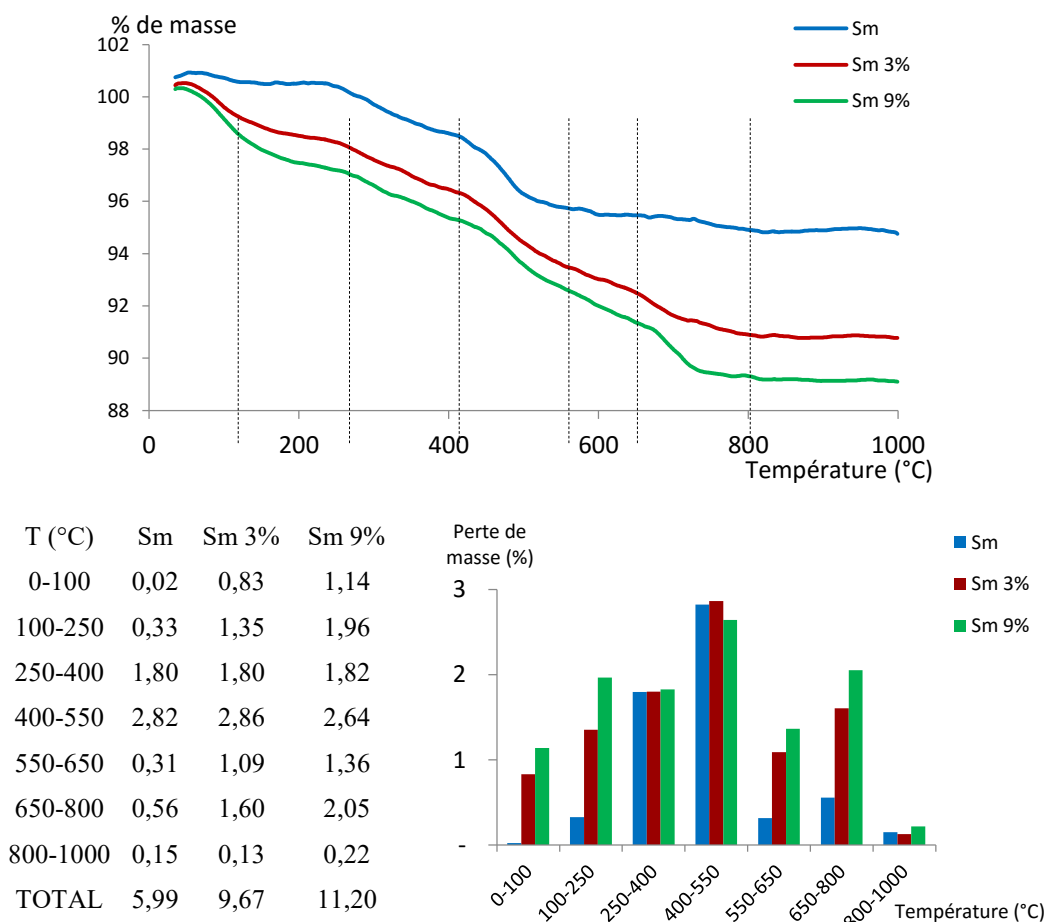


Figure 4-15: Evolution de la perte de masse de **Sm**

Cet échantillon a une faible perte de masse (5,98% par ATG) confirmée par la valeur de 5,88% pour la perte au feu obtenue par ICP-OES au SARM-Nancy. Une fois traité, cette perte de masse (ATD/ATG) est passée à 11,20% (traitement à 9%) confirmé par la valeur de perte au feu de 14,60% obtenue par ICP-OES au SARM-Nancy. Il semble qu'il y a eu un excès du produit du traitement qui a consommé l'eau et qui l'a libéré dès les faibles températures; cette hypothèse est confirmée par la forte teneur en CaO dans l'échantillon traité (13,81%) par rapport à une teneur initiale de 0,07% et par les pics de CaO observés sur les diffractogrammes.

Echantillon SAm

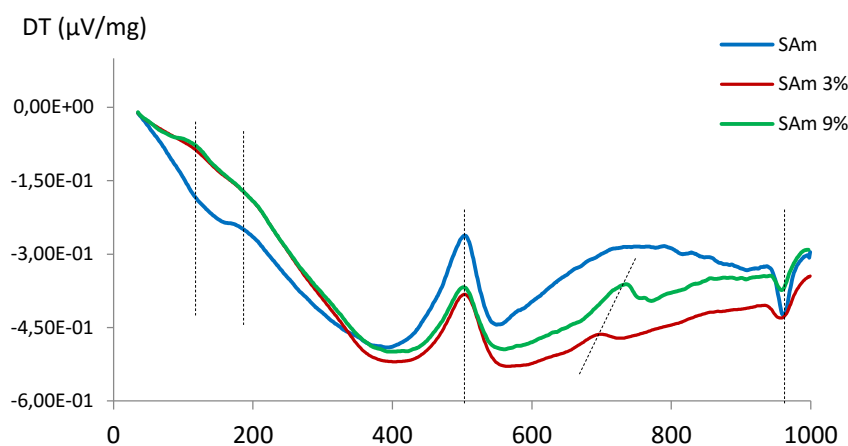


Figure 4-16: Courbes ATD de **SAm** naturel et traité

Pour l'échantillon **SAm**, on note également que la courbe du sol traité a la même allure ; la différence se situe par l'apparition d'un pic (700°C) pour **SAm 3%** et qui s'est accentué et décalé (720°C) pour le traitement à 9%. Avec le spectromètre de masse associé (Figure 4-17), on constate qu'un dégagement de CO₂ est lié à ces pics.

Tout comme l'échantillon **Sm**, le pic exothermique obtenu à 960°C et attribué au phénomène de recristallisation de la kaolinite est fortement atténué une fois l'échantillon traité.

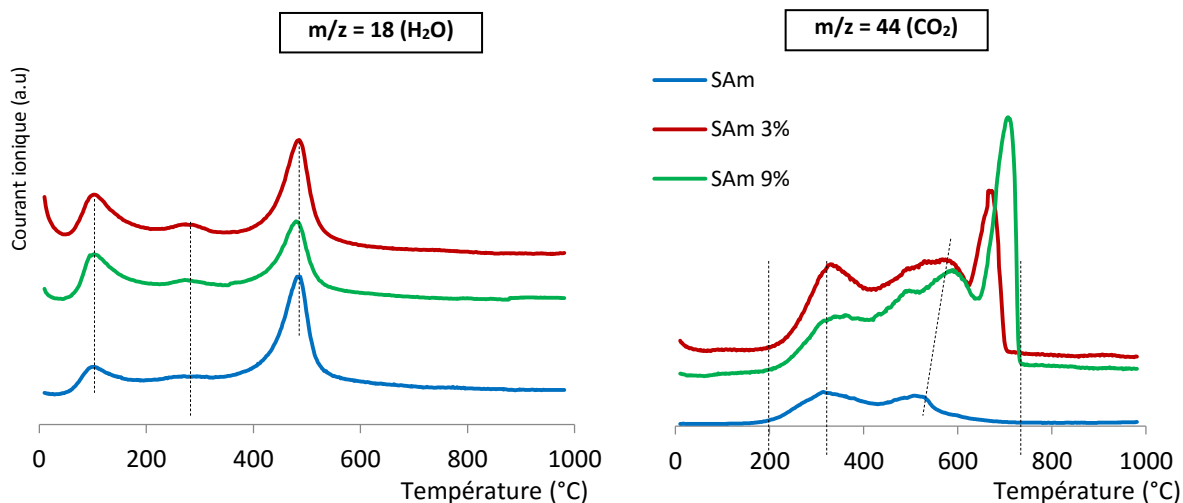
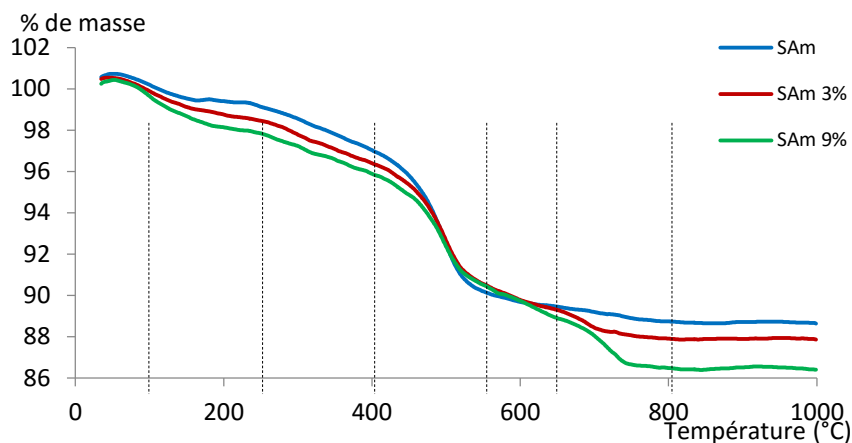


Figure 4-17: Spectromètre de masse de **SAm** naturel et traité



T (°C)	SAm	SAm 3%	SAm 9%
0-100	0,37	0,59	0,60
0-250	1,06	1,43	1,80
250-400	2,10	2,06	1,96
400-550	6,84	5,84	5,38
550-650	0,74	1,27	1,61
650-800	0,71	1,39	2,42
800-1000	0,11	0,04	0,08
TOTAL	11,93	12,62	13,85

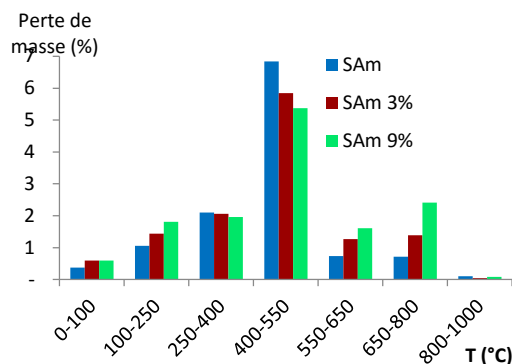


Figure 4-18: Evolution de la perte de masse de **SAm**

L'évolution de la perte de masse est représentée par la Figure 4-18 qui montre que l'écart entre les pertes de masse commence par s'accroître au voisinage de 650°C.

Le Tableau 4-13 présentant les valeurs absolues montre que si l'essentiel des pertes de masse s'effectuent pour les sols traités et non traités avant 650°C, les différences de pertes de masse des sols traités par rapport aux sols non traités plus importantes dans la fourchette 650°C-1000°C. Aux phénomènes ayant lieu dans les sols naturels se sont ajoutés les départs dus aux matériaux cimentaires. Les phénomènes se chevauchant, nous avons considéré que la perte de masse due au traitement correspond à la différence entre la perte de masse du sol non traité et celle du sol traité. Après avoir obtenu les valeurs absolues, nous avons calculé les pourcentages de perte de masse entre les plages 0 et 650°C puis 650 et 1000°C (correspondant surtout à la carbonatation), les spectrogrammes de masse des échantillons traités révélant tous des départs de CO₂ au voisinage de 650°C.

Tableau 4-13: Récapitulatif des pertes de masse

	AT	AT 3%	AT 9%	Sm	Sm 3%	Sm 9%	SAm	SAm 3%	SAm 9%
0-650 °C	13,44	17,26	15,73	5,28	7,94	8,93	11,11	11,19	11,35
650-1000 °C	1,79	2,24	3,76	0,70	1,73	2,27	0,82	1,43	2,49

De ce tableau il ressort que la plus grande perte de masse se produit avant 650° (perte relative surtout au départ d'eau) et que globalement les pertes de masse évoluent avec la teneur en liant. Ainsi l'ajout de liant nécessite un besoin en hydratation des sols traités nécessaire à la formation des nouveaux composés c'est-à-dire des hydrates cimentaires. Entre 650 et 1000°C, les pertes de masse observées sont relativement faibles mais leurs valeurs évoluent cependant considérablement du sol non traité au sol traité à 9% ; cette variation concerne surtout les réactions liées à la formation des nouveaux composés suite au traitement des sols.

Le traitement n'influe pas sur la structure de la kaolinite (400°C) et à 950°C la recristallisation n'a pas toujours lieu. Le traitement des sols montre la présence de nouveaux pics aux environs de 700°C qui s'accroît et se décalent vers 720°C avec la teneur en liant. Ces pics sont accompagnés d'un départ de CO₂ mis en évidence par les spectromètres de masse. Ainsi pour les sols objets de cette étude, une réaction se produit pour les hydrates formés à partir de 700°C.

4-2-3- Diffraction aux rayons X

L'analyse DRX est faite les sols traités afin de rechercher de manière qualitative la formation d'hydrates cimentaires. Plusieurs chercheurs ont observé à la DRX les matériaux cimentaires: Jha et Sivapullaiah (2014), Sharma et al. (2012), Vamberto et al. (2014), Minet (2003) ce qui nous a permis de répertorier quelques pics de matériaux cimentaires et de carbonates présentés dans le Tableau 4-14.

Tableau 4-14: Quelques pics de matériaux cimentaires

(Angstrom)	2θ	Matériaux
12,85	6,87	Silicate de calcium hydraté (CSH)
9,66	9,15	Ettringite (C ₄ A ₃ H ₁₁)
5,45	16,24	Silicate de calcium hydraté (CSH)
4,97	17,85	Chaux (CaO)
4,67	19,00	Ca(OH) ₂
3,86	23,1	Calcite magnésienne
3,54	25,12	Aluminate de calcium hydraté (CAH)
3,13	28,50	Chaux (CaO)
3,06	29,16	Silicate de calcium hydraté (CSH)
3,04	29,30	Calcite (CaCO ₃)
2,90	30,74	Ankérite
2,89	30,90	Dolomite
2,80	31,86	CSH

Les diffractogrammes superposés des échantillons traités et non traités sont présentés par les figures suivantes. On observe la formation de nouveaux minéraux et la disparition d'autres. La recherche de pics avec le logiciel EVA nous a permis de préciser les minéraux associés aux nouveaux pics ainsi que leurs formules. Ces pics sont numérotés et entourés en rouge sur les figures des diffractogrammes justaposés et les formules associés sont mentionnés dans les zones encadrées.

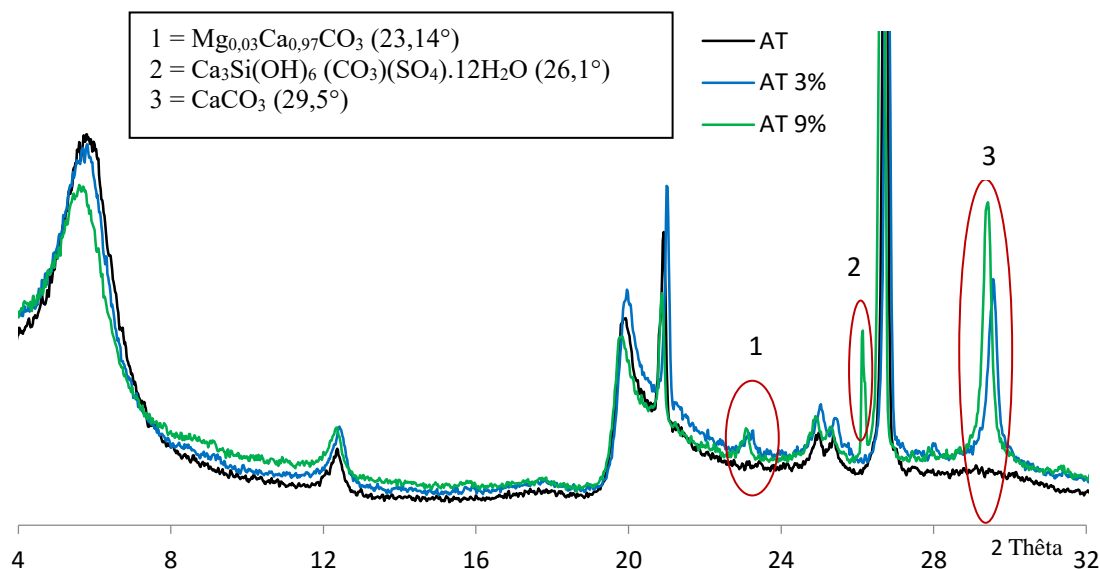


Figure 4-19: Diffractogrammes juxtaposés de AT

Pour l'échantillon **AT**, le changement noté pour les deux traitements (3% et 9%) est la formation de la calcite magnésienne ($Mg_{0,03}Ca_{0,97}CO_3$) manifestée par sa raie à $23,10^\circ$. A 9% de LHR, on note un pic de thaumasite à $26,1^\circ$ et enfin le pic de la calcite ($CaCO_3$) manifestée à $29,5^\circ$. De plus, on observe que le pic principal de la smectite ($5,6^\circ$) devient moins intense après traitement. Ceci est dû, selon Sharma et al. (2012), à la modification de la structure de la montmorillonite. Inversement, il est noté une intensification des pics de la kaolinite et de la calcite avec le traitement. Le pic apparu à 9% de traitement montre l'importance du dosage.

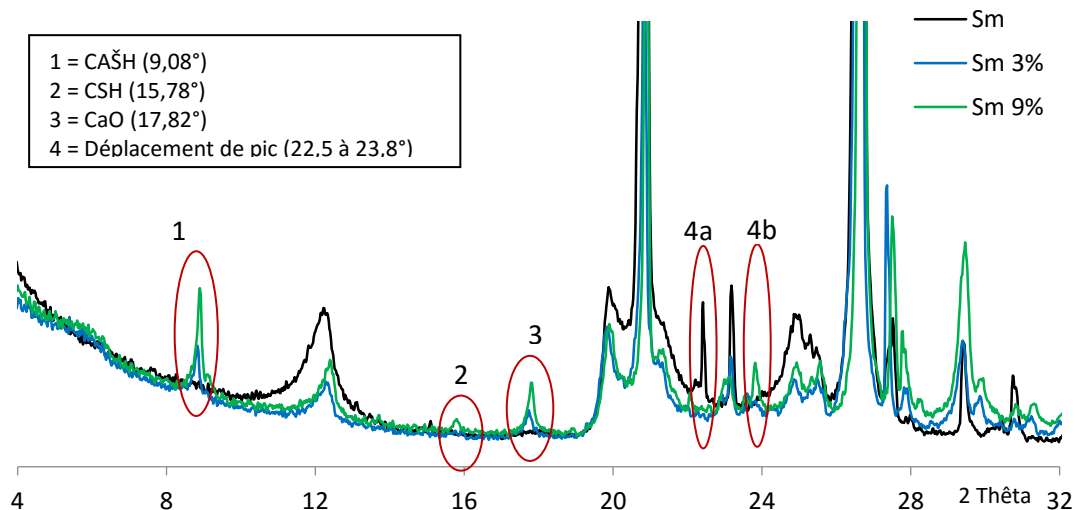


Figure 4-20: Diffractogrammes juxtaposés de Sm

Si pour le sol **AT**, l'apparition de matériaux cimentaires n'est pas si évidente, pour les sols **Sm** et **SAm** (classe B2), leur apparition s'est manifestée déjà à partir de 3% de traitement pour **Sm**. Pour **Sm**, on note particulièrement à 3 et à 9% les pics de l'ettringite (CAŠH) et de la chaux

(CaO); le pic du silicate de calcium hydraté (CSH) n'est visible que pour le traitement à 9%. On note en outre la disparition de certains pics (par exemple $22,5^\circ$) suivi de l'apparition d'autres pics (à $23,8^\circ$). En ce qui concerne la calcite, sa présence déjà manifeste pour l'échantillon non traité s'est accrue avec le traitement à 9%. Le pic de CaO fait penser à un excès du produit de traitement.

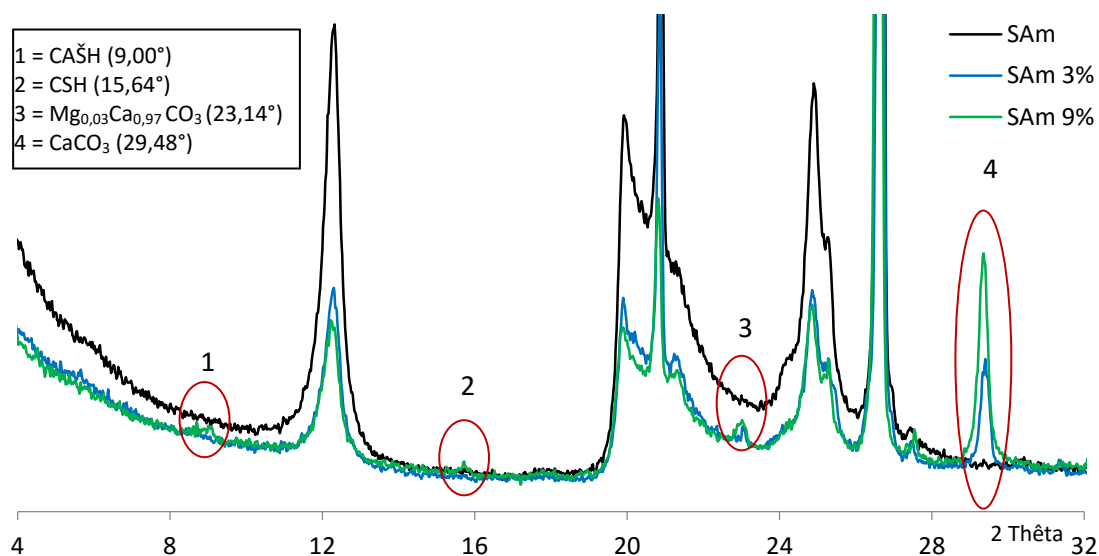


Figure 4-21: Diffractogrammes juxtaposés de **SAm**

Pour **SAm**, l'apparition des pics de (CAŠH) et de (CSH) ne s'est fait que faiblement pour le traitement à 9%. Les pics de calcite sont apparus déjà à 3%.

La calcite, apparue après traitement pour les échantillons **AT** et **SAm**, indique une réaction de carbonatation au cours de la maturation. On note également la disparition de certains pics, notamment ceux des carbonates. En somme, l'apparition des matériaux cimentaires CSH et CAŠH est fonction du sol et du dosage. Pour le dosage à 9% ces matériaux se sont développés sur les sols de classe B2 et pas sur celui de classe A4, on peut conclure que pour **AT**, les teneurs en liant (2% Chaux + 9% de LHR) ne sont pas suffisantes où que les conditions de réactions n'étaient pas toutes réunies.

4-2-4- Observations au MEBE

Les observations au Microscope Environnemental à Balayage Environnemental (MEBE) des sols traités sont présentées dans cette section. Les analyses effectuées sur les sols non traités ont révélé (Cf. Chap 3) leur composition minéralogique : l'échantillon **AT** naturel est un mélange de smectite, de kaolinite et de quartz. Les échantillons **Sm** et **SAm** sont des mélanges de kaolinite et de quartz, l'échantillon **Sm** étant le plus riche en silice.

La Figure 4-22 nous permet de comparer l'aspect ainsi que les spectres de l'échantillon **AT** du sol naturel (A) et du sol traité (B).

Après le traitement, on observe toujours la présence des feuillets d'argile mais apparemment rigidifiées. Une analyse rapide des pourcentages atomiques des éléments montre l'évolution constatée par l'analyse chimique par ICP-OES à savoir une baisse en silicium et en aluminium et une hausse en calcium.

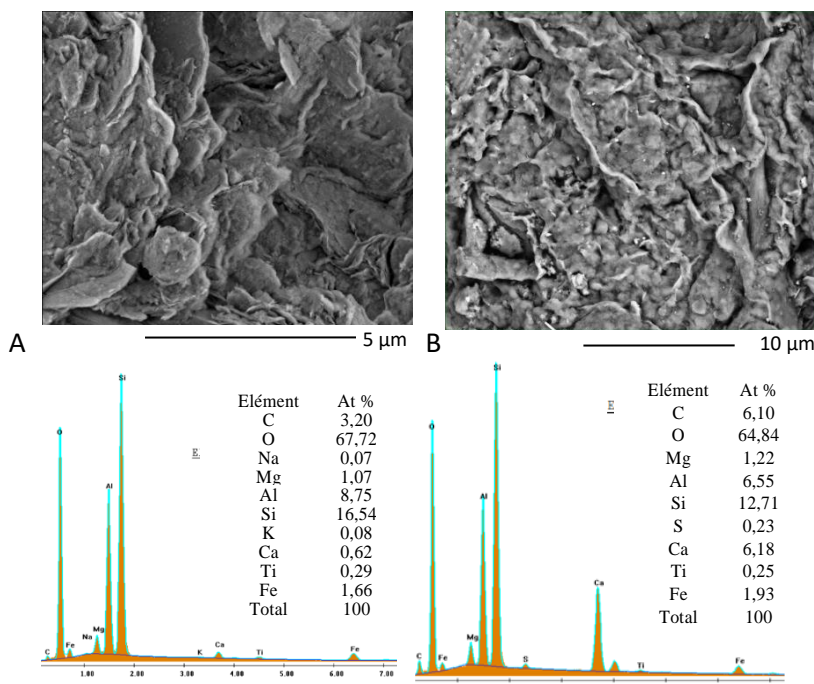


Figure 4-22: Images MEB de AT non traité (A) et traité à 6% (B)

Les micrographies obtenues à faible grossissement montrent l'aspect d'ensemble d'agrégation des particules (Figure 4-23).

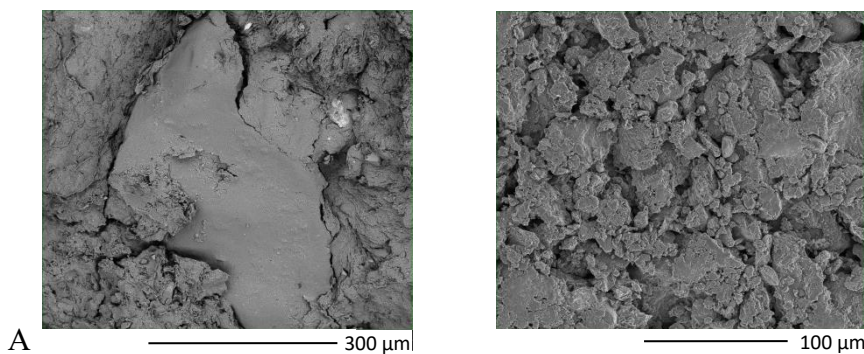


Figure 4-23: Images MEB de AT traité à 6%

La Figure 4-24 nous montre un enchevêtrement visible également sur la zone encadrée 2 de l'image BSE (Figure 4-25-A). Une microanalyse ponctuelle en cet endroit nous donne le spectre EDS associé qui montre la présence du soufre et du calcium.

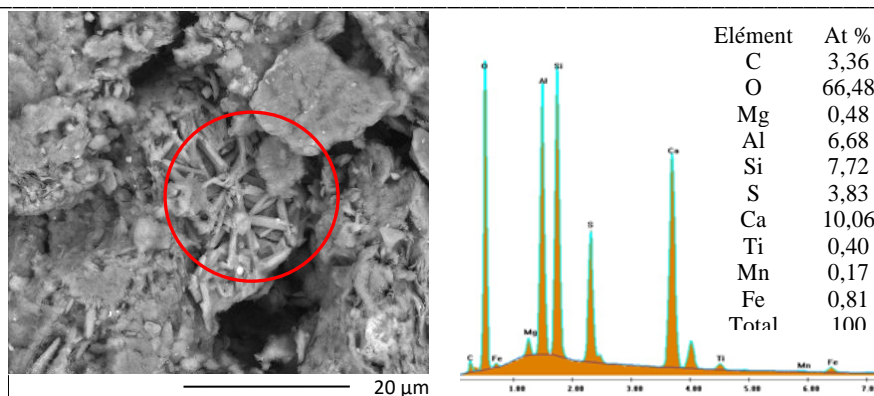


Figure 4-24: Images MEB de AT traité

La cartographie effectuée a permis d'avoir les images des éléments dont les plus importants sont présentées à la Figure 4-25. Les éléments de cartographie ont montré une superposition des éléments Ca et C (cercle 1) d'une part et Ca et S (cercle 2) d'autre part.

Pour la quantification des composants soufrés, nous considérerons notamment la calcite mise en évidence par la DRX pour les sols traités à 3% et à 9% puis la thaumasite détecté pour le sol traité à 9%. Ainsi, la quantification **ponctuelle** de la partie encadrée en rouge (Figure 4-24) a donné 40% de thaumasite 10% de calcite, 15% d'anhydrite et 32% de smectite.

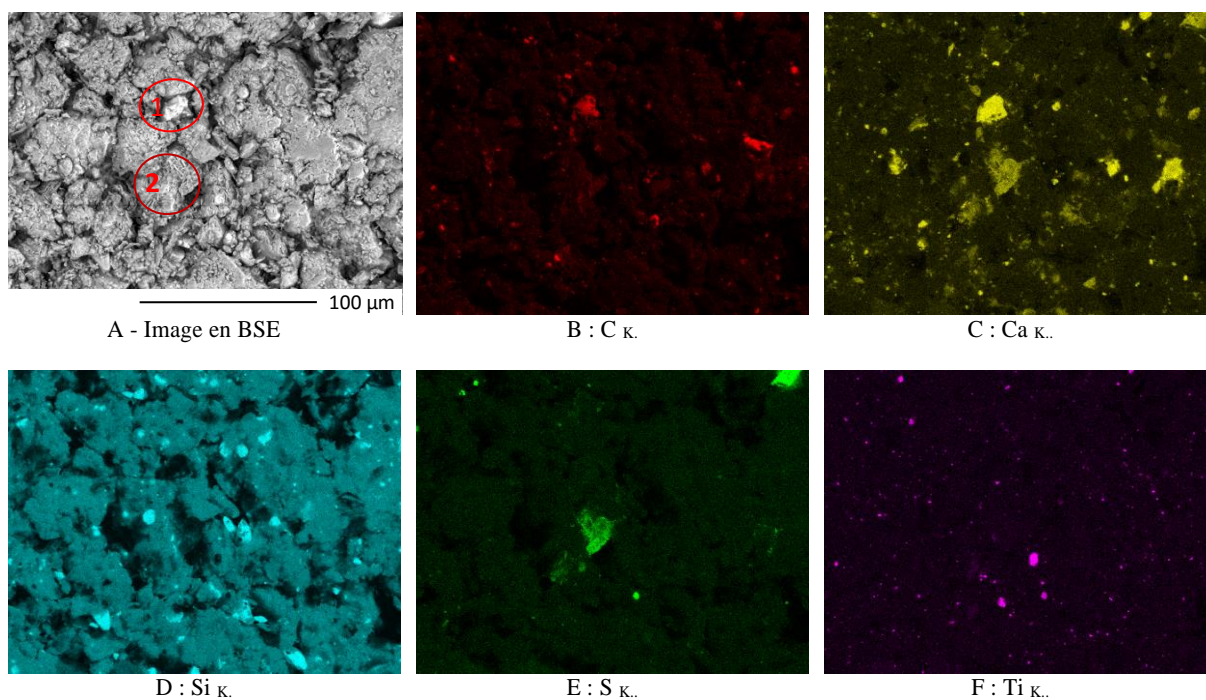


Figure 4-25: Eléments de cartographie de AT 6%

La reconstitution de phase effectuée a donné l'image et les spectres présentés à la Figure 4-26. On constate que les éléments apportés (6%) se sont liés avec l'argile avec quelques zones de plus fortes concentrations de produits cimentaires.

Les proportions sont mentionnées dans le Tableau 4-15.

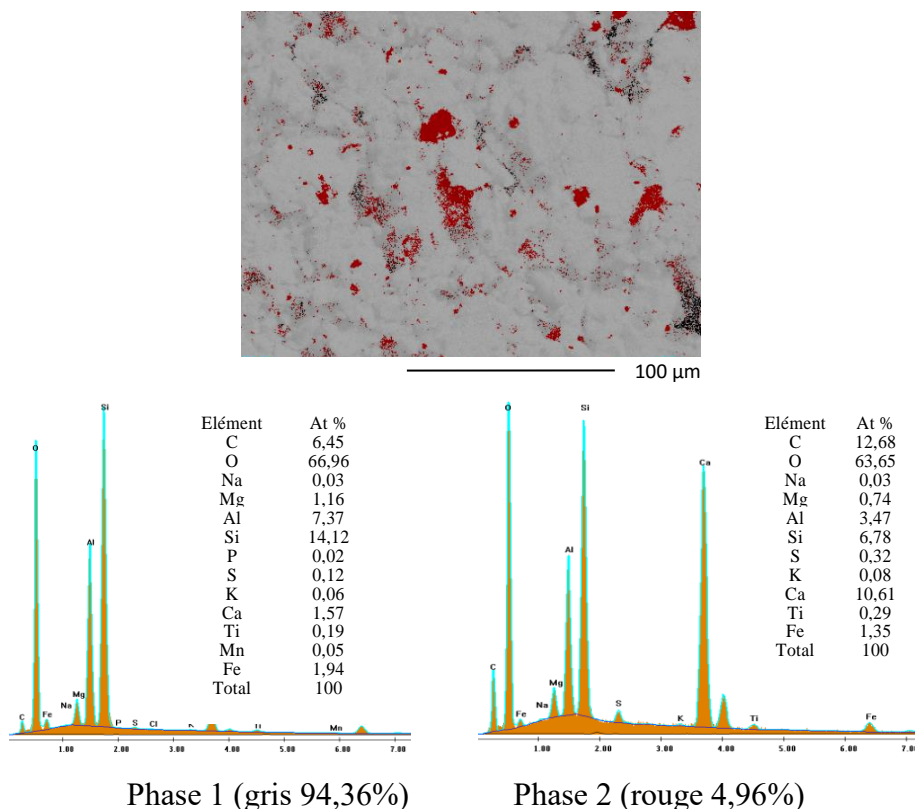


Figure 4-26: Reconstitution de phases de AT 6%

Tableau 4-15: Composition surfacique des spectres du sol AT 6%

		Phase 1 (94,4%)	Phase 2 (4,9%)	Moyenne
Calcite	CaCO_3	6	48	8
Smectite	$(\text{Na,Ca})_{0,3}(\text{Al,Mg})_2\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	83	37	80,1
Thaumasite	$\text{Ca}_3\text{SiSCO}_25\text{H}_{30}$	3,7	9,9	4,0
Anatase	TiO_2	0,6	0,9	0,6
Goethite	FeOOH	5,8	4,1	5,7
		99,1	99,8	98,4

Au total, la surface observée est constituée de 80% de smectite, 8% de calcite, 6% de goethite, 4% de thaumasite et 0,6% d'anatase.

Echantillon Sm

La Figure 4-27 présente la microstructure de l'échantillon **Sm** traité où l'on note à faible grossissement l'empilement de grumeaux entouré de coques (Figure 4-27-A). On observe des amas d'ettringite sous forme d'aiguilles de quelques micromètres de long (Figure 4-27-B).

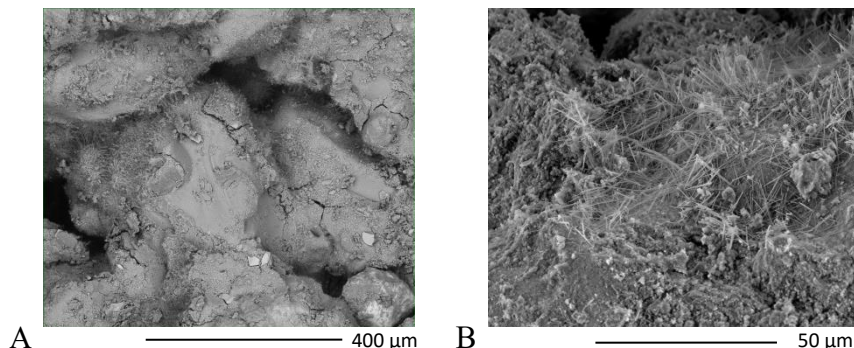


Figure 4-27: Quelques images MEB de **Sm 6%**

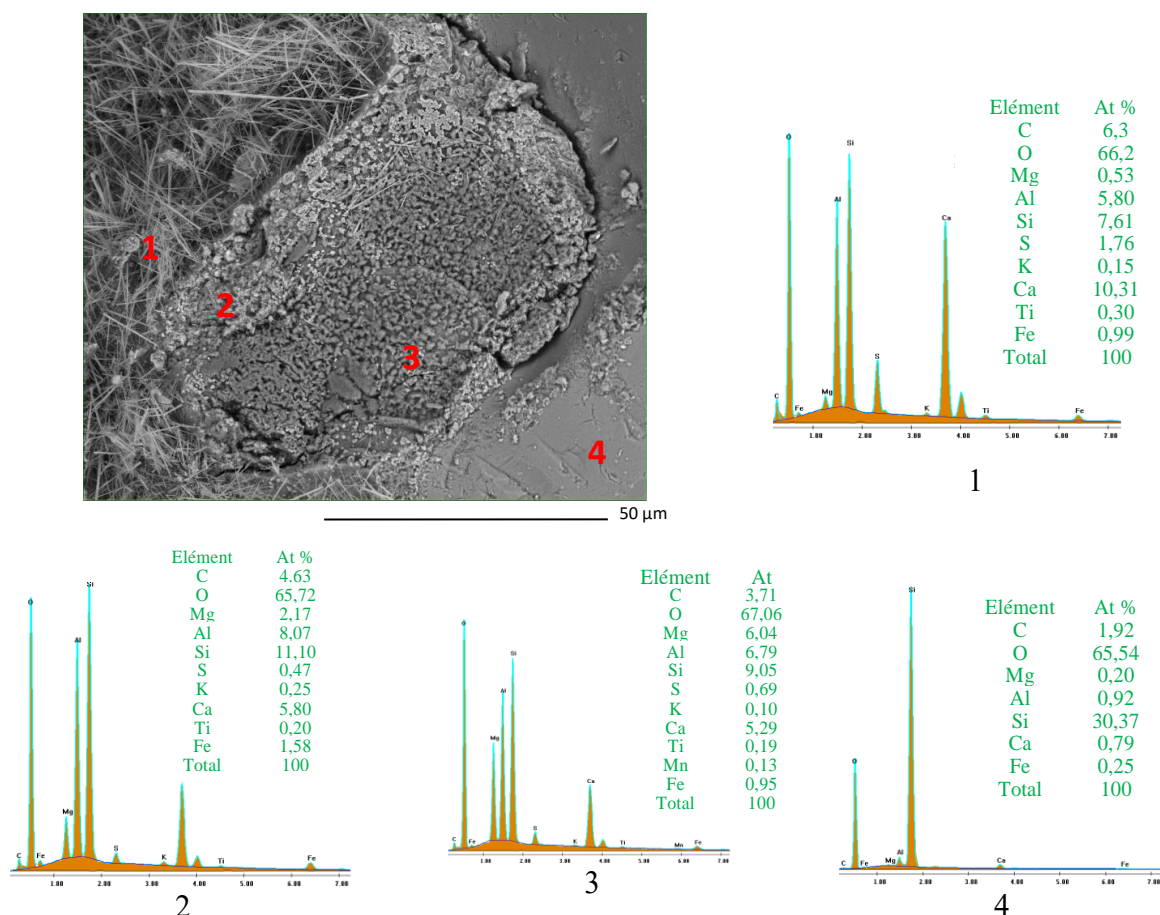


Figure 4-28: Image MEB et spectre EDS de différentes parties de **Sm** traité à 6%

Sur la Figure 4-28, on distingue différentes parties qui révèlent l'hétérogénéité du sol traité. On note, sur la base des spectres EDS, les éléments soufre (S) et calcium (Ca) dont la présence varie en fonction des zones. Ainsi, la zone notée **1** montre les aiguilles d'ettringite avec une teneur en S (1,91%) et en Ca (11,11%). La morphologie et la microanalyse chimique montrent qu'il s'agit d'ettringite, ce que confirment les résultats obtenus par la diffraction des rayons X.

Pour le spectre 1, les calculs de quantification aboutissent à une proportion surfacique de 39% d'ettringite aciculaire. En observant la partie concernée (Figure 4-28-A), on se rend compte du volume important de vide généré par la formation de ce composé; en effet, le volume total occupé par l'hydrate est toujours plus grand que le volume des réactifs initiaux (Orsetti 1997).

La quantification sommaire des zones 2 et 3 montre qu'il s'agit de mélanges d'argile, de composé sulfaté et d'autres matériaux cimentaires. La zone 4 est du quartz (91%) recouvert de chaux ou de calcite.

Les éléments issus de la cartographie effectuée montrent que le soufre est assez répandu sur la surface observée. On note une superposition des éléments Ca et Mg en plusieurs endroits (par exemple les zones encerclées en bleu sur la Figure 4-29-C).

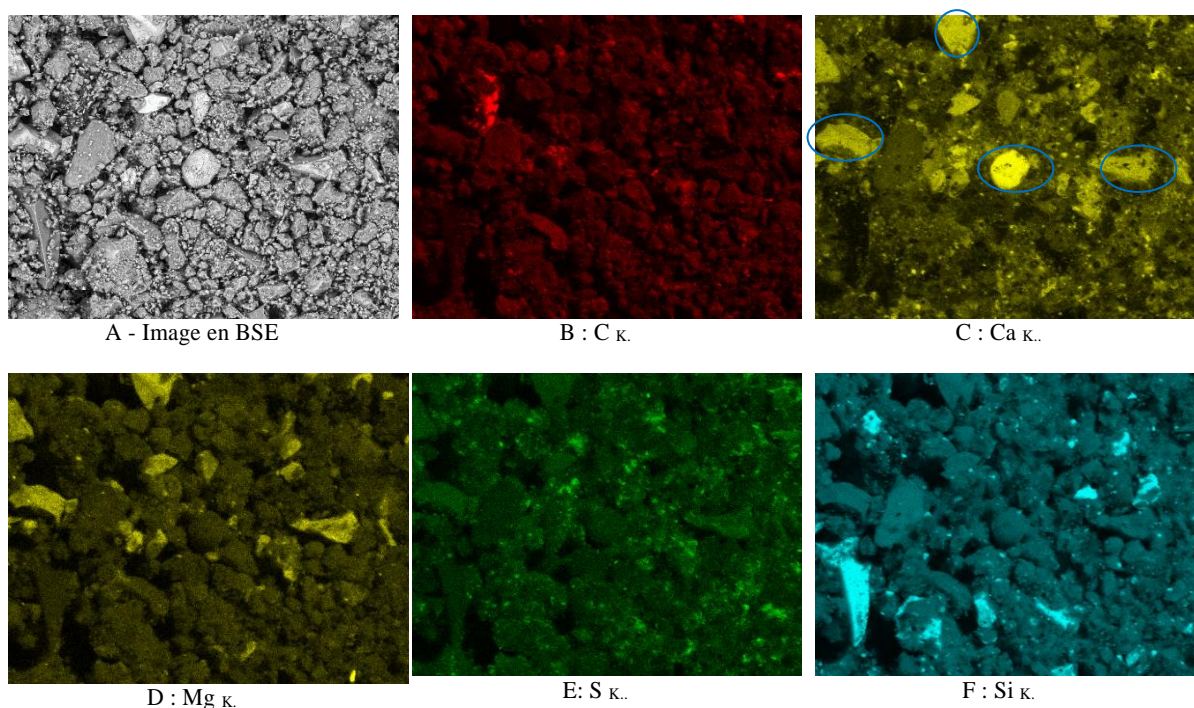


Figure 4-29: Éléments de cartographie de **Sm 6%**

Pour cet échantillon, la reconstitution de phases n'a pu être faite, les données de la cartographie ayant été corrompues.

Echantillon SAm

Les images obtenues à faible grossissement pour **SAm** traité à 6% (Figure 4-30-A et B) montrent des amas de grains enrobés. L'image de la Figure 4-30-C présente différentes facettes sur lesquelles des microanalyses ont été effectuées.

La vue 1 est du quartz (34%) recouvert de minéraux secondaire soufrés (11%), de calcite (29%) et d'autres matériaux cimentaires. La partie 2 montre une argile (71% de kaolinite) insérée entre la calcite (20%) et une ettringite massive (7%).

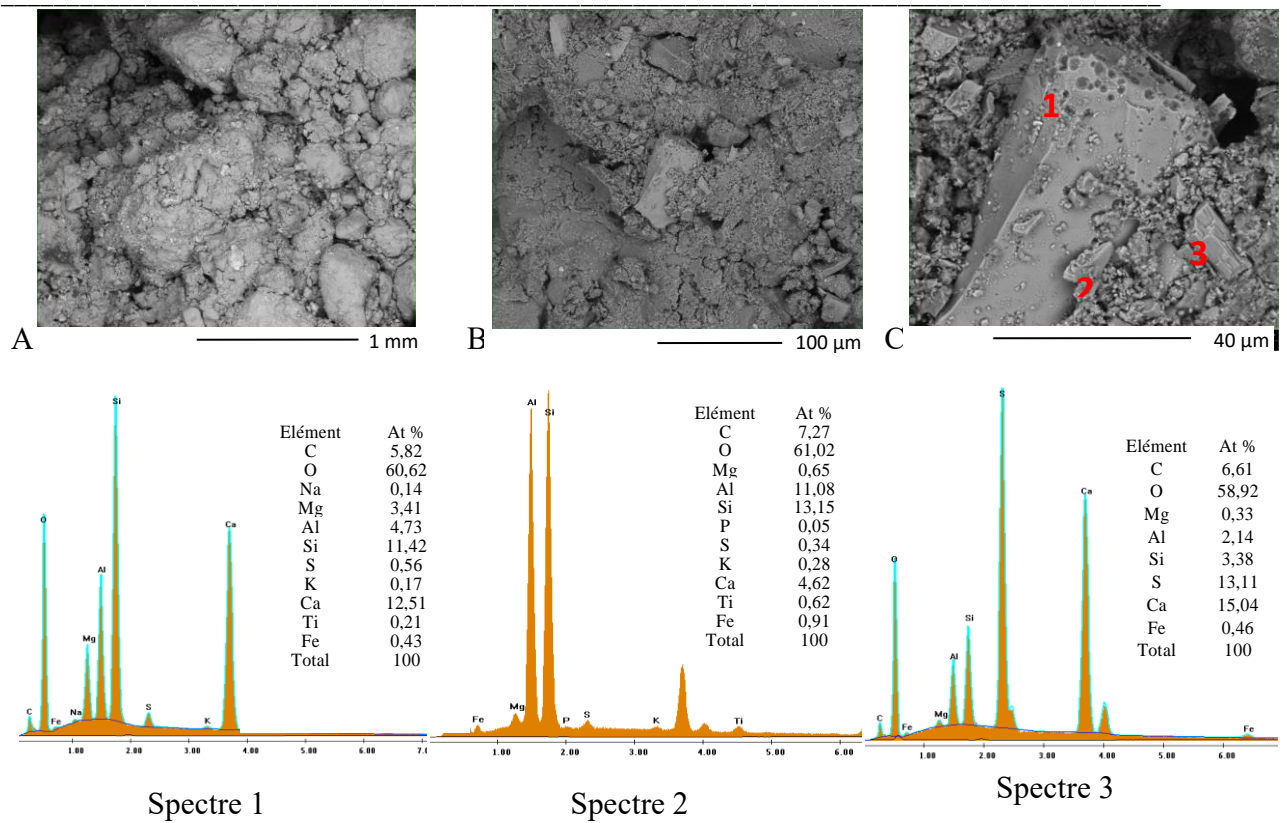


Figure 4-30: Image MEB et spectre EDS de SAM 6%

Pour l'élément 3, le ratio Ca/S voisin de 1 nous conduit à un élément formé de 79% d'anhydrite et de 10% de calcite; cette forte teneur en CaSO_4 montre qu'une partie du liant (anhydrite) n'a pas pu réagir avec le sol peut-être pour raison de teneur en eau insuffisante.

Les éléments issus d'une cartographie sont présentés à la Figure 4-31.

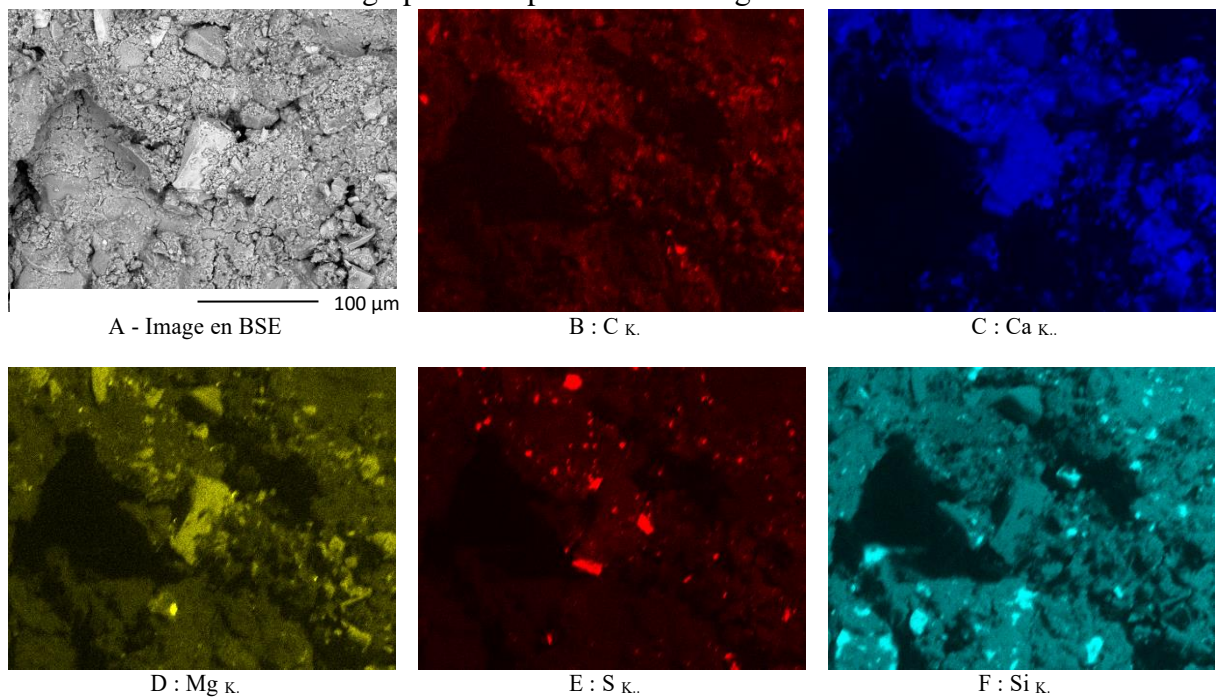


Figure 4-31: Éléments de cartographie de SAM 6%

On note une superposition du Ca et du Mg et une concentration par endroits du soufre mais qui se retrouve aux endroits où existe le calcium. Le carbone est plus ou moins réparti de façon homogène.

La reconstitution de phase a donné l'image ainsi que les spectres de la Figure 4-32.

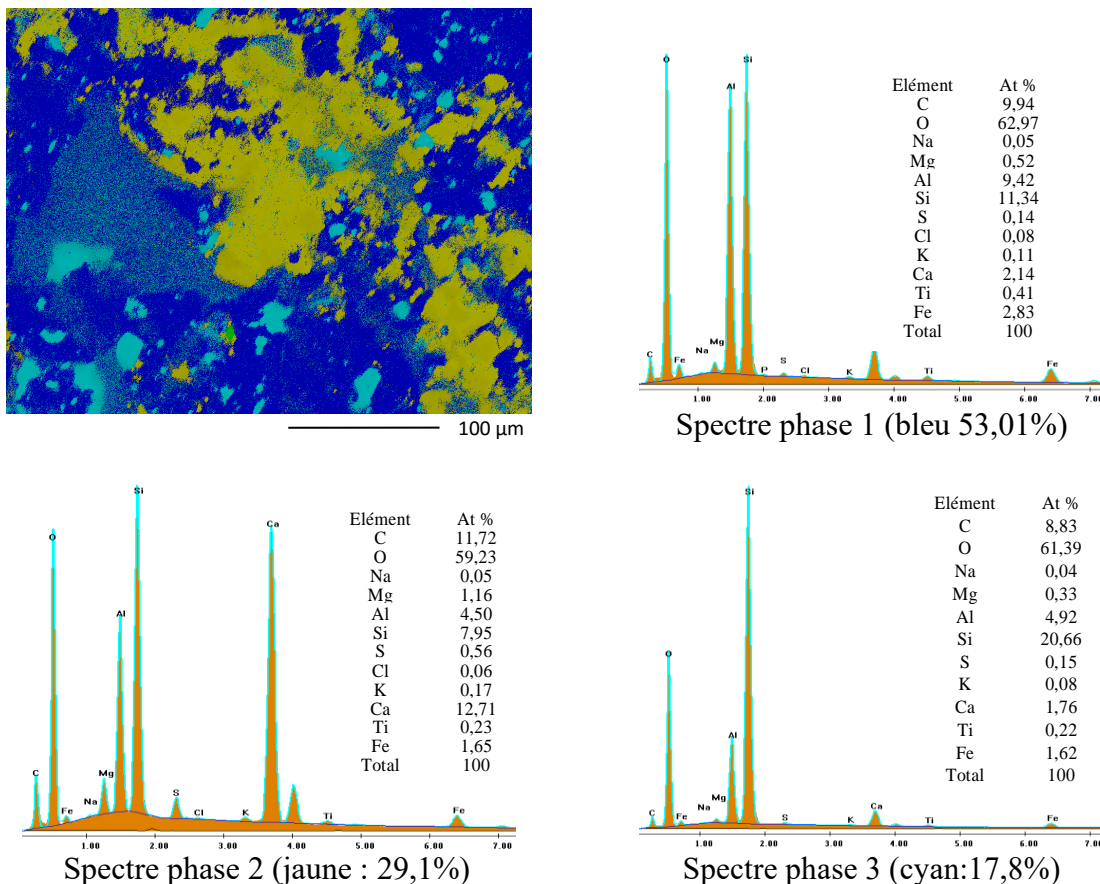


Figure 4-32: Reconstitution de phases - Spectres de SAM 6%

On distingue trois phases: la première phase en bleu montre une argile; la quantification donne 61% de kaolinite, 9% de calcite et 6% de quartz; la deuxième phase (en jaune) met en évidence les matériaux cimentaires: la calcite (48%), l'ettringite (15%) et la kaolinite (22%). La phase en cyan concerne les grains de quartz (47%) insérés dans la matrice argileuse (kaolinite 32%) mélangée à la calcite (7%).

Tableau 4-16: Composition surfacique des spectres du sol SAM 6%

		Phase 1 (53%)	Phase 2 (29,1%)	Phase 3 (17,8%)	Moyenne
Calcite	CaCO ₃	9,3	48,4	7,3	20,3
Ettringite	Ca ₆ Al ₂ S ₃ O ₅₀ H ₆₄	2,8	15,0	3,1	6,4
Kaolinite	Si ₂ Al ₂ O ₉ H ₄	60,6	22,2	31,3	44,2
Quartz	SiO ₂	6,0	10,3	47,5	14,7
Anatase	TiO ₂	1,2	0,6	0,7	0,9
Hématite	Fe ₂ O ₃	7,1	3,6	4,05	5,5
		87,1	100,0	93,9	92,0

Au total, sur la surface **SAm 6%** observée est constituée de 44% de kaolinite, 20% de calcite, 15% de quartz, 7% d'ettringite et 5% d'hématite.

4-2-5- Synthèses sur l'aspect microscopie de l'étude

Après traitement, les observations au MEBE montrent le développement d'hydrates cimentaires recouvrant les agrégats de particules de sol, la composition minéralogique des sols traités évoluant en fonction de la nature des sols.

Les espèces minérales détectées en DRX sont la calcite, l'ettringite, les sulfates de calcium hydratés, les aluminates de calcium hydratés ainsi que des carbonates. Ces minéraux ont été confirmés par les observations MEB ainsi que les quantifications associées qui se résument comme suit :

- **AT 6%** constituée de 69% de smectite, 5% de calcite, 6% de goethite, 4% de thaumasite.
- A partir des observations et des spectres de Figure 4-28, on retient que **Sm 6%** contient en proportion considérable les éléments suivants : ettringite, quartz, kaolinite et calcite.
- **SAm 6%** constitué de 44% de kaolinite, 20% de calcite, 15% de quartz, 7% d'ettringite et 5% d'hématite.

On pourrait en déduire que l'échantillon **AT** même traité contient toujours une proportion importante de smectite ; on ne note pas un développement important de matériau cimentaire pouvant conférer de la résistance au sol traité. De plus la smectite étant toujours présente justifie la sensibilité du sol traité à l'eau et les valeurs de gonflement obtenues au cours des essais.

Le développement important d'hydrates cimentaires dans l'échantillon **Sm 6%** explique l'évolution rapide des résistances mécaniques observées pour ce sol. La même remarque est faite pour **SAm 6%** mais dans une moindre mesure.

4-3- Conclusion

Trois sols ont été traités au liant hydraulique routier. Après traitement, en considérant les critères de caractérisation mécaniques utilisés en géotechnique routière, il ressort que les 3 sols se distinguent tant par leurs caractéristiques de compactage que par l'évolution de leurs performances mécaniques. Deux remarques importantes ont été faites en ce qui concerne l'évolution de la teneur en eau des sols en fonction du dosage en liant.

La première concerne la baisse des teneurs en eau optimales en fonction du dosage pour les sols **SAm** et **AT** (argileux à très argileux) et à contrario leur augmentation pour **Sm**. Cette baisse de la teneur en eau constatée pour les sols argileux peut être due à la floculation des particules argileuses suite à l'ajout du produit de traitement. Par contre, l'augmentation des teneurs en eau de compactage pour les sols sableux pourrait s'expliquer par un besoin immédiat d'hydratation du liant ajouté.

La deuxième remarque concerne une augmentation des pertes de masse en fonction du dosage, mise en évidence par les analyses ATD/ATG. Les différences de pertes de masse des sols traités par rapport aux sols non traités sont plus importantes dans la fourchette 650°C-1000°C. Aux phénomènes ayant lieu dans les sols naturels se sont ajoutés les départs dus au développement des matériaux cimentaires.

S'agissant de notre étude, pour le sol **AT**, en réalisant le compactage dans les conditions de teneur en eau à l'optimum Proctor Normal, la formation d'hydrates cimentaires nécessaires à l'amélioration des caractéristiques mécaniques ne s'est pas suffisamment produite. En effet, les analyses DRX n'ont détecté la présence de matériaux cimentaires que pour 9% de traitement et la microanalyse X effectuée sur le matériau traité à 6% a permis de quantifier 4% de thaumasite et 5% de calcite ; ce qui justifie les faibles résistances mécaniques observées.

Ainsi, les analyses ont révélé un accroissement de la perte au feu des sols traités en fonction du dosage en liant hydraulique qui devra être pris en compte dans la définition des conditions de compactage notamment celle de la teneur en eau.

Pour le sol **Sm**, le développement des matériaux cimentaires est évident et l'on note un accroissement important des caractéristiques mécaniques. La DRX révèle déjà à 3% les matériaux cimentaires dont l'ettringite; la teneur en CaO constaté montre que tout le produit de traitement n'a pas été consommé. Avec le MEBE, la morphologie et la microanalyse X confirment la présence d'ettringite aciculaire pour le sol traité à 6% qui est largement réparti dans tout l'échantillon. La quantification donne une proportion surfacique importante pour ce minéral expansif.

Pour le sol **SAm**, le développement des matériaux cimentaires ne s'est vraiment réalisé que pour le traitement à 9% même si les pics de calcite sont apparus déjà à 3%. Les résultats de la microanalyse X effectuée sur le matériau traité à 6% ont permis de quantifier 7% d'ettringite et 20% de calcite.

Ainsi, les différentes méthodes utilisées ont révélé des facettes particulières sur l'étude de traitement des sols fins. Particulièrement les informations apportées par les observations au MEB Environnemental, les analyses thermiques et la DRX sont importantes et permettent de compléter les études géotechniques usuelles en matière de traitement des sols.

5- CONCLUSIONS GENERALES

Les essais en technique routière sont réglementés par plusieurs normes. Les résultats fournissent essentiellement des paramètres mécaniques qui permettent d'apprécier la conformité d'un matériau pour sa mise en œuvre dans les structures de chaussées. S'agissant du cas particulier des sols fins argileux, des corrélations ont été établies mais l'appréciation du comportement des sols par les seuls paramètres mécaniques est quelquefois biaisée lorsque l'on se réfère à leur nature minéralogique. En effet, les sols sont des milieux complexes constitués d'un mélange de particules (minéraux, matières organiques, ...), leurs propriétés physiques et mécaniques dépendant de la nature des assemblages minéraux notamment argileux. Certains de ces sols, de par leurs caractéristiques géotechniques inadéquates, sont souvent traités. C'est le cas du traitement aux liants hydrauliques qui est un procédé présentant comme avantage majeur l'amélioration des propriétés géotechniques et mécaniques de ces sols «médiocres» ; ceci offre la possibilité d'utilisation des sols de proximité plutôt que leur évacuation. Les traitements, quelques fois, ne donnent pas les résultats escomptés. Cette inefficacité du traitement peut se manifester par des désordres structuraux (fissuration, gonflement, etc.). De nos jours, il se développe de plus en plus des méthodes à l'échelle microscopique ; les études géotechniques routières peuvent ainsi être complétées et plus approfondies.

Dans cette perspective, nous avons réalisé des études afin de maîtriser le comportement des sols de la région ouest de la dépression de la Lama au Sud du Bénin, où s'observent particulièrement les phénomènes dus au retrait-gonflement des sols. Quatre échantillons de sols argileux (**AT1**, **LT**, **SA** et **AT2**) provenant de cette dépression de la Lama et deux autres échantillons (**Sm** et **SAm**) prélevés sur d'autres formations au Sud de la Lama ont fait l'objet de cette étude. Les essais ont été réalisés de l'échelle macroscopique à l'échelle microscopique.

Les essais macroscopiques réalisés concernent essentiellement les essais mécaniques et géotechniques usuels ; quant aux essais microscopiques, ils prennent en compte les analyses chimiques, thermiques, minéralogiques et microstructurales.

Les conclusions issues des essais d'identification géotechniques classent les sols **AT1**, **LT** et **AT2** parmi ceux admettant un fort potentiel de gonflement et de retrait. Cependant, les résultats d'essai de gonflement libre montrent que **LT** n'est pas aussi réactive au gonflement comme le prédisposent ses paramètres d'identification simple. Cette non concordance constatée entre les résultats des essais de gonflement libre et les méthodes usuelles de caractérisation a été expliquée sur la base des essais microscopiques (minéralogiques, chimiques, thermiques et observations MEBE) par la différence de composition d'argile minérale de chaque sol.

En effet, ces différents essais microscopiques ont permis de déduire les principaux minéraux et de faire leurs quantifications notamment à partir de la microanalyse X et des résultats de DRX. On note que la kaolinite et le quartz sont les minéraux dominants dans les échantillons **SA**, **Sm** et **SAm** ; l'échantillon **AT2** est un mélange de plusieurs types d'argile ; l'échantillon **AT1** est dominé par une argile smectique et l'échantillon **LT** est principalement de la palygorskite, une

argile fibreuse. Cette structure fibreuse révélée par la MEBE pour **LT** (palygorskite) est à l'origine de son comportement macroscopique.

Ainsi, les classifications issues des essais d'identification géotechniques réalisés ont confirmé le fort potentiel de gonflement et de retrait des sols **AT1** et **AT2** qui sont donc à l'origine des fortes dégradations rencontrées dans la région. **LT** constitué de minéraux fibreux, n'étant pas aussi réactif que **AT1** et **AT2** n'est pas autant responsable des dégradations observées.

En considérant les critères de caractérisation mécaniques utilisés en géotechnique routière, il ressort que lors du traitement, les trois sols se distinguent par leurs performances mécaniques acquises. En somme, dans le domaine routier, dans les conditions définies de traitement,

- **AT** n'est pas recommandable pour être une couche de chaussée. Toutefois le traitement a amélioré ses performances mécaniques et dans des conditions à définir en tenant compte de l'environnement et des conditions climatiques, il pourra être utilisé comme Partie Supérieure de Terrassement. Ce résultat, d'amélioration substantielle du sol traité, permettra l'utilisation de ces types de matériaux de proximité qui à priori devraient être rejetés.

- les sols **Sm** et **SAm** traités à 3% peuvent être utilisés comme couche de forme. Du point de vue mécanique, les sols **Sm** et **SAm** traités à 6 et 9% sont utilisables à tous les niveaux du corps de chaussées.

Les résultats des analyses macroscopiques et microscopiques montrent, pour les sols argileux très plastiques, la nécessité de réaliser le compactage du côté humide de l'Optimum Proctor Normal. En effet pour le sol **AT**, pour le compactage réalisé dans les conditions de teneur en eau à l'optimum Proctor Normal, le développement d'hydrates cimentaires nécessaires à l'amélioration des caractéristiques ne s'est pas produit comme escompté. Ce développement des matériaux cimentaires, qui est fortement dépendant de la teneur en liant, a été très rapide et s'est manifesté par un accroissement important des caractéristiques mécaniques pour le sol **Sm**.

Aussi, les différentes méthodes utilisées ont-elles révélé des facettes particulières sur l'étude de traitement des sols fins. Principalement, nous avons noté que les informations apportées par les observations au MEBE, les analyses thermiques et la DRX sont très importantes et ont permis de compléter l'analyse des résultats géotechniques en matière de traitement des sols. Nos analyses microscopiques ont révélé notamment :

- que le développement des hydrates cimentaires confère au matériau traité une bonne résistance mécanique.

- des pics de diffraction de CaO qui sont un indicateur pour l'estimation du dosage optimum.

- que le traitement n'influe pas sur les pics ATD/ATG de la kaolinite.

- des pics ATD/ATG de la smectite qui sont décalés vers des températures plus élevées après le traitement.

- une augmentation des pertes de masse, notamment entre 0 et 650°C (pour les départs de H₂O) et entre 650 et 1000°C (pour les départs de CO₂).

En somme, les méthodes de caractérisation géotechnique permettent d'avoir une idée générale du potentiel de gonflement, mais pour les études d'envergure, il serait opportun de prendre en compte la réalisation des études microscopiques afin d'avoir non seulement des informations plus pertinentes et plus précises sur la composition minéralogique des sols argileux, mais aussi pour mieux apprécier leur aptitude au gonflement.

PERSPECTIVES

Nos recherches ouvrent plusieurs pistes en termes de perspectives. En effet, au-delà des résultats appréciables que nous avons mis en évidence, nous avons débouché sur bon nombre d'informations sur la caractérisation des sols argileux et leur traitement au liant hydraulique routier qui laissent, pour des recherches futures, des ouvertures telles que :

- l'étude comparative de différents liants et recherche de catalyseurs à mettre en jeu pour favoriser la formation suffisante d'hydrates dans le cas des sols de classe A4. Ceci dans le but, non seulement de développer une bonne résistance mécanique de ces sols traités, mais aussi pour réduire substantiellement leur sensibilité à l'eau.
- la prise en compte, dans la caractérisation des sols argileux en techniques routières, de l'essai de gonflement libre : cet essai, réalisé suivant le principe de la norme XP 84-703 mise au point pour la détermination de la capacité de gonflement de l'argile dans les géosynthétiques bentonitiques, a permis de déceler le caractère particulier de l'argile fibreuse. Il pourrait être approfondi pour mieux être adapté aux études des sols argileux dans le domaine routier. Une mise au point, de corrélations entre les caractéristiques de gonflement et les résultats de cet essai, pourra être recherchée.
- la quantification des minéraux dans les sols argileux : les méthodes de quantification des minéraux utilisées dans le présent document, en particulier celle se basant sur les pourcentages atomiques des éléments obtenus par la microanalyse X doit être plus élaborée.
- l'étude de la recherche de la teneur en eau optimale de compactage pour les sols argileux de classe A4 traités au liant hydraulique routier; cette teneur en eau devra, non seulement satisfaire à un bon compactage, mais également permettre l'hydratation complète du liant et donner par la suite de meilleures résistances mécaniques.

BIBLIOGRAPHIE

- Abdo Joseph. (2008)** - Traitement des sols en place aux liants hydrauliques, *Journée Valorisation des sols médiocres*, Paris
- Abdo Joseph. (2009a)** - Liants hydrauliques, Techniques de l'Ingénieur.
- Abdo Joseph. (2009b)** - Les liants hydrauliques pour la valorisation des matériaux en place - Ecologie, économie et contribution au développement durable, *Journée technique Cimbéton*, Caen.
- Adande-Kinti Senasé G. (1998)** - Etude de la possibilité de construction d'une chaussée sur un sol gonflant : cas du tronçon Pobè-Onigbolo. Mémoire de fin de cycle d'Ingénieur des Travaux au CPU (Bénin).
- Adjati Métonwanou Albert (1986)** - Etablissement des critères constructifs de l'argile de la Lama : Contribution à l'étude du gonflement. Thèse d'agrégation de l'Enseignement Supérieur de l'Université libre de Bruxelles.
- Adewoye, R.O., S. Bangruswamy, M.D. Idiong, H.I. Echewe, S.A. Gowok and S. Lemu (1987).** Utilisation of Parkia clappertoniana fruit husks in tanning industry, *J. Leather Res.*, 5(4): 84-88.
- Al-Mukhtar M, Khattab S, Alcover JF (2012).** Microstructure and geotechnical properties of lime-treated expansive clayey soil. *Engineering Geology* 139, 17-27
- Auclair Jean-Jacques (2016).** Fonctionnement du MEB / Principe de la microanalyse EDX (<http://jean-jacques.auclair.pagesperso-orange.fr/meb/meb.htm>)
- Baize Denis (1997).** Teneurs totales en éléments traces métalliques dans les sols. Ed INRA
- Baroghel-Bouny V. (1994).** Caractérisation microstructurale et hydrique des pâtes de ciment et des bétons ordinaires et à très hautes performances. Thèse de Doctorat, Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, Paris.
- Barzegar A. R., Oades J. M., Rengasamy P., Murray R. S., (1995)** "Tensile strength of dry, remoulded soils as affected by properties of the clay fraction", *Geoderma*, Vol. 65, pp. 93-108.
- Bell F.G. (1996)** - Lime stabilization of clay minerals and soils *Engineering Geology*, vol. 42, n°4, pp.223-237
- Ben Rhaïem H., Tessier D., et Pons C. H. (1986).** Comportement hydrique et évolution structurale et texturale des montmorillonites au cours d'un cycle de dessiccation – humectation : Partie I. Cas des montmorillonites calciques. *Clay Minerals*, 21, pp. 9-29.
- Benzerara Karim (2014)** Techniques Analytiques en Sciences de la Terre Quelques techniques de la Minéralogie. Cours de l'Institut de Minéralogie Physique Matière Condensée.
- Bigot Gérard and Zerhouni Moulay (2000).** Retrait, gonflement et tassements des sols fins, Bull. labo. P.et Ch., 229, pp. 105-114
- Bisson M., Houeix N., - Gay G., Jolibois B., Lacroix G., Lefevre J.P., - Magaud H., Morin A. Tissot S. (2006).** Nickel et ses dérivés. INERIS –DRC-02-25590-02DF44.doc
- Bisson M., Bonnomet V., Gay G., Ghillebaert F., Guillard D., Lethielleux L., Tack K. (2012).** Vanadium et ses composés. Fiche de données toxicologiques et environnementales des substances chimiques. I N E R I S
- Blot G. (1993).** Influence des engrais sur le comportement des suspensions argileuses. Bulletin des Laboratoires des Ponts et Chaussées n°184 Mars-avr. pp 27-38.

- Boardman D.I., Glendinning S., Rogers C.D.F., (2001).** Development of stabilisation and solidification in lime-clay mixes. *Geotechnique*, 51(6): 533-543.
- Bouna Lahcen (2012).** Fonctionnalisation des minéraux argileux d'origine marocaine par TiO₂ en vue de l'élimination par photocatalyse de micropolluants organiques des milieux aqueux. *Thèse de doctorat de l'Université de Toulouse.*
- Brindley GW, Brown G (1980).** X-ray diffraction procedures for clay mineral identification. In: *Crystal structures of clay minerals and their X-ray identification.* Mineralogical Society, London
- BRGM (2012).** Dossier d'actualité du BRGM. Octobre 2012.
- Bultel F. (2001).** Prise en compte du gonflement des terrains pour le dimensionnement des revêtements des tunnels, thèse doctorat, Ecole Nationale des Ponts et Chaussées.
- Burlion N., Bernard D., Chen D. (2006).** X-ray microtomography: Application to microstructure analysis of a cementitious material during leaching process *Cement and Concrete Research*, vol. 36, n°2, pp.346-357.
- Cabane N. (2005) -** Sols traités à la chaux et aux liants hydrauliques : contribution à l'identification et à l'analyse des éléments perturbateurs de la stabilisation. *Thèse de doctorat, Centre des Matériaux de Grande Diffusion de l'Ecole des Mines d'Alès.*
- Caner Laurent (2011).** Phyllosilicates des sols : de l'identification à la quantification. HDR. *Université de Poitiers.*
- Cases J. M., Berend I., Delon J. F., François M., Grillet Y., Michot L., Poirier J.E., Yvon J. (1990)** *Quelques aspects de l'étude des propriétés texturales des argiles.* Dans A. Decarreau (dir.), *Matériaux argileux: Structure, propriétés et applications*, Soc. Fr. Min. Cristal., Paris, pp. 307-342
- CEBTP (1984).** Guide pratique de dimensionnement des chaussées pour les pays tropicaux.
- Chardard P., Gandille D. (2008).** Traitement en place en terrassements, Journée Valorisation des sols médiocres, Paris.
- Chassagneux D., Stieljes L., Mouroux P., Ménilliet F., Ducreux G.H. (1996).** Cartographie de l'aléa retrait-gonflement des sols (sécheresse/pluie) à l'échelle départementale. Approche méthodologique dans les Alpes de Haute-Provence. Rapport BRGM/RR-39218-FR, 74 pages
- Chen F. H., (1988).** *Foundations on expansive soils.* Elsevier Publisher B.V.
- Chen Xiao-Ting (2009).** Effet du chauffage sur le comportement mécanique et poro-mécanique de matériaux cimentaires - propriétés hydrauliques et changements morphologiques. Thèse de doctorat de l'École Centrale de Lille.
- Chretien Marie (2010).** Compréhension des mécanismes de retrait-gonflement des sols argileux : approche sur site expérimental et analyse de sinistres sur constructions individuelles. Thèse de doctorat de l'Université de Bordeaux.
- Cisse Ibrahima Khalil, (1985).** Caractérisation et méthodes de construction sur sols gonflants : application aux marnes de Rufisque (Sénégal). Thèse de doctorat de l'Institut National Polytechnique de Lorraine. ENSG de Nancy (France).
- Cimbéton (2004) -** Le traitement des sols à la chaux et/ou aux liants hydrauliques pour l'exécution des remblais et des couches de forme, *Documentation technique Route*, n°89.
- Clément C. (1988).** Étude de coulis hydrauliques pour la rétention de cations polluants : Pb, Cd, Hg, Sr, Cs. Thèse de Doctorat de l'École Supérieure des Mines Paris. pp. 40.
- Cloquet Christophe (2013).** L'analyse élémentaire en "routine" SARM-CNRS.

- Conner J.R., Hoeffner S.L. (1998).** A Critical Review of Stabilization/Solidification Technology
Critical Reviews in Environmental Science and Technology, vol. 28, n°4, pp.397-462
- Costet J ; Sanglerat G. (1981)** Cours pratique de mécanique des sols 1. Plasticité et calcul des tassements. BORDAS, Paris.
- Decarreau A. (1990).** Matériaux argileux : structure, propriétés et applications. *Société Française de Minéralogie et Cristallographie*, pp. 8-21, Paris
- Delfaut Abel (1990)** - Traitement à la chaux vive et au ciment des argiles plastiques du Sparnacien et de la région parisienne. Étude de laboratoire Bull, liaison Labo. P. et Ch. - 169 - sept.-oct. 1990 pp 13-22.
- Delvigne Jean (1965).** Pédogenèse en zone tropicale: la formation des minéraux secondaires en milieu ferrallitique. IRD Editions.
- Divet L. (2001).** Les réactions sulfatiques internes au béton – Contribution à l'étude des mécanismes de la déformation différée de l'ettringite. Thèse de Doctorat CNAM. 227 p.
- El Faleh El Mâti, Taibi M'hamed, Elamane Mohamed, Mahdoudi Moulay Lahsen (2002).** Etude physico-chimique de la palygorskite du moyen-atlas. *Ann. Chim. Sci. Mat.*, 27 (4), pp. 15-25.
- Fediex (2009)** - Traitement des sols et recyclage de terres à la chaux.
- Ferber Valéry (2005).** Sensibilité des sols fins compactés à l'humidification. Apport d'un modèle de microstructure. Thèse de doctorat, École Centrale de Nantes.
- Frayret Jérôme, Mermet Jean-Michel, Paucot Hugues (2012).** ICP-OES : couplage plasma induit par haute fréquence – spectrométrie optique. Techniques de l'Ingénieur
- Gautier Mathieu (2008).** Interactions entre argile ammoniée et molécules organiques dans le contexte du stockage des déchets. Cas de molécules à courtes chaînes. *Thèse de doctorat de l'Université d'Orléans*.
- Guetala A., Guenfoud M. (1997)** : Béton de terre stabilisé, propriétés physico-mécaniques et influence des types d'argiles. La technique moderne n°1-2. pp. 21-26.
- Gravereau Pierre (2012).** Introduction à la pratique de la diffraction des rayons X par les poudres. ICMCB-CNRS.
- Haas H., Maubec N., Bruyère D., Le Clech A., Bourrat X. (2015).** Test de la mesure de l'indice de gonflement des sols par immersion dans l'eau pour la caractérisation du retrait-gonflement de sols naturels. *Symposium International SEC 2015. Paris*
- Hachichi A., Fleureau J.-M., (1999).** Caractérisation et stabilisation de quelques sols gonflants d'Algérie. *Revue Française de Géotechnique* n°86, pp 37-51.
- Holtz W. G. (1970)** - Suggested method of test for one-dimensional expansion and uplift pressure of clay soils. Special procedures for testing soil and rocks for engineering purposes, 5th edition, ASTM, STP 479, pp. 198 – 205.
- Hubert, F. 2008.** Modélisation des diffractogrammes de minéraux argileux en assemblages complexes dans deux sols de climat tempéré. Implications minéralogique et pédologique. Université de Poitiers. 205p.
- Igué M., Weller U. (2000)** Géologie et géomorphologie du sud Bénin. http://www.uni-hohenheim.de/atlas308/c_benin/projects/c2_1_1/html/french/btext_fr_c2_1_1.htm.
- Iltis M. (1979).** Contribution à l'étude des argiles gonflantes en cours de forage. Thèse de Docteur Ingénieur à l'I.N.S.A. de Lyon n° .I.D.I. 179-11 (1979).

- ISO**, (1996) – *Aspects géotechniques dans le domaine du génie-civil. Identification et classification du sol*, ISO/DIS 14688, 33 pages.
- Jean Yves, Guibert Martine (2011)**. Dynamiques des espaces ruraux dans le monde. ISBN: 978-2-200-27296-8. Armand Colin.
- Jha Arvind Kumar, Sivapullaiah P.V. (2014)**. Mineralogical and Microstructural Induced Compressibility Behavior of Lime Stabilized Expansive Soil.
- Juste C, Chassin P., Gomez A., Linères M., Mocquot B., Feix I. et Wiart J., 1995** - Les micropolluants métalliques dans les boues résiduelles des stations d'épuration urbaines. In Collection « Valorisation agricole des boues d'épuration », Connaître pour agir. Adème, ISBN 2-86817-100-1, 209 p.
- Kiki T. Yvette (2004)**. Contribution à la mise au point de méthodes de stabilisation des sols gonflants : Application aux sols argileux de la Lama (Bénin). Thèse de doctorat de l'Université Cheikh Anta Diop au Sénégal
- Kim D.J., Vereecken H., Feyen J., Boels D., Bronswijk J.J.B. (1992)** On the characterization of properties of an unripe marine clay soil. I. Shrinkage processes of an unripe marine clay soil in relation to physical ripening. *Soil Science*, 153, 471-481.
- Lanson, B., Sakharov, B.A., Claret, F. & Drits, V.A. (2009)**. Diagenetic smectite-to-illite transition in clay-rich sediments: A reappraisal of X-ray diffraction results using the multi-specimen method. *American Journal of Science*, 309, 476-516.
- Lautrin D. (1989)**. Utilisation pratique des paramètres dérivés de l'essai au bleu de méthylène, Bulletin de liaison des ponts et chaussées n° 160, 1989, p.53-67.
- LCPC-SETRA (2000a)**. Traitement des sols à la chaux et/ou aux liants hydrauliques - Application à la réalisation des remblais et des couches de forme. Guide Technique.
- LCPC-SETRA (2000b)**. Guide des Terrassements Routiers, Réalisation des remblais et des couches de forme (GTR), Fascicules I et II.
- Le Runigo B. (2008)**. Durabilité d'un limon traité à la chaux et soumis à différentes sollicitations hydrauliques: comportements physico-chimique, microstructural, hydraulique et mécanique, Thèse de Doctorat, Université de Nantes, 193 p.
- Le Roux A. (1969)**. Contribution à l'étude du traitement à la chaux des matériaux argileux. Thèse de doctorat Université des Sciences d'Orsay ; 106 p
- Le Roux A., Orsetti S. (2000)**. Les réactions sulfatiques : conditions de formation, structure et expansion des minéraux secondaires sulfatés. BLPC 225 - Mars-Avril 2000 - Réf. 4316 - PP. 41-50
- Little, D.N., (1995)** - Handbook for stabilization of pavement subgrades and base courses with lime. National Lime Association, Arlington, 219 p.
- Livet Marc (1988)** - Sols argileux gonflants. Site expérimental de Waza Maltam, Rapport de synthèse. Etudes ISTED, 31 p.
- Locat, J., Berube, M.A., Choquette, M. (1990)**. Laboratory investigations on the lime stabilization of sensitive clays - shear-strength development. *Canadian Geotechnical Journal*, 27(3): 294-304.
- Locat J., Trembaly H., Leroueil S. (1996)**. Mechanical and hydraulic behavior of a soft inorganic clay treated with lime. *Canadian Geotechnical Journal*, vol.33, pp 654-669.
- Louarn N., Larive C. (1993)**. Alkali-réaction et réaction sulfatique: Synthèse des études microscopiques d'expertises de ponts dégradés, Bulletin de liaison des Laboratoires des Ponts et Chaussées, 184, pp. 57-69.

- Mastchenko A. (2001).** Sécheresse et sols argileux. Projet industriel Alpha Sol. École des Mines d'Alès, 74 p., 9 ann.
- Magnan J.P. (1997).** Description, identification et classification des sols. *Techniques de l'Ingénieur*.
- Magnan J.P. (2015).** Déformabilité des sols. Tassements. Consolidation. *Techniques de l'Ingénieur*.
- Magnan J.P., Youssefian G. (1989).** Essai au bleu de méthylène et classification géotechnique des sols, *Bull. Liaison Labo. P. et Ch., n°159, pp. 93-104*
- Malviya R., Chaudhary R. (2006).** Leaching behavior and immobilization of heavy metals in solidified/stabilized products *Journal of Hazardous Materials*, vol. 137, pp.207-217
- Maubec Nicolas (2010).** Approche multi-échelle du traitement des sols à la chaux - Etudes des interactions avec les argiles. *Thèse de doctorat en Génie Civil de l'Université de Nantes*.
- Millot G., (1964),** «Géologie des argiles», Masson et Cie éd., Paris, 499 p.
- Mineralogical Society (2016).** Images of Clay. <http://www.minersoc.org/gallery.php?id=2>
- Minet Jérôme (2003).** Synthèse et caractérisation de silicates de calcium hydratés hybrides.
- Mitchell J.K. (1993).** Fundamentals of soil behavior, 2ème édition, John Wiley and sons, New York, 437 pp.
- Mouroux Pierre, Margron Patrick, Pinte Jean-Claude (1988).** La Construction économique sur sols gonflants, Volumes 13 à 14. Rexcoop, 1988 - 125 p.
- Nana Koumtoudji Lecomte Gisèle L. (2004).** Transformations thermiques, organisation structurale et frittage des composés kaolinite-muscovite. Thèse de doctorat de l'Université de Limoges.
- Nowamooz Hossein (2007).** Retrait/gonflement des sols argileux compactés et naturels. Thèse de doctorat de l'Institut National Polytechnique de Lorraine.
- Odler, I. (2000).** Special inorganic cements, Benur, A. & Mindess, S. (ed.), Taylor & Francis,
- Orsetti S. (1997).** Influence des sulfates sur l'apparition et le développement de pathologies dans les matériaux de génie civil traités ou non aux liants hydrauliques. Cas du plâtre dans les granulats issus de produits de démolition. Thèse de Doctorat Paris VI. 472 p.
- Osula, D.O.A., (1996).** A comparative evaluation of cement and lime modification of laterite. *Engineering Geology*, 42(1): 71-81.
- Philipponnat G. (1978).** Désordres dus à la présence des sols gonflants dans la région parisienne. *Annales ITBTP*, n° 364.
- Philipponnat, G., Hubert, B., (2015).** Fondations et ouvrages en terre. Eyrolles.
- Pinto, C.S. (1992).** First Pacheco's Silva conference – Part I: Distinguished aspect of Pacheco Silva's activities. *Brazilian Geotechnical Journal (Solos e Rochas), ABMS-ABGE*, 15(2): 49–87.
- Plat E., Le Roy S., Vincent M., Audiguier M., Cojean R., Geremew Z., Laribi S., Tang A.M., Cui Y.J., Ta A.N., Hemmati S., Fabre R., Chrétien M.C., Jacquard C., Zerhouni M.I., Morlock C., Pantet A., Proust D., Fontaine C., Masrouri F., Mrad M., Nowamooz H., Magnan J.P., Duc M., Makki L., Fleureau J.-M., Guellati Z., Nguyen D., Souli H., Sulcas E., Logeais P. (2009).** Recommandation d'essais de laboratoire adaptés à la caractérisation de l'aptitude d'un sol argileux au retrait-gonflement. Annexe B18 au rapport de synthèse du projet ARGIC. Rapport BRGM/RP-57018-FR, 121 p.

- Prian J.-P., Donsimoni M., Vincent M.**, avec la collaboration de **Denis L., Gallas J.-C., Marty F., Motteau M. (2000)**. Cartographie de l'aléa retrait-gonflement des argiles dans le département de l'Essonne. Rapport BRGM n° RP-50376-FR. 273p.
- Ranganathan B. V., Satyanarayana B. (1965)**. A rational method of predicting swelling potential for compacted expansive clays. Proceeding of the 6th international conference on soil mechanics and foundation engineering, Montréal, Vol. 1, pp 92 – 96.
- Rautureau Michel, 2011**. Fiches détaillées. Sépiolite et palygorskite. Université d'Orléans.
- Rautureau M, Caillère S, Hénin S (2004)**. Les argiles, 2ème édition, Société de l'Industrie Minérale (SIM), ISBM 2-904845-30-5.
- Renato V. Clementino (2005)**. Discussion of "An oedometer test study on the preconsolidation stress of glaciomarine clays". Can. Geotech. J. **42**: 972–974 doi: 10.1139/T05-010
- Rey F., Levacher D., Quenec'h J.-L. (2000)**. Composites cimentiers à base de mélanges vase chaux: Etude globale de la microstructure minéralo-organique et des comportements physicomécaniques Revue française de génie civil, vol. 4, n°6, pp.653-681.
- Robert M. (1977)**. Exemples d'utilisation de l'analyse thermique en minéralogie. Stage sur les méthodes d'analyse thermiques et leur application à l'étude des matériaux, CNRS, SETAR.
- Rogers, C.D.F., Glendinning, S. (2000)**. Lime requirement for stabilization. Transportation Research Record, 1721: 9-18
- 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.
- Rossi P., Gavois L., Raoul G. (2007)** - Traitement des matériaux Techniques de l'Ingénieur, C5 362.
- Ruste Jacky (2013a)**. Microscopie électronique à balayage. Principe et équipement. *Techniques de l'Ingénieur*
- Ruste Jacky (2013b)**. Microscopie électronique à balayage. Images, applications et développements. *Techniques de l'Ingénieur*
- Saiyouri Nadia (1996)**. Approche microstructurale et modélisation des transferts d'eau et du gonflement dans les argiles non saturées, Thèse doctorat, Ecole Centrale Paris, 228 p.
- Saiyouri, N., Tessier, D., Hicher P. Y. (2004)**. "Experimental study of swelling in unsaturated compacted clays." *Clay Minerals* 39, pp 469-479.
- SETRA (2007)**. Traitement des sols à la chaux et/ou aux liants hydrauliques - Application à la réalisation des assises de chaussées. Guide Technique.
- Sharma, N. K., Swain, S. K., & Sahoo, U. C. (2012)**. "Stabilization of a clayey soil with fly ash and lime: a micro level investigation." *Geotechnical and geological engineering*, 30(5), 1197-1205.
- Sheffield A., Makena S., Tittlebaum M., Eaton H., Cartledge F. (1987)**. Effects of three organics on selected physical properties of Type I Portland cement Hazardous Waste and Hazardous Materials, vol. 4, n°3, pp 273-286
- Singer Arie, Galan Emilio (2011)**. Developments in Palygorskite-Sepiolite Research. A New Outlook on these Nanomaterials ISBN9780444536075. Elsevier 1st Edition. eBook ISBN : 9780444536082
- Slansky M. (1962)**, Contribution à l'étude géologique du bassin sédimentaire côtier du Dahomey et du Togo. Technip-Paris.

- Snethen D. R., (1980).** Characterisation of expansive soils using soil suction data. Proceeding 4th I.C.E.S. Denver, pp 54 – 75.
- Soro N.S., (2003).** Influence des ions fer sur les transformations thermiques de la kaolinite. Thèse de doctorat de l'Université de Limoges.
- Tasong W. A., Wild S., Tilley R. J. D. (1998).** Mechanisms by which ground granulated blastfurnace slag prevents sulphate attack of lime-stabilised kaolinite. Cement and concrete research n°29. pp 975-982.
- Tchadjie Noubissie Leonel (2012).** Comportement thermique des géopolymères obtenus à partir d'une argile kaolinite. Mémoire de Master en chimie - Université de Yaoundé 1.
- Tessier D. (1984).** Etude expérimentale de l'organisation des matériaux argileux : Hydratations, gonflement et structuration au cours de la dessiccation et de la réhumectation. Thèse de l'université Paris VII, 362p.
- Teyssèdre Gilbert, Lacabanne Colette (1996).** Caractérisation des polymères par analyse thermique. *Techniques de l'Ingénieur*.
- Tran T. (2014)** Rôle de la microstructure des sols argileux dans le processus de retrait-gonflement: de l'échelle de l'éprouvette à l'échelle de la chambre environnementale. *Thèse doctorat*, Mines ParisTech, 217 p.
- Tripathy S., Subba Rao K. S., Fredlund D. (2002)** *Water content-void ratio swell-shrink paths of compacted expansive soils*. Can. Geotech. J., 39, pp 938-959.
- Truche Camille (2011).** Caractérisation et quantification des minéraux argileux dans les sols expansifs par spectroscopie infrarouge aux échelles du laboratoire et du terrain. Thèse de doctorat de l'Université de Toulouse.
- Vamberto Monteiro da Silva; Luciano Costa Góis; João Batista Duarte; Jaquelgia Brito da Silva; Wilson Acchar (2014).** Incorporation of ceramic waste into binary and ternary soil-cement formulations for the production of solid bricks *Mat. Res. vol.17 no.2 São Carlos* <http://dx.doi.org/10.1590/S1516-14392014005000014>
- Vénuat M. (1980).** Le traitement des sols à la chaux et au ciment. L'auteur-éditeur ; CERILH. 430 p.
- Vijayvergiya N., Ghazzaly G. (1973).** Prediction of swelling potential for natural clays, *Proceedings 3rd International Conference on Expansive Soil*, Haifa, vol. 1, pp. 227-236
- Vincent M., Bouchut J., Le Roy S., Dubus I., Surdyk N. (2006).** Suivi de l'évolution en profondeur de la dessiccation des sols argileux en période de déficit hydrique. Rapport final de phase 1. Rapport BRGM/RP-54567-FR, 189 p., 127 ill.
- Volkoff B., Willaime P. (1976).** Notice explicative n°66. Carte pédologique de reconnaissance de la République Populaire du Bénin à 1/200.000. Feuille de Porto-Novo. *ORSTOM*
- Volle Nicolas (2011).** Nano-hybrides élastomères à propriétés contrôlées par fonctionnalisation spécifique d'une argile de type sépiolite : renfort et couleur Thèse de l'Université Nice Sophia Antipolis
- Wei Zhou, Hong Liu, Tingting Xu, Yeling Jin, Shijie Ding and Jing Chen (2014).** Insertion of isatin molecules into the nanostructure of palygorskite. DOI: 10.1039/C4RA06299J (Paper) *RSC Adv.*, 4, 51978-51983
- Williams A.A. (1991).** New options for foundations on heaving clays. In *Geotechnics in the African environment*. Proceedings of the 10th Regional Conference for Africa on Soil Mechanics and

Foundation Engineering and 3rd International Conference on Tropical and Residual Soils, Maseru, September 1991, pp. 243-247.

Wirth Emmanuel, Guitteny Fabien, Mathonat Christophe (2014). Thermogravimétrie. *Techniques de l'Ingénieur*.

Xing H., Yang X., Xu C., Ye G. (2009). Strength characteristics and mechanisms of salt-rich soil-cement Engineering Geology, vol. 103, pp.33-38

Yan W., Liu D., Tan D., Yuan P. and Chen M. (2012). FTIR spectroscopy study of the structure changes of palygorskite under heating. Spectrochim. Acta, Part A, 97, 1052–1057

Yigzaw Zemenu G. (2009) : Analyse des processus de retrait-gonflement des sols argileux en réponse à des sollicitations hydriques cycliques. Rôle de la microstructure. Thèse de doctorat de l'Ecole nationale supérieure des mines de Paris.

Zamama Mohamed (1984). Contribution à l'étude structurale de la dickite et de la kaolinite par spectrométrie d'absorption infrarouge. *Thèse de doctorat de l'Université de Nancy*.

NORMES AFNOR UTILISEES

NF EN 197-1 (février 2001) Ciment - Partie 1 : composition, spécifications et critères de conformité des ciments courants remplacée par NF EN 197-1/A3 (avril 2009) NF EN 197-2 (février 2001) Ciment - Partie 2 : évaluation de la conformité

NF EN 459-1 (octobre 2002) Chaux de construction - Partie 1 : définitions, spécifications et critères de conformité.

NF EN 13282-1 « Liants hydrauliques routiers à cinétique rapide – Composition, spécification et critères de conformité » ;

NF EN 13282-2 « Liants hydrauliques routiers à cinétique normale – Composition, spécification et critères de conformité ».

NF EN 13282-3 (2015). Liants hydrauliques routiers - Partie 3 : évaluation de la conformité

NF EN 13286-2 (février 2005) Mélanges traités et mélanges non traités aux liants hydrauliques - Partie 2 : méthodes d'essai de détermination en laboratoire pour la masse volumique de référence et de la teneur en eau - Compactage Proctor.

NF EN 13286-41 (juillet 2003) Mélanges traités et mélanges non traités aux liants hydrauliques - Partie 41 : méthode d'essai pour la détermination de la résistance à la compression des mélanges traités aux liants hydrauliques.

NF EN 13286-42 (septembre 2003) Mélanges traités et mélanges non traités aux liants hydrauliques - Partie 42 : méthode d'essai pour la détermination de la résistance à la traction indirecte des mélanges traités aux liants hydrauliques.

NF EN 13286-43 (septembre 2003) Mélanges traités et mélanges non traités aux liants hydrauliques - Partie 43 : méthode d'essai pour la détermination du module d'élasticité des mélanges traités aux liants hydrauliques.

NF EN 13286-47 (juillet 2004) Mélanges traités et mélanges non traités aux liants hydrauliques - Partie 47 : méthode d'essai pour la détermination de l'indice portant Californien (CBR), de l'indice de portance immédiate (IPI) et du gonflement.

NF P 11-300 (1992). Exécution des terrassements - Classification des matériaux utilisables dans la construction des remblais et des couches de forme d'infrastructures routières

-
- NF P15-108 (décembre 2000) Liants hydrauliques - Liants hydrauliques routiers - Composition, spécifications et critères de conformité
- NF P 94-048 (1996). Sols : reconnaissance et essais - Détermination de la teneur en carbonate - Méthode du calcimètre.
- NF P 94-050 (1995). Sols : reconnaissance et essais - Détermination de la teneur en eau pondérale des matériaux - Méthode par étuvage.
- NF P 94-051 (1993). Sols : reconnaissance et essais - Détermination des limites d'Atterberg - Limite de liquidité à la coupelle - Limite de plasticité au rouleau.
- NF P 94-053 (1991). Sols: Reconnaissance et essais - Détermination de la masse volumique des sols fins en laboratoire -Méthode de la trousse coupante, du moule et de l'immersion dans l'eau.
- NF P 94-054 (1991). Sols: Reconnaissance et essais - Détermination de la masse volumique des particules solides des sols-Méthode du pycnomètre à eau.
- NF P 94-055 (1993). Sols : reconnaissance et essais Détermination de la teneur pondérale en matières organiques d'un sol Méthode chimique.
- XP P 94-056 (1996). Sols : Reconnaissance et essais. Analyse granulométrique. Méthode par tamisage à sec après lavage.
- NF P 94-057 (1992) Sols : reconnaissance et essais - Analyse granulométrique des sols - Méthode par sédimentation.
- XP P 94-060-2 (1997). Essai de dessiccation. Partie 2 : Détermination effective de la limite de retrait sur un prélèvement non remanié.
- NF P 94-068 (1998). Sols : reconnaissance et essais - Mesure de la capacité d'adsorption de bleu de méthylène d'un sol ou d'un matériau rocheux - Détermination de la valeur de bleu de méthylène d'un sol ou d'un matériau rocheux par l'essai à la tâche.
- NF P 94-078 (1997). Sols : reconnaissance et essais - Indice CBR après immersion. Indice CBR immédiat. Indice Portant Immédiat - Mesure sur échantillon compacté dans le moule CBR.
- NF P 94-090-1 (1997) – Essai œdométrique. Partie 1 : Essai de compressibilité sur matériaux fins quasi saturés avec chargement par paliers.
- NF P 94-093 (1999). Sols : reconnaissance et essais - Détermination des références de compactage d'un matériau - Essai Proctor normal. Essai Proctor modifié.
- NF P 98-101 (1991). Assises de chaussées - Chaux aérienne calcique pour sols et routes – Spécifications.
- XP P 84-703 (2002). Géosynthétiques bentonitiques – Détermination de la capacité de gonflement de l'argile dans les géosynthétiques bentonitiques.

ANNEXES

Annexe 1: Classification

1- Classification LPC (Magnan, 1997)

La classification LPC utilise les résultats d'essais classiques d'identification des sols :

- des critères granulométriques :
 - les pourcentages de gravier, sable et particules fines (tamisats à 2 mm et 0,08 mm) ;
 - * la forme de la courbe granulométrique : le coefficient d'uniformité ou de Hazen C_u , le coefficient de courbure C_c ;
- les caractéristiques de plasticité w_L et I_P , et la ligne A d'équation $I_P = 0,73 (w_L - 20)$ (relation de Casagrande).

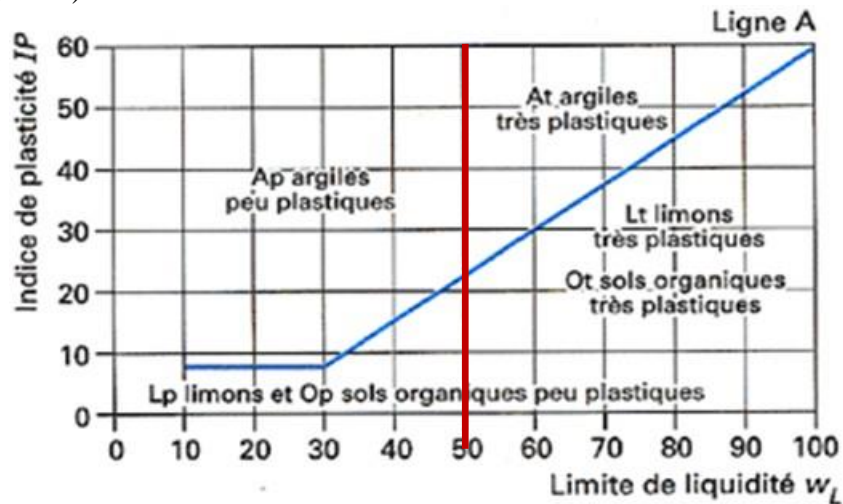


Figure A-1: Classification des sols fins (+ de 50 % d'éléments < 0,08 mm) en laboratoire. Diagramme de plasticité

Définitions		Symbole LPC	Conditions	Appellations
Graves	Plus de 50 % des éléments > 0,08 mm ont un diamètre > 2 mm	moins de 5 % d'éléments < 0,08 mm	Gb $C_U = D_{60}/D_{10} > 4$ et $1 < C_c = (D_{30})^2/D_{10}D_{60} < 3$	Grave propre bien graduée
		plus de 12 % d'éléments < 0,08 mm	Gm Une des conditions de Gb n'est pas satisfaite	Grave propre mal graduée
	Plus de 50 % des éléments > 0,08 mm ont un diamètre < 2 mm	moins de 5 % d'éléments < 0,08 mm	GL Limites d'Atterberg au-dessous de la ligne A (figure 5)	Grave limoneuse
		plus de 12 % d'éléments < 0,08 mm	GA Limites d'Atterberg au-dessus de la ligne A (figure 5)	Grave argileuse
Sable	Plus de 50 % des éléments > 0,08 mm ont un diamètre < 2 mm	moins de 5 % d'éléments < 0,08 mm	Sb $C_U = D_{60}/D_{10} > 6$ et $1 < C_c = (D_{30})^2/D_{10}D_{60} < 3$	Sable propre bien gradué
		plus de 12 % d'éléments < 0,08 mm	Sm Une des conditions de Sb n'est pas satisfaite	Sable propre mal gradué
	Plus de 50 % des éléments > 0,08 mm ont un diamètre > 2 mm	moins de 5 % d'éléments < 0,08 mm	SL Limites d'Atterberg au-dessous de la ligne A (figure 5)	Sable limoneux
		plus de 12 % d'éléments < 0,08 mm	SA Limites d'Atterberg au-dessus de la ligne A (figure 5)	Sable argileux

NB : Lorsque la teneur en particules fines (< 0,08 mm) est comprise entre 5 et 12 %, on utilise un double symbole. Par exemple : Sb-SL.

Tableau A 1 - Classification des sols grenus en laboratoire (+ de 50 % d'éléments > 0,08 mm)

2- Classification GTR

2-1- Selon la nature du sol

Cette classification est basée sur :

*** les caractéristiques granulométriques : D_{max} , D, passant à $80\mu m$**

La détermination de la granulométrie suivant les spécifications de la norme XP P94-041 apporte des informations sur la proportion de la fraction fine, inférieure à $80\mu m$. Cette fraction peut ensuite être reprise lors d'un essai de sédimentométrie (NF P94-057) pour définir la quantité d'argiles (fraction inférieure à $2\mu m$). Pour des raisons techniques telles que le malaxage, un seuil à 50 mm a été établi. Pour les sols fins (diamètre des particules inférieur ou égal à 50 mm), des sous-classes, basées sur la granulométrie (seuils à 2mm et $80\mu m$) et l'argilosité (Figure A-2), découpent ensuite ces sols pour des raisons de sensibilité à l'eau. Schématiquement, ces sols secs se comportent comme une roche tendre alors qu'un sol gorgé d'eau se comporte comme une boue.

*** l'activité argileuse par la valeur au bleu du sol VB (NF P94-068) et/ou l'argilosité par l'indice de plasticité IP (NF P94-051) : influence de la fraction argileuse et sensibilité à l'eau.**

La surface spécifique des argiles étant prépondérante par rapport à celle d'autres fines, il y a une corrélation directe entre la quantité de bleu adsorbée par les particules d'un sol et son activité argileuse. L'activité argileuse permet en outre d'évaluer le risque de retrait/gonflement des argiles en fonction des variations hydriques du milieu.

L'indice de plasticité IP, défini par la norme NF P94-051, se calcule à partir des limites d'Atterberg sur la fraction $0/400\mu m$ d'un sol.

La classification établie pour les sols de $D_{max} \leq 50$ mm à partir de ces différents paramètres est résumée par la figure suivante.

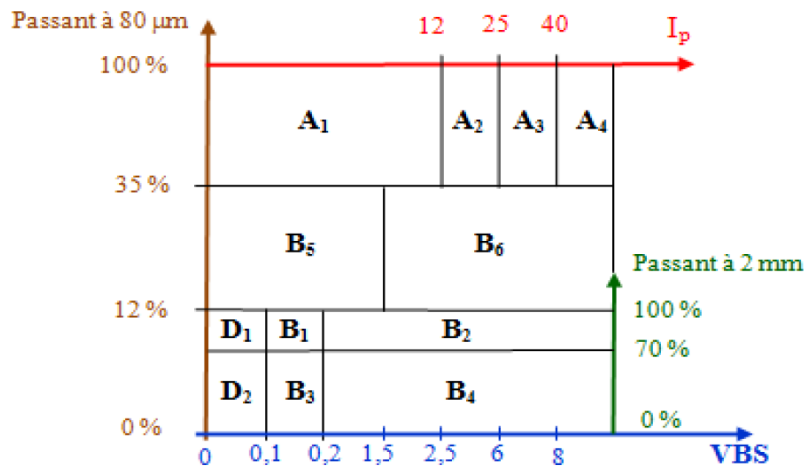


Figure A-2: Classification GTR des fins (+ de 50 % d'éléments < 0,08 mm) [GTR, LCPC-SETRA, 2000]

2-2- Détermination d'une sous-classe par reconnaissance d'un état hydrique

Cinq états hydriques sont distingués:

- l'état très humide (th): c'est un état d'humidité très élevé ne permettant plus la réutilisation du sol dans les conditions technico-économiques françaises courantes actuelles.

- l'état humide (h): un état d'humidité élevé autorisant toutefois la réutilisation du sol en prenant des dispositions particulières (aération, traitement, remblais de faible hauteur ...) estimées comme normales dans les conditions technico-économiques françaises courantes actuelles.

- l'état d'humidité "moyen" (m): c'est un état d'humidité optimum (minimum de contraintes pour la mise en œuvre)

- l'état "sec": c'est un état d'humidité faible encore une mise en œuvre en prenant des dispositions particulières (arrosage, surcompactage ...) estimées comme normales dans les conditions technico-économiques françaises courantes actuelles.

- l'état "très sec": c'est un état d'humidité très faible n'autorisant plus la réutilisation du sol dans les conditions technico-économiques françaises courantes actuelles.

Pour caractériser l'état hydrique, la présente classification a retenu l'un ou l'autre des trois paramètres suivant:

- la position de la teneur en eau naturelle (w_n) de la fraction 0/20 du matériau par rapport à l'optimum Proctor normal (w_{OPN}) exprimée par le rapport $\frac{w_n}{w_{OPN}}$. Ce rapport est le paramètre d'état

le plus fiable pour caractériser les états (s) et (ts) car les difficultés d'obtention de la compacité requise en dépendent directement. sa signification est en revanche moins claire pour distinguer les états (h) et (th).

- la position de la teneur en eau naturelle (w_n) de la fraction 0/20 du matériau par rapport aux limites d'Atterberg (w_L et w_P) qui s'exprime par l'indice de consistance I_c . $I_c = \frac{w_L - w_n}{I_p}$. L' I_c permet de

caractériser correctement les cinq états mais seulement dans le cas des sols fins moyennement et très argileux comportant au moins 80 à 90% d'éléments $\leq 400 \mu\text{m}$ (la w_n à considérer pour le calcul de l' I_c doit être rapportée à la fraction 0/400 μm).

- l'indice portant immédiat (IPI) qui exprime la valeur de l'indice CBR immédiat mesuré sans surcharge, ni immersion sur une éprouvette de sol compacté à l'énergie Proctor normal et à sa teneur en eau naturelle.

Les seuils retenus pour les sols fins et les sols sableux sont présentés dans les tableaux suivants : (GTR, fascicule 2)

Classe **A**Tableau 1 - **Classification des sols fins**

Classement selon la nature				Classement selon l'état hydrique		
Paramètres de nature Premier niveau de classification	Classe	Paramètres de nature Deuxième niveau de classification	Sous classe fonction de la nature	Paramètres d'état	Sous classe fonction de l'état	
D _{max} ≤ 50 mm et Tamisat à 80 μm > 35%	A Sols fins	VBS ≤ 2,5 ^(*) ou I_p ≤ 12	A₁ Limens peu plastiques, loess, siltis alluvionnaires, sables fins peu pollués, arènes peu plastiques...	IPI ^(*) ≤ 3 ou W_n ≥ 1,25 W_{OPN}	A₁ th	
				3 < IPI ^(*) ≤ 8 ou 1,10 ≤ W_n < 1,25 W_{OPN}	A₁ h	
				8 < IPI ≤ 25 ou 0,9 W_{OPN} ≤ W_n < 1,1 W_{OPN}	A₁ m	
				0,7 W_{OPN} ≤ W_n < 0,9 W_{OPN}	A₁ s	
				W_n < 0,7 W_{OPN}	A₁ ts	
		12 < I_p ≤ 25 ^(*) ou 2,5 < VBS ≤ 6	A₂ Sables fins argileux, limons, argiles et marnes peu plastiques arènes...	IPI ^(*) ≤ 2 ou I_c ^(*) ≤ 0,9 ou W_n ≥ 1,3 W_{OPN}	A₂ th	
				2 < IPI ^(*) ≤ 5 ou 0,9 ≤ I_c ^(*) < 1,05 ou 1,1 W_{OPN} ≤ W_n < 1,3 W_{OPN}	A₂ h	
				5 < IPI ≤ 15 ou 1,05 < I_c ≤ 1,2 ou 0,9 W_{OPN} ≤ W_n < 1,1 W_{OPN}	A₂ m	
				1,2 < I_c ≤ 1,4 ou 0,7 W_{OPN} ≤ W_n < 0,9 W_{OPN}	A₂ s	
				I_c > 1,3 ou W_n < 0,7 W_{OPN}	A₂ ts	
		25 < I_p ≤ 40 ^(*) ou 6 < VBS ≤ 8	A₃ Argiles et argiles marneuses, limons très plastiques...	IPI ^(*) ≤ 1 ou I_c ^(*) ≤ 0,8 ou W_n ≥ 1,4 W_{OPN}	A₃ th	
				1 < IPI ^(*) ≤ 3 ou 0,8 ≤ I_c ^(*) < 1 ou 1,2 W_{OPN} ≤ W_n < 1,4 W_{OPN}	A₃ h	
				3 < IPI ≤ 10 ou 1 < I_c ≤ 1,15 ou 0,9 W_{OPN} ≤ W_n < 1,2 W_{OPN}	A₃ m	
				1,15 < I_c ≤ 1,3 ou 0,7 W_{OPN} ≤ W_n < 0,9 W_{OPN}	A₃ s	
		I_p > 40 ^(*) ou VBS > 8	A₄ Argiles et argiles marneuses, très plastiques...	Valeurs seuils des paramètres d'état, à définir à l'appui d'une étude spécifique		A₄ th
						A₄ h
				A₄ m		
				A₄ s		

(*) Paramètres dont le choix est à privilégier

Classe **B**Tableau 2 - **Classification des sols sableux ou graveleux, avec fines**

← CLASSIFICATION A UTILISER POUR LES REMBLAIS →							
← CLASSIFICATION A UTILISER POUR LES COUCHES DE FORME →							
Classement selon la nature				Classement selon l'état hydrique		Classement selon le comportement	
Paramètres de nature Premier niveau de classification	Classe	Paramètres de nature Deuxième niveau de classification	Sous classe fonction de la nature	Paramètres d'état	Sous classe fonction de l'état	Paramètres de comportement	sous classe fonction du comportement
D _{max} ≤ 50 mm et Tamisat à 80 μm ≤ 35%	B Sols sableux et graveleux avec fines	tamisat à 80 μm ≤ 12% tamisat à 2 mm > 70% 0,1 ≤ VBS ≤ 0,2	B₁ Sables silteux...	Matériaux généralement insensibles à l'eau		FS ≤ 60	B ₁₁
						FS > 60	B ₁₂
		tamisat à 80 μm ≤ 12% tamisat à 2 mm > 70% VBS > 0,2	B₂ Sables argileux (peu argileux)...	IPI ^(*) ≤ 4 ou W _n ≥ 1,25 W _{OPN}	B _{2 th}	FS ≤ 60	B _{21 th}
				FS > 60		B _{22 th}	
				4 < IPI ^(*) ≤ 8 ou 1,10 W _{OPN} ≤ W _n < 1,25 W _{OPN}	B _{2 h}	FS ≤ 60	B _{21 h}
				FS > 60		B _{22 h}	
				0,9 W _{OPN} ≤ W _n < 1,10 W _{OPN}	B _{2 m}	FS ≤ 60	B _{21 m}
				FS > 60		B _{22 m}	
		0,5 W _{OPN} ≤ W _n < 0,9 W _{OPN}	B _{2 s}	FS ≤ 60	B _{21 s}		
		FS > 60		B _{22 s}			
		W _n < 0,5 W _{OPN}	B _{2 ts}	FS ≤ 60	B _{21 ts}		
				FS > 60	B _{22 ts}		
tamisat à 80 μm ≤ 12% tamisat à 2 mm > 70% 0,1 ≤ VBS ≤ 0,2	B₃ Graves silteuses...	Matériaux généralement insensibles à l'eau		LA ≤ 45 et MDE ≤ 45	B ₃₁		
				LA > 45 et MDE > 45	B ₃₂		

(*) Paramètres dont le choix est à privilégier

3- Classification américaine des sols (HIGHWAY RESEARCH BOARD)

Classification générale		SOLS GRENUS							SOLS FINS				
Groupe ou sous-groupe de classification		A-1		A-3	A-2				A-4	A-5	A-6	A-7	
		A-1-a	A-1-b		A-2-4	A-2-5	A-2-6	A-2-7				A-7-5	A-7-6
Analyse granulométrique % de passant au tamis	- 2mm - 0,5 mm - 80 µm	max. 50 max. 30 max. 15	max. 50 max. 25	min. 50 max. 10	max. 35	max. 35	max. 35	max. 35	min. 35	min. 35	min. 35	min. 35	min. 35
Caractéristiques du mortier (Fraction passant au tamis de 0,5mm)	Limite de liquidité				max. 40	min. 40	max. 40	min. 40	max. 40	max. 40	max. 40	min. 40	min. 40
	Indice de plasticité	max. 6	max. 6		max. 10	max. 10	min. 10	min. 10	max. 10	max. 10	min. 10	min. 10 $I_p < w_l - 30$	min. 10 $I_p > w_l - 30$
Indice de groupe		0	0	0	0	0	max. 4	max. 4	max. 8	max. 12	max. 16	max. 20	max. 20
Type de matériaux habituels significatifs		Pierres, graviers et sable		Sable fin	Graviers et sables limoneux ou argileux				Sols limoneux		Sols argileux		
Estimation générale comme sous-sol de chaussée		EXCELLENT A BON						PASSABLE A MAUVAIS					
NB : Pour chaque sol identifié, on indiquera après son symbole de groupe, son indice de groupe entre parenthèses : Exemples : A – 2 – 6 (3) ou A -7 – 5 (17)													

IG = 0,2a + 0,005a.c + 0,01b.d. L'indice est ensuite arrondi au nombre entier le plus proche ; la valeur 0,50 étant comptée pour l'unité.

Soit x le pourcentage de passant au tamis de 0,08mm

Valeur de a	Valeur de b	Valeur de c	Valeur de d
Si $x < 35$ a = 0	Si $x < 15$ b = 0	Si $w_l < 40$ c = 0	Si $I_p < 10$ d = 0
Si $35 < x < 75$ a = x - 35	Si $15 < x < 55$ b = x - 15	Si $40 < w_l < 60$ c = $w_l - 40$	Si $10 < I_p < 30$ d = $I_p - 10$
Si $x > 75$ a = 40	Si $x > 55$ b = 40	Si $w_l > 60$ c = 20	Si $I_p > 30$ d = 20

Annexe 2: Différents cas possible de PST avec les classes d'Arase correspondantes

Cas de P.S.T	Schéma	Description	Classe de l'arase	Commentaires
P.S.T. n°0		Sols A, B ₁ , B ₁ , B ₂ , B ₂ , C ₁ se trouvant dans un état hydrique (th). Contexte Zones tourbeuses, marécageuses ou inondables. PST dont la portance risque d'être quasi nulle au moment de la réalisation de la chaussée ou au cours de la vie de l'ouvrage.	AR0	La solution de franchissement de ces zones doit être recherchée par une opération de terrassement (purge, substitution) et/ou de drainage (fossés profonds, rabattement de la nappe...) de manière à pouvoir reclasser le nouveau support obtenu au moins en classe AR1.
P.S.T. n°1		Sols Matériaux des classes A, B ₂₁ , B ₂ , B ₃₁ , B ₃ , C ₁ , R ₁₂ , R ₁₃ , R ₃₄ et certains matériaux C ₂ , R ₂₃ et R ₆₃ dans un état hydrique (h). Contexte. PST en matériaux sensibles de mauvaise portance au moment de la mise en œuvre de la couche de forme (A) et sans possibilité d'amélioration à long terme (B).	AR1	Dans ce cas de PST, il convient : - soit de procéder à une amélioration du matériau jusqu'à 0,5 m d'épaisseur par un traitement principalement à la chaux vive et selon une technique remblai. On est ramené au cas de PST 2, 3 ou 4 selon le contexte - soit d'exécuter une couche de forme en matériau granulaire insensible à l'eau de forte épaisseur (en admettant une légère réduction si l'on intercale un géotextile anticontaminant à l'interface PST - couche de forme).
P.S.T. n°2		Sols Matériaux des classes A, B ₂₁ , B ₂ , B ₃₁ , B ₃ , C ₁ , R ₁₂ , R ₁₃ , R ₃₄ et certains matériaux C ₂ , R ₂₃ et R ₆₃ dans un état hydrique (m). Contexte PST en matériaux sensibles à l'eau de bonne portance au moment de la mise en œuvre de la couche de forme (A). Cette portance peut cependant chuter à long terme sous l'action des infiltrations des eaux pluviales et d'une remontée de la nappe (B).	AR1	Bien que les exigences requises à court terme pour la plate-forme support puissent être éventuellement obtenues au niveau de l'arase, il est cependant quasiment toujours nécessaire de prévoir la réalisation d'une couche de forme. Si l'on peut réaliser un rabattement de la nappe à une profondeur suffisante, on est ramené au cas de PST 3.
P.S.T. n°3		Sols Mêmes matériaux que dans le cas de PST 2. Contexte PST en matériaux sensibles à l'eau, de bonne portance au moment de la mise en œuvre de la couche de forme (A) mais pouvant chuter à long terme sous l'action de l'infiltration des eaux pluviales (B).	AR1 AR2	En l'absence de mesures de drainage à la base de la chaussée et d'imperméabilisation de l'arase, même situation que celle décrite dans le cas de PST 2. Classement en AR2 si des dispositions constructives de drainage à la base de la chaussée et d'imperméabilisation de l'arase permettent d'évacuer les eaux et d'éviter leur infiltration dans la PST.
P.S.T. n°4		Sols Mêmes matériaux qu'en PST 1 sous réserve que la granularité permette leur traitement. Contexte PST en matériaux sensibles à l'eau (en remblai ou rapportés en fond de déblai hors nappe) améliorés à la chaux ou aux liants hydrauliques selon la technique "remblai" et sur une épaisseur de 0,30 à 0,50 m. L'action du traitement est cependant durable.	AR2	La portance de l'arase peut être localement élevée mais la dispersion n'autorise pas un classement supérieur. La décision de réalisation d'une couche de forme sur cette PST dépend du projet et des valeurs de portance de l'arase mesurées à court terme (après prise du liant).
P.S.T. n°5		Sols B ₁ et D ₁ et certains matériaux rocheux de la classe R ₄₃ . Contexte PST en matériaux sableux fins insensibles à l'eau, hors nappe, posant des problèmes de traficabilité.	AR2 AR3	La portance de l'arase de cette PST dépend beaucoup de la nature des matériaux. Classement en AR3 si le module EV2 de l'arase est supérieur à 120 MPa. Les valeurs de portance à long terme peuvent être assimilées aux valeurs mesurées à court terme. La nécessité d'une couche de forme sur cette PST ne s'impose que pour satisfaire les exigences de traficabilité.
P.S.T. n°6		Sols Matériaux des classes D ₃ , R ₁₁ , R ₂₁ , R ₂₂ , R ₃₂ , R ₃₃ , R ₄₁ , R ₄₂ , R ₄₃ ainsi que certains matériaux C ₂ , R ₂₃ , R ₄₃ et R ₆₃ . Contexte PST en matériaux graveleux ou rocheux insensibles à l'eau mais posant des problèmes de réglage et/ou de traficabilité.	AR3 AR4	Classement en AR3 si EV2 ≥ 120 MPa et en AR4 si EV2 ≥ 200 MPa. Les valeurs de portance à long terme peuvent être assimilées aux valeurs mesurées à court terme. La nécessité d'une couche de forme ne s'impose que pour les exigences à court terme (nivellement et traficabilité) et peut donc se réduire à une couche de fin réglage.

(A) Comportement de la PST à la mise en œuvre de la couche de forme

(B) Situation pendant la "phase de construction" de la chaussée.

Annexe 3: Détermination de la pression de préconsolidation par la méthode de Pacheco Silva

La contrainte de préconsolidation est déterminée graphiquement à partir des données de test oedométriques comme représenté sur la Figure A-3 et décrit ci-dessous:

- (i) tracer une ligne horizontale (AB) en passant par l'indice des vides initial (e_0) de l'échantillon, c'est-à-dire, l'indice des vides avant toute application de charge;
- (ii) étendre la portion de ligne droite de la courbe de compression vierge (CD) jusqu'à ce qu'il intercepte la ligne AB ;
- (iii) à partir du point d'intersection des lignes AB et CD , tracer une ligne verticale vers le bas jusqu'à ce qu'il intercepte la courbe $e - \log p'$ (Point E);
- (iv) à partir du point E tracez une ligne horizontale jusqu'à ce qu'il intercepte la ligne CD (point F);
- v) la valeur de la contrainte sur l'axe horizontal associé à point F est la contrainte de préconsolidation (p'_c) .

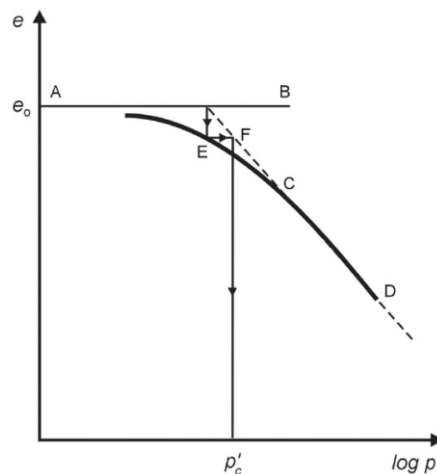


Figure A-3: Détermination de la contrainte de préconsolidation par la méthode de Pacheco Silva

Annexe 4: Méthodes indirectes d'estimation du potentiel de gonflement

La littérature contient un nombre considérable d'approches empiriques qui permettent d'apprécier le potentiel de gonflement des sols argileux. De très nombreux auteurs ont relié les limites d'Atterberg ou des grandeurs tirées de celle-ci, comme l'indice de plasticité I_p et l'indice de retrait I_R au gonflement sous différentes formes.

Certains auteurs relient le potentiel de gonflement à un seul paramètre. Ainsi et comme le montrent le Tableau A1 et le Tableau A 2, Prian et al. (2000) et Ranganatham et Satyanarayana (1965), proposent des classifications qui donnent respectivement le potentiel de gonflement en fonction de l'indice de plasticité I_p et de l'indice de retrait I_R . L'indice de retrait est défini comme la différence entre la limite de liquidité et la limite de retrait.

I_p (%)	Potentiel de gonflement
> 40	Très fort
25 – 40	Fort
12 – 25	Moyen
< 12	Faible

Tableau A1 : Potentiel de gonflement déterminée a partir de l'indice de plasticité (d'après Prian et al. 2000)

I_R (%)	Potentiel de gonflement
0 – 20	Faible
20 – 30	Moyen
30 – 60	Fort
> 60	Très fort

Tableau A 2: Potentiel de gonflement d'après Ranganathan et Satyanarayana (1965)

D'autres auteurs proposent de relier le potentiel de gonflement et/ou de retrait à deux paramètres. On distingue dans cette catégorie la classification proposée par Chen; elle est basée sur la limite de liquidité w_l et le pourcentage P_{74} des particules dont le diamètre est inférieur à 74 micromètres et qui est donnée dans le Tableau A 3.

P_{74} (%)	w_l (%)	Potentiel de gonflement
> 95	> 60	Très élevé
60 – 95	40 – 60	Elevé
30 – 60	30 – 40	Moyen
< 30	< 30	Faible

Tableau A 3: Potentiel de gonflement d'après Chen

Enfin, d'autres auteurs pensent que trois paramètres sont indispensables pour pouvoir apprécier le potentiel de gonflement des sols. La classification de Holtz et al., donnée dans le Tableau A 4 ainsi

que celle de Chen (Tableau A 5) rentrent dans cette catégorie. La première donne le potentiel de retrait en fonction du pourcentage P_2 de la fraction argileuse, de l'indice de plasticité et de la limite de retrait ; la seconde fournit le potentiel de gonflement en fonction de l'indice de plasticité, de la limite de retrait et de la limite de liquidité. Quant à celle de Chen, le potentiel de gonflement est relié à l'indice de plasticité, au pourcentage d'éléments < 80 micromètres et la valeur de bleu.

Tableau A 4: Potentiel de gonflement (d'après Holtz et al., 1973)

Potentiel de gonflement	I_p (%)	w_R (%)	w_l (%)
Faible	< 18	> 15	20 – 35
Moyen	15 – 25	10 – 15	35 – 50
Fort	25 - 35	7 - 12	50 - 70

Tableau A 5 : Potentiel de gonflement d'après Bigot et Zerhouni (2000)

Paramètres d'identification			Susceptibilité de variation de volume de sol
Indice de plasticité I_p (%)	P_{80}	Valeur de bleu V_B (g/100g de sol)	
> 30	> 90	> 6	Forte
$15 < I_p < 30$	> 50	$2 < V_B < 6$	Moyenne
< 15	< 50	< 2	Faible

Annexe 5: Les symboles de "qualité" du diffractogramme

Symbole "★" : toutes les raies sont indexées et très bonne qualité de dépouillement (d,I) ($|\Delta 2\theta| \leq 0,03^\circ$).

Symbole "I" : pas plus de 2 raies non indexées, $|\Delta 2\theta| \leq 0,06^\circ$, mesures quantitatives des I.

Pas de symbole : indexés (parfois pas complètement) mais de mauvaise qualité (ne répond pas aux critères pour "★" ou pour "I").

Symbole "O" : pas indexé et de qualité moyenne (faible précision, ou mélange de phases, ou mauvaise caractérisation chimique,...)

Symbole "C": diffractogrammes Calculés à partir des positions atomiques. Au début ces cartes ont été rajoutées dans les cas de structures cristallines connues mais de diffractogrammes de poudres expérimentaux de mauvaise qualité.

Remarque : Le commentaire "Deleted", parfois imprimé en zone 3, indique que cette carte a été remplacée pour le même composé par une plus récente. Elle est conservée pour son intérêt bibliographique.

Symbole "N": not specified, has not reached the requirements for Q (Q = questionnable)

Symbole "A" : Alternate, duplicate pattern, c'est-à-dire qu'ils ont des fichiers identiques produits par des labos différents.

Annexe 6: Courbes ATD/ATG/DTG des échantillons traités

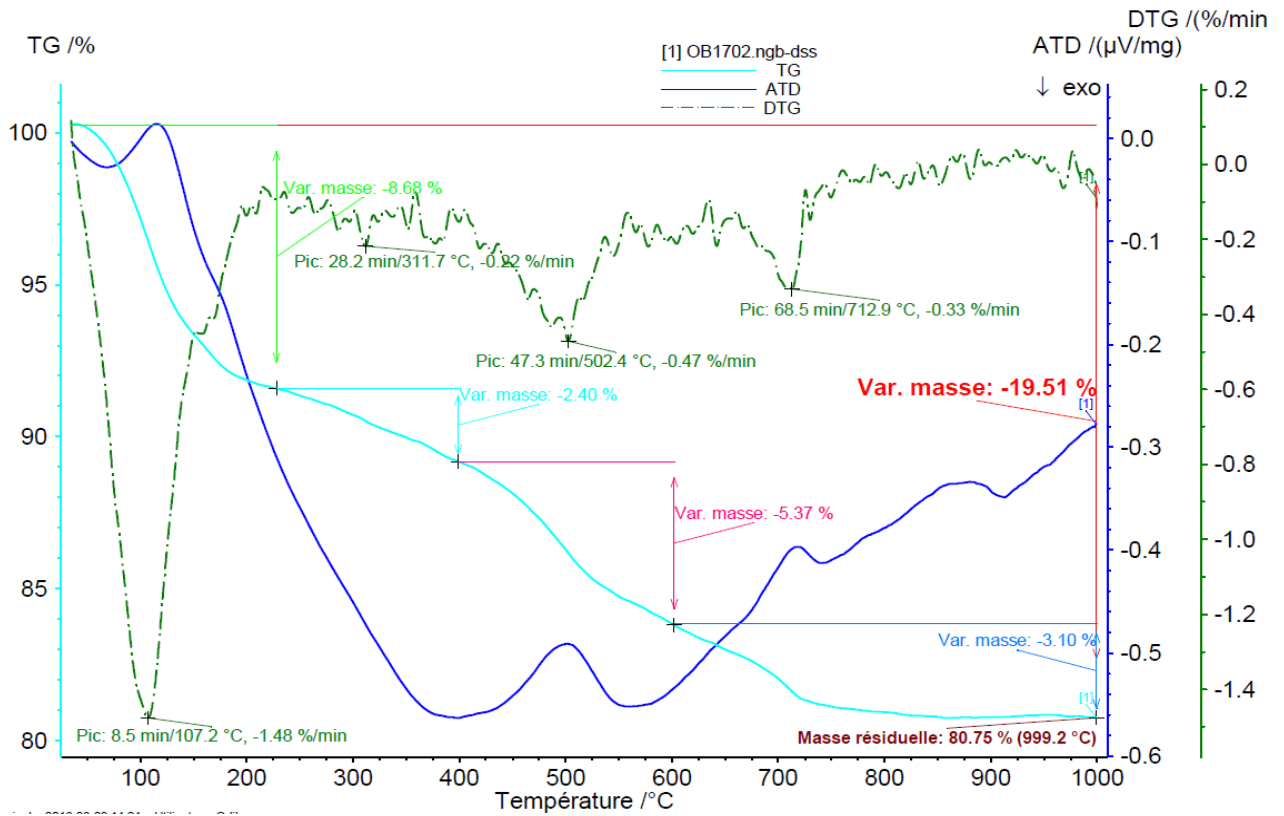


Figure A-4: Courbes ATD/ATG/DTG de l'échantillon AT traité à 3%

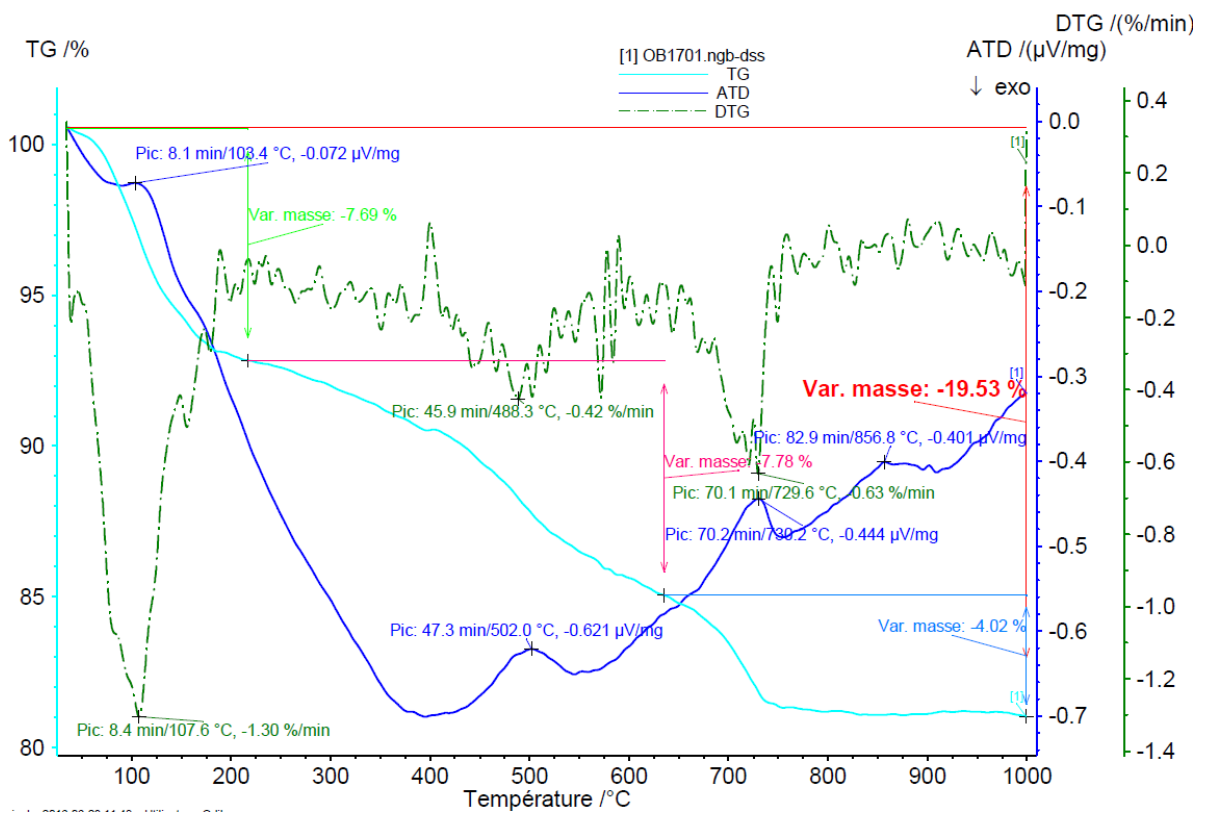


Figure A-5: Courbes ATD/ATG/DTG de l'échantillon AT traité à 9%

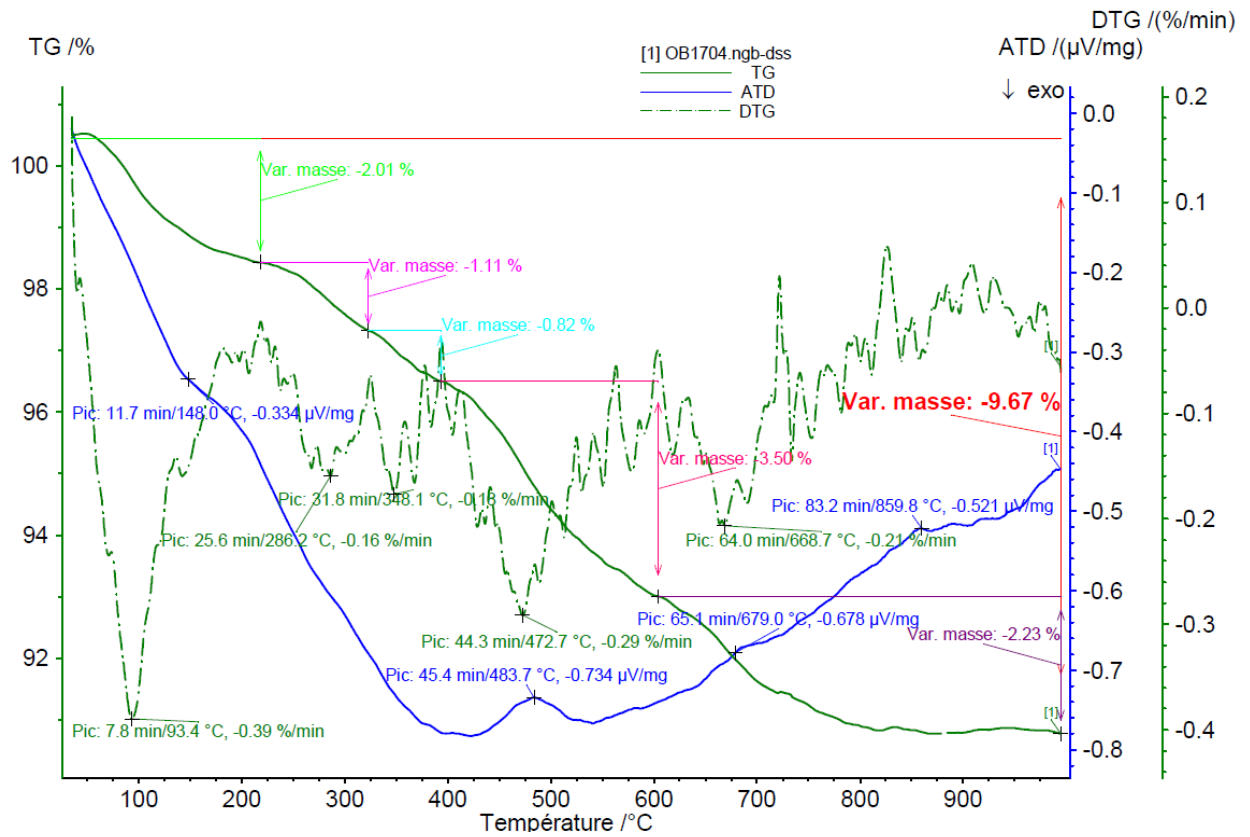


Figure A-6: Courbes ATD/ATG/DTG de l'échantillon **Sm** traité à 3%

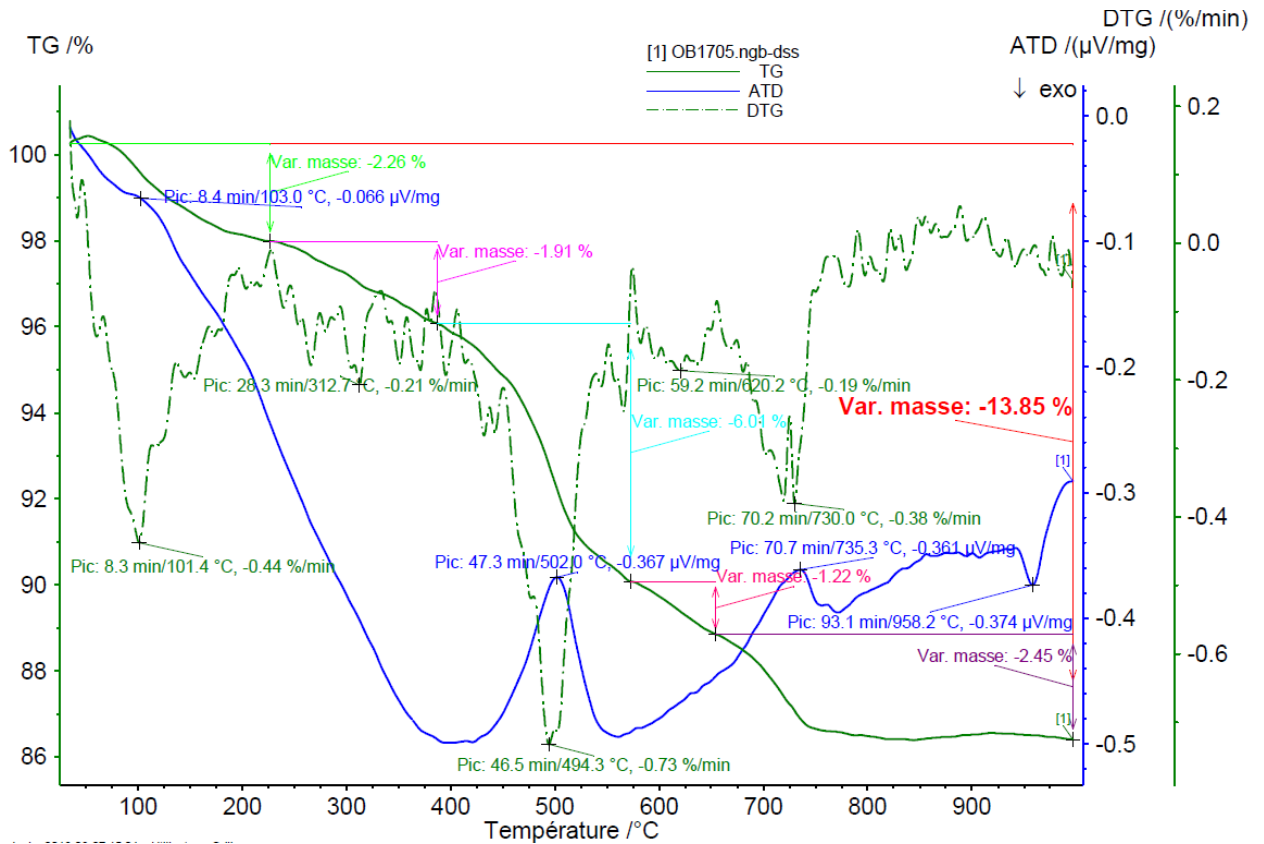


Figure A-7: Courbes ATD/ATG/DTG de l'échantillon **Sm** traité à 9%

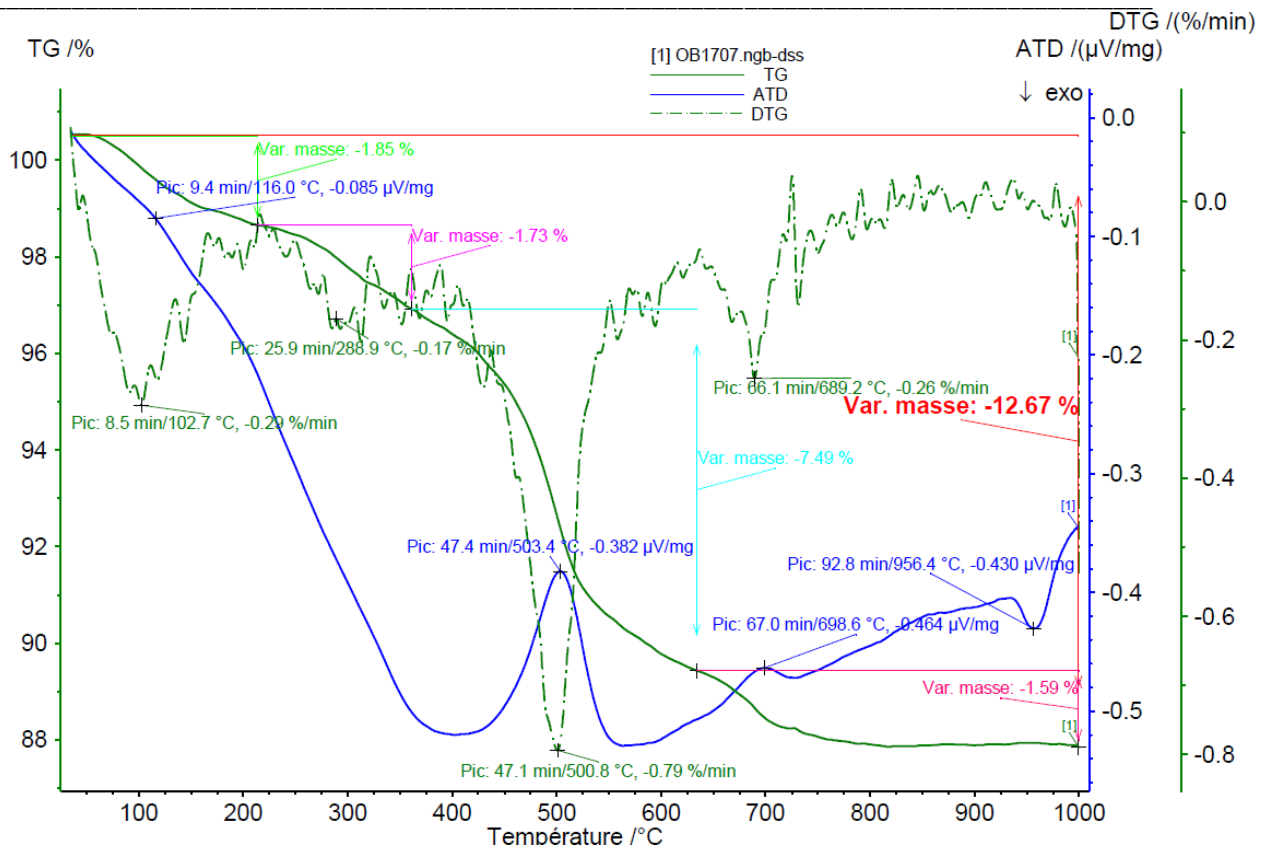


Figure A-8: Courbes ATD/ATG/DTG de l'échantillon **SAm** traité à 3%

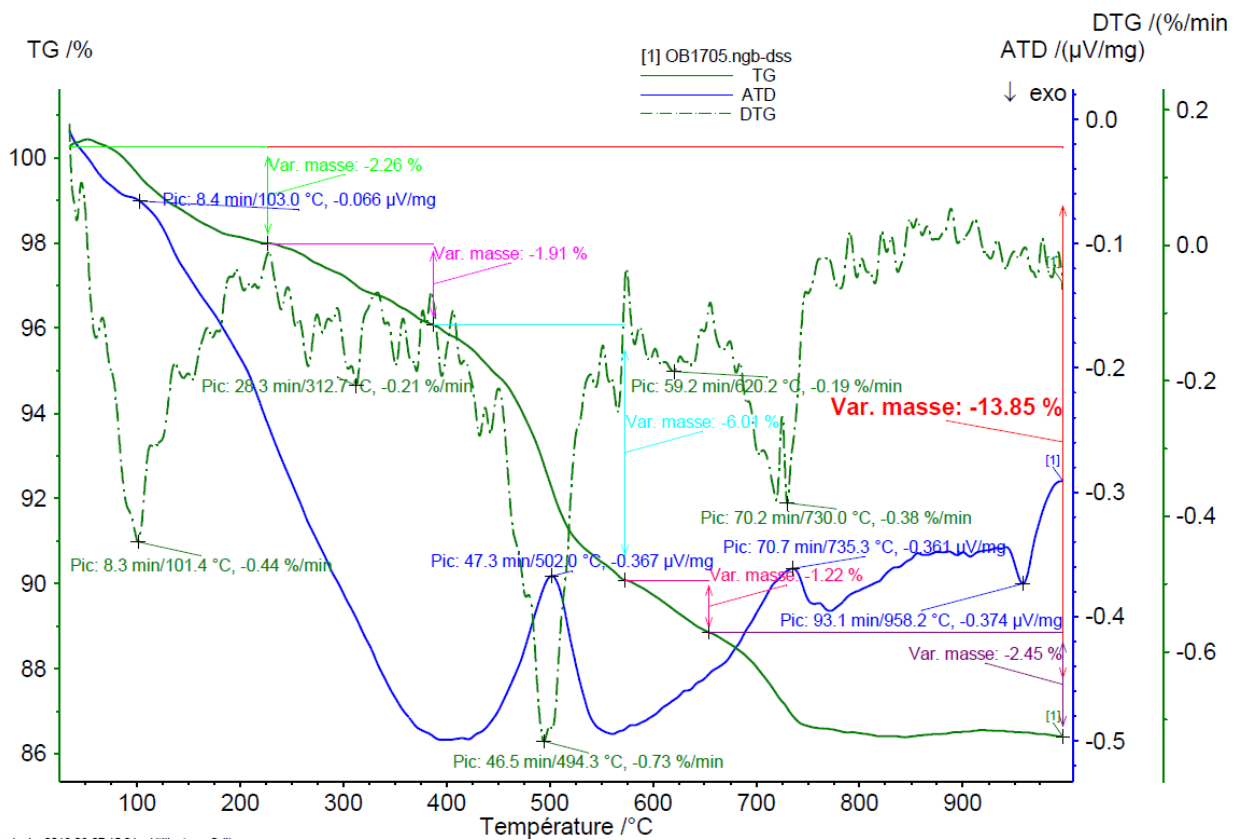


Figure A-9: Courbes ATD/ATG/DTG de l'échantillon **SAm** traité à 9%

Annexe 7: Quantifications à partir des spectres EDS

		% At Si		% At Fe		% At Ti		% At O	Proportion
		Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule		
Anatase	TiO ₂					0,30	0,33	0,60	0,90
Goethite	FeOOH			1,71	0,33			3,43	5,14
Smectite	(Na,Ca) _{0,3} (Al,Mg) ₂ Si ₄ O ₁₀ (OH) ₂ .2H ₂ O	17,09	0,20					59,80	86,72
		<i>17,09</i>		<i>1,71</i>		<i>0,30</i>		63,83	92,76

		% At Si		% At Fe		% At Ti		% At N		% At O	Proportion
		Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule		
Anatase	TiO ₂					16,525	0,333			33,05	49,58
Goethite	FeOOH			11,12	0,333					22,24	33,37
Kaolinite	Si ₂ Al ₂ O ₉ H ₄	1,818	0,154							8,18	11,82
Ammonium	NH ₄							4,06	1		4,065
		<i>1,82</i>		<i>11,12</i>		<i>16,53</i>		<i>4,06</i>	<i>1,82</i>	55,30	98,83

		% At Al, Mg		% At Si		% At Fe		% At Ti		% At O	Proportion
		Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule		
Anatase	TiO ₂							0,42	0,33	0,85	1,27
Goethite	FeOOH					3,10	0,33			6,21	9,31
Smectite	(Na,Ca) _{0,3} (Al,Mg) ₂ Si ₄ O ₁₀ (OH) ₂ .2H ₂ O	8,74	0,20	17,47	0,20					61,16	88,68
		<i>8,74</i>		<i>17,47</i>		<i>3,10</i>		<i>0,42</i>		68,22	99,27

		% At Al		% At Si		% At Fe		% At Ti		% At O	Proportion
		Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule		
Anatase	TiO ₂							0,59	0,33	1,18	1,77
Goethite	FeOOH					2,64	0,33			5,28	7,92
Kaolinite	Si ₂ Al ₂ O ₉ H ₄	4,94	0,15	4,94						22,24	25,45
Quartz	SiO ₂			21,62	0,33					43,23	64,85
		<i>4,94</i>		<i>26,56</i>		<i>2,64</i>		<i>0,59</i>		49,70	100

SA O1		%At Al		%At Si		%At Fe		%At Ti		%At O	Proportion
		Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule		
Kaolinite	Si ₂ Al ₂ O ₉ H ₄	11,57	0,15							52,07	74
Anatase	TiO ₂							0,34	0,33	0,67	1
Goethite	FeOOH					3,45	0,33			6,90	10,2
Quartz	SiO ₂			2,76	0,33					5,51	8
		<i>11,57</i>		<i>2,76</i>		<i>3,45</i>		<i>0,34</i>		<i>65,15</i>	<i>93</i>

SA O2		%At Al		%At Si		%At Fe		%At Ti		%At O	Proportion
		Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule		
Kaolinite	Si ₂ Al ₂ O ₉ H ₄	1,41	0,15							6,35	9,17
Goethite	FeOOH					0,59	0,33			1,19	1,78
Quartz	SiO ₂			26,44	0,33					52,89	79,33
Total		<i>1,41</i>		<i>26,44</i>		<i>0,59</i>		-		<i>60,42</i>	<i>90,28</i>

SA O3		%At Al		%At Si		%At Fe		%At Ti		%At O	Proportion
		Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule		
Kaolinite	Si ₂ Al ₂ O ₉ H ₄	7,39	0,15							33,27	47
Anatase	TiO ₂							0,11	0,33	0,23	0,34
Goethite	FeOOH					12,96	0,33			25,93	38
Quartz	SiO ₂			1,73	0,33					3,46	5
		<i>7,39</i>		<i>1,73</i>		<i>12,96</i>		<i>0,11</i>		<i>62,88</i>	<i>90,3</i>

SA Carto 1		%At Al		%At Si		%At Fe		%At Ti		%At O	Proportion
		Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule		
Kaolinite	Si ₂ Al ₂ O ₉ H ₄	11,01	0,15							49,53	71,54
Anatase	TiO ₂							0,43	0,33	0,85	1,28
Goethite	FeOOH					3,61	0,33			7,22	10,83
Quartz	SiO ₂			3,72	0,33					7,44	11,16
		<i>11,01</i>		<i>3,72</i>		<i>3,61</i>		<i>0,43</i>		<i>65,04</i>	<i>94,80</i>

SA Carto 2		%At Al		%At Si		%At Fe		%At Ti		%At O	Proportion
		Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule		
Kaolinite	Si ₂ Al ₂ O ₉ H ₄	5,53	0,15							24,86	35,91
Anatase	TiO ₂							0,20	0,33	0,41	0,61
Goethite	FeOOH					2,19	0,33			4,38	6,57
Quartz	SiO ₂			17,97	0,33					35,94	53,91
		<i>5,53</i>		<i>17,97</i>		<i>2,19</i>		<i>0,20</i>		<i>65,59</i>	<i>97,00</i>

SA Carto 3		%At Al		%At Si		%At Fe		%At Ti		%At O	Proportion
		Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule		
Kaolinite	Si ₂ Al ₂ O ₉ H ₄	6,39	0,15							28,77	41,56
Anatase	TiO ₂							9,54	0,33	19,08	28,62
Goethite	FeOOH					3,50	0,33			7,01	10,51
Quartz	SiO ₂			2,09	0,33					4,17	6,26
		6,39		2,09		3,50		9,54		59,03	86,95

AT2 O 1		%At K		%At Al		%At Si		%At Fe		%At Ti		%At Ca+Na		%At O	Proportion
		Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule		
Muscovite	KAl _{2,9} Si _{3,1} O ₁₀ (OH) ₂	3,83	0,052	11,11		11,87								45,96	72,78
Smectite	(Na,Ca) _{0,4} (Al,Mg) ₂ Si ₄ O ₁₀ (OH) ₂ .2H ₂ O			0,35		3,50						0,35	0,020	17,50	17,85
Kaolinite	Si ₂ Al ₂ O ₉ H ₄			0,12	0,15	0,12								0,55	0,80
Anatase	TiO ₂									0,20	0,33			0,40	0,60
Goethite	FeOOH							1,43	0,33					2,86	4,29
Quartz	SiO ₂					1,00	0,33							2,01	3,01
														69,29	99,33

AT2 O2		%At K		%At Al		%At Si		%At Fe		%At Ti		%At Ca+Na		%At O	Proportion
		Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule		
Muscovite	KAl _{2,9} Si _{3,1} O ₁₀ (OH) ₂	0,70	0,052	2,03		2,17								8,40	13,30
Smectite	(Na,Ca) _{0,4} (Al,Mg) ₂ Si ₄ O ₁₀ (OH) ₂ .2H ₂ O			2,12		6,10						0,61	0,020	30,50	31,11
Kaolinite	Si ₂ Al ₂ O ₉ H ₄			5,35	0,15	5,35								24,08	34,78
Anatase	TiO ₂									0,39	0,33			0,78	1,17
Goethite	FeOOH							2,31	0,33					4,62	6,93
Quartz	SiO ₂					4,01	0,33							8,02	12,03
														76,40	99,32

AT2 O3		%At K		%At Al		%At Si		%At Fe		%At O	Proportion
		Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule		
Muscovite	KAl _{2,9} Si _{3,1} O ₁₀ (OH) ₂	0,20	0,05	0,58		0,62				2,40	3,80
Kaolinite	Si ₂ Al ₂ O ₉ H ₄			1,83	0,15	1,83				8,23	11,89
Goethite	FeOOH							0,78	0,33	1,56	2,34
Quartz	SiO ₂					23,73	0,33			47,46	71,18
		0,20		2,41		26,18		0,78		59,65	89,22

AT2 O 4		%At K		%At Al		%At Si		%At Fe		%At Ti		%At Ca+Na		%At O	Proportion
		Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule		
Smectite	(Na,Ca) _{0,4} (Al,Mg) ₂ Si ₄ O ₁₀ (OH) ₂ .2H ₂ O			2,59		6,50				0,16	0,33	0,65	0,02	32,49	33,14
Anatase	TiO ₂													0,32	0,48
Goethite	FeOOH							20,11	0,33					40,21	60,32
Quartz	SiO ₂					1,19	0,33							2,38	3,57
		-		2,59		7,69		20,11		0,16		0,65		75,40	97,51

AT2 O 5		%At K		%At Al		%At Si		%At Fe		%At Ti		%At O	Proportion
		Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule		
Kaolinite	Si2Al2O9H4			3,46	0,15	3,46						15,57	16,50
Anatase	TiO2									21,67	0,33	43,34	47,69
Goethite	FeOOH							14,16	0,33			28,32	31,16
Quartz	SiO2					2,11	0,33					4,22	4,64
		-		3,46		5,57		14,16		21,67		91,44	

AT2 O 6		%At K		%At Al		%At Si		%At Fe		%At Ti		%At Ca+Na		%At C		%At O	Proportion
		Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule		
Muscovite	KAl _{2,9} Si _{3,1} O ₁₀ (OH) ₂	0,31	0,05	0,90		0,96										3,72	5,89
Kaolinite	Si ₂ Al ₂ O ₉ H ₄			4,61	0,15	4,61										20,75	29,97
Anatase	TiO ₂									0,17	0,33					0,34	0,51
Goethite	FeOOH							1,41	0,33							2,82	4,23
Quartz	SiO ₂					2,89	0,33									5,78	8,66
Oxyde de carbone	CO													23,59	0,50	23,59	47,18
		0,31		5,51		8,46		1,41		0,17		-		23,59		57,00	96,45

AT2 Carto 1		%At K		%At Al		%At Si		%At Fe		%At Ti		%At O	Proportion
		Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule		
Muscovite	KAl _{2,9} Si _{3,1} O ₁₀ (OH) ₂	0,53	0,05	1,53		1,64						6,35	10,05
Kaolinite	Si ₂ Al ₂ O ₉ H ₄			4,39	0,15	4,39						19,76	36
Anatase	TiO2									0,16	0,33	0,32	0,49
Goethite	FeOOH							1,67	0,33			3,35	5,02
Quartz	SiO2					16,92	0,33					33,83	47,5
		0,53		5,93		22,95		1,67		0,16		63,61	99

		%At K		%At Al		%At Si		%At Fe		%At Ti		%At Ca+Na		O	Proportion
AT2 Carto 2		Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule		
Muscovite	$KAl_2,9Si_{3,1}O_{10}(OH)_2$	0,79	0,05	2,30		2,46								9,52	15,08
Smectite	$(Na,Ca)_{0,4}(Al,Mg)_2Si_4O_{10}(OH)_2 \cdot 2H_2O$			2,93		7,27						0,73	0,02	36,37	37,10
Kaolinite	$Si_2Al_2O_9H_4$			4,70	0,15	4,70								21,14	30,53
Anatase	TiO_2									0,34	0,33			0,68	1,03
Goethite	$FeOOH$							2,96	0,33					5,93	8,89
Quartz	SiO_2					1,46	0,33							2,92	4,38
														76,57	97,01

		%At K		%At Al		%At Si		%At Fe		%At Ti		%At Ca+Na		%At O	Proportion
AT2 Carto 3		Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule		
Muscovite	$KAl_2,9Si_3,1O_{10}(OH)_2$	0,41	0,05	1,19		1,27								4,93	7,05
Smectite	$(Na,Ca)_{0,4}(Al,Mg)_2Si_4O_{10}(OH)_2 \cdot 2H_2O$			1,99		4,74						0,47	0,02	23,69	21,85
Kaolinite	$Si_2Al_2O_9H_4$			2,07	0,15	2,07								9,33	12,18
Anatase	TiO_2									12,07	0,33			24,14	32,73
Goethite	$FeOOH$							9,57	0,33					19,14	25,96
Quartz	SiO_2					0,09	0,33							0,17	0,23
														81,41	

Sm O1		%At Al		%At Si		%At Fe		%At Ti		%At O	Proportion
		Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule		
Kaolinite	$Si_2Al_2O_9H_4$	13,53	0,15							60,90	90
Anatase	TiO_2							0,22	0,33	0,44	0,66
Hématite	Fe_2O_3					2,12	0,40			3,18	6,50
Quartz	SiO_2			0,54	0,33					1,08	1,62
										65,60	99

Sm O2		%At Al		%At Si		%At Fe		%At Ti		%At O	Proportion
		Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule		
Kaolinite	$Si_2Al_2O_9H_4$	0,82	0,15							3,69	5,33
Quartz	SiO_2			29,44						58,88	88,32
										62,57	93,65

		% At Al		% At Si		% At Fe		% At Ti		% At Ca		% At O	Proportion
		Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule		
Kaolinite	Si ₂ Al ₂ O ₉ H ₄	10,35	0,15									46,59	67,29
Anatase	TiO ₂							0,46	0,33			0,91	1,37
Hématite	Fe ₂ O ₃					2,37	0,40					3,56	5,93
Quartz	SiO ₂	10,35		5,34	0,33							10,68	16,02
Calcite	CaCO ₃									0,44	0,20	1,33	2,22
												63,07	92,83

		% At Si		% At Fe		% At Ti		% At O	Proportion
		Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule		
Kaolinite	Si ₂ Al ₂ O ₉ H ₄	4,76	0,15					21,43	30,96
Anatase	TiO ₂					11,38	0,33	22,75	34,13
Hématite	Fe ₂ O ₃			5,56	0,40			8,34	13,90
								52,52	78,98

		% At Al		% At Si		% At Fe		% At Ti		% At O	Proportion
		Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule		
Kaolinite	Si ₂ Al ₂ O ₉ H ₄	13,58	0,15							61,13	87
Anatase	TiO ₂							0,25	0,33	0,49	0,74
Hématite	Fe ₂ O ₃					2,13	0,40			3,19	6
Quartz	SiO ₂			0,10	0,33					0,20	0,31
										65,02	94,66

		% At Al		% At Si		% At Fe		% At Ti		% At Zr		% At O	Proportion
		Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule		
Kaolinite	Si ₂ Al ₂ O ₉ H ₄	3,73	0,15									16,80	24,27
Anatase	TiO ₂							0,27	0,33			0,53	0,80
Hématite	Fe ₂ O ₃					1,34	0,40					2,01	3,35
Quartz	SiO ₂			1,31	0,33							2,62	3,93
Zircon	ZrSiO ₄									8,37	0,17	33,49	50,24
												55,46	82,59

		% At Al		% At Si		% At Fe		% At Ti		% At O	Proportion
		Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule		
SAm Phase1											
Kaolinite	Si ₂ Al ₂ O ₉ H ₄	13,94	0,15							62,74	87,24
Hématite	Fe ₂ O ₃					3,25	0,40			4,88	7,82
Quartz	SiO ₂			1,01	0,33					2,02	2,92
										71,03	100

		% At Al		% At Si		% At Fe		% At Ti		% At O	Proportion
		Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule		
SAm Phase2											
Kaolinite	Si ₂ Al ₂ O ₉ H ₄	6,83	0,15							30,73	43,57
Hématite	Fe ₂ O ₃					1,74	0,40			2,61	4,27
Quartz	SiO ₂			17,35	0,33					34,70	51,08
										68,78	100

		% At S		% At Al		% At Ca		% At Si		% At C		% At Ti		% At Fe		% At O	Proportion
		Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule		
Calcite	CaCO ₃					2,06	0,20			2,06	0,20					6,18	10,30
Anhydrite	CaSO ₄	2,53	0,17			2,53										10,12	15,18
Thaumasite	Ca ₃ SiCO ₂₅ H ₃₀	1,30	0,03	0,87	0,03	2,60	0,10	1,30		1,30						21,67	40,30
Smectite	(Na,Ca) _{0,3} (Al,Mg) ₂ Si ₄ O ₁₀ (OH) ₂ .2H ₂ O			3,21		0,48		6,42	0,20							22,47	32,58
Anatase	TiO ₂											0,40	0,33				1,20
Goethite	FeOOH													0,81	0,33		2,43
		3,83		4,08		7,67		7,72		3,36		0,40		0,81		60,44	98,36

		% At S		% At Al		% At Ca		% At Si		% At C		% At Ti		% At Fe		% At O	Proportion
		Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule		
Calcite	CaCO ₃					0,63	0,20			0,63	0,20					1,89	6
Smectite	(Na,Ca) _{0,3} (Al,Mg) ₂ Si ₄ O ₁₀ (OH) ₂ .2H ₂ O			7,00	0,03	1,05		14,00	0,20							49,00	83
Thaumasite	Ca ₃ SiCO ₂₅ H ₃₀	0,12	0,03			0,36		0,12		0,12						3,00	3,7
Anatase	TiO ₂											0,19	0,33				0,57
Goethite	FeOOH													1,94	0,33		5,82
		0,12		7,00		2,04		14,12		0,75		0,19		1,94		50,89	99

		% At S		% At Al		% At Ca		% At Si		% At C		% At Ti		% At Fe		% At O	Proportion
		Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule		
Calcite	CaCO ₃					9,14	0,20			9,14	0,20					27,42	45,71
Smectite	(Na,Ca) _{0,3} (Al,Mg) ₂ Si ₄ O ₁₀ (OH) ₂ .2H ₂ O			3,39		0,51		6,78	0,20							23,73	34,41
Thaumasite	Ca ₃ SiSCo ₂₅ H ₃₀	0,32	0,03			0,96	0,10									8,00	9,92
Anatase	TiO ₂											0,29	0,33				0,87
Goethite	FeOOH													1,35	0,33		4,05
		0,32		3,39		10,61		6,78		9,14		0,29		1,35		59,15	94,96

		% At S		% At Al		% At Ca		% At C		% At O	Proportion
		Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule		
Calcite	CaCO ₃					7,29	0,2	7,29		21,87	36,44
Ettringite	Ca ₆ Al ₂ S ₃ O ₅₀ H ₆₄	1,91	0,049	1,27	0,032	3,82	0,098			31,83	38,84
										53,70	75,28

		% At S		% At Al		% At Ca		% At Si		% At C		% At O	Proportion
		Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule		
Calcite	CaCO ₃					5,14	0,2			5,14		15,42	25,70
Ettringite	Ca ₆ Al ₂ S ₃ O ₅₀ H ₆₄	0,50	0,049	0,33	0,033	1,00	0,098					8,33	10,17
Kaolinite	Si ₂ Al ₂ O ₉ H ₄			8,24	0,154			8,24				37,07	53,54
												60,82	89,41

		% At Al		% At Si		% At Ca		% At O	Proportion
		Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule		
Kaolinite	Si ₂ Al ₂ O ₉ H ₄	0,94	0,153846					4,23	6,11
Chaux	CaO					0,82	1,00	0,82	0,82
Quartz	SiO ₂			30,23	0,33			60,45	90,68
Calcite	CaCO ₃					0,82	0,20	2,46	4,10
		0,94		30,23		1,64			
								65,50	97,61

		%At S		%At Al		%At Ca		%At Si		%At C		%At Ti		%At Fe		%At O	Proportion
		Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formul	Echant.	Formule	Echant.	Formul		
SAm 6% O1																	
Calcite	CaCO ₃					5,82	0,2			5,82						17,46	29,10
Ettringite	Ca ₆ Al ₂ S ₃ O ₅₀ H ₆₄	0,56	0,049	0,37	0,033	1,12	0,098									9,33	11,39
Anatase	TiO ₂											0,21	0,333			0,07	0,63
Hématite	Fe ₂ O ₃													0,43	0,4	0,29	1,08
Quartz	SiO ₂							11,42	0,333							22,84	34,26
																49,99	76,45

		%At S		%At Al		%At Ca		%At Si		%At C		%At Fe		%At O	Proportion
		Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule		
SAm 6% O2															
Calcite	CaCO ₃					1,93	0,2			1,93				5,79	9,33
Anhydrite	CaSO ₄	13,11	0,1667			13,11								52,44	76,09
Hématite	Fe ₂ O ₃										0,46	0,4		0,31	1,15
Kaolinite	Si ₂ Al ₂ O ₉ H ₄			2,14	0,1546			2,14						9,63	13,45
														68,17	100

		%At S		%At Al		%At Ca		%At Si		%At C		%At Ti		%At Fe		%At O	Proportion
		Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule		
SAm 6% O5																	
Calcite	CaCO ₃					3,94	0,20			3,94						11,82	19,06
Ettringite	Ca ₆ Al ₂ S ₃ O ₅₀ H ₆₄	0,34	0,05	0,23	0,03	0,68	0,10									5,67	6,69
Chaux	CaO																-
Kaolinite	Si ₂ Al ₂ O ₉ H ₄			10,85	0,15			10,85								48,84	68,25
Anatase	TiO ₂											0,62	0,33			0,21	1,80
Hématite	Fe ₂ O ₃													0,91	0,40	0,61	
																67,14	100

		%At S		%At Al		%At Ca		%At Si		%At C		%At Ti		%At Fe		%At O	Proportion
		Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule		
SAm 6% phase 1																	
Calcite	CaCO ₃					1,86	0,20			1,86						5,58	9,30
Ettringite	Ca ₆ Al ₂ S ₃ O ₅₀ H ₆₄	0,14	0,05	0,09	0,03	0,28	0,10									2,33	2,85
Kaolinite	Si ₂ Al ₂ O ₉ H ₄			9,33	0,15			9,33								41,97	60,62
Quartz	SiO ₂							2,01	0,33							4,03	6,04
Anatase	TiO ₂											0,41	0,33			0,14	1,23
Hématite	Fe ₂ O ₃													2,83	0,40	1,89	7,08
																55,93	87,12

		%At S		%At Al		%At Ca		%At Si		%At C		%At Ti		%At Fe		%At O	Proportion
		Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule		
SAm 6% phase 2																	
Calcite	CaCO ₃					11,01	0,20			11,01						33,03	48,41
Ettringite	Ca ₆ Al ₂ S ₃ O ₅₀ H ₆₄	0,83	0,05	0,55	0,03	1,66	0,10									13,86	14,87
Kaolinite	Si ₂ Al ₂ O ₉ H ₄			3,89	0,15					3,89						17,49	22,22
Quartz	SiO ₂							3,92	0,33							7,84	10,33
Anatase	TiO ₂											0,23	0,33			0,08	0,60
Hématite	Fe ₂ O ₃													1,63	0,40	1,08	3,58
																73,39	100

		%At S		%At Al		%At Ca		%At Si		%At C		%At Ti		%At Fe		%At O	%At Proportion
		Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule	Echant.	Formule		
SAm 6% phase 3																	
Calcite	CaCO ₃					1,46	0,20			1,46						4,38	7,30
Ettringite	Ca ₆ Al ₂ S ₃ O ₅₀ H ₆₄	0,15	0,05	0,10	0,03	0,30	0,10									2,50	3,05
Kaolinite	Si ₂ Al ₂ O ₉ H ₄			4,82	0,15			4,82								21,69	31,33
Quartz	SiO ₂							15,84	0,33							31,68	47,52
Anatase	TiO ₂										0,22	0,33				0,07	0,66
Hématite	Fe ₂ O ₃												1,62	0,40		1,08	4,05
																61,40	93,91

Titre : CARACTERISATION MINERALOGIQUE, THERMIQUE ET MICROSCOPIQUE DE SOLS FINS EN TECHNIQUE ROUTIERE

Résumé : En vue de la réduction des problèmes engendrés par les phénomènes de retrait-gonflement des sols dans la dépression de la Lama au Sud du Bénin, nous avons entrepris des recherches dans le but de maîtriser le comportement de ces sols. Six échantillons de sols fins dont quatre argileux de cette région ont été prélevés. Différents essais ont été réalisés : une caractérisation macroscopique concernant les propriétés mécaniques et géotechniques et les essais microscopiques prenant en compte les analyses chimiques, thermiques, minéralogiques et microstructurales. Les sols étudiés sont constitués de différents minéraux argileux. Celle à structure fibreuse est à l'origine d'un comportement macroscopique particulier décelé par l'essai de gonflement libre. Les essais ont confirmé le fort potentiel de gonflement et de retrait de certains sols qui sont donc à l'origine des fortes dégradations rencontrées.

Les résultats montrent que les sols traités se distinguent par les performances mécaniques acquises et peuvent être utilisés à différents niveaux de la chaussée selon leur teneur en liant.

Les différentes méthodes utilisées ont révélé des facettes particulières de l'étude de traitement des sols fins. Principalement, nous avons noté que les informations apportées par les observations au Microscope Electronique à Balayage, les analyses thermiques et les analyses de Diffraction aux Rayons X ont permis de compléter l'analyse des résultats géotechniques. En somme, les méthodes de caractérisation géotechnique permettent d'avoir une idée générale du potentiel de gonflement, mais pour les études d'envergure, la réalisation d'études microscopiques est primordiale.

Mots clés : Sols argileux, smectite, palygorskite, gonflement libre, MEBE, ATD / ATG, DRX.

Title : MINERALOGICAL, THERMAL AND MICROSCOPIC CHARACTERIZATION OF FINE SOILS IN ROAD TECHNOLOGY

Abstract: To help reduce the problems caused by phenomena due to the shrink-swell soil in the depression of the Lama in southern Benin, we have undertaken research in order to control the behavior of these soils. Six soil samples, including four clay from this area were taken. Different types of tests were performed: a macroscopic characterization concerning mainly mechanical and geotechnical properties and microscopic tests taking into account the chemical, thermal, microstructural and mineralogical analysis. The soils studied consist of different clay minerals. The fibrous structure is at the origin of a particular macroscopic behavior detected by the free swell test. The tests confirmed the potential for swelling and shrinking of some soils that are causing heavy damage.

Three soils treated with different contents at Binder Hydraulic Road, were subjected to several tests. The results show that these soils are distinguished by the acquired mechanical performance and may be used at different levels of the floor according to binder content.

Also, the different methods revealed specific facets of fine soil treatment study. Mainly, we noted that the information provided by the observations scanning electron microscope, thermal analysis and the analysis of diffraction X-Ray are very important and helped complete the analysis of geotechnical results for soil treatment. In sum, geotechnical characterization methods used to get a general idea of the swelling potential, but for large-scale studies, conducting microscopic studies is paramount.

Keywords: clay soils, smectite, palygorskite, free swelling, ESEM, DTA / TGA, XRD.

INSTITUT DE MECANIQUE ET D'INGENIERIE–Génie Civil Environnemental

UMR 5295, Bât B18, avenue des facultés. 33405 Talence France

LABORATOIRE D'ENERGETIQUE ET DE MECANIQUE APPLIQUEE

École Polytechnique d'Abomey-Calavi (Bénin)