

Vulnérabilité des digues au changement climatique : Approche multi-échelle pour l'étude du comportement à long terme des mélanges sol-ciment et effet des inclusions de sol non traité lors du processus de malaxage

Juba Amrioui

▶ To cite this version:

Juba Amrioui. Vulnérabilité des digues au changement climatique : Approche multi-échelle pour l'étude du comportement à long terme des mélanges sol-ciment et effet des inclusions de sol non traité lors du processus de malaxage. Génie civil. Université Gustave Eiffeil, 2023. Français. NNT : . tel-04490743

HAL Id: tel-04490743 https://theses.hal.science/tel-04490743

Submitted on 5 Mar 2024 $\,$

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 de Doctorat

Présentée en vue de l'obtention du titre de

Docteur de l'Université Gustave Eiffel

Spécialité : Génie Civil - Géotechnique

par

Juba AMRIOUI

École Doctorale SIE n° 531 : Sciences, Ingénierie et Environnement

Sujet de thèse

Vulnérabilité des digues au changement climatique

Approche multi-échelle pour l'étude du comportement à long terme des mélanges sol-ciment et effet des inclusions de sol non traité lors du processus de malaxage

Présentée et soutenue publiquement le 6 décembre 2023, devant le jury composé de :

Pr.	Fabrice EMERIAULT	Grenoble INP - UGA	Rapporteur
Pr.	Albert NOUMOWE	CY Cergy Paris Université	Rapporteur
Dr.	Elodie PRUD'HOMME	INSA Lyon	Examinatrice
Pr.	Hussein MROUEH	Université de Lille	Examinateur - président
Dr.	Sahar HEMMATI	Université Gustave Eiffel	Co-encadrante
Dr.	Lucile SAUSSAYE	Cerema	Co-encadrante
Dr.	Alain LE KOUBY	Université Gustave Eiffel	Référent de thèse
Dr.	Myriam DUC	Université Gustave Eiffel	Directrice de thèse

Université Gustave Eiffel

Département GERS - Géotechnique, Environnement, Risques Naturels et Sciences de la Terre Laboratoire SRO - Sols, Roches et Ouvrages Géotechniques

Remerciements

Je tiens d'abord à remercier chaleureusement **Philippe REIFFSTECK** d'avoir rendu possible l'opportunité d'effectuer ma thèse au sein du laboratoire GERS/SRO à l'Université Gustave Eiffel.

Je tiens à exprimer ma profonde gratitude envers les membres de mon jury de thèse, qui ont accepté de jouer un rôle essentiel dans l'évaluation de mon travail de recherche. Tout d'abord, je remercie **Fabrice EMERIAULT** et **Albert NOUMOWE**, nos rapporteurs, pour leur temps et leurs efforts consacrés à l'examen minutieux de ma thèse. Je souhaite également remercier **Elodie PRUD'HOMME** et **Hussein MROUEH**, nos examinateurs, pour leur contribution précieuse à l'évaluation de ma thèse.

Je tiens vraiment à dire un grand merci à **Myriam DUC**, ma directrice de thèse. Myriam, ton soutien, tes conseils et ta patience m'ont été d'une aide incroyable tout au long de ce voyage académique. Tu as été une source d'inspiration, et j'en suis incroyablement reconnaissant. Je tiens également à remercier du fond du cœur **Alain LE KOUBY**, mon co-encadrant référent. Alain, ton expertise et ton engagement envers la qualité ont été un atout précieux pour ma thèse. Je ne peux pas oublier **Sahar HEMMATI**, ma co-encadrante pour la partie de simulation numérique. Sahar, ta passion et ton expertise dans ce domaine ont joué un rôle clé dans la partie numérique de ma thèse. Je tiens à dire un grand merci à **Lucile SAUSSAYE**, ma co-encadrante ainsi qu'à toute l'équipe de Cerema – Agence de Blois, pour leur énorme contribution à la partie chantier de ma thèse, en rendant tout plus facile en m'aidant à accéder aux chantiers, en réalisant les prélèvements nécessaires, et en fournissant les données nécessaires pour mon travail. Lucile, vos précieux conseils ont été un vrai atout.

Un très grand merci va également à **Jeanne-Sylvine GUEDON**. Ses conseils d'une valeur très précieuse ont été des bases solides pour la réalisation de ma thèse. Merci à vous, Sylvine.

Je tiens à dire également un énorme merci à notre incroyable équipe technique, **François LANSAC**, **Sonia FANELLI**, **Carlos MINATCHY**, **Amel BELLOUCIF**, **Aurore HORABIK**, sans que j'oublie **Benoit PEBOSCQ**, **Jean-François BOUTELOUP** et **Louis BATTIST**, pour leur expertise, leur dévouement et leur contribution généreuse. Je leur suis infiniment reconnaissant pour leur soutien inestimable et leur aide précieuse.

Un grand merci à **Marie-Josèphe DUBOC** pour toute l'assistance administrative précieuse qu'elle m'a apportée au cours de ces trois années de thèse. Sa gentillesse, son efficacité et sa disponibilité ont grandement facilité ma vie.

Je tiens à exprimer aussi ma sincère gratitude envers **Yasmina BOUSSAFIR**, **Christophe CHEVALIER**, **Thibault BADINIER**, **Fabien SZYMKIEWICZ**, **Céline BOURDEAU LOMBARDI**, **Lamis MAKKI**, **Etienne BERTRAND**, et **Franck GUIRADO** ainsi que toute l'équipe du GERS/SRO. Leur convivialité et leurs conseils ont grandement enrichi mon expérience au sein du laboratoire. Je tiens à adresser un très grand merci à **Amade POUYA**, mon enseignant à l'Ecole des Ponts (ENPC), pour m'avoir fait découvrir le logiciel de calcul par EF (DISROC) et pour tous ses précieux conseils qui ont considérablement enrichi ma compréhension de la partie numérique de ma thèse. Merci monsieur.

Je tiens à remercier également **François WILLOT** et **Petr DOKLADAL** de Mines Paris. Notre collaboration et les échanges que nous avons eu autour des travaux d'imagerie ont été formidables.

Un énorme merci à **Patrick AIMEDIEU** et **Michel BORNERT** du laboratoire Navier pour m'avoir permis d'effectuer des scans en tomographie aux rayons X. Leur générosité et leur soutien ont vraiment été incroyables.

Je voudrais aussi exprimer ma profonde reconnaissance envers tous les stagiaires que j'ai eu le plaisir d'encadrer, à savoir **Mohamed**, **Yani**, **Martial**, **Bahaa**, **Elodie** et **Ibrahim**, ainsi que ceux avec qui j'ai collaboré, **Louis** et **Victor**. Sans leurs efforts, une grande partie de mes travaux expérimentaux, notamment dans l'imagerie, n'aurait pas pu voir le jour. Un très grand merci, en vous souhaitant le meilleur pour la suite.

Un grand merci s'adresse également à **Siavash GHABEZLOO** et **Teddy FEN-CHONG** pour avoir évalué mes travaux de thèse lors du comité de suivi. Leurs commentaires et conseils précieux ont été d'une importance cruciale.

Je ne saurais oublier de remercier tous mes collègues doctorants et ingénieurs du GERS/SRO. Avec **Thibault, Nader, Badr, Loren, Wassim, Tianyu, Dalia, Mara, Marwa, Alessandra, Mathieu** et **Lucas**, nous avons partagé des moments inoubliables ensemble, et je vous souhaite à tous le meilleur pour la suite de vos parcours.

Je veux adresser un énorme merci à **Mahfoud TAHLAITI** pour m'avoir initié au monde de la recherche et pour avoir toujours ouvert les portes de l'ICAM à Nantes pour mes essais. Ses conseils avisés ont été vraiment précieux pour mon travail. Merci infiniment, monsieur, ainsi qu'à toute l'équipe de l'ICAM.

Je n'oublierai jamais de remercier chaleureusement tous mes enseignants qui ont joué un rôle essentiel dans mon parcours académique, et grâce à qui j'ai atteint cet événement important de ma vie. Un merci particulier à Akila MEZOUAR, Abdelouahab LEFKIR, Benazouz CHIKH, Amina BOUREBIA, Zibouda MEZAACHE, et à toute l'équipe de l'ENSTP d'Alger, ainsi qu'à tous mes camarades avec qui j'ai passé des moments inoubliables. Un grand merci s'adresse également à tous mes enseignants du master recherche MSROE à l'École des Ponts pour la qualité exceptionnelle de la formation qu'ils nous ont offerte.

Je ne pourrais pas terminer mes remerciements sans adresser un nombre infini de "merci" à mes chers parents, qui ont toujours été à mes côtés, ainsi qu'à mes chers frères et belles-sœurs, mes chères sœurs et beaux-frères, et à ma chère femme qui m'a accompagné pendant une grande partie de cette thèse, me fournissant un soutien inestimable et des encouragements constants. Vous êtes tous mon pilier principal dans la vie. Il est difficile de trouver les mots pour exprimer ma gratitude, mais je veux dire UN GRAND MERCI À VOUS TOUS. J'adresse également mes chaleureux remerciements à ma grande famille, à ma belle-famille et à tous mes amis qui m'ont toujours soutenu et encouragé. Merci du fond du cœur pour tout ce que vous avez fait pour moi.

Résumé

Afin de remédier au risque de rupture par érosion interne des digues en terre de la Loire, des écrans étanches ont été construits depuis 2013 en utilisant la méthode du Deep Soil Mixing (DSM), en particulier avec la technique de Trenchmix®. Cette technique permet de mélanger mécaniquement le sol en place avec du ciment et de l'eau. Cependant, en raison de l'hétérogénéité des propriétés du sol à traiter et du processus de malaxage, des inclusions de sol non malaxé avec le ciment apparaissent dans le mélange sol-ciment. Etant donné que cette méthode est relativement récente, les retours d'expérience sur les performances hydromécaniques et la durabilité de ces matériaux DSM restent très limités. Les travaux menés durant cette thèse visent donc à explorer leur comportement hydromécanique, en présence d'inclusions de sol, face à diverses sollicitations hydrauliques, mécaniques et hydriques. Tout d'abord, la description de la microstructure des matériaux DSM, une caractéristique clé gouvernant les performances et la durabilité du matériau, a permis de développer une approche pour prédire avec succès la perméabilité à l'eau des matrices sol-ciment, cruciale dans le contexte des travaux d'étanchéité des digues en terre. De plus, cette thèse a développé des méthodes novatrices en 2D et en 3D basées sur l'analyse d'images pour caractériser de manière réaliste les hétérogénéités des matériaux DSM présentes inévitablement sur site, révélant ainsi leur impact sur les propriétés d'ingénierie des matériaux DSM provenant de différents sites en France, en particulier l'impact sur la perméabilité à l'eau qui n'avait pas été exploré dans la littérature. Les simulations numériques, utilisant des mésostructures d'inclusions réelles (générées à l'aide des méthodes développées durant cette thèse) ou artificielles, ont permis de mettre en place des modèles 2D et 3D pour évaluer avec précision les propriétés hydromécaniques des matériaux DSM, tout en prenant en compte leurs spécificités, comme la présence d'inclusions de sol non malaxé et la zone de transition interfaciale (ITZ) qui les entoure. En effet, les investigations microstructurales effectuées sur des échantillons de DSM provenant de site ont révélé partiellement l'existence d'une ITZ de plusieurs centaines de micromètres d'épaisseur entournant les inclusions de sol, une zone moins cimentée avec des propriétés mécaniques et microstructurales moins performantes que le mélange sol-ciment. Enfin, cette thèse a permis d'explorer la dégradation des propriétés des matériaux DSM face aux sollicitations environnementales auxquelles ils sont exposés dans le sol encaissant l'ouvrage en DSM, en introduisant un nouveau test de durabilité basé sur les cellules de percolation.

Mots clés

Digues de la Loire; Deep Soil Mixing; Ecrans étanches; Mélanges sol-ciment; Perméabilité à l'eau; Microstructure; Porosité accessible; Inclusions de sol; Analyse d'images; PIM; ITZ; Durabilité; Percolation; Propriétés mécaniques; Simulation numérique; COMSOL Multiphysics.

Abstract

To remedy the risk of failure by internal erosion of the earthen levees of the Loire, cut-off walls have been built since 2013 using the Deep Soil Mixing (DSM) method, with the Trenchmix® technique. This technique mechanically mixes the soil in place with cement and water. However, due to the varying properties of the soil to be treated and the mixing process, soil inclusions not mixed with cement appear in the soil-cement mixture. Given that this method is relatively recent, feedback on the hydromechanical performance and durability of these DSM materials is still very limited. The work carried out during this thesis therefore aims to explore their hydromechanical behaviour, in the presence of soil inclusions, in face of various hydraulic, mechanical and hydric solicitations. First, the description of DSM materials' microstructure, a key characteristic governing the material's performance and durability, allowed us to develop an approach for successfully predicting the water permeability of soil-cement matrix, which is crucial in the context of waterproofing work on earth levees. In addition, this thesis developed innovative 2D and 3D methods involving image analysis to realistically characterize the heterogeneities of DSM materials that are inevitably present on site, thus revealing their impact on the engineering properties of DSM materials coming from different sites in France, particularly the impact on water permeability, which had not been explored in the literature. Numerical simulations, using real inclusion mesostructures (generated using methods developed during this thesis) or artificial ones, have enabled 2D and 3D models to be set up to accurately assess the hydromechanical properties of DSM materials, while considering their specific features, such as the presence of unmixed soil inclusions and the interfacial transition zone (ITZ) that surrounds them. Indeed, microstructural investigations carried out on DSM samples from the site partially revealed the existence of an ITZ several hundred micrometers thick surrounding the soil inclusions, a less cemented zone with poorer mechanical and microstructural properties than the soil-cement matrix. Finally, this thesis explored the degradation of the properties of DSM materials under the environmental conditions to which they are exposed in the soil surrounding the DSM structure, by introducing a new durability test based on percolation cells.

Keywords

Loire levees; Deep Soil Mixing; Cut-off walls; Soil-cement mixtures; Water permeability; Microstructure; Accessible porosity; Soil inclusions; Image analysis; PIM; ITZ; Durability; Percolation; Mechanical properties; Numerical simulation; COMSOL Multiphysics.

Sommaire

Remerciements	3
Résumé	5
Abstract	6
Liste des abréviations	13
Liste des notations	15
Introduction générale	19

Généralités sur les digues en terre et les travaux de confortement par le procédé de Deep Soil Mixing		
1.1. Introduction	25	
1.2. Les digues en remblai : fonctions et structure	25	
1.2.1. Définitions	25	
1.2.2. Structure des digues de la Loire Moyenne	26	
1.3. Influence du changement climatique sur les digues en terre et étude de dangers	27	
1.4. Deep Soil Mixing (DSM)	29	
1.4.1. Historique de la méthode DSM	29	
1.4.2. Classification des méthodes de DSM	29	
1.4.3. Applications typiques de la méthode DSM	30	
1.4.4. Avantages et limites de DSM	31	
1.5. Confortement des digues de la Loire par la méthode de DSM	32	
1.5.1. Tranchée de sol mixé (Trenchmix®)	33	
1.5.2. Méthode de la tranchée de sol mixé appliquée par le TRD	34	
1.6. Le matériau Deep Soil Mixing (DSM)	34	
1.6.1. Constituants du matériau DSM	35	
1.6.2. Sensibilité à l'eau des sols argileux : pouvoir d'adsorption de l'eau	37	
1.6.3. Processus d'amélioration des propriétés des sols traités au ciment	39	
1.6.4. Ouvrabilité du matériau DSM	40	
1.6.5. Propriétés d'ingénierie du matériau DSM	42	
1.6.6. Paramètres pouvant impacter les propriétés physico-mécaniques du matériau	44	
1.7. Le matériau DSM est un matériau composite : rôle des inclusions de sol non malaxé	47	
1.7.1. Caractérisation des inclusions de sol non malaxé dans la littérature	48	
1.7.2. Incorporation de boulettes de sol en laboratoire	50	
1.7.3. Effet des caractéristiques d'inclusions de sol non malaxé sur le comportement mécanique du matériau DSM	ue 51	
1.7.4. La zone de transition interfaciale (ITZ) : un rôle clé dans les propriétés des bétons usue	els 56	

1.7.5. Simulation numérique de la réponse hydromécanique des matériaux cimentaires	65
1.8. Durabilité du matériau DSM	67
1.8.1. Approche de la durabilité du béton	68
1.8.2. Qu'en est-il pour le matériau DSM ?	69
1.8.3. Zones de dégradation dans un écran étanche en DSM dans une digue	70
1.8.4. Vieillissement artificiel en laboratoire	72
1.9. Conclusions	76

Matériaux et méthodes expérimentales	79
2.1. Introduction	79
2.2. Matériaux DSM prélevés in-situ	79
2.2.1. Echantillonnage par voie humide	79
2.2.2. Echantillonnage par sondages carottés	80
2.3. Matériaux DSM confectionnés en laboratoire	82
2.3.1. Sols testés	82
2.3.2. Ciment utilisé	84
2.3.3. Préparation des mélanges sol-ciment	84
2.3.4. Incorporation d'inclusions de sol en laboratoire	85
2.4. Mesure des propriétés de transfert	90
2.4.1. Perméabilité à l'eau (K)	90
2.4.2. Coefficient d'absorption capillaire (C1)	91
2.5. Mesure des propriétés microstructurales	92
2.5.1. Porosité accessible à l'eau (P)	92
2.5.2. Porosimétrie par intrusion de mercure (PIM)	93
2.5.3. Observations au microscope optique à profondeur de champ	94
2.5.4. Analyse par microscope électronique à balayage (MEB)	94
2.5.5. Analyse par microtomographie aux rayons X	95
2.6. Mesure des propriétés mécaniques	96
2.6.1. Module d'Young dynamique (E _d)	96
2.6.2. Résistance à la compression simple (R _c)	98
2.6.3. Module d'Young statique (E ₅₀)	98
2.6.4. Mesure des propriétés élastiques à l'échelle locale	99
2.7. Essais de vieillissement artificiel en laboratoire1	.02
2.7.1. Cycles humidification/séchage1	.04
2.7.2. Dégradation (géo)chimique du matériau DSM par percolation 1	.06
2.8. Simulation numérique de la réponse hydromécanique des matériaux DSM dans le logic COMSOL Multiphysics 6.0	ciel 07

Caractéristiques des pores des mélanges sol-ciment autoplaçants utilisés dans la méthe DSM	ode de 109
3.1. Introduction	109
3.2. Matériaux DSM testés	111
3.3. Caractérisation de la microstructure des matériaux DSM	112
3.3.1. La mesure de la porosité par intrusion de mercure	112
3.3.2. La mesure de la porosité accessible à l'eau	113
3.4. Résultats expérimentaux et discussions	114
3.4.1. Hétérogénéité du matériau DSM à l'échelle microstructurale	114
3.4.2. Mesure de la porosité totale du matériau DSM	116
3.4.3. Variation de la microstructure du matériau DSM en fonction de la teneur en eau	118
3.4.4. Impact de la fraction d'argile sur la microstructure du matériau DSM	120
3.4.5. Impact du dosage en ciment dans le mélange	125
3.4.6. Impact du temps de cure sur la microstructure du matériau DSM	126
3.4.7. Impact de la température de cure sur la microstructure du matériau DSM	127
3.5. Conclusions	129

Approche prédictive de la perméabilité à l'eau des matériaux DSM
4.1. Introduction
4.1.1. Modèles impliquant les caractéristiques granulométriques et les propriétés physiques des sols
4.1.2. Modèles impliquant les propriétés microstructurales des matériaux
4.2. Matériaux DSM testés
4.3. Résultats expérimentaux et discussions
4.3.1. Porosimétrie par intrusion de mercure138
4.3.2. Perméabilité à l'eau
4.4. Estimation de la perméabilité des matériaux DSM à partir de leurs propriétés microstructurales
4.4.1. Application du modèle des capillaires droits142
4.4.2. Application du modèle développé par Deng et al. (2015) 143
4.4.3. Application du modèle développé par Ait-Mokhtar et al. (1999)143
4.4.4. Application du modèle développé par Katz et Thompson (1987) 144
4.4.5. Comparaison entre les modèles testés et évaluation de l'approche prédictive 144
4.5. Proposition d'un modèle étendu basé sur le modèle de Ait-Mokhtar et al. (1999)144
4.6. Cas des matériaux DSM provenant de site

	4.6.1. Matrice de sol-ciment bien mixée	147
	4.6.2. Inclusions de sol non mixé	150
	4.6.3. Graviers	154
4.	7. Conclusions	157

Inclusions dans les matériaux DSM : identification et caractérisation morphologique		
5.1. Introduction		
5.2. Développement de nouvelles méthodes de caractérisation des inclusions dans les matériaux DSM		
5.2.1. Méthode 2D 161		
5.2.2. Méthode 3D		
5.3. Caractérisation des inclusions : analyse des résultats		
5.3.1. Evaluation de la fraction volumique des inclusions		
5.3.2. Distribution de la taille des inclusions		
5.4. Conclusions		

Chapitre 6

Propriétés d'ingénierie des matériaux DSM provenant de site contenant des inclusion	s 185
6.1. Introduction	185
6.2. Application des méthodes 3D développés pour évaluer les fractions volumiques d dans les matériaux DSM	inclusions
6.3. Propriétés d'ingénierie comparées aux critères de conformité	187
6.3.1. Propriétés hydrauliques des matériaux DSM provenant de site	
6.3.2. Propriétés physiques et mécaniques des matériaux DSM provenant de site	
6.3.3. Propriétés microstructurales des matériaux DSM provenant de site et discuss de la présence d'une ITZ	ion autour 191
6.4. Effet de la présence d'inclusions sur les propriétés d'ingénierie des matériaux DSM	4 200
6.4.1. Impact des inclusions sur les propriétés microstructurales	201
6.4.2. Impact des inclusions sur les propriétés hydrauliques	
6.4.3. Impact des inclusions sur les propriétés physiques et mécaniques	210
6.4.4. Estimation des propriétés d'ingénierie des matériaux DSM à partir de me destructives : proposition de corrélations	esures non 218
6.5. Conclusions	225

Mo hyd	délisation par éléments finis pour l'étude de l'effet des inclusions sur le comporten lromécanique des matériaux DSM	nent 227
7.	.1. Introduction	227
7	.2. Génération des modèles géométriques des matériaux DSM	228

7.2.1. Mésostructure des échantillons de DSM prélevés in-situ
7.2.2. Mésostructure des échantillons de DSM confectionnés en laboratoire et contenant des boulettes de sol
7.2.3. Génération de l'ITZ
7.3. Développement des modèles numériques basés sur la méthode d'éléments finis 239
7.3.1. Définition des propriétés des phases composant les matériaux DSM
7.3.2. Application des conditions aux limites
7.3.3. Sélection des équations gouvernantes du modèle numérique
7.3.4. Génération du maillage adapté aux modèles géométriques
7.3.5. Etudes paramétriques pour calibrer les caractéristiques des inclusions de sol et de l'ITZ 245
7.4. Analyse et discussion des résultats
7.4.1. Calculs hydrauliques
7.4.2. Calculs mécaniques
7.5. Conclusions

Durabilité des mélanges sol-ciment produits par la méthode de DSM et contenant des de sol non malaxé	inclusions
8.1. Introduction	283
8.2. Résultats expérimentaux et discussions	
8.2.1. Cycles d'humidification/séchage	285
8.3. Dégradation chimique de la matrice de DSM	299
8.3.1. Préparation des échantillons de DSM	300
8.3.2. Analyse microstructurale par porosimétrie par intrusion de mercure	300
8.3.3. Analyse mécanique par nanoindentation	303
8.4. Conclusions	304

Conclusion générale	307
Perspectives	313
Références bibliographiques	315
Annexes	337
Annexe 1	337
1.1. Profil T1	337
1.2. Profil T2	337
1.3. Profil T3	337
Annexe 2	339
2.1. Hydratation des silicates de calcium	339
2.2. Hydratation des aluminates de calcium en absence de gypse	340

2.3. Hydratation des aluminates de calcium en présence de gypse	340
Annexe 3	341
3.1. Minéralogie des argiles	341
3.2. Structure moléculaire microscopique des argiles	341
Annexe 4	343
Annexe 5	345
Annexe 6	. 346
Annexe 7	352
Annexe 8	357
Annexe 9	. 362
Annexe 10	364
Annexe 11	. 368
11.1. Propriétés hydrauliques et microstructurales	368
11.2. Propriétés physiques et mécaniques	. 369

Liste des abréviations

AEM	Aggregate-expansion method
AQ/CQ	Assurance de la qualité et contrôle de la qualité
BAP	Béton autoplaçant
CAH	Calcium aluminate hydrate
CAO	Conception assistée par ordinateur
CASH	Calcium aluminium silicate hydrate
CEM I	Ciment Portland
CEM III	Ciment au laitier de haut fourneau
cFS	crushed Fontainebleau Sand
СН	Calcium hydroxide (portlandite)
СРТ	Cone Penetration Test (essai au pénétromètre statique)
CPV	Contrôleur Pression Volume
CSH	Calcium silicate hydrate
CSM	Cutter Soil Mixing
CV	Cendres volantes
DJM	Japanese Dry Jet Mixing
DREAL	Direction régionale de l'environnement, de l'aménagement et du logement
DRX	Diffraction des rayons X
DSM	Deep Soil Mixing
EDX	Spectroscopie de dispersion d'énergie des rayons X
EF	Eléments finis
ELS	Etat limite de service
ELU	Etat limite ultime
ER	Erreur relative
FS	Fontainebleau Sand
FSi	Fumé de silice
GERS	Département géotechnique, environnement, risques naturels et sciences de la terre
H/S	Cycles d'humidification/séchage
IA	Illite Arvel
ICP/OES	Inductively Coupled Plasma/Optical Emission Spectroscopy
IP	Illite du Puy
ITZ	Interfacial transition zone
K&T	Katz & Thompson
KaoA	Kaolinite Armoricaine
KaoC	Kaolinite Clérac
KaoP	Kaolinite de Provins
KaoS	Kaolinite de Speswhite

LA	Des matériaux DSM prélevés à l'état frais sur le site LA
LS	Loire Sand
LVAD	Sol naturel issu de site LVAD
MA	Montmorillonite Arvel
MEB	Microscope électronique à balayage
МО	Matière organique
OPC	Ordinary Portland Cement
PIM	Porosimétrie par intrusion de mercure
РК	Point kilométrique
PM	Point métrique
RAG	Réactions alcali-granulat
RAS	Random aggregate structure
RSI	Réactions sulfatiques internes
SC	Sondage carotté
SPDC	Sol naturel issu de site SPDC
SPSM	Sol naturel issu de site SPSM
SPT	Standard Penetration Test (essai au pénétromètre dynamique)
SRO	Laboratoire Sols, roches et ouvrages géotechniques
TRD	Trench Remixing and Deep wall
VOS	Sol naturel issu de site VOS
VOS-MI	Matériaux DSM à base du sol naturel VOS, dont la matrice est identique quelle que soit la fraction volumique des inclusions de sol
VOS-MV	Matériaux DSM à base du sol naturel VOS, dont la matrice est variable selon la fraction volumique des inclusions de sol
VOS-MI-T0	Matériaux DSM à base du sol naturel VOS, dont la matrice est identique quelle que soit la fraction volumique des inclusions de sol, caractérisés à l'état initial ($t = 0$)
VOS-MI-A	Matériaux DSM à base du sol naturel VOS, dont la matrice est identique quelle que soit la fraction volumique des inclusions de sol, soumis aux cycles de type sollicitation (A)
VOS-MI-B	Matériaux DSM à base du sol naturel VOS, dont la matrice est identique quelle que soit la fraction volumique des inclusions de sol, soumis aux cycles de type sollicitation (B)
VOS-MI-A2	Matériaux DSM à base du sol naturel VOS, dont la matrice est identique quelle que soit la fraction volumique des inclusions de sol, soumis à 2 cycles de type sollicitation (A)
VOS-MI-B2	Matériaux DSM à base du sol naturel VOS, dont la matrice est identique quelle que soit la fraction volumique des inclusions de sol, soumis à 2 cycles de type sollicitation (B)
2D-FC	Modèle géométrique en 2D avec des inclusions de forme circulaire – sans ITZ
2D-FC-ITZ	Modèle géométrique en 2D avec des inclusions de forme circulaire – avec ITZ
2D-FR	Modèle géométrique en 2D avec des inclusions de forme réelle – sans ITZ
2D-FR-ITZ	Modèle géométrique en 2D avec des inclusions de forme réelle – avec ITZ
3D-FR	Modèle géométrique en 3D avec des inclusions de forme réelle – sans ITZ
3D-FR-ITZ	Modèle géométrique en 3D avec des inclusions de forme réelle – avec ITZ
3D-FS	Modèle géométrique en 3D avec des inclusions de forme sphérique – sans ITZ
3D-FR-ITZ	Modèle géométrique en 3D avec des inclusions de forme sphérique – avec ITZ

Liste des notations

$A = K_{exp}/K_{est}$	-	Paramètre d'efficacité de l'approche prédictive de la perméabilité
A _c	m^2	Aire de contact projetée entre l'indenteur et le matériau
В	-	Acteur correctif permettant de tenir en compte la contribution des inclusions de sol et des graviers dans le calcul de la perméabilité théorique
$b[E_{50}]$	-	Facteur multiplicateur du module d'Young statique
b [K]	-	Facteur multiplicateur de la perméabilité à l'eau
$b[R_c]$	-	Facteur multiplicateur de la résistance à la compression simple
b [P]	-	Facteur multiplicateur de la porosité totale accessible
С	kg/m^3	Dosage en ciment
<i>C</i> _c	-	Coefficient de courbure
$m{\mathcal{C}}_{\mathrm{\acute{e}}m{q}}$	kg/m^3	Dosage en ciment équivalent
CEC	meq/100g	Capacité d'échange cationique
C_u	-	Coefficient d'uniformité
<i>C</i> ₁	$g.m^{-2}s^{-0.5}$	Coefficient d'absorption capillaire
$C_1(ext)$	$g.m^{-2}s^{-0.5}$	Coefficient d'absorption capillaire mesurée sur la partie restante de l'éprouvette Ø100 recarottée en Ø50
<i>C</i> ₁ (int)	$g.m^{-2}s^{-0.5}$	Coefficient d'absorption capillaire mesurée sur l'éprouvette Ø50
C/E	-	Rapport ciment/eau
d	-	Densité humide apparente des éprouvettes de DSM
D	т	Diamètre des pores
d_c	т	Diamètre critique de percolation, qui correspond au diamètre des plus petits pores du matériau
d_g	-	Densité réelle des graviers
d_i	m	Epaisseur de la zone de transition interfaciale (ITZ) autour des inclusions
Disp	т	Déplacement appliqué lors de la simulation numérique d'un essai de résistance à la compression
d_m	-	Densité réelle de la matrice DSM
D _{moy}	т	Diamètre moyen des pores (ou diamètre des pores)
d _s	-	Densité réelle des inclusions de sol
dV/dlog(D)	m^3/g	Volume incrémentale du mercure introduit par unité de masse du matériau
D ₅₀	т	Diamètre moyen d'entrée des pores obtenu lorsque 50 % des pores sont remplis de mercure lors de la mesure PIM
е	-	Indice des vides du sol
Ε	kg/m ³	Dosage en eau
E _d	GPa	Module d'Young dynamique
E _{df}	GPa	Module d'Young dynamique issu d'une mesure de fréquence de résonnance
E_{dp}	GPa	Module d'Young dynamique issu d'une mesure de vitesse d'ondes P
E _i	GPa	Module d'Young de la zone de transition interfaciale (ITZ) autour des inclusions
E_g	GPa	Module d'Young des graviers
E _m	GPa	Module d'Young de la matrice
E _s	GPa	Module d'Young des inclusions de sol
E _{IT}	GPa	Module d'Young d'indentation
E/C	-	Rapport eau/ciment
<i>E</i> ₅₀	GPa	Module d'Young statique
$E_{50_{eff}}$	GPa	Module d'Young statique effectif
$E_{50}[T0]$	MPa	Module d'Young statique des éprouvettes de VOS-MI-T0
f	Hertz	Fréquence de résonnance
f _c	-	Facteur de cure
G	GPa	Module de cisaillement

G_s	-	Gravité spécifique
h _c	m	Profondeur réelle de contact de l'indenteur dans le matériau
H _{IT}	GPa	Dureté d'indentation
h _{max}	m	Profondeur maximale de pénétration de l'indenteur dans le matériau
HV	GPa	Micro-dureté Vickers
I _P	%	Indice de plasticité de sol
k	m^2	Perméabilité intrinsèque
K	m/s	Perméabilité à l'eau (conductivité hydraulique)
K _{eff}	m/s	Perméabilité à l'eau effective
K _{ast}	m/s	Perméabilité à l'eau estimée à l'aide de l'approche analytique
Karn	m/s	Perméabilité à l'eau expérimentale
<i>К</i> _	m/s	Perméabilité à l'eau des graviers
K.	m/s	Perméghilité à l'eau horizontale dans le corns de dique
K h	111/5	Perméghilité à l'equi de la zone de transition interfaciale (ITZ) autour des
κ _i	<i>III/ S</i>	inclusions
$K_{K\&T}$	m/s	Perméabilité à l'eau estimée à l'aide du modèle de Katz & Thompson
K _m	m/s	Perméabilité à l'eau de la matrice DSM
K _s	m/s	Perméabilité à l'eau des inclusions de sol
K _{théo}	m/s	Perméabilité à l'eau théorique estimée par la nouvelle approche tenant en compte la présence des inclusions
K_{v}	m/s	Perméabilité à l'eau verticale dans le corps de digue
<i>K</i> [<i>T</i> 0]	m/s	Perméabilité à l'eau des éprouvettes de VOS-MI-TO
K ₂₈	m/s	Perméabilité à l'eau à 28 jours de cure
LL	%	Liquidity limit (Szymkiewicz et al. 2013)
m _c	g	Masse du ciment ajoutée dans le mélange sol-ciment
m_d	g	Masse de l'éprouvette sèche
m _e	g	Masse d'eau ajoutée dans le mélange sol-ciment
m_{b}	g	Masse de l'éprouvette déterminée par pesée hydrostatique
m _s	g	Masse du sol sec ajoutée dans le mélange sol-ciment
m _w	g	Masse de l'éprouvette saturée
n	%	Porosité du sol
Ν	-	Nombre de pics caractéristiques dans la courbe de distribution de la taille des pores
$n[E_{50}]$	-	Facteur d'efficacité du module d'Young statique
$n[E_{50}]_{arm}$	-	Facteur d'efficacité expérimental du module d'Young statique
n[K]	-	Facteur d'efficacité de la perméabilité à l'eau
n[K]	_	Facteur d'efficacité expérimental de la perméabilité à l'eau
n[K]	_	Facteur d'efficacité de la perméabilité à l'eau issu du modèle 2D
$n[K]_{2D}$	_	Facteur d'afficacité de la perméabilité à l'equ issu du modèle 3D
$n[R]_{3D}$	_	Facteur d'afficacité de la résistance à la compression simple
$n[R_c]$	_	Facteur d'efficacité expérimental de la résistance à la compression simple
n [n _c]exp	0/	Paragité totale accessible à l'acu
r D	70 MD a	Procession consillaire (on DIM)
P _c	MPa 0/	Pression capitalie (en Plivi)
P _{ext}	<i>70</i>	l'éprouvette Ø100 recarottée en Ø50
P_{g}	0%	Porosité totale accessible à l'eau des graviers
P_{Hg}	%	Porosité totale accessible au mercure
P _i	%	Porosité totale accessible à l'eau de la zone de transition interfaciale (ITZ) autour des inclusions
PI	%	Plasticity index (Szymkiewicz et al. 2013)
P _{int}	%	Porosité totale accessible à l'eau mesurée sur l'éprouvette Ø50
P_m	%	Porosité totale accessible à l'eau de la matrice DSM
P _{max}	N	Charge maximale lors d'un test de nanoindentation
P_s	%	Porosité totale accessible à l'eau des inclusions

<i>P</i> [<i>T</i> 0]	%	Porosité totale accessible à l'eau des éprouvettes de VOS-MI-TO
<i>P</i> _{1D}	%	Fraction linéaire des inclusions évaluée par la "méthode 1D" sur la surface latérale des éprouvettes cylindriques
P ' _{1D}	%	Fraction linéaire des inclusions évaluée par la "méthode 1D" sur la surface transversale des éprouvettes cylindriques
P _{2D}	%	Fraction surfacique des inclusions évaluée par la "méthode 2D" sur la surface latérale des éprouvettes cylindriques
P_{2D}^{i}	%	Fraction surfacique des inclusions évaluée par la "méthode 2D" sur la surface transversale des éprouvettes cylindriques
P_{2Ds}	%	Fraction surfacique des inclusions de sol évaluée par la "méthode 2D"
P_{2Dg}	%	Fraction surfacique des graviers évaluée par la "méthode 2D"
P _{3D}	%	Fraction volumique des inclusions évaluée par la "méthode 3D" sur les découpes de 3 mm d'épaisseur
P'_{3D}	%	Fraction volumique des inclusions évaluée par la "méthode 3D simplifiée" sur les découpes de plusieurs millimètres d'épaisseur
$P_{3D}^{\prime\prime\prime}$	%	Fraction volumique des inclusions évaluée par la "méthode 3D de chantier" sur les découpes de plusieurs millimètres d'épaisseur
P _{3Ds}	%	Fraction volumique des inclusions de sol évaluée par la "méthode 3D" ou la "méthode 3D de chantier"
P _{3Dg}	%	Fraction volumique des graviers évaluée par la "méthode 3D" ou la "méthode 3D de chantier"
r	m	Rayon des tubes capillaires
R	m	Rayon des pores (en PIM)
R _c	МРа	Résistance à la compression simple
R _{ceff}	MPa	Résistance à la compression simple effective
R_{c_i}	MPa	Résistance à la compression simple de la zone de transition interfaciale (ITZ) autour des inclusions
R _{cg}	МРа	Résistance à la compression simple des graviers
R_{c_m}	МРа	Résistance à la compression simple de la matrice DSM
R_{c_s}	МРа	Résistance à la compression simple des inclusions de sol
$R_c[T0]$	MPa	Résistance à la compression simple des éprouvettes de VOS-MI-T0
$R_{c_{28}}$	МРа	Résistance à la compression simple à 28 jours de cure
S _P ou S _s	m^2/g	Surface spécifique
S(d)	-	Fraction volumique des pores connectés dont le diamètre \geq à d
t	Jours	Temps de cure
UCS	MPa	Unconfirmed Compressive Strength (Bruce et al. 2013)
Vbs	g/100g de sol	Valeur de bleu de méthylène
V _c	m^3/m^3	Volume du ciment dans 1 m ³ du mélange sol-ciment
V _e	m^3/m^3	Volume d'eau dans 1 m ³ du mélange sol-ciment
V _p	m/s	Vitesse d'ondes de compression P
V _s	m^{3}/m^{3}	Volume du sol humide dans 1 m ³ du mélange sol-ciment
w ou W	%	Teneur en eau massique
W_L	%	Limite de liquidité de sol
W _P	% 1 (3	Limite de plasticité de sol
ρ	kg/m^3	Masse volumique de l'éprouvette de DSM
ρ_d	kg/m^3	Masse volumique sèche
ρ_s	Kg/m^2	Masse volumique des grains solides
μ _w A	<i>кg/т</i> - 0	Masse volumique de l'éau
σ σ	Nm^{-1}	Tangie de contact entre la surface sonde et le mercure
U _{Hg}	11.111	Coefficient de meissen
v T	-	Coentrient de poisson
ι Φ	-	1 ortuosité Porositá
Ψ	70	FUIUSILE

Introduction générale

Contexte et problématique

En France, les digues de protection contre les inondations représentent un linéaire d'environ 10 000 km dont près de 10 % sont localisées sur le littoral (CFBR 2021a). Nombre de ces ouvrages sont réalisés en terre. Certains sont récents et construits avec des règles actualisées, et d'autres sont le résultat d'un héritage historique. Par conséquent, la composition (profil en travers et matériaux) de ces anciennes digues est mal connue compte tenu de leur dimension en termes de l'importance du linéaire à considérer et de sa variabilité associée au réemploi de matériaux locaux dans leur construction, renforçant ainsi la méconnaissance de l'existant. Cependant, ces dernières années, de nombreuses reconnaissances géotechniques ont été menées sur les digues dans le but de connaitre leur composition et diagnostiquer leur état au vu des enjeux actuels. Les derniers diagnostics sont réalisés en se référant à un guide de recommandations relativement récent (CFBR 2015) afin d'examiner la stabilité de ces ouvrages hydrauliques vis-à-vis des mécanismes potentiellement initiateurs de rupture, à savoir : l'érosion interne, l'érosion externe, la surverse et le glissement. Ces mécanismes dépendent fortement de la localisation géographique de l'ouvrage (zone climatique), de la nature des composants du corps de la digue (zone géologique) et de la qualité initiale de la réalisation de l'ouvrage.

Les digues en terre (ou levées), anciennes ou récentes, sont conçues de manière qu'elles soient aussi durables que possible. Or, les sols qui les composent sont des matériaux qui évoluent dans le temps et peuvent être dégradés sous effet du changement climatique avec du tassement, du retrait, du gonflement, de la dispersion/désagrégation ou de la perte de matière par des phénomènes tels que la suffusion. Ils peuvent donc se fissurer ou s'éroder, ce qui peut entrainer une rupture totale ou partielle de l'ouvrage. De ce fait, le vieillissement des matériaux de la digue est un phénomène à prendre en compte pour évaluer la performance de la digue à partir de sa construction (Boussafir et al. 2019), et lorsque ses performances risquent de passer au-dessous d'un seuil acceptable, des techniques de confortement doivent être mises en œuvre.

Plusieurs techniques de confortement existent sur le corps de digue afin de ralentir voire supprimer les dégradations de l'ouvrage. Elles permettent l'amélioration des propriétés mécaniques et/ou hydrauliques des matériaux qui composent la digue. La méthode de Deep Soil Mixing (DSM) est la technique considérée dans le cadre de ce travail de thèse. Elle consiste à mélanger mécaniquement in-situ le sol en place avec un liant hydraulique (ciment) et/ou d'autres additifs minéraux. Les conditions de mise en place du matériau DSM n'impliquent pas de compactage, le matériau devant être autoplaçant. Ce paramètre lors de la mise en œuvre le différencie du traitement des sols au ciment dans le cadre des terrassements routiers. Une grande quantité d'eau est également nécessaire pour atteindre le caractère "autoplaçant", contrairement à la méthode de traitement des sols par ajout de ciment ou de chaux qui prévoit un compactage mécanique des couches avec une teneur en eau optimum. En France, la méthode de DSM a été utilisée afin de remédier au risque d'érosion des bords des digues de la Loire (Le Kouby et al. 2016, 2018, 2020; Saussaye et al. 2018; Patouillard et al. 2019). Des écrans étanches de plusieurs centaines de mètres (ou kilomètres) de longueur avec une profondeur comprise entre 6 et 8 m ont été réalisés depuis 2013. Cependant, l'hétérogénéité du sol à traiter, combinée à la taille et à la vitesse de rotation de l'outil de malaxage, conduit à l'apparition d'inclusions de sol non mélangé avec le ciment (soit des boulettes de sol de différentes tailles) dans le mélange sol-ciment en pourcentage plus ou moins important. En effet, sur site, la nature des sols traités n'est pas maîtrisée compte tenu qu'il faut traiter le sol en place sans excavation, et les paramètres de mise en œuvre du DSM varient en fonction des caractéristiques de ces sols. Par conséquent, ces mottes de sol non malaxé apparaissent de manière aléatoire au sein du mélange sol-ciment et la quantité, la taille, la forme et la répartition plus ou moins homogène de ces inclusions peuvent agir simultanément sur les performances hydrauliques et mécaniques du matériau DSM durci. En outre, étant donné que la méthode de DSM est relativement récente, il n'existe pas à l'heure actuelle de retours d'expérience en nombre suffisant sur l'impact de ces hétérogénéités sur le comportement hydromécanique à long terme des matériaux DSM, en particulier en termes d'étanchéité. Cette dernière doit être en effet maintenue dans le temps, ainsi que la durabilité des matériaux de l'ouvrage face aux différentes

sollicitations environnementales auxquelles ils sont exposés au sein de la digue. L'étude des performances des matériaux DSM soumis à des conditions environnementales de plus en plus extrêmes compte tenu du changement climatique est donc d'une importance capitale, en particulier l'évaluation de la résistance des matériaux aux sollicitations hydriques. Cette étude doit contribuer à valider l'efficacité du procédé de DSM à long terme en tant que solution de confortement des digues.

Objectifs

L'objectif global de cette thèse est de contribuer à mieux cerner le comportement hydromécanique et la durabilité des matériaux produits par la méthode de DSM contenant des hétérogénéités telles que des inclusions de sol non malaxé et des graviers. Ce comportement sera étudié lorsque les matériaux DSM sont soumis à des sollicitations mécaniques, hydrauliques et également à une certaine fréquence de sollicitations hydriques qui peuvent varier en fonction de la position dans le corps de la digue. Le mode de dégradation du matériau est en effet variable en fonction de cette localisation avec un processus d'altération via les remontées capillaires en zone non saturée, via des changements d'état hydrique en tête de l'écran (séchage/humidification) ou via un renouvellement d'eau (flux traversant ou diffusion) en zone saturée en permanence en bas de l'écran étanche.

Or de nombreux paramètres lors de la mise en œuvre du matériau DSM peuvent conduire à une mauvaise prise des mélanges sol-ciment (comme la présence de certaines argiles ou de matière organique), ce qui peut conduire à une durabilité limitée du matériau avec une perte prématurée de performance. Outre la nature du sol à traiter, la qualité du malaxage par lui-même est un paramètre déterminant car il impacte sur la présence ou non de boulettes de sol non malaxé avec le ciment ce qui peut être à l'origine d'une baisse des performances du matériau. En présence d'inclusions, les matériaux DSM peuvent être classés parmi les matériaux "composites" avec des inclusions "molles" de sol non malaxé et des inclusions "rigides" soit des graviers, répartis dans une matrice de sol-ciment bien mixée.

Si l'impact des inclusions sur le comportement mécanique des matériaux DSM a été observé précédemment dans la littérature au travers de quelques études, le rôle des inclusions sur les propriétés de transfert et l'évolution des performances au cours du temps et/ou sous l'effet des variations climatiques, est rarement voire absent de la littérature. C'est pourquoi la question du degré d'impact des inclusions de sol non malaxé avec le ciment sur la perte de performance des écrans étanches en DSM va être abordée au cours de ce travail de thèse, afin de s'assurer de la performance à long terme, en termes d'étanchéité, du renforcement appliqué aux digues qui sont des ouvrages de protection majeurs pour limiter les effets destructeurs des inondations.

Cette étude centrée sur le rôle des inclusions se base sur des essais en laboratoire qui mettent en lumière l'impact des caractéristiques des inclusions de sol non mélangé avec le ciment, sur le comportement hydromécanique des matériaux DSM. Les résultats seront ensuite utilisés pour discuter si ces caractéristiques peuvent être considérées comme des indicateurs pertinents de la durabilité des mélanges sol-ciment produits par la technique de DSM.

Méthodologie

Au début de la thèse, une recherche bibliographique est réalisée sur la thématique. Des travaux portant sur le renforcement des digues par la méthode de DSM (Le Kouby et al. 2016, 2018, 2020), le vieillissement (Boussafir et al. 2019) et la durabilité (Boussafir et al. 2018 ; De Baecque et Boussafir 2018 ; Boussafir 2019) des digues fluviales ont été menés au sein du laboratoire GERS/SRO par les équipes de recherche associées à ce travail de thèse. Une synthèse des connaissances existantes sur les techniques de traitement des sols à l'aide du ciment est réalisée à partir de ces travaux, ainsi que sur les différentes méthodes pour évaluer les propriétés reliées à l'ingénierie des matériaux cimentaires et pour caractériser les hétérogénéités des matériaux DSM. Cette synthèse met en évidence des limites instrumentales ainsi que les avantages et les inconvénients de ces méthodes. Les méthodes d'accélération du vieillissement des matériaux à base de ciment en laboratoire sont également discutées compte tenu de leur nombre important dans la littérature et de leurs paramètres variables. Les relations entre la porosité au mercure et la perméabilité à l'eau développées sur différents de matériaux

sont décrites afin de fournir un outil le plus simple possible pour donner des caractéristiques physiques correctes des matériaux DSM afin d'alimenter une base de données qui sera exploitées.

Une étude expérimentale a ensuite été menée afin de mieux comprendre la microstructure des mélanges solciment fabriqués en laboratoire à partir d'une variété de sols naturels, d'argiles commercialisées et de sables est présentée. Ces matériaux sont utilisés pour simuler les matériaux DSM, en particulier la matrice sol-ciment qui contrôle l'écoulement à travers les matériaux DSM étant une des composantes des écrans étanches sur site. L'objectif principal de cette étude était d'analyser l'évolution de la microstructure [notamment la porosité mesurée par intrusion de mercure (PIM)] de la matrice DSM simulée en mélangeant sol et ciment au laboratoire dans des conditions contrôlées. L'effet de la teneur en eau, la nature et la teneur en argile, le dosage en ciment, le temps et la température de prise, sur la porosité totale et la distribution de la taille des pores ont été décrits.

Pour faire le lien entre porosité et perméabilité, une approche prédictive a été développée pour estimer la perméabilité à l'eau des matériaux DSM en adaptant/optimisant des modèles prédictifs développés dans la littérature pour différents types de matériaux poreux. Cette adaptation a permis de mieux estimer les perméabilités à l'eau qui sont mesurées expérimentalement grâce à des cellules triaxiales. La difficulté tient au fait que les matériaux DSM avec leurs spécificités ne correspondent ni à un sol, ni à un béton, deux types de matériau pour lesquels des modèles ont été développés dans la littérature. Cette méthode prédictive basée sur des tests en PIM sur des échantillons préalablement lyophilisés, vise à réduire la durée des mesures des propriétés hydrauliques des écrans étanches, qui font appel à des tests pouvant prendre plusieurs jours à une semaine contre quelques heures au PIM.

Après cette étape de caractérisation des propriétés microstructurales et hydrauliques du matériau DSM, une procédure expérimentale a été développée pour incorporer des boulettes de sol en différentes fractions volumiques (0, 5, 15 et 25 %) dans une matrice sol-ciment lors de la préparation des éprouvettes en laboratoire afin d'étudier l'effet de la présence d'inclusions de sol sur la dégradation des performances hydromécaniques des matériaux confectionnés. Trois séries d'essai de vieillissement accéléré des éprouvettes de DSM ont été réalisées sur la matrice de DSM ou les matrices contenant des inclusions de sol.

Une étude de durabilité a également été menée sur le matériau DSM. Des essais de percolation et de vieillissement artificiel accéléré, impliquant des cycles d'humidification/séchage, ont été réalisés pour observer l'évolution des propriétés micro-hydro-mécaniques du matériau en raison du lessivage ou des changements d'état hydrique selon la zone de dégradation considérée dans l'écran étanche. Des mesures de résistance à la compression simple, de perméabilité à l'eau, de porosité accessible à l'eau à l'échelle des éprouvettes décimétriques, des mesures de nanoindentation et de porosimétrie par intrusion de mercure à l'échelle locale ont permis de caractériser la mise en place de gradient de dégradation du matériau.

Parallèlement à ces travaux de laboratoire, des sondages carottés ont été effectués sur plusieurs sites de construction sur les digues de la Loire Moyenne pour évaluer l'impact des inclusions de sol non malaxé et des graviers sur les propriétés des matériaux DSM fabriqués in-situ. Pour caractériser l'hétérogénéité des matériaux, des méthodes basées sur l'analyse d'images ont été développées pour déterminer la fraction volumique, la position, la forme et la distribution de taille en 2D et 3D des inclusions. Une base de données expérimentale a été utilisée pour trouver des corrélations entre les propriétés mesurées en laboratoire et les caractéristiques des inclusions. Les résultats montrent que les méthodologies de caractérisation d'inclusions utilisées dans la littérature sont sujettes à des biais. Aussi, à partir de cette base de données contenant les pourcentages d'inclusions évalués à partir de la méthode 3D, deux nouvelles méthodologies de quantification des inclusions ont été développées : la "méthode 3D simplifiée", basée sur l'analyse d'images, et la "méthode 3D de chantier", qui est une méthode manuelle et pratique. Ces deux nouvelles approches, basées sur les principes de stéréologie, ont permis une évaluation plus rapide et non biaisée des fractions volumiques des inclusions, en passant d'une découpe des carottes en tranche d'une épaisseur de 3 mm à des découpes de 2 à 3 cm.

Pour finir, des simulations numériques ont été réalisées pour mieux comprendre l'impact hydraulique et mécanique des inclusions en utilisant les géométries 3D reconstruites à partir des images 2D des matériaux du site. Ces structures ont été utilisées comme modèles géométriques d'entrée pour alimenter une approche numérique basée sur la méthode d'éléments finis avec le logiciel de simulation *COMSOL Multiphysics*, afin d'étudier l'effet des différentes caractéristiques d'inclusions, en particulier leur fraction volumique, sur la

résistance à la compression simple, le module d'élasticité et la perméabilité à l'eau des matériaux DSM. Les résultats numériques ont montré finalement une bonne cohérence avec les résultats expérimentaux.

Contenu du mémoire

Ce mémoire de thèse est structuré en huit chapitres.

- Le chapitre (1) porte sur une revue bibliographique qui offre un aperçu de la méthode de DSM, en mettant en lumière son application dans le contexte d'étanchéité des digues en terre ainsi que les spécificités de son matériau produit. Les travaux existants dans la littérature sont synthétisés, établissant ainsi le contexte de cette thèse.
- Le chapitre (2) décrit en détail l'approche expérimentale qui a été adoptée pour atteindre les objectifs fixés au début de la thèse. Les chapitres suivants, du troisième au huitième, présentent l'ensemble des résultats expérimentaux et numériques, dont certains ont déjà été publiés dans des revues scientifiques.
- D'abord, le chapitre (3) décrit de manière minutieuse le réseau de pores de la matrice sol-ciment qui gouverne la réponse macroscopique du matériau DSM. Son évolution est étudiée sous l'influence d'un certain nombre de facteurs.
- Le chapitre (4) exploite la description de la microstructure de la matrice DSM pour établir une relation entre la porosité et la perméabilité, considérée comme un paramètre essentiel dans le contexte des travaux du confortement des digues de protection contre les inondations.
- Le chapitre (5) approfondit l'étude des inclusions de sol dans le matériau DSM, complétant ainsi les travaux de recherche précédents en proposant de nouvelles méthodologies de caractérisation de ces hétérogénéités, inévitablement présentes sur le matériau DSM élaboré sur site.
- Le chapitre (6) contribue quant à lui à mieux appréhender le comportement des mélanges sol-ciment réalisés par la technique de DSM. De plus, en appliquant les différentes méthodes 3D développées dans le chapitre (5) sur plusieurs séries d'échantillons de DSM provenant de six différents chantiers en France, il offre une approche expérimentale complète sur l'impact de la présence d'inclusions de sol et des graviers sur les propriétés micro-hydro-mécanique des matériaux DSM.
- Le chapitre (7) présente une approche numérique basée sur la méthode d'éléments finis à l'aide du logiciel *COMSOL Multiphysics*. Cette approche, alimentée par les résultats expérimentaux obtenus dans les chapitres précédents, vise à simuler la réponse hydromécanique des matériaux DSM, mettant en évidence l'impact hydraulique et mécanique des inclusions de sol.
- Enfin, le chapitre (8) présente les résultats des essais de vieillissement artificiel réalisés en laboratoire, simulant les sollicitations hydriques et hydrauliques auxquelles les matériaux DSM peuvent être exposés au sein de la digue en terre.

Dans l'ensemble, les méthodologies et les procédures d'essais développées dans le cadre de cette thèse, ainsi que les résultats obtenus, apportent une contribution significative à l'optimisation de sa formulation et à la compréhension du comportement à long terme du matériau DSM et de l'impact de son caractère hétérogène.

Afin de mieux comprendre les liens entre les différents chapitres du présent mémoire de thèse, l'organigramme illustré dans la Fig. 1 montre les interactions entre les différentes parties du manuscrit et met en évidence l'articulation entre les résultats expérimentaux et les résultats numériques. Ce schéma permet une meilleure compréhension des différentes étapes du travail de recherche, de l'analyse des données à la formulation des conclusions et des perspectives.



Fig. 1. Plan global du rapport de thèse avec les différents liens et interactions transversaux entre les sept chapitres

Généralités sur les digues en terre et les travaux de confortement par le procédé de Deep Soil Mixing

1.1. Introduction

La première étape de cette thèse consiste à faire un état des lieux des connaissances actuelles sur le comportement des digues de protection contre les inondations et l'impact du dérèglement climatique sur leur durabilité. Bien que la notion de "durabilité" associée aux digues ne soit pas largement abordée dans la littérature, la thèse de Boussafir (2019), réalisée au sein du laboratoire GERS/SRO de l'Université Gustave Eiffel en partenariat avec le Cerema de Blois, a exploré la question de la durée de vie d'une digue en terre. Il a été démontré que, malgré des propriétés initiales identiques, les matériaux constituant la digue ne vieillissent pas de la même manière en fonction de l'environnement auquel ils sont exposés (De Baecque et Boussafir 2018). De plus, au fil du temps, les performances de la digue, généralement mesurées par sa résistance à l'érosion et la perméabilité des matériaux utilisés, se dégradent. Lorsque ces performances risquent de descendre en dessous d'un seuil prescrit, des techniques de confortement doivent être mises en œuvre. Dans ce chapitre, différentes techniques utilisées pour la réparation et/ou le renforcement des digues en remblai sont abordés. Parmi ces techniques de renforcement in-situ, une attention particulière est portée à la méthode de Deep Soil Mixing (DSM) dans le cadre de cette thèse. Plusieurs études de recherche ont déjà expliqué en détail les spécificités de cette technique (Madhyannapu et al. 2010 ; Liu et al. 2012 ; Guimond-Barrett 2013 ; Madhyannapu et Puppala 2014 ; Sargent et al. 2016 ; Esmaeili et al. 2017 ; Zotsenko et al. 2018 ; Termartirosyan et Sobolev 2019). Toutefois, les retours d'expérience concernant les propriétés d'ingénierie à long terme des matériaux produits par cette méthode et leur évolution en relation avec le changement climatique restent limités.

Ce chapitre propose un bref historique de la méthode DSM et une présentation des différentes techniques de mélange développées ou utilisées en France, notamment sur les digues de la Loire. En outre, il met en évidence le rôle de l'eau dans les interactions entre particules du sol (notamment les argiles), son impact sur l'ouvrabilité et l'hydratation du ciment anhydre, le sol, l'eau et le ciment étant les trois composantes des matériaux DSM. La présence inévitable d'inclusions de sol non malaxé avec le ciment dans la matrice du matériau DSM est également mise en avant. Ces inclusions "molles" contrairement aux graviers également présents peuvent influencer de manière directe ou indirecte les propriétés hydromécaniques du matériau. Aussi plusieurs méthodologies ont été développées dans la littérature pour évaluer (caractériser et quantifier) ces hétérogénéités présentes sous forme de boulettes de sol ou de graviers. Ces méthodes sont abordées dans ce chapitre bibliographique afin de servir de base aux développements proposés dans les chapitres décrivant les résultats expérimentaux. Enfin, la dernière partie de ce chapitre est consacrée aux travaux de recherche sur la durabilité des mélanges sol-ciment, en s'inspirant de l'approche performantielle utilisée pour les bétons.

1.2. Les digues en remblai : fonctions et structure

1.2.1. Définitions

Les digues, également appelées "levées", sont des structures hydrauliques linéaires élevées au-dessus du terrain naturel, d'une hauteur relativement faible (moins de 10 mètres), et qui font partie d'un système de protection contre les inondations fluviales ou maritimes. Leur rôle principal est de protéger les zones urbanisées ou agricoles contre les submersions. Le terme "levée" désigne spécifiquement une digue construite par élévation

successive. En France, les digues en terre représentent plus de 10 000 km de linéaire et environ 1000 gestionnaires (De Baecque 2019). Elles sont souvent anciennes, remontant parfois au XIXe siècle, et présentent une forte hétérogénéité car elles ont été construites à partir de matériaux disponibles localement. De plus, leur histoire est souvent mal connue avec des rehaussements successifs, la survenue de pathologies ou de défaillances ainsi que les réparations qui s'en suivent. Afin de répondre aux défis actuels et de dimensionner ces ouvrages hydrauliques selon les limites établies, de nouvelles règles ont été récemment définies dans le référentiel technique CFBR (2015). Ces règles sont également retranscrites dans la norme NF EN 1997-1 (AFNOR 2005a) et l'International Levee Handbook (CIRIA 2013).

Rappelons que la fonction principale d'une digue est de retenir l'eau lors d'une élévation exceptionnelle de son niveau sur une certaine distance. En fonction de son emplacement, la digue peut être en permanence en contact avec l'eau (c'est le cas d'une digue en charge), mais être également sèche avec une mise en charge lors des crues (Fig. 2a), ou alternativement sèche et en charge (cas des digues situées en milieu maritime). Tout au long de son cycle de vie, cet ouvrage doit résister à l'action de l'eau, c'est-à-dire résister aux actions de la charge hydraulique et de l'érosion, ainsi qu'aux sollicitations mécaniques résultant de son propre poids et éventuellement des charges liées au trafic routier (comme la chaussée bitumineuse illustrée dans la Fig. 2b). Par conséquent, les matériaux utilisés pour construire la digue doivent être soigneusement sélectionnés en fonction de leur rôle dans le système de protection contre les inondations, ainsi que leur adéquation avec les exigences de conception prévues (De Baecque et Boussafir 2018).



Fig. 2. (a) Vue aérienne du cours aval endigué du fleuve côtier Agly, juste après la crue des 12-13/11/1999 (© F. Hédelin – Pyrénées Orientales) ; (b) Une levée de la Loire Moyenne : digue en remblai avec une voie de circulation en crête (© J. Amrioui – site LA).

1.2.2. Structure des digues de la Loire Moyenne

Le travail de recherche mené pendant cette thèse s'inscrit dans le contexte des travaux de confortement des digues de la Loire Moyenne. Pour illustration, des diagnostics récents et une analyse structurelle inclus dans l'étude de dangers le long de la levée d'Orléans (DREAL Centre 2012a) ont permis d'identifier trois profils types des digues couramment rencontrées et désignés par profil T1, T2 et T3 comme illustré dans l'Annexe (1). Cette illustration met en évidence les différents composants géotechniques qui remplissent chacun une ou plusieurs fonctions, contribuant ainsi à assurer la fonction globale de protection contre la montée des eaux de la Loire Moyenne. Les composants et leurs fonctions respectives sont résumés dans le Tableau 1.

Composant géotechnique	Actions sur la digue	Fonctions géotechniques possibles
Como	Poids du sol	Stabilité mécanique d'ensemble ; Étanchéité ; Auto-
Colps	Charge hydraulique	filtration ; Résistance à l'érosion interne
Organe d'étanchéité	Charge hydraulique	Étanchéité ; Stabilité mécanique d'ensemble
Organe de drainage	Charge hydraulique	Drainage
Organe de filtration aux interfaces	Charge hydraulique	Filtration ; Écoulement
Organe de protection	Batillage, embâcles, vagues, courants	Résistance à l'érosion externe
Structure type mur ou poids	Poids du sol Charge hydraulique	Stabilité mécanique d'ensemble ; Étanchéité
	Poids du sol	Stabilité mécanique d'ensemble ; Étanchéité ; Auto-
Sol support ou fondation	Charge hydraulique	filtration

Tableau 1. Fonctions géotechniques des différents composants d'une levée et les actions auxquelles elle doit résister (CFBR 2015)

La Fig. 3 illustre de son côté la répartition des trois profils (T1, T2 et T3) le long de la digue de la Loire, représentant respectivement 18 %, 16 % et 66 % de sa longueur totale (DREAL Centre 2012a). Il est important de noter que cette digue autour d'Orléans a été classée en tant que digue de classe "A" conformément à l'article R. 214 du code de l'environnement. Une digue est classée en classe "A" lorsque sa hauteur par rapport au terrain naturel dépasse 1 m et qu'elle protège une population de plus de 50 000 habitants.



Fig. 3. Situation des différents profils en travers types de la levée d'Orléans (source IRSTEA)

1.3. Influence du changement climatique sur les digues en terre et étude de dangers

Aujourd'hui, le changement climatique constitue un enjeu majeur à l'échelle mondiale en raison des dégâts et des problèmes qu'il peut engendrer pour la société, la santé humaine et les écosystèmes. Dans le domaine de la construction, le changement climatique peut avoir un impact significatif sur les ouvrages géotechniques, en particulier sur les digues en terre qui sont inévitablement soumises aux variations d'état hydrique entre les périodes d'inondations hivernales et de sécheresses estivales. Les digues en sols fins, comme par exemple les digues de la Loire autour d'Orléans, sont dimensionnées et conçues pour résister à des variations spécifiques d'état hydrique et mécanique lors de leur fonctionnement normal (ELS) ou ultime (ELU) (Boutonnier et al. 2021). Cependant, les variations d'état hydrique des sols constituant le corps de la digue, dues au changement climatique, ne sont pas prises en compte comme des charges lors de la conception de l'ouvrage. C'est pourquoi des pathologies et des dégradations se manifestent à long terme sur différentes parties de l'ouvrage, en particulier au niveau de l'interface sol-atmosphère (représentée en rouge hachuré dans la Fig. 4).

L'utilisation d'une instrumentation sur site pour surveiller les variations de la teneur en eau et de la succion dans différents remblais composés de sols fins en France et en Grande-Bretagne a révélé que les épaisseurs impactées par les variations météorologiques sont généralement de l'ordre de 2 à 3 mètres (Boussafir et al. 2019; Boutonnier et al. 2019). Cependant, la largeur et la profondeur des fissures qui se forment dans la partie supérieure de la zone affectée par les variations d'état hydrique des sols demeurent peu connues.



Fig. 4. Les matériaux fins dans la partie hachurée en rouge (2 - 3 m d'épaisseur) pouvant être impactés par les variations d'état hydrique liées au changement climatique (Boutonnier et al. 2019)

Dans la littérature, de nombreuses études ont été menées afin d'évaluer la stabilité des talus des ouvrages en terre vis-à-vis les sollicitations hydriques auxquelles ils sont exposés dans leur environnement (Dijsktra et Dixon 2010 ; Toll et al. 2012 ; Glendinning et al. 2015 ; Tang et al. 2018). L'objectif principal de ces études est de démontrer l'importance de l'environnement climatique sur la stabilité des talus de ces ouvrages, considérés comme des zones sensibles aux variations hydriques des matériaux qui les composent. La Fig. 5 représente les différentes interactions sol-végétation-climat notamment par le biais de facteurs météorologiques tels que le gel, la pluie, la sécheresse, ainsi que l'influence des végétaux (racines, évapotranspiration) et de la nappe phréatique.



Fig. 5. Schéma illustratif des différentes interactions sol-végétation-atmosphère [© J. Amrioui, inspiré de Tang et al. (2018) d'après *Vardon* (2015)].

En raison des différentes actions hydriques, hydrauliques et mécaniques liées au changement climatique, le système de protection contre les inondations fait face à un processus de dégradation de ses composants. Cela résulte d'une combinaison de mécanismes élémentaires tels que l'érosion interne, l'érosion externe, le retraitgonflement des sols fins, les glissements, etc. Ces processus peuvent éventuellement entraîner l'ouverture d'une brèche dans l'ouvrage (Fig. 6a), causant ainsi des dommages humains et matériels importants. Afin d'anticiper les scénarios de rupture partielle ou totale de sections du système de digues, des études de dangers ont récemment été entreprises sur une grande partie du parc français de digues (CFBR 2021a). Cela concerne notamment les digues situées dans des zones où les variations hydriques dans le sol entre l'été et l'hiver sont élevées voire très élevées (zone V1 et V0 de forte et très forte sollicitation météorologique dans la Fig. 6b), comme c'est le cas de la levée d'Orléans (sites S et G), la levée de site M et la levée de site LA (ces sites font l'objet de l'étude dans ce travail de thèse).

Ainsi, ces diagnostics réalisés le long de nombreux systèmes d'endiguement en France permettent d'identifier les tronçons vulnérables et susceptibles de se dégrader en raison du vieillissement. Cette démarche permet d'abord d'analyser les causes des dégradations, puis de mettre en évidence les fonctions de l'ouvrage qui nécessitent un renforcement et/ou des réparations pour éviter d'importants dommages. Ensuite, des solutions sont proposées et les techniques les mieux adaptées à ces fonctions sont sélectionnées. Les référentiels CFBR (2021a, 2021b) décrivent plusieurs techniques de renforcement des digues de protection en remblai, basées sur l'expérience acquise à travers plus de 150 chantiers de confortement et de réparation de digues, principalement en France, à savoir les rideaux de palplanches, la paroi mince, la paroi moulée, le jet grouting et enfin la méthode de Deep Soil Mixing (DSM) considérée dans le cadre de cette thèse et abordée dans les prochains paragraphes.



Fig. 6. (a) Une brèche dans une digue (source : <u>https://www.alamyimages.fr/photos-images/digue-breche.html?sortBy=relevant</u>);
(b) Zones géographiques ayant un écart hydrique entre l'été et l'hiver (entre 1976 et 1995), en moyenne : très fort (V0), fort (V1), modéré (V2) et faible (V3) et la localisation de quelques levées de la Loire Moyenne rencontrées dans la suite de ce rapport

1.4. Deep Soil Mixing (DSM)

La méthode de mélange profond (DSM) est un traitement de sol in-situ dans lequel le sol en place est mélangé selon différentes manières avec un liant hydraulique (ciment et/ou chaux) et éventuellement d'autres additifs minéraux et de l'eau. Cette méthode implique l'introduction du liant directement en profondeur, par voie sèche ou par voie humide, sans compactage ni de vibration. Par conséquent, le mélange doit avoir une consistance suffisamment fluide pour pouvoir se placer de lui-même dans la tranchée ou la colonne creusée par l'engin de mise en œuvre de la technique de confortement du sol. Le matériau DSM est donc considéré comme étant autoplaçant (Szymkeiwicz 2011). Comparé au sol naturel ou aux remblais, le matériau composite sol-ciment obtenu présente des propriétés d'ingénierie améliorées, telles qu'une résistance à la compression accrue, une perméabilité à l'eau réduite et une compressibilité diminuée.

1.4.1. Historique de la méthode DSM

La méthode de DSM est une technique innovante pour la stabilisation des sols in-situ. Elle consiste à mélanger du ciment et/ou de la chaux, sous forme de poudre ou de boue, avec le sol en place en utilisant différents outils de malaxage (comme par exemple, l'outil lame dans le cas de Trenchmix®). Après le malaxage, cette méthode de renforcement crée différentes configurations de blocs, de colonnes ou d'écrans. Initialement développée au Japon et dans les pays nordiques dans les années 1970, la méthode de DSM s'est depuis étendue à des pays tels que la Thaïlande, la Chine, les États-Unis, le Royaume-Uni et plusieurs autres dans le monde (Bhadriraju et al. 2008). De nombreuses études ont été menées sur la mise en œuvre de cette méthode d'amélioration des sols, avec de nombreuses publications à la fin des années 1990 (Porbaha 1998). À ses débuts, la méthode DSM était également appelée "méthode de mélange profond à la chaux", car la chaux était le liant utilisé. Okamura et Terashi (1975) ont utilisé la méthode DSM à la chaux pour améliorer les argiles marines molles au Japon. Au milieu des années 1980 que le liant a été introduit dans le sol sous forme de poudre de ciment anhydre dans la "méthode sèche" (Porbaha 1998). En Chine, les colonnes réalisées par le DSM ont été largement utilisées pour renforcer les remblais d'autoroutes et de voies ferrées construites sur des sols argileux mous (Lin et Wong 1999 ; Han et Gabr 2002).

1.4.2. Classification des méthodes de DSM

Dans les années 1980, plusieurs méthodes de mélange en profondeur ont été développées au Japon. Étant donné le nombre important de techniques disponibles, il était nécessaire de les classer pour faciliter l'utilisation du DSM à travers le monde. Plusieurs classifications ont donc été proposées (Bruce et al. 1998a, 1998b, 1999; CDIT 2002; Topolnicki 2004). La Fig. 7 présente une classification générale des méthodes de mélange en profondeur selon Topolnicki (2004). Cette classification se base sur trois paramètres : la forme d'introduction du liant dans le sol (ciment sec ou coulis), la méthode utilisée pour mélanger le liant (malaxage mécanique

avec un outil, injection à haute pression (jet) ou une combinaison des deux) et enfin la position du malaxage (à l'extrémité ou le long de l'outil de malaxage).



Fig. 7. Classification générale de la méthode de DSM basée sur : (a) la forme du liant ;(b) le principe de mélange et (c) la position de l'action de mélange (Topolnicki 2004).

1.4.2.1. Méthodes de mélange par voie sèche

Les méthodes de mélange par voie sèche sont généralement des techniques utilisant principalement des mélanges de chaux, de ciment ou de laitier pour créer des colonnes, des écrans ou des blocs isolés afin de consolider les sols. La réalisation de la colonne par la méthode sèche commence généralement par l'introduction de l'outil de malaxage, généralement une vis unique (Bruce et al. 2013), jusqu'à la profondeur souhaitée. Ensuite, l'outil de malaxage est remonté à la surface. Le liant sous forme de poudre est injecté lors de la phase de retrait. En effet, la rotation de l'outil de malaxage désagrège le sol lors de la pénétration et mélange le sol en place avec le liant pendant la phase de retrait (EuroSoilStab 2002). Deux principaux types de méthodes de mélange à sec sont utilisés, connus sous le nom de méthode japonaise de mélange à jet sec (DJM : Japanese Dry Jet Mixing) et de méthode nordique (également appelée méthode de colonne à la chaux ou à la chaux-ciment).

1.4.2.2. Méthodes de mélange par voie humide

En ce qui concerne la méthode de mélange par voie humide, le liant est mélangé avec de l'eau pour former un coulis qui est ensuite injecté dans le sol. Il existe différentes façons d'injecter le coulis dans le sol, par exemple en injectant une partie du liant pendant que l'outil de malaxage pénètre dans le sol, puis le reste du liant est injecté progressivement pendant que l'outil de malaxage est retiré. Il est important de noter que l'ajout de coulis dans le sol entraîne la production de déblais qui remontent à la surface (EuroSoilStab 2002).

1.4.3. Applications typiques de la méthode DSM

Les applications génériques de la méthode de mélange profond (DSM) sont résumées dans le Tableau 2.

Application	Description
Amélioration du sol	Des séries de colonnes ou de panneaux continus sont réalisées par la méthode DSM, et ils servent de renfort pour améliorer les performances globales des sols compressibles ou de faible portance (CTC 2009). L'amélioration du sol est la principale application recherchée dans un grand nombre de travaux de recherche.
Réduire le risque de liquéfaction	Le mélange profond peut être utilisé pour améliorer la résistance au cisaillement du sol et atténuer le phénomène de liquéfaction (Benhamou et Mathieu 2012 ; Bruce et al. 2013). Des écrans de colonnes sont installés dans des dispositions de grille pour contenir les sols liquéfiables, empêchant ainsi une rupture par cisaillement lors d'un séisme.
Murs de soutènement d'excavation	Il s'agit de construire des murs de colonnes ou des parois continues contenant généralement des éléments d'armature en acier (Hannink et al. 2015). Ces ouvrages sont destinés à résister aux pressions latérales de la terre généralement dans les excavations profondes.
Ecrans étanches	En utilisant un dispositif de mélange de type "tronçonneuse", le DSM permet de réaliser des murs empêchant l'eau de circuler à travers ou sous les structures de soutènement et dans les excavations sous la nappe phréatique (Arnold et al. 2011).

1.4.4. Avantages et limites de DSM

Comparé aux méthodes traditionnelles d'amélioration des sols, la méthode de DSM semble être plus économique et écologique. Cependant, cette méthode peut présenter également certaines limites qui peuvent varier en fonction des projets. Topolnicki (2004) a résumé les avantages et les éventuelles limites de l'utilisation de DSM pour différentes applications (Tableau 3).

Avantages	Limites
 Productivité élevée généralement possible, donc économique pour les projets à grande échelle ; Espacement des colonnes et motifs très variables, dispositions adaptées aux besoins spécifiques ; Provoque une contrainte latérale ou verticale minimale qui pourrait potentiellement endommager les structures adjacentes ; Aucune vibration, bruit moyen-faible ; Peut être utilisée pour des projets terrestres, riverains et marins ; Qualité de traitement vérifiable pendant la 	 Limitations de profondeur (selon la méthode appliquée); Ne s'applique pas aux sols très denses, très rigides ou contenant des rochers; L'uniformité et la qualité du sol mélangé peuvent varier considérablement dans certaines conditions; Grande quantité de mélange DSM retournée en surface lors de malaxage par la méthode humide. Ceci est connu sous le nom de "spoils"; Le poids de l'équipement peut être problématique pour les sols faibles (selon la méthode); Capacité limitée à traiter des couches isolées en profondeur;
- Impact environnemental minimal.	 Absence de méthodes et de procédures définitives d'assurance et de contrôle de la qualité (AQ/CQ).

Tableau 3. Principaux avantages et limites de l'utilisation de la méthode de DSM (Topolnicki 2004)

1.5. Confortement des digues de la Loire par la méthode de DSM

L'objectif du confortement d'une digue endommagée est de la ramener à un état de performance similaire à celui d'origine, avant l'apparition des problèmes. Pour cela, on effectue un diagnostic préalable pour adapter le type de confortement aux causes des dommages. Plusieurs méthodes sont utilisées pour réparer et/ou renforcer les digues de protection contre les inondations, qu'elles soient fluviales ou littorales (CFBR 2021b). Parmi ces méthodes, la méthode de DSM présente des avantages en termes d'utilisation du sol en place comme matériau de construction, de structure homogène, d'efficacité et de coût (Ryan et Jasperse 1989 ; Nicholson et al. 1998 ; Denies et al. 2012a ; Arulrajah et al. 2018 ; Chaumeny et al. 2018 ; Patouillard et al. 2019). De plus, elle peut également offrir des avantages écologiques si l'utilisation d'un liant à faible teneur en clinker est envisagée, comme le ciment CEM III/C. Cette méthode est utilisée pour créer des écrans étanches, connus sous le nom de "cut-off walls", à l'intérieur des digues en terre (Alós Shepherd et al. 2018 ; Patouillard et al. 2005 ; Kuś et Słowikowski 2012 ; Le Kouby et al. 2016 ; Fargier et al. 2016 ; Saussaye et al. 2018 ; Patouillard et al. 2019 ; CFBR, 2021b; Amrioui et al. 2022, 2023a, 2023b). L'objectif n'est pas de modifier la résistance structurelle de l'ouvrage, mais plutôt d'améliorer l'étanchéité de la digue afin de la protéger contre l'érosion interne.

Lors des travaux de renforcement des digues de la Loire Moyenne, cinq techniques de DSM ont été utilisées pour créer des écrans étanches : les colonnes sécantes, les panneaux sécants, le jet grouting, la tranchée de sol mixé par voie humide et la tranchée de sol mixé par voie sèche (Patouillard et al. 2019), toutes deux connues sous le nom de Trenchmix®. Les cinq techniques ont été caractérisées et comparées entre elles (DREAL 2015) en se basant sur les retours d'expérience des chantiers de construction utilisant le DSM en Europe depuis les années 2000. Patouillard et al. (2019) ont synthétisé cette comparaison, en prenant en compte plusieurs critères tels que la perméabilité à l'eau du matériau DSM produit, les dimensions de l'écran (hauteur/largeur), le rendement en termes de vitesse d'avancement, la présence ou l'absence de vibrations générées par l'équipement utilisé, ainsi que le coût par unité de surface. Ces informations sont résumées dans le Tableau 4. En se basant sur cette comparaison, les auteurs ont conclu que, pour les grandes longueurs de digues de la Loire Moyenne (de 1 à 10 km), la technique de la tranchée de sol mixé (Trenchmix®) semblait être la plus adaptée.

Crittàna	Tranchée de sol mixé		Colonnes	Panneau	Jet
Critere	Voie sèche	Voie humide	sécantes	sécants	grouting
Perméabilité à l'eau	10^{-8} m/s ou moins				
Profondeur atteinte / largeur de l'écran	Jusqu'à 10 m / 50 cm min		15 à 40 m / 60 à 80 cm min	30 m max / 50 à 80 cm	35 à 50 m / 80 à 300 cm
Rendement / vitesse d'avancement	140 m ² /h (écran de 7 m de haut) / limitée à 20 m/h pour malaxage optimum	160 m²/h	15 à 40 m²/h	11 à 25 m²/h	-
Vibrations	0,02 à 1,2 mm/s - 70 Hz max ; sans risque pour le bâti et ouvrage d'art	Faibles comparées à la mise en œuvre de palplanches (battage et vibrofonçage)			
Coût (€/m²)	140 à 215	150	160 à 340	220 à 430	370 à 600

Tableau 4. Con	nparaison des cind	a techniques de	DSM selon différents	critères (Pat	ouillard et al. 2	019)
	ip an anson ares chin	1 reciniques de	Doni beren angjerenno	0		~~/

Dans le cadre de cette thèse, la technique de Trenchmix® sera plus spécifiquement étudiée car elle a été utilisée sur différents sites le long de la Loire Moyenne où des échantillons de matériaux DSM ont été prélevés pour une étude en laboratoire. Il est également important de souligner que les différentes techniques de DSM mentionnées précédemment utilisent divers outils de malaxage équipés d'un système d'injection d'eau. Lorsque la teneur en eau naturelle du sol dépasse sa limite de liquidité, on peut ajouter du ciment sous forme pulvérulente sans apport d'eau, ce qui correspond à la "méthode sèche" (Dry Method). En revanche, lorsque la teneur en eau naturelle du sol à traiter est inférieure à sa limite de liquidité (ce qui est généralement le cas), il est nécessaire d'apporter de l'eau. Cela peut être réalisé par l'injection d'un coulis composé de liant et d'eau,

appelée "méthode humide" (Wet Method), soit en épandant d'abord le liant et en injectant ensuite de l'eau à travers l'outil de malaxage, ce qui est appelé "méthode sèche modifiée" (Modified Dry Method). Dans ce rapport, cette dernière est désignée comme étant la "méthode sèche" (Dry Method).

Dans les différents chantiers où la technique de Trenchmix® a été utilisée pour la réalisation des écrans étanches, que ce soit par voie sèche ou par voie humide, les valeurs attendues des principales caractéristiques de l'écran réalisé en DSM sont récapitulées dans le Tableau 5. Parmi ces caractéristiques, la perméabilité à l'eau et la résistance à la compression simple du matériau DSM produit sont considérées comme deux critères d'acceptation pour évaluer la conformité des travaux de renforcement des digues de la Loire Moyenne dans les prochains chapitres.

 Tableau 5. Principales caractéristiques attendues des écrans étanches réalisés par la technique de Trenchmix® (voie sèche et voie humide), d'après Patouillard et al. (2019)

Etanchéité	Résistance mécanique	Profondeur	Structure	Pérennité
<i>Perméabilité à l'eau à 28 jours</i> K ₂₈ ≤ 10 ⁻⁸ m/s	<i>Résistance à la compression</i> <i>simple à 28 jours</i> Rc ₂₈ ≥ 1,5 MPa	Max 10 m	Mélange homogène	Durée de 50 à 100 ans

1.5.1. Tranchée de sol mixé (Trenchmix®)

Le Trenchmix® est une technique brevetée de Soletanche Bachy qui consiste à créer des tranchées de sol mélangé avec un liant (ciment et/ou chaux). Cette technique peut être mise en œuvre de deux manières : le liant peut être introduit sous forme de poudre dans une prétranchée préalablement creusée, puis malaxé avec le sol tout en injectant de l'eau par la trancheuse (méthode sèche), comme illustré dans la Fig. 8c. Le mélange du sol peut également être effectué avec un liant introduit sous forme de coulis (méthode humide).

La technique de Trenchmix® repose sur un principe de construction illustré dans la Fig. 8 et la Fig. 9a tel que décrit par Mathieu et al. (2012). Il débute en créant une prétranchée d'une profondeur de 1 à 1,5 m (Fig. 8a). Ensuite, du ciment anhydre (éventuellement avec de la chaux vive) est répandu dans la prétranchée (Fig. 8b). La lame de l'outil de malaxage est ensuite insérée dans le sol jusqu'à la profondeur de traitement souhaitée (avec une limite maximale de 10 m), puis la trancheuse se déplace horizontalement tout en injectant de l'eau (Fig. 8c). Cela permet de créer un écran continu en utilisant la méthode de mélange profond (DSM). La largeur de l'écran ainsi formé est généralement comprise entre 0,4 et 0,85 m. On note que les différentes couches de sols présentes initialement dans la zone traitée sont mélangées contrairement à des techniques de mélange sous forme de colonne à l'aide d'une vis de malaxage.



Fig. 8. (a) Réalisation de la prétranchée ; (b) Epandage du ciment ; (c) Malaxage et injection d'eau (© J. Amrioui – site LA)



Fig. 9. (a) Étapes de réalisation d'une tranchée en DSM : (1) réaliser une prétranchée ; (2), (3) et (4) introduire la lame géante ; (5) mélanger le sol-liant sur toute la hauteur ; (6) enlever les spoils du mélange DSM ; (b) Renforcement d'une digue en remblai par la technique de Trenchmix (© J. Amrioui – site LA)

1.5.2. Méthode de la tranchée de sol mixé appliquée par le TRD

La méthode Trench Remixing and Deep wall (TRD) offre une autre approche pour réaliser des écrans étanches dans le sol en utilisant une grande chaîne tournante reliée à un engin de base. L'équipement TRD est capable de creuser et mélanger simultanément le sol en place avec le liant sur toute la profondeur du profil vertical (Fig. 10). Le liant, qu'il s'agisse de ciment en poudre ou de coulis, est ajouté progressivement pendant que l'excavation progresse horizontalement. Il est important de noter que la méthode de TRD permet d'atteindre des profondeurs plus élevées que la technique de Trenchmix®. Evans (2007) et Gularte et al. (2007) ont présenté la méthode TRD qui est utilisée au Japon depuis 30 ans. Elle a également été récemment mise en œuvre aux États-Unis, avec une profondeur de malaxage dépassant 50 m et une largeur de 550 à 800 mm.



Fig. 10. (a) Engin TRD et pelle pour enlever les spoils ; (b) Malaxage avec la chaîne tournante (Gularte et al. 2007) ; (c) Illustration de la réalisation d'un écran étanche par la méthode TRD (© KELLER)

1.6. Le matériau Deep Soil Mixing (DSM)

Le matériau DSM, considéré comme un matériau composite, présente des propriétés d'ingénierie améliorées par rapport au sol naturel. Cela se traduit par une résistance à la compression accrue, une perméabilité à l'eau réduite et une compressibilité diminuée. Une représentation schématique de la manière de classer ce matériau en fonction de la résistance à la compression est présentée par Rutherford (2004) dans la Fig. 11. Le matériau DSM est un matériau intermédiaire entre le sol et le béton. Sa description pend donc en compte des éléments à la fois du domaine de la mécanique des sols/géotechnique et du domaine des bétons.



Fig. 11. Ordre de grandeur de la résistance à la compression du matériau DSM [selon Rutherford (2004)]

1.6.1. Constituants du matériau DSM

Le matériau DSM peut être considéré comme une variante spécifique du béton dans lequel les granulats sont remplacés par les particules solides du sol, d'où son appellation de "béton de sol". Habituellement, un béton classique est composé de ciment, de granulats et d'eau de gâchage. Cependant, contrairement aux granulats, le sol n'est pas nécessairement inerte vis-à-vis de l'eau et/ou du ciment ajouté. De plus, la "qualité" du sol introduit dans le mélange n'est pas contrôlée, mais elle dépend des caractéristiques géotechniques du site où le procédé de DSM est appliqué.

1.6.1.1. Liant

Dans le domaine de l'amélioration des sols par la méthode de DSM, les liants les plus couramment utilisés sont la chaux et/ou le ciment. Le ciment est un liant hydraulique qui est composé de clinker, de gypse et d'autres composants secondaires. Le clinker se compose principalement de silicates et d'aluminates de calcium, formés par la réaction entre la chaux CaO, la silice SiO₂, l'alumine Al₂O₃ et l'oxyde de fer Fe₂O₃ lors de la calcination à 1450 °C d'un mélange contenant 20 % d'argile et 80 % de calcaire. Les principaux constituants du clinker et leur composition sont présentés dans le Tableau 6.

Constituant	Formule chimique	Abréviation	Composition
Silicate tricalcique	3CaO.SiO ₂	C ₃ S	50 ~ 70 %
Silicate bicalcique	2CaO.SiO ₂	C_2S	15 ~ 30 %
Aluminate tricalcique	3CaO.Al ₂ O ₃	C ₃ A	5 ~ 10 %
Aluminoferrite tétracalcique	4CaO.Al ₂ O ₃ .Fe ₂ O ₃	C_4AF	5 ~ 15 %

Tableau 6. Les quatre principaux constituants du clinker (Li 1994)

L'ajout de gypse (CaSO₄), en moyenne de 3 %, est nécessaire pour réguler le processus de prise, tel qu'expliqué dans l'Annexe (2). Le Tableau 7 présente les différentes catégories de ciment, qui peuvent être distinguées en fonction de la proportion de clinker et des constituants secondaires utilisés.

 Tableau 7. Les différentes catégories du ciment selon le pourcentage du clinker et des constituants secondaires [d'après la norme

 NF EN 197-1 (AFNOR 2012)]

Ciment	Constituants
CEM I	Les ciments Portland artificiels (CPA) contenant au moins 95 % de clinker.
<i>CEM II/A ou B</i> Les ciments Portland composés (CPJ) contenant plus de 65 % d donc moins de 35 % de constituants secondaires : laitier, fumée pouzzolane naturelle, cendres volantes.	
CEM III/A ou BLes ciments au laitier de haut fourneau (CHF) contiennent entre 80 % de laitier, et 20 à 64 % de clinker.	
CEM III/C	Anciennement appelé ciment de laitier au clinker (CLK), contenant au moins 81 % de laitier et 5 à 19 % de clinker.
CEM IV/A ou B	Les ciments pouzzolaniques (CPZ) sont composés de 11 à 55 % de pouzzolane naturelle et de 45 à 89 % de clinker.
CEM V/A ou B	Les ciments composés, anciennement ciments au laitier et aux cendres volantes (CLC), contiennent entre 20 % et 64 % de clinker, entre 18 % et 49 % de laitier et entre 18 % et 49 % de pouzzolane naturelle.

En France, le ciment au laitier de haut fourneau, désigné par CEM III/C dans le Tableau 7, a été utilisé dans différents projets et applications impliquant la méthode de DSM (Szymkiewicz 2011 ; Guimond-Barrett 2013 ; Helson et al. 2014 ; Boussafir et al. 2015 ; Fargier et al. 2016 ; Le Kouby et al. 2016, 2018a, 2018b ; Patouillard et al. 2019 ; Helson et al. 2020 ; Hessouh et al. 2020 ; Le Kouby et al. 2020 ; Mathieu et al. 2021 ;
Hessouh et al. 2023). Dans la plupart de ces travaux, le matériau DSM était principalement composé de sol, avec une proportion de ciment ne dépassant généralement pas 30 % du mélange.

Dans le cadre de cette thèse, le ciment CEM III/C a également été utilisé en laboratoire pour confectionner les éprouvettes de DSM et sur chantier pour réaliser les écrans étanches sur les digues de la Loire Moyenne.

1.6.1.2. Eau de gâchage

Dans le domaine des fondations spéciales, telles que les fondations profondes, les parois moulées, les écrans étanches et le jet grouting, le rapport E/C (eau/ciment) est généralement compris entre 0,8 et 1,2 (Topolnicki 2004). Les fortes teneurs en eau ont un impact direct sur les propriétés mécaniques des bétons de sol, notamment sur la résistance à la compression, qui diminue lorsque le rapport E/C augmente. Cette diminution est attribuée à l'augmentation du volume des vides causée par l'excès d'eau dans le mélange. Une partie de l'eau ajoutée est utilisée pour l'hydratation du ciment, tandis que le reste assure la fluidité du mélange, facilitant ainsi sa mise en œuvre à l'aide de l'outil de malaxage.

1.6.1.3. Sol

Parmi les trois constituants du matériau DSM, le sol est celui dont les caractéristiques sont les moins bien connues, principalement en raison de son hétérogénéité dans les trois directions sur les sites à traiter. De plus, le sol peut varier d'un chantier à l'autre, avec des caractéristiques naturelles ou anthropiques qui lui sont propres. Chaque sol a une histoire unique qui ne peut être comparée à celle d'un autre sol.

Dans le contexte des travaux réalisés sur des colonnes de sol traité au ciment, la norme NF EN 14679 (AFNOR 2005b) recommande une étude approfondie du sol, en mettant particulièrement l'accent sur sa granulométrie et sa sensibilité à l'eau, qui est liée à sa minéralogie et en particulier à la présence d'argiles. En effet, le sol présente une structure granulaire composée de divers éléments de tailles plus ou moins grossières, comme illustré dans la Fig. 12. Chaque fraction granulaire a une composition en termes de phases minérales qui lui est propre et la fraction argileuse (< 2 μ m) est le plus souvent riche en minéraux argileux. Ces minéraux impactent fortement les propriétés des matériaux DSM.



Fig. 12. Classification granulométrique selon la taille des constituants du sol, photo issue d'Anger et Fontaine (2009)

Nehdi (2014) a effectué une revue approfondie sur l'influence de la teneur en argile dans les sables, les graviers et les fines utilisés dans la formulation des bétons, tant à l'état frais qu'à l'état durci. Les particules d'argile sont généralement considérées comme nocives pour le béton en raison de leur forte capacité d'absorption d'eau et de gonflement, en particulier dans le cas des smectites telles que la montmorillonite [voir l'Annexe (3)]. Les caractéristiques des argiles gonflantes entraînent une augmentation de la demande en eau dans le mélange (Norvell et al. 2007 ; Li et al. 2009), ce qui conduit à une augmentation de la porosité du matériau durci. En conséquence, les propriétés du matériau qui dépendent de la porosité, telles que la résistance à la compression (Yool et al. 1998) et la perméabilité, deviennent moins performantes. Selon Olanitori (2006), la quantité de ciment nécessaire pour maintenir une résistance à la compression du béton supérieure à 20 MPa augmente à mesure que la teneur en silt ou en argile augmente dans le mélange. De plus, l'étude de Norvell et al. (2007) sur les minéraux argileux présents dans les agrégats naturels a révélé leur effet sur les performances du béton en termes de demande en eau, d'adjuvants de type superplastifiants et de résistance à la compression. Les auteurs ont conclu que les argiles augmentent la demande en eau et en superplastifiants en raison de leur

absorption notamment dans l'espace interfeuillet et de leur capacité d'échange cationique ou *CEC*. Une étude menée par Beixing et al. (2011) a également examiné l'effet de la teneur et des caractéristiques telles que la valeur de bleu de méthylène (*Vbs*) et les limites d'Atterberg (W_L , W_P et I_P), de l'argile présente dans un sable manufacturé, ainsi que la teneur en fines calcaire sur les performances du béton. Les résultats ont montré que l'augmentation de la *Vbs* entraîne une diminution de l'ouvrabilité, de la résistance à la compression et de la flexion du béton après 7 jours de cure, tandis que la résistance à la compression après 28 jours ne semble pas être affectée. Les auteurs ont également identifié une valeur critique de la *Vbs* en dessous de laquelle les performances du béton à base d'un sable manufacturé ne sont pas significativement compromises par la présence d'argile. Cette valeur critique était de 1,4 g/kg.

Dans le contexte des matériaux de DSM, tout comme dans le cas des bétons, la présence d'argile dans un sol est considérée comme l'un des paramètres déterminants et affectant sa capacité à être traité. Selon les études mentionnées précédemment, la présence d'argile dans un sol peut être évaluée en déterminant ses propriétés de consistance, telles que les limites d'Atterberg, ou en mesurant la valeur au bleu de méthylène. La minéralogie du sol à traiter (caractérisée à l'aide de la diffraction de rayons X) est également d'importance, car chaque minéral argileux réagit différemment vis-à-vis du ciment et/ou de l'eau. De plus pour une même Vbs, ou CEC ou I_P (mesure globale sur le sol), il est possible d'avoir un sol avec des argiles de nature différente dans des proportions variables. Aussi les matériaux DSM peuvent montrer des comportements différents finalement. Les minéraux argileux présents dans le sol peuvent en effet jouer un double rôle dans le mélange ternaire sol-ciment-eau selon leur type. À l'état frais, les argiles peuvent avoir un impact négatif en absorbant l'eau qui est initialement destinée à l'hydratation du ciment, ainsi qu'en fixant les cations Ca²⁺ à la surface des feuillets argileux, en particulier dans le cas de la montmorillonite (Ben Amor et al. 1997). D'autre part, à l'état durci, les minéraux argileux (qu'ils soient siliceux ou alumineux) peuvent également avoir un effet positif dans le mélange ternaire en raison de leurs propriétés pouzzolaniques, contribuant ainsi à une augmentation de la résistance mécanique à long terme (CDIT 2002). Par conséquent, les prochains paragraphes aborderont certains aspects généraux des argiles, des interactions entre les argiles et l'eau et/ou le ciment, ainsi que le processus d'amélioration des propriétés des sols traités au ciment.

1.6.2. Sensibilité à l'eau des sols argileux : pouvoir d'adsorption de l'eau

Comme mentionné précédemment, dans les bétons ordinaires, les granulats usuels et qualifiés pour une utilisation dans les bétons ne réagissent généralement pas avec le ciment et l'eau. Cependant, dans le cas des matériaux DSM, le sol à traiter contient souvent une fraction argileuse. Cette fraction de minéraux argileux, présente dans la fraction $< 2 \mu m$, peut être indirectement prise en compte dans la formulation du matériau DSM en utilisant la granulométrie. Cependant, la nocivité de ces minéraux et leur sensibilité à l'eau ne sont pas prises en compte. Pourtant, la description minéralogique des argiles [Annexe (3)] montre que certains types d'argiles, comme la famille des smectites avec leurs liaisons interfeuillets faibles, ont la capacité d'adsorber les molécules d'eau entre les feuillets adjacents grâce aux cations hydratés qui s'échangent avec l'environnement. Cela permet à l'eau de pénétrer à l'intérieur des particules argileuses. En raison du déficit de charge électrique au niveau des feuillets, les cations entourés de molécules d'eau sont attirés et fixés à la surface des feuillets qui sont chargés négativement. En revanche, dans les argiles avec des liaisons interfeuillets plus fortes, comme la kaolinite (qui par ailleurs ne présente pas de charge négative), l'eau ne pénètre pas à l'intérieur des particules argileuses, mais s'adsorbe autour d'elles. Ce phénomène se produit pour tous les types d'argiles. Cette situation est responsable de la compétition pour l'eau entre l'argile ad-ab-sorbante et le ciment anhydre qui s'hydrate. Il est donc important d'évaluer la nocivité et la sensibilité à l'eau de la fraction argileuse présente dans les sols à traiter avec la méthode DSM.

Il existe plusieurs essais en laboratoire permettant de déterminer les différentes propriétés qui peuvent servir d'indicateurs de la sensibilité à l'eau des particules argileuses. En plus des limites d'Atterberg (W_L ou I_P), de la valeur de bleu de méthylène (Vbs) et de la capacité d'échange cationique (CEC) mentionnées précédemment, la surface spécifique (S_P) est également utilisée.

Pour rappel, la limite de liquidité (W_L) d'un sol correspond à la teneur en eau à partir de laquelle le sol passe d'un état plastique à un état liquide. Elle représente la quantité d'eau qu'un sol peut adsorber avant d'atteindre une consistance liquide. L'indice de plasticité, quant à lui, indique la plage de teneurs en eau dans laquelle le sol conserve sa plasticité. Dans le cas des argiles, la surface spécifique (S_P) d'une particule, mesurée en m²/g, correspond à la somme de la surface externe des particules et de la surface interne présente dans l'espace interfoliaire. La Fig. 13 illustre la surface spécifique d'une kaolinite et d'une montmorillonite, d'après Eslinger et Pevear (1988).



Fig. 13. Surfaces internes et externes des particules argileuses dans la montmorillonite et la kaolinite (Eslinger et Pevear 1998).

Selon la Fig. 13, on peut observer que la kaolinite présente uniquement une surface externe accessible à l'eau, tandis que la montmorillonite possède à la fois une surface interne (espace interfeuillet) et une surface externe (surface basale et latérale), toutes accessibles à l'eau. Cette différence explique en partie pourquoi les montmorillonites ont une capacité d'adsorption d'eau plus élevée, la géométrie, la taille et la flexibilité des particules complètent l'explication de même que leur charge électrique.

Si un minéral argileux présente une grande surface spécifique au niveau de ses feuillets, cela signifie en général qu'il peut adsorber plus d'eau avant d'atteindre sa limite de liquidité. En d'autres termes, une plus grande quantité d'eau sera nécessaire pour couvrir toute la surface disponible en une ou plusieurs couches. Cela se traduirait par des valeurs plus élevées de la limite de liquidité (W_L) et de la valeur de bleu de méthylène (Vbs).

En complément de cet aspect morphologique des argiles, les substitutions isomorphiques (Si⁴⁺ remplacé par exemple par Al³⁺) dans la structure cristalline des argiles entraînent la présence de charges négatives permanentes. Afin de compenser ce déficit de charge et d'atteindre l'électroneutralité, une partie des cations présents dans le mélange sol-ciment [tels que Ca²⁺ libérés par la portlandite (issue de l'hydratation du clinker] se fixent à la surface des feuillets argileux (Duc 2020). Cette charge peut être évaluée en mesurant la capacité d'échange cationique. La *CEC* permet de déterminer le nombre de charges négatives devant être compensées par adsorption dans l'espace interfeuillet (surface basale des feuillets soit une partie de la surface interne et externe des particules argileuses).

Le Tableau 8 présente l'ordre de grandeur de la S_P et de la *CEC*, qui permettent de déterminer la sensibilité à l'eau d'un minéral argileux présent dans la fraction $< 2 \mu m$ du sol. Ces données mettent en évidence que l'illite, qui est le minéral argileux le plus couramment trouvé dans les sols des digues de la Loire, se situe à un niveau intermédiaire entre la kaolinite et la montmorillonite en termes de réactivité à l'eau.

Minéral argileux	CEC (meq/100g)	Surface spécifique S _P (m²/g)	Cation interfoliaire	Interaction avec l'eau et gonflement	
Kaolinite	3 – 15	5 - 20	/	Non sensible	
Illite	10 - 40	40 - 80	K+	Peu sensible	
Montmorillonite	80 - 150	700 - 800	Na^+ , Ca^{2_+}	Très sensible	

Tableau 8. Indications sur le caractère de sensibilité à l'eau des trois types d'argile les plus couramment rencontrés (Makki 2009)

1.6.3. Processus d'amélioration des propriétés des sols traités au ciment

L'amélioration des propriétés des sols traités au ciment est attribuée à la réaction entre les composés issus du sol et les composés d'hydratation du ciment (Mitchell 1981). Des produits cimentaires primaires et secondaires dans la matrice cimentaire sont ainsi formés (Herzog et Mitchell 1963 ; Kézdi 1979 ; Çokça 2001). Ces réactions recouvrent quatre processus différents : l'échange de cations, la floculation et l'agrégation, l'hydratation des particules de ciment anhydres [voir l'Annexe (2)], et enfin les réactions pouzzolaniques (Prusinski et Bhattacharja 1999 ; Chew et al. 2004).

Lors de l'ajout de ciment Portland CEM I de type clinker au mélange sol-eau, le ciment s'hydrate immédiatement pour produire des matériaux cimentaires primaires, à l'image des composés qui se forment dans les mélanges granulat-ciment soit des silicates de calcium hydratés (C₂SH_x, C₃S₂H_x), des aluminates de calcium hydratés (C_3AH_x et C_4AH_x), de la chaux hydratée ou portlandite ($Ca(OH)_2$). Néanmoins en présence du sol avec des composantes qui peuvent interagir avec les ions (par adsorption), avec le pH (par effet tampon) ou avec l'eau, les composés cimentaires peuvent potentiellement varier en termes de cristallinité, de nature ou de composition stœchiométrique. Ces systèmes, compte tenu de leur variabilité (les sols testés étant chacun spécifiques), sont assez peu connus. Dans le cas classique de ciment Portland ajouté à des granulats pour un béton ou à un sol (comme dans le traitement des sols au ciment dans les terrassements), la portlandite étant l'hydrate le plus soluble, elle fixe un pH basique et génère une grande quantité de cations Ca^{2+} dans la solution interstitielle du mélange à l'état frais. En présence d'argile dans le granulat ou dans notre cas le sol, les cations Ca^{2+} remplacent les cations monovalents dans les espaces interfoliaires et se fixent ainsi à la surface des particules d'argile. La valence et la concentration élevée des cations Ca²⁺ entraînent une diminution significative de l'épaisseur de la double couche diffuse (Prusinski et Bhattacharja 1999; Mitchell et Soga 2005) et donc une diminution des forces répulsives, provoquant ainsi la floculation et l'agrégation des particules d'argile. Ce phénomène est particulièrement visible dans les sols traités au ciment mais surtout à la chaux dans le domaine des terrassements. Dans le cas des mélanges sol-ciment autoplaçants en présence d'une quantité d'eau permettant la dispersion des particules d'argile, ce phénomène de floculation que l'on peut suspecter n'a pas été montré expérimentalement de manière claire. Dans le cas des sols traité et compacté, les phénomènes de floculation et d'agrégation forment clairement des macropores et augmentent la porosité de la matrice argileuse et donc du sol, et en conséquence une augmentation de la perméabilité mais en contrepartie une rigidification du sol via les liaisons entre particules.

Les réactions pouzzolaniques entre la silice et l'alumine libérées par dissolution des argiles en milieu basique (pH > 12,5), imposé par la portlandite et le calcium libéré par les composés anhydres cimentaires, produisent des hydrates cimentaires secondaires (silicates de calcium hydratés : CSH ; aluminates de calcium hydratés : CAH). Ces réactions entre le sol et le ciment fournissent les principaux éléments pour expliquer l'amélioration des caractéristiques mécaniques du sol stabilisé au ciment au fil du temps notamment les sols compactés et par extension les matériaux DSM.

Les laitiers qui sont à forte teneur dans les ciments CEM III, soit 85 % environ dans le ciment CEM III/C utilisé dans le cadre des travaux de confortement des digues de la Loire Moyenne ainsi dans les travaux de recherche menés au cours de cette thèse, présentent un caractère hydraulique latent (Wang et al. 1995). Cela signifie que leur hydraulicité ne se manifeste que dans un environnement alcalin à un pH élevé (> 12,5), contrairement au ciment Portland, qui s'hydrate simplement par l'ajout d'eau. En ce qui concerne l'hydratation du laitier, une fois que l'environnement alcalin est assuré par un agent appelé "activateur", tel que la chaux (présente dans les 15 % du clinker) et le sulfate de calcium dans le cas du CEM III/C, ce processus peut être considéré comme une série de cycles dissolution – concentration – précipitation, pouvant se poursuivre pendant des années jusqu'à une hydratation maximale du laitier. La première phase du processus d'hydratation implique la dissolution des différents oxydes qui composent les grains du laitier (Hajimohammadi et van Deventer 2016; Newlands et al. 2017), notamment les oxydes de calcium (CaO), de silicium (SiO₂) et d'aluminium (Al₂O₃), sous l'effet d'une attaque hydroxylique (OH⁻) (Bur 2012). Cette dissolution entraîne une augmentation de la concentration en ions libérés dans l'eau de gâchage autour des grains du laitier. Lorsque cette concentration en ions atteint un seuil critique, les hydrates se précipitent à la surface des grains de laitier de manière relativement similaire à celle observée dans le cas du ciment Portland CEM I (Bellmann et Stark 2009 ; Houzé 2013). Par la suite, cette précipitation entraine à son tour une chute de la concentration en ions, ce qui provoque ainsi la dissolution des grains de laitier pour amorcer un nouveau cycle.

Les différents mécanismes mentionnés précédemment ont été simplifiés par Saitoh et al. (1985) dans un schéma illustré dans la Fig. 14, et mettent en évidence les réactions chimiques impliquant l'eau, l'argile, le ciment Portland (clinker + gypse) et du laitier. Il faut cependant prendre en compte les quantités et la nature de chacun des composés qui peuvent impacter la nature des produits cimentaires formés et les performances qui en résulte.



Fig. 14. Réactions chimiques entre l'argile, le ciment Portland (CEM I), le laitier et l'eau (Saitoh et al. 1985)

1.6.4. Ouvrabilité du matériau DSM

Dans le domaine de la construction, l'ouvrabilité d'un matériau à l'état frais se réfère à sa facilité de mise en place et sa capacité à prendre les formes et les contours souhaités. Dans le cas des matériaux DSM, qui impliquent le mélange de sol avec du ciment pour améliorer ses caractéristiques géotechniques, l'ouvrabilité joue un rôle crucial dans le processus de traitement. En effet, une bonne ouvrabilité assure une répartition uniforme du liant dans le mélange, ce qui permet d'obtenir des résultats cohérents et fiables en termes de résistance, de rigidité et de durabilité du matériau DSM. En revanche, une mauvaise ouvrabilité peut entraîner une répartition inadéquate du liant, ce qui entraîne des variations des propriétés d'ingénierie dans le matériau DSM produit. Par conséquent, cette mauvaise répartition pourrait compromettre l'efficacité du traitement et les performances à long terme des ouvrages en DSM tels que les colonnes ou les écrans étanches.

Une étude clé sur ce sujet a été menée par Szymkiewicz et al. (2013), dans laquelle ils ont établi une limite d'ouvrabilité pour le matériau DSM et déterminé la teneur en eau optimale à ajouter au mélange sol-ciment afin d'obtenir une résistance et une homogénéité maximales. Pour cela, les chercheurs ont effectué une série de tests en laboratoire pour évaluer l'ouvrabilité et la résistance à la compression de différents matériaux DSM, utilisant divers types de sols naturels et artificiels. Afin d'étudier l'ouvrabilité des mélanges sol-ciment, les chercheurs ont réalisé des tests de consistance en utilisant la méthode du cône de pénétration. En ajustant la teneur en eau ajoutée, une limite d'ouvrabilité reliée à la limite de liquidité du sol a été déterminée. Cette dernière dépend de la nature du sol traité par le procédé DSM (en particulier en présence de minéraux argileux) ainsi que du dosage en ciment. Les conclusions ont montré qu'il était nécessaire de travailler au-dessus de cette limite d'ouvrabilité pour assurer une homogénéité optimale du matériau (évitant ainsi la formation d'inclusions de sol non mélangé au ciment) et pour préserver le caractère "autoplaçant" du matériau à l'état frais. Cependant, il est également important de limiter l'ajout d'eau, car un excès d'eau augmente la porosité du matériau et réduit ainsi sa résistance mécanique une fois durci.

De manière générale, la Fig. 15 illustre l'évolution de la résistance à la compression en fonction de la teneur en eau pour un sol argileux très plastique, ainsi que différentes zones d'ouvrabilité. La zone (1) représente le domaine de non-ouvrabilité lorsque la teneur en eau est inférieure à la limite de liquidité du mélange sol-ciment mesurée par la méthode du cône de pénétration (qui dépend de la limite de liquidité *LL* du sol et du dosage en ciment *C*). Dans cette zone, il est impossible d'obtenir une homogénéité adéquate, et donc elle doit être évitée.

Les zones (2), (3) et (4) représentent le domaine d'ouvrabilité où la résistance à la compression et l'homogénéité du matériau DSM varient. Idéalement, les zones (3) et (4) doivent également être évitées. La zone (3) marque le début de la zone humide du domaine d'ouvrabilité. Bien que la résistance requise puisse être atteinte dans cette zone, choisir une teneur en eau de cette zone n'est pas judicieux car la courbe de résistance diminue. En effet, plus le mélange est fluide, moins le matériau est homogène (les mottes de sol sont dispersées dans la matrice avec un effet "grumeaux") et l'ajout d'eau augmente la porosité. Travailler au-dessus de la limite de floculation [zone (4)] peut également être préjudiciable car cela signifie travailler avec un mélange fluide dispersé contenant beaucoup d'eau, ce qui empêche de briser les mottes. La teneur en eau optimale se situe dans la zone (2), qui se trouve dans la partie sèche du domaine d'ouvrabilité, ce qui signifie que le matériau sera visqueux et que sa porosité ne sera pas trop élevée. Les différentes limites présentées dans la Fig. 15, qui correspondent aux zones de transition entre les états de consistance du sol naturel (limite de liquidité *LL* et limite de floculation *FL*), sont expliquées en détail par Szymkiewicz et al. (2013).



Fig. 15. Domaine de l'optimum d'ouvrabilité : schématisation de l'évolution de la résistance à la compression du matériau DSM en fonction de la teneur en eau dans le mélange (Szymkiewicz et al. 2013)

En effectuant des essais en laboratoire sur plusieurs mélanges sol-ciment, comprenant de l'illite de Puy, de l'illite Arvel et un limon reconstitué artificiellement (sable de Fontainebleau broyé et kaolinite Speswhite), et en ajustant la quantité de ciment ajoutée ainsi que la teneur en eau pour maintenir un rapport C/E constant de 0,3 pour tous les mélanges, Szymkiewicz et al. (2013) ont démontré que les résistances à la compression obtenues pour ces différents mélanges dépendent fortement de la combinaison du dosage en ciment et de la teneur en eau, avec cependant l'existence d'une teneur en eau optimale (Fig. 16). Cette observation est validée par Bergado et Lorenzo (2005) et Topolnicki (2012), qui soulignent également l'effet de la limite de liquidité du sol traité.

En effet, la détermination de la teneur en eau optimale dans le mélange sol-ciment dépend clairement de la nature du sol. Une différence majeure entre les deux argiles testées et le limon artificiel, outre leur granulométrie, est leur indice de plasticité (*PI*). Les valeurs de *PI* sont respectivement de 12, 19 et 22 pour le limon artificiel, l'illite de Puy et l'illite Arvel. Pour les trois types de sol testés, une relation semble exister entre l'indice de plasticité (*PI*) et le rapport optimal entre la teneur en eau et la limite de liquidité (*w/LL*). Cette relation semble linéaire, car les valeurs optimales de *w/LL* pour le limon artificiel, l'illite de Puy et l'illite Arvel sont respectivement de 1,12, 1,43 et 1,51. Cette relation peut être exprimée comme suit :

Il convient de noter que sur le terrain, les conditions de mélange ne sont pas facilement contrôlables, et il est parfois nécessaire d'ajouter des quantités supplémentaires d'eau pour faciliter le processus de malaxage. Par conséquent, il est possible que la teneur en eau initialement fixée soit dépassée. Dans de tels cas, il est recommandé de viser la plus faible teneur en eau possible tout en restant dans la plage d'ouvrabilité, en tenant compte de l'influence de la nature du sol naturel et de la quantité de ciment, qui peuvent augmenter la demande en eau du mélange.



Fig. 16. Résistance à la compression q_u en fonction du rapport optimal entre la teneur en eau du mélange sol- ciment et la limite de liquidité du sol traité w/LL (Szymkiewicz et al. 2013)

1.6.5. Propriétés d'ingénierie du matériau DSM

L'ensemble des propriétés techniques du matériau DSM englobe la résistance à la compression, le module d'Young, le coefficient de Poisson, la perméabilité à l'eau et la densité (Bruce et al. 2013). L'étude de la stabilité requiert des valeurs des propriétés mécaniques du matériau et de sa densité. De même, l'étude du tassement nécessite des valeurs du module d'Young. Lorsque la méthode de DSM est utilisée pour créer des écrans étanches afin de répondre à des problématiques hydrauliques, l'étude de l'infiltration peut être réalisée en utilisant des valeurs des propriétés de transfert telles que la perméabilité à l'eau, tout en garantissant une résistance mécanique suffisante pour prévenir tout dommage dû à des sollicitations externes.

1.6.5.1. Résistance à la compression

Les valeurs de résistance à la compression R_c des matériaux DSM présentent souvent une grande variabilité en raison de l'hétérogénéité des caractéristiques des sols traités, des conditions de mise en œuvre du DSM et des méthodes d'échantillonnage utilisées. Différents auteurs ont rapporté des différences d'ordre de grandeur sur les résistances à la compression. Selon Bruce (2001), la R_c varie entre 0,2 et 2 MPa pour les sols cohérents et entre 0,5 et 5 MPa pour les sols grenus, en fonction du dosage en ciment utilisé. Des valeurs comparables ont été rapportées dans d'autres études (Topolnicki 2004 ; Filz et Navin 2006 ; O'Rourke et McGinn 2006). Cependant, d'autres auteurs (Kawasaki et al. 1981 ; Ganne et al. 2010 ; Szymkiewicz 2011 ; Guimond-Barrett 2013 ; Helson 2017) ont obtenu des ordres de grandeur différents en fonction du type de sol traité, avec des valeurs atteignant 7 à 30 MPa pour les sols argileux et sableux respectivement. De plus, en ce qui concerne l'effet de la méthode de DSM utilisée, les échantillons de DSM réalisés par la méthode sèche (aucun apport d'eau) présentent des valeurs de résistance à la compression variant entre 0 et 3 MPa, tandis que les échantillons de DSM réalisés par la méthode humide ont une résistance R_c comprise entre 0 et 28 MPa (Baker 2000 ; Jacobson et al. 2003 ; Denies et al. 2012a ; Guimond-Barrett 2013).

1.6.5.2. Module d'Young statique

Le module d'Young sécant du matériau DSM, déterminé à 50 % de la valeur de la résistance à la compression (E_{50}) , a été associé à cette dernière dans la littérature. Pour les matériaux DSM réalisés selon la méthode sèche (aucun apport d'eau c'est-à-dire avec la quantité d'eau présente dans le sol et du ciment en poudre anhydre), le rapport entre le module d'Young E_{50} et la résistance à la compression a été rapporté dans une plage de 50 à 250 (Baker 2000 ; Jacobson et al. 2003). Pour les mélanges réalisés selon la méthode humide (coulis injecté), les valeurs de ce rapport ont été rapportées dans une plage de 75 à 1000 (Ou et al. 1996). Dans une autre étude portant sur 2672 essais de résistance à la compression sur des échantillons prélevés par sondage carotté sur des colonnes réalisées selon la méthode humide, Filz et Navin (2006) ont obtenu un rapport moyen entre le module d'Young et la résistance à la compression de 300. Dans la thèse de Guimond-Barrett (2013), ce rapport rigidité/résistance a été étudié sur des échantillons de DSM prélevés sur site par voie humide et par sondage carotté sur des colonnes réalisées selon la méthode humide, et il variait entre 400 et 2000. Dans cette même thèse, l'auteur a tenté de recadrer ces résultats en réalisant des tests sur des échantillons de DSM fabriqués en laboratoire à partir de silts et de sables, obtenant ainsi un rapport moyen de l'ordre de 720 et 2055 respectivement.

1.6.5.3. Coefficient de Poisson

Le coefficient de Poisson peut être requis pour les analyses numériques. Selon CDIT (2002) et Terashi (2003), le coefficient de Poisson du matériau DSM varie généralement entre 0,25 et 0,50, indépendamment de sa résistance à la compression. Dans leur analyse numérique, McGinn et O'Rourke (2003) ont utilisé un coefficient de Poisson de 0,25. Porbaha et al. (2005), quant à eux, ont utilisé des méthodes sismiques pour déterminer un coefficient de Poisson de 0,3 à 0,4 pour le comportement en petites déformations d'un matériau DSM réalisé selon la méthode humide.

1.6.5.4. Perméabilité à l'eau

Selon EuroSoilStab (2002), en utilisant la méthode sèche, la perméabilité à l'eau d'un sol argileux traité à la chaux et/ou avec du ciment peut être de 200 à 600 fois supérieure à celle du même sol non stabilisé. Des essais menés sur le terrain par Baker (2000) ont démontré que des colonnes réalisées par la méthode sèche est de 10 à 100 fois plus perméables que celle du sol argileux non traité. Par conséquent, ces colonnes peuvent agir comme des drains verticaux dans une certaine mesure. Cette augmentation de perméabilité peut s'expliquer par les différents mécanismes qui se développent lorsqu'un sol argileux est mélangé avec du ciment et de l'eau, c'est-à-dire la floculation et l'agrégation lors de la phase d'hydratation [ces aspects sont décrits plus en détails dans l'étude présentée dans le chapitre (3)].

En ce qui concerne le DSM réalisé selon la méthode humide sur des sols sableux, il est courant d'obtenir des faibles valeurs de perméabilités telles que 10⁻⁸ à 10⁻⁷ m/s. De plus, l'augmentation du dosage en liant (ciment) et l'ajout de bentonite (riche en montmorillonite, une argile gonflante imposant de faible perméabilité) peuvent être utilisés pour réduire la perméabilité des mélanges réalisés par la méthode humide (Broms 1999).

Par ailleurs, dans une étude menée sur des échantillons prélevés sur 16 sites de construction utilisant le DSM en Belgique, Denies et al. (2012b) ont rapporté des valeurs de perméabilité à l'eau comprises entre 10^{-12} et 10^{-8} m/s. Dans des études réalisées sur des échantillons de DSM fabriqués en laboratoire, Guimond-Barrett (2013) a rapporté une valeur de l'ordre de 10^{-10} m/s pour des mélanges de silts et de ciment. Deng et al. (2015) ont observé qu'en ajoutant entre 1 % et 5 % de métakaolin, la perméabilité à l'eau des mélanges argile-ciment à 28 jours a été réduite d'environ 10 à 100 fois par rapport aux mélanges sans métakaolin. Les perméabilités dans ce cas se situaient entre 6.10^{-10} et 10^{-8} m/s. Dans le cas de mélanges argile-sable-ciment avec une fraction argileuse de type kaolinite Speswhite allant de 0 % à 25 %, Helson (2017) a obtenu de son côté une perméabilité à l'eau à 28 jours comprise entre 10^{-9} et 10^{-8} m/s. L'auteur a également constaté que la perméabilité des

mélanges étudiés peut atteindre 10⁻¹⁰ m/s après 1 an de cure, ce qui est attribué au développement des produits cimentaires sur le long terme (quantité d'hydrates augmentée via une plus grande quantité de ciment ou via les réactions pouzzolaniques procurées par exemple en présence d'argiles).

1.6.5.5. Densité

En ce qui concerne la densité apparente des matériaux DSM confectionnés en laboratoire, Szymkeiwicz (2011) a rapporté que la densité humide moyenne des mélanges sol-ciment à base de différents types de sol était d'environ 1830 kg/m³. Guimond-Barrett (2013) a obtenu des valeurs similaires allant de 1700 à 1850 kg/m³ pour les sols limoneux, tandis que pour les sols sableux, la densité humide était comprise entre 1950 et 2100 kg/m³. Des études menées par Caraşca (2016) et Helson (2017) sur des mélanges de sable-argile-ciment ont obtenu des densités humides apparentes allant de 1550 à 2140 kg/m³ et de 1700 à 2150 kg/m³ respectivement, en fonction de la quantité d'argile de type kaolinite et de la teneur en ciment dans les mélanges étudiés.

D'autre part, dans le cas des matériaux DSM provenant de sites réels, où la méthode de DSM humide a été utilisée, Denies et al. (2012b) ont rapporté des valeurs de densité sèche se situant entre 900 et 1800 kg/m³, et des valeurs de densité humide allant de 1500 à 2100 kg/m³. De plus, Guimond-Barrett (2013) a mentionné des valeurs de densité apparente humide allant de 1700 à 2200 kg/m³, tandis que Hessouh (2021) a récemment rapporté des valeurs comprises entre 1450 et 1800 kg/m³.

1.6.6. Paramètres pouvant impacter les propriétés physico-mécaniques du matériau

Il existe de nombreux paramètres susceptibles d'influencer le comportement à court et à long terme du matériau DSM. Parmi ces paramètres, on compte les conditions de mélange et de maturation, la nature du sol en place, ainsi que les propriétés du liant utilisé. Ces facteurs déterminants peuvent avoir un impact significatif sur les propriétés du matériau et, par conséquent, sur sa durabilité. Selon Terashi (1997), la résistance mécanique du matériau DSM dépend des caractéristiques spécifiques du liant, du sol à traiter, des conditions de mélange et du type de maturation utilisé. De plus, les caractéristiques microstructurales des mélanges sol-ciment à l'état durci jouent un rôle clé dans leur réponse globale, notamment du point de vue mécanique et de la durabilité (Deng et al. 2015 ; Helson et al. 2018 ; Bellato et al. 2020). Toutefois, il existe très peu de travaux de recherche ayant exploré l'évolution de la porosité, considérée comme un paramètre clé qui conditionne les propriétés macroscopiques du matériau, sous l'influence de type sol traité par le DSM ainsi que les paramètres de mise en œuvre, en particulier en présence du ciment au laitier (CEM III). Ces aspects seront étudiés dans le chapitre (3) dédié aux caractéristiques porales des matériaux DSM.

1.6.6.1. Effet du temps de cure

L'effet du temps de cure est d'accroître la résistance du matériau. En se basant sur une vaste base de données, des chercheurs ont proposé l'équation (1.2) qui offre une première estimation de l'augmentation de la résistance à la compression au fur et à mesure du temps de cure pour les sols traités au ciment et au laitier, à l'exception de certains sols présentant une forte teneur en matière organique (Bruce 2000, 2001 ; Kitazume et al. 2003 ; McGinn et O'Rourke 2003 ; Bruce et al. 2013).

$$f_c = 0,187\ln(t) + 0,375 \tag{1.2}$$

où le facteur de cure, noté f_c , représente le rapport entre la résistance à la compression à un certain temps t et la résistance à la compression à 28 jours. Le temps de cure est exprimé en jours.

Dans la littérature, on attribue l'augmentation de la résistance des matériaux cimentaires, en particulier des matériaux DSM, au fil du temps de maturation aux modifications de leur microstructure provoquées par les produits cimentaires primaires et secondaires. La formation progressive des hydrates de ciment entraîne une réduction évidente de la porosité globale des matériaux, ce qui se traduit par un gain de résistance mécanique (Chew et al. 2004 ; Kamruzzaman et al. 2006 ; Horpibulsuk et al. 2010 ; Monsif et al. 2020).

1.5.6.2. Effet du rapport E/C

La Fig. 17 présente une tendance à diminuer de la résistance à la compression avec l'augmentation du rapport E/C, basée sur plusieurs sources citées par Bruce et al. (2013) pour des mélanges réalisés en laboratoire entre des sols inorganiques et du ciment. Bien que les résultats soient dispersés, une tendance générale se dégage : la résistance à la compression des mélanges diminue à mesure que le rapport E/C augmente, sur une période de 28 jours. Cette tendance est similaire à celle observée dans les bétons, mais les valeurs typiques de rapport E/C, soit des valeurs de 1,14 à 12,7 pour le DSM sont beaucoup plus élevées par rapport aux valeurs ne dépassant pas 1 dans les bétons.



Fig. 17. Evolution de la résistance à la compression non confinée (UCS) à 28 jours avec le rapport E/C (Bruce et al. 2013)

1.6.6.3. Effet du type de sol

Les sols, à leur état naturel, sont composés d'un mélange complexe de minéraux, d'eau et d'air. Certains sols peuvent également contenir des polluants et de la matière organique. Étant donné que le sol constitue la majeure partie du matériau DSM, ses propriétés physico-chimiques peuvent avoir une influence significative sur les propriétés du matériau une fois qu'il est durci. Parmi les propriétés du sol qui peuvent jouer un rôle déterminant, on trouve la granulométrie, la teneur en eau, la capacité d'adsorption d'eau (liée aux limites d'Atterberg), le type et la quantité de minéraux argileux, leur surface spécifique et leur capacité d'échange cationique, la quantité de silice et d'alumine soluble, ainsi que le pH de l'eau présente dans le sol, la présence de matière organique ou d'éléments chimiques dans l'eau de pores. Ces propriétés sont généralement mesurables en laboratoire et sont considérées comme particulièrement influentes (Porbaha et al. 2000).

Dans le cas des matériaux DSM, les sols traités sont généralement composés d'argiles, de limons, de sables, et éventuellement d'une fraction de graviers. La résistance à la compression des mélanges sol-ciment dépend principalement du type et de la granulométrie du sol traité. En général, on observe une résistance plus élevée en présence d'un sol sableux par rapport à un sol argileux (Bruce 2001 ; Topolnicki 2004 ; Filz et Navin 2006 ; O'Rourke et McGinn 2006 ; Akin 2016). La Fig. 18 illustre l'effet du type de sol traité sur la résistance à la compression du matériau DSM après 28 jours de cure en faisant varier la quantité de ciment dans le mélange (Szymkeiwicz 2011). Cette figure met en évidence la différence entre les sables et les graviers, qui présentent généralement des résistances mécaniques relativement élevées, et les sols cohésifs tels que les argiles et les limons, qui ont tendance à afficher des résistances beaucoup plus faibles.



Fig. 18. Influence du type de sol sur la résistance à la compression en fonction du dosage en ciment utilisé (Szymkeiwicz 2011)

1.6.6.4. Effet de la quantité de liant

La Fig. 19a présente l'impact de la quantité de ciment, représentée par le paramètre aw, sur la résistance à la compression non confinée, notée q_u , d'un mélange d'argile de Kawasaki ayant une teneur initiale élevée en eau (W = 120 %) et de ciment Portland ordinaire, testé après quatre périodes de durcissement (Terashi et al. 1980). Les résultats démontrent une augmentation linéaire de la résistance à la compression en fonction de la quantité de ciment. De plus, la même figure indique qu'une teneur massique minimale de 5 % en ciment est généralement requise pour observer un effet significatif sur les propriétés mécaniques du matériau DSM. Cette teneur est sensiblement la même que le dosage du ciment ajouté au sol pour un traitement en terrassement mais avec un sol subissant un compactage.

Une tendance similaire a été observée dans le cas des sols organiques, comme le montre la Fig. 19b où le dosage en ciment est représenté par α (Babasaki et al. 1980). Malgré une résistance à la compression initialement plus faible dans les sols organiques, celle-ci augmente avec l'augmentation du dosage en ciment. De plus, cette figure met en évidence l'existence d'un dosage minimal en ciment nécessaire pour obtenir une augmentation significative de la résistance, qui est généralement de l'ordre de 50 kg/m³.



Fig. 19. Effet de la quantité du liant (ciment) sur la résistance à la compression des matériaux DSM à base de : (a) Argile de Kawasaki (Terashi et al. 1980) ; Sol organiques (Babasaki et al. 1980)

Dans une autre étude réalisée par Szymkeiwicz (2011) sur des mélanges de sable de Fontainebleau et de ciment CEM III/C, testés à différents temps de cure, il a été démontré que la résistance à la compression simple R_c augmente de manière exponentielle (ou linéaire) au-delà de la teneur minimale en ciment mentionnée précédemment (5 %). Cette tendance est illustrée dans la Fig. 20.



Fig. 20. Influence du dosage en ciment sur la résistance à la compression simple à différents temps de prise d'un matériau DSM à base du sable de Fontainebleau (Szymkeiwicz 2011)

Actuellement, l'un des défis majeurs consiste à optimiser le dosage et le type de liant sur les chantiers de construction. Étant donné que les caractéristiques du sol peuvent varier considérablement en profondeur sur un même site, certains projets de colonnes en DSM nécessitent parfois une variation du dosage en ciment en fonction de la profondeur. Dans certains cas, le dosage peut être jusqu'à six fois supérieur au dosage de référence pour une colonne en DSM donnée (Cuira et al. 2013 ; Sasa et al. 2015). Cette adaptation du dosage en fonction de la profondeur permet de répondre aux variations des propriétés du sol et d'assurer une performance optimale du matériau stabilisé.

1.7. Le matériau DSM est un matériau composite : rôle des inclusions de sol non malaxé

Dans la littérature, de nombreux chercheurs ont tenté d'expliquer les spécificités des matériaux DSM, mettant en évidence des aspects tels que l'ouvrabilité, les propriétés techniques et la durabilité de ces matériaux. Cependant, il convient de souligner que la présence d'inclusions de sol non mélangé avec le ciment, qui est l'une des particularités du matériau DSM, n'a pas été suffisamment étudiée jusqu'à présent, à l'exception de quelques chercheurs qui ont abordé plus ou moins en détail ce sujet spécifique (Laefer et al. 2009 ; Szymkiewicz 2011 ; Denies et al. 2012 ; Ganne et al. 2012 ; Vervoort et al. 2012 ; Guimond-Barrett 2013 ; Van Lysebetten et al. 2014 ; Helson 2017 ; Hessouh et al. 2018 ; Amrioui et al. 2022).

En effet, lors du processus de malaxage du sol et du ciment in-situ pour former un matériau DSM, il est crucial de garantir une distribution homogène du liant dans le mélange. Or, des études ont révélé que des inclusions de sol non malaxé peuvent être présentes en différentes quantités et tailles (Porbaha 2002 ; Horpibulsuk et al. 2011 ; Horpibulsuk et al. 2012 ; Pooranampillai et al. 2012 ; Jamsawang et al. 2015), entraînant ainsi une hétérogénéité dans la composition du matériau produit. Par conséquent, le matériau DSM est considéré comme un matériau composite. Ces inclusions de sol peuvent apparaître en raison de divers facteurs, tels que des

difficultés techniques liées à la taille et la vitesse de rotation de l'outil de malaxage, ainsi que des caractéristiques géotechniques du sol à traiter, en particulier lorsqu'il est limoneux ou argileux (Ganne et al. 2011 ; Guimond-Barrett 2013 ; Nozu et al. 2015 ; De Vos et al. 2019 ; Amrioui et al. 2022).

Malgré la possibilité que des inclusions de sol non malaxé soient présentes dans les ouvrages en DSM, réalisés pour répondre à différents défis, elles ont été largement négligées dans la recherche académique. Seules les quelques études mentionnées précédemment ont examiné attentivement cette problématique spécifique et ont cherché à comprendre comment ces inclusions impactent les performances et la qualité des ouvrages en DSM. Par conséquent, il est primordial de poursuivre ces recherches dans le cadre de cette thèse afin de mieux appréhender l'hétérogénéité des matériaux DSM. Une meilleure compréhension de ce phénomène permettrait de développer et d'améliorer des techniques visant à minimiser ou éliminer ces inclusions, ce qui aurait pour effet d'améliorer la qualité et la fiabilité des ouvrages réalisés par le procédé de DSM, tels que les colonnes et les écrans étanches. Les paragraphes suivants donnent un aperçu des travaux antérieurs réalisés pour caractériser les inclusions présentes dans les matériaux DSM et étudier leur influence sur les performances des ouvrages construits à l'aide de cette méthode de renforcement des sols.

1.7.1. Caractérisation des inclusions de sol non malaxé dans la littérature

La présence d'inclusions de sol dans la matrice du matériau DSM peut varier en fonction de différents paramètres liés à la mise en place du DSM, tels que le dosage en ciment, le dosage en eau, la procédure de malaxage et la nature du sol qui subit le traitement par le procédé de DSM. Selon les études de Ganne et al. (2011), Denies et al. (2012) et De Vos et al. (2019), la quantité d'inclusions varie de 0 à 3,5 % dans les sols sableux, de 3 à 10 % dans les sols limoneux ou les argiles alluviales, et peut atteindre des pourcentages volumiques de 35 % ou plus dans les sols argileux qui sont difficiles à mélanger. Ces pourcentages ont été évalués à l'aide de deux méthodologies développées dans la littérature (Ganne et al. 2011, Denies et al. 2012b, BBRI 2018) sur des carottes prélevées sur site ou sur des sections complètes de colonnes/écrans en DSM. Les deux méthodologies, appelées "méthode 1D" et "méthode 2D", seront décrites dans les paragraphes suivants.

1.7.1.1. Méthode 1D

La "méthode 1D", également connue sous le nom de "méthodologie du pourcentage de ligne", est une procédure simplifiée qui peut être réalisée sur chantier, notamment sur des carottes. Comme illustré dans la Fig. 21, quatre lignes parallèles sont tracées à des angles de 90 degrés les unes par rapport aux autres sur la surface latérale des éprouvettes cylindriques (Fig. 21a). La première ligne est tracée de manière aléatoire. Ensuite, la longueur cumulée des inclusions sur les lignes est mesurée manuellement (Fig. 21b). Le pourcentage 1D est ensuite calculé en prenant le rapport entre cette longueur cumulée et la longueur totale de la ligne de mesure, qui est quatre fois la hauteur de l'éprouvette testée.



Fig. 21. (a) Quatre lignes parallèles tracées sur la surface latérale d'une éprouvette de DSM et espacées uniformément autour du diamètre de l'éprouvette ; (b) Mesure de la longueur des inclusions le long de l'une de ces lignes (Denies et al. 2012b)

1.7.1.2. Méthode 2D

La "méthode 2D" permet d'évaluer le pourcentage 2D des inclusions de sol en utilisant le même principe que la "méthode 1D", mais en considérant un nombre infini de lignes de mesure en utilisant l'analyse d'images. Cette méthodologie comprend cinq étapes successives : (1) les colonnes ou écrans en DSM sont partiellement excavés (Fig. 22a) ; (2) l'ouvrage (colonne ou écran) est découpé (Fig. 22b) pour obtenir une section de coupe statistiquement représentative (Fig. 22c) ; (3) la surface découpée est photographiée et numérisée ; (4) en utilisant des logiciels d'analyse d'images disponibles sur le marché, une couleur uniforme est attribuée aux inclusions de sol sur la photo numérique (par exemple, en noir). Étant donné que les inclusions ne sont pas toujours visibles même après avoir humidifié la surface, des vérifications manuelles sont effectuées sur la surface découpée ; (5) la dernière étape consiste à quantifier séparément la surface des inclusions repérées avec une couleur uniforme et le reste de la surface de découpe correspondante à la matrice sol-ciment bien mixée à l'aide d'un outil de traitement d'images tel que *ImageJ*. Cette dernière étape permet de calculer les pourcentages 2D des inclusions de sol.



Fig. 22. (a) Excavation d'un panneau CSM (Cutter Soil Mixing) exécuté in-situ ; (b) Sciage d'un panneau CSM ; (c) Section fraiche du panneau CSM ; (d) Agrandissement d'une inclusion de sol non mélangé avec le ciment (Denies et al. 2012b)

Il est important de souligner que jusqu'à présent, aucune méthodologie n'a été développée dans la littérature pour évaluer la fraction volumique réelle des inclusions de sol dans les matériaux DSM. Cependant, Denies et al. (2012) ont émis l'hypothèse que les deux méthodologies décrites ci-dessus pourraient être basées sur le principe de stéréologie connu sous le nom de principe de Delesse, tel que décrit par Weibel (1980). Selon cette hypothèse, les pourcentages 1D et 2D des inclusions de sol évalués dans un volume représentatif du matériau DSM pourraient être considérés comme des estimations non biaisées de la fraction volumique réelle des inclusions dans l'échantillon testé, malgré leur distribution chaotique dans le volume considéré. La Fig. 23 illustre le principe de Delesse appliqué aux inclusions dans un bloc cubique de côté l. Dans la Fig. 23b, le paramètre $\eta(y)$ représente le pourcentage 3D élémentaire d'inclusions dans la direction y, qui peut être converti en un pourcentage 2D étant donné qu'il est estimé dans une tranche de largeur dy. Le paramètre $\overline{\eta}$, quant à lui, représente le pourcentage moyen dans la direction y, qui devrait être très proche de la fraction volumique réelle des inclusions. Toutefois, il a été rapporté par Denies et al. (2012) qu'il est nécessaire de vérifier cette hypothèse en effectuant des observations visuelles de la surface des éprouvettes de DSM une fois l'essai mécanique terminé, car les grandes inclusions de sol deviennent plus visibles après les tests de résistance à la compression par rapport à la surface extérieure. Par conséquent, l'opérateur doit signaler toute anomalie dans le rapport d'essai afin de permettre une meilleure interprétation des résultats.



Fig. 23. Le principe de Delesse d'après Weibel (1980)

1.7.2. Incorporation de boulettes de sol en laboratoire

Sur les sites de construction, la qualité du sol traité est souvent imposée et peut ne pas être entièrement maîtrisée, de même que les paramètres de mise en œuvre du matériau de sol-ciment (DSM). Par conséquent, les mottes de sol non mélangé avec le liant hydraulique apparaissent de manière aléatoire et leur quantité, leur taille, leur forme ainsi que leur disposition chaotique contribuent conjointement à la variabilité des performances du matériau. Afin d'étudier l'impact de chaque facteur sur les propriétés du matériau DSM, des chercheurs ont proposé des méthodes permettant de reproduire de manière contrôlée le caractère hétérogène de ce matériau en laboratoire. Dans une étude menée par Hessouh et al. (2018), des inclusions sphériques de kaolinite ont été ajoutées de manière manuelle à un coulis à base de kaolinite Speswhite lors de la phase de remplissage des moules (voir Fig. 24). Cette méthode visait à évaluer l'effet de la quantité de sol non mélangé avec le ciment sur les propriétés mécaniques du matériau DSM étudié. Des inclusions d'un diamètre de 15 mm ont été ajoutées à des fractions volumiques de 2 %, 4 %, 6 % et 9 %. De plus, pour examiner l'effet de la taille des inclusions, trois diamètres différents (10 mm, 15 mm et 22 mm) ont été considérés pour une fraction volumique de 4 %. Le volume des inclusions a été contrôlé en mesurant leur masse et en connaissant leur densité. Pour la fabrication des éprouvettes, des moules cylindriques de 70 mm de diamètre et 140 mm de hauteur ont été utilisés. Le remplissage des moules s'est effectué en sept couches successives, et les inclusions ont été réparties de manière à obtenir un échantillon aussi homogène que possible (voir Fig. 24c). Cette approche expérimentale permet de reproduire les conditions de mélange réelles du DSM sur le chantier et de mieux comprendre l'effet de la présence d'inclusions de sol non mélangé sur les propriétés du matériau.



Fig. 24. Inclusions de kaolinite incorporées lors du remplissage des moules par un mélange argile-ciment : (a) Inclusions de 15 mm de diamètre ;(b) Inclusions de 22 mm ; (c) Vue en 3D d'une éprouvette avec les inclusions sphériques (Hessouh et al. 2018)

Dans une autre étude portant sur l'amélioration des sols par la méthode de jet grouting, Laefer et al. (2009) ont examiné l'impact des inclusions d'argile sur la résistance et la rigidité des mélanges sol-ciment. Trois méthodes ont été proposées pour introduire des inclusions de bentonite et de kaolinite dans un coulis composé de 33 % de ciment Portland, 33 % d'eau et 33 % d'un mélange sable-argile (Fig. 25). La bentonite a été introduite sous forme de suspension préhydratée : elle a été séchée et préhydratée pendant 24 heures avant d'être mélangée avec 100 ml d'eau ajoutée pour 100 g de bentonite. Ce mélange a ensuite été agité dans un malaxeur à grande vitesse pendant 2 minutes, puis ajouté à une bétonnière pour être mélangé avec le coulis pendant 15 minutes. En revanche, la kaolinite a été mélangée de deux manières différentes : soit sous forme pulvérisée, soit sous forme de grosses mottes de particules agrégées. Pour la kaolinite pulvérisée, 100 ml d'eau ont été ajoutés pour 100 g d'argile dans le même malaxeur et mélangés pendant 5 secondes. Le mélange obtenu a ensuite été ajouté au coulis dans le malaxeur. En ce qui concerne les mottes de kaolinite, ils ont été préparés manuellement de manière que chaque morceau ait une masse de 5 g (± 0.05 g). Ces morceaux ont ensuite été ajoutés au coulis par étapes lors du remplissage des moules d'une hauteur de 114 mm avec un rapport hauteur/diamètre de 2:1. Dans cette étude, le positionnement des inclusions a été effectué de manière aléatoire, contrairement à ce qui avait été fait par Hessouh et al. (2018). Cette approche permet d'explorer davantage l'influence des inclusions d'argile sur les propriétés du matériau DSM et de mieux comprendre leur effet sur la résistance et la rigidité du mélange sol-ciment.



Fig. 25. (a) Surface supérieure d'un échantillon contenant de la kaolinite pulvérisée ; (b) Morceaux de kaolinite dans la matrice après un essai de résistance à la compression (Laefer et al. 2009)

1.7.3. Effet des caractéristiques d'inclusions de sol non malaxé sur le comportement mécanique du matériau DSM

Malgré la présence de quelques études dans la littérature qui examinent l'impact des inclusions de sol non malaxé sur le comportement des matériaux DSM (Laefer et al. 2009 ; Denies et al. 2012b ; Ganne et al. 2012 ; Vervoort et al. 2012 ; Van Lysebetten et al. 2014 ; Hessouh et al. 2018 ; Amrioui et al. 2022), ces travaux se sont principalement concentrés sur la réponse mécanique des matériaux étudiés. Aucune de ces études n'a spécifiquement examiné l'impact des inclusions sur le comportement hydraulique, que ce soit en laboratoire ou par le biais de simulations numériques. C'est en partie expliqué par la priorité donnée par les auteurs à l'amélioration de la portance des sols plutôt qu'à l'étude du comportement hydraulique du matériau, utile dans le cas du confortement des ouvrages comme les levées (ou digues en terre).

Les travaux précédemment mentionnés se sont intéressés à l'impact de la quantité d'inclusions de sol, de leur forme, de leur taille et de leur position relative sur la résistance à la compression non confinée et le module d'Young des matériaux DSM, à la fois expérimentalement et numériquement. Dans les paragraphes suivants, les principales conclusions tirées de ces travaux sont résumées.

1.7.3.1. Effet de la fraction volumique

Selon les travaux de Laefer et al. (2009), même de petites quantités d'argile (environ 1 %), réduisent considérablement la résistance à la compression et le module d'Young du sol traité au ciment par la méthode

de jet grouting. Trois méthodes d'introduction d'inclusions de kaolinite et de bentonite dans un mélange argilesable-ciment ont été utilisées, comme décrit dans le paragraphe (1.6.2). Après 28 jours de cure, les résultats ont montré que l'ajout de 1 % de suspension de bentonite au coulis réduisait la résistance à la compression des matériaux testés de 35 % par rapport à l'échantillon témoin sans argile. De même, l'ajout de 1 % de kaolinite pulvérisée entraînait une diminution de 28 %, tandis que l'introduction de 1 % de morceaux de kaolinite entraînait une réduction de 23 %. Comme illustré dans la Fig. 25b, les morceaux de kaolinite semblent créer des zones de concentration de contraintes et agir comme catalyseurs pour l'initiation des plans de rupture. De plus, il a été constaté que la perte de résistance est d'autant plus importante lorsque la bentonite est introduite en grande quantité. Cela peut s'expliquer par le fort pouvoir d'adsorption de l'eau de cette argile. En effet, lorsqu'elle est introduite en quantité plus importante (10 % dans cette étude), elle adsorbe davantage d'eau, ce qui entraîne une hydratation incomplète et une perte plus significative des performances mécaniques du matériau.

À partir d'échantillons prélevés in-situ sur plus de 10 chantiers de construction en Belgique, Denies et al. (2012) ont effectué une série de tests de résistance à la compression en laboratoire. Comme prévu, les résultats des essais ont montré une diminution de la résistance avec l'augmentation de la fraction volumique d'inclusions de sol non malaxé (Fig. 26a). Une tendance similaire a été observée pour le module d'Young statique calculé à 30 % de la valeur de la résistance à la compression (Fig. 26b), mais cette tendance était moins évidente en raison du nombre limité de données disponibles (seulement 4, 1 et 3 points de données expérimentales pour des fractions d'inclusions de 5 %, 10 % et 20 % respectivement). Sur la Fig. 26, il est possible de remarquer une plage relativement large de données expérimentales pour chaque fraction volumique d'inclusions de sol, que ce soit pour la résistance à la compression ou pour le module d'Young. Les auteurs ont jugé cela logique étant donné que les paramètres de mise en place du DSM, tels que la quantité de liant hydraulique injectée et le rapport E/C utilisé, ainsi que le type de sol traité, varient d'un chantier de construction à l'autre, d'où proviennent les échantillons testés.

Dans les travaux de Vervoort et al. (2012) et de Van Lysebetten et al. (2014), l'effet de la fraction volumique des inclusions de sol non malaxé avec du ciment sur le module d'Young et la résistance à la compression a été simulé à l'aide d'un modèle numérique basé sur la méthode des éléments discrets. Ils ont utilisé un certain nombre de modèles 2D d'échantillons de DSM (68 modèles) en adoptant respectivement deux approches, élastique et élastoplastique, cette dernière étant basée sur le critère de Mohr-Coulomb. Les pourcentages d'inclusions considérés étaient les mêmes que ceux évalués par Denies et al. (2012), à savoir 1 %, 5 %, 10 % et 20 %. Les résultats des simulations et l'ensemble des données de laboratoire en termes de rigidité et de résistance n'étaient pas exactement identiques, mais dans l'ensemble, il y avait un bon accord, c'est-à-dire une diminution du module d'Young et de la résistance à la compression avec l'augmentation de la fraction volumique d'inclusions, comme illustré dans la Fig. 26.



Fig. 26. Variation en fonction de la fraction volumique des inclusions de sol de : (a) Résistance à la compression non confinée UCS;
 (b) Module d'Young E [données expérimentales en vert issues des expériences de laboratoire sur des échantillons de DSM prélevés in-situ réalisées par Denies et al. (2012) et résultats des simulations numériques en rouge effectuées par Van Lysebetten et al. (2014)]

Dans une autre étude, Hessouh et al. (2018) ont examiné comment les boulettes de kaolinite, introduites à différentes fractions volumiques (2 %, 4 %, 6 % et 9 %), influencent les propriétés physiques, géophysiques et mécaniques des échantillons d'un mélange d'argile, de sable et de ciment. Les paramètres étudiés comprennent la densité apparente, le module d'Young dynamique, la résistance à la compression et le module d'Young statique des échantillons testés. La Fig. 27a met en évidence la diminution de la densité des échantillons avec l'augmentation de la fraction volumique des inclusions. Cette diminution atteint environ 14 % pour les échantillons contenant 9 % d'inclusions. Les auteurs expliquent cette baisse en raison de la densité plus faible des inclusions de kaolinite Speswhite par rapport à la matrice environnante. De plus, la même figure montre que le module d'Young dynamique reste pratiquement constant et ne varie pas en fonction de la fraction volumique des inclusions. Les auteurs attribuent cette observation au fait que la vitesse des ondes dans la matrice est plus élevée que celle dans les inclusions de kaolinite, et que la présence de ces inclusions n'a pas d'impact significatif sur le temps de propagation des ondes qui traversent principalement la matrice. Par ailleurs, dans la Fig. 27b, une diminution linéaire plus prononcée d'environ 20 % du module d'Young est observée pour les échantillons avec une fraction volumique de boulettes de kaolinite de 9 %. Cette diminution est moins sévère que celle observée pour la résistance à la compression, qui atteint environ 47 % pour la même quantité d'inclusions.



Fig. 27. Variation en fonction de la fraction volumique des inclusions de kaolinite de : (a) Module d'Young dynamique et densité ; (b) Résistance à la compression et module d'Young statique (Hessouh et al. 2018)

Dans le même travail, les auteurs ont également réalisé des simulations numériques par éléments finis avec Code-Aster, en 2D et en 3D. Ils ont créé des modèles d'échantillons de DSM cylindriques contenant des inclusions sphériques de kaolinite, avec les mêmes fractions volumiques que celles utilisées dans l'étude expérimentale, afin de reproduire le même cas d'étude. Les calculs élastoplastiques ont été effectués en utilisant le critère de Drucker-Prager. Les résultats numériques ont montré que l'évolution du module d'Young en fonction de la fraction volumique présentait un bon accord avec les observations expérimentales (Fig. 28a). Cependant, pour ce qui est de la résistance à la compression, il y avait une différence relativement importante entre les résultats numériques et expérimentaux (Fig. 28b). De plus, il convient de noter que les différences entre les modèles 2D et 3D étaient très faibles (moins de 4 %).



Fig. 28. Comparaison entre les résultats expérimentaux et les résultats de la modélisation en fonction de la fraction volumique des inclusions de kaolinite pour la valeur normalisée de : (a) Module d'Young ; (b) Résistance à la compression (Hessouh et al. 2018)

1.7.3.2. Effet de la forme

Les travaux précédents ont révélé une large gamme de résistance à la compression et de module d'Young pour une fraction volumique donnée d'inclusions, ce qui suggère que d'autres paramètres en plus de la fraction volumique d'inclusions peuvent également avoir un effet négatif sur les performances du matériau DSM. Pour évaluer l'influence de la forme des inclusions de sol sur les propriétés mécaniques de ce matériau, Vervoort et al. (2012) ont effectué des simulations numériques, basées sur la méthode des éléments discrets, en utilisant différents modèles 2D dérivés d'un modèle de base. Ce modèle de base a été créé par analyse d'images à partir de la section transversale d'une colonne en DSM. Les résultats des simulations ont indiqué que la résistance à la compression et le module d'Young étaient plus faibles en présence d'inclusions à extrémités pointues par rapport aux inclusions arrondies, même pour un nombre ou une taille d'inclusions équivalents, comme illustré dans la Fig. 29. Des conclusions similaires ont été rapportées par Van Lysebetten et al. (2014).



Fig. 29. Effet du nombre d'inclusions et de leur forme sur : (a) Résistance à la compression ; (b) Module d'Young pour 30 modèles numériques avec 10 % d'inclusions de sol non mélangé (Vervoort et al. 2012)

1.7.3.3. Effet de la position relative

En plus des 68 modèles générés pour étudier l'effet de la fraction volumique et de la forme des inclusions (illustrés par quelques exemples avec des fractions de 1 %, 5 %, 10 % et 20 % dans la Fig. 30a), Van Lysebetten et al. (2014) ont créé deux autres séries de modèles pour étudier l'effet de la position relative des inclusions dans la matrice de sol-ciment sur les propriétés mécaniques globales du matériau (voir Fig. 30).



Fig. 30. (a) Vue d'ensemble d'un exemple de quatre paires de modèles 2D avec 1 %, 5 %, 10 % et 20 % d'inclusions de sol dont le nombre, la forme ainsi que la position relative d'inclusion varient ; (b) Trois inclusions, chacune avec une forme spécifique extraite du modèle de base étudié par Vervoort et al. (2012) ;(c) Dix configurations obtenues en variant la position relative des trois inclusions ; (d) Six modèles obtenus en permutant la position des inclusions dans Pos. 1 ; (e) Quelques exemples des six configurations d'inclusions dans la deuxième série de modèle : (A) orientées en diagonale (10 modèles) ; (B) alignées verticalement (10 modèles) ; (C) groupées (10modèles) ; (D) largement répandues (10 modèles) ; (E) jeu supplémentaire (8 échantillons) ; (F) localisées au hasard (15 modèles) (Van Lysebetten et al. 2014)

La première série comprend 60 modèles : trois inclusions ont été sélectionnées du modèle de base extrait par Vervoort et al. (2012) à partir de la section transversale d'une colonne en DSM, dont une inclusion avec une forme plus arrondie (représentant 4 % de la surface de l'échantillon 2D) et deux autres inclusions (représentant chacune 3 %) avec des formes allongées verticalement et horizontalement, comme montré dans la Fig. 30b. Dix configurations différentes de ces trois inclusions ont été prises en compte (Fig. 30c), et pour chacune de ces dix configurations ou positions, six modèles ou permutations ont été générés (Fig. 30d). Dans ces 60 modèles, le pourcentage total d'inclusions était de 10 %. En ce qui concerne la deuxième série, cinq inclusions identiques avec une fraction volumique de 2 % ont été incorporées dans les échantillons de DSM. Comme illustré dans la Fig. 30e, les positions relatives des inclusions peuvent être divisées en six configurations, et au sein de chaque configuration, l'espacement vertical et/ou horizontal entre les inclusions variait, tout comme la position globale des inclusions par rapport aux frontières de l'échantillon, ce qui a généré 63 modèles.

Les résultats numériques ont révélé que la plage de valeurs de résistance à la compression obtenues à partir des 123 modèles étudiés pour l'effet de la position relative (comprise entre 3,1 et 9,2 MPa dans la Fig. 31a) était plus étendue que celle des modèles avec 10 % d'inclusions étudiés pour l'effet de la fraction volumique (allant de 3,8 à 8,1 MPa dans la Fig. 26a). De même, la plage des modules d'Young obtenus à partir des 123 modèles (comprise entre 5 et 8,7 GPa dans la Fig. 31b) était considérablement plus large que celle observée dans les simulations précédentes pour l'effet de la fraction volumique (entre 6,3 et 7,9 GPa dans la Fig. 26b). Cela peut s'expliquer par le fait que le nombre de simulations effectuées pour l'étude de l'effet de la position relative des inclusions était plus élevé que celui des simulations pour l'étude de l'effet de leur fraction volumique. Dans ce cas, il serait possible de trouver de nouvelles valeurs minimales et maximales de résistance et de rigidité. Les résultats numériques ont montré que la résistance à la compression ainsi que le module d'Young diminuaient lorsque les inclusions étaient situées le long de la diagonale de la surface parallélépipédique étudiée (configuration A dans la Fig. 30e, considérée comme une position extrême d'inclusions). Les inclusions disposées en diagonal facilitent en effet davantage une rupture par cisaillement de l'échantillon que les inclusions disposées verticalement et largement espacées. Enfin, compte tenu de la dispersion plus importante des résultats de résistance à la compression par rapport au module d'Young, la Fig. 31 met en évidence que l'effet de la position relative des inclusions de sol est plus significatif en termes de résistance que de rigidité.



Fig. 31. Résultats des simulations numériques effectués par Van Lysebetten et al. (2014) pour étudier l'effet de la position relative des inclusions de sol dans 123 modèles 2D : (a) Résistance à la compression ; (b) Module d'Young (les flèches sur le côté droit des deux figures indiquent la plage des résultats précédents présentés dans la Fig. 26)

En dernier lieu, la Fig. 32 présente la corrélation entre la résistance à la compression, le module d'Young et le rapport $W_{i/t}$, qui représente le rapport entre la largeur totale des inclusions *i* et la largeur totale de l'échantillon *t*, comme illustré dans la Fig. 32a. Van Lysebetten et al. (2014) ont observé une étroite corrélation entre ce rapport et la résistance ainsi que la rigidité, avec une tendance générale montrant une diminution de la résistance à la compression et du module d'Young lorsque ce rapport $W_{i/t}$ augmente.



Fig. 32. (a) Illustration de la définition du rapport $W_{i/t}$; (b) et (c) Relation entre la résistance à la compression et le module d'Young, respectivement, et le rapport $W_{i/t}$ (Van Lysebetten et al. 2014)

1.7.3.4. Effet de la taille

Les chercheurs ont également étudié le dernier facteur pouvant influencer les performances mécaniques du matériau DSM, à savoir la taille des inclusions de sol. À l'aide de simulations numériques, Van Lysebetten et al. (2014) ont observé sur 68 modèles 2D, comprenant des inclusions de différentes formes et tailles, qu'une grande inclusion peut réduire la résistance et la rigidité davantage que trois inclusions plus petites ayant la même forme et représentant la même fraction volumique. En effet, une tendance générale négative a été observée entre la résistance à la compression, le module d'Young et la taille des inclusions augmente, du moins pour une même forme et une même fraction volumique. Cependant, cette tendance négative entre les deux paramètres mécaniques et la taille des inclusions n'a pas été observée par Hessouh et al. (2018). La Fig. 33 présente l'évolution de la résistance à la compression et du module d'Young en fonction du diamètre des inclusions sphériques de kaolinite incorporées dans la matrice d'argile-sable-ciment. Cette figure montre qu'il n'y a pas d'effet significatif de la taille des inclusions de kaolinite sur la résistance et la rigidité des échantillons de DSM étudiés, que ce soit en termes de données expérimentales ou numériques en 3D.



Fig. 33. Variation en fonction de la taille d'inclusions de kaolinite de : (a) Résistance à la compression ; (b) Module d'Young obtenus en laboratoire par des essais de compression et par simulation numérique (Hessouh et al. 2018)

1.7.4. La zone de transition interfaciale (ITZ) : un rôle clé dans les propriétés des bétons usuels

Dans les travaux de recherche mentionnés précédemment (Vervoort et al. 2012, Van Lysebetten et al. 2014, Hessouh et al. 2018), plusieurs modèles numériques 2D et 3D ont été développés pour estimer la réponse mécanique des matériaux DSM. Les résultats rapportés par Van Lysebetten et al. (2014) ont présenté une dispersion notable, ce qui rend difficile la comparaison entre les résultats numériques et expérimentaux (voir Fig. 26. De plus, il est possible que les propriétés des différentes phases (matrice et inclusions de sol) utilisées dans les modèles de calcul ne soient pas représentatives de l'ensemble des matériaux DSM étudiés, qui

proviennent de divers sites de construction en Belgique. En revanche, les résultats obtenus par Hessouh et al. (2018) ont révélé une certaine surestimation, notamment en termes de résistance à la compression, comme illustré dans la Fig. 28. Selon Wriggers et al. (2006) et Xu et al. (2016), cette surestimation peut également être attribuée à un paramètre clé qui n'a pas été pris en compte dans les modèles de calcul 2D et 3D, il s'agit de la **zone de transition interfaciale** (ITZ : Interfacial Transition Zone en anglais), également désignée sous le nom d'auréole de transition. Cette zone entoure les inclusions de sol non malaxé et les graviers incorporés dans la matrice sol-ciment bien mixée. Même si elle est peu explorée voire pas du tout dans le domaine des matériaux DSM, la notion de la zone de transition interfaciale (ITZ) est décrite dans les prochains paragraphes en se référant à certaines études de recherche sur les bétons, et ce afin de montrer dans quelle mesure cette interface peut impacter le comportement des matériaux DSM contenant des inclusions.

1.7.4.1. Définition et origine de l'ITZ

Le béton est souvent considéré comme un matériau composite triphasique, principalement composé d'une matrice appelée pâte ou mortier dans la littérature, de granulats et d'une zone de transition interfaciale (ITZ) située entre les granulats et la matrice (Winslow et al. 1994 ; Ollivier et al. 1995 ; Larbi et al. 2016 ; Li et al. 2017 ; Vargas et al. 2017 ; Sandal et al. 2020). L'ITZ est considérée comme une zone de faiblesse dans le béton en raison de sa porosité et de sa perméabilité à l'eau plus élevées, ainsi que de ses propriétés mécaniques plus faibles par rapport à la matrice cimentaire environnante. De plus, sa présence dans le matériau béton peut entraîner des conséquences sur les performances hydromécaniques ainsi que sur la durabilité du béton (Zimbelmann 1985 ; Maso 1996 ; Yamei et al. 1997 ; Alexander et al. 1999 ; Akçaoğlu et al. 2004 ; Liao et al. 2004).

Dans la littérature, la formation de l'ITZ dans le béton est attribuée à divers mécanismes qui se produisent pendant la prise et le durcissement du matériau. Ces mécanismes (explicités plus en détail dans la suite de ce paragraphe) comprennent l'effet de paroi des grains de ciment anhydre contre la surface relativement plane des granulats (Scrivener et Gartner 1987 ; Ollivier et al. 1995 ; Scrivener et al. 2004 ; Wang et al. 2016 ; Vargas et al. 2017 ; Muslim 2020 ; Wang et al. 2021a), la manière dont les produits d'hydratation de ces grains de ciment sont formés au niveau de l'interface en comparaison des hydrates formés dans la matrice (Ollivier et al. 1995 ; Scrivener et al. 2004 ; Vargas et al. 2017 ; Muslim 2020), l'échange d'eau et d'ions entre la matrice à l'état frais et les granulats relativement poreux (Ollivier et al. 1995 ; Tasong et al. 1999 ; Akçaoğlu et al. 2004 ; Kong et Du 2015), l'effet "one-sided growth" (Garboczi et Bentz 1991), l'effet de filtration ou effet "two-wall" (Lagerblad et Kjellsen 1999) ainsi que l'effet "micro-bleeding" (Zimbelmann 1987 ; Ollivier et al. 1995 ; Elsharief et al. 2003 ; Erdem et al. 2012 ; Muslim 2020 ; Xu et al. 2003). De plus, ce facteur peut également notable lorsque la taille des granulats est importante (Elsharief et al. 2003). De plus, ce facteur peut également être lié aux conditions de coulage, qu'il y ait ou non une action de vibration (Leemann et al. 2006 ; Wong et al. 2009).

Effet de paroi

Jusqu'à présent, les chercheurs précédemment mentionnés ont conservé une vision critique des mécanismes de formation de l'ITZ avancés dans diverses publications. Cependant, l'effet de paroi a été largement accepté comme l'origine principale de cette zone. En effet, les granulats de taille millimétrique, pouvant atteindre jusqu'à 20 mm, sont nettement plus gros que les grains de ciment anhydre de taille qui ne dépassent pas 100 µm. Ainsi, lors du malaxage et du moulage du mélange de granulats, de sable, de ciment et d'eau, les gros granulats peuvent être considérés comme une "paroi plane" à une certaine échelle. Et comme les grains de ciment présentent des tailles et des formes différentes à une échelle microscopique, il est difficile pour eux de venir en contact avec la surface des granulats supposée "plane", comme montré sur la Fig. 34. Par conséquent, l'arrangement spatial des grains de ciment anhydre est perturbé et devient plus lâche à proximité des granulats, créant ainsi des vides de tailles plus ou moins importantes. Ces vides, principalement remplis de petits grains de ciment anhydre et d'eau, forment une zone adjacente au granulat qui est plus poreuse que la matrice cimentaire loin du granulat. Selon Newman et Owens (2003), cette zone peut être environ 2 à 3 fois plus poreuse que la matrice globale (voir Fig. 34). Étant donné que la transition entre l'ITZ et la matrice est progressive, il n'est généralement pas possible d'identifier clairement une limite nette entre les deux phases (Wang et al. 2021a).



Fig. 34. Illustration de "l'effet de paroi" et de l'ITZ (rectangle rouge) avant le processus de prise et de durcissement d'après Scrivener et al. (2004) et Wang et al. (2021a)

Effet "micro-bleeding"

Dans certaines études (Katz et al. 1998 ; Alexander et al. 1999 ; Chandra 2002), il a été observé que lors du malaxage et du coulage du béton, le mouvement relatif des granulats, des grains de ciment anhydre et de l'eau dans le mélange peut entraîner, en combinaison avec l'effet gravitaire (Fig. 35a), l'accumulation d'eau à proximité des granulats. Cette zone contient moins de grains de ciment anhydre en raison de l'effet de paroi tel qu'illustré dans la Fig. 34, créant ainsi une zone de faiblesse supplémentaire avec un rapport E/C plus élevé que dans le reste de la matrice. Ce phénomène, appelé ressuage localisé ou effet "micro-bleeding", se produit souvent au niveau de la face inférieure des granulats (Ollivier et al. 1995), mais peut également être présent sur la face supérieure ou autour des granulats pour d'autres raisons, telles que le processus de vibration du béton (Lagerblad et Kjellsen 1999). Des études ont été menées pour comparer les caractéristiques de l'ITZ dans les bétons vibrés traditionnels et les bétons autoplaçants (Leemann et al. 2006 ; Wong et al. 2009 ; Wang et al. 2016), et les résultats ont montré que la porosité et l'épaisseur de l'ITZ sont plus grandes dans le cas des bétons vibrés que dans les bétons autoplaçants. De plus, Wang et al. (2016) ont observé que la porosité riétait pas uniforme autour des granulats, mais classée selon la position relative dans l'ITZ : la porosité était plus élevée sur la face inférieure, puis plus faible sur la face latérale et enfin beaucoup plus faible à la face supérieure.



Fig. 35. Illustration montrant la formation de l'ITZ par l'effet de ressuage localisé (effet "micro-bleeding") : (a) Sous effet de gravité ; (b) Sous effet de gravité et de vibration (d'après Kjellsen et al. 1998)

Hydratation du ciment anhydre dans l'ITZ

Bien que l'effet de paroi et l'effet "micro-bleeding" jouent un rôle significatif dans la formation de l'ITZ autour des granulats, la microstructure finale de cette zone de transition, qui détermine ses caractéristiques une fois que le matériau est durci, dépend de la manière dont les produits d'hydratation se forment et se déposent dans l'ITZ, ce qui diffère de la formation dans la matrice (Barnes et al. 1978 ; Ollivier et al. 1995 ; Dobiszewska et

al. 2018). Certains chercheurs (Scrivener et al. 2004; Ma et Li 2014) ont expliqué ce phénomène de la manière suivante : au début du processus d'hydratation, la concentration de silicate dans l'eau interstitielle de la matrice cimentaire est très faible, ce qui entraîne un dépôt préférentiel des CSH principalement autour des grains de ciment anhydre. En revanche, la concentration en ions calcium étant beaucoup plus élevée dans le mélange par rapport à la silice, la portlandite (Ca(OH)₂) se forme dans les pores ouverts (participant à la formation de la matrice). De plus, la silice est supposée inhiber la nucléation de la portlandite, favorisant ainsi sa précipitation loin des grains de ciment. En conséquence, une grande quantité d'ions calcium va migrer dans un deuxième temps vers l'ITZ, qui contient plus d'eau et moins de grains de ciment anhydre, comme mentionné précédemment, conduisant à une importante formation de portlandite dans cette région. Cette observation explique en grande partie pourquoi de nombreux chercheurs ont constaté une présence importante de portlandite (Ca(OH)₂) et une faible quantité de CSH dans l'ITZ (Zimbelmann 1987; Zhang et al. 2009; Kong et al. 2010; Guedes et al. 2013; Muslim 2020; Xu et al. 2022). Selon Winslow et al. (1994) et Liao et al. (2004), la portlandite formée dans l'ITZ est relativement plus large que celle formée dans la matrice.

En ce qui concerne l'orientation de la portlandite dans l'ITZ, les plaquettes de cet hydrate ont tendance à présenter une orientation préférentielle et à se déposer parallèlement à la surface des granulats (Barnes et al. 1978 ; Grandet et Ollivier 1980), comme illustré dans la Fig. 36. Ainsi, en prenant en compte tous les facteurs mentionnés précédemment tels que l'effet de paroi, l'effet "micro-bleeding" et la morphologie des hydrates moins dense près des granulats, il en résulte que l'ITZ présente une porosité plus élevée et, par conséquent, des propriétés mécaniques plus faibles par rapport à la matrice cimentaire environnante.



Fig. 36. Illustration de la morphologie des produits d'hydratation du ciment au niveau de l'ITZ (d'après Kjellsen et al. 1998)

Effet "one-sided growth"

En plus des facteurs mentionnés précédemment, la porosité accrue dans la zone de transition interfaciale peut également être attribuée à l'effet de croissance unilatérale, connu sous le nom d'effet "one-sided growth", tel que proposé par Garboczi et Bentz (1991). Comme décrit précédemment, les CSH se déposent principalement autour des grains du ciment anhydre, avec seulement une petite quantité se formant près de la surface des granulats. De plus, au niveau de cette zone à une certaine échelle, la croissance progressive du gel des CSH ne se produit que dans une seule direction, car ces hydrates ne peuvent pas se développer du côté de la surface des granulats, car ces derniers ne sont pas réactifs. Par conséquent, le remplissage de l'espace résultant de l'hydratation est moins important dans l'ITZ. Ce mécanisme est illustré dans la Fig. 37.



Fig. 37. Illustration de l'effet "one-sided growth" (d'après Kjellsen et al. 1998)

Effet "two-wall"

Le phénomène connu sous le nom d'effet "two-wall" ou effet de filtration (Lagerblad et Kjellsen 1999) se produit lorsque deux ou plusieurs granulats sont situés à proximité les uns des autres et que les grains de ciment sec sont filtrés. En conséquence, il ne reste que quelques petits grains de ciment entre ces granulats. Dans ces zones, il y a une insuffisance de produits d'hydratation, ce qui signifie qu'il n'y a pratiquement pas de matrice de ciment en vrac. On peut même considérer qu'il s'agit du chevauchement de deux ou plusieurs zones de transition interfaciale (ITZ). Ce phénomène est illustré dans la Fig. 38.



Fig. 38. Illustration de l'effet "two-wall" (d'après Kjellsen et al. 1998)

1.7.4.2. Caractérisation de l'ITZ

Diverses techniques avancées ont été utilisées pour caractériser la zone de transition interfaciale (ITZ) en termes de porosité, de perméabilité, de propriétés mécaniques et d'épaisseur. Ces techniques peuvent être classées en deux catégories : les techniques directes et les techniques indirectes. Les techniques directes reposent principalement sur l'observation au microscope électronique à balayage (MEB) des surfaces polies ou des coupes fraîches, suivie d'une analyse d'images (Kjellsen et al. 1998 ; Alexander et al. 1999 ; Erdem et al. 2012 ; Vargas et al. 2017 ; Zacharda et al. 2017). Des études ont également utilisé la nanoindentation ou la mesure de la micro-dureté pour évaluer le gradient des propriétés élastiques le long des profils granulat-ITZ-matrice (Erdem et al. 2012 ; Xiao et al. 2013a ; Allison et al. 2015 ; Xu et al. 2017 ; Zacharda et al. 2017). D'autre part, les techniques indirectes mesurent les caractéristiques de l'ITZ à travers des tests hydrauliques qui se concentrent sur les propriétés de percolation de l'ITZ (Alexander et al. 1999 ; Ma et Li 2014), ainsi que des tests de porosimétrie par intrusion de mercure (PIM) (Winslow et al. 1994 ; Ma 2014). Selon Winslow et al. (1994) et Shane et al. (2000), les pores dans l'ITZ sont généralement plus grands que ceux présents dans la matrice extérieure aux ITZ, expliquant ainsi les différences observées dans les courbes porométriques entre une matrice de ciment sans granulats et du béton.

Toutes ces techniques combinées permettent de déterminer la distribution de la porosité, les modules d'Young, la manière dont les produits d'hydratation se déposent, ainsi que leur fraction volumique le long de la direction perpendiculaire à la surface des granulats. Les paragraphes suivants présentent quelques valeurs typiques de

ces caractéristiques liées à l'ITZ qui ont été rapportées dans la littérature sur les bétons à base du ciment Portland. Ces données permettront d'alimenter les réflexions quant à l'impact des inclusions de type gravier/sable et motte de sol non mixé dans les matériaux DSM.

Porosité

Dans la littérature, le profil de porosité à travers l'ITZ et la matrice du béton a été établi en utilisant l'observation au MEB sur des sections polies, accompagnée d'une analyse d'images informatisée grâce à des méthodes de segmentation, comme décrit par Xu et al. (2022). En utilisant cette approche, de nombreux travaux de recherche ont démontré que la porosité de l'ITZ est plus élevée que celle de la matrice hors ITZ, et cette porosité diminue progressivement à partir de la surface des granulats. Des études antérieures, telles que celles de Scrivener et al. (1988) et de Scrivener et Nemati (1996), ont rapporté que la porosité au niveau de l'ITZ dans un béton avec un rapport E/C de 0,4 est environ trois fois plus élevée que celle de la matrice globale. Des résultats similaires ont été observés par Larbi et al. (2016) dans un mortier cimentaire avec un rapport E/C de 0,4 contenant 50 % et 60 % de sable, où la porosité de l'ITZ était respectivement 2,5 et 5 fois plus élevée que celle de la matrice (voir Fig. 39). Les auteurs ont attribué cette augmentation significative de la porosité, en particulier lorsqu'on ajoute 60 % de sable au mélange, à l'effet "two-wall" ou effet de filtration, qui se produit lorsque les granulats sont proches les uns des autres, entraînant la filtration des grains de ciment anhydre et la réduction de la quantité de ces grains au niveau de l'ITZ.

Perméabilité à l'eau

Dans une étude réalisée par Shane et al. (2000), des tests de PIM ont été effectués sur différents mélanges cimentaires. Les résultats obtenus ont révélé des courbes de distribution de taille des pores monomodale pour la matrice de ciment (0 % de sable). En revanche, les mortiers contenant différentes fractions volumiques de sable présentaient des courbes de distribution de taille des pores bimodale. Dans ces mortiers, la famille de pores les plus fins, d'une taille d'environ 30 nm, a été associée à la matrice, tandis que la famille de pores les plus larges, d'une taille d'environ 0,49 μ m, a été associée à l'ITZ. Selon les auteurs, en raison de la taille plus importante de ses pores et de sa porosité plus élevée, l'ITZ devrait avoir une perméabilité supérieure à celle de la matrice en vrac, avec un rapport pouvant atteindre 10 à 100 fois plus élevé.

En raison des difficultés liées à l'évaluation de la perméabilité de l'ITZ par des tests en laboratoire, certains chercheurs (Li et al. 2016a, 2016b ; Liang et al. 2020 ; Zhang et al. 2021) ont mené des études paramétriques pour évaluer l'influence de la perméabilité de l'ITZ sur la perméabilité effective du béton, en utilisant des simulations numériques basées sur des mesures directes de perméabilité à l'eau effectuées sur des éprouvettes de béton fabriquées en laboratoire. Différentes valeurs de perméabilité de l'ITZ ont été testées dans ces simulations, notamment 5, 10, 20 et 50 fois la perméabilité de la matrice environnante. Finalement, les auteurs ont retenu une valeur de perméabilité de l'ITZ qui est 10 fois supérieure à celle de la matrice. Cette valeur est en accord avec celle utilisée par Wang et Ueda (2011) pour modéliser les propriétés du transport par capillarité dans les bétons.

Propriétés mécaniques

En utilisant des modèles numériques basés sur des mesures expérimentales, Lutz et al. (1997) ont démontré que le module d'Young du matériau constitutif de l'ITZ est environ 30 à 50 % plus faible que celui de la matrice hors ITZ. Plus tard, Hashina et Monteiro (2002) ont également rapporté que le module d'Young de l'ITZ était environ la moitié de celui de la matrice. Sur la base de ces observations, Zhou et al. (2014) ont réalisé une étude paramétrique par un modèle d'éléments finis en 2D en considérant différentes valeurs du module d'Young de l'ITZ. Les résultats ont montré que pour que l'ITZ ait un effet négatif sur le module d'Young effectif (global) du béton, le module d'Young de l'ITZ doit être au moins 70 % inférieur à celui de la matrice. De plus, à l'aide de tests de nanoindentation sur des coupes polies de béton, Xiao et al. (2013b) et Lyu et al. (2022) ont rapporté que le module d'Young diminue à mesure que la distance à la surface du granulat diminue, et que le module d'Young relatif de l'ITZ est d'environ 70 à 90 % de la valeur mesurée hors ITZ, ce qui correspond à la plage d'influence évaluée par Zhou et al. (2014). Pour simuler la réponse mécanique des bétons avec endommagement, Xu et al. (2016) ont considéré un module d'Young d'environ 40 % plus faible que celui de la matrice. En ce qui concerne la résistance à la compression de l'ITZ, tout comme la perméabilité à l'eau, cette

propriété ne peut pas être directement mesurée par des essais en laboratoire. Cependant, dans des travaux de simulation numérique de la réponse mécanique des bétons, Zhou et Hao (2008) ont considéré une résistance d'environ 60 % inférieure à celle de la matrice. Par ailleurs, Qu et Chen (2008) et Huang et al. (2015) ont suggéré respectivement une résistance relative de seulement 15 % et 22 % environ inférieure à celle de la matrice.

Epaisseur

Comme expliqué précédemment, la porosité observée au MEB ainsi que le module d'Young évalué par nanoindentation varient en fonction de la distance par rapport à la surface des granulats. Ces propriétés évoluent progressivement jusqu'à se rapprocher de celles de la matrice cimentaire en vrac, loin des granulats. Cette distance sur laquelle ce gradient de porosité ou de module d'Young est observé est appelée épaisseur de l'ITZ. Un exemple de profil de porosité sur deux mortiers avec différentes fractions volumiques de sable est illustré dans la Fig. 39. Dans la littérature, diverses gammes d'épaisseur d'ITZ ont été rapportées. Certains chercheurs (Winslow et al. 1994 ; Ollivier et al. 1995 ; Tasong et al. 1999 ; Xiao et al. 2013a, 2013b) ont signalé une fourchette allant de 10 à 50 μ m. Dans certains cas, elle peut atteindre jusqu'à 100 μ m (Scrivener 2004) voire 300 μ m, comme rapporté par Liang et al. (2020). Cependant, il y a des situations où l'épaisseur de l'ITZ est limitée à seulement 10 à 20 μ m, comme constaté par Larbi et al. (2016) dans la Fig. 39.



Fig. 39. Profil de porosité détectable déterminée par observation au MEB à partir de la surface de granulat vers la matrice cimentaire hors ITZ : (a) Mortier avec 50 % de sable ; (b) Mortier avec 60 % de sable (Larbi et al. 2016)

1.7.4.3. Effet de l'ITZ sur les performances hydromécaniques du béton

Les paragraphes précédents ont décrit les mécanismes impliqués dans la formation de l'ITZ dans les bétons usuels à base de ciment Portland et de granulats non réactifs et ont expliqué comment cette région présente un rapport E/C plus élevé avec moins de grains de ciment. Cela se traduit par la présence d'une grande quantité de portlandite sous forme de plaquettes de taille plus importante et un déficit de gel CSH pendant le processus de prise du ciment. Ces caractéristiques expliquent la porosité et la perméabilité élevées ainsi que les performances mécaniques inférieures de l'ITZ par rapport à la matrice en vrac. Le comportement du béton à l'échelle macroscopique, bien qu'il soit influencé par les performances de la matrice et les caractéristiques des granulats incorporés tels que la nature, la quantité, la taille, la forme et la répartition spatiale, peut également être affecté par les propriétés de l'ITZ formée à une échelle microscopique. Selon de Larrard et Belloc (1999), l'ITZ autour des granulats est l'endroit privilégié où les premières fissures se développent lors d'un chargement mécanique. De plus, l'ITZ joue également un rôle crucial dans les phénomènes de transport à travers le béton durci.

Effet sur les propriétés mécaniques

Du point de vue mécanique, de Larrard et Belloc (1999) ont signalé que l'effet de la fraction volumique des granulats sur la résistance à la compression du béton n'est pas monotone. En se basant sur les résultats d'essais mécaniques réalisés par Stock et al. (1979) sur des bétons ayant la même matrice, ils ont observé que la résistance à la compression diminue lorsque la quantité de granulats augmente jusqu'à une fraction volumique d'environ 40 %, puis elle commence à augmenter avec la quantité de granulats. Une tendance similaire a été

observée par Tasdemir et Karihaloo (2001), comme illustré dans la Fig. 40a. Meddah et al. (2010) ont également constaté une légère augmentation de la résistance à la compression des bétons contenant des fractions volumiques de granulats supérieures à l'optimum de 40 % indiqué par Stock et al. (1979) et Tasdemir et Karihaloo (2001). En ce qui concerne les propriétés élastiques du béton mesurées en laboratoire, quelques auteurs ont observé une augmentation du module d'Young sécant avec l'augmentation de la fraction volumique des granulats (Tasdemir et Karihaloo 2001 ; Wringgers et al. 2006). Cette observation est en accord avec le modèle développé par Hobbs (1971) pour estimer le module d'Young des matériaux composites, comme testé par Tasdemir et Karihaloo (2001), tel qu'illustré sur la Fig. 40b.



Fig. 40. Variation en fonction de la fraction volumique des granulats de : (a) Résistance à la compression normalisée ; (b) Module d'Young sécant sur des bétons étudiés dans la littérature

Bien qu'aucune explication claire n'ait été établie pour expliquer la diminution de la résistance à la compression dans la plage de fraction volumique des granulats de 0 à 40 %, l'augmentation du volume de l'ITZ avec la quantité de granulats peut partiellement expliquer cette observation. D'autre part, de Larrard et Belloc (1999) ont attribué l'augmentation surprenante de la résistance à la compression avec l'augmentation de la quantité de granulats, alors que le volume de l'ITZ augmente également, à un facteur lié à la quantité, à la taille et à la forme des granulats. Il s'agit de l'épaisseur maximale de la matrice de ciment, comme illustré dans la Fig. 41b. Selon les auteurs, lorsque la fraction volumique des granulats augmente dans le mélange, l'épaisseur maximale de la matrice diminue. Par conséquent, à des fractions volumiques élevées, certains granulats grossiers peuvent être en contact direct, et lors d'un chargement mécanique, ces points de contact seront des zones de concentration de contraintes. En raison de leurs performances mécaniques supérieures, ces granulats grossiers ont tendance à supporter les contraintes (Oger 1987). Cela se traduit donc par des résistances plus élevées. En revanche, en l'absence de ces points de contact, c'est la matrice qui serait fortement sollicitée et serait le premier "fusible" à initier la rupture du matériau.



Fig. 41. (a) Empilement, sec ou dans une matrice, de granulats en contact soumis à un chargement uni-axial ; (b) Béton contenant des granulats dispersés sans contact pour montrer la notion de l'épaisseur maximale de la matrice (de Larrard et Belloc 1999)

Dans l'étude menée par Amparano et al. (2000), une diminution de la résistance à la compression avec l'augmentation de la quantité des granulats a été observée pour des fractions volumiques supérieures à 45 %. Les auteurs ont attribué cela à l'augmentation du volume de la zone de transition interfaciale (ITZ) qui se produit davantage avec la quantité de granulats, fragilisant ainsi l'ensemble du béton. Cette constatation confirme l'hypothèse avancée par de Larrard et Belloc (1999) selon laquelle l'effet de la fraction volumique des granulats sur la résistance à la compression du béton n'est pas monotone.

- Effet sur les propriétés hydrauliques

Il est évident que dans un béton, le volume relatif de l'ITZ est proportionnel à la surface externe des granulats, ce qui dépend de leur fraction volumique et de leur distribution granulométrique (Bentz 2000). Il a été démontré que lorsque la quantité de granulats augmente, l'épaisseur de la matrice diminue. À partir d'une fraction volumique critique de granulats, les ITZ, dont l'épaisseur dépend de plusieurs facteurs tels que le rapport E/C dans la matrice et le type de liant utilisé, peuvent se chevaucher et former des chemins de percolation moins résistants à l'écoulement en raison de la forte porosité et perméabilité dans l'ITZ (Winslow et al. 1994 ; Larbi et al. 2016). Les résultats d'études numériques et expérimentales ont montré que la fraction volumique critique de granulats se situe généralement autour de 50 %, avec des ITZ d'une épaisseur d'environ 15 à 20 µm (Winslow et al. 1994 ; Garboczi et Bentz 1996 ; Shane et al. 2000 ; Zheng et Zhou 2007).

Pour mieux appréhender la théorie de percolation en relation avec la formation de la zone de transition interfaciale (ITZ) dans les bétons, la Fig. 42 présente différentes configurations potentielles illustrant l'effet de l'ITZ sur les propriétés de transfert des bétons. Dans la Fig. 42a, chaque granulat est entouré d'une région ITZ, mais ces dernières ne se chevauchent pas dans leur ensemble, ce qui signifie qu'aucun chemin de percolation n'est formé, même si certaines zones d'ITZ se chevauchent (représentées en jaune) et sont accessibles depuis la surface supérieure de l'éprouvette. La Fig. 42b représente la même configuration que la Fig. 42a, mais l'épaisseur de chaque ITZ a été augmentée de telle manière qu'un chemin de percolation se forme du bas vers le haut de l'éprouvette, mettant en évidence l'effet de l'épaisseur de l'ITZ. En revanche, la Fig. 42c montre la formation d'un chemin de percolation en augmentant la fraction volumique des granulats de 25 % à 35 %.



Fig. 42. Représentation 2D de la théorie de percolation à travers la zone de transition interfaciale (ITZ) dans les bétons : (a) Éprouvette contenant 25 % de granulats entourés de l'ITZ ; (b) Configuration similaire avec une ITZ plus épaisse, formant ainsi un chemin de percolation ; (c) Éprouvette contenant 35 % de granulats, illustrant la formation d'un chemin de percolation en augmentant la fraction volumique de granulats [représentation inspirée des travaux de Bentz (2000) et Shane et al. (2000)] Malgré l'effet de dilution et de tortuosité des granulats sur la perméabilité du béton (Li et al. 2016a, 2016b), c'est-à-dire que l'ajout de granulats avec une perméabilité nettement plus faible que celle de la matrice réduit la capacité du béton à permettre le passage de l'eau, Watson et Oyeka (1981) ont observé que la perméabilité du béton contenant entre 55 et 75 % de granulats était environ 100 fois supérieure à celle de la matrice, avec des rapports E/C compris entre 0,3 et 0,8. Quelques années plus tard, Nyame (1985) a constaté une augmentation de la perméabilité d'un mortier avec un rapport E/C de 0,47 lorsque la quantité de sable variait entre 20 et 70 %, malgré la diminution de la porosité totale accessible à l'eau. Shane et al. (2000) ont indiqué que la perméabilité effective d'un mortier avec un rapport E/C de 0,6 augmentait à mesure que la quantité de sable augmentait dans le mélange. Les auteurs ont rapporté qu'elle atteignait une valeur 40 fois supérieure à celle de la matrice lorsque 55 % de sable était ajouté. Récemment, Liang et al. (2020) ont constaté que, pour un béton avec des rapports E/C élevés (entre 0,4 et 0,6), la perméabilité de la matrice était plus élevée et que l'ajout de granulats ne faisait qu'abaisser la perméabilité effective du béton. En revanche, pour un rapport E/Cde 0,3, la perméabilité effective du béton ne semblait pas diminuer, mais augmenter légèrement.

En se basant sur des études paramétriques utilisant des modèles d'éléments finis en 3D, certains des chercheurs mentionnés (Li et al. 2016a, 2016b ; Liang et al. 2020) ont démontré que, à partir de certaines valeurs critiques de fraction volumique de granulats, d'épaisseur et de perméabilité de l'ITZ, la perméabilité effective du béton peut dépasser celle de la matrice. De ce fait, toutes ces observations, ainsi que celles synthétisées par Wong et al. (2009), montrent que même en termes de propriétés de transfert, l'effet de la fraction volumique n'est pas monotone, mais dépend de plusieurs facteurs tels que les performances de la matrice (notamment la porosité et la perméabilité conditionnées par le rapport E/C, le type de liant utilisé et le temps de cure), les propriétés de l'ITZ (porosité, perméabilité et épaisseur) et les caractéristiques des granulats autres que la fraction volumique (nature, forme, taille et disposition spatiale).

1.7.5. Simulation numérique de la réponse hydromécanique des matériaux cimentaires

Pour étudier le comportement hydromécanique des bétons à l'échelle mésoscopique, plusieurs auteurs ont utilisé la tomographie aux rayons X pour reconstruire une image 3D de la véritable mésostructure du matériau, comme illustré dans la Fig. 43 (Tian et al. 2019 ; Wang et al. 2022a).



Fig. 43. Images 3D des granulats reconstruites par segmentation de scans 2D en tomographie aux rayons X (Wang et al. 2022a)

Par ailleurs, étant donné le coût élevé de la tomographie aux rayons X et afin d'étudier un plus grand nombre de mésostructures de béton avec des fractions volumiques, des tailles et des dispositions spatiales difficiles à contrôler expérimentalement lors de la préparation des éprouvettes, d'autres chercheurs ont exploré le concept de la structure d'agrégats aléatoires (RAS : random aggregate structure), que ce soit en 2D (Du et al. 2013 ; Zhou et al. 2014) ou en 3D (Wringgers et al. 2006 ; Li et al. 2016a, 2016b ; Xu et al. 2016 ; Liang et al. 2020). Cette technique, basée sur des algorithmes spécifiques, permet de générer de manière aléatoire, dans un espace donné tel qu'une éprouvette cylindrique de béton, des granulats avec une forme donnée, sans contact, jusqu'à ce que la fraction volumique souhaitée soit atteinte. Afin d'obtenir une distribution granulométrique plus

compacte et représentative dans les mésostructures du béton, la plupart des chercheurs utilisent souvent la courbe de Fuller pour générer des agrégats de forme sphérique, ellipsoïdale ou polyédrique, comme illustré dans la Fig. 44.



Fig. 44. Eprouvettes cylindriques avec différentes formes d'agrégats générées par la courbe de Fuller (Xu et al. 2016)

Dans le but de simuler le comportement du béton en tant que matériau composite triphasique, les chercheurs mentionnés ont intégré l'ITZ dans les modèles 2D et 3D générés, comme une troisième phase. Wang et al. (2022a) ont rapporté trois options à cet égard. La première option consiste à négliger la présence de l'ITZ, qui est le lieu d'initiation des premières fissures lors d'une sollicitation mécanique (de Larrard et Belloc 1999), en supposant que le comportement inélastique du béton serait assuré par le mortier grâce à son comportement élastoplastique (Park et al. 2001 ; Bonifaz et al. 2017) ou élastoplastique avec endommagement (Du et al. 2014). Cependant, Wang et al. (2021b) ont montré que cette approche peut surestimer la résistance à la compression du béton, ce qui explique également les différences entre les résultats numériques et expérimentaux obtenus par Hessouh et al. (2018). La deuxième option consiste à générer une couche solide et continue, d'une épaisseur uniforme, entourant les granulats pour simuler l'ITZ (Du et al. 2013 ; Xu et al. 2016), et à lui attribuer un comportement élastoplastique avec endommagement. Pour générer l'ITZ, Xu et al. (2016) ont utilisé la méthode d'expansion des agrégats (AEM : aggregate-expansion method), développée par Shuguang et Qingbin (2015) et illustrée dans la Fig. 45.



Fig. 45. Génération de l'ITZ par la méthode d'expansion des agrégats développée par Shuguang et Qingbin (2015)

Cependant, en raison de la faible épaisseur de l'ITZ par rapport à la taille d'éléments finis utilisés dans la modélisation, certains auteurs ont dû utiliser une épaisseur significativement plus grande afin d'éviter des densités élevées et une complexité de maillage dans ces régions, ce qui rend les calculs très lents. Par exemple, dans l'étude menée par Du et al. (2013), une épaisseur de 1 mm a été considérée. Afin de rendre possible l'utilisation d'une épaisseur réaliste, la troisième option consiste à simplifier l'ITZ en lui attribuant une épaisseur nulle. Cette approche est connue sous le nom d'approximation "zero-thickness" (Li et al. 2016a, 2016b ; Tian et al. 2019 ; Liang et al. 2020 ; Wang et al. 2022a). En effet, cette méthode, illustrée dans la Fig. 46, permet

de simplifier le modèle numérique et de réduire la complexité du maillage, ce qui facilite les calculs et économise les ressources informatiques. Cependant, il convient de noter que cette simplification de l'ITZ peut ne pas refléter parfaitement la réalité physique de cette région. Par conséquent, cela peut avoir un impact direct sur les résultats numériques obtenus. De plus, étant simulée avec une épaisseur nulle, l'approximation "zero-thickness" est généralement limitée aux bétons présentant une épaisseur très fine, car si l'épaisseur réelle est plus importante, cette approche ne garantit pas la formation des chevauchements nécessaires pour la création des chemins de percolation mentionnés précédemment.



Fig. 46. Illustration de l'approximation de "zero-thickness" (Li et al. 2016a, 2016b)

Grâce à des approches expérimentales et en tenant compte de certaines hypothèses simplificatrices, les travaux de recherche précédents ont donné des résultats numériques prometteurs pour prédire les performances mécaniques et hydrauliques de différentes formulations de béton. Ces études se sont basées sur des mésostructures réelles obtenues par la tomographie aux rayons X ou sur des mésostructures artificielles générées par le concept de RAS. Elles ont considéré le béton comme un matériau composite triphasique, composé d'une matrice, de granulats et d'une zone de transition interfaciale (ITZ) modélisée avec une épaisseur nulle ou une épaisseur uniforme finie. Cette thèse s'inspire de ces travaux pour étudier numériquement la réponse hydromécanique des matériaux DSM. Cette analyse sera développée dans le chapitre (7) du présent rapport.

1.8. Durabilité du matériau DSM

Après avoir discuté des caractéristiques du matériau DSM du point de vue mécanique et après avoir montré sa complexité compte tenu de ses spécificités en comparaison d'un béton conventionnel, il est important de discuter de la durabilité d'un tel matériau, en lien direct avec sa porosité, perméabilité et des chemins privilégié du passage de l'eau. La notion de durabilité peut être définie comme la capacité d'un matériau à maintenir une stabilité de ses performances sur une période prolongée malgré l'exposition à des conditions climatiques destructrices (Dempsey et Thompson 1967), comme le montre de manière illustrée la Fig. 47.



Fig. 47. Illustration de l'évolution à court terme et à long terme des performances d'un matériau soumis à différentes actions environnementales d'après la norme NF EN 1990 (AFNOR 2003a)

Etant donné que la méthode DSM est relativement récente, il existe peu de retours d'expérience sur l'évolution des performances des matériaux produits. Par conséquent, il n'existe aucune approche spécifique permettant d'estimer la durabilité des matériaux produits par la méthode DSM. Dans le cadre de cette thèse, les études de

durabilité réalisées dans le domaine des bétons sont donc prises comme références. Deux approches ont été établies dans le cas des bétons : l'approche prescriptive et l'approche performantielle. Ainsi, l'étude de durabilité des matériaux DSM va se baser sur ces deux approches.

1.8.1. Approche de la durabilité du béton

L'approche prescriptive, conformément à la norme NF EN 206-1 (AFNOR 2004a), se limite à définir des valeurs seuils applicables à la formulation des bétons. Cela comprend un rapport maximal E/C, un dosage minimal en ciment, une quantité limitée d'additions, ainsi que la classe de résistance (Tableau 9) en fonction de l'environnement auquel le béton sera exposé pendant sa période de service (Tableau 10). En revanche, l'approche performantielle nécessite d'autres propriétés, appelées "indicateurs de durabilité". Ces indicateurs de durabilité peuvent être facilement mesurés à partir d'essais de laboratoire reproductibles, en suivant des procédures bien définies. Ils peuvent également être utilisés comme base de données d'entrée dans certains modèles permettant de prédire l'évolution du comportement des bétons dans différents environnements. De plus, des seuils ont été proposés par Baroghel-Bouny (2005a) en fonction de la durée de vie requise pour l'ouvrage (voir un exemple du béton soumis à la corrosion dans le Tableau 11).

 Tableau 9. Valeurs limites spécifiées des paramètres de formulation des bétons pour les classes d'exposition courantes selon la norme NF EN-206-1 (AFNOR 2004a)

Classe d'exposition	X0	XC1 / XC2	XF1 / XC2 / XC4 / XD1	XF2	XF3	XF4
E _{eff} /Liant équivalent maximal	-	0,65	0,6	0,55	0,55	0,45
Classe de résistance minimale	-	C20/25	C25/30	C25/30	C25/30	C25/30
<i>Teneur minimale de liant équivalent (kg/m³)</i>	150	260	280	300	315	340
Teneur minimale en air (%)	-	-	-	4	4	4
Additions maximales Ex : cendres volantes	0,30	0,30	0,30	0,30	0,30	0,15

Tableau 10. Classes d'exposition selon la norme NF EN-206-1 (AFNOR 2004a) et les Eurocodes

Classe d'exposition	Description	
X0	Aucun risque	
XC	Corrosion induite par carbonatation	
XD	Corrosion induite par chlorures autres que marins	
XS	Corrosion induite par chlorures provenant de l'eau de mer	
XF	Gel/dégel avec ou pas sels de déverglaçage	
XA	Attaques chimiques	

 Tableau 11. Classes et valeurs limites relatives aux indicateurs de durabilité généraux pour estimer la durabilité potentielle d'un béton vis-à-vis de la corrosion (Baroghel-Bouny 2005a)

		Classes et valeurs limites				
	Durabilité potentielle					
Indicateurs de durabilité généraux		Faible (F)	Moyenne (M)	Elevée (E)	Très élevée (TE)	
Porosité accessible à l'eau Peau (%)	> 16	14 à 16	12 à 14	9 à 12	6 à 9	
Coefficient de diffusion effectif des chlorures $D_{eff} (10^{-12} m^2.s^{-1})$	> 8	2 à 8	1 à 2	0,1 à 1	< 0,1	
Coefficient de diffusion apparent des chlorures (mesuré par essai de migration) $D_{app(mig)}(10^{-12} m^2.s^{-1})$		10 \ 50	5 \ 10	1 à 5	< 1	
Coefficient de diffusion apparent des chlorures (mesuré par essai de diffusion) $D_{app(dif)}(10^{-12} m^2.s^{-1})$	> 30	10 a 50	5 a 10	< 5		
Perméabilité apparente aux gaz $K_{app(gaz)}$ (10 ⁻¹⁸ m ²)	> 1000	300 à 1000	100 à 300	30 à 100	< 30	
Perméabilité à l'eau liquide (à P_{max} , par mesure directe du flux, après saturation) k _{liq} (10 ⁻¹⁸ m ²)	> 10	1 à 10	0,1 à 1	0,01 à 0,1	< 0,01	
Teneur en Ca(OH) ₂ (% massique par rapport au ciment)	< 10	10 à 13	13 à 20	20 à 25	≥25	

Les indicateurs de durabilité peuvent être classés en deux catégories principales : les "indicateurs de durabilité généraux", qui sont applicables à la plupart des types de dégradations, notamment la corrosion des armatures, et les "indicateurs de durabilité spécifiques", qui visent à prévenir les dommages liés au gel/dégel, aux gonflements internes dus à la réaction alcali-granulat (RAG) ou aux réactions sulfatiques internes (RSI), entraînant la cristallisation de l'ettringite secondaire. En outre, un troisième type d'indicateurs de durabilité, appelé "indicateurs de durabilité de substitution", a été introduit pour offrir une certaine flexibilité en remplaçant certains des indicateurs de durabilité généraux par d'autres paramètres (AFGC 2004). Tous ces indicateurs sont récapitulés dans le Tableau 12.

Indicateurs de durabilité généraux	Porosité accessible à l'eau		
	Coefficient de diffusion (apparent ou effectif) des ions chlorure		
	Perméabilité aux gaz		
	Perméabilité à l'eau		
	Teneur en portlandite Ca(OH) ₂		
Indicateurs de durabilité spécifiques aux gel/dégel et RSA/RSI	Teneur en air occlus		
	Facteur d'espacement du réseau de bulle d'air		
	Mesure de la masse écaillée		
	Résistance à la compression		
Indicateurs de durabilité spécifiques aux RSA/RSI	Quantité de silice libérée par les granulats en fonction du temps (cinétique)		
	Concentration en alcalins équivalents (Na ₂ O _{éq}) actifs de la solution interstitielle		
	Déformation de gonflement d'éprouvettes en béton		
Indicateurs de durabilité de substitution	Porosité accessible au mercure		
	Résistivité électrique		
	Quantité d'électricité		
	Coefficient de diffusion du CO ₂		
	Coefficient de diffusion de l'eau traitée		
	Coefficient d'absorption capillaire		

Tableau 12. Indicateurs de durabilité sélectionnés pour les bétons selon AFGC (2004) et Baroghel-Bouny (2005a)

1.8.2. Qu'en est-il pour le matériau DSM ?

Il convient de noter qu'actuellement, aucune tentative n'a été faite pour évaluer la durabilité du matériau solciment, en particulier du matériau DSM. Par conséquent, aucun système de classification ni de seuils pour les indicateurs de durabilité n'a été établi. Une première réflexion consiste à s'inspirer de l'approche utilisée pour le béton (approche performantielle) ou à se référer aux seuils généraux des indicateurs de durabilité prescrits pour classer la durabilité d'un béton en termes de corrosion, tout en se situant dans la même classe d'exposition (XC1, XC2, XC3 ou XC4). Cependant, les seuils présentés dans le Tableau 9 ne peuvent être directement transposés au matériau DSM, car ils sont spécifiques aux bétons. En effet, le matériau DSM possède des propriétés particulières qui le distinguent du béton. Il présente une porosité beaucoup plus élevée, généralement comprise entre 25 % et 70 % (Denies et al. 2012a ; Deng et al. 2015 ; Helson et al. 2018 ; Amrioui et al. 2023a), contrairement aux bétons et mortiers cimentaires dont la porosité est comprise entre 10 % et 30 % (Pandey et Sharma 2000 ; Chen et al. 2013 ; Kim et al. 2014 ; Zhang et al. 2018a). Cette forte porosité est due au rapport E/C très élevé, compris entre 1,14 et 12,7, utilisé dans les mélanges DSM réalisés au laboratoire GERS/SRO à partir de différents types de sols (Le Kouby et Duc 2017, 2018 ; Duc 2020), par rapport à un béton ordinaire (E/C = 0,5). Il convient de noter que ces fortes quantités d'eau sont nécessaires pour assurer la fluidité des mélanges DSM et faciliter la mise en place du matériau sur le site de construction.

En ce qui concerne les indicateurs de durabilité applicables au matériau DSM, on pourrait faire une analogie avec ceux utilisés dans l'approche béton. Dans cette perspective, la porosité accessible à l'eau ou au mercure ainsi que la perméabilité à l'eau sont les indicateurs de durabilité considérés comme pertinents (tout comme dans le cas des bétons). En revanche, le coefficient de diffusion des chlorures et la teneur en portlandite ne

sont pas pris en compte en raison de l'absence d'environnement marin et d'armatures métalliques, et du fait que le ciment utilisé pour renforcer les digues de la Loire Moyenne est un ciment CEM III/C (contenant au moins 85 % de laitier), et que la portlandite formée lors de l'hydratation du clinker ne cristallise pas ou est consommée systématiquement après formation par les réactions pouzzolaniques étant donné qu'elle est absente des diffractogrammes de rayons X obtenus sur les matériaux DSM une fois durcis. La mesure de la perméabilité aux gaz permet d'étudier la carbonatation du matériau. Cependant, ce phénomène se produit de manière modérée, car l'écran étanche réalisé dans le corps de la digue en terre est entièrement enterré. De plus, en cas de carbonatation, ce phénomène pourrait en réalité renforcer l'étanchéité de la digue en réduisant la porosité globale du matériau DSM qui compose l'écran étanche compte tenu de la précipitation de composés carbonatés néoformés. C'est bien évidement à condition qu'aucune fissuration ne se développe à la suite de ces précipités. La carbonatation cependant ne pose pas de problème étant donné l'absence d'armatures métalliques dans les écrans étanches. Le séchage du matériau (voire sa désaturation) par une exposition à l'air voire au cours d'un chauffage est cependant particulièrement impactant sur les propriétés du matériau DSM comme observé par Guimond-Barrett (2013) et Helson et al. (2018).

Par ailleurs, utiliser la porosité accessible à l'eau et la perméabilité à l'eau pourraient être des indicateurs de durabilité judicieux afin de surveiller la détérioration à long terme des performances du matériau DSM utilisé pour assurer l'étanchéité d'une digue en terre. La vitesse de pénétration des agents agressifs et de l'eau dans le matériau, ainsi que la cinétique de certains phénomènes tels que les variations de l'état hydrique, l'absorption capillaire et la succion, dépendent de ces deux propriétés.

La plupart des indicateurs de durabilité mentionnés sont en fait directement ou indirectement liés à la microstructure des matériaux. La porosité totale accessible et la distribution de la taille des pores jouent un rôle essentiel dans le comportement hydromécanique global du matériau DSM, et par conséquent, dans sa durabilité (Deng et al. 2015 ; Helson et al. 2018 ; Amrioui et al. 2023a). C'est pourquoi la mesure de la porosité accessible à l'eau, conformément à la norme NF P94-410-3 (AFNOR 2001), est systématiquement utilisée à l'échelle des éprouvettes centimétriques, tandis que la porosimétrie par intrusion de mercure (PIM) est utilisée à l'échelle locale (matrice sol-ciment ou inclusion de sol non malaxé). En effet, la PIM permet à la fois de mesurer la porosité totale P_{Hg} (%) du matériau et de déterminer la distribution porométrique (familles des pores), pouvant être utilisées dans une approche prédictive pour calculer la perméabilité à l'eau K (m/s) de ce dernier. Dans les chapitres (3) et (4) de ce manuscrit, sont abordés respectivement la description du réseau de pores des matériaux DSM à base du ciment CEM III/C ainsi que certains modèles prédictifs développés dans la littérature pour estimer leur perméabilité à l'eau.

Enfin, étant donné l'utilisation croissante de la technique de DSM, en particulier pour les applications d'étanchéité dans les digues en remblai où la moindre défaillance peut causer d'importants dégâts, une approche similaire à celle du béton devrait être appliquée. Il faudrait donc créer un système de classes et de seuils pour le matériau DSM, tout en développant de nouveaux indicateurs de durabilité spécifiques à ce matériau. Par exemple, ces indicateurs pourraient inclure les caractéristiques des inclusions de sol non malaxé avec le ciment et l'eau ajoutés dans les mélanges DSM (quantité, taille, forme, position relative, etc.), la pouzzolanicité des sols à traiter ainsi que leur argilosité, comme proposé par Le Kouby et Duc (2018).

1.8.3. Zones de dégradation dans un écran étanche en DSM dans une digue

Parallèlement aux développements d'indicateurs de durabilité, il est important de tester en laboratoire dans des conditions naturelles ou de dégradations accélérées, les propriétés des matériaux DSM pour mettre en évidence des lois de comportement ou des corrélations. Ces essais, permettant de mieux comprendre le mode de dégradation du matériau, doivent aider à établir des indicateurs spécifiques au matériau DSM.

Aussi avant d'établir un protocole de vieillissement artificiel en laboratoire visant à simuler l'altération des performances du matériau DSM, les différentes contraintes auxquelles le matériau est exposé dans le sol environnant l'écran étanche, sont listées au travers d'observations sur sites. Ces observations permettent d'établir les divers types de dégradations susceptibles de se produire. La Fig. 48 illustre le profil en travers d'une digue de la Loire renforcée par un écran étanche en DSM. Selon Duc (2020), les différents facteurs influençant l'évolution des performances du matériau DSM, en fonction de la zone de sollicitation (Fig. 48), peuvent être regroupés en plusieurs catégories :

- La dégradation due aux attaques sulfatiques, que ce soit en présence de gypse dans le sol ou à la suite de la percolation d'eau sulfatée, peut entraîner la formation d'ettringite dite secondaire. Cette ettringite peut cristalliser dans les pores de la matrice cimentaire, ce qui entraîne le colmatage des pores suivi de la formation de fissures. Il convient de noter que la porosité élevée du matériau DSM (25 à 70 %) par rapport aux bétons (environ 15 %) contribue à réduire l'effet des réactions sulfatiques externes, tout comme l'effet de l'alkali-réaction.
- 2) La dégradation due au gel/dégel se produit dans une couche de surface d'une épaisseur maximale de 40 à 50 cm. Une fois de plus, la porosité élevée du matériau DSM contribue à réduire l'impact du gel/dégel, car elle offre un espace poreux disponible où les cristaux de glace peuvent se former sans fissurer la matrice.
- 3) La dégradation due au phénomène de désaturation/séchage pendant les périodes de sécheresse se produit dans une couche de surface de l'ouvrage où la température maximale atteint 40 à 50 °C. L'épaisseur affectée dépend de la conductivité thermique du matériau DSM et de la succion résultant de sa microstructure. Lorsqu'il se trouve dans un état relativement désaturé, le matériau est soumis au phénomène de carbonatation. En l'absence d'armatures, ce phénomène peut être bénéfique pour la résistance en compression du matériau DSM, car il peut entraîner une augmentation de masse due au remplissage de certains pores par de la calcite. Cependant, son effet sur la perméabilité à l'eau n'est pas clairement établi, notamment en raison de la modification de la microstructure du matériau causée par la carbonatation. En effet, en plus de certains pores qui se remplissent de calcite, d'autres pores peuvent également se former entre les particules néoformées.
- 4) Dégradation par phénomène de lessivage par les pluies dans une couche de surface et dégradation du matériau DSM dans la zone saturée avec la présence d'un flux d'eau "pure" dans le sol. On parle ici du lessivage du matériau par percolation/diffusion à cause du gradient du pH entre l'eau du sol et le milieu cimentaire ayant un caractère basique. Une dissolution des hydrates cimentaires se produit donc ou du moins leur lessivage par relargage préférentiel des cations Ca²⁺ (Kitazume et al. 2003 ; Takahashi et al. 2018). Bien que la cinétique du phénomène in-situ reste assez mal définie compte tenu de la taille des pores, la résistance mécanique du matériau chute habituellement après lessivage.
- 5) Dégradation par phénomène de retrait-gonflement des argiles contenues dans les inclusions de sol non malaxé avec le ciment. Des études minéralogiques en laboratoire sont nécessaires afin de connaître la composition minéralogique des sols présents sur les sites traités par la méthode de DSM. Il est important d'anticiper ce type de dégradation, car ces boulettes de sol sont inévitablement présentes dans la matrice de DSM. Il s'agit de comparer les pressions de gonflement du sol à la résistance en traction de la matrice de DSM pour essayer d'estimer la possible initiation de fissuration.
- 6) Enfin, dégradation par phénomène de saturation/désaturation combiné au phénomène de remontée capillaire dans la zone de battement de la nappe. Cette interaction entre la saturation et la désaturation du matériau joue un rôle important dans sa détérioration. En laboratoire, on tente souvent de reproduire ce phénomène en utilisant des cycles d'humidification/séchage. Cependant, il convient de noter que ces cycles, caractérisés par un séchage poussé dans des conditions artificielles telles qu'une étuve, peuvent entraîner des dégradations importantes qui ne reflètent pas fidèlement les conditions réelles sur le chantier. Par conséquent, il est essentiel de trouver des méthodes de laboratoire plus réalistes pour simuler la dégradation par saturation/désaturation du matériau DSM.

Les travaux dans cette thèse vont se concentrer sur la simulation en laboratoire de la dégradation spécifique liée aux variations de l'état hydrique causées notamment par les variations saisonnières qui peuvent être accentuées avec le changement climatique [dégradations (3), (4), (5) et (6) dans la Fig. 48]. L'objectif est d'évaluer l'impact de la présence d'inclusions de sol sur l'évolution des propriétés microstructurales (porosité accessible à l'eau et au mercure), hydrauliques (perméabilité à l'eau) et mécaniques (résistance à la compression et module d'Young) des matériaux DSM fabriqués en laboratoire et soumis à différentes sollicitations hydriques décrites dans le chapitre (2). Les résultats seront comparés à ceux des éprouvettes en cure endogène utilisées comme référence. Il s'agit de suivre l'évolution de ces propriétés en fonction de la zone où se trouve le matériau dans l'ouvrage, ainsi que la dégradation en fonction du nombre de cycles et de la quantité d'inclusions présentes dans le matériau.


Fig. 48. Profil en travers d'une digue en terre confortée par la technique de Trenchmix® : différents types de dégradation du matériau DSM dans l'écran étanche à cause de la variation d'état hydrique et des mouvements d'eau

1.8.4. Vieillissement artificiel en laboratoire

1.8.4.1. Cycles d'humidification/séchage

Bien que l'utilisation de la méthode de DSM pour créer des écrans étanches à l'intérieur des digues de protection contre les inondations puisse réduire le risque de rupture due à l'érosion interne, améliorant ainsi leur durabilité et leur résilience, il convient de noter que, comme illustré dans la Fig. 48, un écran étanche en DSM intégré dans une digue en terre peut être exposé à des variations d'état hydrique liées à des événements climatiques extrêmes. Ces événements se manifestant par des cycles d'humidification/séchage. Le matériau DSM doit donc être capable de résister à telles conditions. Par conséquent, il est essentiel de réaliser une évaluation approfondie des conditions du site et de mettre en place un système d'instrumentation approprié à la fois dans le corps de la digue et dans l'écran étanche afin de comprendre l'impact des différentes sollicitations hydriques auxquelles le matériau DSM est soumis dans le sol environnant.

De plus, il est crucial de prendre en compte l'impact des cycles d'humidification/séchage lors de l'étude de la durabilité des mélanges sol-ciment, en particulier des matériaux DSM utilisés pour l'étanchéité des digues fluviales. Ces matériaux sont exposés au battement de niveau de la nappe (saturation, désaturation, séchage partiel ou complet) ainsi qu'aux variations climatiques, ce qui peut influencer leur comportement à long terme. En fonction des propriétés des sols, des proportions de liant et d'eau, et du choix des cycles, le matériau peut subir des altérations telles que des variations de volume (gonflement), des pertes de masse, des augmentations de la porosité et de la perméabilité, ainsi que des réductions de résistance mécanique.

La norme ASTM-D559 (ASTM 2003) est largement utilisée en laboratoire comme référence pour étudier l'impact des cycles d'humidification/séchage sur la durabilité des sols traités au ciment et/ou à la chaux, ainsi que des mortiers cimentaires (Argane 2013). Cependant, cette norme est généralement adaptée par les chercheurs en fonction des propriétés des sols, des dispositifs expérimentaux et des caractéristiques mesurées, afin de mieux correspondre aux contraintes pratiques (Hoyos et al. 2005 ; Akcanca et Aytekin 2014 ; Stoltz et al. 2014 ; Aldaood et al. 2014). Il convient de noter que même si ces cycles peuvent être réalisés rapidement en laboratoire, il serait utopique de s'attendre à ce qu'ils représentent fidèlement les conditions réelles, notamment lorsqu'il s'agit de reproduire les sollicitations hydriques in-situ sur une digue ou un écran en DSM. En effet, ces cycles, considérés comme extrêmes, peuvent être très utiles pour classer différentes formulations de mélanges sol-ciment ou de mortiers cimentaires en fonction de leur résistance à des variations d'état

hydrique très prononcées. Pour se rapprocher davantage des conditions hydriques réelles rencontrées sur le terrain, d'autres chercheurs ont utilisé des cycles hydriques plus modérés (Rao et al. 2001 ; Guney et al. 2007 ; Tang et al. 2011 ; Estabragh et al. 2013 ; Stoltz et al. 2014).

Dans les travaux de thèse de Mehenni (2015), Helson (2017) et De Baecque (2019), les auteurs ont synthétisé des protocoles d'application de cycles d'humidification/séchage en fonction des matériaux étudiés, en précisant l'intensité et la durée de chaque cycle. Cependant, il est important de noter que bien que d'autres références aient été ajoutées à ces synthèses, la liste des cycles résumée dans le Tableau 13 reste non exhaustive. En effet, cette synthèse prend en compte différents types de sols traités avec différents types de liants. Toutefois, les recherches portant spécifiquement sur les matériaux DSM, en particulier avec du CEM III/C, se limitent aux travaux de Guimond-Barrett (2013), Helson et al. (2018) et Le Kouby et al. (2018). Dans le cadre de cette thèse, deux types de cycles d'humidification/séchage sont proposés pour simuler les dégradations (3), (5) et (6) de la Fig. 48. Ces cycles se basent sur la synthèse des travaux antérieurs et les résultats obtenus grâce à l'instrumentation mise en place dans le corps d'une digue le long de la Loire Moyenne et dans un écran étanche en DSM sur l'un des sites d'où proviennent les matériaux étudiés. Ce protocole est présenté dans le chapitre (2) de ce manuscrit de thèse.

Référence	Matériau étudié	Cycle d'humidification	Cycle de séchage		
ASTM-D559 (ASTM 2003)	Sol-ciment compacté	Immersion 5h dans l'eau à 21±5 °C	Séchage à l'étuve à 71 °C pendant 48h		
Rao et al. (2001)	Sol argileux gonflant traité à la chaux et compacté	Dans une bague de consolidation, absorption d'eau à partir d'un lit sableux humide pendant 48h	Dans une bague de consolidation, séchage par ventilation d'air chaud à 40 °C pendant 48h		
Hoyos et al. (2005)	Sol gonflant (riche en sulfates) traité à la chaux, au ciment CEM V et aux cendres volantes	Dispositif spécifique qui permet le retrait gonflement, immersion dans l'eau à 22 °C pendant 12 h	Dispositif spécifique qui permet le retrait gonflement, passage à l'étuve à 71 °C pendant 12 h		
Guney et al. (2007)	Argiles traitées à 3 % et 6 % de chaux	Dans une cellule de consolidation, ajout d'eau jusqu'à la stabilisation du gonflement pendant 60 h	Séchage à l'air libre à 24 °C jusqu'au retour à la teneur en eau initiale		
Khattab et al. 2007	Sol traité à la chaux, compacté et placé dans une cellule œdométrique	Imbibition jusqu'à saturation : immersion du bas de l'éprouvette dans l'eau	Dans un dessiccateur à 20 °C. Imposition de l'humidité relative par palier (76 %, 44 %, 32 %) pour augmenter la succion, 48h pour chaque palier		
Kalkan (2011)	Sol argileux traité à la fumée de silice et compacté	Dans une cellule œdométrique (gonflement possible), immersion dans l'eau à température ambiante pendant 24h	Dans une cellule œdométrique, séchage à l'air libre à 22 °C pendant 120h		
Tang et al. (2011)	Sol argileux traité à la chaux et compacté	Pulvérisation d'eau sur l'éprouvette, puis éprouvette entourée de film en plastique pour homogénéisation de la teneur en eau, jusqu'à atteindre la teneur en eau souhaitée (24h minimum)	Séchage à l'air libre, puis éprouvette entourée de film en plastique pour homogénéisation de la teneur en eau, jusqu'au retour à la teneur en eau initiale		
Estabragh et al. (2013)	Sol gonflant traité à la chaux et au ciment (CEM I)	Dans une cellule oedométrique modifiée avec un système d'application de température, imbibition d'eau avec gonflement à charge constante, jusqu'à stabilisation du gonflement pendant 168h (7 jours)	Dans une cellule oedométrique modifiée avec un système d'application de température, séchage par augmentation de la température de la cellule (45 °C) avec possibilité de drainage d'eau, jusqu'à stabilisation du retrait		
Argane (2013)	Mortier cimentaire (sable + CEM I)	Immersion dans l'eau à 15 °C pendant 8h	Séchage à l'étuve à 60 °C pendant 1h (refroidissement à		

 Tableau 13. Synthèse non exhaustive de protocoles d'application de cycles d'humidification/séchage sur des sols traités et des mortiers cimentaires dans différents travaux de recherche

			l'air libre pendant 24h pour éviter le choc thermique)	
Guimond-Barrett (2013) (cycles au jeune âge)	Sable/limon mélangé au ciment CEM III/C	Immersion dans l'eau pendant 1 à 4 jours	Séchage dans une enceinte climatique à 20 °C et 65 % HR pendant 24h	
Akcanca et Aytekin (2014)		Dans un perméamètre à paroi rigide, imbibition d'eau jusqu'à saturation pendant 5 semaines	Dans un perméamètre à paroi rigide, passage à l'étuve à 35±5 °C pendant 48h	
Aldaood et al. (2014)	Sol gypseux traité à la chaux	Immersion dans l'eau à 20 °C pendant 48h	Séchage à l'étuve à 60 °C pendant 48h	
Li (2014)	Limon argileux mélangé au ciment CEM I	Immersion dans l'eau pendant 24h	Séchage à l'étuve à 40 °C pendant 3 jours	
Stoltz et al. 2014	Argile gonflante traité à 2 % et 5 % de chaux dans une cellule oedométrique	Imposition d'une succion de 0 MPa par contact avec une solution osmotique, pendant 7 jours	Imposition d'une succion de 8 MPa par contact avec une solution osmotique, pendant 7 jours	
Mehenni (2015) (adaptation de la norme ASTM-D559)	6 - 1 1 4 1 2	Immersion dans un bac d'eau à 20 °C pendant 48h	Etuve à 60 °C pendant 48h	
Mehenni (2015) (cycles modérés)	% de chaux	Montée capillaire à 20 °C pendant 7 à 21 jours	Dans une enceinte climatique (20 °C et 54 % HR) jusqu'à atteindre une teneur en eau de 3 % (pendant 15 à 21 jours)	
Helson et al. (2018) (cycles accélérés)	Sable/argile mélangés au	Immersion dans l'eau pendant 48h	Séchage à l'étuve à 53 °C pendant 24h	
Helson et al. (2018) (cycles longs)	Helson et al. (2018) (cycles longs) Sable/argine melanges au ciment CEM III/C		Séchage dans une enceinte climatique à 20 °C et 50 % HR pendant 2 semaines	
Le Kouby et al. (2018) (cycles au jeune âge)	Sable/limon mélangé au ciment CEM III/C	Immersion dans l'eau pendant 1 à 3 jours	Séchage dans une enceinte climatique à 20 °C et 65 % HR pendant 24h	

1.8.4.2. Dégradation du matériau DSM par sollicitation chimique

La zone (4) située en bas de l'écran étanche dans la Fig. 48, où le matériau DSM est en permanence saturé, peut subir une dégradation chimique à long terme en raison de la présence d'un flux d'eau provenant du sol environnant l'ouvrage en DSM. Cette dégradation est principalement observée à partir de la surface de l'écran en DSM au contact du sol et point d'entrée du flux d'eau (Hayashi et al. 2003 ; Kitazume et al. 2003 ; Takahashi et al. 2018). L'eau environnant le panneau en DSM peut avoir un pH plus bas que celui de l'eau interstitielle de la matrice cimentaire. Par conséquent, les hydrates qui sont stables dans des conditions fortement basiques (pH d'environ 12,4) peuvent être soumis à un processus de dissolution ou de lessivage, entraînant la libération des ions Ca²⁺ en raison de la diminution du pH, en particulier pour l'hydrate le plus soluble qui est la portlandite (Scrivener et Nonat 2011 ; Izadifar et al. 2022).

Plusieurs travaux de recherche ont été menés sur l'étude de la dégradation à long terme des propriétés mécaniques des matériaux DSM confectionnés en laboratoire avec du ciment Portland et/ou de la chaux (Terashi et al. 1983 ; Kitazume et al. 2003 ; Nakamura et Kitazume 2006). Ces études ont démontré que la surface du matériau sol-ciment, exposée à l'eau ou au sol non traité, subit une dégradation par diffusion de cations Ca²⁺ d'environ 10 mm par an. Par ailleurs, d'autres travaux ont été menés sur des matériaux DSM élaborés in-situ avec du ciment Portland (Ikegami et al. 2003 ; Committee on Geocement 2014), du ciment au laitier CEM III/B (Hayashi et al. 2003) ou avec de la chaux (Takahashi et al. 2018), après 17, 20, 22 et 37 ans de prise en conditions naturelles. Ces études ont confirmé que la résistance à la compression restait élevée au cœur des colonnes ou blocs en DSM, tandis que la surface exposée au sol environnant montrait des signes de dégradation. Au bout d'environ 20 ans, la profondeur de dégradation atteignait entre 20 et 50 mm, ce qui reste peu par rapport à la largeur usuelle c'est-à-dire pluri décimétrique des panneaux. Les conclusions de ces travaux, qu'ils aient été réalisés sur des matériaux DSM confectionnés en laboratoire ou élaborés in-situ, ont montré que la partie non exposée aux agents agressifs des échantillons ou des ouvrages en question conservait sa résistance à la compression pendant au moins 20 ans, tandis que la partie périphérique exposée présentait une dégradation, même si elle était de cinétique très lente.

En se basant sur les travaux de Nakarai et al. (2006) et Hara et al. (2013), Takahashi et al. (2021) ont pris le temps pour expliquer le mécanisme de dégradation des sols traités au ciment ou à la chaux. Comme illustré dans la Fig. 49, un sol traité avec un liant hydraulique se compose de particules de sol, d'eau interstitielle contenant des ions calcium Ca²⁺, et de produits d'hydratation qui renforcent la structure du sol. Au départ, la concentration en ions calcium Ca²⁺ diminue dans l'eau interstitielle en raison de leur diffusion vers la surface exposée. Ensuite, en raison du gradient de pH, le calcium est libéré à partir des hydrates de silicate de calcium (CSH) et de la portlandite (CH), qui confèrent initialement une résistance mécanique au sol. Lorsque la microstructure du sol est altérée, le sol traité au liant hydraulique subit une dégradation mécanique, en particulier à proximité de la surface exposée, comme le démontrent les recherches précédemment citées.



Fig. 49. Illustration montrant le mécanisme de dégradation d'un sol traité au ciment (Takahashi et al. 2021)

Les études précédentes ont démontré que le mécanisme de dégradation par diffusion est très lent. Par conséquent, Le Runigo et al. (2011) ainsi que Takahashi et al. (2021) ont entrepris d'étudier la dégradation à long terme des limons traités à la chaux compactés et des sols argileux traités au ciment CEM I, respectivement, en les soumettant à une percolation d'eau distillée. Des tests ont été réalisés pour mesurer l'évolution des propriétés mécaniques des matériaux avant et après la dégradation (tests de résistance à la compression et de pénétration à l'aiguille), ainsi que les propriétés chimiques de l'eau percolée (pH, conductivité électrique et composition chimique).

Les principales conclusions rapportées par Takahashi et al. (2021) ont montré que, dans la première phase de la circulation de l'eau distillée à travers les échantillons de sol-ciment lors de la percolation, il y a une diminution de la concentration en ions Ca^{2+} et du pH dans l'eau des pores (Fig. 50b-c), ce qui crée un déséquilibre chimique entraînant la dissolution des hydrates, comme le montre l'augmentation de la concentration de la conductivité électrique lors des premières analyses chimiques de l'eau percolée. Au fur et à mesure du passage de l'eau distillée, le pH, la concentration en Ca^{2+} ainsi que la conductivité électrique continuent à diminuer (voir Fig. 50). De plus, l'évaluation des propriétés mécaniques des échantillons récupérés à différentes périodes de percolation a révélé une diminution de la trésistance à la compression ainsi que du gradient de pénétration de l'aiguille, témoignant de la fragilisation de la structure du sol traité au ciment par lessivage des CSH et de la portlandite (Fig. 51).



Fig. 50. Résultats des analyses chimiques de l'eau percolée : (a) pH ; (b) Concentration des ions Ca²⁺ ; (c) Conductivité électrique (Takahashi et al. 2021)



Fig. 51. Résultats mécaniques : (a) Résistance à la compression ; (b) Gradient de pénétration de l'aiguille (Takahashi et al. 2021)

Par ailleurs, les résultats obtenus par Le Runigo et al. (2011) ont indiqué que dans un premier temps, le temps de cure conduit à la formation de quantités croissantes de produits cimentaires, ce qui améliore la résistance du sol. Les teneurs élevées en chaux entraînent de meilleures performances mécaniques. Cependant, le contact du sol traité avec de l'eau entraîne une diminution significative de sa résistance au cisaillement, principalement lors de la phase de saturation. Une fois que le matériau est saturé, l'impact de la teneur en chaux devient moins important que pendant la phase de cure. De plus, lors du test de percolation, les auteurs ont observé que la dégradation des performances mécaniques du limon traité à la chaux est liée à la quantité d'eau percolée, dépendant ainsi de la perméabilité plutôt que de la durée de circulation de l'eau. Par conséquent, une faible perméabilité peut limiter la dégradation chimique d'un sol traité avec un liant hydraulique et, par conséquent, prévenir la chute de sa résistance mécanique.

En conclusion, la plupart des études mentionnées se sont concentrées sur des sols traités avec du ciment Portland et/ou de la chaux (le plus souvent des sols compactés et non pas des sols traités pour obtenir un état autoplaçant), sans explorer précisément l'utilisation du ciment au laitier de haut fourneau. Cela souligne le manque de publications scientifiques et de retours d'expérience concernant la dégradation d'un matériau à base de ciment au laitier (CEM III/C) qui présente une meilleure résistance aux environnements agressifs. La réponse à cette question dans le cadre de cette thèse est passée par la mise en place d'un protocole d'essai de percolation sur des échantillons de DSM fabriqués en laboratoire, afin de les soumettre à un lessivage et de suivre l'évolution de leurs propriétés au cours de la dégradation, le cas échéant. Ce protocole est présenté dans le chapitre (2).

1.9. Conclusions

Ce chapitre bibliographique a exploré les ouvrages de type digue en terre ainsi que la méthode de confortement par le procédé de Deep Soil Mixing (DSM), en se basant sur les études disponibles à ce jour. L'objectif principal était de fournir une compréhension approfondie des aspects clés liés aux digues et au confortement par DSM, en réponse à la problématique des ruptures totales ou partielles des ouvrages liée aux sollicitations climatiques qui peuvent se renforcer ou se modifier sous l'effet du changement climatique. D'abord, les fonctions et la structure des digues en terre, également appelées levées, ont été décrites, en mettant notamment l'accent sur la structure des digues de la Loire Moyenne qui constitue le cas d'étude de cette thèse. L'objectif était de comprendre les risques et les défis auxquels ces digues sont confrontées dans un contexte de variations des conditions environnementales.

Ensuite, une description détaillée du procédé de DSM a été présentée, en retraçant son historique et en classant les différentes méthodes utilisées pour le renforcement des sols. Les applications typiques de cette technique de confortement ont été explorées, tout en examinant ses avantages et ses limites, afin d'évaluer son potentiel d'application dans le contexte spécifique des digues de la Loire Moyenne. Le matériau produit par le procédé de DSM a également été présenté en détail, en mettant l'accent sur ses composants, son ouvrabilité, les interactions entre le sol, le ciment et l'eau à l'état frais, ainsi que sur le processus d'amélioration des propriétés des sols mélangés au ciment. Les propriétés d'ingénierie du matériau DSM durci ont été abordées. Afin de comprendre les propriétés clés du matériau DSM, les facteurs qui peuvent influencer ses performances micro-

hydro-mécaniques ont été mis en évidence, notamment les propriétés microstructurales des ciments aux laitiers de type CEM III/C moins ou peu explorées dans la littérature. Plus encore, ces propriétés microstructurales qui gouvernent les propriétés du matériau à l'échelle macroscopiques, restent peu étudiés dans le cas des mélanges sol-ciment non pas compactés mais "autoplaçants". Le chapitre (3) de ce rapport est par conséquent consacré à une meilleure description du réseau de pores du matériau DSM sous l'effet d'un certain nombre de facteurs influents. Le chapitre (4) exploite davantage cette description microstructurale afin d'établir une relation entre porosité et perméabilité, permettant ainsi une estimation fiable de la perméabilité du matériau DSM, perméabilité qui constitue le paramètre clé à contrôler dans le cadre des travaux de confortement des digues de la Loire Moyenne.

Par ailleurs, l'apparition des inclusions de sol lors du processus de malaxage, qui distingue considérablement les matériaux DSM confectionnés en laboratoire de ceux provenant du site, a également été abordée. Les travaux actuellement disponibles proposant des méthodologies de caractérisation de ces boulettes de sol et explorant leur impact sur les propriétés hydromécaniques du matériau durci ont été mis en évidence. Dans le chapitre (5) (6), une étude approfondie sur le rôle des inclusions de sol dans les matériaux DSM issus du site viendra compléter les études antérieures tout en maintenant un regard critique sur l'ensemble.

Au cours de cette revue bibliographique, une question importante a été soulevée concernant la formation de la zone de transition interfaciale (ITZ) autour des inclusions de sol non malaxé ainsi que des graviers présents dans les matériaux DSM, et leurs caractéristiques clés, telles que la porosité, la perméabilité, l'épaisseur relative et les propriétés mécaniques. Dans le cas des bétons, l'ITZ a fait l'objet de nombreuses études approfondies sur son comportement et ses interactions avec les autres composants du matériau. Cependant, dans le cas spécifique des matériaux DSM contenant des inclusions, l'ITZ n'a pas encore été suffisamment étudiée. Une partie des travaux numériques, présentés dans le chapitre (7) de ce rapport, sera consacrée à l'évaluation de l'influence des caractéristiques de cette région d'ITZ sur la réponse globale du matériau DSM.

Enfin, l'aspect de la durabilité des matériaux DSM a été abordé, soulignant l'importance de prendre en compte l'évolution des matériaux soumis à leur environnement et de développer une approche spécifique à la durabilité pour ces matériaux, en particulier lorsqu'ils sont utilisés pour le confortement des digues en terre. Bien que l'approche de durabilité du béton puisse servir de référence, il est nécessaire de définir une approche spécifique à la durabilité des matériaux DSM. De plus, différents types de dégradations possibles dans un écran étanche en DSM pour les digues ont été identifiés. Il convient de noter que les études spécifiques sur la durabilité des matériaux DSM, notamment ceux contenant des inclusions de sol qui sont inévitablement présentes sur site, sont encore limitées dans les travaux de recherche consultés. Cela soulève des questions et des opportunités de recherche pour mieux comprendre et évaluer la durabilité de ces matériaux dans le contexte des digues en terre. Par conséquent, le chapitre (8) de ce rapport de thèse présentera les résultats des essais de vieillissement artificiel réalisés en laboratoire afin de reproduire les différentes sollicitations hydriques et hydrauliques auxquelles les matériaux DSM peuvent être exposés sur site.

Chapitre 2

Matériaux et méthodes expérimentales

2.1. Introduction

Ce chapitre est consacré à une présentation détaillée des deux types de matériaux DSM étudiés dans cette thèse. Le premier type concerne les matériaux prélevés in-situ sur toute la hauteur des écrans étanches réalisés dans les digues de protection contre les inondations le long de la Loire Moyenne. Le deuxième type concerne les matériaux DSM fabriqués en laboratoire à partir de mélanges sol-ciment, en utilisant différents types de sol et des quantités variables de ciment et d'eau avec et sans inclusions de sol. Ce chapitre expose également les différentes procédures d'essai en laboratoire utilisées pour évaluer les caractéristiques des matériaux DSM à l'état frais et durci. De plus, il décrit le protocole expérimental mis en place pour simuler les différentes formes de dégradation susceptibles de se produire in-situ. Enfin, ce chapitre présente le logiciel d'éléments finis utilisé pour simuler numériquement la réponse hydromécanique du matériau DSM.

2.2. Matériaux DSM prélevés in-situ

2.2.1. Echantillonnage par voie humide

Dans le cadre du suivi des travaux de confortement des digues de la Loire Moyenne par la méthode du DSM, des prélèvements à l'état frais ont été effectués sur le site LA à 2 et 6 m de profondeur de l'écran et sur trois profils le long de la digue (PM70470, PM70890 et PM71120). Ces prélèvements ont été ensuite coulés dans des moules cylindriques de dimensions 11x22 cm après avoir été criblés à l'aide d'un tamis de maille de 2 cm. Le criblage a été effectué pour éliminer les grosses mottes de sol non malaxé avec le ciment, dont la taille était supérieure à 1/6 du diamètre des éprouvettes, afin d'obtenir un matériau plus homogène pour évaluer la conformité selon deux critères établis pour les écrans étanches : une résistance à la compression simple $R_c \ge 1,5 MPa$ et une conductivité hydraulique $K \le 10^{-8} m/s$, après 28 jours de cure endogène. Les échantillons prélevés sur place ont été soigneusement étiquetés en indiquant le chantier concerné, la profondeur de prélèvement (3 ou 6 mètres), le profil ou le point métrique (PM) le long de l'écran, la date du prélèvement, ainsi que la présence ou l'absence d'inclusions (avec ou sans tamis pour comparaison). Enfin, les éprouvettes obtenues ont été transportées au laboratoire et conservées dans des conditions endogènes, à une température de 20 °C et à une humidité relative de 100 %. En outre, elles ont été placées dans une double enveloppe hermétique avec un papier mouillé entre les deux sachets afin de prévenir tout dessèchement pendant la période de stockage avant d'être soumises au test de résistance à la compression (Fig. 52).



Fig. 52. (a) Huit éprouvettes moulées sur le site LA stockées en laboratoire ; (b) Eprouvette dans une double enveloppe hermétique ; (c) Eprouvette retaillée pour le test de résistance à la compression simple

Il est important de noter que les éprouvettes de dimensions 11x22 cm moulées in-situ sont généralement destinées à des essais de résistance à la compression simple après 28 jours de cure. Ces essais visent à évaluer la conformité des écrans étanches réalisés par la technique de Trenchmix® selon le critère de résistance à la compression établi. En effet, dans ce contexte, la résistance à la compression simple est considérée comme un indicateur indirect de la prise cimentaire dans le mélange sol-ciment, ce qui permet au maître d'ouvrage et au bureau d'études et de contrôle d'évaluer l'efficacité du traitement par la méthode du DSM. De même, le critère de conformité en termes de perméabilité à l'eau doit être vérifié par des tests en laboratoire à la même échéance. Dans le cadre de cette thèse, l'utilisation de ces éprouvettes n'avait pas pour objectif d'évaluer la conformité des écrans étanches sur le site LA, car elle avait déjà été vérifiée par les parties prenantes du projet. Cependant, ces éprouvettes ont permis d'étudier l'effet du criblage sur les performances mécaniques des éprouvettes moulées, ainsi que sur les caractéristiques des inclusions.

2.2.2. Echantillonnage par sondages carottés

Des sondages carottés verticaux de 100 mm de diamètre, descendus jusqu'à 6 et 8 m de profondeur, ont été effectués sur les écrans étanches en DSM dans cinq sites de construction le long des digues de la Loire Moyenne en France, à savoir SC1-M, SC2-S, SC3-R, SC4-G et SC4-S. Toutes les carottes prélevées ont été placées dans des gaines étanches pour prévenir toute perte d'humidité (Fig. 53a). Les informations telles que le nom du chantier, la date de prélèvement et la profondeur de chaque partie de la carotte, ainsi que le sens de carottage (haut et bas par rapport à sa position dans l'écran), ont été indiquées sur les gaines. Les carottes ont ensuite été transportées au laboratoire sur des palettes. En fonction de la qualité des carottes, des éprouvettes cylindriques de 100 mm de diamètre et de 200 mm de hauteur (élancement 2) ont été découpées sous eau à l'aide d'une scie pour mesurer les propriétés mécaniques des matériaux prélevés (Fig. 53b-c). Les échantillons de 100 mm de hauteur ont été recarottés à un diamètre de 50 mm (élancement 2, comme illustré sur la Fig. 54b) afin de réaliser des tests de perméabilité à l'eau en utilisant une cellule triaxiale, des tests de porosité accessible à l'eau et des tests pour mesurer le coefficient d'absorption capillaire. Pendant toute la période entre le découpage des carottes de DSM et la réalisation des différents essais en laboratoire, les éprouvettes ont été stockées à une température de 20 °C avec une humidité relative de 100 % dans une double enveloppe hermétique pour éviter tout séchage (Fig. 54c). Cependant, malgré ces précautions, on observe un brunissement de la matrice cimentaire initialement bleutée à la surface des échantillons lorsque ceux-ci sont exposés à l'air pendant le stockage (séchage de surface des éprouvettes).



Fig. 53. (a) Carottes prélevées in-situ et transportées au laboratoire sur des palettes ; (b) Scie à matériaux sous eau utilisée pour découper les carottes ; (c) Découpages des carottes en éprouvettes de différentes hauteurs en fonction des essais à réaliser



Fig. 54. (a) Eprouvettes découpées à une hauteur de 100 mm pour des essais de perméabilité à l'eau et de 200 mm pour des tests de résistance à la compression simple ; (b) Recarottage d'une éprouvette de 100 mm de hauteur à 50 mm de diamètre ; (c) Eprouvette de DSM conservée dans une double enveloppe hermétique avec un papier imbibé d'eau placé entre les deux sachets

Le Tableau 14 présente les différents sites où les sondages carottés (SC1-M, SC2-S, SC3-R, SC4-G, et SC4-S) ainsi que les prélèvements frais (LA) ont été effectués en 2019 et 2021, respectivement, pour récupérer les éprouvettes de DSM testées dans cette étude. Les informations relatives à l'année de construction des écrans, la méthode de prélèvement, la technique de Trenchmix® utilisée, les propriétés géotechniques du sol traité sur chaque site, ainsi que les paramètres de formulation tels que le dosage en ciment et en eau sont également fournies dans le tableau. Dans l'estimation des dosages en eau *E* et des rapports E/C, seule l'eau ajoutée lors du malaxage est prise en compte, sans tenir compte de la teneur en eau naturelle des sols malaxés, qui se situe généralement autour de 20 à 25 %.

Caractéristiques	SC1-M	SC2-S	SC3-R	SC4-G	SC4-S	LA
Année de réalisation	2017	2018	2021	2013	2013	2021
Méthode de Trenchmix®	Sèche	Sèche	Sèche	Sèche	Humide	Sèche
Année de réalisation des essais en laboratoire	2021	2021	2021	2021	2021	2022
Méthode de prélèvement	Sondage carotté	Sondage carotté	Sondage carotté	Sondage carotté	Sondage carotté	Voie humide
Dosage en ciment C (kg/m ³)	206	222	230	218	329	226 - 245
Dosage en eau ajoutée E (kg/m³)	314	297	390	424	468	315 - 360
Dosage en chaux vive CaO (kg/m³)	-	19	-	-	-	20 - 21
E/(C + CaO)	1,52	1,23	1,70	1,95	1,42	1,18 – 1,6
Teneur en eau rajoutée dans le mélange W _{ajoutée} (%)	18	17	27	31	40	26
Teneur en eau totale estimée dans le mélange W (%)	38-43	37 – 42	47 – 52	51 – 56	60 - 65	46 - 51
0/80 µm (%)	25	58	68	48	62	35
0/2 µm (%)	8	21	16	18	26	8
Limite de liquidité W _L (%)	22	30	n.m	25	32	n.m
Valeur au bleu du sol Vbs (g/100g de sol)	0,7	2,4	1,4-3	0,8	1,9	n.m

 Tableau 14. Paramètres de formulation du matériau DSM sur les chantiers de Trenchmix depuis 2013 considérés dans cette étude et caractéristiques du sol (n.m : non mesuré)

En utilisant les caractéristiques granulométriques des sols et les propriétés de la fraction argileuse présentées dans le Tableau 14, une classification approximative des sols traités par la méthode du DSM au niveau des sondages carottés étudiés peut être réalisée en fonction de leur argilosité, comme illustré sur la Fig. 55. Cette classification facilitera l'interprétation des résultats de la caractérisation des inclusions de sol non malaxé et des graviers dans le chapitre (6).



Fig. 55. Classification basée sur les caractéristiques granulométriques (0/80 μm et 0/2 μm), W_L et Vbs des sols traités par la méthode du DSM d'où proviennent les sondages carottés étudiés dans cette thèse

2.3. Matériaux DSM confectionnés en laboratoire

2.3.1. Sols testés

Des sols naturels ont été prélevés sur quatre sites (SPDC, VOS, LVAD et SPSM) où la technique de Deep Soil Mixing a été utilisée pour améliorer l'étanchéité des levées en terre sur la Loire Moyenne (France). D'après l'analyse par diffraction des rayons X sur poudre des sols couplée à l'analyse de Rietveld, les sols naturels étaient principalement composés de quartz et de feldspaths, avec 10 à 20 % d'argiles (kaolinite, illite/muscovite, chlorite ainsi que quelques argiles interstratifiées), mais aucune argile expansive telle que la montmorillonite (Tableau 15) n'a été observée.

Tableau 15. Composition minéralogique des argiles, sables et sols naturels traités par la méthode DSM (IA : illite Arvel, IP : illite du Puy, KaoA : kaolinite Armoricaine, KaoC : kaolinite Clérac, KaoP : kaolinite de Provins, MA : montmorillonite Arvel, LS : sable de Loire, FS : sable de Fontainebleau, cFS : FS broyé, SPDC/VOS/LVAD/SPSM : sols naturels). MO : teneur en matière organique

Sol	Quartz (%)	Kaolinite (%)	Illite/Musc. (%)	Mont. (%)	Chlor. (%)	Feldspaths (%)	Carbonates (%)	MO (%)
IA	15,4	2	70				12	
IP	2,8	6,8	42,8			23,3	24,3	
KaoA	12,2	74,6	12,2				0,3	
KaoC	0,25	83	10			4	2,8	
KaoP	12,3	76,5				6,2	5	
MA	6,7		9,8	76,3		5,6		
LS	67,1		6,4			25,7	0,8	0,1
FS/cFS	100							
SPDC	40,2	3,3	8,9		1,7	45,7	0,3	0,4
VOS	44	2	3,8		8,5	41,2	0,5	0,2
LVAD	51,7	1,5	4		5,2	31,9	5,7	0,7
SPSM	49,8	2,2	5,6		9,6	32	0,4	0,6

La matière organique mesurée à l'aide d'un analyseur C/S ne dépassait pas 1 %, de sorte que son impact sur l'hydratation et le durcissement du ciment a été négligé.

Pour reconstituer artificiellement les matériaux du site, différents types d'argiles et de sables ont été sélectionnés et testés pour comparaison : illite d'Arvel (IA) (argile verte française de la société Argile du Velay), illite du Puy (IP) (argile d'une carrière du Massif Central), kaolinite Armoricaine (KaoA) (argile française de type Sialite de la société Kaolinière Armoricaine), kaolinite de Clérac (KaoC) (fournie par Imerys), kaolinite de Provins (KaoP) (argile française de la société Imerys Ceramics France), montmorillonite Arvel (MA) (argile turque de la société Argile du Velay), sable de Loire (0/4 mm), sable de Fontainebleau (NE 34) et sable de Fontainebleau broyé (Millisil C300) tous les deux fournis par Sibelco Company Sand. Les sables utilisés étaient principalement siliceux avec quelques feldspaths pour le sable de Loire, tandis que les argiles commerciales étaient principalement composées d'un type de minéral argileux avec des phases secondaires telles que le quartz, les carbonates (pour IA) et d'autres types de minéraux.

La Fig. 56 montre la distribution granulométrique des sols naturels et des matériaux commercialisés testés dans le cadre de cette étude. La courbe de distribution granulométrique du sol régit l'empilement du squelette granulaire qui est à l'origine de la porosité du sol. La taille et la forme des particules ainsi que leur flexibilité influencent leur capacité à s'organiser pour que la compacité du sol soit aussi grande que possible. En outre, plus la courbe granulométrique est proche de la courbe de Fuller, plus la porosité sera réduite (Lade et al. 1998 ; Reiffsteck et Arbaut 2007). Un exemple avec D_{max} de 5 mm est illustré dans la Fig. 56 pour les deux sols naturels VOS et SPSM.



Fig. 56. Courbes de distribution granulométrique selon les normes NF P94-057 (AFNOR 1992) et XP P94-041 (AFNOR 1995) des différents sols naturels et commercialisés testés dans cette étude

Le Tableau 16 résume les caractéristiques géotechniques de tous les sols étudiés. La densité des grains solides ρ_s a été mesurée à l'aide d'un pycnomètre à gaz (UltraPyc 5000). La densité sèche ρ_d a été déterminée en mesurant la masse sèche de l'échantillon et en connaissant le volume de la cellule du pycnomètre. La valeur du bleu des sols (*Vbs*) a été mesurée selon la norme NF P94-068 (AFNOR 1998a). Outre la capacité d'échange cationique (*CEC*), mesurée avec la méthode à la cobaltihexamine conformément à la norme NF X31-130 (AFNOR 1999a), la *Vbs* est utilisée pour identifier la nocivité des minéraux argileux présents dans les sols étudiés. Pour les sols autres que les sables (LS, FS et cFS), les limites d'Atterberg (W_L et I_P) ont été déterminées selon la norme NF P94-051 (AFNOR 1993).

n.mb : non mesurable). Vbs : valeur du bleu des sols, CEC : capacité d'échange cationique.										
Sol	ρ _s (kg/m ³)	ρ _d (kg/m ³)	D _{max} (µm)	< 80 μm (%)	< 2 μm (%)	Vbs (g/100g)	CEC (meq/100g)	W _L (%)	I _P (%)	
IA	2614,3	843,1	10	100	75	5,4	$20,4 \pm 1,7$	56,7	26,1	
IP	2681,6	1098,7	400	96	57,4	n.m	$21 \pm 0,4$	50,2	15,3	
KaoP	2620,6	755,2	80	100	87,3	6,7	17 ± 0.04	89	58,6	
KaoA	2691,5	549,0	22	100	54	< 1	$2,3 \pm 0,4$	34	6,9	
KaoC	2665,6	811,5	500	100	73,4	1,5	5,3 ± 0,09	45,5	16,8	
MA	2196,3	807,8	80	100	52	28	$90,2 \pm 3,6$	118,1	73,3	
LS	2645,3	1610,1	550	0,5	0	< 1	< 1	n.mb	n.mb	
FS	2660,3	1717,7	400	3	0	< 0,1	< 1	n.mb	n.mb	
cFS	2656,0	1085,1	100	98	5	0,1	n.m	n.mb	n.mb	
SPDC	2711,6	1159,3	10000	14,5	4,9	< 1	< 1	n.mb	n.mb	
VOS	2725,0	1187,7	5000	62,3	28,1	1,9	< 1	31,5	15,1	
LVAD	2668,8	1077,0	10000	18	6	< 1	< 1	n.mb	n.mb	
SPSM	2644,7	1258,6	5000	92,2	38,3	1,4	n.m	55,6	23,1	

 Tableau 16. Caractéristiques des argiles, sables et sols naturels traités par la méthode du DSM (IA : illite Arvel, IP : illite du Puy, KaoA : kaolinite Armoricaine, KaoC : kaolinite Clérac, KaoP : kaolinite de Provins, MA : montmorillonite Arvel, LS : sable de Loire, FS : sable de Fontainebleau, cFS : sable de Fontainebleau broyé, SPDC/VOS/LVAD/SPSM : sols naturels, n.m : non mesuré, n.mb : non mesurable). Vbs : valeur du bleu des sols, CEC : capacité d'échange cationique.

2.3.2. Ciment utilisé

Le liant utilisé pour les mélanges DSM est un liant hydraulique riche en laitier de haut fourneau fabriqué par Calcia et contenant 85 % de laitier de haut fourneau et 15 % de clinker. Ce ciment a été classé CEM III/C 32,5 LH SR selon la classification européenne et se caractérise par une prise lente.

2.3.3. Préparation des mélanges sol-ciment

En laboratoire, une série de mélanges sol-ciment a été préparée en utilisant une variété de sols naturels, d'argiles commercialisées et de sable, comme mentionné précédemment. L'objectif était de simuler en laboratoire les matériaux DSM, en mettant l'accent sur la matrice sol-ciment bien mixée, considérée comme la phase liante du matériau DSM utilisé pour réaliser un écran étanche sur le site. Deux méthodes de préparation des mélanges ont été utilisées : la méthode "ferme" et la méthode "ouvrable", également connue sous le nom de méthode "béton". Les deux méthodes sont décrites en détail dans les paragraphes suivants.

2.3.3.1. Méthode ferme

La méthode "ferme", proposée par Szymkiewicz (2011), consiste à ajouter de l'eau au mélange sol-ciment jusqu'à ce que le début du domaine d'ouvrabilité soit atteint. La quantité d'eau m_e ajoutée aux mélanges réalisés à différents dosages de ciment est ajustée en fonction du type de sol à traiter (c'est-à-dire sa limite de liquidité W_L) et de la quantité de ciment ajoutée m_c à l'aide de l'Eq. (2.1).

$$m_e = W_L \times (m_s + m_c) \tag{2.1}$$

où m_s est la masse du sol sec ajouté dans le mélange.

Pour réaliser un mélange, le sol a été préalablement séché à 50 °C. La quantité de matériau nécessaire à la réalisation d'une série d'éprouvettes a été placée dans un malaxeur à pales (Fig. 57a). Le ciment a ensuite été ajouté sous forme de poudre (sèche) dans la proportion souhaitée. Une fois l'eau introduite, le malaxeur tourne pendant 10 minutes. Un couvercle protège l'opérateur des éventuelles projections et des pales. Toutefois, une ouverture dans le couvercle permet à l'opérateur d'améliorer la qualité du mélange en le remuant à l'aide d'une spatule (Fig. 57a vers le bas). Le mélange est ensuite moulé dans des moules cylindriques en plastique (h = 100 mm et d = 50 mm dans la Fig. 57b). Les moules sont remplis trois fois avec un battage manuel du moule sur une table pour éliminer les bulles d'air. Enfin, les échantillons sont conservés dans une double enveloppe hermétique avec un papier imbibé d'eau introduit entre les deux sachets afin de garantir une prise dans des conditions endogènes (Fig. 57c). Pour s'assurer que les spécimens ne subissent pas de dessiccation pendant les temps de cure qui peuvent être longs, les doubles sacs sont immergés dans l'eau à l'intérieur de bacs de stockage (Fig. 57d).



Fig. 57. (a) La procédure de malaxage du mélange sol-ciment dans un malaxeur à pales ; (b) Le mélange sol-ciment dans des moules en plastique de 50 mm de diamètre ; (c) La conservation endogène des échantillons en moules fermés dans une double enveloppe hermétique ; (d) Les bacs de stockage remplis d'eau où les échantillons dans les doubles sacs hermétiques ont été immergés

2.3.3.2. Méthode ouvrable

En ce qui concerne les matériaux fabriqués en utilisant la méthode "ouvrable" ou méthode "béton", la quantité d'eau ajoutée au mélange a été déterminée en suivant une approche inspirée du béton autoplaçant (BAP), comme rapporté dans quelques études (Helson et al. 2018 ; Le Kouby et al. 2020). Cette méthode, souvent utilisée pour reproduire des matériaux DSM similaires à ceux rencontrés sur chantier, considère un étalement spécifique au mini-cône d'Abrams (Fig. 58a) pour obtenir un matériau ouvrable. Dans notre cas, la teneur en eau dans les mélanges étudiés a été ajustée en considérant un étalement de 31 ± 1 cm (Fig. 58b).



Fig. 58. (a) Mini-cône d'Abrams utilisé ; (b) Galette d'un mélange de MA et de CEM III/C avec un étalement moyen de 29,7 cm

Il est important de noter que la série d'éprouvettes fabriquée selon la méthode "ferme" ou la méthode "ouvrable" est destinée aux études présentées dans le chapitre (3) et le chapitre (4). Le chapitre (3) se concentre sur l'évolution de la microstructure des mélanges sol-ciment en termes de porosité et de distribution de taille de pores sous l'influence de plusieurs facteurs, tels que la teneur en eau, le dosage en ciment, la nature et la quantité d'argile, ainsi que le temps et la température de cure. Le chapitre (4) porte quant à lui sur l'étude de la relation entre la porosité et la perméabilité de divers matériaux DSM (données issues en partie d'une base de données élaborée au sein du laboratoire d'accueil depuis 2015 et rassemblant des essais de R_c , de perméabilité et de porosité au cours de multiples stages et thèses).

2.3.4. Incorporation d'inclusions de sol en laboratoire

Dans le cadre de cette thèse, une procédure expérimentale a été proposée pour incorporer des inclusions de sol dans une matrice sol-ciment en laboratoire. L'objectif était de reproduire de manière contrôlée le caractère hétérogène des matériaux DSM provenant du site. Pour ce faire, des boulettes de sol avec une distribution de taille précise ont été ajoutées à différentes fractions volumiques (5, 15 et 25 %) au sein de la matrice sol-ciment lors du remplissage des moules. Les étapes de cette procédure sont présentées dans les paragraphes suivants.

Un jeu d'éprouvettes de DSM, fabriqué avec et sans inclusions, a été spécialement conçu dans le but d'étudier l'impact de la présence de boulettes de sol non malaxé avec le ciment sur les propriétés micro-hydromécaniques des matériaux DSM [chapitre (8)]. Ce jeu d'éprouvettes a permis d'observer comment les propriétés du matériau composite DSM évoluent lorsque les échantillons sont soumis à deux types de cycles d'humidification/séchage, caractérisés par une agressivité modérée et une forte agressivité, qui seront détaillés ultérieurement dans ce chapitre.

En parallèle, ce jeu d'éprouvettes a permis de constituer une base de données regroupant les propriétés hydromécaniques des matériaux DSM avec différentes proportions d'inclusions de sol (0 % en tant que référence, 5, 15 et 25 %). Ces données comprendront des paramètres tels que la résistance à la compression simple (R_c), le module d'Young (E) et la perméabilité à l'eau (K), ainsi que des modèles 2D et 3D représentant les inclusions incorporées dans la matrice sol-ciment. Cette base de données sera ensuite utilisée dans une approche numérique visant à réaliser des études paramétriques et des analyses de sensibilité. L'objectif est de développer un modèle numérique fiable qui permet de prédire avec précision la réponse hydromécanique des matériaux DSM.

2.3.4.1. Préparation des inclusions de sol

Afin de préparer les mélanges DSM avec et sans inclusions, un prélèvement de sol a été effectué sur toute la hauteur du corps de la digue, sur le site VOS (même site que le sondage SC4-S). Étant donné que le sondage à la tarière a été réalisé jusqu'à une profondeur de 8 m, soit environ 1 à 2 m dans la couche de fondation composée d'alluvions argilo-limoneuses et sablo-graveleuses, le prélèvement a inclus une fraction de gravier d'une taille allant de 5 à 70 mm.

En laboratoire, une phase d'homogénéisation a été exécutée pour s'assurer que le matériau soit homogène, et obtenir une courbe granulométrique représentative du profil sur lequel l'écran étanche est construit. Rappelons que l'outil de malaxage du Trenchmix® homogénéise sur toute la hauteur le sol de la digue.

Afin de faciliter la réalisation des mélanges sol-ciment en laboratoire et les rendre compatibles avec la presse pour les essais mécaniques et les dimensions des éprouvettes à tester, un matériau sans aucun élément grossier est requis. Dans cette optique, la fraction de graviers présente dans le sol homogénéisé a été éliminée, ce qui a permis d'obtenir un sol dont la taille maximale des grains était de 5 mm (Fig. 59).



Fig. 59. (a) Elimination de la fraction de graviers > 5 mm manuellement en laboratoire ; (b) Fraction de gravier 5/70 mm contenue dans le sondage à la tarière réalisé sur toute la hauteur de la digue

Par ailleurs lors de l'homogénéisation du sol prélevé, des agrégats de sol volumineux étaient encore intacts après le prélèvement à la tarière. Ils ont été récupérés pour la préparation des inclusions de sol qui seront utilisées pour fabriquer les jeux d'éprouvettes de DSM avec une quantité variable d'inclusions. Aussi on a désagrégé manuellement ces grosses mottes de sol afin d'obtenir des boulettes plus petites, d'une taille comprise entre 6 et 8 mm (Fig. 60). Environ 9 kg de boulettes de sol ont été préparées à partir de cette opération. Ensuite, ces boulettes ont été placées dans une double enveloppe hermétique, avec un papier mouillé intercalé entre les deux sachets, et stockées dans une chambre froide. Cette mesure a été prise dans le but de préserver la teneur en eau naturelle des inclusions de sol et de réduire l'activité biologique pendant leur conservation.



Fig. 60. (a) Boulettes de sol obtenues pour simuler les inclusions de sol non malaxé avec le ciment ; (b) Distribution de taille d'inclusions obtenue par analyse d'images présentée plus loin dans le présent rapport [chapitre (5)]

2.3.4.2. Préparation de la matrice sol-ciment

Matrice identique (VOS-MI)

La matrice sol-ciment des d'éprouvettes de DSM utilisées pour les essais de durabilité vis-à-vis des cycles d'humidification/séchage, nommées par VOS-MI dans la suite de ce rapport, était identique pour toutes les fractions volumiques d'inclusions et a été préparée selon une méthode différente de celles décrites précédemment. Cette méthode, inspirée de la méthode "ouvrable" présentée dans le paragraphe (2.3.3.2), a utilisé une mesure d'étalement effectuée sur une table à chocs conformément à la norme NF EN 1015-3 (AFNOR 1999b) plutôt qu'avec le mini-cône d'Abrams. Cette approche a été choisie pour se rapprocher le plus possible du cas le plus défavorable pouvant être rencontré sur chantier. Dans ce but, un faible dosage en ciment CEM III/C a été sélectionné, soit 140 kg/m³, et la quantité d'eau a été ajustée selon l'organigramme présenté sur la Fig. 61. Cette adaptation du protocole a dû être réalisé afin d'obtenir des mélanges autoplaçants mais permettant de conserver les inclusions à une position donnée sans qu'elles ne s'enfoncent sous leur poids dans le mélange si ce dernier est trop fluide.



Fig. 61. Organigramme décrivant les étapes d'ajustement de la teneur en eau du mélange DSM (éprouvettes VOS-MI)

Il convient de noter que le dosage en ciment de 140 kg/m³ se situe dans la plage des dosages les plus faibles utilisés dans les études portant sur la caractérisation des propriétés d'ingénierie des matériaux DSM en laboratoire (Helson et al. 2014 ; Boussafir et al. 2015 ; Carașca 2016 ; Fargier et al. 2016 ; Le Kouby et al. 2018a ; Da Silva et Casanova 2019 ; Patouillard et al. 2019 ; Helson et al. 2020 ; Le Kouby et al. 2020).

La méthode utilisée pour préparer la matrice repose sur le principe de la formulation des bétons. En effet, en supposant que l'air présent dans le mélange est négligeable, l'Eq. (2.2) peut être appliquée :

$$V_e + V_c + V_s = 1 m^3 de \ la \ matrice \ DSM \tag{2.2}$$

où V_e , V_c et V_s sont les volumes d'eau, du ciment et du sol humide respectivement (m³/m³ de la matrice DSM fraiche). V_e représente la combinaison du volume d'eau dans le sol initialement (la teneur en eau naturelle du sol) et du volume d'eau ajouté au mélange.

La quantité d'eau dans le mélange sol-ciment a été ajustée en fonction de deux critères : (1) obtenir un étalement à la table à choc proche de celui rencontré sur site, c'est-à-dire compris entre 16 et 19 cm, et (2) assurer une maniabilité optimale pour incorporer correctement les inclusions de sol sans qu'elles ne s'enfoncent au fond des moules. La première étape consiste à réaliser une série de mélanges sol-ciment avec différents rapports E/C (2,5, 3, 3,3, 3,7 et 4). Le rapport E/C de 2,5 a été choisi intuitivement à partir des valeurs rencontrées en DSM (Topolnicki 2004). Ensuite, des tests sont effectués à la table à chocs pour caractériser la consistance du mélange obtenu, tout en visant un étalement compris entre 16 et 19 cm (Fig. 62). Cette opération est répétée jusqu'au dernier rapport E/C de 4, pour tracer finalement la courbe de l'étalement à la table à chocs en fonction du rapport E/C, comme montré sur la Fig. 63.



Fig. 62. (a) Moule en forme de cône rempli du matériau posé sur le plateau de la table à chocs ; (b) Mélange sol-ciment après avoir enlevé le moule ; (c) Galette de matériau DSM formée après avoir tourné la manivelle 15 fois en 15 secondes (étalement = 17,4 cm)

D'après la Fig. 63, le rapport E/C retenu pour la préparation des éprouvettes répondant au critère (1) d'étalement de 16 à 19 cm à la table à chocs, ainsi qu'au critère (2) de la mise en place correcte des inclusions de sol sans qu'elles ne s'enfoncent dans le fond des moules, est de 3,7.



Fig. 63. Etalement à la table à chocs en fonction du rapport E/C dans le mélange, en mettant en évidence la vérification des deux critères (1) d'ouvrabilité et (2) de mise en place correcte des inclusions de sol

Matrice variable (VOS-MV)

Dans le jeu d'éprouvettes VOS-MI, la matrice sol-ciment utilisée pour incorporer différentes fractions volumiques d'inclusions de sol a été considérée comme identique, en supposant que la matrice DSM est uniforme sur toute la hauteur de l'écran étanche. Cependant, lorsqu'on imagine le processus de malaxage insitu, il est possible que le sol en place soit mélangé avec le ciment, ou bien reste intact sous forme d'inclusions de sol non malaxé. Par conséquent, la proportion de ciment dans la phase matricielle peut varier en fonction de la quantité de ces inclusions de sol. Si tel est le cas, les propriétés mécaniques, microstructurales et de transfert du matériau produit peuvent être affectées. Dans un volume représentatif du matériau DSM réalisé in-situ, deux cas extrêmes peuvent se présenter : une matrice plus résistante, plus rigide, moins poreuse et moins perméable en présence d'une quantité importante d'inclusions de sol, et une matrice moins résistante, moins rigide, plus poreuse et plus perméable en présence d'une faible quantité d'inclusions de sol.

Afin d'identifier le paramètre qui gouverne la réponse globale des matériaux DSM, c'est-à-dire si ce sont les performances de la matrice sol-ciment qui s'améliorent avec une plus grande quantité d'inclusions de sol non malaxé, ou si c'est la quantité d'inclusions de sol elle-même qui affecte négativement les propriétés indépendamment des performances de la matrice, un deuxième jeu d'éprouvettes de DSM a été préparé. Ce jeu contient les mêmes fractions volumiques d'inclusions de sol que le jeu VOS-MI (5, 15 et 25 %), avec un dosage en ciment de 140 kg/m³. Cependant, étant donné que le volume de sol V_s considéré dans l'Eq. (2.2) peut être présent dans le mélange soit sous forme mixée avec le ciment, soit sous forme d'inclusions de sol non malaxé, le dosage en ciment équivalent $C_{éq}$ dans la matrice varie en fonction de la fraction volumique d'inclusions de sol, comme illustré dans la Fig. 64a. Ainsi, la matrice produite dans ce jeu d'éprouvettes est variable, ce qui permet de désigner ce jeu sous le nom de VOS-MV dans la suite du rapport. De plus, étant donné que le dosage

en ciment équivalent $C_{\acute{eq}}$ augmente avec la fraction volumique d'inclusions, la demande en eau augmente également. Comme la quantité d'eau ajoutée est la même pour toutes les éprouvettes, le rapport E/Ccorrespondant diminue avec l'augmentation de la quantité d'inclusions, comme illustré sur la Fig. 64b. Cependant, malgré cette diminution, le rapport E/C reste dans la plage d'ouvrabilité qui permet de mettre en place les inclusions de sol, comme montré sur la Fig. 63. Parallèlement, pour chaque mélange correspondant à une fraction volumique donnée, des éprouvettes sans inclusions ont été moulées afin de tester les performances de la matrice seule.



Fig. 64. Effet de la fraction volumique d'inclusions de sol sur : (a) Dosage en ciment équivalent $C_{\acute{e}a}$; (b) Rapport $E/C_{\acute{e}a}$

2.3.4.3. Conservation des éprouvettes de DSM avec et sans inclusions de sol

Afin de simuler les conditions réelles auxquelles le matériau DSM est exposé in-situ sur le long terme, les mélanges sol-ciment étudiés doivent atteindre leurs performances maximales avant de commencer les essais de durabilité. Étant donné que le ciment au laitier utilisé dans ces mélanges présente un temps de prise plus lent que le ciment Portland, une période de cure prolongée de 3 mois (minimum) plutôt que 28 jours est nécessaire pour y parvenir.

Dans la perspective de réduire les délais d'attente pour débuter les essais de durabilité des matériaux DSM, une étude a été réalisée dans le cadre de cette thèse pour examiner l'impact de la température de cure sur le comportement micro-macroscopique des mélanges sol-ciment fabriqués en laboratoire.

Dans la littérature, plusieurs études ont montré que la cure des matériaux cimentaires, composés de ciment Portland et/ou d'additifs minéraux, à une température supérieure à la température ambiante peut présenter certains avantages, notamment en accélérant le processus d'hydratation du ciment anhydre (Jinyu et al. 2004; Trejo et al. 2004; Wang et al. 2004; Lothenbach et al. 2007; Zhang et al. 2018b; Niu et al. 2020). Plusieurs températures de cure allant de 20 à 80 °C ont été testées dans ces études, et les résultats ont montré que l'augmentation de la température de cure jusqu'à 38 °C (Trejo et al. 2004 ; Wang et al. 2004) ou même jusqu'à 50 °C (Niu et al. 2020) conduit à une augmentation de la résistance à la compression au jeune âge, en quelques heures à quelques jours après le début de la prise. Cela s'explique par la formation d'une plus grande quantité de produits d'hydratation du ciment à ces températures. Cependant, Niu et al. (2020) ont constaté qu'au-delà de 28 jours de cure, la résistance à la compression diminuait aux températures de cure les plus élevées (60, 70 et 80 °C). Wang et al. (2004) ont rapporté que les hydrates formés plus rapidement à des températures élevées peuvent ne pas se diffuser significativement à partir des grains de ciment anhydre. Par conséquent, les phases cimentaires se répartissent de manière non uniforme et recouvrent les grains de ciment anhydre en formant une barrière de diffusion, empêchant ainsi la croissance des hydrates à un stade ultérieur. De plus, les auteurs ont observé que sur les matériaux soumis à une cure à 50 °C, l'intensité de l'ettringite diminuait après 28 jours de cure. Ainsi, la diminution de la résistance à la compression au-delà de 28 jours, à des températures de cure plus élevées, peut être attribuée à la décomposition de l'ettringite.

Par ailleurs, les chercheurs ont révélé que les bétons contenant des additifs minéraux tels que le laitier de haut fourneau, les cendres volantes et la fumée de silice sont plus sensibles à la température de cure que les bétons à base de ciment Portland, en raison des réactions pouzzolaniques caractéristiques de ces matériaux de substitution (Wang et al. 2004 ; Niu et al. 2020). En d'autres termes, lorsque le mélange de ciment contenant l'un de ces additifs est soumis à une température élevée, les réactions pouzzolaniques de ces matériaux se déroulent plus précocement pendant la phase d'hydratation initiale (Niu et al. 2020). Par exemple, la réaction pouzzolanique des cendres volantes semble commencer après seulement 1 jour de cure à une température de 50 °C (Deschner et al. 2013), ce qui se traduit par une consommation significative de portlandite Ca(OH)₂. En conclusion, l'utilisation de la température pour accélérer le processus d'hydratation des matériaux cimentaires doit être considérée avec précaution.

Les résultats de l'étude menée au cours de cette thèse sur les effets de la température sont présentés dans le chapitre (3), et ils ont montré que la distribution de taille des pores, la résistance à la compression simple et le module d'Young d'un matériau DSM après un mois de cure à 38 °C dans des conditions endogènes sont équivalents à ceux obtenus sur un matériau après un an de cure endogène à 20 °C. Par conséquent, les échantillons de VOS-MI et VOS-MV ont été conservés dans un réacteur conçu pour l'étude de l'alcali-réaction, à une température de 38 °C et à une humidité relative saturée (Fig. 65).



Fig. 65. (a) Réacteur à 38 °C utilisé ; (b) Eprouvettes de DSM conservées dans des bacs placés à l'intérieur du réacteur

2.4. Mesure des propriétés de transfert

2.4.1. Perméabilité à l'eau (K)

L'essai de perméabilité à l'eau requiert une préparation longue des éprouvettes. Ces dernières sont, dans un premier temps, mises à tremper dans un dessiccateur fermé et rempli d'eau pendant plusieurs jours afin de les amener à quasi-saturation. Le dessiccateur est muni d'une pompe à vide afin d'évacuer les bulles d'air des éprouvettes (Fig. 66a).



Fig. 66. (a) Saturation des éprouvettes de DSM sous vide ; (b) Montage d'une éprouvette dans une membrane étanche ; (c) Dispositif de mesure de la perméabilité à l'eau dans une cellule triaxiale

Les essais sont réalisés selon la norme XP CEN ISO/TS 17892-11 (AFNOR 2005c) dans une cellule triaxiale (essais à charge hydraulique constante). La pression de l'eau dans la cellule est réglée au moyen d'un Contrôleur Pression Volume (CPV). Cette pression, supérieure à celle régnant au sein de la membrane, exerce

une contrainte sur l'éprouvette facilitant le test. Deux autres CPV contrôlent la pression au niveau supérieur et inférieur de l'éprouvette (Fig. 66b-c et Fig. 67). Une dépression est ainsi créée entre le haut et le bas de l'éprouvette en imposant une différence de pression de 50 kPa voire plus. Cette dépression conduit l'eau à traverser l'éprouvette de bas en haut. Le montage expérimental est équipé d'un ordinateur qui joue un double rôle lors des essais. En plus de piloter les CPV, il est également chargé de l'acquisition des données pendant l'essai (volume d'eau entrant et sortant de l'éprouvette en fonction du temps). Lorsque le régime permanent est atteint, i.e. les débits d'eau entrant et sortant sont égaux, la loi de Darcy peut être utilisée pour calculer la perméabilité à l'eau en utilisant la mesure en temps réel du volume d'eau qui a traversé l'éprouvette. Les éprouvettes testées dans la cellule triaxiale sont les éprouvettes confectionnées en laboratoire et les éprouvettes de site recarottées à un diamètre de 50 mm.



Fig. 67. Illustration du dispositif de mesure de la perméabilité à l'eau

2.4.2. Coefficient d'absorption capillaire (C1)

La mesure du coefficient de capillarité permet d'évaluer la capacité des matériaux de construction à absorber l'eau par capillarité. Dans l'approche de durabilité des bétons, cette mesure est considérée comme étant un indicateur de durabilité de substitution (AFGC 2004 ; Baroghel-Bouny 2005a). Le coefficient d'absorption capillaire (C_1) des échantillons de DSM a été mesuré selon la norme NF EN 1925 (AFNOR 1999c). Les éprouvettes sont préalablement séchées à l'étuve à 55 °C jusqu'à ce que leur masse soit constante, puis placées verticalement à une température constante dans un récipient étanche sur des pierres poreuses saturées pour assurer un contact uniforme (Fig. 68). Le niveau d'eau est maintenu constant à 3 ± 1 mm. Les éprouvettes sont ensuite pesées à des intervalles spécifiés par la norme pendant une certaine période (généralement 24 heures).



Fig. 68. Illustration du dispositif de mesure du coefficient d'absorption capillaire (C_1)

Lors de l'essai, le processus d'absorption d'eau peut être divisé en deux phases distinctes. La première phase commence avec une courbe à zéro car les éprouvettes sont initialement sèches. Après immersion, la courbe commence à monter rapidement car l'eau remplit progressivement la porosité librement accessible grâce aux forces capillaires. Toutefois, la vitesse d'absorption diminue progressivement avec le temps car l'eau pénètre plus profondément dans les pores et atteint un état d'équilibre avec l'air emprisonné. Ce phénomène marque le début de la deuxième phase, au cours de laquelle l'eau remplit la porosité piégée grâce à des mécanismes de diffusion et de dissolution de l'air dans l'eau. Le coefficient d'absorption capillaire est finalement calculé graphiquement en utilisant la pente de la partie linéaire de la courbe qui relie la masse d'eau absorbée par unité de surface à la racine carrée du temps (Fig. 69).



Fig. 69. Prise de poids cumulée en eau par unité de surface en fonction de la racine carrée du temps

La capacité d'un matériau à absorber l'eau par le phénomène d'absorption capillaire est liée à la tension superficielle qui existe entre le solide, l'air et l'eau à une échelle microscopique (Walbert 2015). Le transfert des fluides provenant de l'extérieur du matériau est contrôlé par les caractéristiques du réseau de pores, telles que la porosité accessible, la distribution de taille des pores, la tortuosité et la constrictivité. En général, un coefficient d'absorption capillaire plus élevé est associé à des pores plus petits (Wang et al. 2022b).

L'analyse des courbes d'absorption capillaire permet d'avoir une idée de la distribution de taille des pores (Mertz 1991). Dans un matériau avec une distribution de pores monomodale, la partie linéaire de la courbe présentera une seule rupture de pente, alors que dans un matériau avec une distribution de pores bimodale, deux ruptures de pente seront observées. Par conséquent, plus le matériau présente une distribution de pores variée, plus il y aura d'inflexions ou de ruptures de pente marquées. Les éprouvettes de DSM provenant de site peuvent présenter un phénomène encore plus marqué en termes d'inflexions sur la partie linéaire des courbes de capillarité. Cela est principalement dû à la présence d'inclusions de sol et de graviers qui sont disposés de manière variable en termes de quantité et de positionnement, entraînant ainsi des variations significatives dans la distribution de la taille des pores à l'échelle des éprouvettes. Ces variations se reflètent sur la courbe sous la forme de multiples inflexions ou de ruptures de pente.

2.5. Mesure des propriétés microstructurales

2.5.1. Porosité accessible à l'eau (P)

Le test de porosité accessible à l'eau, tel que défini par la norme NF P94-410-3 (AFNOR 2001), consiste à saturer quasi-totalement l'éprouvette de DSM d'eau (Fig. 70a) avant qu'elle soit soumise à une pesée hydrostatique basée sur la poussée d'Archimède (Fig. 70b). Par la suite, l'éprouvette est séchée dans une étuve à 55 °C (Fig. 70c), et la porosité totale accessible est calculée en utilisant la relation suivante :

$$P = 100 \frac{m_w - m_d}{m_w - m_h}$$
(2.3)

avec m_w la masse de l'éprouvette saturée, m_d est la masse de l'éprouvette sèche et m_h est la masse de l'éprouvette déterminée par pesée hydrostatique.



Fig. 70. (a) Saturation des éprouvettes sous vide ; (b) Mesure de la pesée hydrostatique ; (c) Séchage des éprouvettes à 55 °C dans une étuve

2.5.2. Porosimétrie par intrusion de mercure (PIM)

Pour déterminer la porosité globale et la distribution de la taille des pores des différentes phases constituant le matériau DSM, un porosimètre à mercure AutoPore IV Micrometrics a été utilisé. Avant d'introduire le mercure par incréments de pression allant de 0,0035 à 412,8 MPa, les échantillons de matrices ou d'inclusions de sol provenant des tests de résistance à la compression simple R_c doivent être lyophilisés pour éliminer l'eau des pores. Dans cette étude, l'azote liquide a été utilisé pour former une glace vitreuse (Fig. 71a) ayant un volume identique à celui de l'eau dans le réseau des pores. Ensuite, l'eau a été sublimée sous forme de vapeur dans un lyophilisateur à une température de -52 °C et une pression de 0,07 mbar (Fig. 71b).



Fig. 71. (a) Echantillon de DSM trempé dans l'azote liquide ; (b) Lyophilisateur ; (c) Porosimètre à mercure AutoPore IV Micrometrics utilisé dans cette étude

Le volume de mercure introduit dans l'échantillon à chaque pression est mesuré à l'aide d'un capteur de type capacitance connecté au pénétromètre. A la fin de l'essai, les courbes de volume cumulé sont tracées en fonction de la pression capillaire P_c , qui est liée au rayon des pores R par la loi de Jurin :

$$P_c = \frac{2\sigma_{Hg}\cos\theta}{R} \tag{2.4}$$

avec σ_{Hg} la tension superficielle de mercure (0.485 N.m⁻¹) et θ l'angle de contact entre la surface solide et le mercure (141° est utilisé dans cette étude).

2.5.3. Observations au microscope optique à profondeur de champ

Des observations au microscope numérique à profondeur de champ de chez Keyence ont été réalisées pour analyser la surface des matériaux de DSM provenant de site ou confectionner en laboratoire et pour réaliser des mesures d'état de surface en 2D et 3D, notamment la rugosité, grâce aux logiciels de traitement d'images avancés associés (VHX-H3M3 et VHX-H5M respectivement). Les échantillons ont été préparés en coupant des lamelles de quelques millimètres d'épaisseur polies sous l'eau pour obtenir une surface lisse et plane. Des lames minces du matériau inclus dans une résine ont été également préparées. Les images ont été acquises à différentes échelles de grossissement à l'aide d'un microscope numérique Keyence de modèle VHX-7000 (Fig. 72) équipé d'un capteur photographique CCD haute résolution (x20 – x2000).



Fig. 72. (a) Keyence VHX-7000 utilisé dans cette étude ; (b) Echantillon de DSM posé sur la platine du Keyence qui peut être contrôlée dans les trois directions : X, Y et Z

Le microscope numérique Keyence a également été utilisé pour valider avant mesure l'état de surface de certains échantillons plans. En effet, avant de mesurer les propriétés élastiques à l'échelle locale, telles que la micro-dureté Vickers et le module d'élasticité par nanoindentation (essais décrits dans les paragraphes suivants), il est important d'analyser le rendu de surface des échantillons de DSM après polissage. Cette étape est très importante car l'état de surface peut considérablement affecter les résultats de ces essais. Une surface plus ou moins rugueuse peut entraîner des mesures peu fiables de la taille de l'empreinte de la pointe Vickers ou de la profondeur de pénétration de d'indenteur dans le matériau.

Pour garantir des résultats précis et reproductibles de la micro-dureté Vickers et du module d'élasticité par nanoindentation, les échantillons de DSM ont été soigneusement polis et leur état de surface a été analysé à l'aide du microscope numérique Keyence. On a essayé d'aboutir à un traitement de surface optimal afin de s'assurer que les résultats des essais ultérieurs ne soient pas faussés par les irrégularités de surface.

2.5.4. Analyse par microscope électronique à balayage (MEB)

Des observations microstructurales ont été menées dans le cadre de cette étude sur les différentes phases composant le matériau DSM, à savoir la matrice sol-ciment bien mélangée, les inclusions de sol non malaxé avec le ciment, les graviers ainsi que la zone de transition interfaciale (ITZ). Pour ce faire, un microscope électronique à balayage environnemental (MEBE ou ESEM) de type QUANTA 400 FEI (Fig. 73) a été utilisé, équipé de différents détecteurs pour maintenir une bonne résolution à différentes pressions, à savoir le détecteur Evehart-Thorneley (SE), le détecteur à diode semi-conductrice (BSE), le détecteur LFD, le détecteur GAD (BSE avec un cône) et le détecteur GSED. Grâce à ces observations, il a été possible d'étudier la géométrie des pores, la zone de transition interfaciale (ITZ) autour des inclusions de sol et des graviers, ainsi que les microfissures dans la matrice cimentaire à la suite des essais de vieillissement artificiel. De plus,

l'utilisation de la sonde élémentaire EDX intégrée au microscope a permis une analyse chimique semiquantitative des zones atypiques, notamment les zones carbonatées.

Les échantillons de DSM examinés ont été obtenus après le sciage d'éprouvettes de site en découpes minces de quelques millimètres, qui ont été polies pour obtenir une surface lisse et plane. Des échantillons inclus dans une résine ont été également préparés pour observer l'ITZ.



Fig. 73. Microscope électronique à balayage environnemental de type QUANTA 400 FEI utilisé dans cette étude

2.5.5. Analyse par microtomographie aux rayons X

La microtomographie aux rayons X, également connue sous le nom de X-ray CT Scan (Computed Tomography), est une technique d'imagerie 3D qui permet de visualiser l'intérieur d'un échantillon avec une meilleure résolution tridimensionnelle.

Le principe de mesure par cette technique non destructive, illustré sur la Fig. 74, repose sur l'envoie d'un faisceau de rayons X à travers l'échantillon analysé et posé sur un plateau tournant, et de calculer par la suite le coefficient d'absorption (ou d'atténuation) des rayons X par chacune des phases composant l'échantillon pour produire des images 2D. En effet, le niveau de gris sur une image 2D représente l'intensité des rayons X qui atteignent la plaque du détecteur. D'après Tian et al. (2019) et Man et van Mier (2008), le coefficient d'absorption des rayon X dépend fortement de la densité et de la composition chimique du matériau inspecté, dont la probabilité d'absorption photoélectrique est proportionnelle à $(Z/E)^3$, où Z est le numéro atomique de la phase traversée par les rayons X à une énergie donnée *E*.



Fig. 74. Principe de l'analyse par microtomographie aux rayons X

Dans cette étude, pour visualiser les différentes phases composant les matériaux DSM, i.e. la matrice de solciment bien mixée, les inclusions de sol et les graviers sur les éprouvettes provenant du site, ainsi que la macroporosité et les fissures développées lors des cycles de vieillissement sur les éprouvettes confectionnées en laboratoire, un microtomographe à rayon X Ultratom fabriqué par RX Solutions (Fig. 75) a été utilisé, comportant une source L10801Hamatsu et un imageur PaxScan4343DX-I. Les paramètres de balayage étaient de 200 kV, 300 µA pour la source et 1 fps et une moyenne de 12 images pour l'imageur.



Fig. 75. Microtomographe à rayons X Ultratom du laboratoire Navier utilisé dans cette étude

2.6. Mesure des propriétés mécaniques

2.6.1. Module d'Young dynamique (Ed)

Le module d'Young dynamique des échantillons de DSM peut être calculé à partir de mesures non destructives telles que la vitesse d'ondes de compression et la fréquence de résonnance. Ces méthodes non destructives sont très utiles lorsque le nombre d'échantillons est limité et qu'il n'est pas possible d'effectuer plusieurs essais destructifs en laboratoire. Dans le cadre de cette étude, on cherche à explorer la possibilité de caractériser les propriétés élastiques des matériaux DSM provenant de différents sites en utilisant des essais non destructifs. Plus précisément, l'objectif était de relier le module d'élasticité dynamique à l'hétérogénéité des matériaux, i.e. la présence d'inclusions et de macroporosité. Pour cela, les mesures de vitesse d'ondes de compression V_p et de fréquence de résonnance f ont été réalisées sur un certain nombre d'éprouvettes décimétriques, et les résultats ont été analysés en tenant compte des hétérogénéités des matériaux et comparés par la suite aux mesures faites sur des éprouvettes confectionnées en laboratoire.

2.6.1.1. Vitesse d'ondes de compression (V_p)

La vitesse d'ondes de compression V_p des éprouvettes décimétriques de DSM a été mesurée avant l'essai de résistance à la compression simple R_c à l'aide d'un appareil commercialisé de type « Pundit ». L'équipement illustré sur la Fig. 76 utilise la méthode de l'écho ultrasonore pour déterminer la vitesse avec laquelle se propagent les ondes de compression dans le matériau.



Fig. 76. Mesure de la vitesse d'ondes de compression V_p à l'aide de l'appareil « Pundit »

Le principe de mesure repose sur l'émission d'une impulsion sonore à la surface de l'éprouvette et la détection de l'onde transmise jusqu'à la surface opposée. La différence de temps entre l'émission et la réception de

l'onde est utilisée pour calculer la vitesse d'ondes de compression V_p . Grâce à cette méthode non destructive, il est possible d'obtenir par calcul une valeur du module d'Young dynamique E_{dp} en utilisant la formule suivante :

$$E_{dp} = \rho \frac{(1+\nu)(1-2\nu)}{(1-\nu)} V_p^2$$
(2.5)

avec ρ la densité de l'éprouvette en kg/m^3 , ν le coefficient de Poisson et V_p est la vitesse d'ondes de compression en m/s.

2.6.1.2. Fréquence de résonnance (f)

L'appareil GrindoSonic MK7 R2.0 a été utilisé pour mesurer la fréquence de résonnance f des matériaux de DSM (Fig. 77). Cette mesure consiste à exciter manuellement l'échantillon en donnant un coup de marteau (**X**), puis d'enregistrer les fréquences de vibration propres de l'échantillon en utilisant un des deux capteurs de vibration : soit le capteur piézoélectrique (**P**) ou le microphone acoustique (**M**).



Fig. 77. (a) L'appareil GrindoSonic utilisé (20 Hz - 150 kHz); (b) Différents types de marteaux (**X**) utilisés pour mesurer la fréquence de résonnance en fonction du type de matériau; (c) Capteur piézoélectrique (**P**); (d) Microphone acoustique (**M**)

La mesure de la fréquence de résonnance peut être effectuée selon plusieurs modes en fonction des propriétés et de la géométrie des échantillons à tester, à savoir le mode de flexion utilisé généralement pour les échantillons qui ont une forme de poutre ou de plaque (Fig. 78 – à gauche), le mode de vibration longitudinal qui a été utilisé pour les échantillons de DSM dans cette étude (Fig. 78 – au milieu), et le mode de torsion utilisé généralement pour évaluer le module de cisaillement *G* des matériaux (Fig. 78 – à droite).



Fig. 78. Différents modes de mesure de la fréquence de résonnance par l'appareil GrindoSonic MK7 R2.0

Le module d'Young dynamique E_{df} des matériaux DSM a été calculé à partir de la mesure de la fréquence de résonnance f selon la norme NF EN 14146 (AFNOR 2004b) en utilisant les équations établies pour le cas des éprouvettes de forme quelconque :

$$E_{df} = 4 \times 10^{-6} \frac{\pi^2 H^4}{(4,73^4)i^2} f^2 \rho C$$
(2.6)

$$i = \sqrt{I/A} \tag{2.7}$$

$$C = \frac{1}{2} + \frac{4.73^2}{2} \times \frac{i^2}{H^2} \left[1 + \frac{6}{5} \times 2(1+\nu) \right] + \sqrt{\frac{1}{4} + \frac{4.73^2}{2} \times \frac{i^2}{H^2} \left[1 + \frac{6}{5} \times 2(1+\nu) \right] + \frac{4.73^4}{4} \times \frac{i^4}{H^4} \left[1 - \frac{6}{5} \times 2(1+\nu) \right]^2}$$
(2.8)

avec *H* la hauteur de l'éprouvette en *m*, *f* la fréquence de résonnance fondamentale (premier mode) en *Hertz*, ρ la densité de l'éprouvette en kg/m^3 , ν le coefficient de Poisson, *I* le moment d'inertie de l'éprouvette en en m^4 et *A* la surface de la section transversale de l'éprouvette en m^2 .

2.6.2. Résistance à la compression simple (R_c)

La résistance à la compression simple R_c des éprouvettes de DSM a été mesurée en utilisant une presse TRITECH 100 kN, conformément à la norme NF EN 13286-41 (AFNOR 2003b). Les essais ont été réalisés à déplacement contrôlé avec une vitesse de chargement de 3 mm/min. Pour mesurer la déformation locale de l'éprouvette au centre, trois capteurs locaux ont été installés à 120° autour de deux anneaux, comme illustré dans la Fig. 79. De plus, un capteur de déplacement global a été placé sur la base inférieure sur laquelle l'éprouvette était posée pour mesurer la déformation globale.



Fig. 79. (a) Dispositif expérimental pour l'essai de résistance à la compression ; (b) L'éprouvette issue de l'essai R_c a été ouverte le long de son plan longitudinal pour permettre une inspection visuelle et une analyse d'images des deux types d'inclusions observés

2.6.3. Module d'Young statique (E50)

Le module d'élasticité statique des éprouvettes de DSM a été déterminé en utilisant la méthode illustrée sur la Fig. 80b et présentée en détail dans Eurosoilstab (2002). Cette méthode consiste à calculer un module sécant à partir de la courbe de contrainte en fonction de la déformation locale lorsque la contrainte atteint 50 ± 5 % de la valeur de la résistance à la compression simple R_c . Ce module est communément appelé module d'Young local qui sera désigné par E_{50} dans la suite de ce rapport.



Fig. 80. (a) Calcul de la résistance à la compression simple R_c avec S la surface de la section de l'éprouvettes de DSM ; (b) Calcul du module d'élasticité local selon la méthode présentée dans Eurosoilstab (2002)

2.6.4. Mesure des propriétés élastiques à l'échelle locale

2.6.4.1. Micro-dureté Vickers (HV)

L'essai de mesure de la micro-dureté Vickers *HV* est une technique qui a été utilisée pour évaluer la dureté à l'échelle locale de chaque phase composant le matériau DSM, i.e. la matrice de sol-ciment bien mixée, les graviers et si possible les inclusions de sol. Un micro-Vickers SMV de la société Someco (Fig. 81b) a été utilisé. Le principe de mesure consiste à appliquer une charge normalisée de faible intensité sur la surface du matériau à l'aide d'une pointe en diamant de type Vickers. Cette dernière se caractérise par une forme de pyramide à base carrée avec un angle de 136° entre deux faces opposées (Fig. 82). Les charges utilisées sont celles recommandées par la norme NF EN ISO 6507-1 (AFNOR 2018) / ASTM E384-11 (ASTM 2012), à savoir 0,098 N, 0,245 N, 0,49 N, 0,98 N, 1,96 N, 2,94 N, 4,9 N ou 9,8 N. Afin d'appliquer la charge souhaitée, la pointe est fixée à un dispositif mécanique qui lui permet de descendre en contact avec la surface de l'échantillon en douceur (Fig. 81c).



Fig. 81. (a) Découpe de DSM composée d'une matrice sol-ciment bien mixée et d'inclusions de type graviers et sol ; (b) Micro-Vickers utilisé (ICAM site de Nantes) ; (c) Pointe en diamant de type Vickers enfoncé dans l'échantillon

L'essai de micro-dureté Vickers se déroule en trois phases : la première phase consiste à enfoncer la pointe dans l'échantillon pour appliquer la charge souhaitée, la deuxième phase consiste à maintenir la pointe en contact avec l'échantillon pendant 15 secondes, et la troisième phase consiste à relâcher complètement la pointe. Ensuite, à l'aide d'un microscope équipé d'une caméra et d'un moniteur, la taille des deux diagonales de l'empreinte carrée est mesurée. Enfin, la dureté Vickers HV est calculée en divisant la charge appliquée P par la surface de l'empreinte en creux :

$$HV = \frac{2P\sin\left(\frac{a}{2}\right)}{d^2} = \frac{1,8544 P}{d^2}$$
(2.9)

avec *HV* la dureté Vickers en *MPa*, *P* la charge appliquée en *N*, et *d* la moyenne des deux diagonales de l'empreinte en *mm* (d_1 et d_2). Les tests ont été réalisés au sein de laboratoire des Structures et Matériaux Innovants à l'ICAM site de Nantes.



Fig. 82. Pointe de type Vickers utilisée

L'essai de micro-dureté Vickers peut être une méthode précise pour évaluer la micro-dureté du matériau DSM. Cependant, il n'existe aucune relation directe entre la dureté Vickers HV et le module d'élasticité E du matériau. En effet, la micro-dureté représente la résistance d'un matériau à la déformation plastique sous une faible charge, tandis que le module d'élasticité représente sa capacité à résister à la déformation élastique sous une charge plus élevée. De ce fait, bien que l'essai de μ Vickers puisse fournir des informations intéressantes sur les propriétés mécaniques du matériau, il ne peut être utilisé pour caractériser complètement les propriétés mécaniques à l'échelle locale.

2.6.4.2. Nanoindentation

La nanoindentation est une méthode instrumentée pour mesurer les propriétés élastiques des matériaux à l'échelle nanométrique. Pour les matériaux DSM, cette technique permet de mesurer non seulement la microdureté, mais aussi le module d'élasticité local de la matrice sol-ciment et des différents graviers qui composent la couche de fondation sur laquelle a été construite la digue.

Le principe de la nanoindentation consiste à enfoncer un indenteur de forme particulière dans le matériau à analyser en appliquant une petite charge. Le nanoindenteur HIT 300 d'Anton Paar, équipé d'un indenteur Berkovich d'une taille de quelques dizaines de nanomètres et d'un angle d'ouverture $\theta = 68^{\circ}$, est utilisé dans cette étude (Fig. 83). Les forces appliquées et la profondeur de pénétration de l'indenteur sont enregistrées avec précision sous forme de courbes force-déplacement. La gamme de force applicable pour ce nanoindenteur est réglable en continu et varie de 0,01 mN à 300 mN.



Fig. 83. (a) Nanoindenteur HIT 300 utilisé dans cette étude ; (b) Echantillon de DSM posé sur la platine de l'indenteur qui peut être contrôlée à l'aide de l'ordinateur uniquement dans la direction X, la direction Y est contrôlée manuellement

L'essai de nanoindentation se distingue de l'essai μ Vickers par la courbe de force-déplacement obtenue pendant l'essai, qui représente la variation de la force normale appliquée par l'indenteur en fonction de la profondeur de pénétration dans le matériau. Lors de l'application de la charge, les deux premières parties de la courbe sont enregistrées, et correspondent à la déformation élastoplastique puis parfaitement plastique du matériau DSM jusqu'à la profondeur maximale h_{max} . Lors du retrait de l'indenteur, la troisième partie de la courbe qui correspond à la déformation élastique inverse du matériau est enregistrée. L'analyse de la courbe permet de déterminer la dureté d'indentation H_{IT} et le module d'Young d'indentation E_{IT} en utilisant la méthode analytique développée par Oliver et Pharr (1992) :

$$H_{IT} = \frac{P_{max}}{A_c} \tag{2.10}$$

avec P_{max} la charge maximale en N et A_c l'aire de contact projetée entre l'indenteur et le matériau en m^2 , qui dépend de la profondeur réelle de contact h_c et du type de pointe d'indentation utilisée. Dans le cas d'une pointe de type Vickers ou de type Berkovich, l'aire de contact est donnée par l'équation suivante :

$$A_c = 4h_c^2 tan^2(\theta) = 24.5.h_c^2$$
(2.11)

La profondeur réelle de contact h_c , comme montré sur la Fig. 84 et la Fig. 85, peut être directement calculée par la relation suivante :

$$h_c = h_{max} - h_s = h_{max} - \varepsilon \frac{P_{max}}{S}$$
(2.12)

avec ε une constante qui dépend de la géométrie de l'indenteur utilisé et qui est égal 0,75 dans le cas d'un indenteur de type Berkovich, et *S* la rigidité élastique du matériau en *N/m* qui correspond à la pente de la courbe force-déplacement dans la phase initiale de déchargement (Fig. 85).

Le module d'élasticité d'indentation E_{IT} peut être calculé à partir de l'ensemble des paramètres présentés cidessus en utilisant la relation suivante :

$$E_{IT} = \frac{1 - v_s^2}{\frac{1}{E_r} - \frac{1 - v_i^2}{E_i}}$$
(2.13)

avec ν le coefficient de poisson et E le module d'élasticité avec les indices s et i correspondant à l'échantillon et l'indenteur respectivement. Le module d'élasticité réduit E_r est donné par :

$$E_r = \frac{\sqrt{\pi}}{2\beta} \frac{1}{\sqrt{A_c}} S \tag{2.14}$$

avec β le facteur compensant la nature non axisymétrique de l'indenteur, également appelé facteur de forme qui est égal à 1,034 dans le cas de l'indenteur Berkovich.



Fig. 84. Schéma expliquant les différents paramètres impliqués dans l'analyse de l'essai de nanoindentation



Fig. 85. Courbe de force P en fonction de la profondeur de pénétration h de l'indenteur avec représentation des différents paramètres pouvant être extraits de cette courbe

2.7. Essais de vieillissement artificiel en laboratoire

Cette partie se concentre sur la simulation en laboratoire de la dégradation des matériaux DSM présents dans un écran étanche réalisé dans le corps d'une digue en terre et plus précisément, sur les processus de dégradation (A), (B₁ et B₂) et (C) définis sur la Fig. 86, qui sont causés par des variations d'état hydrique liées au changement climatique. L'objectif est d'étudier l'impact de la présence d'inclusions de sol sur les propriétés microstructurales (porosité accessible à l'eau), hydrauliques (perméabilité à l'eau) et mécaniques (résistance à la compression et module d'Young) des éprouvettes de DSM (VOS-MI) au cours de la dégradation du matériau. Les éprouvettes sont donc soumises à des cycles d'humidification/séchage à une fréquence et une intensité données correspondant aux variations saisonnières.

Les résultats obtenus sont comparés à ceux des éprouvettes en cure endogène utilisées comme référence (jeu d'éprouvettes désigné par VOS-MI-T0). L'objectif est de suivre l'évolution de ces propriétés en fonction de la zone où se trouve le matériau DSM dans l'écran étanche, du nombre de cycles et de la fraction volumique des inclusions présentes dans le matériau. Ainsi, la dégradation résultant de l'application du protocole de vieillissement artificiel pourra être évaluée.



Fig. 86. Profil en travers d'une digue en terre confortée par la technique de DSM et présentant les différentes formes de dégradation du matériau DSM pouvant être causées par des mouvements d'eau ou des variations d'état hydrique dans un écran étanche

Afin de mettre en place un protocole de vieillissement artificiel réaliste pour simuler l'altération des performances du matériau DSM, il est important d'appliquer des sollicitations hydriques cohérentes avec celles auxquelles le matériau est exposé dans le sol de l'ouvrage. Pour cela, des données provenant d'une instrumentation sur site ont été utilisées.

En 2017, une instrumentation a été mise en place sur le site du sondage carotté SC1-M pour suivre l'évolution de la teneur en eau et de la température dans l'écran étanche en DSM et dans le corps de la digue et ce pendant quelques années. Cinq capteurs TDR ont été installés dans l'écran étanche lors de sa réalisation à des profondeurs de 1,5, 2,5, 3,5, 4,5 et 5,5 m pour mesurer la teneur en eau massique et la température. Deux autres capteurs TDR et un capteur de succion (Fig. 87a) ont été installés dans le sol du corps de la digue à une profondeur de 1 m. De plus, une station météo extérieure pour mesurer la température et la pluviométrie a également été installée. Tous ces capteurs ont été connectés à une centrale d'acquisition des mesures (Fig. 87b) et Fig. 88).



Fig. 87. (a) Capteur TDR pour la mesure de la teneur en eau volumique et de la température ainsi que le capteur de succion utilisés dans les travaux d'instrumentation sur site ; (b) Centrale d'acquisition des mesures



Fig. 88. Profil en travers de la levée de site M pour illustrer le schéma détaillé de l'instrumentation mise en place

La Fig. 89a présente l'évolution temporelle de la température mesurée à différentes profondeurs dans l'écran étanche en DSM (1,5, 2,5, 3,5, 4,5 et 5,5 m) ainsi que dans le corps de la digue à 1 m de profondeur, en comparaison avec la température extérieure mesurée par une station météo. Les mesures ont été réalisées pendant environ trois ans et demi, et une variation cyclique peut être observée sur l'ensemble des courbes de température, avec des amplitudes variant de -10 à 40 °C pour la température extérieure, de 6 à 25 °C pour le sol non traité par la technique de DSM et de 10 à 23 °C pour l'écran étanche en DSM. Les amplitudes de variation de la température dans l'écran étanche sont plus importantes près de la surface. Bien qu'un léger déphasage ait été observé entre les mesures effectuées dans l'écran en DSM et celles effectuées à l'extérieur, la variation cyclique des profils de température est cohérente avec les variations saisonnières.

La Fig. 89b présente l'évolution temporelle de la teneur en eau volumique mesurée à différentes profondeurs dans l'écran étanche. Les valeurs de teneur en eau ont été normalisées en divisant par la teneur initiale W_0 mesurée par les cinq capteurs TDR le 9 décembre 2017. Cela permet d'observer les amplitudes de variation de la teneur en eau sur une période de trois ans et demi. Pour les quatre premières profondeurs (1,5, 2,5, 3,5 et 4,5 m), la Fig. 89b montre une variation cyclique de la teneur en eau au fil du temps, avec une diminution globale. Bien que cette diminution soit légère, elle est enregistrée par les quatre capteurs TDR concernés. En revanche, la courbe correspondant à la profondeur de 5,5 m montre une teneur en eau constante au fil du temps. Cela peut s'expliquer par le fait que le capteur TDR situé à cette profondeur se trouve dans une zone saturée en permanence [zone (C) dans la Fig. 86], notamment parce que la variation de la teneur en eau pour la profondeur

de 4,5 m présente une amplitude plus faible que celle des trois premières profondeurs. Ces résultats sont intéressants car ils indiquent que l'état hydrique de l'écran étanche peut varier à différentes profondeurs en fonction des saisons, ce qui est cohérent avec l'hypothèse formulée dans la Fig. 86 où la zone de dégradation (A) due au drainage et à la remontée capillaire a été définie.

Dans les paragraphes suivants, deux types de cycles d'humidification/séchage accélérés seront proposés en se basant sur les résultats de l'instrumentation réalisée sur site dans la digue ainsi que dans l'écran étanche.



Fig. 89. (a) Variation en fonction du temps de la température mesurée à l'extérieur, dans le sol de la digue à une profondeur de 1 m et dans l'écrans étanche en DSM à différentes profondeurs (1,5, 2,5, 3,5, 4,5 et 5,5 m); (b) Variation en fonction du temps de la teneur en eau volumique normalisée mesurée dans l'écrans étanche en DSM à différentes profondeurs (1,5, 2,5, 3,5, 4,5 et 5,5 m)

2.7.1. Cycles humidification/séchage

Dans cette étude, deux types de cycles d'humidification/séchage ont été proposés pour simuler en laboratoire de manière accélérée la dégradation du matériau DSM situé dans les zones (A) et (B) de l'écran étanche (voir Fig. 86). Ces deux types de cycles, inspirés des travaux de thèse de Mehenni (2015) et De Baecque (2019), diffèrent principalement en termes d'intensité. Le premier type de cycle, appelé "sollicitation (A)", est caractérisé par une agressivité modérée et est simulé par un cycle de séchage sous des conditions contrôlées de température et d'humidité relative, suivi d'une humidification par remontée capillaire. Le deuxième type de cycle, nommé "sollicitation (B)", présente une agressivité plus forte et est simulé par un cycle de séchage dans une étuve suivi d'une immersion dans l'eau. Les détails de ces cycles sont décrits ci-dessous.

2.7.1.1. Sollicitation (A) : séchage en conditions contrôlées / humidification par remontée capillaire

La "**sollicitation** (**A**)" a été employée pour simuler la combinaison du phénomène de désaturation avec celui de la remontée capillaire dans la zone de battement de la nappe. Les cycles d'humidification/séchage sont souvent utilisés en laboratoire pour reproduire ce facteur d'évolution. Cependant, le séchage, qui est généralement effectué dans une étuve, peut être très dommageable pour le matériau DSM, car les gradients importants appliqués ne représentent pas fidèlement les phénomènes se produisant dans l'ouvrage réel in-situ. Il est donc crucial de trouver la méthode la plus réaliste pour simuler en laboratoire la dégradation par saturation/désaturation du matériau DSM.

Pour ce faire, les éprouvettes de DSM sont d'abord placés dans une enceinte climatique à une température de 20 °C et une humidité relative de 65 % pendant 3 jours (voir Fig. 90a) ce qui constitue la phase de séchage (ou désaturation) douce. Ensuite, pour saturer les éprouvettes, on utilise le phénomène de remontée capillaire. Les éprouvettes sont posées sur des grilles recouvertes d'un papier-filtre et plongées dans une mince couche d'eau. Afin d'accélérer l'homogénéisation de la saturation et d'éviter tout gradient de dégradation entre le haut et le bas des éprouvettes de VOS-MI-A, ces dernières sont retournées lorsque le front de saturation atteint la mi-hauteur des éprouvettes (voir Fig. 90b). La durée d'humidification a été fixée à 2 jours.



Fig. 90. (a) Séchage des éprouvettes VOS-MI-A dans une enceinte climatique à une température de 20 °C et une humidité relative de 65 % pendant 3 jours ; (b) Humidification par phénomène de remontée capillaire des éprouvettes pendant 2 jours

2.7.1.2. Sollicitation (B) : séchage à l'étuve / immersion

La "**sollicitation (B)**" a été utilisée pour simuler la dégradation due à la désaturation-séchage pendant les périodes de sécheresse, ainsi que la saturation pendant les crues, dans la zone de l'écran proche de la crête de la digue. Cette zone présente une température maximale mesurée in-situ, grâce à l'instrumentation précédente, comprise entre 40 et 45 °C.

Afin de reproduire ce processus de dégradation en laboratoire, les cycles suivants ont été mis en place : tout d'abord, les éprouvettes de VOS-MI-B sont séchées pendant 2 jours dans une étuve à 45 °C (Fig. 91a), puis elles sont complètement immergées dans l'eau à 20 °C pendant 3 jours (Fig. 91b).



Fig. 91. (a) Séchage des éprouvettes VOS-MI-B dans une étuve à une température de 45 °C pendant 2 jours ; (b) Humidification par immersion complète des éprouvettes pendant 3 jours

La Fig. 92 présente les résultats d'un essai préliminaire visant à étudier l'évolution temporelle de la teneur en eau massique normalisée des éprouvettes VOS-MI-A et VOS-MI-B, soumises respectivement à un séchage dans une enceinte climatique à une température de 20 °C et une humidité relative de 65 %, et dans une étuve à 45 °C. Comme prévu, le séchage dans l'étuve, simulant la zone de surface de l'écran, est plus intense que celui dans l'enceinte climatique. De plus, la teneur en eau massique normalisée lors de la "sollicitation (A)" se rapproche considérablement de la valeur minimale observée lors des mesures sur site à différentes profondeurs, telles que présentées dans la Fig. 89b. Cela indique que le séchage dans ces conditions contrôlées de température et d'humidité relative peut simuler le drainage du matériau DSM sur le terrain.

En examinant la Fig. 92, on peut également observer que les éprouvettes VOS-MI-B soumises à la "sollicitation (B)" présentent un séchage plus rapide lors de la première phase en étuve, en particulier lorsque la quantité d'inclusions de sol est plus élevée. Cependant, à partir de 45 heures, les courbes se croisent et les éprouvettes contenant moins d'inclusions continuent à perdre de l'humidité, tandis que celles avec plus d'inclusions maintiennent une teneur en eau plus élevée. Ce phénomène peut être expliqué par le fait que l'eau retenue dans la fraction argileuse des inclusions de sol ne s'évapore pas complètement à 45 °C.



Fig. 92. Variation en fonction du temps de la teneur en eau massique normalisée des éprouvettes VOS-MI-A et VOS-MI-B soumises respectivement à deux types de séchage associés aux "sollicitation (A)" et "sollicitation (B)"

2.7.2. Dégradation (géo)chimique du matériau DSM par percolation

Des essais de percolation ont été effectués sur des échantillons de DSM fabriqués en laboratoire dans des cellules fermées et contrôlées, afin de simuler la dégradation par mouvement d'eau dans la zone (C) en bas de l'écran qui reste saturée en permanence (voir Fig. 86). Les éprouvettes testées ne contiennent pas d'inclusions de sol non malaxé ni de gravier (Fig. 93a), car la matrice sol-ciment est considérée comme étant la seule phase cimentaire pouvant subir une dégradation physico-chimique dans le matériau DSM.

L'objectif principal de cet essai était de comprendre la réaction des phases cimentaires de la matrice DSM homogène en présence d'une percolation d'eau distillée considérée comme acide par rapport à la matrice, qui est un milieu à caractère basique. Pour ce faire, des éprouvettes de DSM de 100 mm de diamètre et 50 mm de hauteur ont été placées dans des cellules triaxiales, comme illustré sur la Fig. 93b, et soumises à un gradient hydraulique pour obtenir un écoulement ascendant. Après un certain temps de percolation, l'eau percolée a été recueillie dans des pots de collecte (Fig. 93b et Fig. 94), et a été analysée chimiquement pour détecter d'éventuels ions issus de la dissolution des hydrates, en particulier les cations Ca²⁺. Les mesures de pH, de conductivité électrique et les analyse. En outre, des techniques complémentaires, telles que la PIM, ont été utilisées pour examiner les changements morphologiques du réseau de pores à la suite de la dissolution des hydrates, ainsi que l'existence d'un gradient de dégradation du bas vers le haut de l'éprouvette en termes de propriétés mécaniques, mesuré par le module d'Young donné par la nanoindentation.



Fig. 93. (a) Eprouvettes de DSM testées (taille 100 x 50 mm); (b) Cellules triaxiales utilisées dans les essais de percolation

Compte tenu des faibles quantités d'eau percolée, il a été nécessaire d'augmenter la charge hydraulique en appliquant une pression supplémentaire dans le réservoir d'eau distillée à l'aide d'air comprimé. Les analyses chimiques ont été effectuées chaque semaine. Afin d'obtenir des mesures chimiques et microstructurales plus représentatives et répétables, trois essais de percolation ont été réalisés à chaque fois sur trois échantillons de DSM supposés identiques, comme illustré sur la Fig. 94.

Le schéma d'essai de percolation illustré sur la Fig. 94 comprend plusieurs robinets (**a** - **g**), qui sont initialement fermés. Pour effectuer un test sur trois échantillons de DSM, l'étape (**1**) consiste à placer les échantillons dans les cellules triaxiales, comme pour un test de perméabilité (voir paragraphe 2.4.1). Ensuite, ouvrir le robinet (**a**) pour remplir les trois cellules avec de l'eau du robinet provenant d'un bidon grâce à l'effet de gravité. L'étape (**2**) consiste à remplir le réservoir avec de l'eau distillée. Pour ce faire, le réservoir est mis sous vide en ouvrant le robinet (**b**) et en utilisant une pompe à vide. Une fois le vide établi, l'eau distillée est aspirée à partir d'un bidon en ouvrant le robinet (**c**). Lorsque le réservoir est suffisamment rempli, le vide est rompu à l'aide du système de purge (**d**). Ensuite, à l'étape (**3**), une pression de confinement de 900 kPa est appliquée dans les trois cellules en ouvrant le robinet (**e**). Une pression de 100 kPa d'air comprimé est appliquée dans le réservoir en ouvrant le robinet (**g**). Enfin, le test de percolation est lancé en ouvrant le robinet (**f**). L'étape (**4**) se déroule chaque semaine et implique la récupération de l'eau percolée pour effectuer des analyses chimiques.



Fig. 94. Illustration du dispositif de l'essai de percolation

2.8. Simulation numérique de la réponse hydromécanique des matériaux DSM dans le logiciel *COMSOL Multiphysics 6.0*

En ce qui concerne l'approche numérique adoptée dans ce travail de thèse, des modèles numériques ont été élaborés en utilisant le logiciel *COMSOL Multiphysics 6.0* afin de simuler la réponse hydromécanique des matériaux DSM contenant des inclusions de sol et des graviers. *COMSOL Multiphysics* est un logiciel largement connu pour la simulation numérique basé sur la méthode d'éléments finis. Grâce à ses multiples modules spécialisés, ce logiciel polyvalent est largement utilisé dans diverses communautés scientifiques pour modéliser différents phénomènes couplés sur des matériaux monophasiques ou multiphasiques. De plus, il propose plusieurs interfaces permettant de réaliser des simulations numériques dans différents domaines d'ingénierie tels que la mécanique linéaire et non linéaire, le transfert de chaleur (thermique), les écoulements de fluides, le génie chimique...etc. Il offre également la possibilité d'interaction avec d'autres logiciels de CAO (*SolidWorks*) ainsi des logiciels de calcul tels que *Matlab* et *Excel*. En outre, l'une des caractéristiques notables de ce logiciel consiste dans sa richesse en termes de documentation, d'exemples d'application, de tutoriels et de guides détaillés, qui sont tous accessibles via le site internet de *COSMOL Multiphysics* (https://www.comsol.fr/), permettant ainsi aux utilisateurs d'explorer et de maitriser rapidement les fonctionnalités du logiciel.
Dans le cadre de cette thèse, deux interfaces du logiciel *COSMOL Multiphysics* ont été utilisées : l'interface *Model Builder* et l'interface *Application Builder*. L'interface *Model Builder* est l'outil dans lequel toutes les composantes nécessaires à la création du modèle numérique peuvent être définies, à savoir le modèle géométrique 2D ou 3D (créé dans cette interface à l'aide d'un ensemble de fonctions ou importé sous format .*dxf* en 2D ou .*stl* en 3D), le maillage adapté à la géométrie, les propriétés des matériaux, les conditions aux limites, les études ainsi que leurs équations correspondantes (les études relatives à l'écoulement et à la mécanique, dans le contexte de cette thèse). Une fois que le modèle numérique est prêt, le calcul est lancé pour résoudre l'ensemble des équations. De plus, cette interface offre une grande flexibilité en matière de post-traitement et visualisation des résultats. Elle permet également d'ajuster le modèle numérique développé pour améliorer davantage son efficacité en termes de temps de calcul et de précision.

En ce qui concerne l'interface *Application Builder*, elle permet de personnaliser, dans un environnement de programmation utilisant Java®, les fonctionnalités utilisées dans l'interface *Model Builder* pour les adapter au mieux à la problématique spécifique du modèle numérique en question. Par exemple, elle permet de simplifier la création des modèles géométriques, en évitant tout un travail répétitif, notamment si la géométrie est périodique. Cela se fait en élaborant un *script COMSOL* dans cette interface, qui peut ensuite être exécutée dans l'interface *Model Builder*.

Dans le cadre de cette approche numérique, pour simuler la réponse hydraulique et mécanique du matériau DSM sans couplage entre elles, les interfaces suivantes ont été utilisées : l'interface *Darcy's Law* du module *Fluid Flow* et l'interface *Solid Mechanics* du module *Structural Mechanics*. Les différentes étapes, allant de la création des modèles numériques par éléments finis EF jusqu'à l'analyse et l'exploitation des résultats, sont présentées en détail dans le chapitre (7) de ce mémoire de thèse.

2.9. Conclusions

En conclusion, le chapitre "matériaux, méthodes et programme expérimental" a détaillé le protocole expérimental permettant d'étudier deux types de matériaux DSM et d'atteindre les objectifs de recherche fixés au début de la thèse. Cela inclut l'étude des matériaux DSM prélevés in-situ sur toute la hauteur des écrans étanches au sein des digues de protection contre les inondations, ainsi que des matériaux DSM confectionnés en laboratoire, selon différentes méthodes décrites dans la littérature ou développées spécifiquement pour cette étude, à partir de différents sols naturels, argiles commerciales et sable.

Afin de reproduire le caractère hétérogène observé dans les matériaux DSM in-situ, une méthode d'essai a été proposée pour intégrer des inclusions de sol dans la matrice sol-ciment en laboratoire lors du remplissage des moules.

Ce chapitre a également exposé différentes méthodes permettant de mesurer les propriétés hydrauliques, microstructurales et mécaniques des matériaux DSM, en soulignant les limitations instrumentales ainsi que les avantages et les inconvénients de chaque technique. L'ensemble des essais décrits contribuera à la création d'une base de données expérimentale qui permettra de mieux comprendre le comportement hydromécanique à long terme des matériaux DSM utilisés dans les travaux de confortement des digues en terre, ainsi que dans d'autres applications telles que le soutènement ou l'amélioration de la portance des sols argileux. Cette base de données sera utilisée dans les chapitres suivants.

Pour analyser la durabilité des matériaux DSM, plusieurs zones de dégradation potentielles au sein d'un écran étanche dans une digue en terre ont été identifiées. Afin de simuler ces dégradations en laboratoire, une méthode d'altération des propriétés microstructurales, hydrauliques et mécaniques des matériaux DSM a été proposée. Cette méthode implique des cycles d'humidification/séchage à différents niveaux d'agressivité. Les échantillons de matériaux fabriqués en laboratoire, présentant différents degrés d'hétérogénéité (avec des inclusions de sol non malaxé en différentes fractions volumiques), ont été soumis à un vieillissement accéléré. Les propriétés de ces échantillons ont ensuite été testées tout au long du processus de vieillissement. De plus, le protocole d'essai de percolation pour étudier la dégradation des phases cimentaires a été présenté.

Chapitre 3

Caractéristiques des pores des mélanges sol-ciment autoplaçants utilisés dans la méthode de DSM

3.1. Introduction

Le matériau DSM est considéré comme un matériau composite (mélange de granulats/inclusions et de matrice à base de ciment) avec une résistance plus élevée, une perméabilité plus faible et une compressibilité plus faible que le sol naturel (Topolnicki 2012). Certains travaux de recherche ont expliqué les spécificités des matériaux DSM, que ce soit à l'état frais (Szymkiewicz 2011) ou à l'état durci (Madhyannapu et al. 2010 ; Hong et al. 2017 ; Helson et al. 2018). Parallèlement à la minéralogie du sol, qui contribue à mieux comprendre les interactions entre le sol et le ciment (en particulier le rôle des argiles sensibles à l'eau, par exemple, la montmorillonite), l'étude de la microstructure des mélanges sol-ciment durcis a fourni des informations déterminantes pour expliquer les propriétés mécaniques (Bellato et al. 2020) et hydrauliques des matériaux. En effet, l'amélioration des propriétés des sols traités au ciment mis en œuvre dans un état de consistance autoplaçant (AP) (ou après compactage (AC) comme dans le domaine des travaux de terrassement), a été attribuée à la réaction entre le sol et le ciment (Mitchell 1981) qui produit des produits cimentaires (hydrates) dans le mélange (Herzog et Mitchell 1963 ; Kézdi 1979 ; Çokça 2001).

Selon Prusinski et Bhattacharja (1999) et Chew et al. (2004), qui ont travaillé respectivement sur le traitement au ciment et à la chaux des sols argileux et sur une boue d'argile à haute teneur en eau traitée avec l'ajout de ciment Portland, quatre processus différents se produisent dans le mélange sol-ciment lors de l'hydratation : des échanges cationiques, de la floculation/agrégation sous l'effet du Ca²⁺ libéré par la portlandite qui se dissout au contact de l'eau, l'hydratation des particules de ciment anhydre (clinker), et enfin des réactions pouzzolaniques associées aux minéraux argileux. Ce dernier processus conduit à l'apparition de composés cimentaires tels que les CSH ou les CAH.

En présence de CEM III, composé d'une faible teneur en clinker et d'une grande quantité de laitier de haut fourneau, le processus d'hydratation apparaît plus complexe (Gruyaert 2011) et concerne principalement l'activation lente des grains de laitier, par le biais de réactions pouzzolaniques en milieu alcalin imposé par la dissolution de la portlandite après l'hydratation rapide du clinker. Cependant, ce ne sont pas seulement les réactions chimiques sol-ciment qui expliquent le comportement macroscopique de la matrice sol-ciment (vieillissement, durabilité ou propriétés mécaniques), mais aussi les propriétés microstructurales héritées de la distribution granulométrique des particules et des produits néoformés.

En injectant du mercure (un fluide non mouillant) sous pression dans les pores accessibles du matériau sec (Klobes et al. 1997 ; Penumadu et Dean 2000 ; Vočka et al. 2000 ; Ma 2013), le réseau poral de divers matériaux a été décrit, tels que les pâtes de ciment pour le revêtement de puits de pétrole profonds (Ghabezloo et al. 2008, 2009) ou les mortiers et les bétons cimentaires (Abell et al. 1999 ; Diamond 2000). Récemment, la porosimétrie par intrusion de mercure (PIM) a permis de décrire non seulement les sols riches en argile stabilisés avec un mélange métakaolin/ciment (Zhang et al. 2014 ; Deng et al. 2015 ; Wu et al. 2016 ; Guo et al. 2020) ou du laitier de haut fourneau (Yong-Feng et al. 2017), mais aussi des mélanges d'argile, de sable et de ciment (Kamruzzaman et al. 2006 ; Horpibulsuk et al. 2010 ; Helson 2017), ou la microstructure des mélanges in-situ ou en laboratoire de ciment-sol sablonneux (Bellato et al. 2020).

Comparée aux sols traités au ciment compactés rencontrés dans les terrassements, la porosité du matériau DSM autoplaçant présente des spécificités avec une teneur en ciment plus élevée (8 - 15 % contre 2 - 5 %) et une teneur en eau plus importante. Cependant la quantité de ciment reste plus faible par rapport au béton ordinaire. De plus, si le ciment Portland (OPC) a été utilisé dans la plupart des études de la littérature portant sur la

microstructure des pâtes, mortiers ou bétons qui l'incorporent, la description porale des mélanges avec du ciment riche en laitier de haut fourneau (CEM III) qui est adapté aux travaux de fondation (en raison de sa résistance au sulfate) est beaucoup moins étudiée.

La porosité des matériaux DSM rencontrés dans la littérature varie de 25 à 70 % (Denies et al. 2012 ; Deng et al. 2015 ; Helson 2017), ce qui est supérieur à la porosité du béton ordinaire et des mortiers, qui se situe entre 10 et 30 %. Ce comportement est relié à l'ajout d'eau important, nécessaire pour atteindre le caractère autoplaçant requis du mélange sol-ciment (Pandey et Sharma 2000 ; Chen et al. 2013 ; Kim et al. 2014 ; Zhang et al. 2018b). Non seulement la porosité totale varie en présence de sol dans le mélange cimentaire, mais aussi la distribution de la taille des pores, qui joue généralement un rôle clé dans le comportement hydromécanique et la durabilité du matériau (Deng et al. 2015 ; Helson et al. 2018).

Pour décrire la distribution des pores, plusieurs classifications ont été définies, et la plage de taille des pores attribuée à chaque famille varie d'un auteur à l'autre et d'une communauté scientifique à l'autre. Par exemple, les distributions de taille des pores bimodales sont généralement observées dans les sols naturels, en particulier les mélanges de sable, de limon et d'argile (Li et Zhang 2009 ; Oualmakran et al. 2016). Selon Ranaivomanana et al. (2017), la double porosité de tels sols fait référence à une porosité texturale composée de petits pores intra-agrégats (1 – 200 nm) couplés à de grands pores inter-agrégats (0,2 – 30 μ m). Dans le domaine des bétons, le réseau de pores de la pâte de ciment est constitué de pores de 1 – 2 nm à 1 cm selon Van Breugel (1991) et Gong et al. (2014). Van Breugel (1991) a synthétisé les diverses classifications porométriques proposées dans la littérature, avec des tailles de pores variant sur plusieurs ordres de grandeur, et parmi lesquelles deux ou trois familles de pores se distinguent. Les pores de gel autour de 2 nm, selon Baroghel-Bouny (1994), sont considérés comme une porosité intrinsèque des phases CSH et qualifiés de nanopores inaccessibles en PIM. Dans le domaine du béton, les pores capillaires, appelés mésopores ou macropores, correspondent aux espaces intergranulaires initialement occupés par l'eau de gâchage et non remplis par les hydrates précipités ultérieurement. Enfin, les plus grands pores sont attribués aux bulles d'air piégées dans le mélange lors de la mise en œuvre.

De leur côté, Gong et al. (2014) ont classé simplement les pores en micropores (1 – 100 nm), mésopores (100 nm à 10 μ m) et macropores (10 μ m à 1 cm). Les micropores générés pendant le processus d'hydratation (avec la précipitation du CSH et de la portlandite) dépendent fortement de la teneur en ciment et du type de ciment, du temps de cure et du rapport *E/C*, tandis que les micro/macropores représentent généralement des espaces intergranulaires. L'effet de ces trois paramètres a été observé par plusieurs auteurs (Kasama et al. 2000 ; Miura et al. 2001 ; Horpibulsuk et al. 2003, 2004a, 2004b, 2005) sur des mélanges sol-ciment au cours d'étude portant principalement sur le comportement mécanique, tandis que la caractérisation microstructurale reste le plus souvent limitée, sauf dans quelques articles (Chew et al. 2004 ; Horpibulsuk et al. 2010 ; Carașca 2016 ; Bellato et al. 2020 ; Monsif et al. 2020).

Horpibulsuk et al. (2010) ont défini quant à eux cinq catégories de pores ($D < 0.01 \ \mu m$; $0.01 < D < 0.1 \ \mu m$; $0.1 < D < 10 \ \mu m$; et $D > 10 \ \mu m$) en utilisant la PIM pour étudier l'évolution de la microstructure d'une argile limoneuse stabilisée au ciment après compactage, lorsque la teneur en eau dans le mélange, la teneur en ciment, ainsi que le temps de cure varient. De plus, la distribution de la taille des pores des mélanges contenant de l'argile dépend fortement de la minéralogie de l'argile. Pour les mélanges de ciment et de kaolinite (une argile insensible à l'eau), la distribution des pores montre un comportement monomodal, comme observé dans le matériau DSM par Deng et al. (2015), Le Kouby et al. (2016, 2018), Helson (2017) et Amrioui et al. (2023a). Pour les mélanges cimentaires avec du sable, des sols naturels, de l'illite ou de la montmorillonite, comme le montrent les derniers auteurs, la distribution de taille des pores correspond le plus souvent à un comportement bimodal, voire trimodal.

En revanche, quel que soit le type de mise en œuvre du ciment dans le sol, Chew et al. (2004), Kamruzzaman et al. (2006), Horpibulsuk et al. (2010) et Monsif et al. (2020) ont convenu que la précipitation des produits cimentaires modifie la microstructure du sol après l'ajout de ciment et avec le temps de cure croissant. Le volume total des pores diminue, tandis que les gros pores deviennent plus petits, ce qui est corrélé à l'augmentation des familles de nanopores. Comme dans le béton ordinaire, une teneur en eau plus élevée conduit à une porosité totale plus élevée, avec un impact sur les porosités élémentaires associées aux différentes familles de pores (Horpibulsuk et al. 2010). Sur la base des résultats de la PIM et des observations au microscope électronique à balayage (MEB), le volume total des pores (en particulier les pores de moins de 0,1

µm) semble diminuer significativement avec l'augmentation de la teneur en ciment Portland, ce qui entraîne un gain de résistance à la compression. Cependant, Chew et al. (2004) ont montré un effet inverse de l'augmentation de la teneur en ciment (CEM I) sur la microstructure de l'argile fortement plastique traitée au ciment. Ces auteurs signalent également que la taille des pores et des agrégats de l'argile floculée augmente avec l'augmentation de la teneur en ciment. Ce comportement a été attribué à la forte teneur en eau utilisée dans les mélanges, dépassant la limite de liquidité de l'argile étudiée. Ces résultats récents illustrent l'effet croisé concomitant de différents paramètres sur la microstructure du matériau traité au ciment, la microstructure qui gouverne la résistance mécanique et la perméabilité du matériau, et donc la pénétration des agents agressifs et la durabilité à long terme du matériau

Objectifs du chapitre

Bien que la microstructure des sols stabilisés au ciment sous forme compactée ait été largement étudiée dans la littérature, les matériaux autoplaçants n'ont été étudiés que sur quelques types de sols et l'évolution de la porosité en présence de ciment de type CEM III n'a pas été systématiquement corrélée avec les propriétés du sol (granulométrie et minéralogie) et les paramètres de mise en œuvre. Ce chapitre vise à explorer l'effet de la teneur en eau, de la quantité d'argile associée à sa nature, du dosage en ciment CEM III dans le mélange, ainsi que du temps et de la température de cure sur la microstructure des mélanges sol-ciment autoplaçants obtenus par la technique du Deep Soil Mixing. Compte tenu de l'absence de contrôle qualité lors de la mise en œuvre sur site, une série de sols naturels a été testée en laboratoire, ainsi que des sols artificiels produits en combinant des matériaux commercialisés comprenant des minéraux argileux presque purs. L'étude paramétrique basée sur la porosimétrie par intrusion de mercure (PIM), comparée à la mesure de la porosité à l'eau, illustre les spécificités des microstructures des mélanges sol-ciment autoplaçants décrites par la porosité totale et les familles de pores (taille moyenne des pores et porosités élémentaires). Ces paramètres sont utilisées ensuite dans la prédiction de la perméabilité par calcul selon Ait-Mokhtar et al. (1999). Après la description de la microstructure des matériaux DSM (utile pour évaluer la durabilité du matériau), ce chapitre qui a fait l'objet d'une publication (Amrioui et al. 2023a) décrit de quelle manière on optimise une relation entre porosité et perméabilité en tenant compte des spécificités des matériaux DSM. Dans la pratique, cette relation doit permet d'évaluer de manière simple la perméabilité d'un matériau DSM sans passer par un essai traditionnel de perméabilité qui est long et nécessite des équipements qui ne sont pas toujours disponibles dans un laboratoire de contrôle qualité.

Le programme expérimental mis en place pour analyser les caractéristiques des pores à l'aide de la porosimétrie par intrusion de mercure (PIM) ainsi que la porosimétrie à l'eau est illustré sous forme d'organigramme dans la Fig. 95.



PS : une grande partie des mélanges sol-ciment étudiés a été confectionnée avant le début de la thèse par l'équipe de recherche

Fig. 95. Organigramme illustrant la démarche expérimentale adoptée pour l'étude des caractéristiques des pores des matériaux DSM

3.2. Matériaux DSM testés

Trois sols naturels ont été prélevés sur trois sites où le traitement DSM a été effectué sur la levée de la Loire Moyenne (France). Les trois échantillons ont été nommés SPDC, VOS et LVAD. Pour reconstituer artificiellement les matériaux du site, différents types d'argiles et de sables ont été sélectionnés et testés pour comparaison : illite Arvel (IA), illite du Puy (IP), kaolinite Armoricaine (KaoA), kaolinite de Clérac (KaoC), kaolinite de Provins (KaoP), montmorillonite Arvel (MA), sable de Loire (LS), sable de Fontainebleau NE 34 (FS) et sable de Fontainebleau broyé Millisil C300 (cFS). Les propriétés géotechniques et la composition minéralogique des sols testés dans cette étude ont été présentées dans le chapitre (2) de ce rapport.

Les mélanges DSM testés dans cette étude ont été confectionnés selon deux méthodes de préparation décrites dans le paragraphe (2.3.3) : la méthode "ferme" ou la méthode "béton (ouvrable)". La liste complète des mélanges sol-ciment préparés est présentée dans le Tableau 17.

 Tableau 17. Liste des mélanges DSM étudiés. Les matériaux mélangés sont suivis de leur quantité dans le mélange (%). C : dosage en ciment (kg/m³), W : teneur en eau (%)

Argile	Argile + sable	Sable	Sols naturels
IA-C140-W55	FS70-IA30-C140-W27	FS-C140-W19	VOS-C140-W34
IA-C140-W70	FS60-IA40-C140-W47	FS-C140-W27	VOS-C140-W44
IA-C140-W80	FS50-IA50-C140-W53	FS-C210-W19	VOS-C140-W52
IA-C170-W68	FS50-IA50-C140-W36	LS35-FS27-cFS38-C170-W21	VOS-C170-W37
IA-C210-W68	FS0-IA100-C140-W80		VOS-C175-W38
IP-C140-W70	LS35-FS7-cFS38-IA20-C170-W35		VOS-C210-W38
KaoA-C140-W60	LS35-FS7-cFS38-MA20-C170-W41		SPDC-C140-W19
KaoA-C140-W70			LVAD-C140-W19
KaoA-C170-W58			
KaoA-C210-W70			
KaoC-C140-W56			
KaoP-C140-W100			
MA-C140-W130			

3.3. Caractérisation de la microstructure des matériaux DSM

La caractérisation des vides dans les matériaux poreux repose souvent sur deux techniques couramment utilisées : la porosimétrie par intrusion de mercure (PIM) et la porosimétrie par imbibition d'eau. Chaque méthode présente des avantages et des limites. La PIM consiste à mesurer la pression nécessaire pour introduire du mercure dans les pores du matériau, ce qui permet d'identifier les différents types de pores et leur distribution de taille. Cependant, la PIM ne peut pas détecter les nanopores de petite taille. D'autre part, la porosimétrie à d'eau propose une méthode simple et économique pour évaluer la porosité accessible à l'eau. Néanmoins, elle ne fournit pas d'informations détaillées concernant la distribution de la taille des pores. Les deux techniques ont donc été appliquées pour une caractérisation globale des matériaux DSM.

3.3.1. La mesure de la porosité par intrusion de mercure

Un porosimètre (AutoPore IV de Micrometrics) utilisant l'intrusion de mercure a été utilisé pour déterminer le volume et la distribution de la taille des pores dans les mélanges DSM durcis. Cette procédure d'essai a été détaillée dans le chapitre (2). Avant la mesure, les échantillons testés ont été séchés par lyophilisation. Une comparaison avec un séchage basé sur une méthode d'échange de solvants a également été testée. Ces méthodes ont été largement utilisées par les chercheurs pour sécher les matériaux ou arrêter le processus d'hydratation du liant hydraulique.

Pour la lyophilisation, les échantillons humides (5 à 10 cm³) ont d'abord été plongés dans l'azote liquide (-196 °C) pour former de la glace vitreuse dans les pores, avec un volume similaire au volume initialement occupé par l'eau dans le réseau poreux. Ces conditions ont permis d'éviter la déformation des pores induite par la cristallisation de la glace. De plus, la glace vitreuse a été sublimée sous forme de vapeur (à -52 °C et 0,07 mbar) pour sécher l'échantillon sans altérer le réseau de pores (pas d'effet de succion comme lors du séchage à l'air). Cependant, la formation de glace peut induire quelques fissures surtout lorsque les échantillons atteignent une taille de quelques centimètres.

En ce qui concerne la méthode d'échange de solvants, la méthode initialement développée par Parrott (1981) a été appliquée aux mortiers et bétons cimentaires (Mendes et al. 2012 ; Chen et al. 2015 ; Issaadi et al. 2015

; Bui et al. 2017 ; Dang et al. 2021), ainsi qu'aux mélanges sol-ciment (Ho et al. 2018). L'utilisation de l'échange eau/solvant pour le séchage est considérée comme moins préjudiciable pour la microstructure originale des matériaux cimentaires par rapport aux méthodes de séchage traditionnelles (Day et Marsh 1988 ; Thomas 1989 ; Feldman et Beaudoin 1991 ; Hearn et Hooton 1992 ; Konecny et Naqvi 1993). Divers solvants tels que l'acétone, le benzène, l'isopropanol, le méthanol et l'éthanol ont été utilisés pour l'immersion des échantillons (Beaudoin et al. 1998 ; Beaudoin et al. 2000 ; Mitchell et Margeson 2006 ; Zhang et Scherer 2011 ; Snoeck et al. 2014 ; Kißling et al. 2022). Sur la base des travaux de Mendes et al. (2012) qui ont démontré son efficacité avant la porosimétrie par intrusion de mercure, l'acétone a été choisie dans la présente étude. L'échantillon humide a été immergé dans un bain d'acétone (pureté > 95 %) renouvelé 3 fois toutes les 24 h jusqu'à échange total eau/acétone. Enfin, l'échantillon a été placé dans un dessiccateur sous vide afin d'éliminer l'acétone restante.

Après séchage, le volume de mercure introduit dans l'échantillon à chaque pression a été mesuré à l'aide d'un pénétromètre contenant un échantillon de 600 mg (~1 cm³) prélevé à l'intérieur d'une éprouvette cylindrique (loin de la surface) après une fracture fraîche. La méthode appliquée consistait à appliquer de petites augmentations de pression toutes les 10 s ou 30 s lors de l'étape de basse pression et de haute pression, respectivement. A la fin du test, les courbes de distribution de la taille des pores ont été dérivées des courbes de volume cumulatif tracées en fonction du diamètre des pores D à l'aide de la loi de Jurin. La porosité totale P_{Hg} correspond au volume total de mercure introduit à la fin de l'essai, tandis que la distribution de la taille des pores correspond à la famille de pores dans le matériau obtenue à partir de la courbe dV/dlog(D). La contribution relative de chaque famille de pores à la porosité totale a été évaluée en utilisant le volume de chaque famille de pores lu sur la courbe du mercure cumulé pénétré, entre D_1 et D_2 correspondant aux diamètres définissant les deux côtés du pic associé à une famille de pores.

La classification des pores adoptée pour décrire les matériaux DSM dans ce chapitre comprend trois catégories :

- La famille des nanopores (10 100 nm) liée à la porosité interne des agrégats argileux non dispersés et/ou des particules argileuses mélangées aux produits d'hydratation du ciment ;
- La famille des micropores (pores capillaires de 100 nm à 5 μm) correspondant aux espaces inter-agrégats ou inter-particules initialement occupés par l'eau de gâchage ;
- Et enfin la famille des macropores (au-delà de 5 μm) associée aux plus grands espaces inter-agrégats (qui dépendent de la granulométrie des particules en présence notamment les sables < 2 mm et la distribution de la taille des particules du sol). Ces macropores sont également associés à des bulles d'air piégées.

La porosité située entre les hydrates de CSH reste en dehors de la plage de mesure de la PIM, c'est-à-dire inférieure à 3 - 5 nm. Cette classification des pores est adaptée pour des échantillons de 1 cm^3 de mélange homogène avec des matériaux fins (< 2 µm), limoneux (< 80 µm) ou sableux (< 2 mm).

Dans le cas des matériaux DSM prélevés sur site, des inclusions de sol de différentes fractions volumiques (Amrioui et al. 2023b) (ainsi que de grosses particules telles que des graviers) sont couramment observées dans la matrice sol-ciment bien mixée, en particulier lorsque le sol traité est silteux ou argileux (Ganne et al. 2011; Nozu et al. 2015; De Vos et al. 2019). Dans le cas présent, l'essai de PIM a été appliqué à un morceau de la matrice cimentée entre les inclusions centimétriques (la matrice comparée à la macro-inclusion étant la plus impactée par le vieillissement et les sollicitations environnementales).

3.3.2. La mesure de la porosité accessible à l'eau

Comme le matériau DSM provenant de site peut être considéré comme un matériau composite, où les inclusions de sol non mixé et les graviers peuvent avoir un impact significatif sur la microstructure du matériau durci, la porosité accessible à l'eau apparait comme une mesure complémentaire pour déterminer le volume des pores à l'échelle décimétrique, contrairement à la mesure locale de la porosité accessible au mercure sur des échantillons d'environ 1 cm³.

La porosité à l'eau des matériaux DSM testés dans cette étude a été mesurée sur des éprouvettes cylindriques selon la norme NF P94-410-3 (AFNOR 2001), tel que décrit précédemment dans le chapitre (2).

3.4. Résultats expérimentaux et discussions

3.4.1. Hétérogénéité du matériau DSM à l'échelle microstructurale

Afin d'estimer l'évolution de la microstructure des mélanges sol-ciment en fonction des facteurs d'influence, la méthode de préparation des échantillons pour l'essai de PIM (c'est-à-dire la méthode de séchage) et la répétabilité de l'essai ont d'abord été discutées.

3.4.1.1. Impact de la méthode de séchage avant le test de PIM

Le séchage des échantillons joue généralement un rôle clé dans la microstructure du matériau, il est donc nécessaire d'utiliser une méthode adéquate pour préserver la structure des pores avant le test de PIM. Par exemple, un séchage à 105 °C élimine l'eau libre des pores (Powers 1958), déshydrate partiellement les phases CSH et altère la cristallinité de l'ettringite (Zhang et Glasser 2000). De plus, le séchage de matériaux cimentés à haute température peut provoquer des microfissures en raison des forces de succion développées en raison de la tension superficielle élevée de l'eau (Collier et al. 2008).

Pour tester des alternatives au séchage à l'air, des tests de PIM ont été réalisés sur des mélanges de sable de Fontainebleau et de CEM III après 28 jours de durcissement à 20 °C après lyophilisation ou échange eau/acétone. Les courbes de distribution de la taille des pores sur la Fig. 96 ont démontré l'effet presque négligeable de la méthode de séchage sur les familles de pores présentes dans le mélange sable-ciment. Un léger déplacement s'est produit sur le diamètre moyen d'entrée des nanopores, passant de 60 à 110 nm (associé à l'empilement des grains de laitier de haut fourneau), tandis que les macropores sont restés inchangés autour de 10 µm. Cependant, la porosité totale mesurée à partir du volume total de mercure intrus a varié de 33,6 à 37,1 %. La lyophilisation a permis une intrusion plus importante de mercure sans changer les familles de pores, mais l'hétérogénéité des échantillons a également contribué à la différence de porosité totale. Les résultats sont conformes à l'effet de constriction de la lyophilisation sur le réseau poreux, en particulier sur les micropores et les nanopores associés à la matrice argile-ciment, comme observé par Feldman et Beaudoin (1991), Konecny et Naqvi (1993) et Collier et al. (2008). Un tel effet a été attribué à l'impact thermique de la trempe dans l'azote liquide (-196 °C) sur la matrice.



Fig. 96. Courbes de distribution de la taille des pores d'un mélange DSM à base de sable de Fontainebleau et de CEM III (140 kg/m³) après 28 jours de cure après séchage par échange eau/acétone ou par lyophilisation

La macroporosité (d'environ 10 μ m) associée aux espaces entre les particules de sable de 0,1 à 0,2 mm correspond à des vides partiellement remplis d'hydrates et de fines particules de clinker et de laitier de haut fourneau non réagies. Cette macroporosité demeure en raison de la faible quantité de CEM III ajoutée au mélange (par rapport aux bétons classiques). De plus, des macropores avec des diamètres de 20 à 30 μ m apparaissent sous la forme d'épaulement sur le pic des macropores sur l'échantillon séché avec la méthode d'échange avec l'acétone. Ces macropores pourraient être associés à des microfissures, mais l'hétérogénéité entre sous-échantillons pourrait également contribuer à la différence entre les échantillons. De tels macropores n'apparaissaient pas sur l'échantillon lyophilisé, ce qui confirme le faible niveau de microfissures après la congélation à l'azote.

Bien que la littérature mentionne que le séchage par substitution de l'eau par des solvants est généralement plus approprié avant le test de PIM compte tenu de la moindre sollicitation thermique (Konecny et Naqvi 1993), une telle méthode reste chronophage, et les solvants peuvent également interagir avec les phases cimentaires selon Zhang et Scherer (2011). En effet, la plupart des solvants peuvent interagir avec divers hydrates du ciment, en particulier avec la portlandite Ca(OH)₂ (Day 1981 ; Feldman 1987 ; Taylor et Turner 1987 ; Hughes et Crossley 1994 ; Beaudoin et al. 1998, 2000), qui est l'hydrate le moins stable et le plus soluble. Cependant, en présence de CEM III/C avec seulement 15 % de clinker, la portlandite n'a jamais été observée sur les diagrammes de DRX des spécimens DSM (la portlandite a probablement été consommée dès sa formation ou n'a pas été formée sous forme cristalline). Ainsi, l'impact hypothétique de l'acétone sur une telle phase (typiquement présente dans le ciment Portland) n'a pas été confirmé. D'autres interactions peuvent se produire entre les phases du ciment et l'acétone, comme l'ont observé Beaudoin et al. (1998, 2000). En effet, une décoloration jaune est apparue lors de la trempe du matériau dans de l'acétone. Selon Taylor et Turner (1987), le changement de couleur est attribué à une modification des silicates tricalciques (C₃S) présents dans le ciment anhydre. Dans la présente étude, un tel phénomène n'a pas été observé.

3.4.1.2. Répétabilité du test de porosimétrie par intrusion de mercure

En ce qui concerne la répétabilité des tests de PIM, les mesures sur le sol naturel SPDC de la Fig. 97a correspondent à deux échantillons prélevés sur la même éprouvette, tandis que la Fig. 97b se réfère aux résultats de PIM sur des échantillons de sable-ciment (sable de Fontainebleau) provenant de trois éprouvettes différentes considérées comme similaires en raison de leur fabrication simultanée en laboratoire à partir du même mélange. Les résultats confirment une assez bonne reproductibilité des mesures de PIM. Seules de légères variations apparaissent sur les courbes de distribution de la taille de pores, tandis qu'une variation de 3 % apparaît sur la porosité totale accessible au mercure, avec des mesures passant de 37,7 à 38,8 % et de 28,1 à 30,3 % sur la Fig. 97a et la Fig. 97b respectivement.

La bonne répétabilité des tests de PIM valide la bonne homogénéité entre les éprouvettes fabriquées au laboratoire ainsi que la faible hétérogénéité interne au sein de la même éprouvette. Cette bonne répétabilité était préalable à la discussion de l'impact des facteurs sur les matériaux DSM dans les paragraphes suivants.



Fig. 97. Répétabilité du test de PIM sur : (a) Deux échantillons de la même éprouvette cylindrique ; (b) Échantillons prélevés sur plusieurs éprouvettes avec la même formulation.

3.4.2. Mesure de la porosité totale du matériau DSM

Le Tableau 18 synthétise les résultats quantitatifs de la PIM (diamètres caractéristiques d'entrée des pores, porosité élémentaire de chaque famille de pores et porosité totale) pour tous les échantillons DSM testés. Le temps de cure de 28 jours à 20 °C, la période de cure la plus testée (et la température respectivement), ont été choisis comme référence pour comparer les différents mélanges. Ponctuellement, le temps de cure a varié jusqu'à 7, 90, 180 jours, 9 mois et 1 an, tandis que la température est montée jusqu'à 38 °C afin d'explorer l'accélération de l'hydratation du mélange sol-ciment pour atteindre plus rapidement l'équilibre à long terme. La teneur en ciment CEM III/C était imposée à 140 kg/m³, 170/175 ou 210 kg/m³.

Eshen#iller	Diamèt	tre moye	n (nm)	P _{Hg} é	P _{Hg} élémentaire (%)			Р
Echantinon	nano	micro	macro	nano	micro	macro	(%)	(%)
SPDC-C140-W19-28days-A	97	1546	-	22,5	15,2	-	37,7	**
SPDC-C140-W19-28days-B	81	1530	-	23,6	15,2	-	38,8	**
FS-C210-W19-7days-A	54	-	8246	13,0	-	15,8	28,7	**
FS-C210-W19-7days-B	51	-	10414	13,2	-	15,0	28,1	**
FS-C210-W19-7days-C	51	-	7764	15,7	-	14,6	30,3	**
FS-C140-W19-28days-acetone	61	-	14511	14,0	-	19,6	33,6	**
FS-C140-W19-28days-freeze drying	109	-	11544	15,4	-	21,7	37,1	**
VOS-C140-W34-180days-firm mix	34	903	-	30,8	13,0	-	43,8	49,1
VOS-C140-W52-180days-workable mix	40	1210	-	27,5	22,0	-	49,6	57,6
KaoP-C140-W100-28days	20 - 97	1105	-	6,8 - 35,7	24,7	-	67,2	**
KaoA-C140-W70-28days	-	501	-	-	65,7	-	65,7	**
KaoC-C140-W56-28days	81	-	-	40,0	-	-	40	**
MA-C140-W130-28days	-	488	-	-	67,6	-	67,5	**
IP-C140-W70-28days	17 - 48	2698	-	20,6 - 13,5	20,0	-	54	**
IA-C140-W80-28days	17 - 77	313	-	9,4 - 35,3	20,1	-	64,7	**
FS50-IA50-C140-W53-91days	16 - 64	2093	-	13,9 - 23,2	15,2	-	52,3	**
FS60-IA40-C140-W47-91days	15 - 103	1747	-	7,1 - 28,9	15,3	-	51,3	**
FS70-IA30-C140-W27-91days	13 - 57	1298	-	6,8 - 20,3	11,9	-	39	**
FS0-IA100-C140-W80-28days	17 - 77	313	-	9,6 - 34,1	21,0	-	64,7	**
VOS-C140-W34-28days	38	1218	-	6,8	32,8	-	39,6	**
VOS-C175-W38-28days	40	1215	-	15,0	22,6	-	37,6	**
VOS-C210-W38-28days	14	299	-	16,4	22,9	-	39,4	**
FS-C140-W19-28days	64	-	8220	8,5	-	13,2	21,6	**
FS-C210-W19-28days	25	1679	-	13,6	19,4	-	32,9	**
KaoA-C140-W60-28days	-	445	-	-	60,1	-	60,1	**
KaoA-C140-W70-28days	-	531	-	-	60,5	-	60,5	**
KaoA-C170-W58-28days	-	418	-	-	59,5	-	59,5	**
KaoA-C210-W70-28days	-	418	-	-	56,1	-	58,4	**
IA-C140-W55-28days	27	351	-	50,8	14,8	-	65,5	**
IA-C140-W70-28days	19 - 76	373	-	10,8 - 32,9	21,0	-	64,7	**
IA-C170-W68-28days	15 - 38	220	-	8,4 - 38,6	15,1	-	62,1	**
IA-C210-W68-28days	30	-	-	62,9	-	-	62,9	**
FS-C140-W27-28days-CEMIII	14 - 51	4099	35937	5 - 20,9	13,0	3,0	41,8	**
FS-C140-W27-28days-CEMI	31747	3649	-	6,3 - 16.4	6,9	-	29,6	**
VOS-C140-W52-28days	109	1823	-	12.7	41.1	-	53.8	**
VOS-C140-W52-180days	40	1210	-	27.5	22.0	-	49.6	**
FS50-IA50-C140-W53-28days	17 - 68	2509	-	12,3 - 20,6	20,4	-	53,3	**

Tableau 18. Paramètres microstructuraux des mélanges sol-ciment testés à partir de mesures de PIM (P_{Hg} : porosité totale
accessible au mercure ; P: Porosité totale accessible à l'eau) ; [(-) absent ; (**) non mesuré ou non calculé]

KaoA-C140-W60-28days - 445 - - 60,1 - 60,1 ** KaoA-C140-W60-9months - 444 - - 59,1 - 59,1 ** IA-C140-W55-28days 27 351 - 50,8 14,8 - 65,5 ** IA-C140-W55-90days 19 247 - 44,2 13,9 - 58 ** VOS-C175-W38-20°C-28days 40 1021 - 15,0 22,6 - 37,6 ** VOS-C175-W38-38°C-28days 40 1457 - 33,0 12,1 - 45,1 ** VOS-C140-W34-20°C-28days 38 1218 - 6,8 32,8 - 39,6 ** VOS-C140-W34-38°C-28days 54 2499 - 25,8 13,5 - 39,4 ** VOS-C140-W34-20°C-1year 30 2087 - 22,9 19,4 - 42,3 **
KaoA-C140-W60-28days - 445 - - 60,1 - 60,1 ** KaoA-C140-W60-9months - 444 - - 59,1 - 59,1 ** IA-C140-W55-28days 27 351 - 50,8 14,8 - 65,5 ** IA-C140-W55-90days 19 247 - 44,2 13,9 - 58 ** VOS-C175-W38-20°C-28days 40 1021 - 15,0 22,6 - 37,6 ** VOS-C175-W38-38°C-28days 40 1457 - 33,0 12,1 - 45,1 ** VOS-C140-W34-20°C-28days 38 1218 - 6,8 32,8 - 39,6 ** VOS-C140-W34-38°C-28days 54 2499 - 25,8 13,5 - 39,4 ** VOS-C140-W34-20°C-1year 30 2087 - 22,9 19,4 - 42,3 **
KaoA-C140-W60-9months - 444 - - 59,1 - 59,1 ** IA-C140-W55-28days 27 351 - 50,8 14,8 - 65,5 ** IA-C140-W55-90days 19 247 - 44,2 13,9 - 58 ** VOS-C175-W38-20°C-28days 40 1021 - 15,0 22,6 - 37,6 ** VOS-C175-W38-38°C-28days 40 1457 - 33,0 12,1 - 45,1 ** VOS-C140-W34-20°C-28days 38 1218 - 6,8 32,8 - 39,6 ** VOS-C140-W34-38°C-28days 54 2499 - 25,8 13,5 - 39,4 ** VOS-C140-W34-20°C-1year 30 2087 - 22,9 19,4 - 42,3 **
IA-C140-W55-28days 27 351 - 50,8 14,8 - 65,5 ** IA-C140-W55-90days 19 247 - 44,2 13,9 - 58 ** VOS-C175-W38-20°C-28days 40 1021 - 15,0 22,6 - 37,6 ** VOS-C175-W38-38°C-28days 40 1457 - 33,0 12,1 - 45,1 ** VOS-C140-W34-20°C-28days 38 1218 - 6,8 32,8 - 39,6 ** VOS-C140-W34-38°C-28days 54 2499 - 25,8 13,5 - 39,4 ** VOS-C140-W34-20°C-1year 30 2087 - 22,9 19,4 - 42,3 **
IA-C140-W55-90days 19 247 - 44,2 13,9 - 58 ** VOS-C175-W38-20°C-28days 40 1021 - 15,0 22,6 - 37,6 ** VOS-C175-W38-38°C-28days 40 1457 - 33,0 12,1 - 45,1 ** VOS-C140-W34-20°C-28days 38 1218 - 6,8 32,8 - 39,6 ** VOS-C140-W34-38°C-28days 54 2499 - 25,8 13,5 - 39,4 ** VOS-C140-W34-20°C-1year 30 2087 - 22,9 19,4 - 42,3 **
VOS-C175-W38-20°C-28days 40 1021 - 15,0 22,6 - 37,6 ** VOS-C175-W38-38°C-28days 40 1457 - 33,0 12,1 - 45,1 ** VOS-C140-W34-20°C-28days 38 1218 - 6,8 32,8 - 39,6 ** VOS-C140-W34-38°C-28days 54 2499 - 25,8 13,5 - 39,4 ** VOS-C140-W34-20°C-1year 30 2087 - 22,9 19,4 - 42,3 **
VOS-C175-W38-38°C-28days 40 1457 - 33,0 12,1 - 45,1 ** VOS-C140-W34-20°C-28days 38 1218 - 6,8 32,8 - 39,6 ** VOS-C140-W34-38°C-28days 54 2499 - 25,8 13,5 - 39,4 ** VOS-C140-W34-20°C-1year 30 2087 - 22,9 19,4 - 42,3 **
VOS-C140-W34-20°C-28days 38 1218 - 6,8 32,8 - 39,6 ** VOS-C140-W34-38°C-28days 54 2499 - 25,8 13,5 - 39,4 ** VOS-C140-W34-20°C-1year 30 2087 - 22,9 19,4 - 42,3 **
VOS-C140-W34-38°C-28days 54 2499 - 25,8 13,5 - 39,4 ** VOS-C140-W34-20°C-1year 30 2087 - 22,9 19,4 - 42,3 **
VOS-C140-W34-20°C-1year 30 2087 - 22,9 19,4 - 42,3 **
IA-C140-W55-127days ** ** ** ** ** 60,7 63,6
LVAD-C140-W19-82days ** ** ** ** ** ** 34,7 36,9
FS50-IA50-C140-W36-180days ** ** ** ** ** ** 49,3 49
LS35-FS7-cFS38-IA20-C170-W35-90days-a ** ** ** ** ** ** ** 38,3 48,8
LS35-FS7-cFS38-IA20-C170-W35-2years-a ** ** ** ** ** ** ** 35.4 43.4
LS35-FS7-cFS38-MA20-C170-W35-90days-a ** ** ** ** ** ** ** 51 52,5
L\$35-F\$7-cF\$38-MA20-C170-W35-2years-a ** ** ** ** ** ** ** 44.8 47.2
LS35-FS27-cFS38-C170-W21-90days-a ** ** ** ** ** ** ** 45,9 47,7
L\$35-F\$27-cF\$38-C170-W21-2years-a ** ** ** ** ** ** ** 26.6 30
VOS-C170-W37-90davs-a ** ** ** ** ** ** ** 45.2 47.4
VOS-C170-W37-2vears-a ** ** ** ** ** ** ** 28.9 31.6
LS35-FS7-cFS38-IA20-C170-W35-90days-b ** ** ** ** ** ** ** ** 38.7 44.1
L\$35-F\$7-cF\$38-IA20-C170-W35-2vears-b ** ** ** ** ** ** ** ** 45.1 47.2
L\$35-F\$7-cF\$38-MA20-C170-W35-90days-b ** ** ** ** ** ** ** 43.7 51.4
L\$35-F\$7-cF\$38-MA20-C170-W35-2vears-b ** ** ** ** ** ** ** 45.14 52.4
LS35-FS27-cFS38-C170-W21-90davs-b ** ** ** ** ** ** ** 23.7 27.4
L\$35-F\$27-cF\$38-C170-W21-2vears-b ** ** ** ** ** ** ** ** 28.4 28.9
VOS-C170-W37-90days-b ** ** ** ** ** ** ** 44.1 44.2
VOS-C170-W37-2vears-b ** ** ** ** ** ** ** 43.5 44.2
VOS-C140-W52-38°C-28days-a ** ** ** ** ** ** ** ** 50.6 53.5
VOS-C140-W52-38°C-28days-b ** ** ** ** ** ** ** ** 48.4 53.7
KaoA-C140-W68-38°C-14davs-a ** ** ** ** ** ** ** ** ** 70.58 69.51
KaoA-C140-W68-38°C-14days-b ** ** ** ** ** ** ** ** 65.91 66.15
KaoA-C140-W68-38°C-14days-c ** ** ** ** ** ** ** ** 66.05 69.06
KaoA-C140-W68-38°C-14days-d ** ** ** ** ** ** ** ** 64.08 64.99

Pour comparer les valeurs de la porosité totale évaluées par le test de PIM (P_{Hg}) et celles mesurées par la méthode de pesée hydrostatique (P), une corrélation graphique a été établie comme illustré dans la Fig. 98. Cette représentation inclut non seulement les porosités des échantillons de DSM fabriqués en laboratoire à partir des sols naturels ou artificiels (sans distinction des caractéristiques de mélange), figurant dans le Tableau 18, mais également les résultats sur divers matériaux issus de la littérature ainsi que de la base de données interne du GERS/SRO sur les matériaux DSM.



Fig. 98. Porosité totale accessible au mercure P_{Hg} versus porosité accessible à l'eau P sur différents mélanges de DSM

La Fig. 98 montre que la porosité totale des matrices de mélange sol-ciment mesurée par la PIM (P_{Hq}) est proche de la ligne 1:1 (représentant l'équivalence parfaite avec la porosité à l'eau P), mais avec une sousestimation assez systématique. Le chapitre (6) mettra en évidence de quelle manière la présence d'inclusions de sol et de graviers de grande dimension impacte cette relation étant donné que la porosité à l'eau mesurée sur une éprouvette décimétrique prend en compte l'impact des inclusions alors que la PIM les ignore. Si on regarde de plus près les différences entre la porosité accessible à l'eau P et au mercure P_{Hg} sur la Fig. 98, les variations sont de 0 à 21 % sur les matériaux DSM, avec une valeur moyenne de 7 %. La différence est principalement due à l'investigation partielle des pores par l'appareil de PIM (les pores de taille inférieure à 3,7 nm ne sont pas atteints par le mercure, car la pression imposée au métal liquide est limitée à 412,8 MPa). En comparaison, l'eau accède à une gamme de pores plus large que le mercure, atteignant jusqu'à 0,5 nm, comme l'a indiqué Xu (1995). Plusieurs auteurs sur la Fig. 98 ont confirmé de tels résultats : des tests sur du ciment Portland ordinaire (OPC) mélangé à des cendres volantes (CV) et à de la fumée de silice (FSi) (Day et Marsh 1988) ou des tests sur des pâtes de CEM I et CEM V avec des rapports E/C compris entre 0,3 et 0,71 (Gallé 2001) montrent des comportements similaires, mais la variation entre les porosités totales P_{Hg} et P atteint des valeurs plus élevées, autour de 10 à 45 % et 11 à 48 %, respectivement. À partir des courbes de distribution de la taille des pores composées principalement de nanopores (< 100 nm), les auteurs ont rapporté que la différence était attribuée à l'incapacité du mercure à pénétrer dans les pores, en particulier ceux associés aux produits de l'hydratation du ciment (CSH). Ainsi, la différence entre la porosité mesurée par la PIM P_{Hq} et la porosité à l'eau P devient plus significative dans les matériaux cimentaires contenant une grande quantité de CSH. Un comportement similaire a été observé entre la porosité mesurée par la PIM et les mesures de porosité par pycnométrie à l'hélium sur des pâtes de ciment (Beaudoin 1979) et des roches schisteuses (Kuila et al. 2014). En considérant que la pénétration de l'hélium est plus facile dans les petits pores en raison de l'attraction capillaire, la PIM qui ne sonde que les pores accessibles au mercure, sous-estime systématiquement la porosité totale du matériau.

Or, les matériaux DSM se distinguent nettement des bétons ordinaires ou des pâtes cimentaires en raison de leur forte porosité totale, due aux rapports E/C élevés (1,14 < E/C < 12,7 dans les DSM, contrairement à E/C < 1 dans le mortier ordinaire), qui sont imposés par la technique de mise en œuvre de DSM et conditionnés par la nature et la quantité d'argiles dans les sols traités, ainsi qu'à la faible teneur en ciment ajouté au mélange (entre 10 et 20 %, contrairement à 30 % dans le mortier ordinaire). En conséquence, la quantité de produits d'hydratation dans les matériaux DSM durcis est inférieure à celle des bétons classiques. Ainsi, la nanoporosité inaccessible au mercure doit être réduite par rapport à celle d'une pâte de ciment, ce qui peut expliquer la plus faible différence entre les porosités accessibles à l'eau ou au mercure par rapport à celle mesurée sur une pâte de ciment classique.

Outre l'impact de la faible teneur en hydrate lié à la faible teneur en ciment des matériaux DSM, les faibles différences entre porosité à l'eau *P* et porosité au mercure P_{Hg} dans les matériaux DSM peuvent s'expliquer également par une plus grande déformabilité de la structure du matériau sous l'effet de la pression de mercure imposée compte tenu là encore de la plus faible cimentation entre les grains des mélanges DSM par rapport à un béton classique. En effet, contrairement aux matériaux cimentaires, les résultats de la PIM sur le calcaire, le grès, la craie, le tuffeau (Coppée 2018) ou le gypse (Coppée et al. 2022) (Fig. 98) sont significativement plus élevés que ceux obtenus par imbibition d'eau (porosité à l'eau), en particulier pour la craie, qui présente presque une différence de 60 %. Les auteurs ont suggéré que la déformabilité de la roche sous de fortes pressions d'injection de mercure peut expliquer cette surestimation, résultant de l'intrusion de volumes de mercure plus importants dans les pores que le volume d'eau.

3.4.3. Variation de la microstructure du matériau DSM en fonction de la

teneur en eau

Deux méthodes de préparation des matériaux DSM ont été appliquées : la méthode "ferme", qui dépend fortement de la limite de liquidité (W_L) du sol traité (en particulier en présence de minéraux argileux), et la méthode "ouvrable", qui fournit un mélange sol-ciment autoplaçant à l'état frais. La méthode de préparation avec différentes teneurs en eau ajoutée a clairement un impact sur les familles de pores du matériau DSM durci, comme observé sur le sol VOS (Fig. 99a), l'illite Arvel (Fig. 99b) et la kaol. Armoricaine (Fig. 99c).



Fig. 99. Effet de la teneur en eau dans le mélange (ou la méthode de préparation des mélanges) sur la microstructure des matériaux DSM à base de : (a) Sol naturel de VOS ; (b) Illite Arvel ; (c) Kaolinite Armoricaine, avec une teneur en ciment CEM III/C de 140 kg/m³ et après des temps de cure respectifs de 180, 28 et 28 jours

Avec une distribution bimodale, la porosité totale de l'échantillon de sol naturel VOS préparé par la méthode "ouvrable" avec une grande quantité d'eau ajoutée (W de 52 %) apparait, comme prévu, plus élevée que celle du matériau élaboré par la méthode "ferme". La porosité varie en effet de 43,8 à 49,6 % (Fig. 99a). Seule une légère augmentation de la taille des nanopores associés à la matrice cimentaire (entre 33 et 40 nm) est apparue avec l'augmentation de la quantité d'eau, accompagnée d'une légère diminution de leur quantité relative (passant de 30,8 à 27,5 % dans le Tableau 18). De plus, le volume des pores capillaires (pores inter-agrégats ou micropores autour de 1 µm selon la classification des pores adoptée dans la présente étude) a augmenté significativement, passant de 13 à 22 %, avec une taille moyenne variant de 903 à 1210 nm. L'augmentation du pic des micropores est corrélée à l'ajout d'eau supplémentaire, tandis que quelques macropores supérieurs à 10 µm voient leur quantité augmenter légèrement avec un déplacement vers des tailles plus élevées. Les micropores initialement occupés par l'eau en excès dans le mélange (excès qui caractérise la méthode "ouvrable") ne sont pas capables d'être remplis ultérieurement lors de la prise cimentaire par les produits de l'hydratation du ciment compte tenu de la faible teneur en ciment au laitier et des interactions néfastes entre le ciment et l'argile, tandis que les macropores liés en partie aux bulles d'air piégées peuvent varier en fonction de la méthode de moulage des éprouvettes (méthode "ferme" ou "ouvrable" selon la quantité d'eau ajouté, ce qui modifie la rhéologie du matériau à l'état frais).

Un comportement similaire se produit sur les matériaux DSM à base d'Illite Arvel IA (Fig. 99b) avec une augmentation des micropores autour de 351 - 373 nm et surtout une augmentation de la famille des nanopores de grande taille à 76 nm (que l'on va qualifier de "mésopores"). En l'absence de fraction de sable dans l'IA par rapport à VOS et avec une minéralogie similaire en termes d'argile [(Tableau 15 et Tableau 16 du chapitre (2)], les pores des matériaux DSM à base d'IA restent globalement plus petits, et l'excès d'eau lors du mélange

a été adsorbé à la surface de l'argile et retenu dans les pores créés par l'empilement de particules de laitier mélangées à des agrégats argileux tous deux de l'ordre de quelques dizaines de microns.

D'autre part, la porosité totale des matériaux DSM à base de Kaolinite Armoricaine (KaoA) et d'IA d'environ 65,5 et 60,5 % respectivement (ce qui est particulièrement important) reste presque constante même si la quantité d'eau du mélange augmente contrairement au matériau DSM à base de sol VOS qui augmente 43,8 à 49,6 %. De plus, pour les matériaux DSM à base de KaoA (Fig. 99c), le comportement monomodal de la famille des micropores reste inchangé même après l'ajout d'eau supplémentaire en raison de la rigidité et de la grande taille des particules d'argile, comme expliqué dans la section suivante. Cependant, on note que l'ajout d'eau a entraîné toute de même une augmentation des pores les plus grands assimilés à des pores capillaires voire des macropores, entre 600 nm et 10 μ m (pores que l'on observe dans le pied du pic de la famille des micropores).

3.4.4. Impact de la fraction d'argile sur la microstructure du matériau DSM

3.4.4.1. Influence de la nature de l'argile dans le mélange

Le matériau DSM à base du sol naturel de VOS (avec une distribution granulométrique étendue et continue sur la Fig. 56) a montré sur la Fig. 99a une distribution porométrique bimodale habituelle, comme observée dans les sols naturels. La Fig. 100 montre que les mélanges avec 100 % argile (composée majoritairement d'un seul minéral argileux) avec du CEM III/C à 140 kg/m³ et une quantité d'eau minimale pour atteindre le caractère ouvrable (élaboration avec la méthode "ferme") et après 28 jours de cure, suivent un comportement plus complexe.

Trois kaolinites (KaoP, KaoA et KaoC), la montmorillonite MA et deux illites (IA et IP) ont été testées. La différence de porosité totale et de familles de pores des mélanges DSM s'explique non seulement par la nature de l'argile (avec des argiles caractérisées par diverses propriétés pouzzolaniques et des adsorptions d'eau corrélées aux paramètres de *CEC* ou *Vbs* du Tableau 16), mais aussi par la capacité des agrégats d'argile à se disperser ou non au contact du coulis de ciment.



Fig. 100. Effet de la nature d'argile sur la microstructure des matériaux DSM à base de : (a) Kaolinites (KaoP, KaoA et KaoC) ; (b) Montmorillonite (MA) et illites (IP et IA), avec une teneur en ciment CEM III/C de 140 kg/m³ et après 28 jours de cure

De plus, même en présence d'une même famille d'argile soit des argiles kaolinitiques (contenant entre 76,5 et 83 % de minéral kaolinite dans le Tableau 15), les mélanges DSM se comportent différemment en termes de porosité totale développée après leur incorporation dans le ciment. Les caractéristiques des kaolinites testées varient en fonction de la *Vbs* décroissante de 6,7 à 1 g/100 g, corrélée à une diminution de la *CEC* de 17 à 2,3 meq/100 g et de l'indice de plasticité I_P de 58,6 à 6,9 %, tandis que la fraction < 2 µm correspond respectivement à 87,6 %, 54 % et 73,4 %. Le matériau DSM à base de KaoA présente une porosité totale de 65,7 % avec un comportement monomodal avec essentiellement des micropores (65,7 %) avec un diamètre

moyen d'environ 0,5 μ m, et des nanopores/macropores qui se manifestent de part et d'autre de ce pic sous la forme d'un large pied couvrant la plage entre 10 nm et 10 μ m. Aucun pic clair n'a été observé dans la plage des nanopores associés à la matrice cimentaire mélangée à la fraction d'argile. La porosité totale avec une forte valeur explique pourquoi la perméabilité des matériaux DSM à base de KaoA est l'une des plus élevées mesurées, plus élevée que celles des autres mélanges DSM avec l'illite IA, la montmorillonite MA ou les sols naturels (Amrioui et al. 2023a). En revanche, la kaolinite de Clérac (KaoC) mélangée avec du ciment présente la plus faible porosité totale (40 %) avec présence principalement de nanopores avec un diamètre moyen de 80 nm (pores entre 10 et 110 nm). En comparaison, la kaolinite Speswhite (KaoS) testée par Helson (2017) montre un comportement similaire compte tenu de ses caractéristiques proches avec un indice de plasticité atteignant 19 – 25 % (proche de 16,8 mesuré sur KaoC) et une faible *CEC* d'environ 3,2 – 5 meq/100 g à comparer à 5,1 meq/100 g mesurée sur KaoC. Les deux kaolinites présentent également une fraction de particules < 2 μ m de 73,4 % pour KaoC et de 76 – 83 % pour KaoS ce qui indique que les particules de kaolinite sont de petites tailles.

La Fig. 100a montre quant à elle que la kaolinite de Provins (KaoP) dans le matériau DSM induit la plus forte porosité totale (67,2 %), proche de la porosité du matériau DSM à base de KaoA mais avec une distribution porométrique trimodale composée de deux familles de nanopores (nanopores et mésopores) et de micropores associés à un D_{moy} de 20, 97 et 1105 nm, respectivement. L'origine de ce comportement similaire à la courbe de l'illite IA pourrait être l'indice de plasticité I_P élevé de cette kaolinite (soit 58,6 %) et les valeurs élevées de *CEC* (capacité d'échange cationique égale à 17 meq/100 g). Ces valeurs sortent en effet de la plage habituelle du groupe des kaolinites et atteignent les valeurs caractéristiques du groupe de l'illite. On peut imaginer une flexibilité plus importante des particules de kaolinite KaoP compte tenu d'un nombre moins important de feuillets empilés dans la particule.

Finalement, les courbes porométriques obtenues sur les mélanges DSM à base des deux illites testées (IA et IP) mélangées avec du ciment sur la Fig. 100b se comportent différemment par rapport aux tendances observées sur les kaolinites. Même si IP présente une plus grande affinité pour l'eau par rapport à la kaolinite (ce qui suggère que IP a un impact plus important sur l'hydratation des phases cimentaires et donc un plus grand impact négatif sur les propriétés d'usage du matériau DSM), le matériau DSM incorporant l'illite de Puy (IP) présente une porosité totale élevée (54 %) mais inférieure à celles en présence de KaoA et KaoP, et une distribution porométrique trimodale avec des diamètres moyens et des porosités élémentaires autour de 17 nm (20,6 %), 48 nm (13,5 %) et 2,7 µm (20 %). En comparaison, le matériau DSM à base d'IA induit après 28 jours de cure une porosité plus élevée (64,7 %) avec une famille de nanopores autour de 17 nm telle que celle observée sur le mélange DSM à base d'IP. De plus, la courbe porométrique associée à l'IA dans la Fig. 100b affiche une deuxième famille de nanopores à $D_{moy} = 77$ nm (avec une porosité élémentaire de 35,3 %) ainsi que des petits micropores à 0,3 µm (à hauteur de 20,1 %). Ce profil de porosité caractérise un matériau avec une porosité fine. On explique ce comportement en observant les matériaux DSM par microscopie électronique à balayage (Duc 2020). En effet, la famille des nanopores, point commun dans les matériaux illitiques est associée à la porosité interne des agrégats argileux non dispersés observés sur les images au MEB (Fig. 101a et Fig. 101b).

La taille moyenne de la poudre d'argile sèche mélangée au ciment est d'environ 500 μ m pour IP et de 20 à 30 μ m pour IA, ce qui explique le pourcentage plus élevé de nanopores dans IP (20,6 %) par rapport à IA (9,4 %). Alors que les kaolinites sont caractérisées par une faible charge de surface négative permanente évaluée par la *CEC* (à l'exception de KaoP avec une *CEC* proche de celle des illites), les particules illitiques sont fortement chargées avec du potassium en tant que cations compensateurs dans l'interfeuillet. Cela induit une forte liaison entre les feuillets d'argile, ce qui empêche le gonflement cristallin (d = 10 Å = constante en diffraction de rayons X). Cette différence explique pourquoi les agrégats de kaolinite (dans la poudre sèche initiale mise en contact avec le ciment et l'eau lors de la fabrication des éprouvettes en laboratoire) sont facilement dispersés dans la matrice cimentaire, ce qui est confirmé par les observations au MEB (Duc 2020) (Fig. 101d et Fig. 101e). En revanche, les agrégats illitiques se dispersent faiblement et restent dans un état agrégé une fois au contact du coulis de ciment au laitier. Les mélanges illitiques semblent se comporter comme un mélange de sable à grains fins au contact de ciment, comme observé par Helson (2017). Au lieu d'inclusions "rigides" de grains de sable dans la matrice cimentaire, les agrégats d'argile illitique jouent le rôle d'inclusions "molles", ce qui a un impact sur les propriétés mécanique plus élevée (4 fois plus élevée) par rapport aux mélanges

à base de KaoA ou KaoP, même la plus grande sensibilité à l'eau des illites les prédisposent à engendrer une baisse de performances des mélanges DSM (Le Kouby et al. 2018).

Les argiles sensibles à l'eau mais qui restent agrégées ont en fait moins d'impact sur le développement des CSH dans la matrice cimentaire, ce qui offre de meilleures propriétés mécaniques. En revanche, les mélanges à base de KaoC qui présentent une résistance plus élevée que les mélanges à base d'illite utilisent la KaoC comme " filler" grâce à leur petite taille contrairement à la kaolinite KaoA qui présente des grandes tailles de particules ne permettant pas ce rôle de remplissage des porosités entre les grains de laitier.



 $Illite Arvel P_{Hg} = 64 \% - Rc = 1.4 MPa$

Illite Puy P_{He} = 54,1 % - Rc = 1,09 MPa

Montmorillonite Arvel P_{Hy} = 67,7 % - Rc = 0,16 MPa



Kaolinite Armoricaine $P_{H_{e}} = 64 \% - Rc = 0,6 MPa$

Kaolinite Clérac $P_{H\sigma} = 36 \% - Rc = 2,4 MPa$

Kaolinite Provins $P_{He} = 67 \% - Rc = 0,38 MPa$

Fig. 101. Observation au MEB environnemental de fracture fraiche d'échantillons de DSM après 28 jours de cure (CEM III/C ; C140 kg/m³) (Duc 2020)

Les résultats montrent ainsi que les propriétés de dispersion des argiles induisent un écrantage physique des grains de laitier de haut fourneau et des particules de clinker. Ce processus de dispersion de même que la flexibilité et la taille des particules d'argile gouverne la structure des pores du matériau durci. En effet, la kaolinite KaoA avec des plaquettes hexagonales rigides de grande taille (jusqu'à une dizaine de micromètres ou plus) ne peut pas fournir une bonne compacité à l'arrangement des particules de laitier de l'ordre de 10 µm. Ce sont les tailles respectives de la poudre de laitier et des particules de kaolinite qui sont à l'origine de la courbe de la famille de micropores monomodale. En d'autres termes, les plaquettes de kaolinite écrantent ou perturbent la coalescence des produits hydratés (intrication continue et tridimensionnelle des hydrates) à l'origine du renforcement des sols par le ciment. Les plaquettes rigides de kaolinite intercalées entre les grains de ciment empêchent la formation d'une matrice continue et résistante de CSH et d'ettringite. Les particules de kaolinite dispersées de manière homogène dans la pâte de ciment font un écran au réseau de CSH, tandis que cet effet disparait avec les argiles illitiques qui restent sous forme agrégée. Dans ce cas, la matrice cimentaire est plus "continue" et contient des inclusions molles d'argile illitique. Selon Helson (2017), les valeurs de perméabilité élevées mesurées sur les mélanges DSM à base de kaolinite Speswhite (KaoS) étaient également liées aux particules de cette kaolinite qui sont généralement hexagonales, épaisses et peu flexibles, organisées en une structure alvéolaire poreuse, empêchant une structure compacte. En revanche, la poudre d'argile KaoC est composée de son coté de très petites plaquettes de kaolinite (de l'ordre du micron) qui se dispersent totalement dans le coulis de ciment et peuvent remplir les espaces entre les particules plus grosses de clinker et de laitier de haut fourneau, jouant ainsi le rôle de charge inerte (filler) ce qui explique la faible porosité (en quantité et en taille) du mélange DSM à base de KaoC.

Enfin, la kaolinite KaoP, avec une grande plasticité (traduisant une capacité d'adsorption d'eau plus élevée qui entre en compétition chimique avec l'hydratation du ciment), fournit les performances mécaniques les plus faibles par rapport aux autres mélanges DSM à base de kaolinites testées. Les propriétés d'hydratation élevées (également observées sur les mélanges à base de montmorillonite) induisent une porosité totale élevée d'environ 67,2 % ainsi que des performances mécaniques faibles. En effet, le comportement de KaoP se rapproche de celui du mélange à base de montmorillonite Arvel (une argile gonflante avec une grande sensibilité à l'eau, ce qui se traduit par une *CEC* de 90 meq/100g, un I_P de 73,3 % et une *Vbs* de 28 g/100g). La courbe porométrique en présence de MA sur la Fig. 100b montre, comme prévu, une porosité totale la plus élevée atteignant 67,5 % et un mode de distribution de taille des pores monomodale très large, allant de 3,7 nm à 20 µm avec un diamètre moyen d'environ 0,5 µm.

La large gamme de taille de pores dans les matériaux DSM à base de Montmorillonite Arvel (MA) peut provenir quant à elle des différentes interactions entre le ciment et l'argile : non seulement les propriétés d'adsorption d'eau élevées des montmorillonites (en partie responsables des micropores) ont un impact sur les mélanges, mais aussi les propriétés dispersives de la montmorillonite à l'origine d'un écrantage physique autour et entre les grains anhydres de laitier (et de clinker présent à hauteur de 15 %). On peut en effet observer l'absence d'agrégats de montmorillonite sur les images MEB (Fig. 101c) comme le montre l'Illite Arvel ou l'Illite du Puy.

Tout d'abord, les molécules d'eau doivent être en excès dans le mélange pour atteindre un état maniable avant le moulage et pour compenser l'absorption liée au phénomène de gonflement. L'eau pénètre dans les vides de la microstructure de l'argile (entre les feuillets, les particules ou les agrégats) et ouvre fortement les espaces interfoliaires, interparticulaires et interagrégats non remplis par les hydrates au tout début de la prise cimentaire. De plus, les agrégats de montmorillonite se dispersent totalement dans le coulis de ciment sous la forme d'une fine feuille de grande dimension (particules flexibles et déformables compte tenu du nombre limité de feuillets argileux empilés). Cette dispersion est confirmée sur la Fig. 101c par l'absence de pic autour de 10-15 nm associé aux pores intra-agrégats, tels qu'observés dans l'illite. La flexibilité des feuillets argileux de montmorillonite sentre l'argile et les feuillets de CSH, ce qui se traduit sur la Fig. 100b par la présence d'une petite quantité de nanopores entre 3,7 et 50 nm.

De plus, la montmorillonite a un impact chimique sur l'hydratation du ciment. Compte tenu des nombreuses substitutions isomorphes dans les couches octaédriques (ou tétraédriques) des feuillets de montmorillonite, un déficit de charge négative se produit lors de la formation géologique de l'argile, et les cations hydratés en solution compensent le déficit de charge, en particulier Ca^{2+} , un cation divalent qui a une plus grande affinité pour les espaces interfeuillets d'argile par rapport aux cations monovalents (K⁺ ou Na⁺). Comme le Ca²⁺ est libéré par la dissolution de la portlandite Ca(OH)₂ après l'hydratation du clinker au début du processus de prise, le processus d'échange de cations sur la montmorillonite vient en concurrence de la précipitation des hydrates CSH qui sont à l'origine des performances mécaniques élevées. Un tel phénomène explique en partie la faible quantité de nanopores sur les courbes porométriques des matériaux DSM à base de montmorillonite Arvel, tout comme la consommation des OH par l'argile.

En effet, les réactions pouzzolaniques à l'origine des CSH formés à partir des grains de laitier de haut fourneau ont été ralenties ou empêchés en raison de la capture des OH produits par la dissolution de la portlandite après hydratation des 15 % de clinker dans le CEM III/C. Ce ralentissement se produit par adsorption des OH à la surface des argiles ou par leur dissolution correspondant aux réactions pouzzolaniques de l'argile. On peut considérer que les réactions pouzzolaniques de l'argile sont plus lentes que celles des laitiers mais elles se produisent néanmoins de manière simultanée et en fonction du taux de réactivité des phases en présence (la nature amorphe des laitiers explique sa dissolution plus rapide comparativement à l'argile cristalline). L'augmentation du pH provoquée par l'hydratation du clinker (avec possiblement une précipitation transitoire de portlandite) et donc la libération d'OH est nécessaire pour initier la dissolution des laitiers, première étape avant la précipitation du CSH, puis le développement des nanopores et de la résistance mécanique. Ainsi, tout processus pouvant capter des OH impacte sur les propriétés à terme de matériau DSM.

3.4.4.2. Influence de la teneur en argile dans le mélange

Tout comme la nature des minéraux argileux, la quantité d'argile dans les matériaux DSM impacte la microstructure des matériaux DSM durcis, en particulier le mélange illite-sable avec différentes proportions d'argile illitique (IA), tel qu'observé sur la Fig. 102.



Fig. 102. Effet de la teneur en argile illitique (IA) mélangée au sable de Fontainebleau sur la microstructure des matériaux DSM, avec une teneur en ciment CEM III/C de 140 kg/m³ et après 91 jours de cure

La quantité de nanopores, de taille environ 13 nm, associés aux agrégats d'illite non dispersés, augmente proportionnellement en fonction de la quantité d'argile ajoutée dans le mélange, passant de 6,8 à 13,9 % après 91 jours de cure (Tableau 18). L'augmentation de la famille de pores de 13 nm est corrélée à la teneur en agrégats argileux et donc en argile, ce qui valide l'origine de cette famille de pores, à savoir les vides intraagrégats argileux. La porosité élémentaire associée aux mésopores, entre 57 et 103 nm, reste relativement inchangée pour le mélange argile-sable après 91 jours de cure, mais elle augmente fortement pour IA = 100 %(jusqu'à 34,1 % à 28 jours comme le montre le Tableau 18). La plus grande quantité de mésopores dans ce dernier échantillon, avec une faible fraction de particules d'illite dispersée et les grains de ciment en cours d'hydratation, s'explique par une hydratation du ciment moins avancée par rapport aux autres échantillons durcis pendant 91 jours sur la Fig. 102. D'un autre côté, les quantités constantes de mésopores dans de tels mélanges contenant diverses teneurs en argile s'expliquent par la quantité similaire de CEM III/C ajoutée à chaque mélange (c'est-à-dire 140 kg/m³). Comme la fraction d'argile est restée sous forme agrégée, la composition de la matrice cimentée doit rester globalement constante, comprenant un mélange de grains de laitier de haut fourneau (d'une taille comprise entre 10 et 30 µm), une fraction presque constante de feuillets d'argile illitique dispersés et des produits cimentaires. Helson (2017) de son côté a montré une augmentation de la quantité des petits pores lors de la mesure de l'évolution porométrique du matériau DSM en fonction de la quantité de kaolinite Speswhite (0, 10 et 25 %) avec une taille de pores qui ne varie pas. Ce résultat est à relié à la nature minéralogique de l'argile avec la kaolinite qui est capable de se disperser contrairement à l'illite qui reste plus facilement agrégée même après un mélange vigoureux dans une pâte cimentaire.

Si les mésopores autour de 50 nm ne semblent pas augmenter sur la Fig. 102, la quantité de micropores d'environ 2 μ m augmente avec la teneur en illite (et la diminution de la fraction de sable) dans les mélanges illite-sable, tandis que la porosité totale varie de 39 à 52,3 %. Il s'agit de la conséquence de l'augmentation de la teneur en eau de gâchage de 27 à 53 %. Plus d'argile nécessite généralement une teneur en eau de gâchage de 1'interdépendance entre ces paramètres. En ce qui concerne l'origine de l'augmentation des micropores, l'explication peut être spécifique à la poudre d'argile illitique non dispersée dans le mélange sable-ciment. Dans ce mélange, les micropores sont attribués au rôle croissant des grains de sable de Fontainebleau dont l'arrangement (empilement) ne peut pas être optimal. Avec des tailles uniformes autour de 0,1 – 0,2 mm (comme illustré sur la Fig. 56), le sable de Fontainebleau présente en effet une courbe de granulométrie resserrée. L'ajout de fraction d'argile dans le mélange avec plus de 30 % d'agrégat d'argile

écarte les grains de sable, le sable devenant une inclusion dans une matrice d'argile-ciment et d'agrégats d'argiles caractérisée par de petits pores. Compte tenu des propriétés non-dispersibles de l'argile illitique, le remplissage optimal des vides entre grains de sable par l'argile mélangée au ciment (présent en faible quantité) ne peut pas se produire et les micropores augmentent entre les agrégats d'argile (grain de poudre), les grains de laitier de haut fourneau et le sable. D'autre part, comme dans le traitement du sol traité à la chaux/ciment pour la construction routière, la floculation de l'argile sous l'effet du Ca²⁺ libéré lors de l'hydratation du clinker peut également contribuer à l'apparition d'une quantité croissante de micropores, de même que l'augmentation de la quantité d'eau ajoutée pendant le mélange pour atteindre la rhéologie adéquate pour la mise en œuvre du matériau DSM. Enfin, de tels micropores disparaissent en augmentant la teneur en ciment (Fig. 103), mais surtout en augmentant le temps de cure (Fig. 104). Ces deux facteurs favorisent en effet le remplissage des vides, soit en augmentant les particules fines jusqu'à ce qu'il n'y ait plus de contact entre les agrégats d'argile ou les particules de sable (effet de matrice continue), soit en précipitant de nouveaux produits de type hydrates dans les vides.

3.4.5. Impact du dosage en ciment dans le mélange

La Fig. 103 montre l'effet de la teneur en ciment sur la microstructure des matériaux DSM à base de sable de Fontainebleau (FS), de sol naturel (VOS), de kaolinite Armoricaine (KaoA) et d'illite Arvel (IA).



Fig. 103. Effet du dosage en ciment sur la microstructure des matériaux DSM à base de : (a) Sable de Fontainebleau ; (b) Sol naturel de VOS ; (c) Kaolinite Armoricaine ; (d) Illite Arvel, après 28 jours de cure

Lorsque le dosage en ciment augmente dans le sable de Fontainebleau, la quantité d'hydrates (entre autres des CSH) et donc la nanoporosité autour de 40 nm augmentent, tandis que la porosité totale passe de 21,6 à 32,9 % (Fig. 103a). Dans ce cas, les performances mécaniques, qui devraient normalement diminuer avec

l'augmentation de la porosité, sont améliorées grâce au renforcement accru lié à la rigidification apportée par le réseau de CSH. En général, pour les mélanges avec du sable, les micropores (liés à la distribution de taille de particules des grains de sable dans le mélange) diminuent au profit de l'augmentation des nanopores formés entre les grains de laitier de haut fourneau qui produisent des produits cimentaires primaires agissant comme agent de remplissage. Le développement attendu des produits cimentaires primaires (complété à long terme par des produits secondaires issus de la réaction pouzzolanique de l'argile) provoque une réduction de la taille et de la quantité de micro/macropores dans presque tous les mélanges testés, quelle que soit leur minéralogie.

Bien que l'augmentation de la nanoporosité associée à la disparition des micropores soit clairement visible dans les mélanges de sols sableux et de ciment (sable de Fontainebleau ou sol naturel VOS composé de moins de 30 % de fraction argileuse avec principalement des minéraux argileux de type chlorite et illite sur la Fig. 103b), les mélanges kaolinitiques (Fig. 103c) semblent se comporter différemment. En effet, la courbe porométrique avec son comportement spécifique de type monomodal, reste constante, quelles que soient les caractéristiques imposées pendant la mise en œuvre ou la cure. Cependant, un zoom sur le pied du pic de l'unique famille de micropores dans le matériau DSM à base de KaoA, confirme une tendance similaire à celle observée sur les sols sableux : la quantité de micro/macropores entre 500 nm et 10 µm diminue tandis que les nano/micropores (entre 20 nm et 200 nm) augmentent continuellement. Pour les mélanges illitiques (Fig. 103d), une telle évolution est confirmée avec 14,8 % de micropores initialement positionnés à 351 nm pour le mélange de ciment à 140 kg/m³, et qui se déplacent vers 220 nm à mesure que la teneur en ciment atteint 170 kg/m³. Ce déplacement en termes de taille est accompagné d'une quantité relativement inchangée de pores (15,1 %) alors que l'on a une disparition totale pour le matériau DSM avec une teneur en ciment de 210 kg/m³ (une telle quantité reste inférieure à celle des bétons ordinaires). L'évolution des nanopores autour de 20 nm et associés aux agrégats d'argile non mélangés et aux agrégats d'argile-hydrates sur la Fig. 103d est facilement observée entre les courbes à 140 et 170 kg/m3 du mélange à base d'illite IA mais un maximum semble être atteint compte tenu de la faible évolution du pic caractérisant la teneur en ciment de 210 kg/m³ par rapport à 170 kg/m³. En conclusion, une tendance générale peut être observée à la fois sur les sols argileux et sablonneux lorsque le ciment CEM III/C est ajouté en quantités croissantes.

3.4.6. Impact du temps de cure sur la microstructure du matériau DSM

La microstructure des mélanges incorporant différents sols (sol naturel de VOS, mélange FS/IA, KaoA et IA) a été étudiée avec la PIM après des périodes de cure de 1, 3, 6 et 9 mois, comme le montre la Fig. 104.

Pendant la prise du mélange, une diminution de la porosité totale a été observée sur tous les mélanges testés : de 53,8 à 49,6 %, de 53,3 à 52,3 %, de 65,5 à 58 % et de 60 à 59,1 % en présence du sol de VOS, du mélange FS/IA, de l'IA et de KaoA, respectivement, dans le mélange DSM. Après une cure de 6 mois, les mélanges à base de VOS montrent une légère diminution de la taille des micropores (de 1,8 à 1,2 μ m) associée à une forte diminution de la quantité (de 41,1 à 22 %) en raison de la structuration progressive des hydrates de ciment dans les micropores (Fig. 104a). Une telle structuration apparait via l'augmentation de la famille de nanopores à 40 nm correspondant aux hydrates intimement mélangés avec l'argile dispersée et les particules de laitier de haut fourneau en cours d'hydratation. En ce qui concerne les mélanges à base de sable de Fontainebleau et d'illite Arvel, la Fig. 104b a confirmé qu'entre 28 et 91 jours, la taille de chaque famille de pores reste presque inchangée, mais la quantité des micropores d'environ 2,5 µm a significativement diminué tandis que celle de la deuxième famille de nanopores (mésopores associés à la matrice cimentaire continue) d'environ 68 nm a légèrement augmenté (de 20,6 à 23,8 %). De plus, la quantité des pores intra-agrégats à 16 nm présents dans les agrégats d'illite reste relativement inchangée (de 12,3 à 13,7 %). L'augmentation plus faible des nanopores dans le mélange FS/IA (Fig. 104b) par rapport au sol VOS (Fig. 104a) peut être attribuée à la durée de cure plus courte et à la présence d'argiles dans le mélange qui peuvent interagir avec l'hydratation du ciment, en particulier en présence d'argiles sensibles à l'eau. En outre, dans les mélanges avec 100 % d'IA, la Fig. 104c affiche une diminution de la taille des micropores (de 351 à 247 nm) au profit de la seule famille de nanopores détectée sur les courbes porométriques, dont la porosité élémentaire correspondante dans le Tableau 18 est passée de 44,2 à 50,8 %. Pour des temps de cure plus longs (9 mois), les mélanges kaoliniques (KaoA), dont la microstructure est principalement composée de micropores, ne montrent toujours pas de nanopores, comme observé sur d'autres types de sols. La grande taille des particules d'argile de KaoA (empêchant un empilement optimal des particules présentes dans le mélange et le réseautage des hydrates qui se forment) explique le

comportement de cette kaolinite atypique, comme discuté précédemment. Cependant, le matériau DSM à base de KaoA suit après une longue cure la même tendance que les sols sableux, avec la diminution de la famille de macro/micropores de 10 μ m à 1 μ m selon la Fig. 104d. Cela confirme que les courbe de distribution de taille de pores doivent être regardées avec attention même au niveau des détails.



Fig. 104. Effet du temps de cure sur la microstructure des matériaux DSM à base de : (a) Sol naturel de VOS ; (b) Sable de Fontainebleau et de l'illite Arvel ; (c) Illite Arvel ; (d) Kaolinite Armoricaine, avec une teneur en ciment CEM III/C de 140 kg/m³

3.4.7. Impact de la température de cure sur la microstructure du matériau DSM

La Fig. 105 montre l'effet de la température de cure sur la distribution de la taille des pores du sol naturel VOS traité avec un dosage de 170 et 140 kg/m³ de CEM III/C. Les tests de PIM ont été réalisés afin de démontrer la possibilité d'imposer une cure rapide des mélanges sol-ciment avant les essais mécaniques ou hydrauliques et que cette cure permet de rapprocher les mélanges de leur état après une très longue cure à température ambiante. En effet, il est couramment suggéré d'augmenter la température de cure pour réduire la durée de cette dernière. Cependant, les températures supérieures à 38 °C sont généralement considérées comme ayant un impact sur le chemin thermodynamique de l'hydratation du ciment (néanmoins une température ne pas suivre le même chemin et les phases précipitées finales ne sont donc pas les mêmes que celles obtenues après une longue cure à température ambiante. Dans la présente étude, afin de réduire les temps de préparation avant de solliciter les éprouvettes notamment par des cycles d'humidification/séchage ou par percolation [voir le chapitre (8)], une cure à 38 °C a été imposée aux éprouvettes cylindriques scellées contenant les matériaux DSM et immergées dans un bain thermostatique. Ce paragraphe propose de démontrer que cette action permet bel et bien de se rapprocher d'une microstructure obtenue à long terme [rappelons que les matériaux DSM

même après 3 mois de cure ne semblent pas avoir un pallier en termes des propriétés mécaniques comme montré par Le Kouby et al. (2020)].



Fig. 105. Effet de la température de cure sur la microstructure des matériaux DSM à base de sol VOS avec deux teneurs en ciment CEM III/C de : (a) 170 kg/m³; (b) 140 kg/m³

Les courbes porométriques de la Fig. 105 montrent la distribution bimodale habituelle pour un sol sablonneux avec la présence de nanopores (d'environ 40 nm) liés à la structure poreuse de la matrice cimentaire et de micropores (d'environ 1 à 1,5 µm) liés aux vides entre les particules de sable du sol VOS ainsi qu'aux vides entre des agrégats argileux potentiellement floculés. En effet, le sol VOS contient 28 % de particules de moins de 2 µm dans la Fig. 56, comprenant quelques pourcents d'illite et de chlorite. Sur la Fig. 105a, après une cure de 28 jours à 38 °C, on observe moins de micropores (de 22,6 à 12,1 %) et une quantité plus élevée de nanopores (de 15 à 33 %) par rapport au mélange après 28 jours à 20 °C. Une telle évolution, similaire au changement après un temps de cure plus long, peut être attribuée à l'hydratation accélérée du ciment à 38 °C. Après 28 jours, plus d'hydrates ont été produits à 38 °C qu'à température ambiante, d'où la quantité de nanopores de taille inchangée (40 nm) mais en quantité plus importante, tandis que la quantité de micropores a été réduite en raison du remplissage des pores par les hydrates. Avec une teneur en ciment plus faible (140 kg/m³) sur la Fig. 105b, la même évolution a été observée, et l'échantillon durci pendant 28 jours à 38 °C a été comparé à celui durci pendant 1 an à 20 °C. Les quantités de nanopores ont légèrement changé (25,8 % comparé à 22,9 %) avec un déplacement de la taille des nanopores de 54 nm à 30 nm. Les micropores, dont le diamètre moyen d'entrée de pore varie de 2,5 à 2,1 μ m, confirment la structure plus dense après une cure à long terme à 20 °C. De telles observations pourraient également être interprétées comme une différence dans l'organisation des CSH (taille, microstructure...) qui s'accompagneraient d'une variation de la composition chimique des produits d'hydratation du ciment, puis des performances mécaniques. Ce point devra faire l'objet ultérieurement de mesures plus fines notamment chimiques et minéralogiques voire de calculs thermodynamiques pour mieux comprendre l'évolution des phases d'hydratation avec la température. Cependant, l'effet expansif de la température de cure est un fait couramment observé sur les pâtes de ciment utilisées en géothermie ou dans les puits de pétrole (Bahafid et al. 2018).

Finalement, malgré de petits décalages dans la taille des pores, la cure à 38 °C pendant 28 jours peut être considérée comme efficace pour produire un échantillon avec la structure poreuse d'un matériau durci pendant 1 an dans des conditions endogènes à 20 °C. Les mesures de PIM ont permis dans ce cas de sélectionner une méthode de cure équivalente pour accélérer la prise et réduire les délais pour appliquer des tests de performance et de durabilité sur les matériaux.

Afin de confirmer que la température peut se substituer au temps avant des tests mécaniques, étant donné que les caractéristiques macroscopiques du matériau sont étroitement corrélées à ses propriétés microstructurales, une série de tests de résistance à la compression simple a été effectuée sur des mélanges d'argile-ciment à base d'IA stockés à 20 °C et 38 °C pendant différentes périodes de cure. Les résultats de la résistance à la compression simple R_c et du module d'Young sécant E_{50} (bien corrélé à la R_c), normalisés en divisant par les valeurs obtenues après 28 jours de cure à 20 °C, sont présentés dans la Fig. 106a et la Fig. 106b, respectivement.

Sur la Fig. 106a, on observe qu'après une cure à 38 °C pendant 28 jours, la résistance à la compression des mélanges illitiques a été multipliée par 2,4 fois par rapport à celle obtenue après la même période de cure endogène à 20 °C. Cette augmentation de la résistance à la compression à une température élevée est bien en accord avec une plus grande quantité d'hydrates formée, entraînant le remplissage des vides associés aux micropores (200 à 400 nm) situés entre les agrégats d'illites non-dispersés et les grains de laitier en cours d'hydratation.



Fig. 106. Effet de la température de cure sur les propriétés mécaniques des matériaux DSM à base d'illite Arvel et une teneur en ciment CEM III/C de 170 kg/m³ : (a) R_c ; (b) E_{50}

De plus, en comparant le mélange illitique durci pendant 28 jours à 38 °C et celui qui a été maturé pendant 1 an à 20 °C, les deux mélanges DSM présentent des résistances à la compression R_c similaires, avec des valeurs normalisées respectives de 2,4 et 2,3. Cette similitude est cohérente avec les résultats obtenus précédemment lors de la description de l'évolution de la porosité des mélanges DSM à base de sol VOS sur la Fig. 105b. Ce résultat montre que l'observation réalisée sur un mélange de sol sablonneux peut être généralisé à un sol argileux quasi pur comme IA.

On constate également sur la Fig. 106a qu'au-delà de 28 jours (correspondant à une cure de 1 an à température ambiante), la résistance à la compression R_c des mélanges IA-ciment durcis à une température plus élevée (38 °C) continue de croître. Après 90 jours, elle atteint une valeur 2,9 fois supérieure à la référence après 28 jours de cure à 20 °C. Ainsi les résultats obtenus après une période de 1 mois (et non pas 3 mois) à 38 °C matchent particulièrement bien avec ceux obtenus à 1 an à 20 °C. En outre ce résultat montre que même après une période de 1 an à 20 °C, on pourrait escompter encore une évolution de la résistance mécanique (confirmant le très long processus de prise du ciment CEM III lié aux réactions pouzzolaniques)

En conclusion, l'ensemble de ces résultats tendent à démontrer qu'une période de cure de 28 jours à 38 °C permet de produire des échantillons de DSM avec des caractéristiques de pores, et par conséquent, des performances mécaniques (résistance à la compression et module d'Young) très proches de celles obtenues après une période de cure plus longue (1 an) à une température ambiante (20 °C). C'est ce protocole qui sera retenu pour accélérer la maturation des éprouvettes avant les tests de durabilité.

3.5. Conclusions

La porosimétrie par intrusion de mercure (PIM) s'est avérée être un outil approprié pour l'étude des caractéristiques des pores des mélanges autoplaçants de sol-ciment fabriqués par la méthode de Deep Soil Mixing (DSM). La PIM n'a pas significativement sous-estimé la porosité totale par rapport à celle mesurée par pesée hydrostatique considérant la faible teneur en ciment dans le matériau DSM et par conséquent la faible nanoporosité inaccessible au mercure. Après avoir démontré que la lyophilisation et l'échange eau/acétone étaient deux méthodes efficaces pour sécher les échantillons de DSM avant le test de PIM sans altération significative de la structure des pores, les résultats de ces tests ont illustré l'impact de la teneur en eau de mélange, de la nature/quantité d'argile, de la teneur en ciment CEM III/C, et du temps et de la température de cure, non seulement sur la porosité totale mais aussi sur la distribution du diamètre d'entrée des pores. Les

deux paramètres gouvernent les performances mécaniques, les propriétés hydrauliques et la durabilité du matériau.

La méthode d'ajustement de la teneur en eau dans les mélanges de sol-ciment a affecté la structure poreuse du matériau DSM. La méthode "ouvrable" avec une grande quantité d'eau ajoutée par rapport à la méthode "ferme" a produit une porosité totale plus élevée et une augmentation significative des micro/macropores (pores capillaires) définis comme des pores avec des diamètres de 100 $nm < D < 5 \mu m$ et $D > 5 \mu m$, respectivement.

La distribution granulométrique des sols (en particulier des argiles) ainsi que leur minéralogie ont induit une microstructure spécifique dans le matériau durci. Non seulement la sensibilité à l'eau des argiles (avec l'absorption d'eau par la montmorillonite) et les réactions pouzzolaniques à long terme habituelles (avec une intensité croissante : illite < kaolinite < montmorillonite) ont affecté le meilleur empilement des grains, mais aussi la capacité de l'argile à se disperser dans le coulis de ciment. Un tel phénomène, qui était absent en présence d'illite (comme démontré par la persistance des nanopores intra-agrégats à 10 - 20 nm), a induit un écrantage physique des grains de ciment pendant l'hydratation, en particulier en présence de montmorillonite mais aussi de kaolinite. Cependant, les mélanges kaolinitiques se sont comportés différemment en fonction de leur sensibilité à l'eau (les mélanges DSM à base de KaoP incorporant de la kaolinite avec un indice de plasticité (I_P) , une capacité d'échange cationique (CEC) et une valeur au bleu de méthylène (Vbs) élevés se sont comportés comme des mélanges avec de l'illite/montmorillonite) et de la taille de leurs particules. En effet, les grandes plaquettes rigides dans les mélanges DSM à base de KaoA ont induit une distribution monomodale de la taille des pores (quels que soient les paramètres de mélange), tandis que dans les mélanges DSM à base de KaoC, les particules argileuses ont joué le rôle de charge inerte compte tenu de leur taille plus petite par rapport aux grains de laitier de haut fourneau à 85 % dans le ciment CEM III/C. Par conséquent, la distribution monomodale de la taille des pores des mélanges DSM à base de KaoC a présenté uniquement des nanopores et la porosité totale la plus basse. En comparaison, le sol naturel de VOS ou de SPDC (avec une distribution étendue de la taille des particules avec du sable, de l'argile et du limon) ont montré une courbe porométrique bimodale habituelle avec des micropores/macropores liés à la présence de particules de sable (pores affectés par la teneur en eau consommée pendant l'hydratation) et des nanopores de plus grand diamètre (ou des mésopores) liés au mélange intime entre les particules d'argile dispersées et les grains de ciment en cours d'hydratation. Ces pores correspondent à la matrice cimentaire contenant du sable et du limon ainsi que des agrégats d'illite non dispersés dans le matériau DSM à base d'illite. Ainsi, l'ajout de ciment aux mélanges DSM a augmenté systématiquement la quantité d'hydrates, ce qui se traduisait par une diminution de la quantité et de la taille des micro/macropores entre la matrice cimentaire et les grains de sable dans tous les mélanges DSM, tandis que les mésopores (deuxième famille de nanopores) ont augmenté, permettant de suivre le degré d'hydratation du ciment en présence de minéraux potentiellement nocifs.

Le temps de cure a présenté un effet similaire avec une diminution de la quantité de pores plus grands (avec presque aucun déplacement des diamètres d'entrée de pore) corrélée à une augmentation des mésopores liés à la matrice cimentaire. Le dernier changement a été attribué à la structuration progressive des hydrates de ciment CEM III/C combinée à des produits pouzzolaniques.

Enfin, l'effet de la température de durcissement a été étudié sur les mélanges DSM à base du sol naturel et d'illite mûris dans des conditions endogènes à 20 °C pendant 1 an et à 38 °C pendant 1 mois. La structure poreuse ainsi que les performances mécaniques assez proches entre les deux échantillons a validé la possibilité d'accélérer la période de cure pour l'application des essais mécaniques ou de perméabilité à l'eau, qui dépend des caractéristiques microstructurales des matériaux. En conclusion, les tests de PIM se sont révélés être un outil puissant pour concevoir et valider des formulations de DSM optimales pour diverses applications et pour assurer la durabilité du matériau en question.

Chapitre 4

Approche prédictive de la perméabilité à l'eau des matériaux DSM

4.1. Introduction

La technique de DSM est utilisée dans le cadre de confortement des digues de la Loire Moyenne en réalisant des écrans étanches sur toute la hauteur de l'ouvrage pour atteindre des conductivités hydrauliques plus faibles et ne devant pas dépasser la valeur de 10⁻⁸ m/s (Le Kouby et al. 2016). Cependant, jusqu'à nos jours, la durabilité à long terme du matériau DSM reste floue, alors que la durabilité du matériau est nécessaire pour limiter les effets de l'érosion du matériau en période de crue et assurer dans le temps le critère d'étanchéité procuré à la digue par le confortement. La perméabilité, contrôlée par la structure des pores du matériau, doit être définie correctement car elle constitue le principal paramètre déterminant dans l'approche de durabilité (AFGC 2004), comme observé dans le domaine des structures en béton (Baroghel-Bouny 2005a, 2005b). En tant qu'indicateurs de durabilité, la porosité et la perméabilité doivent être considérées pour les matériaux DSM, en raison de leur impact sur la vitesse de pénétration des agents agressifs à l'origine de la dégradation du matériau, conduisant à la réduction des performances mécaniques et/ou hydrauliques. En pratique, la mesure de la perméabilité à l'eau reste complexe et prend du temps par rapport à la mesure de la porosité (Ranaivomanana et al. 2017). Ainsi, des relations entre les deux paramètres ont été proposées dans la littérature pour différents matériaux tels que les grès et les schistes (Dong et al. 2010), les roches volcaniques andésitiques et basaltiques (Farquharson et al. 2015 ; Saar et Manga 1999), les sédiments de la zone de subduction (Gamage et al. 2011), les roches sédimentaires (Zheng et al. 2015), les pâtes de ciment destinées au revêtement des puits de pétrole profonds (Ghabezloo et al. 2009) et également le béton (Nokken et al. 2007). Les corrélations développées dans les précédentes recherches sont basées sur des mesures expérimentales de perméabilité et de porosité. Ces mesures ont montré une tendance générale à l'augmentation de la conductivité hydraulique pour une porosité plus élevée. Pour le matériau DSM, quelques travaux établissent une corrélation similaire. Par exemple, Helson (2017) a montré que pour des bétons de sol assimilés à des matériaux DSM, dans lesquels la fraction d'argile kaolinitique (type Speswhite) était comprise entre 0 et 25 %, la perméabilité à l'eau et la porosité varient respectivement de 3.10⁻¹⁰ à 10⁻⁹ m/s et de 25 à 50 % après 180 jours de cure. Deng et al. (2015) ont également observé la même corrélation porosité-perméabilité sur des mélanges argile-ciment avec des teneurs en ciment de 12 % ou 15 %.

Pour aller plus loin et éviter les mesures expérimentales chronophages qui nécessitent des équipements sophistiqués, les chercheurs ont tenté de développer des modèles permettant de prédire la perméabilité du matériau à partir de la porosité plus facilement mesurée et d'autres paramètres pertinents. Ranaivomanana et al. (2017) ont présenté un état de l'art de la modélisation analytique de la perméabilité en mettant en évidence non seulement les principes de base des modèles prédictifs mais aussi leurs limites. De plus, les auteurs ont regroupé les modèles en trois catégories : les modèles impliquant les propriétés microstructurales des matériaux, les modèles développés pour des matériaux consolidés (roche, béton) et les modèles impliquant les caractéristiques granulométriques et/ou les propriétés physiques des sols. Dans le présent chapitre, seront présentés les modèles utilisés dans le domaine de géotechnique pour estimer la perméabilité à l'eau des sols pulvérulents et/ou argileux, et les modèles estimant la conductivité hydraulique des matériaux poreux à partir de leurs propriétés microstructurales (en particulier la taille et la quantité de chaque famille de pores et certains paramètres morphologiques tels que la tortuosité, la constrictivité et la surface spécifique).

Ce chapitre a fait l'objet d'un article de revue intitulé "Relationship between porosity and water permeability for Deep Soil Mixing material" (Amrioui et al. 2023a), dans lequel quatre modèles prédictifs de la perméabilité

à l'eau basés sur les propriétés microstructurales des matériaux ont été testés sur une série de matériaux DSM confectionnés en laboratoire.

4.1.1. Modèles impliquant les caractéristiques granulométriques et les propriétés physiques des sols

Pour les géomatériaux, plusieurs modèles ont été développés pour prédire la perméabilité à l'eau des sols en se basant sur leurs caractéristiques granulométriques et physiques. Certains auteurs ont cherché à établir des relations entre la perméabilité à l'eau et des paramètres liés à la distribution de taille des grains tels que le coefficient d'uniformité C_u , le coefficient de courbure C_c , la taille des grains d_i ou des propriétés physiques telles que les limites d'Atterberg (W_L , W_P et I_P), la porosité n et l'indice des vides e.

Le Tableau 19 présente quelques modèles prédictifs connus en géotechnique, qui sont généralement appliqués aux sols sableux.

Références	Modèles prédictifs
Hazen (1892)	$k = C_H \times d_{10}^2$
Slichter (1898)	$k = \frac{g}{\kappa} \times n^{3,287} \times d_{10}^2$
Taylor (1948)	$k = \frac{C_F g}{\nu_f \rho_m^2} \times S_s^{-2} \times \frac{e^3}{1+e}$
Kenney et al. (1984)	$k = (0,05 \sim 1) \times d_5^2$
Chapuis (2004)	$k = 1.5 \times \frac{e^3}{1+e} \times \frac{1+e_{max}}{e_{max}^3} \times d_{10}^2$

Tableau 19. Quelques modèles de prédiction de la perméabilité intrinsèque k des sols sableux

4.1.2. Modèles impliquant les propriétés microstructurales des matériaux

4.1.2.1. Modèle de Carman-Kozeny

L'un des premiers modèles est le célèbre modèle de Kozeny (Kozeny 1927). La relation développée exprime la conductivité hydraulique en fonction de la porosité et de la tortuosité τ à l'aide de l'Eq. (4.1). La corrélation a été établie en considérant le milieu poreux comme une série de tubes capillaires tortueux de même rayon.

$$k = \frac{\phi}{8\tau} r^2 \tag{4.1}$$

$$\tau = \frac{\langle \lambda \rangle}{L} \ge 1 \tag{4.2}$$

où k est la perméabilité intrinsèque en μm^2 , τ est la tortuosité, ϕ est la porosité en fraction et r est le rayon des tubes capillaires en μm , $\langle \lambda \rangle$ est la longueur moyenne des trajets des fluides et L est la longueur de l'échantillon.

Plus tard, Carman (1937) a modifié l'équation et la forme populaire du modèle Carman-Kozeny a été développée en utilisant l'Eq. (4.3).

$$k = \left(\frac{1}{f_g \tau S_v^2}\right) \frac{\phi^3}{(1-\phi)^2} \tag{4.3}$$

où f_q est le facteur de forme et S_v est la surface spécifique en μm^{-1} .

Le modèle de Carman-Kozeny a été appliqué dans de nombreuses recherches (Rodriguez et al. 2004 ; Henderson et al. 2010 ; Nooruddin et al. 2011) mais il ne se sera pas dans le présent travail en raison de la difficulté à évaluer expérimentalement de manière correcte la tortuosité et la surface spécifique du réseau de pores du matériau DSM. De telles mesures doivent faire l'objet de développements ultérieurs.

4.1.2.2. Modèle des capillaires droits

Le modèle des capillaires droits, cité par Ranaivomanana et al. (2017), est basé sur la simplification de l'espace poreux en un réseau de capillaires, dont les caractéristiques proviennent directement des résultats de la porosimétrie par intrusion de mercure (PIM). La perméabilité intrinsèque k en m^2 correspond à une fonction linéaire de la porosité et à une fonction quadratique de la taille caractéristique des canaux (taille des plus petits pores).

$$k = \frac{pd^2}{32} \tag{4.4}$$

où p est la porosité accessible en fraction et d en m est le plus petit diamètre d'entrée des pores parmi les familles de pores présentes dans le matériau.

4.1.2.3. Modèle développé par Deng et al. (2015)

Comme les résultats des essais réalisés sur des sols stabilisés avec du ciment et du Métakaolin par Deng et al. (2015) ont montré une bonne corrélation entre la conductivité hydraulique et la variable combinée nD_{50}^2 , les auteurs ont établi la relation (4.5) qui a permis de calculer la perméabilité à l'eau en *cm/s*.

$$K = 10^{-5,96} \left(nD_{50}^2 \right)^{1,06} \tag{4.5}$$

où *n* est la porosité accessible et D_{50} est le diamètre moyen d'entrée des pores en μm obtenu lorsque 50 % des pores sont remplis de mercure lors de la mesure PIM.

4.1.2.4. Modèle développé par Ait-Mokhtar et al. (1999)

Le modèle développé par Ait-Mokhtar et al. (1999) fournit une relation entre la perméabilité et la microstructure des mortiers de ciment. Il est basé sur les résultats de la PIM correspondant à une distribution de taille des pores polymodale. Le modèle suppose que le réseau poreux se compose de pores cylindriques et parallèles de même longueur mais de rayons différents. Pour une distribution polymodale des pores avec N pics caractéristiques, la perméabilité intrinsèque k du milieu poreux est calculée à l'aide de l'Eq. (4.6) et les paramètres du modèle sont décrits par l'Eq. (4.7) et l'Eq. (4.8).

$$k = \sum_{j=1}^{N} e^{6\xi_j^2} \frac{\varepsilon_{p_j} R_{p_{m_j}}^2}{8}$$
(4.6)

$$\xi_j = \frac{\varepsilon_{p_j}}{\alpha_j \sqrt{2\pi}} \tag{4.7}$$

$$R_{p_{m_j}} = \frac{R_{p_{max_j}}}{e^{2\xi_j^2}}$$
(4.8)

où ε_{p_j} est la porosité élémentaire associée à chaque famille de pores, $R_{p_{max_j}}$ est le rayon d'entrée de la famille de pores *j* en *m* et α_j correspond à la hauteur de chaque pic caractéristique *j* dans la courbe de distribution de la taille des pores $dV_p/dlog(R_p)$.

4.1.2.5. Modèle de Katz & Thompson

Enfin, le modèle de Katz et Thompson (1987), initialement développé pour des matériaux rocheux, s'applique également aux matériaux à base de ciment selon Garboczi (1990). Dans certains travaux de recherche (Charlaix et al. 1987 ; Thompson et al. 1987 ; Nishiyama et Yokoyama 2014), les auteurs considèrent que l'eau s'écoule principalement dans les pores les plus larges au sein du matériau poreux (comme dans le cas où un chemin préférentiel est présent dans un géomatériau). Or, le réseau de pores présente une forte connectivité à grande échelle si le plus petit des pores a un diamètre inférieur ou égal au diamètre critique observé en PIM. A partir de cette hypothèse, le modèle développé par Katz et Thompson (1987) utilise le diamètre critique de percolation d_c , qui correspond au diamètre des plus petits pores du matériau, considérant que l'écoulement de l'eau est bloqué (et donc la perméabilité est négligeable) pour les pores dont le diamètre d est supérieur à d_c .

$$k = \frac{1}{89} \phi \frac{d_h}{d_c} (d_h)^2 S(d_h)$$
(4.9)

où k est la perméabilité intrinsèque en m^2 , \emptyset est la porosité accessible, S(d) est la fraction volumique des pores connectés dont le diamètre est supérieur ou égal à d. S(d) est nul si $d \ge d_c$ et $S(d_{min}) = 1$ (d_{min} correspond à la taille des pores atteinte pour la plus forte pression de mercure appliquée lors du test de PIM). La valeur d_h est déterminée par le maximum de la fonction $d^3S(d)$.

4.1.2.6. Synthèse et discussion autour du rôle de la taille des pores

Comme mentionné précédemment, la littérature décrit plusieurs modèles prédictifs de perméabilité, avec des avantages et des limites discutés par les auteurs. Ces modèles ont été développés pour évaluer la perméabilité des matériaux poreux en utilisant des paramètres microstructuraux dérivés de mesures de porosimétrie, mais ils sont basés sur des hypothèses et formulés sous forme de relations empiriques. De plus, ces équations analytiques ont été proposées pour des matériaux spécifiques (cimentaires ou non cimentaires) et incluent plusieurs caractéristiques de la structure poreuse, telles que la porosité accessible, la distribution de la taille des pores et des paramètres morphologiques (tortuosité ou surface spécifique) qui restent difficiles à mesurer expérimentalement. Bien que toutes les hypothèses formulées et que tous les paramètres impliqués dans les modèles résumés dans le Tableau 20 aient une forte influence sur la valeur de la perméabilité calculée en utilisant les différentes équations analytiques, l'identité du paramètre qui contrôle réellement l'écoulement à travers les matériaux poreux demeure encore floue.

Critère de comparaison	paraison Modèle des capillaires droits Deng et al. (2015) Ait-Mokht (199		Ait-Mokhtar et al. (1999)	Katz et Thompson (1987)	
Type du matériau	Matériaux poreux	Mélanges sol-ciment avec du Métakaolin	Mortiers cimentaires et du granite	Matériaux rocheux	
Nombre de paramètres	2	2	3 * nombre de familles de pores	4	
Représentation du milieu poreuxCanaux parallèlesI Canaux de même diamètre		Distribution de la taille des pores représentée par le diamètre médian des pores D ₅₀	Canaux parallèles de différents diamètres	Il existe un rayon critique de pores à partir duquel un chemin de pores connectés apparaît, permettant l'écoulement de l'eau.	
Familles de pores considérées dans l'écoulement	Pores de plus petite taille	Taille caractéristique correspondant à une intrusion de 50 % de mercure	Toutes les familles de pores participent	Pores de taille inférieure ou égale à la taille critique	
Porosité prise en compte	Porosité totale	Porosité totale	Porosités élémentaires	Porosité totale	

Tableau 20. Description synthétique des quatre modèles testés dans ce chapitre

Sakai (2020) a mené une étude pour identifier des corrélations entre la perméabilité à l'eau et des paramètres microstructuraux dérivés de la PIM. Pour cela, il a utilisé une base de données comprenant des essais de perméabilité à l'eau et de PIM sur différents matériaux tels que des pâtes de ciment, des mortiers, des bétons et des mélanges de sol-ciment. Les paramètres étudiés sont la porosité totale accessible au mercure, le diamètre moyen, le diamètre critique et le diamètre seuil des pores. Le diamètre moyen correspond à la taille des pores lorsque la moitié de la porosité totale accessible est remplie par le mercure. Le diamètre critique, quant à lui, est défini comme la taille de la famille des pores prédominante, c'est-à-dire le pic le plus haut dans la courbe de distribution de taille de pores. Enfin, le diamètre seuil des pores a différentes définitions proposées dans la littérature (Scher et Zallen 1970 ; Bentz et Garboczi 1991 ; Ma 2014 ; Sakai 2020) et n'a pas encore fait l'objet d'une définition unique. Dans son étude, Sakai (2020) a défini le diamètre seuil des pores, en se basant sur la théorie de percolation, comme étant le point d'intersection de la ligne tangentielle au point de changement brusque de volume de mercure cumulé et l'axe des abscisses. Cette définition implique que ce paramètre correspond au point au-dessus duquel il y a relativement peu d'intrusion de mercure et immédiatement audessous duquel débute la plus grande partie de l'intrusion de mercure dans le réseau de pores. Les résultats obtenus dans cette étude montrent que le diamètre seuil des pores déterminé par la théorie de percolation est le paramètre le mieux corrélé avec la perméabilité à l'eau, et qui présente le coefficient de détermination le plus élevé ($R^2 = 0.86$). De plus, cette forte corrélation est observée même si la base de données utilisée contient différents matériaux poreux et différents paramètres de formulation ce qui renforce l'approche appliquée. En revanche, la porosité totale accessible au mercure est faiblement corrélée avec la perméabilité à l'eau, présentant un coefficient de détermination de seulement 0,12. Le diamètre moyen et le diamètre critique des pores présentent des coefficients de détermination modérés de 0,67 et 0,73 respectivement avec la perméabilité à l'eau.

Dans une autre étude sur les sols, Ren et Santamarina (2018) ont collecté une base de données des perméabilités à l'eau et des propriétés physiques des sols associés, publiées pour une large gamme de sols comprenant des sédiments naturels et remaniés, des argiles, des sables, des graviers et des mélanges des précédentes composantes (1440 données collectées à partir de 23 études sur 92 types de sols). La base de données collectée a été tracée par les auteurs dans le plan log(K) - log(e) comme illustré sur la Fig. 107.



Fig. 107. Perméabilité à l'eau en fonction de l'indice des vides [1440 données collectées à partir de 23 études sur 92 types de sols. [Les sources des données sont citées par Ren et Santamarina (2018)]

Les données ont montré deux tendances opposées de la perméabilité à l'eau *K* et l'indice des vides *e* : bien que la perméabilité augmente avec l'indice des vides indépendamment du type de sol, les sols fins, arrangés de manière à avoir une petite taille de pores, présentent une perméabilité à l'eau beaucoup plus faible même à des indices de vide plus élevés que les sols grossiers dans lesquels les pores sont de taille plus grande. Ces résultats sont très précieux car ils permettent de comprendre le rôle de la taille des pores dans l'écoulement à travers les matériaux et expliquent pourquoi les différents modèles prédictifs décrits dans le Tableau 20 reposent tous sur

certains paramètres tels que les tailles caractéristiques et les volumes associés aux pores, en plus de la porosité totale accessible au mercure.

Afin de confirmer la relation entre la perméabilité à l'eau et la taille de pores, Ren et Santamarina (2018) ont considéré un volume de vides uniformément réparti autour des grains du sol sous forme d'une couche de vide avec une épaisseur constante. La distance désignée par d_p a été considérée comme une estimation de la taille moyenne des pores :

$$d_p = 2\frac{e}{S_s \rho_m} \tag{4.10}$$

où ρ_m est la masse volumique du minéral en kg/m^3 , S_s est la surface spécifique du sol en m^2/g .

Comme la surface spécifique n'a pas été mentionnée dans la plupart des études utilisées pour établir la base de données présentée dans la Fig. 107, elle a été évaluée en se basant sur d'autres relations publiées. Par exemple, dans le cas de sols fins, l'estimation est basée sur la limite de liquidité du sol W_L (Farrar et Coleman 1967; Muhunthan 1991; Santamarina et al. 2002) tel que montré par l'Eq. (4.11) :

$$S_s = 1.8 \times W_L - 34 \tag{4.11}$$

Dans le cas des sols sableux constitués de grains arrondis, la surface spécifique a été estimée à partir de l'Eq. (4.12) basée sur des paramètres granulométriques (Santamarina et al. 2002).

$$S_s = \frac{3}{4} \frac{C_u + 7}{\rho_w G_s D_{50}} \tag{4.12}$$

où C_u le coefficient d'uniformité, ρ_w est la masse volumique de l'eau en kg/m^3 , G_s est la gravité spécifique du sol et D_{50} le diamètre des grains en *m* pour un tamisat cumulé de 50 %. La surface spécifique des sols issus d'un mélange a été calculée quant à elle en additionnant les surfaces des différentes fractions granulométriques, pondérées par leur proportion en masse.

La Fig. 108a montre la relation entre la perméabilité à l'eau et la taille moyenne des pores. Les résultats montrent clairement une tendance générale à une augmentation de la perméabilité à l'eau lorsque la taille moyenne des pores est plus grande, pour tous les types de sols étudiés. Ces résultats confirment ainsi que la taille des pores joue un rôle important dans le phénomène d'écoulement.



Fig. 108. (a) Perméabilité à l'eau en fonction de la taille moyenne des pores ; (b) Perméabilité à l'eau k_0 pour un indice des vides de référence $e_0 = 1$ en fonction de la surface spécifique (Ren et Santamarina 2018)

A partir des observations précédentes, Ren et Santamarina (2018) ont établi un modèle prédictif pour la perméabilité à l'eau des sols appelé "power model", qui repose sur deux paramètres : la perméabilité à l'eau k_0 correspondant à un indice des vides de référence $e_0 = 1$, et l'exposant β qui prend en compte la sensibilité

de la perméabilité à l'eau aux variations de l'indice des vides *e*. La perméabilité à l'eau des différents sols peut donc être estimée en utilisant l'Eq. (4.13) :

$$k = k_0 \left(\frac{e}{e_0}\right)^{\beta} \tag{4.13}$$

La valeur de k_0 peut être déduite en résolvant l'Eq. (4.14) tel que montré sur la Fig. 108b :

$$\log\left(\frac{k_0}{cm/s}\right) = -5 - 2\log\left(\frac{S_s}{m^2/g}\right) \tag{4.14}$$

L'exposant β a été tracé en fonction de la surface spécifique des sols sur la Fig. 109. Une faible corrélation entre les deux paramètres peut être observée. La valeur de β est comprise entre 2 et 6, avec une augmentation de $\beta = 3 \pm 1$ pour les sols sableux à $\beta = 5 \pm 1$ pour les sols fins.



Fig. 109. Exposant β tracé en fonction de la surface spécifique S_s (Ren et Santamarina 2018)

On peut obtenir une approximation de β en se basant sur la surface spécifique S_s à l'aide de l'Eq. (4.15) :

$$\beta = 0,1824 \log(S_s) + 4,174 \tag{4.15}$$

En conclusion, le "power model", proposé par Ren et Santamarina (2018) sera appliqué dans ce chapitre pour estimer la perméabilité à l'eau des inclusions de sol non malaxé avec le ciment dans le cas des matériaux DSM provenant du site. Cette approche, présentée dans les paragraphes à venir, contribuera à la création de la base de données d'entrée pour le chapitre (7) sur la simulation numérique de la réponse hydraulique des matériaux DSM.

Objectifs du chapitre

Le présent chapitre vise à étudier la relation porosité-perméabilité sur des mélanges sol-ciment à base de différents types de sols naturels, d'argiles commercialisées et de sables, fabriqués en laboratoire pour simuler les matériaux DSM, et en particulier la matrice de sol-ciment bien mixée considérée comme étant la phase liante qui contrôle l'écoulement à travers les matériaux DSM sur site. Cette approche prédictive consiste à tester quatre modèles de porosité-perméabilité, décrits dans les paragraphes précédents, à savoir le modèle des capillaires droits, le modèle de Deng et al. (2015), le modèle d'Ait-Mokhtar et al. (1999), et le modèle de Katz et Thompson (1987). Après une brève description de la porosité polymodale spécifique des matériaux DSM étudiés, les résultats expérimentaux des tests de porosimétrie et de perméabilité à l'eau seront détaillés sur 24 mélanges à travers différents types de sols. Ensuite, les perméabilités obtenues à partir des expériences et des calculs effectués à l'aide des quatre modèles prédictifs seront comparées et discutées. Enfin, pour améliorer la corrélation entre les deux évaluations, une extension du modèle développé par Ait-Mokhtar et al. (1999) a été proposée en adéquation avec les spécificités des matériaux DSM.

Pour aller plus loin et alimenter les calculs numériques sur les matériaux DSM de chantier qui incorporent des inclusions de sols non mixés, la perméabilité des sols composant le corps de la digue a également été étudiée.

Dans ce cas, le modèle "power model" développé par Ren et Santamarina (2018) va être testé sur un certain nombre de sols de site, et les résultats obtenus vont être comparés aux valeurs de perméabilité à l'eau mesurées expérimentalement sur les sols de site. Le modèle de Katz et Thompson (1987) sera utilisé quant à lui pour estimer la perméabilité des graviers incorporés dans la matrice du matériau DSM. Ce travail doit permettre de mieux appréhender le comportement complexe des matériaux DSM de site, qui sont des composites avec des inclusions plus ou moins perméables par rapport à la matrice sol-ciment, et avec une cimentation (rigidité du squelette ou cohésion) plus ou moins importante.

4.2. Matériaux DSM testés

Dans le cadre de cette étude, des échantillons de sols naturels ont été prélevés sur quatre sites (SPDC, VOS, LVAD et SPSM) où la technique de DSM a été utilisée pour conforter les digues le long de la Loire Moyenne. Des argiles commercialisées provenant de carrières ont également été testées à des fins de comparaison, notamment l'illite Arvel (IA), la kaolinite Armoricaine (KaoA) et la montmorillonite Arvel (MA). Afin d'obtenir une granulométrie similaire à celle des sols sur site, trois types de sable ont été utilisés, à savoir le sable de Loire (LS), le sable de Fontainebleau NE 34 (FS) et le sable de Fontainebleau broyé Millisil C300 (cFS). Les propriétés géotechniques et la composition minéralogique des sols testés dans cette étude ont été présentées dans le chapitre (2).

Les éprouvettes de DSM testées dans cette étude ont été fabriquées en utilisant les deux méthodes de préparation des mélanges sol-ciment décrites dans le paragraphe (2.3.3), à savoir la méthode "ferme" et la méthode "ouvrable". La liste complète des mélanges sol-ciment testés est présentée dans le Tableau 21.

Argile	Argile + sable	Sable				
KaoA-C210-W64-63d-(n ° 1)	IA20-LS35-cFS38-FS7-C170-W35-90d-(n°5)	SPDC-C140-W31-70d-(n ° 9)				
KaoA-C140-W60-270d-(n ° 2)	IA20-LS35-cFS38-FS7-C170-W35-840d-(n°6)	LS35-cFS38-FS27-C170-W21-90d-(n °10)				
IA-C140-W55-127d-(n ° 3)	MA20-LS35-cFS38-FS7-C170-W40.8-832d-(n ° 7)	LS35-cFS38-FS27-C170-W21-838d-(n°11)				
IA-C140-W68-121d-(n ° 4)	MA20-LS35-cFS38-FS7-C170-W40.8-862d-(n ° 8)	$LS35\text{-}cFS38\text{-}FS27\text{-}C170\text{-}W21\text{-}868d\text{-}(n^{\circ}12)$				
Sols de site						
VOS-C140-W34-180d-(n ° 13)	VOS-PK1420-C210-W38-90d-(n°17)	VOS-C170-W37-855d-(n°21)				
VOS-PK1420-C210-W38-31d-(n°14)	VOS-ST2-C210-W40-90d-(n°18)	LVAD-C140-W19-90d-(n °22)				
VOS-ST2-C210-W40-46d-(n°15)	VOS-PK2770-C210-W40-90d-(n°19)	SPSM-C210-W55-28d-(n°23)				
VOS-ST1-C210-W39-28d-(n°16)	VOS-C170-W37-825d-(n ° 20)	SPSM-C140-W77-91d-(n°24)				

 Tableau 21. Liste des mélanges DSM étudiés. Les matériaux mélangés sont suivis de leur quantité dans le mélange (%). C : teneur en ciment (kg/m³), W : teneur en eau (%), d : temps de cure (days), n°1 à n°24 : référence abrégée des échantillons DSM

4.3. Résultats expérimentaux et discussions

4.3.1. Porosimétrie par intrusion de mercure

Dans cette étude, la classification des pores utilisée pour la description des matériaux DSM est décrite dans le chapitre (3) de manière adaptée à la microstructure du matériau, intermédiaire entre le béton et le sol. Les familles de pores considérées sont :

Les nanopores (10 – 100 nm) sont liés à (1) la porosité interne des agrégats d'argile non dispersés, (2) les pores internes au réseau cimentaire formé par les hydrates mélangés à des particules d'argile dispersées, ce qui constitue une matrice englobant les grains de laitier de haut fourneau en cours d'hydratation et les agrégats d'argile non dispersés. La porosité dans le gel de CSH ou entre les feuilles d'hydrates cimentaires reste en dehors de la plage de mesure du PIM (c'est-à-dire la porosité inférieure à 3,5 nm). Les plus grands des nanopores (appelés mésopores) peuvent être relié aux particules de laitier anhydres (en faible quantité dans les mélanges par rapport à un béton) avec des tailles initialement de 10 µm et qui se mélangent aux matériaux argileux tout en réagissant par dissolution lente pour aboutir à la précipitation des hydrates ;

- Les micropores appelés pores capillaires (100 nm à 5 µm) correspondant aux espaces interagrégats ou interparticules du sol (notamment les sables et limons) qui sont entourés de la matrice sol-ciment. Ces pores sont liés initialement à l'eau de gâchage et disparaissent avec le temps ou l'ajout de ciment ;
- Enfin les macropores (au-delà de 5 µm) associés aux plus grands espaces interagrégats pour partie occupés initialement par l'eau et non remplis par les hydrates par la suite et pour partie liés aux bulles d'air piégées.

Si les distributions de la taille des pores ont été présentées et détaillées au chapitre (3) en fonction des différents paramètres de formulation, les courbes de distribution de la taille des pores des matériaux utilisés pour établir les relations porosité-perméabilité sont rappelées sur les Fig. 110 et Fig. 111 en utilisant un simple numéro d'identification décrit dans le Tableau 21.



Fig. 110. Courbes de distribution de la taille des pores en PIM sur des mélanges de DSM à base de : (a) Kaolinite ; (b) Illite ; (c) Argile (illite ou montmorillonite) avec du sable ; (d) Sable uniquement



Fig. 111. Courbes de distribution de la taille des pores en PIM sur des mélanges de DSM basés sur les sols de site (VOS, LVAD et SPSM)

Le but est de balayer tous les paramètres de formulation et de type de sol sans distinction afin d'obtenir une relation la plus robuste possible. La gamme de porosités accessibles lors de l'injection de mercure, soit des valeurs de 29 à 61 % (Tableau 22), permet de prendre en compte des microstructures variées (en faisant abstraction que plusieurs facteurs peuvent influencer simultanément la microstructure).

Sols	Réf.	Р _{Нg} (%)	K _{exp} (m/s)	Rayon caractéristique des pores R (nm)			Porosité élémentaire ε _p (%)		
				Nano	Micro	Macro	Nano	Micro	Macro
	1	56,6	2,2E-09	32,1	-	-	56,5	-	-
	2	59,1	2,4E-09	-	208,9	-	-	59,1	-
Argiles	3	60,6	5,3E-11	9,4	156,2	-	44,0	16,7	-
	4	60,9	5,5E-11	8,4 19	506,3	-	8,3 38	14,4	-
	5	43,8	1,8E-11	6,6	54,5	6857,15	3,9	37,7	2,2
Argiles	6	38,2	2,1E-11	5,3 34,1	-	5154,7	4 31	-	3,2
+ Sables	7	44,7	3,7E-11	5,9	57,6	1973 16039	2,9	31,6	6,4 3,8
	8	52,6	1,0E-10	6,6	57,7	1467 17968	5,5	33,8	10,3 3
Sables	9	29,3	2,3E-11	6,7 34,1	315,7	-	1,5	15,4	-
	10	39,6	1,6E-11	45,6	376,0	-	25,7	13,9	-
	11	29,8	1,3E-11	6,3 24	315,6	-	3,5 12,8	13,5	-
	12	31,5	2,5E-11	6,3 24	274,0	-	3,7 15,6	12,2	-
	13	43,8	1,5E-11	4,2 17	451,3	5772,1	2,6 31,7	5,7	3,8
	14	41,9	1,0E-11	24,0	1458,4	-	29,2	12,7	-
	15	47,5	5,0E-11	19,0	1966,4	15158,5	34,3	9,4	3,7
	16	48,5	1,0E-11	21,4	1974,9	19027,7	30,8	15,4	2,3
	17	45,7	2,9E-11	22,6	1303,6	-	34,5	11,2	-
Sols de site	18	45,8	2,0E-11	16,9	1973,8	15162,6	30,8	11,4	3,6
	19	48,2	1,7E-11	19,0	1746,8	-	34,6	13,6	-
	20	45,4	1,8E-11	30,3	535,1	-	37,0	8,4	-
	21	47,9	2,8E-11	34,1	858,7	-	38,7	9,2	-
	22	34,7	1,0E-11	16,9	1313,4	13534,6	25,0	7,7	2,0
	23	42,9	2,8E-11	25,4	602,1	-	27,5	15,4	-
	24	58,7	4,3E-10	43,1	-	15161,9	57,0	-	1,7

Tableau 22. Résultats des tests de PIM et de perméabilité à l'eau

Les comportements en termes de distribution de la taille des pores ont été rassemblés par famille. Pour les mélanges de ciment et de kaolinite KaoA (une argile non sensible à l'eau), la distribution des pores est pratiquement monomodale (Fig. 110a), comme observé dans certains travaux de recherche (Deng et al. 2015 ; Le Kouby et al. 2016, 2018 ; Helson 2017). Quant aux mélanges de ciment avec de l'argile illite (Fig. 110b), de l'argile illitique ou montmorillonite avec du sable (Fig. 110c), du sable uniquement (Fig. 110d) ou des sols naturels composés principalement de minéraux argileux de type illite et kaolinite (Fig. 111), la distribution des pores est le plus souvent bimodale ou trimodale (Le Kouby et al. 2016, 2018).

A la fois la teneur en eau de mélange W, la teneur en ciment C, le temps de cure d (en jours) ainsi que le type de sol (en particulier sa teneur en argile) varient d'un mélange à l'autre. Mais même si plusieurs paramètres varient en même temps, la porosité P du Tableau 22 obtenue sur les mélanges étudiés est en accord avec les résultats des travaux antérieurs (Denies et al. 2012 ; Deng et al. 2015 ; Helson 2017).

4.3.2. Perméabilité à l'eau

Les essais de perméabilité à l'eau sur les éprouvettes DSM ont montré dans le Tableau 22 une variation de la conductivité hydraulique entre 10⁻¹¹ et 2.10⁻⁹ m/s en accord avec les mesures obtenues dans l'étude de Denies et al. (2012) sur des échantillons prélevés sur 16 chantiers de construction par DSM en Belgique, avec les travaux de Deng et al. (2015) sur des sols stabilisés au ciment et au Métakaolin ou les résultats de Helson (2017) sur les mélanges de kaolinite (type Speswhite) - ciment (type CEM III/C). La Fig. 112 présente la relation entre la perméabilité à l'eau et la porosité accessible au mercure des matériaux DSM testés ainsi que les résultats obtenus par Helson (2017).



Fig. 112. Relation perméabilité-porosité dans les matériaux DSM testés dans cette étude

La perméabilité augmente avec la porosité selon deux tendances d'après les premières observations. La première tendance avec de faibles valeurs de perméabilité a été observée dans les matériaux DSM à base d'illite, d'un mélange sable-illite, sable-montmorillonite, de sable seul et de sols de site. Le coefficient de détermination R^2 correspond à une faible valeur soit 0,38, ce qui est sans doute lié au fait que les matériaux DSM testés ont des caractéristiques qui varient toutes simultanément, caractéristiques qui influencent la microstructure des mélanges durcis et donc leur perméabilité [à savoir le type de sol traité (taille des particules), sa teneur en argile, ainsi que les paramètres de formulation soit la teneur en ciment et en eau, et le temps de cure]. La deuxième tendance concerne les matériaux DSM dans lesquels la fraction argileuse du sol est principalement composée de kaolinite (kaolinite Speswhite et kaolinite Armoricaine, deux matériaux à grains fins avec de faibles propriétés d'adsorption d'eau et facilement dispersés dans la pâte de ciment). La kaolinite Speswhite représente entre 0 et 25 % des mélanges (avec le sable) avec 180 jours de cure, tandis que la kaolinite Armoricaine est présente à 100 % dans les mélanges de ciment avec 63 ou 270 jours de cure (échantillons n°1 et n°2 dans le Tableau 21), respectivement. Ces mélanges kaolinitiques présentent des valeurs de perméabilité plus élevées, même si les résultats sont obtenus par différents auteurs, ce qui renforce l'idée que ce minéral argileux, jugé souvent comme peu problématique en génie civil en comparaison des montmorillonites, a un comportement spécifique et variable d'une kaolinite à une autre. En se basant sur des observations microstructurales, Helson (2017) a expliqué les valeurs de perméabilité élevées par le fait que les particules de cette argile se présentent sous forme de plaquettes, empêchant ainsi d'atteindre une grande compacité de la structure. En effet, la kaolinite est caractérisée par des particules d'argile très dispersives (en raison de la charge permanente quasi nulle), généralement de forme hexagonale, épaisses et donc peu flexibles en raison du nombre élevé de feuillets d'argile unitaires empilés dans chaque particule. En outre, contrairement à d'autres types d'argile (comme l'illite et surtout la montmorillonite), la kaolinite a une faible capacité d'échange

cationique (*CEC*) en raison de l'absence de substitution dans le réseau cristallin Si-Al, de sorte que l'eau peut s'écouler à travers le matériau sans être adsorbée " avec des liaisons fortes" par les surfaces argileuses (outre les molécules d'eau qui après dissociation permettant de créer des groupements -OH que l'on caractérise d'eau chimiquement adsorbée).

4.4. Estimation de la perméabilité des matériaux DSM à partir de leurs propriétés microstructurales

Le choix des quatre modèles prédictifs testés parmi les modèles de la littérature [modèle des capillaires droits, modèle de Deng et al. (2015), modèle d'Ait-Mokhtar et al. (1999) et modèle de Katz et Thompson (1987)] s'est fait selon leurs paramètres d'entrée, c'est-à-dire que l'on a choisi les modèles basés sur des paramètres microstructuraux facilement mesurables à l'aide de la porosimétrie par intrusion de mercure. Les modèles sélectionnés ont été appliqués sur les 24 matériaux DSM pour lesquels les essais PIM et la perméabilité sont réalisés (Tableau 21). Les valeurs de perméabilité estimées K_{est} ont ensuite été comparées aux valeurs expérimentales K_{exp} obtenues selon la loi de Darcy en utilisant un protocole de mesure décrit dans le chapitre (2). Pour évaluer la pertinence des modèles, un paramètre A a été défini avec l'Eq. (4.16) correspondant au rapport entre la perméabilité expérimentale et la perméabilité estimée.

$$A = K_{exp} / K_{est} \tag{4.16}$$

La Fig. 113 montre la position des 24 points de la base de données constituée sur les matériaux DSM avec K_{exp} en fonction de K_{est} . La ligne moyenne y = x délimite deux zones en fonction de la valeur A (soit une valeur supérieure ou inférieure à 1). La valeur de la perméabilité est surestimée si le point est positionné à droite par rapport à la ligne y = x et est sous-estimée à gauche. Pour une meilleure lecture de la Fig. 113, toute valeur A inférieure à 1 (pour la surestimation) a été inversée en utilisant l'Eq. (4.17) :

$$A = (K_{exp}/K_{est})^{-1} \quad pour K_{exp} < K_{est}$$
(4.17)

Enfin, le rapport moyen $\langle A \rangle$, l'écart-type σ_A , les valeurs minimale et maximale du paramètre A ont été déterminés pour les différents modèles testés. Le meilleur modèle prédictif est obtenu pour la valeur $\langle A \rangle$ la plus proche de 1.

Comme certains paramètres clés qui pourraient affecter la prédiction de la perméabilité des matériaux DSM, tels que les paramètres morphologiques du réseau de pores (tortuosité, interconnexion ou constrictivité) ainsi que la nature et les propriétés du sol traité, ne sont pas pris en compte par les approches de la littérature, un domaine de pertinence de l'approche prédictive développée a été défini pour un rapport *A* compris entre 1 et 5. Cette zone, qui est représentée par la zone verte sur la Fig. 113, est similaire à celle définie par Ren et Santamarina (2018). En effet, les valeurs estimées de perméabilité sont considérées comme satisfaisantes lorsqu'elles sont 5 fois plus petites ou plus grandes que les valeurs expérimentales ($A \le 5$). De plus, si on regarde du côté du praticien, une valeur estimée de perméabilité supérieure à la valeur expérimentale serait appréciée afin de garantir la sécurité de la structure géotechnique in-situ après confortement. En d'autres termes, il est préférable de se trouver dans la zone à droite de la ligne y = x.

4.4.1. Application du modèle des capillaires droits

La Fig. 113a montre que l'estimation des perméabilités à l'eau sont satisfaisantes ($A \le 5$) pour environ 55 % des valeurs. Globalement, la taille des pores considérée dans les calculs ne dépasse pas 20 nm. C'est donc bien la famille des nanopores qui contrôle l'écoulement de l'eau.

Par ailleurs, le modèle des capillaires droits semble bien convenir au comportement des matériaux à base d'argile (illite, kaolinite, illite ou montmorillonite avec sable) sauf pour le mélange n°2 (KaoA-C140-W60-270d) contenant de la kaolinite Armoricaine. En effet, comme observé sur la Fig. 112, la tendance des mélanges kaolinitiques diffère des autres mélanges de sol, en particulier le mélange n°2 dont la taille caractéristique des pores est dans la gamme des micropores centrés autour de 418 nm.



Fig. 113. Perméabilité mesurée versus perméabilité estimée par : (a) Modèle des capillaires droits ; (b) Modèle développé par Deng et al. (2015) ; (c) Modèle développé par Ait-Mokhtar et al. (1999) ; (d) Modèle développé par Katz et Thompson (1987)

4.4.2. Application du modèle développé par Deng et al. (2015)

Le modèle développé par Deng et al. (2015) utilise la porosité totale et le diamètre d'entrée moyen correspondant au diamètre des pores lorsque atteint 50 % du volume de mercure introduit au total dans l'échantillon est atteint. Le calcul basé sur ces paramètres donne les perméabilités à l'eau indiquées sur la Fig. 113b. Cette modélisation comme toute assez simple a permis de prédire plus de 84 % des valeurs de perméabilité à l'eau mesurées expérimentalement sur les mélanges sol-ciment testés, si on considère les points positionnés dans la zone de tolérance verte. Quel que soit le type de sol, le dosage en ciment ou le temps de cure, le modèle développé par Deng et al. (2015) donne un paramètre $\langle A \rangle$ égal à 8 avec un σ_A de 23. Ponctuellement, le paramètre A peut atteindre une valeur élevée jusqu'à 116 avec une valeur de perméabilité sous-estimée pour le mélange n°1 en raison de la valeur D_{50} plus faible (environ 66 nm) par rapport à 380 nm observée pour le mélange n°2 appartenant pourtant à la même tendance de matériaux soit les matériaux à base de kaolinite, et où A est égal à 3.

4.4.3. Application du modèle développé par Ait-Mokhtar et al. (1999)

Le modèle développé par Ait-Mokhtar et al. (1999) surestime significativement la perméabilité à l'eau des matériaux DSM étudiés (Fig. 113c). Même si le modèle a été développé à l'origine pour les mortiers cimentaires (et le granit) caractérisés par la présence de nanopores (10 - 100 nm) et éventuellement de micropores dont la taille varie entre 100 et 600 nm (Roy et al. 1993 ; Cook et Hover 1999), ce modèle ne donne pas de bonnes estimations des mesures de perméabilité dans la base de données expérimentale élaborée à partir
des mesures sur les 24 matériaux DSM testés. L'énorme valeur de $\langle A \rangle$ égale à 191613 avec un σ_A significatif correspondant à 340070 confirme les observations de la Fig. 113c. La présence de macropores (> 5 µm) non observés dans les matériaux sur lesquels ce modèle a été développé (mortiers cimentaires et granite), pourrait être à l'origine du comportement spécifique des mélanges sol-ciment. Cependant, cette hypothèse n'est pas en accord avec l'idée que seuls les pores les plus petits contribuent à l'écoulement de l'eau, et que le rôle des macropores est en conséquence négligeable. La Fig. 113c montre en revanche que le modèle est en accord avec le comportement des deux matériaux DSM fabriqués avec de la kaolinite Armoricaine (échantillons n°1 et n°2). La distribution monomodale de la taille des pores (avec des diamètres caractéristiques de 64 et 418 nm respectivement), pourrait être à l'origine de cette exception parmi les mélanges testés qui combinent habituellement plusieurs familles de pores. Ait-Mokhtar et al. (1999) ont confirmé de leur côté les résultats de ce modèle en estimant la perméabilité intrinsèque *k* en *m*² d'un granite composé, là aussi, principalement d'une seule famille de pores (nanopores d'environ 50 nm), avec finalement un paramètre $\langle A \rangle$ égal à 8.

4.4.4. Application du modèle développé par Katz et Thompson (1987)

Le dernier modèle prédictif testé dans cette étude est le modèle de Katz et Thompson. Tous les paramètres impliqués dans le modèle ont été déterminés selon la procédure détaillée par Katz et Thompson (1987). Comme montré sur la Fig. 113d, près de 80 % des valeurs de perméabilité à l'eau estimées par l'équation analytique proposée par Katz et Thompson (1987) sont proches des mesures expérimentales ($A \le 5$).

4.4.5. Comparaison entre les modèles testés et évaluation de l'approche prédictive

L'approche prédictive appliquée dans cette étude et dont les caractéristiques ont été résumées dans le Tableau 39 dans l'Annexe (4), ont été comparées sur la base des valeurs *A* du Tableau 23. La perméabilité calculée par le modèle des capillaires droits, le modèle développé par Deng et al. (2015) et le modèle développé par Katz et Thompson (1987) montrent une bonne correspondance avec les données expérimentales collectées sur différents matériaux DSM dans la base de données testée (Tableau 22).

Avec une valeur $\langle A \rangle$ égale à 5 et un écart-type estimé égal à 4, le modèle développé par Katz et Thompson (1987) semble être le modèle le plus prometteur et le mieux adapté aux mélanges sol-ciment obtenus par la technique DSM. En revanche, le modèle développé par Ait-Mokhtar et al. (1999) a systématiquement surestimé les valeurs de perméabilité à l'eau des matériaux DSM avec une valeur moyenne du paramètre $\langle A \rangle$ égale à 191613 et un écart-type de 340070. Cependant, la procédure appliquée par ces derniers auteurs reste intéressante car elle utilise toutes les familles de pores (en particulier la famille des nanopores), ce qui devrait à terme permettre un bon ajustement du comportement observé expérimentalement.

Paramètre	Modèle des capillaires droits	Modèle de Deng et al. (2015)	Modèle d'Ait-Mokhtar et al. (1999)	Modèle de Katz et Thompson (1987)
$\langle A \rangle$	11	8	191613	5
σ_A	15	23	340070	4
A _{min}	1	1	3	2
A _{max}	66	116	1355105	17

Tableau 23. Évaluation de la pertinence des modèles prédictifs de la perméabilité à l'eau sur les matériaux DSM à l'aide duparamètre A

4.5. Proposition d'un modèle étendu basé sur le modèle de Ait-Mokhtar et al. (1999)

Une modification du modèle développé par Ait-Mokhtar et al. (1999), prenant en compte la contribution de toutes les familles de pores contrairement aux trois autres modèles prédictifs n'utilisant que les tailles de pores

les plus petites ou médianes, est proposée pour mieux prendre en compte les spécificités du matériau DSM. En effet, la Fig. 110 et la Fig. 111 ont montré que les micropores et éventuellement les macropores étaient présents, mais en plus petites quantités que les nanopores contrairement aux bétons classiques qui considèrent comme macropores les pores au-delà de 50 nm et ne présentent généralement pas de pores au-delà de 1 µm.

L'extension du modèle d'Ait-Mokhtar et al. (1999) utilise 3 paramètres correspondant à la porosité totale P_{Hg} (Tableau 22), à la porosité élémentaire ε_p (Tableau 22) et à la hauteur des pics α de la courbe de distribution de la taille des pores résultant du PIM. Le premier paramètre P_{Hg} correspond au volume total de vide dans le matériau accessible au mercure (une partie des nanopores n'est pas prise en compte). Le second paramètre était la porosité élémentaire ε_p associée à chaque famille de pores (nano, micro ou macro) correspondant au volume de pores de chaque famille. Et le dernier paramètre α représentait la hauteur du pic sur la courbe PIM associée au diamètre caractéristique des pores de chaque population de pores. Le modèle étendu a consisté à ajuster ensuite empiriquement le calcul des perméabilités élémentaires (en particulier celle associée aux micropores et aux macropores) pour finalement mieux ajuster la perméabilité expérimentale.

En effet, la perméabilité calculée à partir uniquement des nanopores K_{nano} sur la Fig. 114a en appliquant la procédure initialement décrite par d'Ait-Mokhtar et al. (1999) et la porosité élémentaire des nanopores (Tableau 22) apparait proche du K_{exp} ce qui confirme que la contribution des familles de pores autres que les nanopores (les plus petits pores) doit être négligée dans la formule d'Ait-Mokhtar et al. (1999). Si la somme de la contribution de chaque famille de pores K_{total} entre 2.10⁻⁹ et 2.10⁻⁵ m/s apparait éloignée du K_{exp} , c'est que la contribution des micropores et/ou macropores impacte fortement la perméabilité totale calculée avec l'Eq. (4.6). Ce problème n'a pas été soulevé par Ait-Mokhtar et al. (1999) compte tenu de l'absence de micro/macropores dans les mortiers testés, contrairement aux matériaux DSM qui en contiennent des quantités non négligeables.

Pour ce faire, le modèle étendu introduit empiriquement un coefficient 200 dans la formule d'Ait-Mokhtar et al. (1999) pour remplacer la valeur 8 au dénominateur. La nouveauté de l'approche développée consiste également à pondérer la somme de la contribution de chaque porosité élémentaire. L'Eq. (4.6) est ainsi transformée en Eq. (4.18) dans le modèle étendu.

$$k = \sum_{j=1}^{N} \left(\alpha_{j}^{2} \frac{\varepsilon_{p_{j}}}{P_{Hg}} \right) e^{6\xi_{j}^{2}} \frac{\varepsilon_{p_{j}} R_{p_{m_{j}}}^{2}}{200}$$
(4.18)



Fig. 114. Contribution de chaque famille de pores présente dans les mélanges testés au calcul de la perméabilité totale par : (a) Modèle développé par Ait-Mokhtar et al. (1999) ; (b) Modèle étendu proposé dans cette étude

La surestimation de la perméabilité à l'eau résultant des calculs originaux avec le modèle d'Ait-Mokhtar et al. (1999) est ainsi corrigée en faisant varier la pondération de chaque famille de pores dans le modèle étendu. Comme la contribution de la perméabilité élémentaire associée aux nanopores était proche de la perméabilité mesurée avec un ratio moyen < A > égal à 18 sur la Fig. 114a, la pondération des perméabilités élémentaires associées à chaque famille de pores (nano, micro ou macro) observées sur les mélanges sol-ciment et calculées à l'aide de l'Eq. (4.18) conduit à des perméabilités totales proches des perméabilités expérimentales comme indiqué sur la Fig. 114b.

Enfin, les résultats tracés sur la Fig. 115 montrent que 80 % des perméabilités estimées à l'aide du modèle étendu du modèle d'Ait-Mokhtar et al. (1999) sont positionnées dans la zone de tolérance verte contre 5 % pour la version originale du modèle. En calculant le rapport moyen $\langle A \rangle$ sur les 24 points de la base de données DSM, le modèle étendu a amélioré la correspondance entre la perméabilité mesurée et la perméabilité calculée de $\langle A \rangle \approx 191613$ à $\langle A \rangle \approx 8$ (avec un écart-type de 13) ce qui place ce modèle, très "physique", au niveau des modèles des capillaires droits, de Deng et al. (2015) voire de Katz et Thompson (1987) qui présentaient des valeurs de $\langle A \rangle$ de 11, 8 ou 5, respectivement. Pour tester la robustesse de ce modèle étendu et le faire potentiellement évoluer, une plus grande base de données devra être utilisée ultérieurement.



Fig. 115. Perméabilité mesurée versus perméabilité estimée par le modèle étendu basé sur le modèle d'Ait-Mokhtar et al. (1999)

4.6. Cas des matériaux DSM provenant de site

Les paragraphes précédents ont présenté la comparaison de quatre approches prédictives basées sur des relations analytiques développées dans la littérature, afin de prédire la perméabilité à l'eau des mélanges solciment fabriqués en laboratoire pour "simuler" la matrice de DSM sur site. Trois des quatre modèles testés ont fourni des estimations très satisfaisantes de la perméabilité à l'eau des mélanges sol-ciment étudiés, tout comme le modèle étendu basé sur le modèle développé par Ait-Mokhtar et al. (1999).

Le modèle de Katz et Thompson (1987) s'est avéré cependant le plus adapté pour les matériaux DSM confectionnés en laboratoire avec une valeur de $\langle A \rangle$ de seulement 5 (valeur que n'a pas pu atteindre le modèle étendu développé). Ainsi, ce modèle a été sélectionné pour une approche prédictive pour estimer la perméabilité à l'eau des matériaux DSM provenant de différents sites le long de la Loire Moyenne [voir chapitre (2)], en utilisant des carottages verticaux réalisés sur toute la hauteur des écrans étanches construits dans les digues en terre. L'objectif principal de cette approche est d'évaluer la perméabilité locale des différentes phases constituant les matériaux DSM de site, à savoir la matrice, les graviers ainsi que les inclusions de sol non malaxé. De plus, la pertinence d'utiliser les différents modèles mentionnés précédemment pour prédire la perméabilité à l'eau des inclusions de sol sera également discutée.

4.6.1. Matrice de sol-ciment bien mixée

Des tests de PIM ont été réalisés sur les matériaux DSM provenant de six sites de construction par la technique de Trenchmix® dont les caractéristiques sont données dans le Tableau 14 du chapitre (2). Les échantillons ont été prélevés soit à partir de forages carottés verticaux sur toute la hauteur de l'écran étanche, soit moulés sur place dans des moules en carton lorsque le matériau était encore frais. Des morceaux millimétriques de la matrice DSM bien mixée ont été récupérés après le recarottage des éprouvettes de Ø100 en éprouvettes de Ø50 pour les tests de perméabilité à l'eau dans des cellules triaxiales.

La Fig. 116 illustre les courbes de distribution de la taille des pores dérivées des volumes cumulés de mercure introduits dans les échantillons.



Fig. 116. Courbes de distribution de la taille des pores en PIM sur la matrice bien mixée des matériaux DSM issus de différents sites en France : (a) SC1-M ; (b) SC2-S ; (c) SC3-R ; (d) SC4-G ; (e) SC4-G ; (f) LA

Pour les échantillons provenant des carottes SC1-M, SC2-S et SC4-S, la distribution de la taille des pores est principalement monomodale, avec la présence exclusive de nanopores d'environ 23 nm associés aux hydrates mélangés aux particules argileuses. Dans certains cas, une quantité très faible de micropores ou de macropores qui n'ont pas été remplis par les produit cimentaires primaires et secondaires est également présente, comme illustré respectivement dans les Fig. 116a, Fig. 116b et Fig. 116e. Cette distribution porométrique est différente de celle observée dans les sols de site traités au ciment en laboratoire dans le chapitre (3). En effet, les échantillons DSM de site montrent une distribution majoritairement monomodale avec la présence éventuelle de très peu de micropores/macropores, tandis que les échantillons de laboratoire ont montré une distribution bimodale voire trimodale en fonction des paramètres de formulation. Cette différence peut être due au temps de maturation très long des échantillons de site, qui sont de 3 ans pour les matériaux SC1-M et SC2-S, et de 8 ans pour les matériaux SC4-S contrairement aux échantillons de SC3-R qui n'ont maturé qu'un an tout comme LA, et dans ce cas on retrouve bien un comportement bimodal au niveau de la porosité.

De plus, comme indiqué dans le chapitre (3), la quantité de ciment utilisée dans les mélanges (de 206 à 329 kg/m³) ou la quantité d'eau (de 297 à 468 kg/m³) peuvent jouer un rôle important sur le développement de la porosité polymodale des échantillons DSM. En effet, la quantité de ciment ajoutée sur site est plus élevée que celle utilisée en laboratoire, à savoir 206, 222 et 329 kg/m³ respectivement, par rapport à un dosage maximal en laboratoire de 170 kg/m³ voire 210 kg/m³ (mais avec un temps de cure inférieur à 90 jours ce qui ne permet pas d'apprécier la microstructure adoptée sur le très long terme).

Les éprouvettes provenant des carottes SC3-R et SC4-G, ainsi que celles moulées in-situ sur le site LA, ont toutes montré une double porosité, caractérisée par la présence de nanopores et de micropores, malgré le temps de durcissement très long de 8 ans pour les matériaux SC4-G, et des dosages en ciment bien supérieurs à ceux utilisés en laboratoire. Une explication possible de cette distribution de la taille des pores dans les échantillons de SC3-R et de LA est que le temps de cure, estimé à environ 1 an, n'a pas été suffisant pour combler de manière significative tous les espaces interparticulaires ou interagrégats avec les produits d'hydratation du ciment (clinker à hauteur de 15 % dans le CEM III/C utilisé) ou les produits issus des réactions pouzzolaniques des laitiers de haut fourneau puis celles mettant en jeu les argiles.

En ce qui concerne les échantillons de SC4-G qui présente une porosité bimodale beaucoup plus marqué que les échantillons SC4-S (toutes deux venant relativement du même site), le deuxième mode porométrique avec des micropores plus présents serait lié au fait que le ciment est en quantité beaucoup moins importante (218 contre 329 kg/m³) (ce qui ne permet pas de remplir les micropores) couplé à la présence d'une fraction sableuse plus importante (52 % contre 38 %), donc à l'origine de vides de plus grandes tailles par effet purement géométrique.

Cette microporosité pourrait être attribuée également aux espaces de taille micrométrique entre des amas d'argile floculée, quoique cette hypothèse n'a pas été retenue dans la description des processus à l'origine de la formation des pores dans les matériaux DSM dans le chapitre (3). En effet, la floculation nécessite que les particules se regroupent pour former des agrégats or la consistance des coulis de matériau DSM très visqueuse va dans le sens de la dispersion des particules d'argiles dans le cas de kaolinite et de la montmorillonite avec une sorte d'exfoliation des grains d'argiles (voir les observations MEB dans la Fig. 101). Les particules sont enveloppées de matrice cimentaire et séparées par les grains de laitiers en cours de dissolution ce qui limite leur mouvement d'autant que la quantité d'eau dans les mélanges en laboratoire restent faibles. Sur site la quantité d'eau ajoutée étant souvent plus élevée qu'en laboratoire afin de permettre à l'outil une avance correcte sur chantier, le phénomène de floculation pourrait plus se comprendre. Chew et al. (2004) ont signalé en effet que l'agrégation ou la floculation des particules argileuses dans un sol (de type argile marine) traité avec des dosages élevés de ciment CEM I (et non de CEM III) était plus significative lorsque la teneur en eau dans le mélange dépassait la limite de liquidité du sol. De plus, ils ont observé que la taille des vides micro/macrométriques et des amas d'argile floculée augmentait de manière inattendue avec l'augmentation de la teneur en ciment. Dans ce cas, c'est plus un effet chimique avec de forte concentration en ions Ca²⁺ dans l'eau de pores compte tenu de la nature du ciment utilisé (100 % clinker), qui serait à l'origine de cet effet floculation auquel les argiles sont plus ou moins sensibles selon leur minéralogie. Chew et al. (2004) ont testé un sol avec une CEC de 33 meq/100 g ce qui équivaudrait à une Vbs de 8,5 - 9 g/100g contrairement au sol des sites de cette étude qui ne dépassent pas une Vbs de 3 (donc beaucoup moins argileux ou du moins des argiles beaucoup moins actives). Une autre explication de cette double porosité, qui se traduit par une porosité globale plus élevée allant jusqu'à 57 %, pourrait être liée au rapport E/C utilisé dans les mélanges de site R,

G et LA. Ce rapport est respectivement de 1,7, 1,95 et 1,6, en comparaison de 1,5, 1,2 et 1,4 dans les sites d'où proviennent les carottes SC1-M, SC2-S et SC4-S. On ne peut pas non plus exclure la présence de perturbateur de prise cimentaire comme de la matière organique qui viendrait perturber le développement des hydrates cimentaires à l'origine du comblement des pores les plus grands.

En ce qui concerne les matériaux à un seul mode poral, la carotte SC4-S a montré les valeurs de porosité accessible au mercure les plus élevées (Fig. 116e) par rapport à SC1-M et SC2-S, probablement en raison de l'utilisation de la méthode "humide", présentée dans le chapitre (1). Cette méthode consiste introduire le ciment dans le mélange sous forme de coulis et non pas de ciment anhydre.

D'un point de vue mécanique, les matériaux à double porosité, qui ont une porosité globale plus élevée, ont montré des résistances à la compression simple et des vitesses d'ondes de compression plus faibles, ce qui est en accord avec leurs propriétés microstructurales.

Maintenant pour savoir si les matériaux DSM à base de sol de site à un dosage en ciment relativement élevé doivent présenter une distribution porométrique monomodale ou bimodale à long terme, des tests en PIM devraient être réalisés sur des mélanges fabriqués en laboratoire avec les mêmes paramètres de formulation que SC1-M et SC2-S après 3 ans et SC4-S après 8 ans de cure environ. Or ces paramètres ne sont pas complètements connus ou du moins la variabilité des conditions de sites est difficilement reproductible en laboratoire. Cette approche permettrait cependant de vérifier si l'absence de micropores/macropores dans les matériaux provenant de site est due ou non à la précipitation progressive des produits cimentaires primaires et secondaires dans les gros espaces entre les grains de sable contenus dans le sol, les graine de laitiers de l'ordre de $10 - 20 \mu m$ et entre les agrégats argileux initialement présents puis dispersés ou non, voire les agrégats argileux formé par floculation après contact avec la matrice cimentaire. Ces résultats sont importants pour évaluer le comportement hydraulique et la durabilité à long termes des mélanges sol-ciment produits par le DSM sur site. Toutefois, les matériaux prélevés sur site maturés dans des conditions naturelles ne pourront jamais être totalement simulés en laboratoire.

Après les mesures en PIM sur les échantillons de matrice bien mixée des matériaux DSM de site présentées dans la Fig. 116, le modèle de Katz et Thompson (1987), qui est basé sur la théorie de percolation, a été utilisé pour étudier ces matériaux. La Fig. 117 montre les résultats de perméabilité expérimentale (K_{exp}) mesurée dans une cellule triaxiale sur des échantillons de Ø50 provenant des sites SC1-M, SC2-S, SC3-R, SC4-G et SC4-S, en fonction des valeurs de perméabilité estimée par le modèle de Katz et Thompson ($K_{K&T}$). Le Tableau 40 dans l'Annexe (4) résume les valeurs de perméabilité expérimentale, ainsi que les paramètres du modèle K&T et les valeurs de perméabilité estimée par ce modèle.



Fig. 117. Perméabilité mesurée sur les 39 éprouvettes de Ø50 contenant des hétérogénéités (inclusions de sol et graviers) versus perméabilité de la matrice DSM bien mixée estimée par le modèle développé par Katz et Thompson (1987)

Bien que 79 % des valeurs de perméabilité estimée se situent dans le domaine de pertinence défini précédemment ($A \le 5$) avec une valeur moyenne de < A > égale à 4 et un écart-type σ_A de 4,6, on observe

que la plage des valeurs de perméabilité expérimentale pour chaque sondage carotté (SC) est plus étendue que les valeurs de perméabilité théorique. En d'autres termes, la perméabilité estimée par le modèle de K&T varie très peu le long de la hauteur des écrans étanches par rapport à la perméabilité mesurée en laboratoire. Par exemple, pour les échantillons provenant du carottage SC2-S, la valeur de $K_{K&T}$ est comprise entre 6,2.10⁻¹² et 1,6.10⁻¹¹ m/s tandis que la valeur de K_{exp} est comprise entre 4,6.10⁻¹² et 4,2.10⁻¹⁰ m/s. Ce comportement a été observé sur tous les carottages, indépendamment de leur origine. Ce comportement est logique car la perméabilité estimée ne représente que la perméabilité élémentaire associée à la matrice de DSM, perméabilité qui semble être relativement homogène sur toute la hauteur des écrans étanches comme le montre la bonne répétabilité des courbes porométriques sur la Fig. 116. Par conséquent, les caractéristiques microstructurales de la matrice de DSM sur lesquelles se base le modèle de K&T, c'est-à-dire la porosité globale accessible au mercure et la distribution de la taille des pores de la matrice cimentaire, restent relativement constantes en fonction de la profondeur.

En fin de compte, l'utilisation de cette approche prédictive a révélé que pour les matériaux DSM provenant de différents sites, d'autres paramètres pertinents en plus de la microstructure de la matrice doivent être pris en compte pour une meilleure compréhension de l'écoulement de l'eau à travers le matériau.

Les inclusions de sol non malaxé avec le ciment ainsi que les graviers, qui ont été identifiées dans la littérature comme ayant un effet néfaste (Denies et al. 2012 ; Ganne et al. 2012 ; Vervoort et al. 2012 ; Hessouh et al. 2018) ou compensateur (Amrioui et al. 2022) respectivement sur la réponse mécanique des matériaux DSM, peuvent également affecter les propriétés de transfert à l'échelle des éprouvettes décimétriques. Cela peut être dû aux propriétés locales de ces hétérogénéités ainsi qu'à la zone de transition interfaciale (ITZ). Une étude expérimentale et numérique est menée dans les chapitres qui suivent pour explorer cette question plus en détail et une nouvelle approche prédictive sera proposée dans le chapitre (7). Le paragraphe qui suit décrit quant à lui les caractéristiques des inclusions (sol et graviers), caractéristiques qui seront utilisées dans le chapitre traitant de la modélisation numérique.

4.6.2. Inclusions de sol non mixé

Dans le cadre de cette thèse, il est essentiel de connaître la perméabilité à l'eau des différentes phases du matériau DSM, y compris les inclusions de sol, pour alimenter les modèles de calcul numérique 2D et 3D visant à prédire les propriétés de transfert de ce matériau.

Pour identifier les familles de pores et déterminer le volume des pores présents dans leur réseau, des tests de PIM ont été effectués sur des morceaux d'inclusions de sol non traité récupérés à partir des éprouvettes de site (SC1-M, SC2-S, SC3-R, SC4-G, SC4-S et LA). Les courbes de distribution de la taille des pores obtenues, illustrées sur la Fig. 118, montrent une double porosité avec des nanopores à l'intérieur d'agrégats argileux et des micropores et/ou macropores entre les grains de sable et les agrégats argileux, avec une porosité globale accessible au mercure comprise entre 28,9 % et 36,1 %. Ces résultats sont en accord avec les distributions porométriques et les porosités décrites dans la littérature (Li et Zhang 2009 ; Oualmakran et al. 2016 ; Ranaivomanana et al. 2017).





Fig. 118. Courbes de distribution de la taille des pores en PIM sur les inclusions de sol non malaxé avec le ciment dans les matériaux DSM issus de différents sites en France : (a) SC1-M ; (b) SC2-S ; (c) SC3-R ; (d) SC4-G ; (e) SC4-G ; (f) LA

Etant donné que les modèles d'estimation de la perméabilité à partir des caractéristiques granulométriques et/ou des propriétés physiques du sol dans le paragraphe (4.1.1) n'ont pas pu être appliqués car les sols constitutifs des inclusions rencontrées dans le matériau DSM ne sont généralement pas sableux, une estimation à partir de la description microstructurale des inclusions est l'option choisie. Or, les PIM montrent la présence de nombreux micro/macropores. Si on tente d'appliquer les quatre modèles décrits et utilisés précédemment avec succès sur les matériaux DSM pour estimer la perméabilité des inclusions de sols non mixé, on obtient des valeurs de perméabilité estimées par calcul plus faibles que les valeurs expérimentales mesurées sur site (voir le Tableau 25 présenté plus loin) pour les modèles basés sur la théorie de percolation, alors que le modèle d'Ait-Mokhtar (1999) entraine une surestimation de la perméabilité à l'eau. Ces résultats montrent que le sol (caractérisé par une structure granulaire avec des grains empilés) ne peut pas être décrit par la même approche que celle pour une structure cimentée comme le matériau DSM.

Dans ce cas, deux approches différentes ont été considérées pour estimer la perméabilité des inclusions de sol non mixé :

Approche avec le modèle de Ranaivomanana et al. (2017) pour les sols compactés

Ranaivomanana et al. (2017) qui ont travaillé sur des sols compactés à l'OPN, avancent l'hypothèse que la circulation de l'eau à travers ces sols est principalement gouvernée par les macropores situés entre les grains de sable et les agrégats formés par l'agglomération de minéraux argileux, également appelés "pores capillaires" ou "pores interagrégats". Ce comportement est en contradiction avec le comportement des matériaux cimentaires dont la perméabilité est contrôlée par les nanopores comme montré précédemment. Le sol (compacté) a donc un comportement spécifique qui se différencie du matériau DSM. Pour preuve, les résultats des tests de PIM de Ranaivomanana et al. (2017), effectués sur divers sols (sable limoneux, sable graveleux et

sol argileux) compactés à différents niveaux de densité (0,85 ρ_{OPN} , 0,95 ρ_{OPN} , 1,00 ρ_{OPN} et 1,05 ρ_{OPN}), montrent que seule la taille et la quantité des gros pores affecte la circulation de l'eau, tandis que la taille et la quantité des petits pores, appelés également "pores intra-agrégats", situés à l'intérieur des agrégats argileux sont restés inchangées après le compactage (voir Fig. 119a pour un matériau argileux mais un comportement similaire est observé pour des sols limoneux ou sableux).

Comme l'écoulement à travers le matériau "sol" est contrôlé par les macropores qui se trouvent entre les grains de sable et les amas d'argile floculée (ce qui est possible dans le cas des inclusions de sol dans lesquelles une eau basique et chargée en ions Ca²⁺ issue du ciment va diffuser), le modèle développé par Ait-Mokhtar et al. (1999) est le seul qui peut prendre en compte à la fois la présence de macropores et son évolution (en termes de taille et de quantité) en raison du compactage (allant de $0,85 \rho_{OPN}$ à $1,05 \rho_{OPN}$). Ranaivomanana et al. (2017) ont utilisé ce modèle pour évaluer la perméabilité à l'eau de différents types de sols et ont proposé une extension du modèle qui prend en compte le degré de compaction des sols. Dans l'ensemble, cette approche a donné des résultats représentatifs des comportements mesurés sur les échantillons.



Fig. 119. (a) Courbes porométriques à différentes énergies de compactage ; (b) Perméabilité à l'eau versus taille des macropores (sol argileux) [données numériques extraites de Ranaivomanana et al. (2017)]

Cependant, les digues situées dans la zone de la Loire Moyenne, à partir desquelles les échantillons de sol testés ont été prélevés et d'où proviennent par conséquent les inclusions de sol non mixé dans les matériaux DSM des sites SC1-M, SC2-S, SC3-R, SC4-G, SC4-S et LA, n'ont pas été compactées conformément à la norme Proctor normal car cette norme n'existait pas au moment de leur construction. Par conséquent, les propriétés qui définissent l'état de compaction des matériaux constituant les digues, et donc des inclusions de sol, ne sont pas bien connues. En raison de cette incertitude, le modèle prédictif étendu par Ranaivomanana et al. (2017) ainsi que les autres modèles prédictifs testés dans ce chapitre, qui ont été développés sur des matériaux ayant une microstructure plus complexe et une connectivité des pores plus faible que les sols, ne peuvent pas être utilisés de manière efficace pour estimer la perméabilité à l'eau des inclusions de sol non malaxé avec le ciment. Par conséquent, une autre approche a été appliquée.

Approche avec le "power model" de Ren et Santamarina (2018)

Afin de prédire la conductivité hydraulique des inclusions de sol (qui sont constitués de matériaux appartenant aux différentes lithologies du corps de la digue), le "power model" développé par Ren et Santamarina (2018) a été utilisé. Ce modèle comme décrit dans la première partie de ce chapitre, repose sur la mesure de l'indice des vides et la limite de liquidité du sol. Les paramètres utilisés dans le modèle ainsi que les perméabilités calculées sont résumés dans le Tableau 24. Les résultats montrent que la perméabilité estimée est comprise entre 7,1.10⁻⁸ et 6.10⁻⁷ m/s, ce qui correspond à la plage de valeurs de la perméabilité horizontale K_h retenues dans l'étude de dangers sur les digues du Val d'Orléans (DREAL Centre 2012b).

 Tableau 24. Résultats de l'estimation de la perméabilité à l'eau des sols composant les inclusions de sol incorporées dans les échantillons de site par le "power model" développé par Ren et Santamarina (2018)

Inclusion	e (-)	W_{L} (%)	S _S (m2/g)	K ₀ (m/s)	β (-)	K _{est} (m/s)
SC1-M-a	0,455	22	5,6	1,5E-05	4,3	5,1E-07
SC1-M-b	0,472	22	5,6	1,5E-05	4,3	6,0E-07
SC2-S-a	0,431	30	20	5,0E-06	4,4	1,2E-07
SC2-S-b	0,451	30	20	5,0E-06	4,4	1,5E-07
SC2-S-c	0,546	30	20	5,0E-06	4,4	3,4E-07
SC2-S-d	0,543	30	20	5,0E-06	4,4	3,4E-07
SC2-S-e	0,513	30	20	5,0E-06	4,4	2,6E-07
SC3-R-a	0,565	34	27,2	3,8E-06	4,4	3,0E-07
SC3-R-b	0,461	34	27,2	3,8E-06	4,4	1,2E-07
SC3-R-b	0,561	34	27,2	3,8E-06	4,4	2,9E-07
SC4-G-a	0,526	30	20	5,0E-06	4,4	2,9E-07
SC4-G-b	0,443	30	20	5,0E-06	4,4	1,4E-07
SC4-G-c	0,466	30	20	5,0E-06	4,4	1,7E-07
SC4-S-a	0,433	36	30,8	3,4E-06	4,4	8,3E-08
SC4-S-b	0,422	36	30,8	3,4E-06	4,4	7,4E-08

En effet des mesures expérimentales in-situ de perméabilité à l'eau sur les couches de sols cohésifs ont été réalisées dans le cadre de cette étude de dangers (DREAL Centre 2012b). Parmi les résultats, les mesures de perméabilité horizontale K_h dans les matériaux sablo-silteux à silto-argileux (Tableau 25) ont donné des valeurs allant de 10⁻⁶ à 10⁻⁸ m/s, avec une perméabilité horizontale moyenne de 10⁻⁷ m/s.

 Tableau 25. Résultats des mesures de perméabilité à l'eau par formation lithologique in-situ dans le corps des digues à proximité des sondages carottés de matériau DSM réalisés sur les différents écrans étanches étudiés dans cette thèse

Sondage carotté de DSM	Formation lithologique dans le corps des digues	K (m/s)		
SC1-M	Pas de mesures de perméabilité réalisée in-situ			
	Limon	2,3.10-8		
SC2-S	Limon argileux	7,6.10-9		
	Sable à grave sableuse	10 ⁻⁴ à 2.10 ⁻³		
	Sable argileux et argile sableuse	5,6.10 ⁻⁷ à 7,1.10 ⁻⁷		
SC3-R	Argile sableuse	2,7.10-7		
	Sable graveleux	9,1.10-6		
	Argile légèrement sableuse	7,5.10 ⁻⁸ à 1,8.10 ⁻⁶		
SC4-G	Argile sableuse	5,9.10 ⁻⁸ à 10 ⁻⁶		
	Limon argileux	3,5.10-6		
	Argile limono-sableuse	3,1.10 ⁻⁸ à 4.2.10 ⁻⁸		
304-3	Argile limoneuse	2,6.10-8		

Cet ordre de grandeur de perméabilité a été confirmé par des mesures en laboratoire. De plus, étant donné que ces matériaux ont été mis en place par couches successives sans utilisation des moyens de compactage les plus récents, une anisotropie de perméabilité K_h/K_v d'au moins 5 a été considérée.

Les perméabilités obtenues à partir du modèle de Ren et Santamarina (2018) comparées aux valeurs expérimentales du Tableau 25 sont présentées sur la Fig. 120. Ces mesures permettent de valider de manière effective les perméabilités obtenues à partir du modèle de Ren et Santamarina (2018). En effet, les résultats issus des calculs apparaissent globalement cohérents avec les valeurs de site, en particulier pour les inclusions

de sol issues des matériaux SC3-R et SC4-G. Toutefois, pour les inclusions de SC2-S et SC4-S, le "power model" a légèrement surestimé leurs perméabilités. Cela peut être dû au fait que les inclusions de sol analysées en PIM étaient un mélange de limon et d'argile avec des grains de sable fin, ce qui a donné un milieu plus poreux avec un indice de vide plus élevé. Une autre explication possible est que la mesure de l'indice des vides du sol à l'échelle locale en utilisant la PIM peut ne pas être représentative par rapport à une mesure à une échelle plus grande. En outre, le nombre de mesures peut ne pas être suffisant en raison de la difficulté à récupérer les inclusions de sol après l'écrasement lors des essais de R_c des éprouvettes de DSM.



Fig. 120. Perméabilité à l'eau estimée par le "power model" comparée aux plages de perméabilité mesurée in-situ

Pour finir, la nature des inclusions de sol non mélangé dans les échantillons de DSM prélevés sur chantier reste difficile à appréhender, ce qui complique l'attribution des plages de perméabilité appropriées dans les modèles numériques. Cependant, étant donné que les inclusions de sol sont plus fréquentes dans les sols cohésifs que dans les sols sableux ayant une perméabilité à l'eau comprise entre 10⁻⁵ et 10⁻³ m/s, la plage de perméabilité choisie pour les calculs numérique du chapitre (7) est associée à des sols autres que les sables et les graviers sableux, c'est-à-dire des sols plutôt argileux difficiles à mélanger avec du ciment. Si les prélèvements et les mesures réalisées sur des inclusions dans les échantillons collectés sur site et les calculs numériques du chapitre (7), une étude paramétrique est également prévue pour justifier le choix de la plage de valeurs de perméabilité des inclusions de sol (et des graviers) et pour déterminer l'influence des caractéristiques de ces inclusions sur les propriétés de transfert des matériaux DSM considérés dans leur globalité.

4.6.3. Graviers

Dans la littérature, les graviers sont généralement considérés comme imperméables par rapport à la phase liante, comme dans le domaine des bétons, en raison de leur microstructure dense. Cependant, une synthèse effectuée par Liang et al. (2020), basée sur les résultats obtenus sur de nombreux matériaux poreux, a montré que la perméabilité à l'eau de différentes roches naturelles intactes variait de 10^{-15} à 10^{-10} m/s, tandis que celle des mortiers cimentaires à différents rapports E/C se situait entre 10^{-15} et 10^{-9} m/s, sans différence significative avec les valeurs observées pour les roches naturelles. La plage de perméabilité du granite et du calcaire est illustrée sur la Fig. 121, allant de 10^{-10} à 10^{-15} m/s, qui est comparable à celle des mortiers cimentaires avec un rapport E/C inférieur à 0,5. Ainsi, l'hypothèse selon laquelle les graviers seraient plus imperméables que la matrice cimentaire est remise en question pour un rapport E/C inférieur à 0,5. Une étude paramétrique a donc été réalisée dans l'analyse numérique du chapitre (7) pour éviter toute erreur potentielle dans la prédiction de la réponse hydraulique des matériaux DSM.



Fig. 121. Ordre de grandeur de la perméabilité à l'eau de différents types de roches naturelles intactes et de mortiers cimentaires à différents rapports E/C [les données sont tirées de différentes sources citées par Liang et al. (2020)]

En outre, une méthode de prédiction a comme précédemment été utilisée pour évaluer la perméabilité à l'eau des graviers intégrés à la matrice du matériau DSM en se basant sur leurs propriétés microstructurales déterminées à partir de tests porométriques (Fig. 122). Pour cela, le modèle de Katz et Thompson initialement développé pour des matériaux de type roche a été sélectionné.



Fig. 122. Courbes de distribution de la taille des pores en PIM sur des graviers extraits des éprouvettes de DSM après essais de résistance à la compression simple R_c

Le Tableau 26 présente les paramètres du modèle Katz et Thompson et les estimations de perméabilité obtenues à partir de ce modèle pour quatre graviers extraits des éprouvettes de DSM lors des essais de compression et représentatifs des graviers rencontrés dans le matériau (gravier siliceux compact). Ce type de graviers constitue une part importante des graviers présents dans les matériaux DSM provenant de site. Les perméabilités théoriques obtenues sont de l'ordre de 10⁻¹³ m/s, se situant dans la même plage de perméabilité que celle du granite et du calcaire. Ce petit calcul permet de confirmer que les graviers, comme escompté initialement, ont bel et bien une perméabilité plus faible que la matrice cimentaire ou les inclusions de sol non mixé. Il n'est pas exclu cependant que d'autres natures de gravier (notamment des calcaires poreux ou des graviers multi composants agrégés comme observés au MEB environnemental dans la Fig. 123) soient également présents. Les observations au MEB permettent en effet de montrer, quoique à fort grossissement, des graviers et des particules massives siliceuses (quartz) sans porosité interne ou avec de la fissuration/fracturation. Des particules avec plusieurs composantes (notamment des éléments chimiques "lourds" comme le fer ou le titane par opposition aux éléments légers comme Si ou Al), sont également observées mais leur taille reste faible.

Gravier	P _{Hg} (%)	D _c (nm)	D _h (nm)	S(D _h)	K _{K&T} (m/s)
1	2,6	6,96865	6,58149	0,983831	1,2E-13
2	5,1	5,20608	4,89827	0,980278	1,3E-13
3	16,7	5,87416	5,67441	0,992872	5,8E-13
4	11,0	5,87404	5,67429	0,997079	3,8E-13

 Tableau 26. Résultats théoriques de l'estimation de la perméabilité à l'eau des graviers incorporés dans les matériaux produits par la technique du DSM in-situ



Fig. 123. Observation au MEB environnemental sur des sections polies de DSM incluses dans une résine pour mettre en évidence les graviers incorporés dans le matériau DSM provenant de site (éprouvette de SC2-S)

4.7. Conclusions

Le contrôle des propriétés hydrauliques représente le principal défi des travaux de confortement des digues en terre utilisant la méthode de DSM. L'établissement de relations analytiques pour estimer la perméabilité à l'eau des mélanges sol-ciment, basées sur des paramètres pertinents et facilement mesurables, apporte par conséquent un outil très utile aux ingénieurs.

Quatre modèles prédictifs détaillés dans la littérature et basés sur des analyses microstructurales du matériau poreux testé (notamment à l'aide du PIM) ont été appliqués dans cette étude. La mesure des perméabilités à l'eau expérimentales a montré un bon accord avec les résultats de trois modèles testés, mais une surestimation systématique a été obtenue pour le quatrième. L'évaluation de l'approche prédictive a montré que le modèle le plus prometteur pour l'estimation de la perméabilité à l'eau des matrices de sol-ciment produites par la technique de DSM est le modèle développé par Katz et Thompson (1987), et le modèle le plus simple est celui de Deng et al. (2015) car il ne nécessite que la détermination de deux paramètres par l'essai PIM (c'est-à-dire la porosité totale et la taille médiane des pores).

Les trois modèles qui ont montré un bon accord avec les mesures expérimentales ont utilisé les tailles de pores les plus petites pour les modèles des capillaires droits et de Katz et Thompson (1987) ou les tailles de pores médianes pour le modèle de Deng et al. (2015). Quant au 4^{ème} modèle développé par Ait-Mokhtar et al. (1999), même s'il prend en compte la contribution de chaque famille de pores sur la courbe de distribution de la taille des pores, la perméabilité calculée surestime la perméabilité expérimentale. Cependant, la perméabilité élémentaire calculée à partir de la contribution des nanopores, calculée à partir de la formule analytique développée par Ait-Mokhtar et al. (1999), est proche de la perméabilité expérimentale. Cette observation confirme l'idée que la nanoporosité reliant tous les autres types de pores, contrôle l'écoulement de l'eau à travers les matériaux cimentaires. Cette observation a conduit au développement d'un modèle étendu basé sur Ait-Mokhtar et al. (1999) pour mieux représenter le comportement des mélanges sol-ciment. La formule modifiée du modèle étendu a amélioré la correspondance entre la perméabilité mesurée et celle calculée, réduisant la valeur < *A* > de 191613 à 8.

Ensuite, pour appréhender la perméabilité à l'eau des matériaux DSM dans leur globalité c'est-à-dire avec présence d'inclusions, le modèle de Ren et Santamarina (2018) a été utilisé pour estimer la perméabilité des inclusions de sol non malaxé avec le ciment dans les éprouvettes de DSM. Ce modèle donne des résultats en grande partie cohérents avec les mesures expérimentales effectuées in-situ, bien que certains écarts soient observés pour certains sols en raison des effets d'échelle lors de la mesure de l'indice des vides par des essais de PIM, ou à un nombre insuffisant de cas étudiés. En outre, le modèle de Katz et Thompson (1987), initialement développé pour les matériaux rocheux, a fourni des résultats acceptables pour estimer la perméabilité à l'eau des graviers incorporés dans la matrice du matériau DSM provenant du site.

Chapitre 5

Inclusions dans les matériaux DSM : identification et caractérisation morphologique

5.1. Introduction

Dans la littérature, de nombreuses études ont montré que, durant le processus de malaxage in-situ, des inclusions de sol non mélangé avec le ciment apparaissent inévitablement au sein de la matrice DSM (Porbaha 2002; Horpibulsuk et al. 2012; Jamsawang et al. 2015), en particulier lorsque le sol à traiter est limoneux ou argileux (Ganne et al. 2011; Denies et al. 2012a; Guimond-Barrett 2013; Nozu et al. 2015; De Vos et al. 2019). En Belgique, deux méthodologies non destructives ont été développées pour caractériser ces inclusions de sol et d'évaluer leur impact sur les performances des matériaux DSM produits (Ganne et al. 2011 ; Denies et al. 2012b ; BBRI 2018). Ces méthodes, appelées "méthode 1D" et "2D", sont décrites en détail dans le paragraphe (1.6.1) du chapitre (1). Des études ultérieures ont utilisé ces méthodes et ont montré que les inclusions de sol ont un effet néfaste sur les propriétés mécaniques (résistance et rigidité) des matériaux DSM durcis (Denies et al. 2012a ; Ganne et al. 2012 ; Denies et al. 2013 ; Van Lysebetten et al. 2014), notamment lorsqu'elles sont présentes en quantité croissante (Laefer et al. 2009 ; Ganne et al. 2012 ; Hessouh et al. 2018). Cependant, il est important de noter que les résultats des essais mécaniques réalisés sur les matériaux DSM, en particulier ceux prélevés sur site par des sondages carottés (Denies et al. 2012a ; Van Lysebetten et al. 2014), ont révélé une large gamme de résistance à la compression et de module d'Young pour une fraction volumique donnée d'inclusions de sol (Fig. 26). Cela suggère que d'autres paramètres, incluant la forme, l'orientation, la taille et la disposition spatiale de ces mottes, peuvent avoir également un effet négatif sur ces propriétés. De plus, étant donné que les deux méthodes non destructives se basent sur des observations de la surface externe des éprouvettes cylindriques, cela pourrait entrainer une surestimation ou une sous-estimation de la quantité réelle des inclusions, compte tenu de leur distribution complexe au sein de la matrice DSM. Par conséquent, les larges gammes des propriétés mécaniques observées dans la Fig. 26 pourraient résulter de cette imprécision. Ainsi, il serait pertinent d'utiliser des techniques d'imagerie 3D plus sophistiquées pour évaluer la précision de ces méthodes non destructives.

Récemment, la tomographie aux rayons X a pris un essor considérable dans le domaine du génie civil. En effet, elle a été largement utilisée pour générer des structures numériques 3D de béton pour simuler le test de perméabilité (Sun et al. 2014 ; Zhang 2017), la capacité de diffusion des ions chlorure (Tian et al. 2019), le comportement élastique (Escoda et al. 2011) et élastoplastique avec l'évolution des dommages jusqu'à la rupture du matériau (Huang et al. 2015, 2016 ; Yang et al. 2017). Comme décrit par ces derniers auteurs, les images ternaires de tomographie aux rayons X ont d'abord été segmentées en trois phases (matrice, granulats et pores) en fonction de seuils de valeur de gris appropriés. Ensuite, après des transformations morphologiques et manuelles telles que le filtrage du bruit des images (Sun et al. 2015 ; Yang et al. 2017), et la fermeture des trous (Yang et al. 2017), un modèle 3D a été généré à partir d'une pile de coupes 2D segmentées. Ce travail est souvent réalisé à l'aide du logiciel *ImageJ* (Zhang et al. 2018a ; Tian et al. 2019 ; Song et al. 2020 ; Sargam et Wang 2021). Comme indiqué dans la littérature, les transformations d'images prennent beaucoup de temps et nécessitent un CPU très performant. Huang et al. (2015) ont proposé d'utiliser un algorithme de compression d'images qui offre un bon équilibre entre la précision de la morphologie reconstruite et le coût de calcul.

Parmi les autres méthodes de caractérisation des matériaux hétérogènes, on peut citer les travaux de Nagai et al. (1998) qui ont utilisé des images 2D, obtenues en découpant un échantillon à l'aide d'un grattoir en diamant et d'un scanner à plat, pour créer un maillage 3D d'un béton. Sur le même principe, Yue et al. (2003) ont traité 256 images photographiées par une caméra après avoir scié un échantillon de béton bitumineux. Cependant,

étant donné que dans le domaine des matériaux cimentaires, l'analyse des images réelles photographiées à l'aide d'un appareil photo ou d'un scanner numérique est une étape délicate et fastidieuse, surtout lorsque la phase liante est grisâtre, Nagai et al. (1998) ont rapporté une amélioration des étapes de traitement des images après avoir utilisé du Fe₂O₃ rouge pour mettre en évidence la matrice cimentaire, tandis que Song et al. (2020) ont amélioré le contraste de l'image en utilisant de la phénolphtaléine, qui devient rose au contact de la pâte cimentaire à caractère basique.

Objectifs du chapitre

Actuellement, l'étude de l'impact des inclusions de sol sur les propriétés mécaniques du matériau DSM est basée sur la quantification de ces boulettes à l'aide de la "méthode 1D" et "2D" développées dans la littérature, en supposant que les deux méthodes sont non biaisées. Dans le présent travail, qui porte sur des matériaux DSM avec des inclusions de sol dont les fractions volumiques sont plus ou moins importantes, une nouvelle méthodologie est proposée pour caractériser en 3D ces inclusions, de manière plus complète, dans le but de valider (ou infirmer) les résultats fournis par les autres méthodes de la littérature.

Un test de tomographie aux rayons X a été réalisé sur un échantillon de DSM provenant du site afin d'obtenir une image 3D des inclusions de sol et des graviers. Étant donné que cette technique d'imagerie non destructive n'a pas donné de résultats prometteurs pour la caractérisation des matériaux DSM, une nouvelle méthode, appelée "méthode 3D", a été élaborée pour la reconstruction en 3D des inclusions, à partir d'un traitement des images acquises lors de la destruction de l'échantillon. La méthode implémentée à l'aide de logiciels d'analyse d'images et de CAO a été validée en comparant l'image 3D reconstruite des graviers avec celle obtenue par la tomographie. L'aspect innovant de la "méthode 3D" proposée était la capacité d'étudier l'hétérogénéité du matériau DSM dans le volume de l'échantillon avec une approche plus réaliste, alors que la "méthode 1D" et "2D" inspectaient la surface latérale externe des éprouvettes cylindriques (Ganne et al. 2011 ; Denies et al. 2012b; BBRI 2018; Amrioui et al. 2022), ce qui peut être fondamentalement biaisé. En même temps, elle a permis de reconstruire l'image 3D des spécimens analysés avec moins de découpes par rapport aux études précédentes (Nagai et al. 1998 ; Yue et al. 2003). En outre, sur la base des principes de la stéréologie, des méthodes plus pratiques, plus rapides et plus représentatives pour évaluer la fraction volumique des inclusions ont été établies. En outre, afin d'exploiter les résultats de la "méthode 3D" dans les approches numériques, les mésostructures d'inclusions reconstruites en 3D ont été exportées en tant que maillage 3D pour qu'elles soient utilisées dans les travaux de simulation numérique afin de calculer la réponse hydromécanique des matériaux DSM à l'aide du logiciel *COMSOL Multiphysics* [chapitre (7)].

Cette partie a fait l'objet d'un article de revue intitulé "Characterization by image analysis of materials heterogeneities produced by the Deep Soil Mixing technique" (Amrioui et al. 2023b), à la suite de la conférence ICCMS-2022 (International Conference on Advances in Construction Materials and Structures).

5.2. Développement de nouvelles méthodes de caractérisation des inclusions dans les matériaux DSM

Ce paragraphe traite des matériaux DSM collectés sur différents sites en France à l'aide de sondages carottés sur toute la hauteur des écrans étanches. Avant d'entreprendre les tests en laboratoire pour déterminer les propriétés d'ingénierie des matériaux, les pourcentages linéaires (1D) et surfaciques (2D) des inclusions ont été évalués sur la surface latérale des éprouvettes de DSM. Cette évaluation a été réalisée en utilisant respectivement la "méthode 1D", qui a été développée en Belgique (Ganne et al. 2011 ; Denies et al. 2012b ; BBRI 2018) et couramment utilisée dans des projets de construction par le DSM, et la "méthode 2D" (Denies et al. 2012b), qui a été améliorée au cours de cette thèse et présentée en détail dans les paragraphes suivants. Dans les études précédentes, l'évaluation de l'hétérogénéité des matériaux DSM ne considérait que les inclusions de sol, sans prendre en compte la présence de graviers dans la matrice DSM. Cependant, dans le domaine des bétons, à certaines fractions volumiques, les graviers peuvent avoir un effet compensatoire sur les performances hydromécaniques du matériau. Par conséquent, cette étude a pris en compte les deux types d'inclusions (Fig. 124), à savoir les inclusions de sol non malaxé avec le ciment (en marron), ainsi que les graviers (en jaune), afin d'obtenir plus de paramètres clés pour une meilleure interprétation des résultats.



Fig. 124. Deux éprouvettes de site Ø100 et Ø50 sur lesquelles la présence d'inclusions de sol et de graviers a été identifiée

5.2.1. Méthode 2D

La "méthode 2D", dérivée du principe de la "méthode 1D", utilise un nombre infini de lignes de mesure pour couvrir toute la surface de l'éprouvette cylindrique, plutôt que seulement quatre. Cette méthode est basée sur l'analyse d'images et a été inspirée de la "méthodologie du pourcentage de surface" présentée dans une étude précédente (Denies et al. 2012b). Cette méthode a été améliorée au cours de cette thèse (Amrioui et al. 2022) en appliquant des outils de segmentation d'image semi-automatiques et étendue au traitement de la surface latérale des éprouvettes cylindriques, ce qui permet d'extraire plus d'informations sur les inclusions, telles que leurs pourcentages 2D, leur distribution de taille (2D), leur forme (circulaire ou allongée) ainsi que leur disposition spatiale. Les différentes étapes liées à cette méthode sont détaillées dans les paragraphes suivants.

5.2.1.1. Acquisition d'image

Dans un premier temps, les éprouvettes de DSM sont immergées dans un bac d'eau pendant environ une heure afin d'améliorer la visibilité des inclusions de sol non malaxé avec le ciment (Fig. 125a). Il convient de noter que les éprouvettes de DSM provenant de site ont été conservées en laboratoire dans des conditions endogènes jusqu'au jour des essais souhaités. Cependant, malgré ces précautions, la surface externe des éprouvettes, initialement bleutée, a pris une teinte brunâtre au contact de l'air. Le trempage des éprouvettes dans l'eau a permis d'obtenir un contraste suffisant entre la matrice et le sol pour faciliter le traitement d'images. Après avoir retiré les éprouvettes de l'eau, des segments d'un angle de 20° sont définis autour de leur diamètre en traçant des traits de quelques millimètres au bas de la surface latérale inspectée. Un plateau circulaire est utilisé pour positionner les éprouvettes, sur lequel un cercle segmenté est tracé de la même manière que sur l'éprouvette (20° comme indiqué dans la Fig. 125b). Les repères tracés sur le plateau sont alignés avec ceux tracés sur le contour de l'éprouvette. Ensuite, en utilisant une caméra Nikon D5600 fixée à un trépied (Fig. 125c), des photos sont prises successivement sur chaque segment défini sur la surface latérale inspectée. L'éprouvette est tournée de 20° après chaque prise. Une règle graduée est placée dans le même plan que le segment en face de la caméra pour permettre l'étalonnage de l'échelle à une échelle de 1 : 1 lors de l'étape de traitement d'images.



Fig. 125. (a) Eprouvettes de DSM plongées dans l'eau ; (b) Eprouvette de DSM mouillée placée sur le plateau circulaire segmenté à 20° ; (c) Système d'acquisition d'image (Box Studio avec une lumière LED et un appareil photo numérique posé sur un trépied)

5.2.1.2. Traitement d'images

La première étape du traitement d'images implique l'utilisation du logiciel *Adobe Photoshop*. Cette étape consiste à transformer la surface latérale de l'éprouvette cylindrique de DSM en une surface plane. Plus précisément, elle consiste à rassembler les segments circulaires de 20° qui sont en face de la caméra et qui peuvent être considérés comme plats ou légèrement courbés. Ces segments sont préalablement isolés à partir de la photo globale de l'éprouvette prise à chaque position (voir Fig. 126).



Fig. 126. Assemblage des 18 segments isolés des 18 photos prises à chaque 20° pour avoir la surface latérale déroulée en 2D

La prochaine étape consiste à définir la géométrie des inclusions (sol et graviers de taille ≥ 2 mm) et à les segmenter de la matrice de DSM. Tout d'abord, les dimensions réelles (échelle 1 : 1) de la surface plane de l'éprouvette sont définies grâce à la calibrée à l'aide de la règle graduée présente sur la première photo de la série. Étant donné que la matrice sol-ciment bien mélangée peut prendre une teinte brunâtre lors de la conservation des matériaux, les procédures de segmentation automatique couramment utilisées dans la littérature ne sont pas applicables au niveau des surfaces externes des éprouvettes de DSM. Par conséquent, une procédure de segmentation semi-automatique a été proposée. Sur le même logiciel de traitement d'images (*Adobe Photoshop*), les deux types d'inclusions, c'est-à-dire le sol et les graviers, sont sélectionnés à l'aide de l'outil de sélection magique, qui est basé sur l'intelligence artificielle et permet de sélection se propage automatiquement mais s'arrête au niveau de l'interface inclusion/matrice, généralement caractérisée par un contraste de couleur. Cependant, des interventions manuelles peuvent être nécessaires en cas de confusion entre la matrice et le sol. Les deux types d'inclusions sont ensuite segmentés de la matrice, et les deux calques distincts sont enregistrés au format .*jpeg* ou .*png* (Fig. 127b).



Fig. 127. (a) Surface déroulée de l'éprouvette de DSM ; (b) Segmentation des inclusions de sol (en marron) et des graviers (en jaune) de la matrice de DSM sur Adobe Photoshop (PS : ici, l'image regroupe les deux calques sol et graviers, mais en réalité les deux calques sont enregistrés et traités séparément)

5.2.1.3. Vectorisation ou numérisation de la géométrie des inclusions

Pour obtenir les surfaces des inclusions à partir des images .*jpeg* ou .*png* exportées dans l'étape précédente, on utilise souvent un logiciel de traitement d'image tel que *ImageJ*. Cependant, l'ajustement précis du contour des inclusions avec ce logiciel nécessite une démarche manuelle longue et fastidieuse, compte tenu du grand

nombre de formes présentes dans chaque image. Bien que le logiciel *ImageJ* propose un outil de sélection magique pour sélectionner les inclusions d'un simple clic, cette approche a été jugée biaisée (voir Fig. 128).



Fig. 128. (a) Outil de sélection magique en un clic mais moins précis (ImageJ) ; (b) Outil de sélection manuelle point par point sur toutes les formes contenues dans l'image, un travail manuel, lent, fastidieux et moyennement précis (ImageJ) ; (c) Vectorisation de toutes les formes en un seul clic : un travail très rapide, plus précis, plus rentable et surtout avec possibilité d'exporter les coordonnées X et Y des contours sous format de .dxf (Adobe Illustrator)

La méthode de seuillage des images binaires en 8-bits sur *ImageJ* peut cependant ajuster avec précision les contours d'inclusions mais il demeure impossible de récupérer les coordonnées de ces contours pour reproduire la géométrie d'inclusions dans d'autres applications. Dans cette étude, une nouvelle procédure plus rapide et efficace a été utilisée. Elle consiste à vectoriser les images exportées contenant les géométries d'inclusions à l'aide du logiciel *Adobe Illustrator*. La vectorisation permet de convertir les images pixélisées, composées de millions de pixels et définies dans un format matriciel, en images vectorielles.

Jusqu'à cette étape, seule la numérisation des géométries a été effectuée, c'est-à-dire la reproduction des inclusions de sol et des graviers dans un espace (X, Y) en préservant l'échelle réelle des images matricielles. Cependant, étant donné que l'objectif de la méthode 2D est de déterminer les pourcentages surfaciques des inclusions ainsi que leur distribution de taille (2D), les images vectorisées des deux types d'inclusions (sol et graviers) sont exportées dans un format de fichier différent, le format .dxf, qui est couramment utilisé pour le transfert de données vectorielles, notamment dans les logiciels de dessin technique tels que le logiciel Autodesk AutoCAD.

5.2.1.4. Calcul des aires d'inclusions

Pour estimer les surfaces des inclusions, les fichiers .dxf contenant les inclusions de sol et les graviers sont importés dans le logiciel *AutoCAD*. Une fois que le bloc d'inclusions est décomposé en sous-blocs, les aires sont extraites sous forme de liste .csv à l'aide de la commande "extraction de données". Enfin, les fractions surfaciques P_{2D} sont calculés en rapportant la surface totale de chaque type d'inclusions à la surface déroulée de l'éprouvette.

5.2.2. Méthode 3D

Rappelons que les méthodes "1D" et "2D" peuvent être utilisées sur la surface extérieure des éprouvettes cylindriques, mais ces modèles "simplistes" ne prennent pas en compte la distribution chaotique des inclusions de sol et de graviers dans la matrice DSM. Or cette distribution spatiale a une importance comme observé lors de l'analyse de deux éprouvettes DSM de 100 mm de diamètre et 200 mm de hauteur (SC1-M / P6,95m & P7,09m). En effet, ces deux éprouvettes présentaient relativement une même fraction surfacique d'inclusions de sol sur la surface latérale (7,1 % et 6,6 %), mais leurs résistances à la compression simple ont montré une différence de 47 % (avec des valeurs de 4,6 et 8,7 MPa respectivement). Pour expliquer cette différence, les deux éprouvettes ont été coupées en deux parties pour évaluer les fractions surfaciques d'inclusions de sol le long du plan longitudinal (Fig. 129). Les résultats ont montré que les fractions surfaciques (38,6 % et 15,3 % respectivement), mettant ainsi en évidence le biais potentiel de l'utilisation des méthodes "1D" et "2D" pour évaluer les fractions volumiques d'inclusions sur la surface externe des éprouvettes cylindriques.



Fig. 129. Surfaces déroulées des éprouvettes SC1-M / P6,95m & P7,09m respectivement : (a et b) en images réelle et (c et d) après traitement d'images en utilisant la "méthode 2D"

La seule option pour confirmer l'efficacité des méthodes non-destructives "1D" et "2D" est d'adopter une technique d'imagerie plus avancée ou de développer une nouvelle méthodologie permettant de caractériser et d'évaluer avec précision la fraction volumique des inclusions de sol et de graviers en 3D. Les paragraphes suivants seront consacrés à la description de ces techniques.

5.2.2.1. Caractérisation tridimensionnelle des échantillons de DSM par tomographie aux rayons X

Pour visualiser les différentes phases composant le matériau DSM (matrice, inclusions de sol et graviers), un test de faisabilité en tomographie aux rayons X a été réalisé sur une éprouvette de 10 cm de diamètre et de 20 cm de haut. La Fig. 130a montre un exemple de scan de tomographie aux rayons X effectué sur l'éprouvette de DSM. Sur le scan, les graviers (zones gris clair) se distinguent facilement de la matrice. Outre les graviers, des zones plus sombres (noires) représentent la macroporosité non connectée (liée à de l'air emprisonné par exemple) ou des fissures dans la phase liante du matériau, ce qui représente une information très intéressante puisque les très grands pores entre 1 et 15 mm ne peuvent pas être identifiés par des mesures locales de porosimétrie par intrusion de mercure (PIM) explorant des pores de 3 nm à 100 μ m sur des échantillons d'un volume inférieur à 1 cm³. Bien que les inclusions de sol non mixé (phase 2 dans la Fig. 130b) semblent plus poreuses que la matrice et que l'interface matrice-inclusion soit souvent marquée (via le développement d'une fissuration de retrait), la plupart des inclusions de sol n'ont pas pu être distinguées à partir des scans CT. Le principe même de la technique de tomographie explique ces résultats. En effet, le calcul du coefficient d'absorption des rayons X, qui est fonction de la densité et de la composition chimique du matériau analysé (Man et van Mier 2008 ; Tian et al. 2019), n'a pas permis de séparer les phases.



Fig. 130. (a) Scan 2D en tomographie aux rayons X de l'échantillon DSM avec les trois lignes pour les profils de niveaux de gris : (1) matrice-gravier-matrice, (2) matrice-vide-matrice, (3) matrice-sol-matrice ; (b) Photographie d'une découpe fraîche de l'échantillon testé au même endroit que dans le scan CT 2D indiquant les différentes phases : (1) matrice, (2) inclusions de sol, (3) graviers, (4) macropores, (5) matrice brunâtre

À titre d'illustration, le Tableau 27 résume les valeurs de densité réelle de la matrice, des inclusions de sol et des différents types de graviers différenciés visuellement sur les échantillons du site (estimées lors des tests de PIM). La comparaison entre les tomographies aux rayons X et les images réelles des coupes 2D montre que ni les graviers calcaires, ni les inclusions de sol apparaissent clairement par contraste dans la matrice (Fig. 131) en raison des densités trop proches autour de 2400 kg/m³.

 Tableau 27. Valeurs de la densité réelle des différentes phases composant les échantillons de DSM testés, dérivées de la porosimétrie par intrusion de mercure (PIM)

Phases	Matrice	Inclusions de sol	Calcaire	Quartz	Grès
Densité réelle (kg/m ³)	2432	2440	2450	2650	2700



Fig. 131. (a) Scan en tomographie aux rayons X à une position donnée dans l'éprouvettes de DSM ; (b) Photographie correspondante avec les différentes phases composant le matériau : (1) matrice, (2) inclusion de sol, (3) gravier de quartz orange, (4) gravier de calcaire jaune

L'image 3D des graviers autres que le calcaire ainsi que celle des macropores ont été reconstruites à partir des scans 2D en CT aux rayons X à l'aide du logiciel *Fiji-ImageJ* (Fig. 132). Les 2597 scans 2D acquis ont d'abord été convertis en niveaux de gris (8 bits). Ensuite, trois profils d'intensité lumineuse à trois endroits de la coupe 2D de la Fig. 130a ont été tracés afin de déterminer le seuil optimal en valeur de gris pour segmenter les différentes phases, c'est-à-dire les graviers (Fig. 133a), les macropores (Fig. 133b) et les inclusions de sol (Fig. 133c) de la matrice du matériau DSM. La Fig. 133a et Fig. 133b montrent que pour les graviers et les macropores, la présence d'un contraste suffisant a permis de définir deux seuils distincts. Cependant, la Fig. 133c montre que le niveau de gris est relativement constant entre la matrice et les inclusions de sol. Cela signifie que le sol non mélangé avec le ciment n'a pu être séparé de la matrice, même si l'interface sol-matrice était assez bien marquée via une augmentation de la porosité.



Fig. 132. Images 3D obtenues par la tomographie aux rayons X : (a) Graviers ; (b) Macropores de taille comprise entre 1 et 15 mm



Fig. 133. Trois profils en niveaux de gris tracés le long de trois lignes : (a) Matrice-graviers-matrice ; (b) Matrice-vides-matrice ; (c) Matrice-sol-matrice

Ainsi, malgré la résolution élevée des images, la tomographie aux rayons X n'a pas été capable de visualiser les inclusions de sol non mélangé et les graviers calcaires dans les échantillons de DSM testés provenant du site. Cette technique reste cependant efficace pour les échantillons de DSM contenant des inclusions de sol fabriqués en laboratoire auxquelles on incorpore un élément chimique plus lourd comme "traceur" pour créer un contraste de densité suffisamment élevé pour les distinguer par la tomographie. Parmi les agents de contraste testés dans la littérature, on trouve l'iode qui est largement utilisé dans l'étude de transport des fluides dans les bétons (Tidwell et al. 2000 ; Altman et al. 2004 ; Cavé et al. 2009).

La Fig. 134 montre un exemple de scan d'une éprouvette Ø50 fabriquée en laboratoire en incorporant 15 % d'inclusions de sol au sein d'une matrice sol-ciment avec des densités réelles de 2540 et 2300 kg/m³ respectivement. Contrairement à l'éprouvette prélevée sur site et testée précédemment, les inclusions de sol peuvent être distinguées de la matrice sol-ciment bien mélangée puis segmentées, compte tenu du contraste de densité. Cependant, ces inclusions peuvent dans ce cas être confondues avec les grains de sable ayant la même densité. De plus, la différence entre les inclusions de sol et les grains de sable réside dans le fait que l'interface est marquée entre la matrice et l'inclusion plutôt qu'entre la matrice et le sable.



Fig. 134. (a) Scan 2D en tomographie à rayons X d'une éprouvette de DSM confectionnée en laboratoire avec 15 % d'inclusions de sol incorporées dans une matrice sol-ciment bien mixée ; (b) Segmentation des différentes phases présentes dans l'éprouvette : (marron) inclusions de sol, (jaune) grains de sable et (bleu clair) macropores et bulles d'air occlues

5.2.2.2. Développement d'une méthode de caractérisation tridimensionnelle des inclusions de sol

Découpe et acquisition d'images

Comme la tomographie aux rayons X ne permet pas de reproduire l'image 3D des inclusions de sol sur des éprouvettes de chantier (image nécessaire pour modéliser les matériaux DSM), une nouvelle "méthode 3D" a été élaborée. Cette méthode consiste à découper l'éprouvette de DSM à l'aide d'une scie circulaire sous eau en tranches d'environ 3 mm d'épaisseur (Fig. 135a), après avoir effectué les essais mécaniques et hydrauliques prévus pour mesurer les propriétés du matériau. Les tranches fraîches ont été ensuite photographiées à l'aide d'un appareil photo Nikon D5600 sous un éclairage uniforme (Fig. 135b).

En ce qui concerne les éprouvettes utilisées pour mesurer les propriétés mécaniques, le test de résistance à la compression simple est interrompu à environ 90 à 95 % de la valeur de la force de rupture estimée après l'apparition du pic de la courbe contrainte-déformation. Cela permet d'éviter un endommagement excessif des éprouvettes, ce qui empêcherait la caractérisation des inclusions en utilisant la "méthode 3D". Pour garantir que les éprouvettes restent intactes lorsqu'elles sont découpées en tranches fines, un système de maintien a été mis en place. Ce système consiste en un moule en PVC avec des colliers de serrage métalliques à vis dans lesquels l'éprouvette est insérée (voir Fig. 135c).



Fig. 135. (a) Découpe des éprouvettes en tranches de 3 mm à l'aide d'une scie à matériaux sous l'eau ; (b) Acquisition d'images à l'aide d'un appareil photo numérique ; (c) Système de maintien conçu pour maintenir en place les éprouvettes ayant subi l'essai de résistance à la compression simple R_c

Segmentation

Contrairement aux scans de tomographie aux rayons X, qui sont souvent binaires ou ternaires en valeur de gris, les images de la caméra numérique sont généralement composées d'une grande variété de pixels avec une large gamme de couleurs en fonction des phases minérales présentes. Les observations visuelles ont permis d'estimer différents types de graviers aux couleurs variées, tels que le calcaire jaune, le quartz blanc ou orange et le grès marron ou ocre. L'identification de la valeur optimale du seuil permettant d'isoler les inclusions de sol a été tentée (Fig. 136) mais les différentes techniques de segmentation utilisées dans la littérature ne semblent pas adaptées au traitement des images des coupes fraîches du matériau DSM. Par exemple, la conversion des photos (Fig. 136a) en niveaux de gris (Fig. 136b) a entraîné une confusion entre les inclusions de sol et les graviers de quartz orange ou le grès marron, ce qui a empêché l'application de la segmentation en niveaux de gris. Même s'il était possible d'obtenir une image ternaire en ajustant la gamme de tons de l'image réelle, les inclusions de sol ainsi que les graviers de couleur orange et marron sont passés à la couleur rouge, comme observé sur la Fig. 136c. Même dans ce cas, la confusion entre les phases persiste.



Fig. 136. (a) Section rectangulaire d'une image photographiée de la coupe fraîche du DSM contenant : (1) matrice, (2) inclusions de sol, (3) quartz orange, (4) quartz blanc, (5) grès brun, (6) calcaire jaune ; (b) Même image transformée en niveaux de gris ; (c) Après ajustement de la gamme de tons de l'image

Étant donné que le traitement automatisé des images n'a pas donné des résultats exploitables, une nouvelle procédure de segmentation basée sur des logiciels de traitement d'images a été proposée, dans laquelle l'appréciation humaine fournit la différenciation des phases. La première étape de numérisation des inclusions a été réalisée avec le logiciel *Adobe Photoshop*. Elle consistait à sélectionner les inclusions de sol ainsi que les graviers (taille ≥ 2 mm) à l'aide de l'outil "Baguette Magique". Les deux types d'inclusions sélectionnés ont été

ensuite extraits de la matrice sur deux calques distincts. Pour différencier le sol et les graviers dans la matrice de DSM, trois couleurs ont été attribuées à chaque phase : bleu foncé pour la matrice, marron pour les inclusions de sol et jaune pour tous les graviers (Fig. 137b). Enfin, les deux calques ont été exportés séparément au format *.jpeg* ou *.png* et les images produites ont été vectorisées pour numériser les contours géométriques à l'aide du logiciel *Adobe Illustrator* (Fig. 137b) tout en calibrant l'échelle à 1 : 1. Les images vectorisées exportées au format *.dxf* sont compatibles et exécutables sur les logiciels de conception assistée par ordinateur CAO (*Autodesk AutoCAD* et *SolidWorks*).



Fig. 137. (a) Coupe rectangulaire d'une image photographiée de la coupe fraîche ; (b) Image ternaire vectorisée à l'aide du logiciel Adobe Illustrator pour générer des fichiers .dxf ; (c) Exemple de maillage à l'aide du logiciel COMSOL Multiphysics

Reconstruction en 3D

Une fois la segmentation obtenue sur les images 2D, il reste à reconstruire en 3D les éprouvettes de matériau DSM avec les 3 composantes identifiées. Les techniques de reconstruction 3D décrites dans les travaux scientifiques de la littérature dépendent beaucoup de l'espacement entre les images 2D que l'on empile pour produire un volume 3D. Si cet espacement est trop grand lors de la reconstruction, cela peut entraîner une apparence des inclusions en forme d'escalier comme illustré sur la Fig. 138. En conséquence, exporter ces formes avec une telle reconstruction grossière en fichiers *.stl* pour les utiliser dans le logiciel *COMSOL Multiphysics* peut générer des maillages très denses, ce qui aboutit à des fichiers volumineux et des calculs numériques très lents. Ce problème est particulièrement indésirable dans notre cas d'étude, qui implique un grand nombre d'inclusions de sol et de graviers avec des formes très complexes.



Fig. 138. Exemples d'inclusions de type graviers reconstruites en 3D à partir de scans en tomographie aux rayons X avec une taille de voxel de 250 μm présentant une apparence en forme d'escalier (éprouvette de DSM scannée en tomographie aux rayons X)

Ce chapitre présente donc une procédure de reconstruction 3D développée pour les échantillons DSM. Cette procédure est basée sur une fonction de lissage appelée "Boundary Boss Base" utilisée dans le logiciel *SolidWorks*. Cette fonction permet de créer une géométrie 3D à partir d'un ensemble d'esquisses 2D, même lorsque l'espacement entre les images est plus grand que ce que l'on trouve habituellement dans la tomographie aux rayons X ou dans les méthodes destructives classiques (Nagai et al. 1998 ; Yue et al. 2003). Les contours 2D des inclusions (sol ou graviers) ont ainsi été importés dans *SolidWorks* sur des plans préalablement créés à partir des espacements mesurés lors des découpes (Fig. 139a), puis la fonction de lissage a été utilisée pour remplir l'espace 3D délimité par deux contours 2D consécutifs ce qui permet au final de reproduire le volume de l'inclusion (Fig. 139e). Enfin, une image 3D des inclusions de sol et de graviers est générée au format *.stl* ou *.ply* (Fig. 139d). Le logiciel *Autodesk Netfabb* peut être utilisé pour déterminer le volume et la distribution de la taille des inclusions à partir de ce maillage 3D.



Fig. 139. (a) Profils 2D d'inclusions insérés dans leurs plans correspondants sur SolidWorks ; (b) Fonction "Boundary Boss Base" ; (c) Inclusion reconstruite en 3D ; (d) Exemple de maillage 3D d'une inclusion sur Autodesk Netfabb

La fraction volumique d'inclusions peut être estimée en calculant la somme des volumes élémentaires obtenus à partir de la surface des inclusions multipliée par l'épaisseur des coupes sans avoir à reconstruire leur image 3D. C'est le même principe qu'un calcul par empilement en transformant des pixels 2D en voxels 3D. Cependant, dans notre cas, la taille des voxels est d'environ 3 mm. La fraction P_{3D} correspond à la fraction du volume total d'inclusions V par rapport au volume total de l'éprouvette V_t en utilisant l'Eq. (5.1), où A_i est l'aire d'inclusions sur le profil i et e_i est l'épaisseur de la découpe i mesurée lors de découpage.

$$P_{3D} = 100 \times \frac{V}{V_t} = 100 \times \frac{\sum_{i=1}^{N} A_i e_i}{V_t}$$
(5.1)

Validation de la "méthode 3D"

L'échantillon de DSM scanné par tomographie aux rayons X a été caractérisé par la "méthode 3D" développée dans cette étude. Les deux images 3D des graviers obtenus ont été comparées selon trois critères afin de valider la "méthode 3D", à savoir la fraction volumique, l'aire de la zone d'ombre et la distribution granulométrique. La Fig. 140a-b montre deux images 3D des graviers obtenues par les méthodes non destructive (tomographie) et destructive (découpe successive). A partir de ces images 3D, on obtient à l'aide de logiciel *Autodesk Netfabb* des fractions volumiques de 6 % et 6,2 % respectivement. La légère différence constatée entre les deux valeurs peut être due au fait que les graviers calcaires n'ont pas été reconstruits dans le cas de la tomographie aux rayons X. La fraction volumique des graviers calculée par l'Eq. (5.1) est d'environ 6,4 %. Il s'avère que cette estimation est supérieure au volume total des inclusions en raison de la forme en escalier considérée dans le calcul des volumes élémentaires. La zone d'ombre des images 3D a également été comparée. Elle est basée sur la projection orthogonale des graviers sur le plan inférieur des géométries 3D (Fig. 140a-b). Cette zone, qui fournit la disposition des formes 3D créées dans l'espace de l'échantillon, représente 63,7 % et 66,3 % de la section transversale de l'échantillon reconstruit par la tomographie et par la "méthode 3D", respectivement.



Fig. 140. (a) Image 3D des graviers obtenue par tomographie aux rayons X ; (b) Image 3D des mêmes graviers obtenue par la "méthode 3D" ; (c) Distribution cumulative de la taille des graviers dans les deux images 3D

Enfin, la distribution de la taille des graviers pour les deux images reconstruites en 3D, a été déterminée à l'aide du logiciel *Autodesk Netfabb* et présentée dans la Fig. 140c. Une superposition des deux courbes peut être observée lorsque la taille des graviers est supérieure ou égale à 2 mm. Comme prévu, les graviers d'une

taille de 1 mm ne sont pas pris en compte par la "méthode 3D" en raison de la résolution de l'image. La quantité de graviers d'une taille de 3 mm est quant à elle légèrement plus élevée lors de l'analyse des géométries obtenues par la "méthode 3D" par rapport à l'image issue de la tomographie. Ceci peut être attribué au fait qu'à une certaine position sur l'axe y, des graviers d'une taille de 2 mm sur le plan (x, z) peuvent avoir une taille de 3 mm après reconstruction, cette taille correspondant à l'épaisseur de la tranche.

5.3. Caractérisation des inclusions : analyse des résultats

Les paragraphes suivants offrent une analyse approfondie des résultats issus de la caractérisation des inclusions de sol et des graviers sur plus de 150 éprouvettes de DSM prélevées par des sondages carottés sur cinq chantiers de construction en France où le procédé de DSM a été utilisé. Deux tailles d'éprouvettes ont été caractérisées (Fig. 124), à savoir des éprouvettes de Ø50 et Ø100 destinées respectivement aux essais de perméabilité à l'eau et de résistance à la compression simple. Une comparaison des différentes méthodes de caractérisation est effectuée, et en examinant les contraintes rencontrées, de nouvelles approches facilitant la caractérisation des inclusions sont proposées. Enfin, la distribution de la taille des inclusions (2D et 3D), dans les éprouvettes cylindriques ainsi que dans le cas d'un bloc d'écran étanche, est discutée.

5.3.1. Evaluation de la fraction volumique des inclusions

5.3.1.1. Comparaison entre les méthodes de caractérisation d'inclusions

Les fractions volumiques des inclusions (sol et graviers) évaluées selon la "méthode 1D" développée par Denies et al. (2012), la "méthode 2D" améliorée par Amrioui et al. (2022), et la "méthode 3D" développée dans ce chapitre, sont tracées sur la Fig. 141. Indépendamment de la méthode d'évaluation et de l'origine des échantillons, la quantité d'inclusions de sol non mélangé et de graviers varie entre 0 et 48 %. Tout d'abord, la comparaison entre les deux méthodes non destructives "1D" et "2D" montre que les pourcentages linéaires sont plus élevés que les pourcentages surfaciques (Fig. 141a). Ensuite, la comparaison entre ces pourcentages et les pourcentages volumiques évalués en utilisant la "méthode 3D" montre, comme attendu, des résultats très dispersés sans lien direct entre les méthodes "1D" (Fig. 141b) ou "2D" (Fig. 141c) et la "méthode 3D", considérée ici comme la référence compte tenu des liens montrés précédemment avec la tomographie aux rayons X qui inspectent de manière "réaliste" les inclusions présentes. De plus, la "méthode 1D" manuelle, connue pour sa simplicité, surestime les pourcentages de manière plus importante que la "méthode 2D". En conclusion, les méthodes 3D considérée comme une référence plus réaliste, et le développement d'une nouvelle méthode plus simple, plus pratique et plus réaliste se justifie.



Fig. 141. (a) Fractions surfaciques P_{2D} versus fractions linéaires P_{1D} des inclusions évaluées sur la surface latérale des éprouvettes de DSM ; (b) et (c) Fractions volumiques (P_{3D} et P'_{3D}) versus fractions linéaires P_{1D} et surfaciques P_{2D} des inclusions respectivement (PS : pour avoir une base de données plus grande pour une meilleure comparaison, certaines fractions volumiques P'_{3D} ont été évaluée en utilisant des méthodologies simplifiées fiables qui seront présentées dans les paragraphes suivants)

5.3.1.2. Vers de nouvelles méthodes de caractérisation d'inclusions plus pratiques

La base de données élaborée à l'aide de la "méthode 3D" sur 26 éprouvettes, incluses dans la Fig. 141, a été utilisée pour alimenter une approche statistique comme une étape vers le développement d'une nouvelle méthode 3D notée "méthode 3D simplifiée". En effet, les fractions volumiques P_{3D} ont été déterminées à partir des découpes d'une épaisseur moyenne de 3 mm. De nouvelles fractions volumiques P'_{3D} ont été calculées à partir de la même base de données en considérant des épaisseurs supérieures à 3 mm soit 10, 15, 20, 25, 30, 35, 40, 45 mm. L'objectif était d'appliquer le principe stéréologique de Delesse cité par Weibel (1981), pour évaluer de manière non biaisée la fraction d'inclusions en utilisant moins de découpes possibles, c'est-à-dire de faire la moyenne des pourcentages 2D sur 4 à 18 images photographiées au lieu de 50 voire 65 images par éprouvette de 20 cm de haut. Pour cela on utilise l'Eq (5.4) dérivée de l'Eq. (5.1).

$$P_{3D}' = 100 \times \frac{\sum_{i=1}^{N} A_i e_i}{V_t} = 100 \times \frac{\sum_{i=1}^{N} A_i e_i}{\sum_{i=1}^{N} S e_i} = 100 \times \frac{\sum_{i=1}^{N} A_i e_i}{S \sum_{i=1}^{N} e_i}$$
(5.2)

où A_i est l'aire des inclusions sur le profil *i* et *S* est la section de l'éprouvettes de DSM. Lors du processus de sciage, l'épaisseur des découpes e_i était relativement constante, de sorte que le dénominateur de l'Eq. (5.2), à savoir $S \sum_{i=1}^{N} e_i$, peut être simplifié et ramené à $SN(e_i, H)e_i$, où $N(e_i, H)$ représente le nombre de découpes ou d'images traitées comme une fonction de l'épaisseur e_i et de la hauteur *H* de l'éprouvette. L'Eq. (5.2) peut être réécrite comme suit :

$$P_{3D}'(e_i) = 100 \times \frac{\sum_{i=1}^{N} A_i e_i}{SN(e_i, H)e_i} = 100 \times \frac{e_i \sum_{i=1}^{N} A_i}{SN(e_i, H)e_i} = 100 \times \frac{\sum_{i=1}^{N} A_i}{SN(e_i, H)}$$
(5.3)

Le pourcentage surfacique des inclusions sur le profil *i*, noté par P_{2D}^{i} , est défini comme le rapport entre l'aire des inclusions A_i sur le profil *i* et la surface totale de la découpe qui correspond à la section transversale de l'éprouvette *S*. En conséquence, l'Eq. (5.3) peut être exprimée de la manière suivante :

$$P_{3D}'(e_i) = 100 \times \frac{\sum_{i=1}^{N} P_{2D}^{i'}}{N(e_i, H)}$$
(5.4)

Les fractions surfaciques des inclusions P_{2D}^{i} évaluées sur les découpes espacées de e_i le long de l'axe y des éprouvettes sont dérivées des courbes montrées sur la Fig. 142b-c. Il est important de souligner que la fraction surfacique P_{2D}^{i} ne correspond pas à la fraction surfacique P_{2D} mentionnée dans le paragraphe (5.2.1.4). En effet, la première a été déterminée à partir de la surface transversale des découpes, tandis que la seconde a été calculée en se basant sur la surface latérale des éprouvettes cylindriques de DSM.



Fig. 142. (a) Illustration d'une éprouvette de DSM contenant des inclusions de sol non malaxé (en marron) et des graviers (en jaune) avec la direction y (axe de l'éprouvette) considérée dans les profils de fractions surfaciques ; (b)-(c) Variation de la fraction surfacique P'_{2D} des inclusions selon la direction y le long de l'axe de l'éprouvette et comparaison entre les fractions volumiques estimées à des épaisseurs de 3, 30 et 45 mm : (b) cas d'une éprouvette de DSM réelle et (c) cas d'une éprouvette "artificielle" avec une distribution de la fraction surfacique P'_{2D} associée représentée par un polynôme de degré 20

Les fractions volumiques P'_{3D} obtenues ont ensuite été comparées aux fractions réelles P_{3D} , comme montré sur la Fig. 143. Les points en gris représentent les fractions volumiques 3D calculées à partir des courbes de fraction surfacique 2D en fonction de la position y de la découpe le long de l'axe de l'échantillon, comme décrit par Weibel (1981). Les courbes $P'_{2D} = f_n(y)$ de la Fig. 142c ont été établies à partir de polynômes f_n de degré *n* supérieur ou égal à 20 afin de reproduire le même aspect aléatoire que celui observé dans les profils de fractions surfaciques 2D des inclusions de sol et des graviers ($P'_{2D} = g(y)$ de la Fig. 142b). Ces résultats montrent finalement que, même avec des découpes plus épaisses ($10 \le e \le 45$ mm), les pourcentages de volume des inclusions restent relativement inchangés notamment pour des épaisseurs ≤ 30 mm. Cela signifie que l'on peut considérablement réduire le temps nécessaire pour évaluer les fractions volumiques 3D des inclusions.



Fig. 143. Fractions volumiques réelles P_{3D} d'inclusions calculées en considérant toutes les découpes de 3 mm versus fractions volumiques d'inclusions P'_{3D} calculées à partir de découpes espacées de : (a) 10 mm, (b) 15 mm, (c) 20 mm, (d) 25 mm, (e) 30 mm, (f) 35 mm, (g) 40 mm, (h) 45 mm

Malgré les avantages offerts par l'approche simplifiée qui permet de passer des découpes avec une épaisseur de 3 mm à des découpes de 2 à 3 cm, réduisant ainsi le temps nécessaire pour déterminer les fractions volumiques d'inclusions dans les éprouvettes de DSM, cette méthode reste relativement longue car elle ne peut être réalisée que par analyse d'images. Cela nécessite donc des équipements en matériels et logiciels, aussi cela rend la méthode inapplicable sur chantier. Par conséquent, le développement d'une nouvelle méthodologie facile et rapide à utiliser sur site serait l'idéal, tout en obtenant bien évidemment des fractions volumiques d'inclusions proches de la réalité.

La nouvelle méthode, désignée par la "méthode 3D de chantier", repose sur le même principe stéréologique que la "méthode 3D simplifiée", mais en déterminant les fractions 1D sur les découpes plutôt que les fractions 2D. Cela implique de mesurer la longueur cumulée des inclusions traversées par deux lignes perpendiculaires tracées arbitrairement sur la surface transversale des découpes (Fig. 144b). En utilisant l'Eq. (5.5), la fraction linéaire d'inclusions $P'_{1D}(e_i)$ pour chaque découpe d'épaisseur e_i est déterminée en rapportant la longueur cumulée $\sum_{j=1}^{M} L_j$ des *M* inclusions de sol ou des graviers à la longueur totale des deux lignes de mesure tracées sur la découpe, qui représentent deux fois le diamètre *D* de l'éprouvette.

$$P_{1D}'(e_i) = 100 \times \frac{\sum_{j=1}^{M} L_j}{2 \times D}$$
(5.5)

Il convient de souligner que la fraction linéaire d'inclusions $P'_{1D}(e_i)$ diffère de la fraction P_{1D} mentionnée dans l'Annexe (5). La première correspond au pourcentage 1D calculé à partir de deux lignes perpendiculaires tracées sur chaque découpe d'épaisseur e_i , tandis que la seconde est le pourcentage 1D estimé à partir de quatre lignes parallèles tracées sur la surface latérale des éprouvettes cylindriques de DSM.



Fig. 144. Illustration du principe de la nouvelle méthode de quantification des inclusions appelée "méthode 3D de chantier"

Dans un premier temps, afin de déterminer l'épaisseur optimale pour les découpes dans la nouvelle procédure, une analyse a été menée sur des images traitées antérieurement. Ces images ont été obtenues à partir de la découpe en tranches de 3 mm d'épaisseur d'une éprouvette de DSM, dans laquelle la fraction volumique réelle P_{3D} a déjà été déterminée dans le paragraphe (5.2.2.2). Pour cela, de nouvelles fractions volumiques $P_{3D}''(e_i)$ ont été estimées en utilisant l'Eq. (5.6) avec des épaisseurs e_i de 10, 15, 20, 25, 30, 35, 40, 45 et 50 mm.

$$P_{3D}^{\prime\prime}(e_i) = 100 \times \frac{\sum_{i=1}^{N} P_{1D}^{i}}{N(e_i, H)}$$
(5.6)

La variation des nouvelles fractions volumiques $P_{3D}''(e_i)$ d'inclusions de sol et de graviers en fonction de l'épaisseur des découpes considérées est représentée dans la Fig. 145. Ces fractions ont été comparées à la fraction volumique réelle P_{3D} estimée en utilisant l'Eq. (5.1). Les résultats ont montré une surestimation de 1,4 fois de la fraction $P_{3D}''(e_i)$ pour toutes les épaisseurs considérées, que ce soit pour les inclusions de sol ou pour les graviers. Ainsi, pour une meilleure estimation de la quantité des inclusions, une modification a été apportée à l'Eq. (5.6) en introduisant un facteur de 1,4 dans le dénominateur, ce qui a donné l'Eq. (5.7).

$$P_{3D}^{\prime\prime\prime}(e_i) = 100 \times \frac{\sum_{i=1}^{N} P_{1D}^{i}}{1.4 \times N(e_i, H)}$$
(5.7)

Sur la même figure, l'Eq. (5.7) a permis d'obtenir des fractions volumiques d'inclusions de sol et de graviers (Fig. 145a et Fig. 145b respectivement) très proches des fractions réelles P_{3D} , notamment lorsque l'épaisseur des découpes est inférieure ou égale à 30 mm.



Fig. 145. Fractions volumiques $P_{3D}'(e_i)$ et $P_{3D}''(e_i)$ en fonction de l'épaisseur des découpes e_i et comparées aux fractions volumiques réelles P_{3D} : (a) Inclusions de sol ; (b) Graviers

Dans un second temps, en se basant sur les résultats de l'analyse précédente, une épaisseur de 2 cm a été choisie pour appliquer les méthodes 3D de chantier (avec ou sans modification) sur 26 éprouvettes de site (15 éprouvettes de SC1-M, 1 éprouvette de SC2-S et 10 éprouvettes de SC4-S) afin de déterminer les fractions volumiques d'inclusions de sol et de graviers. Ce travail doit servir à valider la nouvelle méthode proposée sur un plus vaste échantillonnage de matériaux DSM. Ainsi, les fractions $P''_{3D}(2 cm)$ et $P''_{3D}(2 cm)$ estimées en utilisant l'Eq. (5.6) et l'Eq. (5.7) respectivement ont été comparées aux fractions volumiques réelles obtenues par la "méthode 3D" classique [Eq. (5.1)]. Les résultats obtenus montrent que l'Eq. (5.6) surestime les pourcentages volumiques d'inclusions de sol et de graviers sur la majorité des éprouvettes de DSM testées (Fig. 146a), tandis que la "méthode 3D de chantier – modifiée" donne des résultats bel et bien cohérents avec la "méthode 3D" classique basée sur l'analyse d'images et considérée ici comme étant une référence proche de la réalité, comme montré sur la Fig. 146b.



Fig. 146. Comparaison entre les fractions volumiques réelles P_{3D}[3 mm] estimées par la "méthode 3D" et les nouvelles fractions volumiques : (a) P''_{3D}[2 cm] estimées par la "méthode 3D de chantier"; (b) P''_{3D}[2 cm] estimées par la "méthode 3D de chantier – modifiée"

5.3.1.3. Discussion sur les limites et avantages des méthodologies développées

Dans la littérature et dans ce chapitre, diverses approches ont été proposées pour caractériser les inclusions de sol et les graviers dans les matériaux DSM provenant de chantier. Cependant, certaines de ces méthodes reposent sur des hypothèses remises en question durant cette étude, tandis que d'autres sont basées sur des techniques d'analyse d'images et des logiciels spécifiques, ou encore sur des principes stéréologiques. Bien que chacune de ces approches présente des avantages et des inconvénients, le défi consistait à élaborer une ou plusieurs procédures d'essai permettant une quantification rapide et facile des hétérogénéités des matériaux DSM sur chantier, sans avoir recours à des matériels spécialisés, tout en obtenant des résultats proches de la réalité. Ce paragraphe met en évidence les principales difficultés liées à la caractérisation des inclusions, à savoir l'effet de la taille des éprouvettes sur les estimations des pourcentages d'inclusions, ainsi que la disparition de la coloration bleu-vert d'origine de la matrice à base du ciment au laitier, tout en proposant des solutions pour les surmonter.

"Méthode 2D" et "Méthode 3D" : effet du diamètre de carottage

Les résultats présentés dans la Fig. 141c ont mis en évidence que la "méthode 2D" appliquée sur la surface latérale des éprouvettes présente des biais lors de l'estimation des fractions volumiques des inclusions. Afin d'explorer d'autres biais liés à un effet d'échelle, c'est-à-dire au diamètre des éprouvettes testées, les fractions surfaciques $P_{2D}[\emptyset100]$ estimées sur les éprouvettes de $\emptyset100$, ont été comparées à celles estimées sur la surface latérale des éprouvettes de $\emptyset50$ (soit $P_{2D}[\emptyset50]$) après recarottage de ces dernières. Un recarottage est illustré dans la Fig. 147a (les éprouvettes de $\emptyset100$ ont été recarottées initialement en laboratoire pour obtenir des éprouvettes de $\emptyset50$ afin de réaliser des essais de perméabilité à l'eau). Les résultats tracés sur la Fig. 147b révèlent que les fractions surfaciques des éprouvettes $\emptyset50$ sont plus élevées que celles estimées sur les éprouvettes de $\emptyset100$. La "méthode 2D" est donc influencée par le diamètre des éprouvettes de DSM compte tenu également de la taille respective des inclusions de sol et des graviers.



Fig. 147. (a) Recarottage des éprouvettes de Ø100 (Ext) en Ø50 (Int) pour réaliser les essais de perméabilité à l'eau ; (b) Comparaison entre les fractions surfaciques estimées par "méthode 2D" sur la surface latérale des éprouvettes de Ø100 et de Ø50

Dans le but d'évaluer l'effet de ce recarottage sur l'estimation des fractions non seulement surfaciques P_{2D} mais également volumiques P_{3D} des inclusions de sol et des graviers, quatre éprouvettes parfaites de diamètres 100 mm et de hauteur 100 mm ont été conçues à l'aide du logiciel *SolidWorks*. Ces éprouvettes comprennent des inclusions sphériques et cubiques de 15 mm de diamètre et d'arête (taille arbitraire), respectivement, arrangées de manière très uniforme en lits parallèles ou en quinconce (Fig. 148). Bien que ces configurations puissent ne pas être réalistes, cette approche permet d'analyser l'impact du diamètre de recarottage sur les valeurs estimées des fractions surfaciques et volumiques des inclusions dans les éprouvettes de DSM provenant du site.



Fig. 148. Quatre éprouvettes cylindriques contenant des inclusions de formes différentes et disposées de différentes manières sont représentées de gauche à droite : (1) Sphères de taille identique disposées en parallèle ; (2) Sphères de taille identique disposées en quinconce ; (3) Cubes de taille identique disposés en parallèle ; (4) Cubes de taille identique disposés en quinconce

A l'aide du logiciel *SolidWorks*, une série de recarottages centrés à différents diamètres (20, 25, 30, 35, 40, 45, 50, 55, 60, 65, 70, 75, 80, 85, 90, 95 mm) a été réalisée sur les quatre configurations d'inclusions, et les fractions surfaciques P_{2D} et volumiques P_{3D} des inclusions ont été évaluées. Ensuite, ces fractions ont été représentés en fonction du diamètre de recarottage, comme décrit en détail dans l'Annexe (6). Les résultats issus de cette analyse ont révélé que la fraction volumique des inclusions P_{3D} reste relativement stable lorsque les éprouvettes de Ø100 sont recarottées en diamètres plus petits, en particulier pour les diamètres supérieurs à 50 mm, correspondant au diamètre des éprouvettes de perméabilité. De plus, ces résultats ont également mis en évidence que les fractions surfaciques des inclusions P_{2D} varient significativement avec le diamètre de recarottage, en raison du fait que l'aire des inclusions observées sur la surface latérale des éprouvettes dépend fortement de l'endroit où l'outil de carottage traverse les inclusions, ce qui pourrait expliquer potentiellement les résultats présentés dans la Fig. 147b.

Par ailleurs, étant donné que la distribution des tailles et la répartition des inclusions dans les éprouvettes de DSM provenant de site ne sont pas uniformes, contrairement aux quatre configurations présentées dans la Fig. 148, l'effet du carottage sur la fraction surfacique et la fraction volumique des inclusions de sol et de graviers est plus complexe à étudier ce qui nécessite une évaluation précise. Dans cette optique, les images 3D des deux types d'inclusions (4 éprouvettes de SC1-M, 4 éprouvettes de SC4-S et 1 éprouvette de SC2-S), reconstruites en utilisant la "méthode 3D", ont été utilisées pour simuler une série de recarottage centré avec des diamètres de 70, 50 et 40 mm dans le logiciel *SolidWorks*, comme illustré dans la Fig. 149.



Fig. 149. Exemple de recarottage en éprouvettes de Ø70, Ø50 et Ø40 d'une éprouvette de Ø100 reconstruite en 3D et contenant uniquement des inclusions de sol non malaxé

Les fractions surfaciques P_{2D} et volumiques P_{3D} des inclusions de sol et des graviers, calculées à l'aide du logiciel *SolidWorks*, ont été tracées en fonction du diamètre de recarottage [voir les détails dans l'Annexe (6)]. Les résultats obtenus ont mis en évidence que les fractions volumiques P_{3D} des deux types d'inclusions varient moins que les fractions surfaciques P_{2D} lorsque l'éprouvette de Ø100 est recarottée à des diamètres plus petits (Ø70, Ø50 et Ø40), ce qui est cohérent avec les résultats précédemment obtenus sur les quatre configurations artificielles des inclusions. Cependant, dans certain cas, cette fraction volumique P_{3D} augmente ou diminue en fonction du diamètre de recarottage. Ces variations peuvent être attribuées à la distribution de la taille et la répartition aléatoire des inclusions dans les éprouvettes. En effet, l'augmentation de la fraction P_{3D} est associée à l'exclusion de la matrice lors de recarottage centré, en raison de la concentration des grandes inclusions vers le centre de ces éprouvettes, tandis que la diminution de P_{3D} résulte de l'exclusion des grandes inclusions près de la surface des éprouvettes lors de recarottages [voir la Fig. 309 dans l'Annexe (6)].

En conclusion, ces résultats revêtent une grande importance, car ils ont révélé que la "méthode 2D" est sujette à un effet d'échelle plus prononcé dû au recarottage des éprouvettes de DSM que la "méthode 3D". De plus, bien que la fraction volumique des inclusions P_{3D} demeure relativement stable en fonction du diamètre de recarottage, il est préférable de ne pas extrapoler directement ces fractions entre les différentes éprouvettes de chantier étant donné la complexité des inclusions de sol et des graviers qu'elles contiennent.

"Méthode 3D" : effet de la disparition de la coloration bleu-vert de la matrice

Pour appliquer la "méthode 3D" classique aux éprouvettes de DSM provenant du site, il est important que la matrice sol-ciment bien mixée, initialement teintée en bleu-vert, conserve cette coloration pendant la phase de maturation ou de conservation des éprouvettes. Cela permet de distinguer facilement les inclusions de sol et les graviers lors de la segmentation des images. Or, la coloration bleu-vert est observée essentiellement dans les matériaux à base de ciment aux laitiers de haut fourneau (Szymkiewicz 2011 ; Guimond-Barrett 2013 ; Helson 2017 ; De Filippis 2021 ; Hessouh 2021) et peut même être considérée comme un marqueur de la présence de laitier dans le liant hydraulique. Cependant, dans le cadre de cette thèse, la disparition de cette coloration a été observée à la surface des éprouvettes de DSM confectionnées en laboratoire à partir de CEM III/C et ce après quelques heures d'exposition à l'air libre. Cette coloration persiste cependant bien plus longtemps au cœur du matériau.

Pour mieux comprendre l'origine de ce changement de couleur, Izoret et Le Cornec (2017) ont avancé différentes hypothèses pour expliquer l'origine de la teinte bleu-vert observée dans les matériaux à base de ciment au laitier, telles que la formation d'un aluminate de fer contenant des ions sulfures S²⁻ (Vernet 1982), la présence de chrome, la formation de sulfures de fer (FeS) et de manganèse (MnS) (FEBELCEM 2000), l'oxydation de sulfures de fer en sulfates de fer hydratés de type sidérotile (FeSO₄,5H₂O) et mélantérite (FeSO₄,7H₂O) (Sioulasa et Sanjayan 2001), le changement d'état d'oxydation du soufre indépendamment de la carbonatation (Borges et al. 2010), ou encore la présence d'un minéral avec du fer sous forme de rouille verte (Schwab et al. 2006). De plus, les auteurs ont souligné que cette coloration ne peut se produire qu'en l'absence d'oxygène (conditions anoxiques), comme c'est le cas lors de la construction avec coffrage ou pour les écrans en DSM enterrés dans le corps des digues en terre. De Filippis (2021) indique également que la

teinte bleu-vert observée dans le mélange de sol et de ciment aux laitiers est attribuable à la présence d'ions sulfures tels que S^{2-} ou S^{3-} , comme mentionné par Vernet (1982). Ces ions sulfures ne sont pas oxydés car ils présentent des charges compensées par des ions alcalins ce qui forme des composés chimiques qui ne s'oxydent pas. Cela explique en partie pourquoi la coloration bleu-vert ne se manifeste qu'en l'absence d'oxygène.

Pour notre étude, les éprouvettes de DSM provenant de site ont été maintenues dans des conditions endogènes dès leur arrivée au laboratoire, conformément à la description donnée dans le paragraphe (2.2.2). Cependant, malgré ces précautions, certaines de ces éprouvettes ont présenté une coloration brune partielle ou totale au niveau de la matrice sol-ciment, comme illustré sur la Fig. 150. Seules les éprouvettes provenant des sondages carottés SC1-M, SC2-S et SC4-S ont conservé leur coloration initiale, comme indiqué sur les figures Fig. 150a, Fig. 150b et Fig. 150e, respectivement. En se basant sur des investigations microstructurales, des explications à ce phénomène sont avancées plus loin dans le chapitre (6).



Fig. 150. Images de la section transversale des éprouvettes de site : (a) SC1-M, (b) SC2-S, (c) SC3-R, (d) SC4-G, (e) SC4-G, (f) LA

Comme la "méthode 3D" classique ne peut être utilisée dans le cas des matériaux SC3-R, SC4-G et LA, compte tenu de la disparition de la coloration bleu-vert, la "méthode 3D simplifiée" a été testée pour évaluer la fraction volumique des inclusions de sol et des graviers dans 8 éprouvettes moulées sur le site LA et conservées en laboratoire dans des conditions endogènes. Cette méthode a été appliquée aux éprouvettes après avoir effectué

l'essai de résistance à la compression, qui provoque systématiquement des fissures. Pour ce faire, les éprouvettes ont été recouvertes de trois couches de ruban adhésif sur leur surface latérale (Fig. 151a). Ensuite, des tranches de 3 cm d'épaisseur ont été découpées à l'aide d'une scie circulaire (Fig. 151c).



Fig. 151. (a) Eprouvettes entourées de trois couches de ruban adhésif pour éviter l'endommagement lors du sciage ; (b) Repères de sciage tracés sur l'éprouvette ; (c) Découpes de 3 cm d'épaisseur réalisées selon les repères tracés

Les découpes obtenues (Fig. 152a) ont été laissées à sécher à l'air libre pendant une semaine, comme montré sur la Fig. 152b. Pendant cette période, la matrice sol-ciment bien mélangée a subi une carbonatation et une couche de carbonate de calcium s'est formée à la surface du matériau. Par conséquent, la phase matricielle a pris une teinte plus claire, tendant vers le blanc, tandis que les inclusions de sol ont conservé leur couleur naturelle brune. Cette modification de la teinte au séchage facilite le traitement des images (comme indiqué sur la Fig. 153) permettant de déterminer les fractions volumiques P'_{3D} ou même P''_{3D} avec précision.



Fig. 152. (a) 8 éprouvettes de LA découpées ; (b) Exposition des découpes à l'air libre pour séchage



Fig. 153. (a) Image de la section transversale d'une découpe initiale ; (b) Après exposition à l'air libre pendant 1 semaine ; (c) La même découpe après traitement d'images

5.3.1.4. Discussion sur les méthodes de caractérisation des inclusions dans le matériau DSM

En se basant sur les travaux de caractérisation d'inclusions de sol et de graviers effectués dans le cadre de cette thèse sur des éprouvettes de DSM issues de différents sites de construction en France, où les propriétés des sols traités et les paramètres de formulation (dosage en ciment/chaux, dosage en eau, énergie de malaxage) varient, les différentes méthodologies utilisées pour caractériser les inclusions de sol non mixé ont été comparées en termes de rapidité et de fiabilité. La Fig. 154 donne un aperçu du temps approximatif nécessaire pour mettre en œuvre chaque procédure sur une éprouvette de DSM de taille décimétrique, en prenant en compte les différentes étapes telles que la découpe, la prise et le traitement d'images, les mesures manuelles en laboratoire et la reconstruction en 3D.



Fig. 154. Ordre de grandeur du temps approximatif nécessaire pour mettre en œuvre chaque procédure de caractérisation d'inclusions sur une éprouvette de DSM de taille décimétrique en prenant en compte les différentes étapes

Le Tableau 28 récapitule les différentes méthodologies présentées dans ce chapitre, en mettant en évidence les principaux avantages et limites de chaque méthode.

Méthode	Avantages	Limites	
Méthode 3D	 Reconstruction d'images 3D pour visualiser la forme et la disposition spatiale des inclusions au sein des éprouvettes de DSM. Obtention de fractions volumiques 3D d'inclusions qui se rapprochent de la réalité (avec une précision de 3 % par rapport à la tomographie aux rayons X). Obtention de fractions volumiques 3D d'inclusions sans besoin de reconstruire leur image 3D. Caractérisation de la distribution de la taille réelle des inclusions en 3D. Création d'un maillage 3D pour effectuer des simulations numériques. 	 Procédure chronophage (incluant le découpage et le traitement d'images). Requiert l'utilisation de matériel et de logiciels spécifiques. Prend en compte uniquement les inclusions d'une taille ≥ 2 mm. Les formes des inclusions sont plus lisses et arrondies par rapport à la tomographie aux rayons X. Non adaptée aux matériaux présentant un brunissement dans la matrice sol-ciment. 	
Méthode 2D	 Génération de géométries 2D compatibles avec les logiciels de simulation numérique. Caractérisation de la distribution de taille des inclusions en 2D sur la surface externe des éprouvettes de DSM. Création d'une base de données de formes 2D d'inclusions permettant de prédire les formes 3D grâce à l'intelligence artificielle. 	 La procédure est relativement longue en raison de la prise et du traitement d'images. Les fractions surfaciques 2D ne sont pas représentatives de la réalité. Immersion des éprouvettes pendant 1 heure dans l'eau pour mettre en évidence les inclusions de sol. 	

Tableau 28. Avantages et limites des méthodes de caractérisation d'inclusions développées dans la littérature et dans le cadre de cette thèse
Méthode 3D simplifiée	 Obtention de fractions volumiques 3D d'inclusions qui se rapprochent de la réalité en traitant un nombre réduit d'images (4 à 18) par éprouvette, par rapport à l'utilisation de 50 voire 65 images. Ne nécessite pas la reconstruction d'inclusions en 3D. Applicable aux matériaux ayant subi un brunissement dans la matrice sol-ciment. 	 Nécessite l'utilisation de matériel et de logiciels spécifiques. La procédure est relativement longue en raison de découpage, séchage (si brunissement de la matrice), de prise et du traitement d'images. Non applicable sur chantier
Méthode 3D de chantier	 Obtention de fractions volumiques 3D d'inclusions qui se rapprochent de la réalité manuellement sur un nombre réduit découpes (4 à 18) par éprouvette, par rapport à l'utilisation de 50 voire 65 découpes. Ne nécessite pas la reconstruction d'inclusions en 3D. Procédure rapide et applicable sur chantier. Ne nécessite pas l'utilisation de matériel et de logiciels spécifiques. 	 En cas de brunissement de la matrice sol-ciment, les découpes doivent être laissées à sécher pendant quelques heures à quelques jours.
Méthode 1D	 Procédure très rapide et applicable sur chantier. Ne nécessite pas l'utilisation de matériel et de logiciels spécifiques. 	 Les fractions linéaires 1D ne sont pas représentatives de la réalité.

5.3.2. Distribution de la taille des inclusions

Plusieurs analyses de la distribution de la taille des inclusions ont été réalisées dans cette étude, comprenant une analyse 2D sur la surface latérale déroulée des éprouvettes cylindriques de DSM prélevées par sondages carottés [carottes SC1-M, SC2-S, SC3-R, SC4-G et SC4-S, comme détaillé dans l'Annexe (7)], une analyse 3D sur les images 3D de certaines éprouvettes de DSM reconstruites à l'aide de la "méthode 3D" [Annexe (8)], une analyse 2D sur la section transversale des éprouvettes moulées à l'état frais sur le site LA, avec ou sans criblage du matériau DSM frais au tamis de 2 cm [Annexe (9)], ainsi qu'une analyse 2D sur des blocs en DSM de grande taille [Annexe (10)]. Les étapes et les résultats détaillés de ces analyses sont exposées dans les annexes correspondantes mentionnées précédemment. Les prochains paragraphes synthétisent les résultats obtenus et les principales conclusions pouvant être tirées.

5.3.2.1. Analyse 2D sur les images déroulées des éprouvettes de DSM

Pour déterminer la distribution de la taille des inclusions en 2D, la méthode du diamètre équivalent utilisée par Sumanasooriya et Neithalath (2009) a été appliquée aux images de la surface déroulée des éprouvettes de chantier après segmentation (voir Fig. 127b) sur le logiciel *ImageJ*, comme détaillé dans l'Annexe (7). Cette analyse 2D n'a pas été effectuée sur les éprouvettes provenant du site LA, car ces dernières ont été moulées sur place. Par conséquent, en raison de l'effet de paroi, les inclusions ne sont pas visibles à la surface latérale des éprouvettes après le démoulage, contrairement aux éprouvettes issues de sondage carotté où les inclusions ont été traversées par le carottier (carottes SC1-M, SC2-S, SC3-R, SC4-G et SC4-S).

Les résultats obtenus, qui sont présentés sous forme d'histogrammes dans l'Annexe (7), ont révélé que la distribution de la taille des inclusions de sol était relativement similaire pour toutes les carottes, en particulier lorsque la taille d'inclusions était inférieure à 15 mm. Cependant, les éprouvettes de SC3-R, provenant d'un site où le sol traité était plus argileux que les autres sites, ont affiché des inclusions de sol de plus grande taille, couvrant une plage plus étendue allant de 15 à 73 mm (Tableau 29), en comparaison aux autres carottes où la taille d'inclusions de sol se situait entre 15 et 45 mm. En ce qui concerne les graviers, les différentes carottes ont présenté une distribution relativement similaire dans la gamme de taille de 0 à 15 mm. De plus, bien que la majorité des éprouvettes issues des différents sondages aient montré une fraction de graviers de 15 à 42 mm,

pouvant provenir de la couche de fondation composée d'alluvions argilo-limoneuses, les éprouvettes de SC3-R n'ont révélé aucun gravier de taille supérieure à 25 mm. Cela pourrait s'expliquer par le fait que l'écran étanche réalisé sur ce site, en particulier au niveau du profil du sondage carotté en question, n'a pas atteint la couche de fondation sur laquelle la digue en terre a été construite. Finalement, cette caractérisation de la fraction des graviers permet de valider non seulement la qualité du malaxage, mais également la profondeur atteinte par l'outil de malaxage.

Le Tableau 29 récapitule les informations suivantes pour chaque sondage carotté : le nombre d'échantillons analysés, le nombre d'inclusions de sol et de graviers détectés, la taille moyenne des inclusions, l'écart type, ainsi que la taille minimale et maximale des inclusions de sol et des graviers. Étant donné que le nombre d'échantillons est pratiquement le même pour tous les sondages carottés, les résultats peuvent être comparés de manière représentative. En revanche, la taille minimale prise en compte lors du traitement d'images est d'environ 2 mm ou plus. Cependant, en utilisant la méthode du diamètre équivalent, des tailles d'inclusions de 1 mm ont été évaluées, ce qui explique la valeur de D_{min} présentée dans le Tableau 29.

Donomètro	SC1-M		SC2-S		SC3-R		SC4-G		SC4-S		
Parametre	Sol	Gravier									
Nombre		25		22		20		22		40	
d'éprouvettes			52		28		25		40		
Nombre	660	3032	565	410	0/15	606	700	11/6	1145	2030	
d'inclusions	009	3032	505	410	943	000	199	1140	1143	2030	
D _{moy} (mm)	9,1	6,3	11,0	7,3	9,4	3,6	6,9	3,6	6,4	3,6	
$\sigma_{\rm D}$	6,1	4,5	7,6	5,6	9,7	2,7	6,0	2,8	5,1	3,1	
D _{min} (mm)	2	1	2	2	1	1	1	1	1	1	
D _{max} (mm)	43	42	57	41	73	25	41	42	46	34	
Eprouvettes dont $D_{max} > \emptyset$ (%)	81,8	86,4	94,3	57,1	100,0	19,0	100,0	62,5	77,3	45,5	

Tableau 29. Récapitulatif de l'analyse 2D de la distribution de la taille des inclusions sur 158 éprouvettes de DSM

La représentative de ces analyses pourrait cependant être remise en cause, étant donné que les tailles d'inclusions ont été obtenues à partir de la surface latérale des échantillons carottés. En effet, les inclusions peuvent avoir une taille réelle en 3D plus grande que celle observée sur cette surface de carottage, et cela dépend de l'endroit où le carottier traverse les inclusions. Dans ce cas, la distribution de taille d'inclusions pourrait varier et dépasser un certain seuil qui est pris en compte dans les normes ASTM D 2166-91 (ASTM 1991) et NBN CEN ISO/TS 17892-7 (NBN 2005). Ganne et al. (2010) ont suggéré par exemple de rejeter tous les essais de résistance à la compression réalisés sur des éprouvettes contenant des inclusions dont la taille est supérieure à 1/6 du diamètre de l'éprouvette. Cependant, cette règle ne peut pas être appliquée si plus de 15 % des essais de compression sont rejetés. De plus, selon Denies et al. (2012b), certaines éprouvettes de site contenant des inclusions supérieures à 1/6 du diamètre présente des valeurs de résistance à la compression plus élevées que la moyenne. Les auteurs ont attribué cette observation à certains facteurs tels que la distribution spatiale et la forme des inclusions. Malgré cela, les résultats ont été exploités. Dans notre cas, basé sur les résultats de l'analyse 2D (voir Tableau 29), on note que plus de 15 % des éprouvettes de DSM étudiées, quel que soit leur origine, contiennent des inclusions de sol ou de graviers dont la taille est supérieure à 1/6 de leur diamètre.

5.3.2.2. Analyse 3D sur les images tridimensionnelles des éprouvettes de DSM

A partir des images 3D des éprouvettes de DSM (quatre de SC1-M, quatre de SC4-S et une de SC2-S) reconstruites en utilisant la "méthode 3D", la distribution de la taille des inclusions de sol et des graviers a été analysée à l'aide du logiciel *Autodesk Netfabb*. Les résultats de cette analyse sont présentés sous forme d'histogrammes dans l'Annexe (8). Ces résultats ont révélé que la distribution de la taille des inclusions de sol et des graviers en 3D présente une similarité relative entre les éprouvettes analysées, en particulier dans la gamme des tailles inférieure à 30 mm. De plus, cette distribution semble être très proche de celle obtenue sur l'ensemble des éprouvettes de DSM dans l'analyse 2D. Cependant, en comparant la distribution de la taille des inclusions (sol et graviers) issue de l'analyse 3D avec celle obtenue grâce à l'analyse 2D, un autre biais

potentiel dans l'utilisation de la "méthode 2D" a été constaté. En effet, pour les inclusions de sol de taille supérieure à 30 mm, l'analyse 2D des éprouvettes provenant des sondages SC1-M et SC4-S a montré des tailles comprises entre 30 et 45 mm, ce qui correspond approximativement à la moitié des tailles évaluées par l'analyse 3D. En conclusion, l'analyse 2D sous-estime les tailles par rapport à l'analyse 3D réalisée sur certaines des mêmes éprouvettes provenant des mêmes sondages carottés, confirmant ainsi l'hypothèse comme quoi la distribution de la taille des inclusions en 2D ne reflète pas la réalité comme en 3D. Cela souligne l'importance de prendre en compte l'analyse 3D pour obtenir des informations plus précises sur la distribution de la taille des inclusions.

Le Tableau 30 fait une synthèse des paramètres présentés lors de l'analyse 2D mais cette fois-ci sur un nombre plus restreint d'éprouvettes de DSM appartenant à seulement trois sondages carottés (SC1-M, SC2-S et SC4-S), à savoir le nombre d'inclusions de sol et de graviers reconstruits en 3D, la taille moyenne, l'écart type, la taille minimale et maximale des inclusions de sol et des graviers en question.

Donomètro	SC1-M		SC2-S		SC4-S	
rarametre	Sol	Gravier	Sol	Gravier	Sol	Gravier
Nombre d'éprouvettes	4		1		4	
Nombre d'inclusions	1219	3909	350	909	686	1575
D _{moy} (mm)	8,7	5,2	10,6	3,6	11,3	5,6
$\sigma_{\rm D}$	7,9	3,6	7,5	3,7	9,0	4,4
D _{min} (mm)	2	2	2	2	3	2
D _{max} (mm)	85	49	44	65	83	54
Eprouvettes dont $D_{max} > \emptyset$ (%)	100	100	100	100	100	100

Tableau 30. Récapitulatif de l'analyse 3D de la distribution de la taille des inclusions sur 9 éprouvettes de DSM

En conclusion, l'analyse 3D des inclusions a montré que la "méthode 2D" appliquée sur la surface latérale des éprouvettes de DSM sous-estime largement la distribution de la taille réelle des inclusions. De plus comme mentionné précédemment, dans certaines études menées en Belgique sur des matériaux DSM provenant de différents sites, Ganne et al. (2010) ont proposé une règle selon laquelle tous les essais de résistance à la compression sur les éprouvettes carottées contenant des inclusions de sol dont la taille maximale dépassait 1/6 de la taille minimale de l'éprouvette, c'est-à-dire son diamètre Ø, devraient être rejetés. Cependant, les auteurs ont souligné que cette règle ne s'appliquée car l'analyse 2D et 3D de la distribution de taille des inclusions a révélé que plus de 15 % des éprouvettes examinées contenaient des inclusions de taille supérieure à Ø/6 (voir Tableau 29 et Tableau 30).

5.3.2.3. Analyse 2D sur la section transversale des éprouvettes moulées in-situ

Étant donné que l'approche 2D basée sur l'analyse de la surface latérale des éprouvettes cylindrique ne peut pas être appliquée aux éprouvettes moulées sur le site LA en raison de l'absence d'inclusions sur la surface latérale de ces éprouvettes, la méthode du diamètre équivalent a été appliquée sur les images des découpes de 3 cm d'épaisseur illustrées dans la Fig. 152 et la Fig. 153. Il est important de rappeler que sur certaines de ces éprouvettes, le matériau frais a été soumis à un criblage au tamis de 2 cm avant d'être versé dans les moules. Cette analyse 2D permet dans ce cas de déterminer la distribution de la taille des inclusions en 2D sur des découpes fraichement réalisées, et de démontrer que l'effet du criblage visant à éliminer les grosses inclusions de sol, est bel et bien visible. Ce criblage est arbitrairement réalisé afin d'obtenir des éprouvettes utilisées pour caractériser les propriétés mécaniques et hydrauliques en laboratoire dans le cadre du contrôle qualité du mélange.

Quatre éprouvettes de LA sans tamis et quatre autres avec tamis ont fait l'objet d'une analyse 2D. Les résultats de cette analyse sont présentés en détails dans l'Annexe (9). Les histogrammes tracés ont mis en évidence une similitude notable au niveau des inclusions de taille inférieure à 13 mm. Par ailleurs, le processus de criblage a bel et bien éliminé toutes les inclusions dont la taille dépassait 20 mm, correspondant à la dimension de la maille du tamis utilisé. D'autre part, les résultats relatifs aux graviers identifiés dans les échantillons de LA

révèlent l'absence de gros cailloux dont la taille dépasse 10 mm dans ces prélèvement réalisés à l'état frais, à des profondeurs de 3 et 6 mètres dans l'écran étanche. L'outil de malaxage n'a dans ce cas sans doute pas atteint la couche de fondation contenant des éléments alluvionnaires de grande taille.

5.3.2.4. Application de la méthode 2D sur des blocs en DSM de grande taille

Pour conclure ce chapitre, la méthode du diamètre équivalent a été appliquée aux sous-blocs en DSM excavés dans les deux premiers mètres de l'écran étanche sur le site S où le sondage carotté SC4-S a été réalisé. L'objectif est d'analyser, à une échelle plus large, la taille des inclusions visibles à la surface de ces sous-blocs en utilisant le même principe de segmentation que celui utilisé dans la "méthode 2D" précédemment décrite, comme illustré dans la Fig. 155. L'analyse complète est détaillée dans l'Annexe (10). Les histogrammes obtenus ont affiché des tailles d'inclusions de sol, comprises entre 105 et 145 mm, et des tailles de cailloux de 100 mm, des tailles comparables voire dépassant le diamètre des carottes (Ø100) testées dans cette thèse.

En conclusion, les résultats de l'analyse des sous-blocs prélevés dans les deux premiers mètres d'un écran étanche en DSM ont mis en évidence un effet d'échelle lié à la taille des inclusions en raison des différentes méthodes d'échantillonnage utilisées, à savoir le sondage carotté dans le cas du matériau DSM et le sondage à la tarière dans le cas du sol naturel. Cela remet en question la représentativité des essais hydromécaniques réalisés sur des échantillons décimétriques prélevés in-situ sur l'écran en DSM ou confectionnés en laboratoire. Outre la solution de réaliser des carottages de grande dimension sous réserve d'avoir des cellules/presses pour les tests adaptés, il est possible de contourner cette difficulté en étudiant numériquement cet effet d'échelle. Pour cela on peut simuler des échantillons de différentes tailles, voire des écrans étanches dans leur globalité, en se basant sur la distribution de la taille des inclusions de sol et des graviers déterminée à partir des sous-blocs.



Fig. 155. (a) Photo prise en face de la surface latérale du sous-bloc 4 ; (b) Même photo après un traitement d'images

5.4. Conclusions

L'objectif principal de ce chapitre était d'identifier et de caractériser de manière approfondie les inclusions de sol et des graviers présents dans les matériaux DSM, en utilisant à la fois des méthodes existantes dans la littérature et des méthodes spécifiquement développées dans le cadre de cette thèse. Un défi majeur était de proposer des méthodes de caractérisation des inclusions plus rapides, permettant une quantification non biaisée et facilement applicables sur chantier. Les hypothèses sous-jacentes à chaque méthodologie, ainsi que les avantages et les limitations des procédures d'essais, ont également été discutées en détail, et les principales conclusions sont résumées comme suit :

- Malgré la qualité de résolution élevée des images de la micro-mésostructure des échantillons de DSM obtenues par la tomographie aux rayons X, il convient de noter que cette technique ne permet pas la reconstruction en 3D des inclusions de sol non malaxé avec le ciment en raison de la similitude de leur densité et composition chimique avec celles de la matrice sol-ciment parfaitement mélangée.
- La "méthode 3D" proposée dans le cadre de cette thèse, basée sur la destruction des échantillons de DSM et l'analyse d'images, se présente comme une alternative à la tomographie aux rayons X pour l'étude de l'hétérogénéité des matériaux. Cependant, malgré sa validation par les résultats de la méthode non destructive (tomographie RX), cette nouvelle approche 3D demeure une méthode relativement lente, nécessitant du matériel et un traitement d'images conséquent. De plus, étant donné

l'épaisseur des sections découpées, d'environ 3 mm, elle engendre des formes 3D qui semblent plus régulières que la réalité, sans prendre en compte les inclusions de taille inférieure à 2 mm.

- La base de données des fractions volumiques réelles établie par la "méthode 3D" révèle que les méthodes "1D" et "2D" développées dans la littérature et fréquemment utilisées dans les projets de construction utilisant le DSM présentent des biais. Par la suite, à partir de cette base de données contenant les pourcentages 3D, deux nouvelles méthodologies de quantification des inclusions ont été développées : la "méthode 3D simplifiée", basée sur l'analyse d'images, et la "méthode 3D de chantier", qui est une méthode manuelle et pratique. Ces deux nouvelles approches, basées sur les principes de stéréologie, permettent une évaluation plus rapide et non biaisée des fractions volumiques des inclusions, en passant des découpes d'une épaisseur de 3 mm à des découpes de 2 à 3 cm.
- La comparaison entre l'analyse en 2D et en 3D de la distribution de la taille des inclusions sur les échantillons décimétriques, prélevés par sondage carotté sur toute la hauteur des écrans étanches en DSM sur cinq sites en France, a mis en évidence que l'analyse en 2D peut sous-estimer la taille des inclusions.
- L'analyse en 2D et en 3D de la distribution de la taille des inclusions sur les différentes carottes de DSM prélevées a révélé que plus de 15 % d'éprouvettes examinées contenaient des inclusions de taille supérieure à Ø/6 du diamètre. Par conséquent le critère proposé par Ganne et al. (2010), qui recommandent de rejeter tous les essais de résistance à la compression réalisés sur des éprouvettes contenant des inclusions dont la taille dépasse 1/6 du diamètre de l'éprouvette, n'a pas été pris en compte.
- Enfin, lors de l'analyse en 2D de la taille d'inclusions sur les échantillons de DSM provenant du site ou sur les sous-blocs en DSM excavés dans les deux premiers mètres de l'écran étanche, il a été observé un effet d'échelle significatif lors du prélèvement et de la caractérisation des matériaux DSM en laboratoire, lié à la présence d'inclusions de sol et de graviers dont la taille est comparable, voire supérieure, au diamètre des carottes des échantillons. Cela remet donc en question la représentativité des essais hydromécaniques réalisés sur des échantillons décimétriques prélevés in-situ sur l'écran en DSM ou confectionnés en laboratoire. Outre la solution de réaliser des carottages de grande dimension sous réserve d'avoir des cellules/presses pour les tests adaptés, il est possible de contourner cette difficulté en étudiant numériquement cet effet d'échelle. Pour cela on peut simuler des échantillons de différentes tailles, voire des écrans étanches dans leur globalité, en se basant sur la distribution de la taille des inclusions de sol et des graviers déterminée à partir des sous-blocs.

Chapitre 6

Propriétés d'ingénierie des matériaux DSM provenant de site contenant des inclusions

6.1. Introduction

Etant donné que la technique de DSM est relativement récente, il n'existe pas suffisamment de retours d'expérience concernant les performances du matériau DSM élaboré en mélangeant le sol en place avec un liant hydraulique, en particulier dans le contexte des travaux d'étanchéité des digues de protection contre les inondations. Dans la littérature, de nombreux travaux de recherche ont été menés sur le contrôle de la qualité de malaxage dans les mélanges de DSM, mettant en évidence une forte possibilité de présence d'inclusions de sol non malaxé dans le matériau (Porbaha 2002 ; Horpibulsuk et al. 2011 ; Pooranampillai et al. 2012), avec des pourcentages plus ou moins importants en fonction de la nature des sols traités (Ganne et al. 2011 ; De Vos et al. 2019). Bien que la présence inévitable de ces inclusions de sol ait été largement négligée dans la recherche académique, certains chercheurs (Laefer et al. 2009; Denies et al. 2012a; Ganne et al. 2012; Vervoort et al. 2012 ; Van Lysebetten et al. 2014 ; Hessouh et al. 2018 ; Amrioui et al. 2022) ont examiné particulièrement cette problématique spécifique et ont cherché à comprendre comment ces mottes de sol impactent les performances du matériau DSM à l'état durci. Cependant, ces travaux se sont principalement concentrés sur l'impact mécanique. Les résultats ont généralement révélé un effet néfaste sur la résistance et la rigidité, ainsi qu'une incidence qui semble s'amplifier à mesure que la fraction volumique des inclusions de sol augmente dans le matériau (Laefer et al. 2009 ; Ganne et al. 2012 ; Van Lysebetten et al. 2014 ; Hessouh et al. 2018). Néanmoins, aucune de ces études n'a examiné spécifiquement l'impact des inclusions de sol sur la réponse hydraulique du matériau DSM, et aucune n'a abordé comment les graviers présents dans le matériau DSM pourraient éventuellement compenser cette incidence défavorable des boulettes de sol sur les performances globales.

Objectifs du chapitre

Le présent chapitre a pour objectif de mieux appréhender le comportement hydromécanique du matériau DSM à partir d'une approche expérimentale multi-échelle. Il vise également à mieux cerner l'impact des inclusions de sol et des graviers sur la réponse hydromécanique du matériau en question. Pour cela, des essais en laboratoire ont été réalisés sur les échantillons de DSM prélevés à différents endroits le long des digues de la Loire Moyenne, où les propriétés géotechniques des sols traités ainsi que les paramètres de mise en œuvre variaient. Les prélèvements ont été effectués soit par sondage carotté ou par échantillonnage humide (suivi d'un moulage et d'une cure contrôlée en laboratoire).

Les résultats obtenus sont représentés sous forme de profils en fonction de la profondeur de prélèvement sur toute la hauteur de l'écran. Cette représentation utilisée dans ce chapitre permet d'appréhender plus clairement l'ordre de grandeur des propriétés mesurées en fonction de l'origine des échantillons, de déterminer le degré de dispersion des valeurs et d'effectuer un contrôle de qualité en se référant à certains critères de conformité établis par le maître de l'ouvrage (DREAL), tels que détaillés par Patouillard et al. (2019), ou mentionnés dans la littérature.

Dans un premier temps, les performances des matériaux DSM issus des sites étudiés vont être décrites, en examinant leurs propriétés hydrauliques (perméabilité à l'eau et coefficient de remontée capillaire), leurs propriétés physiques et mécaniques (densité apparente, résistance à la compression et module d'Young) ainsi que leurs propriétés microstructurales comme la porosité. Ensuite, dans un second temps, ces propriétés seront corrélées à la présence des inclusions de sol et des graviers. Cette démarche permettra d'évaluer l'impact de

ces inclusions sur la réponse globale des matériaux DSM, ouvrant ainsi la voie à l'application et la validation des méthodes 3D précédemment développées dans le chapitre (5).

6.2. Application des méthodes 3D développés pour évaluer les fractions volumiques d'inclusions dans les matériaux DSM

Les fractions volumiques des deux types d'inclusions (sol non malaxé et graviers), estimées à l'aide de la "méthode 3D" et de la "méthode 3D simplifiée", sont représentées sur la Fig. 156 en fonction des prélèvements provenant de différents sites soit SC1-M, SC2-S, SC3-R, SC4-G, SC4S et LA, avec des natures de sol dont les caractéristiques varient entre les sols sableux et les sols limono-argileux.



Fig. 156. Effet de la nature de sol ou l'origine des éprouvettes de DSM sur : (a) Les fractions volumiques P_{3Ds} d'inclusions de sol non malaxé ; (b) Les fractions volumiques P_{3Dg} de graviers [143 éprouvettes]

Indépendamment de l'origine des matériaux, la fraction volumique des inclusions de sol non malaxé varie de 2 à 30 % et ces valeurs sont en accord avec celles obtenues lors de différentes études réalisées en Belgique sur des sites de construction utilisant la méthode DSM (Ganne et al. 2011 ; Denies et al. 2012a ; Ganne et al. 2012). En parallèle, la fraction volumique des graviers provenant de la couche de fondation et de sable contenu dans le sol des digues varie de 1 à 15%. Si on regarde maintenant la nature des sols, on note que l'apparition d'inclusions de sol dans le mélange sol-ciment pendant le processus de malaxage dépend fortement de la nature du sol. Le sondage carotté SC3-R, dont le sol traité est plus argileux par rapport aux autres sites selon la classification donnée dans la Fig. 157, a montré les fractions volumiques d'inclusions de sol les plus élevées, avec une valeur moyenne de 21 %, contre 14 % dans SC2-S et 11 % dans SC4-S.



Fig. 157. Classification basée sur les caractéristiques granulométriques (0/80 μm et 0/2 μm), W_L et Vbs des sols traités par la méthode du DSM d'où proviennent les sondages carottés étudiés dans cette thèse

Par ailleurs, bien que les échantillons du sondage SC1-M aient montré une fraction volumique moyenne d'inclusions de sol de 9 % (plus petite par rapport aux sites R et S sur la Fig. 156) ce qui est cohérent avec la présence d'un sol initialement plus sableux (voir Fig. 157), les fractions volumiques d'inclusions de sol évaluées montrent une fourchette de quantité d'inclusions relativement large sur toute la hauteur de l'écran comme pour les autres sols traités des sondages SC2-S et SC4-S qui sont plus argileux. Cette plus grande quantité d'inclusions, qui est atypique pour un sol sableux, peut être expliquée par l'impact d'autres facteurs tels qu'un temps de malaxage plus court étant donné la nature du sol plus sableux couplée à une mauvaise

dispersion/désagrégation de boulettes argileuses issues de la couche de fondation composée d'alluvions argilolimoneuses et sablo-graveleuses. Ces boulettes de sols non malaxé seraient alors remontées dans le panneau de DSM par l'outil de malaxage lors de la mise en œuvre de la méthode sur le site M. Dans le cas du sondage SC4-G ainsi que sur les échantillons moulés sur place sur le site LA, les fractions volumiques moyennes sont de 8 % et 7 % respectivement. Ces valeurs peuvent être respectivement influencées par le nombre limité d'échantillons analysés et par l'opération de criblage du matériau DSM à l'état frais, visant à éliminer les grosses inclusions présentes dans le matériau de chantier du site LA.

6.3. Propriétés d'ingénierie comparées aux critères de conformité

6.3.1. Propriétés hydrauliques des matériaux DSM provenant de site

Le profil de perméabilité à l'eau *K* des éprouvettes de DSM de diamètre 50 mm est illustré dans la Fig. 158a. Les résultats révèlent des valeurs de conductivité hydraulique comprises entre 4.10^{-12} et 8.10^{-10} m/s, avec des valeurs plus élevées observées sur les éprouvettes de SC3-R. Cette gamme de valeurs semble cohérente avec celle obtenue par Denies et al. (2012b) sur divers matériaux DSM prélevés in-situ.



Fig. 158. (a) Profil de la perméabilité à l'eau K mesurée sur les éprouvettes de DSM de diamètre 50 mm [39 données] ; (b) Profil du coefficient d'absorption capillaire C₁ [85 données]

Dans le domaine des bétons plastiques, tels que les mélanges de bentonite-ciment utilisés pour créer des écrans étanches au sein des digues en terre, une valeur de perméabilité à l'eau inférieure à 10^{-8} m/s est souvent requise après 28 jours de cure (Alós-Shepherd et Kotan 2018). Une exigence similaire a été imposée lors du renforcement des digues du Mangfall en Allemagne par le DSM (Schmid et al. 2008). Des seuils similaires ont également été requis dans certaines applications de barrages. Par exemple, dans les barrages de Hinze en Australie et de Sylvenstein en Allemagne, une perméabilité inférieure à 10⁻⁹ m/s a été spécifiée (Beckhaus et al. 2009 et Klima et Beckhaus 2014 respectivement). Toutefois, étant donné que la perméabilité à l'eau des matériaux cimentaires est très sensible au temps de cure, en particulier au jeune âge, ainsi qu'à la durée de l'essai de perméabilité, il est recommandé de réaliser l'essai après au moins 90 jours de cure au lieu de 28 jours (ICE 1999). Dans cette perspective, la DREAL a émis une recommandation selon laquelle la perméabilité à l'eau du matériau DSM devrait être inférieure à 10⁻⁸ m/s après 28 jours de cure en tant que critère de conformité (Patouillard et al. 2019). En examinant la Fig. 158a, il est clair que ce critère d'étanchéité est globalement respecté pour toutes les carottes prélevées. Malgré la dispersion des résultats, toutes les mesures de perméabilité à l'eau sont inférieures à la valeur prescrite. Par conséquent, on peut en conclure que l'ensemble des écrans étanches qui ont fourni les différentes carottes testées sont conformes sur le long terme en termes de perméabilité à l'eau.

De manière complémentaire, la Fig. 158b présente le profil du coefficient d'absorption capillaire C_1 mesuré sur les éprouvettes décimétriques de DSM et qui est une autre manière de mesurer la capacité des matériaux DSM à laisser passer l'eau en fonction de leur taille de pores. Les résultats, qui varient de 70 à 590 g/m².s^{0,5}, révèlent une tendance similaire à celle observée dans le profil de porosité à l'eau sur la Fig. 161a, soit des

valeurs de C_1 plus faibles sur les éprouvettes de SC1-M par rapport à l'ensemble des autres sites et des valeurs de C_1 plus élevées sur celles de SC3-R. On observe également que les coefficients d'absorption capillaire ont tendance à être plus faibles vers le bas des écrans étanches ce qui est corrélé à une variation de porosité. Le coefficient d'absorption capillaire C_1 du matériau étant fortement influencé par sa porosité globale accessible comme décrit par Zhao et al. (2019), le comportement de C_1 était prévisible.

Cependant, étant donné que le terme "coefficient d'absorption capillaire des matériaux DSM" ne renvoie à aucune documentation technique, la gamme de valeurs de C_1 obtenue n'a pas pu être commentée ni comparée à un critère d'acceptation. Cependant, dans le domaine des bétons, plusieurs auteurs ont obtenu des valeurs de coefficient d'absorption capillaire comprises entre 8 et 30 g/m².s^{0,5} sur des mortiers cimentaires et des bétons ordinaires non endommagés (Jamshidi et al. 2012 ; Deboucha et al. 2015 ; Zhao et al. 2019). Ces valeurs sont significativement plus faibles que celles obtenues pour les matériaux DSM, avec un facteur de 3 par rapport à la carotte SC1-M qui présente la limite inférieure sur la Fig. 158b. Cette grande différence peut s'expliquer par les faibles porosités des bétons étudiés autour de 10 à 15 % (alors que les matériaux DSM sont autour de 25 à 70 %) et ce en raison des rapports E/C faibles utilisés généralement autour de 0,5 (alors que les mélanges DSM sont réalisés avec un E/C de 1,14 à 12,7). De plus, sur des bétons contenant des granulats recyclés soumis à des cycles de gel-dégel, Gao et al. (2018) ont observé une augmentation significative du coefficient d'absorption capillaire, passant de 20 à 150 g/m².s^{0,5}. Cette observation est importante car elle indique que les valeurs moyennes du coefficient de capillarité observées sur les échantillons DSM, autres que ceux de SC3-R, correspondent à celles d'un béton endommagé.

6.3.2. Propriétés physiques et mécaniques des matériaux DSM provenant de site

Avant de procéder à la caractérisation des inclusions en utilisant les méthodes non destructives et aux essais hydrauliques, microstructuraux et mécaniques, la densité apparente humide d des matériaux DSM a été mesurée. La Fig. 159a montre que la carotte SC1-M présente les densités les plus élevées, atteignant environ 2 en raison de la grande quantité de graviers qu'elle contient, tel que démontré plus loin.



Fig. 159. (a) Profil de la densité humide apparente d mesurée sur toutes les éprouvettes de DSM étudiées [194 données]; (b) Profil du module d'Young dynamique E_{dp} calculé à partir de la mesure de vitesse d'ondes de compression V_p [155 données]

Ces valeurs sont similaires à celles obtenues par Guimond-Barrett (2013) sur des matériaux sableux. Dans l'ensemble, les matériaux DSM provenant des cinq sondages carottés et les échantillons moulés à l'état frais sur le site LA présentaient une densité apparente humide supérieure à la valeur cible pour les travaux de confortement des digues de la Loire Moyenne. Cependant, dans le cas des échantillons de SC3-R, seuls les échantillons testés au Cerema ont respecté la valeur seuil de 1,7. Les échantillons de SC3-R reçus et testés au laboratoire GERS/SRO ont montré des densités plus faibles. Cela pourrait indiquer un éventuel assèchement pendant le stockage ou le transport. De plus, si les échantillons ont effectivement subi un assèchement, cela peut entraîner l'apparition de fissures ainsi que la dégradation (décohésion) des interfaces inclusion/matrice, notamment près de la surface des échantillons.

Le profil du module d'Young dynamique E_{dp} , calculé à partir de la mesure de la vitesse d'ondes de compression V_p et présenté dans la Fig. 159b, montre comme escompté des similitudes avec le profil de la densité apparente (globalement inversement proportionnelle à la porosité), à l'exception des échantillons de site LA. La dispersion des résultats observée dans chaque carotte peut être attribuée à différents facteurs pouvant influencer la mesure de la vitesse d'ondes V_p , à savoir la quantité d'inclusions de sol et de graviers (TCS 2002), la densité locale de chaque matrice influencée par sa porosité, ainsi que l'état d'humidité des échantillons (Bungey 1980 ; TCS 2002) (même si des précautions ont été prises lors de leur conservation pour éviter tout séchage).

Plus couramment que les mesures non destructives faisant appel à la vitesse d'ondes de compression V_p , et pour assurer le contrôle qualité du processus de mélange dans plusieurs projets de DSM, on opte généralement pour la mesure directe de la résistance à la compression sur des échantillons moulés in-situ pendant l'exécution ou sur des carottes prélevées sur toute la hauteur de la structure en DSM (colonne ou écran).

Notez que d'autres méthodes existent. Porbaha (2002) a réalisé par exemple une revue exhaustive des méthodes d'évaluation de l'efficacité du traitement par la technique de DSM. L'auteur présente les méthodes d'essai couramment utilisées pour contrôler la qualité du mélange, notamment les essais de résistance à la compression mais également les essais de cisaillement et les essais de perméabilité. De plus, l'auteur souligne l'utilisation de techniques avancées in-situ, telles que les méthodes de pénétration (comme le CPT et le SPT), la tomographie électrique et l'imagerie sismique. Ces techniques permettent de prédire les différentes propriétés mentionnées et d'évaluer la distribution des zones traitées par le ciment ainsi que la qualité du mélange sur l'ensemble de l'ouvrage. Cependant l'approche consistant à mesurer les R_c reste la plus largement utilisée en raison de sa facilité d'utilisation, de sa standardisation et de sa représentativité acceptable. Toutefois, il est nécessaire de prendre certaines précautions. Selon Saitoh et al. (1982), la résistance à la compression mesurée sur des échantillons de 400 mm de diamètre est en moyenne 0,87 fois inférieure à celle mesurée sur des échantillons de 60 mm de diamètre, les deux ayant un élancement de 2. En revanche, la résistance à la compression varie très peu lorsque le diamètre des échantillons dépasse 150 mm. En connaissant les précautions à prendre pour exploiter les mesures de résistance à la compression simple R_c , la Fig. 160a présente le profil de ce paramètre mesuré sur les échantillons issus des carottes des différents sites étudiés.



Fig. 160. (a) Profil de la résistance à la compression simple R_c mesurée sur les éprouvettes de DSM avec un élancement de 2 [87 données] ; (b) Profil du module d'Young statique E_{50} calculé à partir de la courbe contrainte – déformation locale [60 données]

Afin de pouvoir discuter des valeurs obtenues sur la Fig. 160a, il est nécessaire d'introduire les valeurs cibles de résistance à la compression imposées dans le cadre des travaux utilisant la méthode DSM. Cette valeur varie en fonction des applications et des exigences du maître d'ouvrage telles qu'elles sont spécifiées dans le cahier des charges. Par exemple, dans un projet de construction d'un parking à Gamletull (Suède), un système de fondations de colonnes en DSM a été mis en place (Eriksson et al. 2005). En raison de la présence de structures sensibles aux tassements à proximité, une valeur minimale de 3 MPa a été exigée pour la résistance à la compression du matériau DSM. Plus tard, lors du renforcement des digues du Mangfall en Allemagne par le DSM (Schmid et al. 2008), une valeur de 2 MPa après 28 jours était requise pour garantir la qualité de l'écran étanche et des colonnes en DSM. De plus, afin de limiter les tassements des sols de fondation sous les talus de sol renforcé à Tacoma, Washington, une valeur minimale de 0,5 MPa a été considérée (Pooranampillai et al.

2012). Plus récemment, dans le projet du Grand Paris Express, la méthode DSM a été utilisée comme solution d'amélioration des sols pour la construction de la station Pont-de-Sèvres, impliquant la réalisation de plus de 1000 colonnes (Mathieu et al. 2021). Dans ce projet, une résistance minimale de 1 MPa était requise. Une valeur minimale similaire a été rapportée par De Vos et al. (2019). Dans le même contexte, lors des travaux de DSM sur les digues de la Loire Moyenne, la DREAL a établi un deuxième critère de conformité dans le cadre du contrôle qualité du mélange en profondeur, en plus de celui de l'étanchéité. Ce critère concerne la valeur de la résistance à la compression simple R_c , mesurée après 28 jours de cure dans des conditions endogènes, qui doit être supérieure à 1,5 MPa (Patouillard et al. 2019). C'est cette dernière valeur qui sera retenue comme valeur seuil.

A partir des mesures de la Fig. 160a, on peut observer globalement que la majorité des éprouvettes issues des six chantiers répondent au critère de résistance de 1,5 MPa. La carotte SC1-M, provenant d'une digue où le sol est sableux, présente les résistances les plus élevées, variant de 5 à 15 MPa, avec une valeur moyenne trois fois supérieure à celle des éprouvettes provenant des autres sites où le sol est plus argileux. Ces dernières montrent des résistances relativement similaires, comprises entre 0 et 7 MPa. De plus, la gamme de résistance obtenue dans le sondage SC1-M est cohérente avec les résultats obtenus par Eriksson et al. (2005) sur un site sableux, ce qui met en évidence l'effet significatif des graviers et du sable présents dans les éprouvettes de SC1-M sur leurs résistances.

Cependant, on remarque aussi sur la Fig. 160a, que près de 40 % des éprouvettes de SC3-R écrasées au Cerema ou à GERS/SRO présentent une résistance à la compression inférieure à 1,5 MPa. Cela peut être en partie expliqué par la grande quantité d'inclusions de sol évaluée dans cette carotte (Fig. 156a), notamment la proportion d'inclusions d'une taille supérieure à 20 mm [selon l'analyse 2D présentée dans l'Annexe (7)]. Cette proportion de grosses inclusions est six fois plus élevée dans SC3-R que dans les autres carottes, ce qui peut contribuer à la non-conformité en termes de R_c . Mais cette non-conformité pourrait tout aussi bien être due à la présence d'une teneur significative en matière organique dans le sol traité (hypothèse à vérifier par des mesures complémentaires). Enfin, les échantillons de SC4-G ont montré des résistances légèrement supérieures à la valeur seuil fixée.

De manière complémentaire à la mesure de R_c , la Fig. 160b présente le profil du module d'Young statique E_{50} , calculé à partir des courbes de contrainte-déformation locale. Dans ce cas, aucun critère d'acceptation n'est donné pour évaluer la conformité des éprouvettes en termes de rigidité. Cependant, dans le projet de construction de la station Pont-de-Sèvres (Mathieu et al. 2021), un module d'Young statique de 1 GPa était requis, et la Fig. 160b montre que plus de 95 % des modules calculés respectent cette valeur minimale. En outre, de manière inattendue, les matériaux de la carotte SC4-S, provenant d'un écran étanche réalisé par la méthode humide, présentent une rigidité comparable à celle des matériaux de la carotte SC1-M.

En conclusion, à partir de l'ensemble des résultats obtenus sur les panneaux de DSM mis en œuvre et maturés sur site, les caractéristiques hydromécaniques de ces matériaux provenant de divers chantiers de construction en France illustrent de manière satisfaisante l'efficacité à long terme (soit de 1 à 8 ans) de l'utilisation de la méthode de DSM en tant que solution de confortement pour les digues en terre.

En effet, toutes les carottes étudiées ont répondu aux deux critères d'étanchéité et de résistance exigés par le maître d'ouvrage. Toutefois, les éprouvettes du site R présentent un comportement qui se démarque par rapport aux autres échantillons examinés. En effet, les éprouvettes de SC3-R présentent le coefficient d'absorption capillaire le plus élevé, accompagné d'une densité apparente humide, d'une résistance à la compression et d'un module d'Young statique et dynamique inférieurs, voire en deçà des valeurs prescrites dans le projet. Ce comportement peut être attribué à divers facteurs, tels que la grande quantité d'inclusions de sol non mélangé avec le ciment (de l'ordre de 11 à 30 % sur la Fig. 156a) et hypothétiquement la présence de matière organique dans le sol à traiter, la minéralogie du sol avec la possible présence d'argiles kaoliniques [qui pourrait perturber la prise cimentaire comme montré dans le chapitre (3)], ainsi qu'une énergie de malaxage non adaptée. Des analyses du sol encaissant les matériaux DSM (minéralogie et matière organique) et la consultation des paramètres de machine lors des chantiers pourraient permettre de valider ou non ces hypothèses.

Enfin, la quantité de graviers et de sable évaluée dans ces éprouvettes (de l'ordre de 3 % en moyenne sur la Fig. 156b) restent faibles alors qu'elle pourrait compenser globalement ou partiellement les effets néfastes précédemment mentionnés (soit une grande perméabilité à l'eau et une faible résistance mécanique).

6.3.3. Propriétés microstructurales des matériaux DSM provenant de site et discussion autour de la présence d'une ITZ

Le profil de porosité accessible à l'eau P, mesurée à l'échelle des éprouvettes décimétriques, ainsi que le profil de porosité accessible au mercure P_{Hg} , mesurée à l'échelle locale sur la matrice bien mixée provenant des différents matériaux DSM, sont présentés respectivement dans la Fig. 161a et la Fig. 161b.



Fig. 161. (a) Profil de la porosité accessible P à l'eau mesurée à l'échelle des éprouvettes décimétriques [103 données] ; (b) Profil de porosité accessible au mercure P_{Ha} mesurée à l'échelle locale sur la matrice de DSM bien mixée [75 données]

Les éprouvettes de SC1-M présentent les porosités à l'eau les plus faibles par rapport aux autres échantillons, avec une valeur moyenne de 34 %, suivies par les éprouvettes de SC2-S avec 41 %. En ce qui concerne les échantillons de SC4-G et SC4-S, ils ont montré des porosités à l'eau intermédiaires, avec une valeur moyenne d'environ 55 %. En revanche, les éprouvettes de SC3-R ont montré une gamme de porosité à l'eau plus étendue, avec des valeurs dépassant les 85 %. Une telle valeur ne semble pas être dans la fourchette de porosité à l'eau habituellement observée dans les matériaux DSM fabriqués en laboratoire ou provenant du chantier (Denies et al. 2012b; Helson 2017; Amrioui et al. 2023a). Cependant, ces résultats peuvent être partiellement expliqués par la valeur de la porosité locale associée à la matrice, qui est d'environ 55 % en PIM (valeur généralement sous-estimée par rapport à la porosité à l'eau), ainsi que par la quantité importante d'inclusions de sol pouvant atteindre 30 % en volume dans ces échantillons. En effet, malgré une porosité locale inférieure à celle de la matrice (30 à 40 % contre 35 à 60 %, respectivement) compte tenu de leur nature argileuse, cette grande quantité d'inclusions de sol pourrait contribuer de manière significative à ces valeurs élevées de porosité à l'eau via le développement de fissures de retrait au niveau de l'interface inclusion-matrice, provoquant le décollement (ou la décohésion) des inclusions de sol de la phase liante, créant ainsi un volume de vide supplémentaire. On peut voir ces vides sur les observations en tomographie aux rayons X des inclusions sur la Fig. 162.



Fig. 162. Deux scans en tomographie aux rayons X pour mettre en évidence le phénomène de décollement au niveau de l'interface inclusion-matrice par effet de retrait : (a) Eprouvette de DSM provenant de site ; (b) Eprouvette de DSM confectionnée en laboratoire (VOS-MI)

Ce dernier facteur pourrait potentiellement être lié aux conditions de conservation des échantillons, étant donné que les éprouvettes de SC3-R ont été reçues dans un état relativement plus sec par rapport aux autres carottes (voir le paragraphe 6.3.2).

Un autre facteur pouvant expliquer les valeurs élevées de porosité à l'eau est la présence de macroporosité d'une taille comprise entre 1 et 15 mm, qui n'a pas été identifiée en PIM mais a été observée par tomographie aux rayons X sur tous les échantillons analysés grâce à cette technique (Fig. 163).



Fig. 163. Images 3D de la macroporosité entre 1 et 15 mm obtenues en tomographie aux rayons X dans différentes éprouvettes de DSM provenant de site et représentées de gauche à droite : SC1-M-P2,98m (P_{macro} = 4,1%) ; SC2-S-P2,57m (P_{macro} = 4,1%) ; SC2-S-P2,98m (P_{macro} = 5,2%) ; SC4-G-P2,73m (P_{macro} = 2,2%) ; SC4-S-P1,24m (P_{macro} = 5,9%) ; SC4-S-P5,03m (P_{macro} = 0,6%)

Ces vides sont potentiellement reliés à des bulles d'air et des défauts de malaxage, compte tenu de l'absence de système du type aiguille vibrante lors de la mise en œuvre et de la consistance pâteuse épaisse des matériaux DSM à l'état frais surtout lorsque l'on se place au début de la zone d'ouvrabilité. Des scans tomographiques sur quelques éprouvettes autres que celles de SC3-R ont révélé cette macroporosité non négligeable pouvant atteindre 6 % d'après l'analyse statistique réalisée à partir des images traitées. Même si la carotte SC3-R n'a pas été scannée, on suppose que comme toutes les autres, elle présente une macroporosité similaire voire plus importante. De plus, la potentielle existence d'une zone de transition interfaciale (ITZ) entourant les inclusions dans le matériau DSM, que ce soient les inclusions de sol ou les graviers, peut contribuer à expliquer aussi en partie les fortes valeurs de porosité à l'eau. En effet, cette interface est caractérisée selon la littérature dans le cas des mortiers et bétons à base de CEM I comme des régions avec un volume de vide plus élevé par rapport au reste de la matrice. Dans les prochains paragraphes, la notion d'ITZ dans les matériaux DSM sera examinée, en émettant des hypothèses sur sa formation et en tentant de la caractériser.

En combinant la porosité potentiellement présente dans l'ITZ avec la porosité locale de la matrice mesurée par porosimétrie au mercure, le volume de vide résultant du détachement (décollement) des inclusions de la matrice, ainsi que la macroporosité détectée par la tomographie RX, on aboutit à une porosité globale élevée et potentiellement comparable à la porosité accessible à l'eau *P* mesurée.

Autre observation sur la Fig. 161b, le profil de porosité au mercure peut être divisé en deux parties distinctes avec un seuil positionné autour de 43 %. A gauche, on a des échantillons avec des porosités inférieures à 43 % correspondant à des éprouvettes avec une distribution porométrique de la matrice DSM monomodale (SC1-M et SC2-S dans la Fig. 168a et Fig. 168b respectivement). A droite, on observe des échantillons avec des porosités supérieures à 43 %, avec une distribution bimodale (SC3-R, SC4-G et LA dans la Fig. 168c, Fig. 168d et Fig. 168f respectivement). Cependant, même si les matrices SC4-S présentent une distribution monomodale, elles se trouvent dans la deuxième partie des porosités élevées. Ce comportement peut s'expliquer par le fait que le réseau de pores dans ces matrices contient une quantité de nanopores environ deux fois plus grande que celle présente dans les matrices SC1-M et SC2-S (voir la Fig. 168e).

De manière générale, les deux profils de porosité observés sur la Fig. 161b ont révélé une tendance à la diminution de la porosité accessible à l'eau et au mercure vers le bas de l'écran étanche. Cette tendance devient plus prononcée dans le cas de la porosité accessible au mercure dans les matrices de SC2-S et SC4-S, en particulier à partir d'une profondeur de 3 mètres et au-dessous (Fig. 161b). Or cette profondeur correspond à l'emplacement du point d'injection d'eau via l'outil de malaxage, ce qui explique qu'autour de cette profondeur on observe une potentielle augmentation de la porosité (l'outil de malaxage lisse cependant l'effet induit par l'ajout d'eau dans le mélange).

6.3.3.1. ITZ des inclusions de sol non malaxé dans les matériaux DSM

La revue bibliographique exposée dans le chapitre (1) de ce manuscrit a expliqué la formation de la zone de transition interfaciale (ITZ) autour des granulats dans les bétons à base du ciment Portland, mettant en évidence comment ses caractéristiques, incluant sa porosité, son épaisseur et son module d'Young sont influencées par le rapport E/C dans le mélange (Akçaoğlu et al. 2004 ; Sandal et al. 2020), ainsi que par les propriétés des granulats (taille, texture de surface, forme, minéralogie, etc.) (Akçaoğlu et al. 2004). De plus, la bibliographie évoque également le rôle de l'ITZ, identifiée comme une zone de faiblesse, sur la réponse mécanique et hydraulique globale du béton. Or, aucune étude n'a été réalisée sur l'ITZ dans le cas des matériaux DSM contenant des inclusions de sol. Cela a soulevé donc la question suivante : existe-il une ITZ autour des inclusions de sol ? Si tel est le cas, quelles sont ses caractéristiques, c'est-à-dire son épaisseur, sa porosité et sa perméabilité, ainsi que ses propriétés mécaniques ?

Ce paragraphe va développer un certain nombre d'hypothèses en se basant sur les résultats de travaux antérieurs sur les bétons et ces hypothèses seront partiellement validées par une série d'expériences et d'observations.

En effet, on peut s'attendre à ce que les propriétés de l'ITZ dans le cas des matériaux DSM diffèrent en raison de plusieurs paramètres spécifiques à ce type de matériau et qui ne sont pas présents dans les bétons conventionnels. Ces facteurs incluent :

- Les quantités élevées d'eau ajoutées au mélange pour assurer son caractère autoplaçant ;
- Les faibles dosages en ciment utilisés à des fins écologiques, avec la présence de faibles quantités de clinker et de forts pourcentages de laitier (85 %) qui ont une taille de particule assez importante et un mode et une cinétique d'hydratation différents de celui des grains de clinker ;
- La réactivité du sol naturel traité par le DSM par rapport aux granulats (notamment en présence d'argiles) ;
- La présence non seulement de granulats (graviers, cailloux, sable) mais aussi d'inclusions de sol non mixé assimilées à des inclusions "molles" avec des propriétés dispersives (puisque constituées de grains non cimentés).

Pendant la mise en œuvre du DSM, les inclusions de sol non désagrégées par le processus de malaxage peuvent interagir avec la matrice sol-ciment bien mixée, en fonction de leur taille, de leur quantité, de leur porosité, de leur degré de saturation et de leur composition minéralogique. Des mouvements d'eau et d'ions peuvent se produire entre la matrice sol/ciment et les inclusions. Ce phénomène peut être bénéfique pour l'ITZ en réduisant le rapport E/C dans cette région, comme démontré par Le et al. (2017). En effet ces auteurs montrent que la porosité de l'ITZ diminue lorsque les granulats recyclés secs absorbent l'eau à leur surface. Cependant, si les inclusions de sol sont de taille relativement grande et ont un faible degré de saturation, elles peuvent non seulement absorber l'eau nécessaire à la formation d'une porosité dans l'ITZ autour d'elles mais elles peuvent aussi absorber l'eau nécessaire aux réactions d'hydratation du ciment et aux réactions pouzzolaniques au niveau de l'ITZ. Dans ce cas, ce phénomène est en faveur du développement d'une interface avec de faibles propriétés mécaniques par manque de phase réellement liante. De plus, en fonction de la fraction de minéraux argileux ayant une CEC élevée, les ions Ca²⁺ présents dans l'eau interstitielle de la matrice cimentaire en cours de prise peuvent se fixer sur les minéraux argileux des inclusions de sol, comme illustré dans la Fig. 164. Par conséquent, la quantité d'hydrates dans l'ITZ peut là encore être inférieure par rapport à celle de la matrice hors ITZ. Ces processus se traduisent par une porosité plus élevée sur une épaisseur pouvant atteindre plusieurs dizaines voire des centaines de micromètres.



Fig. 164. Schéma représentant l'hypothèse de formation de la zone de transition interfaciale (ITZ) autour des inclusions dans le cas des matériaux DSM, mettant en évidence les mouvements d'eau et de cations Ca^{2+} de la matrice cimentaire vers les inclusions de sol

D'autre part, les granulats incorporés dans la matrice sol-ciment bien mixée des matériaux DSM proviennent initialement du sol et peuvent donc être recouverts d'une couche de sol contenant des argiles, contrairement aux granulats utilisés dans le béton, qui sont généralement propres et soigneusement sélectionnés. Or les argiles à la surface des granulats (qui sont des inclusions rigides) ou à la surface des inclusions de sol non mixé peuvent subir sous l'effet des composés cimentaires des phénomènes de floculation (en présence des ions calcium) et réagir par dissolution (réaction pouzzolanique) ce qui peut rendre l'interface complexe et la définition de l'ITZ assez floue.

Toutes ces différences peuvent conduire à des propriétés de l'ITZ différentes de celles mentionnées précédemment dans la revue bibliographique pour des bétons usuels, renforçant ainsi l'hypothèse selon laquelle la formation de l'ITZ dans les matériaux DSM pourrait être plus prononcée. Pour confirmer ou infirmer cette hypothèse, des investigations microstructurales, notamment des observations au microscope électronique à balayage (MEB) environnemental, des observations au microscope optique à profondeur de champ, ainsi que des analyses en porosimétrie au mercure (PIM) ont été effectuées. Les résultats obtenus sont présentés dans les paragraphes suivants.

6.3.3.2. Analyse d'ITZ par microscope électronique à balayage (MEB)

Dans le but de caractériser l'ITZ autour des inclusions de sol ainsi que les graviers dans les matériaux DSM, des sections polies ont été analysées au MEB environnemental (il s'agit d'échantillons de matériaux DSM contenant une inclusion et enrobés à cœur dans une résine transparente). La Fig. 165 illustre quelques exemples de ces observations, mettant en évidence une interface matrice-inclusion (Fig. 165a – Fig. 165c) ainsi qu'une interface matrice-granulat (Fig. 165d). On note assez clairement la présence de zones sombres (en noir) de forme angulaire associé à un creux et entourées d'une fine couche en gris clair. Ces zones noires sont a priori des grains de laitier d'une taille moyenne d'environ 10 μ m. Autour, les zones plus grises correspondent à des hydrates précipités (voir Fig. 165d).

A première vue, la Fig. 165a et la Fig. 165b révèlent une grande fissure entraînant la décohésion de l'inclusion de sol de la matrice de sol-ciment, tel qu'observé précédemment en tomographie. Cette décohésion peut résulter d'un phénomène de retrait du sol contenu dans l'inclusion contenant une certaine fraction d'argile. Ce retrait est bien identifiable par les microfissures dans la zone (1) qui correspond à la zone interne de l'inclusion de sol non mixé. En effet, ce retrait peut être associé aux conditions de conservation des éprouvettes ayant fourni les échantillons analysés, ainsi qu'aux conditions de préparation des sections polies, qui peuvent impacter sur l'état hydrique des échantillons.

En outre, le mode de décohésion montré par cette fissure met en évidence une zone intermédiaire notée (2) dans les figures Fig. 165a – Fig. 165c, présentant une épaisseur moyenne de quelques centaines de micromètres. Cette zone, qui semble être moins fissurée que l'inclusion de sol mais moins compacte que la matrice (voir Fig. 165c), pourrait être relativement cimentée grâce à la possible pénétration du ciment dans la zone superficielle et désagrégée de l'inclusion et à la précipitation d'hydrates dans cette zone, ce qui l'a rend plus résistante par rapport à la zone interne de l'inclusion (possible pénétration de la matrice cimentaire entre les particules de sol qui se dispersent à la surface de l'inclusion au contact de la matrice cimentaire sous l'effet du malaxage). De plus, dans la Fig. 165a et la Fig. 165b, on peut observer une zone (3) caractérisée par une concentration de grains de sable plus faible par rapport au reste de la matrice [représentée par la zone (4)], avec une épaisseur moyenne d'environ 1000 μ m. Ce phénomène peut s'expliquer par le mouvement rotatif des inclusions de sol non désagrégées au sein de la matrice DSM à l'état frais (état fluide) pendant le processus de malaxage. Une zone de cisaillement doit ainsi se créer entre les boulettes de sol non mixé et la phase liante qui est la matrice de sol-ciment bien mixée.

Malgré ces premières observations, l'identification des différentes zones (2), (3) et (4) reste assez subjective sur les différentes inclusions observées et il est difficile de discerner nettement une interface bien marquée entre l'inclusion de sol et le reste de la matrice et plus encore un gradient de porosité ou du moins une différence nette de porosité entre la matrice bien mixée et la zone d'ITZ. En effet, la matrice dans les zones (2), (3) et (4) semble plutôt homogène, et les vides qui caractérisent la porosité de ces phases ne sont pas clairement identifiables, comme le montre la Fig. 165d. Cela s'explique en grande partie par la limite de résolution du MEB environnemental utilisé lors de ces analyses (MEB sans la haute résolution).

La Fig. 165d affiche de son côté une décohésion d'un granulat (quartzeux) de la matrice avec une ouverture de quelques micromètres. Ce décollement pourrait être associé à plusieurs facteurs, tels que le retrait de dessiccation de la matrice et le mode de préparation des échantillons qui prévoit un découpage à la scie.



Fig. 165. Observation au MEB environnemental sur des sections polies de DSM incluses dans une résine : (a, b, c) Au niveau d'une interface matrice-inclusion ; (d) Au niveau d'une interface matrice-granulat

6.3.3.3. Analyse d'ITZ par microscope optique à profondeur de champ

Des observations supplémentaires ont été effectuées sur des lames minces découpées à partir des échantillons de DSM inclus sous résine. Un microscope optique à profondeur de champ (Keyence), utilisant l'éclairage par transmission, a été utilisé. La Fig. 166 illustre deux exemples d'interfaces observées, où trois zones ont été distinguées en se basant sur les variations de couleurs entre les différentes phases.

Tout d'abord, la zone (**A**) en couleur plutôt grisâtre, représente principalement la matrice sol-ciment bien mixée. Ensuite, la zone (**B**) correspond à une inclusion de sol qui n'a pas été désagrégé lors du processus de malaxage et donc non mélangé avec le ciment. Cette inclusion dans la Fig. 166a semble avoir été arrachée en raison du processus de sciage avant que l'échantillon ne soit inclus dans la résine, comme le montre la partie plutôt blanche riche en grain de quartz, qui remplace l'inclusion (remplissage lors de l'imprégnation avec la résine). Enfin, la zone intermédiaire (**C**), affichant une coloration grisâtre/brunâtre et représentant une épaisseur moyenne de 2 mm, semble être un mélange entre la matrice bien mixée et les nombreuses particules de sol provenant de l'inclusion et dispersées dans la phase cimentaire. Cette hypothèse est renforcée par le fait

que la zone (C) n'a pas été arrachée lors de la préparation des lames et notamment l'étape de découpe. Ainsi, cette zone (C) pourrait être équivalente à la combinaison des deux zones (2) et (3) observées au MEB sur la Fig. 165.

Cependant, même dans ce cas, l'indentification des différentes zones au niveau des interfaces inclusion-matrice reste subjective. Bien que la couche (\mathbf{C}) ne soit pas forcément une ITZ si on la considère comme la zone où la matrice cimentaire pénètre l'inclusion de sol et où les particules de sol de l'inclusion se dispersent dans la matrice (soit finalement une interpénétration des deux phases), cette couche (\mathbf{C}) indique l'existence d'une zone moins cimentée qui pourrait avoir des propriétés mécaniques, microstructurales et hydrauliques intermédiaires entre celles de la matrice et celles de l'inclusion de sol.



Fig. 166. Observation au microscope optique à profondeur de champ sur deux lames pour mettre en évidence l'interface matriceinclusion de sol

En conclusion, bien que les observations au MEB n'aient pas permis de confirmer l'existence d'une zone de transition interfaciale (ITZ), avec une porosité plus élevée que le reste de la matrice, autour des inclusions de sol ou des graviers, principalement en raison de la limite de résolution de l'appareil utilisé, les observations au microscope optique ont révélé l'existence d'une couche d'environ 2 mm entourant les inclusions de sol non malaxé avec le ciment. Il s'agit de la zone (**C**) constituée d'un mélange de matrice sol-ciment bien mixée et de particules de sol dispersées.

Afin de déterminer si cette zone présente des propriétés micromécaniques différentes par rapport au reste de la matrice, des analyses plus poussées seraient nécessaires, incluant des observations au MEB à haute résolution pour explorer la morphologie du réseau de pores et la quantité des vides, des tests de nanoindentation afin d'explorer l'existence d'un gradient de module d'Young de l'inclusions de sol vers le reste de la matrice, ainsi que des analyses en PIM pour mettre en évidence la distribution porométrique dans cette zone précise par rapport à la matrice (si tant est qu'il soit possible de collecter les zones interfaciales de moins de 2 mm d'épaisseur). Des tests de PIM présentés dans le paragraphe qui suit, montrent que cette opération est tout à fait possible puisque de tels prélèvements ont été réalisés pour analyser la disparition de la coloration bleu-vert initiale de la matrice ainsi que le pourtour des inclusions après leur contact avec l'air.

6.3.3.4. Disparition de la coloration bleu-vert de la matrice autour des inclusions

Lors de la découpe des éprouvettes de DSM de Ø100 pour appliquer les méthodes 3D développées dans le chapitre (5) (Fig. 167a) ou lors du recarottage des éprouvettes de Ø100 en diamètre de 50 mm pour effectuer les tests de perméabilité à l'eau (Fig. 167b), une décoloration de la matrice de DSM s'est produite. En effet, initialement de teinte bleu-vert, la matrice acquière une couleur plutôt brunâtre sur la zone périphérique de l'éprouvette et autour des inclusions de sol non malaxé avec le ciment, qu'elles soient proches de la surface ou au cœur des éprouvettes.

Comme illustré dans la Fig. 167, cette zone affectée présente généralement une épaisseur moyenne d'environ 1 à 2 mm, ce qui est cohérent avec l'épaisseur observée pour la zone (C) illustrée précédemment dans la Fig.

166. Dans le chapitre (5), ce phénomène de décoloration a été également observé sur l'ensemble de la section transversale des éprouvettes issues des carottes SC3-R et SC4-G ainsi que les éprouvettes moulées à l'état frais sur le site de LA. Cette décoloration a rendu impossible l'application de la "méthode 3D" classique initialement développée et qui implique des découpes de 3 mm d'épaisseur. Une alternative a donc été proposée. En revanche, ce brunissement de la matrice sol-ciment a soulevé un certain nombre de questions du point de vue scientifique, entre autres quelle est l'origine de cette décoloration de la matrice DSM initialement de teinte bleu-vert.



Fig. 167. Illustration de la disparition de la coloration bleu-vert de la matrice DSM autour des inclusions de sol : (a) Section transversale d'une éprouvette de Ø100 après découpe ; (b) Surface latérale d'une éprouvette de Ø50 recarottée

Ce n'est pas la première fois que ce phénomène soit observé. Helson (2017) a remarqué que ses mélanges de DSM (kaolinite Speswhite + sable de Fontainebleau + CEM III/C), soumis à des cycles humides/secs, présentaient le même changement de couleur à partir de la surface extérieure vers le cœur des éprouvettes cylindriques. L'auteur a expliqué que la zone grisâtre correspondait à la zone carbonatée, dont la frontière a été mise en évidence par un test à la phénolphtaléine. Quelques années plus tard, Hessouh (2021) a observé un brunissement survenu sur une zone teintée en rose après un test à la phénolphtaléine sur ses matériaux DSM à base d'un sol de site mélangé avec du CEM III/C et de la chaux. Cela implique que cette zone, bien qu'elle soit grisâtre, n'est pas carbonatée. En utilisant une eau fluorescente, cette zone montre une saturation intermédiaire, c'est-à-dire qu'elle n'était ni saturée comme la zone bleutée, ni relativement sèche comme la zone carbonatée avec une teneur en eau d'équilibre.

À partir de ces résultats, deux hypothèses peuvent être avancées pour expliquer la disparition de la coloration bleu-vert de la matrice DSM :

- Lorsque le matériau DSM est partiellement séché, le dioxyde de carbone de l'air pénètre dans le matériau via la désaturation des pores, ce qui provoque la carbonatation de la zone et la formation de carbonate de calcium [ou calcite (CaCO₃)] le plus souvent de couleur blanche, entraînant ainsi la disparition de la couleur bleu-vert initiale de la matrice DSM ;
- Selon Izoret et Le Cornec (2017), la présence d'oxygène dans les mélanges sol-ciment à l'état frais peut interrompre ou ralentir les réactions chimiques qui conduisent à la formation de la couleur bleu-vert (potentiel rédox et phénomène d'oxydo-réduction). En outre, si le matériau DSM est désaturé d'une manière ou d'une autre, l'oxygène (un oxydant) qui y pénètre peut réagir avec les ions sulfures S²⁻ et S³⁻ (forme réduite du soufre souvent) pour former des sulfates et des oxydes de fer, qui peuvent décolorer ou altérer la couleur initiale de la matrice.

Pour valider ces hypothèse plusieurs tests ont été réalisés pour mieux comprendre les phénomènes en action. Les matrices des matériaux DSM prélevés sur toute la hauteur des écrans étanches, y compris les échantillons SC1-M, SC2-S, SC3-R, SC4-G, SC4-S et LA, ont fait l'objet de tests en PIM que l'on a corrélé avec la couleur de la matrice. Les résultats obtenus et illustrés sur la Fig. 168 montrent que les matériaux où la matrice sol-

ciment a conservé sa coloration bleu-vert, à savoir SC1-M, SC2-S et SC4-S, présentent une distribution de la taille des pores monomodale (Fig. 168a, Fig. 168b et Fig. 168e respectivement), tandis que ceux dans lesquels la matrice a subi un brunissement total (SC3-R, SC4-G et LA), malgré les mêmes conditions de conservation, présentent une distribution de la taille des pores bimodale beaucoup plus marquée et une porosité accessible au mercure plus élevée (Fig. 168c, Fig. 168d et Fig. 168f).

On en conclut que le phénomène de brunissement est a priori corrélé à la microstructure du matériau, phénomène qui pourrait être relié également à la carbonatation. Cette double porosité favorise dans tous les cas la pénétration de l'air dans le matériau DSM et accélère la désaturation au contact de l'air. Le brunissement est donc un marqueur des zones à plus forte porosité où l'air peut passer.



Fig. 168. Courbes de distribution de la taille des pores en PIM sur la matrice bien mixée des matériaux DSM issus de différents sites en France : (a) SC1-M ; (b) SC2-S ; (c) SC3-R ; (d) SC4-G ; (e) SC4-G ; (f) LA

Afin d'aller plus loin dans la compréhension du processus de brunissement des matériaux DSM, des tests de PIM ont été effectués plus en détail sur la matrice DSM du site LA que l'on a suivie au cours de son brunissement. Pour ce faire, une éprouvette de LA maturée pendant trois mois dans des conditions endogènes, soit une température de 20 °C et une humidité relative de 85 %, a été découpée en quatre parties longitudinales et chacune a été conservée dans les mêmes conditions endogènes dans une double enveloppe hermétique avec un papier mouillé placé entre les deux sachets. Après deux semaines de conservation, un quart de l'éprouvette a été coupé en deux morceaux pour observer le front de brunissement au cœur du matériau. Ensuite, deux petits morceaux ont été prélevés dans la zone bleutée et la zone brunâtre (désignées respectivement par (A) et (B) sur la Fig. 169a) pour une analyse en PIM.

Les résultats de la porosimétrie au mercure confirment les précédentes observations avec une légère diminution de la taille et de la quantité des micropores situés entre les grains de sable et les amas argileux floculés, passant de 2054 à 1121 nm. Si on écarte un effet d'hétérogénéité interne de la matrice sol-ciment des échantillons de DSM, cette légère diminution peut être due au début de la précipitation de la calcite, qui comble les plus gros pores et se traduit par une légère diminution de la porosité totale accessible au mercure, passant de 50,1 % à 48,5 % (Fig. 169b). Ce résultat va donc dans le sens d'une possible carbonatation à l'origine ou concomitant à un phénomène de changement d'état d'oxydation pour expliquer le brunissement des surfaces de la matrice DSM.



Fig. 169. (a) Coupe transversale d'un quart d'une éprouvette de LA montre un front de brunissement qui sépare la zone A et la zone B; (b) Courbes de distribution de la taille des pores obtenues sur les zones A et B

Pour compléter les mesures de poromercure, deux tests à la phénolphtaléine ont été effectués sur deux échantillons de DSM prélevés à partir de deux éprouvettes différentes de SC3-R. Le premier test a été effectué immédiatement après l'arrivée de l'éprouvette au laboratoire, révélant une coloration bleu-vert relativement uniforme sur toute la section de la découpe (Fig. 170a), mais avec un brunissement observable de la surface extérieure vers le cœur de l'éprouvette. La Fig. 170a montre également que le changement de couleur semble être favorisé par la présence d'inclusions de sol reliées par des chemins de couleur brunâtre, ce qui pourrait être relié à la présence de zones de transition interfaciale (ITZ) autour d'inclusions avec une perméabilité et une porosité plus élevée que celles de la matrice sol-ciment. Les microfissures reliant les inclusions montrent elles aussi le développement d'un brunissement de part et d'autre. Le deuxième test a été effectué sur une autre éprouvette conservée en laboratoire dans des conditions endogènes pendant un mois, période suffisante pour que la coloration bleu-vert disparaisse complètement (Fig. 171a).

Les résultats des tests à la phénolphtaléine sur les deux découpes (illustrées sur les Fig. 170b et Fig. 171b) montrent que le brunissement de la matrice de DSM ne résulte pas nécessairement de sa carbonatation, tel que rapporté par Borges et al. (2010), mais pourrait en être le début. En effet, la teinte rose de la découpe totalement brunâtre de la Fig. 171b est beaucoup moins prononcée ou moins foncée par rapport à celle obtenue sur le matériau initialement bleu-vert. Ce résultat est donc cohérent avec les résultats de PIM et montre que le phénomène de pénétration de l'oxygène avec l'air au cours de la désaturation suivi d'un changement d'état d'oxydation du soufre est plus rapide que la réaction de carbonatation de la matrice avec la pénétration du dioxyde de carbone. Avec cette expérience, les deux processus ont été décorrélés.



Fig. 170. Test à la phénolphtaléine sur une éprouvette de SC3-R effectué immédiatement après son arrivée au laboratoire



Fig. 171. Test à la phénolphtaléine sur une éprouvette de SC3-R effectué après 1 mois de conservation en conditions endogènes

En conclusion, les résultats des tests à la phénolphtaléine ont révélé que la décoloration de la matrice DSM à base du ciment CEM III/C, passant d'une teinte bleu-vert à une teinte plutôt brunâtre, ne signifie pas nécessairement sa carbonatation. Cependant, les résultats issus des tests de PIM, combinés à l'hypothèse émise par Izoret et Le Cornec (2017), suggèrent que la double porosité observée dans les courbes porométriques de la Fig. 168 favorise potentiellement la pénétration d'oxygène dans le réseau de pores du matériau. En effet, l'oxygène pourrait réagir avec les ions sulfures S²⁻ et S³⁻ pour former des sulfates et des oxydes de fer, provoquant ainsi l'altération de la couleur initiale de la matrice. Par conséquent, la décoloration de la zone autour des inclusions de sol pourrait indiquer que cette région présente une microstructure différente de celle de la matrice, que ce soit en termes de porosité ou de taille de pores. Ainsi, dans le reste de ce chapitre ainsi que le chapitre (7) dédié à la modélisation numérique, l'hypothèse qu'une ITZ d'une épaisseur de quelques centaines de micromètres entoure les inclusions de sol a été avancée. Toutefois, une étude plus poussée reste nécessaire pour confirmer son existence et identifier ses caractéristiques dans le cas du matériau DSM.

6.4. Effet de la présence d'inclusions sur les propriétés d'ingénierie des matériaux DSM

Les profils des caractéristiques des matériaux avec la profondeur de collecte sur les sites de construction avec les matériaux DSM mettent en évidence une dispersion notable des résultats, contrairement aux matériaux DSM de laboratoire qui sont élaborés dans des conditions contrôlées. Ces derniers montrent généralement une certaine uniformité et reproductibilité. Cette dispersion des résultats peut être attribuée à une multitude de facteurs qui interviennent simultanément in-situ. Parmi ces facteurs figurent les paramètres de mise en œuvre de la méthode DSM, tels que le rapport E/C non homogène sur toute la hauteur de l'écran, ainsi que les caractéristiques hétérogènes du sol traité imposées par la localisation géographique et la nature des composants de la digue. Dans le présent chapitre, un focus est fait sur l'impact des inclusions sur les performances microhydro-mécaniques du matériau DSM. La revue bibliographique exposée dans le chapitre (1) de ce manuscrit a mis en évidence l'effet préjudiciable de la présence d'inclusions de sol mélangé de manière non homogène avec le ciment lors du processus de malaxage, sur les performances mécaniques des matériaux DSM produits (Laefer et al. 2009 ; Denies et al. 2012a ; Ganne et al. 2012 ; Van Lysebetten et al. 2014 ; Hessouh et al. 2018 ; Amrioui et al. 2022). De plus, la réduction des performances est d'autant plus significative que la quantité d'inclusions est élevée (Ganne et al. 2012 ; Vervoort et al. 2012 ; Hessouh et al. 2018 ; Amrioui et al. 2022). Cependant, dans la plupart des travaux cités, la fraction volumique des inclusions de sol a été évaluée à l'aide de méthodes qui présentent des biais, comme démontré dans le précédent chapitre. Par conséquent, une sous-estimation ou une surestimation de l'effet réel des inclusions de sol non malaxé) ni leur impact potentiellement bénéfique sur les performances du matériau DSM. De ce fait, ce chapitre aborde en détail l'effet de la fraction volumique "réelle" des inclusions de sol et de graviers sur les différentes propriétés des matériaux DSM provenant de six sites de construction sur la digue de la Loire en France.

6.4.1. Impact des inclusions sur les propriétés microstructurales

6.4.1.1. Porosité accessible à l'eau (P)

La porosité accessible à l'eau *P* est représentée sur la Fig. 172a en fonction de la fraction volumique réelle des inclusions de sol P_{3Ds} .



Fig. 172. Variation de la porosité accessible à l'eau P mesurée sur les éprouvettes de DSM de Ø50 en fonction de : (a) Fraction volumique réelle d'inclusions de sol P_{3Ds} ; (b) Fraction volumique réelle de graviers P_{3Da} [84 données]

Bien que la porosité locale des boulettes de sol (environ 33 % selon la méthode PIM) soit comparable voire inférieure à celle des différentes matrices présentées sur la Fig. 161b, on observe une tendance à l'augmentation de la porosité totale accessible à l'eau lorsque la fraction volumique d'inclusions de sol augmente dans les éprouvettes de DSM testées, notamment celles provenant des écrans réalisés par la méthode sèche. Il s'agit de la méthode qui amène le plus d'inclusions en comparaison de la méthode humide (avec mélange de sol et de coulis cimentaire) qui aboutit à des mélanges plus homogènes en général.

Les éprouvettes de SC4-G et SC4-S (prélevées sur le seul écran étanche réalisé par la méthode humide sur le site S), même avec de faibles valeurs de P_{3DS} , présentent des porosités à l'eau plus élevées que SC1-M et SC2-S. Cette observation peut être liée à la microstructure de la matrice dans ces éprouvettes, qui présente une porosité totale au niveau de la matrice (P_{Hg}) plus élevée (même si elle est potentiellement sous-estimée par rapport à la porosité accessible à l'eau P de cette même matrice compte tenu du biais introduit par la technique de mesure qui ne distingue que les pores > 3 nm).

La tendance observée semble en accord avec les résultats exposés dans la Fig. 161a et les hypothèses énoncées dans le paragraphe (6.3.3), en lien avec une augmentation de porosité via la fissuration (ou la porosité au niveau de l'ITZ) entourant les inclusions de sol. En effet, cette zone de transition entre matrice et inclusions peut contribuer de manière significative à l'augmentation du volume de vides lorsque les inclusions de sol sont présentes en plus grande quantité dans le matériau. La décohésion des inclusions dans la matrice, comme illustrée dans la Fig. 162, entraîne l'apparition de vides supplémentaires qui s'ajoutent à la porosité de la phase cimentaire, celle des ITZ ainsi qu'à la macroporosité potentiellement générée par le processus de malaxage et la grande quantité d'eau utilisée dans le DSM (en comparaison des bétons classiques).

La dispersion relative des points sur la Fig. 172a est due également à l'effet des graviers sur la porosité, comme illustré dans la Fig. 172b. En effet, malgré le faible coefficient de détermination R^2 de 0,484, les résultats révèlent, comme attendu, une tendance générale à la diminution de la porosité P avec l'augmentation de la fraction volumique de graviers P_{3Dg} dans les éprouvettes. Cela s'explique probablement par la faible porosité interne des graviers (ou du moins une porosité nettement inférieure à celle de la matrice) se situant entre 3 et 17 % selon les résultats obtenus en PIM [voir le Tableau 26 du chapitre (4)]. De plus, les scans en tomographie aux rayons X présentés dans la Fig. 130a, Fig. 131a et la Fig. 162 ne révèlent aucune fissuration interne ou à l'interface due au retrait. Cela suggère que le détachement des graviers de la matrice ne devrait pas être observé. Par conséquent, la présence d'une grande quantité de graviers, du moins dans la plage évaluée entre 0 et 15 % dans les éprouvettes testées, ne crée pas de porosité supplémentaire, à l'exception de celle potentiellement résultant de la zone de transition interfaciale (ITZ) entre la matrice et les graviers (cette dernière est peu visible au MEB).

Ainsi, les mesures de porosité à l'eau et de PIM ont démontré l'impact significatif de la présence d'inclusions de sol non malaxé ou de graviers dans les échantillons de DSM sur les propriétés microstructurales du matériau à l'échelle macroscopique. On a mis en évidence deux situations : une porosité accessible à l'eau élevée en présence d'un pourcentage élevé d'inclusions de sol non malaxé avec le ciment (comme observé dans les matériaux SC3-R), et une porosité accessible à l'eau très faible lorsque le matériau contient une quantité importante de graviers (comme dans le cas des matériaux SC1-M).

Ce dernier cas renforce la recommandation d'ancrer l'écran étanche en DSM dans la couche de fondation sur laquelle la digue en terre a été construite étant donné que cette couche renferme le plus souvent des graviers dont l'impact est propice à la diminution de la porosité à l'eau et donc une diminution escomptée de la perméabilité d'où une meilleure durabilité de l'ouvrage et de son efficacité sur le long terme comme étant une barrière étanche.

6.4.1.2. Porosité accessible au mercure (P_{Hg})

Afin d'explorer l'impact de la présence des inclusions sur les caractéristiques microstructurales locales, la porosité accessible au mercure P_{Hg} mesurée à des emplacements arbitraires sur les différentes matrices des matériaux DSM (prélèvement de petits échantillons de moins de 1 cm³) est représentée en fonction de la fraction volumique d'inclusions de sol P_{3Ds} et de la fraction volumique de graviers P_{3Dg} dans la Fig. 173a et Fig. 173b respectivement.

Les résultats montrent une dispersion notable, mais révèlent une légère tendance à l'augmentation de la porosité de la matrice avec l'accroissement de la quantité d'inclusions de sol dans les échantillons SC1-M et SC2-S (Fig. 173a). Si cette tendance devait être confirmée par d'autres mesures, cela pourrait suggérer l'existence d'interactions entre les inclusions de sol et la matrice sol-ciment à l'état frais. Par exemple, si les boulettes de sol ne sont pas saturées, un échange d'eau entre les différentes phases présentes pourrait se produire, créant ainsi une compétition entre le sol et le ciment pour l'eau, en particulier si le sol contient des argiles sensibles à l'eau caractérisées par une surface spécifique plus élevée (présence d'illite dans les différents sites étudiés).

De plus, si le sol comprend une fraction de ces minéraux argileux ayant une capacité d'échange cationique (*CEC*) élevée, les cations Ca^{2+} présents dans l'eau interstitielle pourront se fixer de manière privilégiée sur les surfaces des feuillets argileux, entraînant ainsi une diminution de la formation d'hydrates dans la matrice, les hydrates qui remplissent les plus gros pores lors de leur croissance (tout en créant une nanoporosité ou une mésoporosité lorsqu'ils sont mélangés à des particules argileuses). Par conséquent, on peut obtenir une porosité accrue.



Fig. 173. Variation de la porosité accessible au mercure P_{Hg} en fonction de : (a) Fraction volumique réelle d'inclusions de sol P_{3Ds} ; (b) Fraction volumique réelle de graviers P_{3Da} [80 données]

Analyse comparative de la porosité totale accessible à l'eau (P) et au mercure (P_{Hg})

La Fig. 174 présente une comparaison entre la porosité totale accessible à l'eau P, mesurée à l'échelles des éprouvettes décimétriques de DSM, et la porosité totale accessible au mercure P_{Hg} , mesurée sur la matrice solciment des éprouvettes correspondantes.



Fig. 174. Porosité accessible au mercure P_{Hg} mesurée sur la matrice sol-ciment versus porosité accessible à l'eau P mesurée à l'échelle des éprouvettes de DSM : (a) En représentant l'origine des échantillons ; (b) Mêmes données mais en indiquant la méthode de DSM utilisée sur site d'où proviennent les sondages carottés (sèche ou humide) et les matériaux confectionnés en laboratoire [109 données]

L'analyse effectuée dans le chapitre (3) a démontré que, pour les matériaux DSM fabriqués en laboratoire sans présence d'inclusions de sol ni de graviers (indiqués en jaune sur la Fig. 174b), la porosité à l'eau se rapproche de la porosité au mercure, avec une légère surestimation attribuable principalement à la gamme de pores d'une taille inférieure à 3,7 nm qui ne sont pas accessibles au mercure en raison de la pression limitée appliquée par l'appareil. L'écart entre la porosité accessible à l'eau et celle accessible au mercure varie de 0 à 21 % sur ces matériaux, avec une valeur moyenne de 7 %. En revanche, concernant les éprouvettes prélevées in-situ par sondage carotté, la Fig. 174a montre une tendance différente selon l'origine des matériaux étudiés. Les

éprouvettes de SC1-M révèlent une porosité à l'eau inférieure à la porosité au mercure, avec des écarts allant de 0 à 25 % et une moyenne de 7 %. Cette sous-estimation de la porosité à l'eau semble logique compte tenu de la présence significative de graviers et de sable grossier (Fig. 156b), caractérisés par une porosité nettement inférieure à celle de la matrice et des inclusions de sol.

Par ailleurs, les éprouvettes de SC3-R, SC4-G et SC4-S montrent des porosités à l'eau plus élevées que les porosités au mercure, affichant des écarts compris entre 0 et 40 % avec des valeurs moyennes respectives de 23 %, 14 % et 15 %. Cette observation résulte à la fois de la présence considérable d'inclusions de sol, engendrant un volume non négligeable de pores associés à la zone de décollement de ces inclusions ainsi qu'à la zone de transition interfaciale (ITZ), et de la macroporosité de 1 à 15 mm non prise en compte par la porosimétrie par intrusion de mercure. De plus, dans le cas des éprouvettes de SC4-S, il est envisageable que la quantité de nanoporosité inaccessible au mercure soit plus importante en raison de la quantité de ciment ajoutée dans le mélange, atteignant approximativement 329 kg/m³, en comparaison à des dosages situés entre 206 et 233 kg/m³ pour les autres sites. Les éprouvettes de SC2-S présentent quant à elles un comportement intermédiaire, avec un écart compris entre 0 et 12 % et une moyenne de 5 %. Ceci peut être attribué à la présence d'une quantité plus élevée de graviers par rapport à SC3-R, SC4-G et SC4-S, ce qui induit une tendance de la porosité *P* à se rapprocher de la porosité *P_{Hg}*.

6.4.2. Impact des inclusions sur les propriétés hydrauliques

L'objectif de la réalisation des écrans étanches en DSM dans le corps des digues en terre est d'améliorer l'étanchéité de la structure en lui conférant des propriétés de transfert plus faibles. Bien que de nombreux auteurs aient abordé la présence d'inclusions de sol dans le matériau DSM et leur impact sur les propriétés mécaniques de ce dernier, l'impact sur les propriétés de transfert est rarement, voire pas du tout, mentionné.

Dans le cadre de cette thèse, une série de mesures de perméabilité à l'eau, suivies d'une évaluation en 3D de la quantité de boulettes de sol non malaxé et de graviers, a été réalisée sur des éprouvettes de DSM de Ø50 prélevées sur site. De plus, des essais de perméabilité ont été effectués sur des éprouvettes de DSM élaborées en laboratoire (série d'échantillons de VOS-MI-T0 avec 5 %, 15 % et 25 % d'inclusions de sol) afin de mieux mettre en évidence le rôle des inclusions en contrôlant leur position et leur nombre.

6.4.2.1. Perméabilité à l'eau (K)

Les résultats des tests de perméabilité sont présentés en fonction de la fraction volumique des inclusions de sol P_{3Ds} et des graviers P_{3Dg} dans la Fig. 175a et la Fig. 175b respectivement.



Fig. 175. Variation de la perméabilité à l'eau K en fonction de : (a) Fraction volumique réelle d'inclusions de sol P_{3Ds}; (b) Fraction volumique réelle de graviers P_{3Dg} [39 données + 4 données de VOS-MI-T0]

Sur les matériaux prélevés sur site, une augmentation de la perméabilité K a été observée selon deux tendances lorsque la fraction P_{3Ds} augmente (Fig. 175a). La première tendance a été observée dans les matériaux DSM provenant des sondages carottés SC1-M, SC2-S et SC4-S, où la matrice sol-ciment présentait une distribution de la taille des pores monomodale (Fig. 168a, Fig. 168b et Fig. 168e) avec la présence exclusive de nanopores d'environ 23 nm associés aux hydrates mélangés aux particules argileuses. La deuxième tendance concerne les échantillons de SC3-R et SC4-G, où la matrice présente une double porosité avec la présence de nanopores de taille supérieure, environ 50 nm, soit deux fois plus grande que celle de la première tendance, ainsi que de micropores d'environ 3 μ m (Fig. 168c et Fig. 168d).

La différence observée dans la pente de ces deux tendances (représentées en lignes pointillées sur la Fig. 175a) peut être attribuée à la microstructure de la matrice du matériau, comme illustré dans la Fig. 117 du chapitre (4), où la perméabilité à l'eau locale estimée par le modèle de Katz & Thompson dans les matrices SC3-R et SC4-G était cinq fois plus élevée que dans les autres matrices (SC1-M, SC2-S et SC4-S). De plus, la tendance à l'augmentation de la perméabilité à l'eau effective *K* avec l'augmentation de P_{3Ds} peut être attribuée à plusieurs facteurs, notamment :

- La perméabilité locale des boulettes de sol naturel, qui est supérieure à celle de la matrice sol-ciment d'un facteur de 10⁴ [voir paragraphe (4.6.2) dans le chapitre (4)] ;
- Les propriétés microstructurales et hydrauliques supposées être plus élevées de la zone de transition interfaciale (ITZ) autour des inclusions de sol par rapport à celles de la matrice en vrac ainsi que l'épaisseur de la pâte du matériau DSM. En effet, lorsque la fraction volumique des inclusions de sol augmente dans le matériau, l'épaisseur de la matrice a tendance à diminuer jusqu'à ce qu'il y ait un chevauchement des ITZ, dont l'épaisseur est potentiellement plus grande que l'ITZ autour des graviers, voire un contact direct entre ces inclusions de sol. Par conséquent, des chemins de moindre résistance pour le flux d'eau à travers les éprouvettes se forment ;
- Etant donné que l'épaisseur maximale de la matrice diminue à mesure que P_{3DS} augmente dans le mélange, sous sollicitation mécanique, des fissures peuvent apparaitre dans cette zone, créant des chemins de rupture mécaniques et des chemins d'écoulement préférentiels (Fig. 176b), compte tenu des propriétés microhydro-mécaniques des inclusions de sol moins performantes par rapport à la matrice sol-ciment (résistance mécanique plus faible et perméabilité à l'eau plus grande). Un exemple de fissure dans cette zone est illustré dans l'observation au microscope optique à profondeur de champ (Fig. 166a), dont l'origine pourrait être le découpage lors de la préparation de l'échantillon analysé.



Fig. 176. Influence de l'augmentation de la fraction volumique des inclusions de sol P_{3Ds} sur l'épaisseur maximale de la matrice et l'apparition de fissures dans cette région située entre les inclusions

Ainsi, même si la matrice sol-ciment bien mixée en elle-même peut présenter une faible perméabilité, la présence d'inclusions de sol en quantités plus importantes permet à l'eau, par le biais des différents facteurs mentionnés, de circuler plus rapidement le long de ces chemins préférentiels, ce qui augmente la perméabilité à l'eau effective des échantillons de DSM.

Par ailleurs, dans la même figure (Fig. 175a), on observe une troisième tendance à l'augmentation de la perméabilité à l'eau K mesurée sur les éprouvettes de laboratoire (VOS-MI-TO) lorsque P_{3Ds} augmente. Il est important de souligner que la pente de cette tendance est significativement plus faible par rapport aux deux autres courbes. Cette observation peut s'expliquer par la présence d'une couche amont et aval d'enrobage en DSM entre la surface externe des éprouvettes et les boulettes de sol incorporées au coulis (dépôt à la main à des positions données sans malaxage) en laboratoire, tandis que les éprouvettes prélevées sur site, étant découpées, exposent directement les inclusions de sol, les graviers ainsi que les interfaces inclusion-matrice (au lieu dire l'ITZ) sur les surfaces supérieure et inférieure des éprouvettes (Fig. 177).



Fig. 177. (a) Effet du processus de carottage et de découpe sur la surface des échantillons de DSM prélevés sur site ; (b) Effet de la paroi des moules en plastique sur la surface des échantillons de DSM fabriqués en laboratoire, créant ainsi une couche d'enrobage

La dispersion des résultats observée pour les éprouvettes qui suivraient la première tendance peut être attribuée à l'effet de la présence de graviers, dont la fraction P_{3Dg} varie en même temps et de manière inverse par rapport à la fraction P_{3Ds} . En effet, la Fig. 175b met en évidence une tendance globale à la diminution de la perméabilité à l'eau effective *K* avec l'augmentation de la fraction P_{3Dg} . Cependant, dans le cas des éprouvettes SC3-R, SC4-G et SC4-S où la fraction de graviers ne dépassait pas 5 %, on constate que la présence de graviers n'a quasiment aucun effet sur la perméabilité à l'eau effective. Cela explique en partie pourquoi le coefficient de détermination R^2 dans la deuxième tendance est plus élevé par rapport à la première tendance, atteignant respectivement des valeurs de l'ordre de 0,949 et 0,752.

Relation perméabilité à l'eau (K) – porosité accessible au mercure de la matrice (P_{Hg})

La Fig. 178 présente la relation entre la perméabilité à l'eau K, mesurée sur les éprouvettes de DSM de Ø50, et la porosité totale accessible au mercure P_{Hg} , mesurée sur la matrice bien mixée des éprouvettes correspondantes, obtenue en récupérant des morceaux lors du processus de recarottage et de découpage. L'analyse révèle deux tendances distinctes d'augmentation de la perméabilité à l'eau effective avec l'augmentation de la porosité totale P_{Hg} de la matrice. La première tendance est observée dans le cas des matériaux DSM provenant des sites où la méthode sèche a été utilisée. En revanche, la deuxième tendance est observée spécifiquement sur la carotte SC4-S, prélevée sur le seul écran réalisé par la méthode humide.

Les résultats mettent en évidence le rôle prépondérant de la microstructure de la matrice, qui constitue la phase principale des matériaux DSM testés, représentant au moins 75% du volume total, sur la perméabilité effective des éprouvettes. Cette perméabilité devient plus élevée lorsque la matrice sol-ciment présente une porosité accrue. Toutefois, l'impact de la présence d'inclusions de sol semble influencer la première tendance globale. En effet, dans le cas de la carotte SC2-S, l'éprouvette SC2-S-P4,85m (encadrée en pointillés sur la Fig. 178a) a affiché la perméabilité effective la plus élevée en raison de la plus grande fraction volumique d'inclusions de sol qu'elle contenait, ainsi qu'une fraction volumique de graviers inférieure à 5% (comme démontré sur la Fig. 175b, l'effet des graviers est négligeable à une telle fraction volumique). En revanche, l'éprouvette SC2-S-P5,15m, caractérisée par la plus faible valeur de P_{3Ds} et la plus élevée de P_{3Dg} , a révélé la perméabilité la plus basse.

Par ailleurs, les deux éprouvettes SC4-G-P0,09m et SC4-G-P1,56m ont également affiché les valeurs les plus faibles de perméabilité effective dans la carotte en question en raison de la présence négligeable d'inclusions

de sol, dont la quantité était quatre fois plus petite que celle des quatre autres éprouvettes de SC4-G situées dans la première tendance. Cela explique en partie la faible valeur du coefficient de détermination R^2 de cette courbe de tendance, estimée à environ 0,667. La Fig. 178a révèle une autre observation pertinente. Les éprouvettes de SC4-S, qui appartiennent à la deuxième tendance, confirment le rôle de la taille des pores évoqué dans le chapitre (4) de ce rapport de thèse. En effet, bien que la matrice de ces éprouvettes présente des porosités totales au mercure P_{Hg} plus élevées que celles des éprouvettes de SC1-M et SC2-S, la perméabilité à l'eau effective de l'ensemble reste comparable, voire similaire. Cette similarité est sans aucun doute due au fait que la taille de la famille de pores prédominante (à savoir les nanopores) est la même dans la matrice des trois différentes carottes (SC1-M, SC2-S et SC4-S), avec une dimension d'environ 23 nm, comme illustré dans la Fig. 168.

La Fig. 178b met en évidence que les résultats de perméabilité à l'eau des matériaux DSM provenant de différents sites, notamment ceux où la méthode sèche a été utilisée, sont recadrés par les résultats obtenus sur des matériaux DSM élaborés en laboratoire à partir de divers types de sols naturels et artificiels. Ces deux tendances ont été rapportées dans notre étude récente (Amrioui et al. 2023a) et sont présentées dans la Fig. 112 du chapitre (4). Les mélanges sol-ciment à base de kaolinite, représentés par des triangles noirs sur la Fig. 178b, demeurent les matériaux présentant les perméabilités à l'eau les plus élevées, en raison de leur comportement microstructural particulier observé lors des essais PIM [tel que démontré dans le chapitre (3)].



Fig. 178. Perméabilité à l'eau K mesurée à l'échelle des éprouvettes de DSM versus porosité totale accessible au mercure P_{Hg} mesurée sur les matrices des éprouvettes correspondantes : (a) En représentant l'origine des échantillons [39 données] ; (b) Mêmes données mais en indiquant la méthode de DSM utilisée sur site d'où proviennent les sondages carottés (sèche ou humide) et les matériaux confectionnés en laboratoire [39 données + 30 données (Amrioui et al. 2023a)]

6.4.2.2. Coefficient d'absorption capillaire (C1)

L'impact de la fraction volumique d'inclusions de sol et de graviers sur le coefficient d'absorption capillaire C_1 est présentée dans la Fig. 179. Bien que les résultats se révèlent plus dispersés que dans le cas de la porosité *P* (Fig. 172), avec des valeurs du coefficient de détermination R^2 très faibles, on observe comme attendu une tendance globale à l'augmentation et à la diminution du coefficient C_1 avec l'augmentation de la quantité d'inclusions de sol et de graviers, respectivement.

Les éprouvettes de DSM issues du site ont par ailleurs montré des courbes de prise de masse cumulée en eau comportant plusieurs ruptures de pente ou des changements brusques au fil du temps (Fig. 180a). Ces sections avec des taux d'absorption d'eau plus élevées ou plus faibles peuvent être en partie reliées à la quantité et la distribution d'inclusions de sol non malaxé et de graviers. En effet, la présence d'inclusions de sol et de graviers au sein de la matrice sol-ciment bien mixée peut potentiellement influencer la vitesse d'absorption d'eau en fonction de leur position relative dans l'échantillon, créant ainsi des chemins préférentiels pour la remontée

capillaire ou formant des obstacles qui prolongent le parcours de l'écoulement dans le cas des graviers. En revanche, pour les éprouvettes de DSM fabriqués en laboratoire, pour lesquels le matériau est supposé être homogène, la courbe de prise de poids cumulée en eau par unité de surface se caractérise par une régularité plus marquée et révèle une augmentation continue proportionnelle à la racine carrée du temps (Fig. 180b) avec une vitesse qui dépend de la nature minéralogique des argiles contenus dans le matériau DSM.



Fig. 179. Variation du coefficient d'absorption capillaire C_1 en fonction de : (a) Fraction volumique réelle d'inclusions de sol P_{3Ds} ; (b) Fraction volumique réelle de graviers P_{3Dg} [85 données]



Fig. 180. Prise de masse d'eau cumulée par unité de surface en fonction de la racine carrée du temps : (a) Matériaux DSM issus de SC3-R ; (b) Matériaux DSM fabriqués en laboratoire à base d'illite, de montmorillonite, sable seul et du sol naturel VOS

Relation porosité accessible à l'eau (P) – coefficient d'absorption capillaire (C1)

La Fig. 181a révèle une corrélation significative entre la porosité totale accessible à l'eau P et le coefficient d'absorption capillaire C_1 , mesurés sur les éprouvettes de DSM provenant de cinq sites de construction situés le long de la Loire Moyenne, avec un coefficient de détermination R^2 de 0,831.

Cette observation met en évidence la relation étroite entre cette propriété de transport de l'eau par remontée capillaire et la quantité de pores interconnectés associés à la matrice sol-ciment, à la zone de décollement inclusion-matrice, ainsi qu'à la zone de transition interfaciale (ITZ) entourant les inclusions de sol et de graviers présents dans les matériaux DSM, indépendamment de leur provenance, de leur degré d'hétérogénéité (présence d'inclusions de type sol non mélangé avec le ciment et de type graviers) et de la technique de DSM utilisée (qu'elle soit sèche ou humide), comme illustré dans la Fig. 181b.



Fig. 181. Porosité accessible à l'eau P versus coefficient d'absorption capillaire C_1 mesurés à l'échelle des éprouvettes de DSM : (a) En représentant l'origine des échantillons ; (b) Mêmes données mais en indiquant la méthode de DSM utilisée sur site d'où proviennent les sondages carottés (sèche ou humide) [91 données]

Hétérogénéité interne des éprouvettes de DSM de site en termes de porosité accessible à l'eau (P) et du coefficient d'absorption capillaire (C1)

La porosité accessible à l'eau P et le coefficient d'absorption capillaire C_1 mesurés sur les éprouvettes de DSM de Ø50, recarottées en laboratoire et désignées par "int", sont comparés à ceux mesurés sur la partie restante des éprouvettes désignée par "ext" tel que présenté dans la Fig. 147. Les résultats obtenus sont représentés dans la Fig. 182. Dans l'ensemble, il est observé que les différentes éprouvettes ont affiché des valeurs de porosité P_{ext} plus élevées (Fig. 182a). Cette surestimation peut être attribuée aux fissurations qui se sont développées à partir de la surface jusqu'au cœur des éprouvettes de Ø100 pendant leur conservation avant le recarottage en Ø50, contrairement à ces dernières qui ont été analysées immédiatement après et qui peuvent potentiellement contenir moins de fissures.

Par ailleurs, le coefficient d'absorption capillaire $C_1(ext)$ est généralement supérieur sur la majorité des éprouvettes (Fig. 182a). Il convient de rappeler que la partie restante des éprouvettes de Ø100 recarottées en Ø50 ("ext") présente deux surfaces latérales, à savoir une surface externe et une surface interne correspondant à la surface de recarottage. Par conséquent, lors du processus de séchage de ces éprouvettes, il est possible que davantage de fissures se développent en raison de la présence de ces deux surfaces latérales mentionnées. Cette particularité peut expliquer en partie la surestimation du $C_1(ext)$.



Fig. 182. (a) Comparaison entre la porosité accessible à l'eau mesurée sur les éprouvettes de Ø50 P_{int} et celle mesurée sur la partie restante après le recarottage P_{ext} [39 données] ; (b) Comparaison entre le coefficient d'absorption capillaire mesuré sur les éprouvettes de Ø50 $C_1(int)$ et celui mesuré sur la partie restante après le recarottage $C_1(ext)$ [22 données]

6.4.3. Impact des inclusions sur les propriétés physiques et mécaniques

Bien que la maîtrise des propriétés hydrauliques, notamment la perméabilité à l'eau, représente le défi majeur des travaux de confortement des digues de la Loire Moyenne, cette thèse s'intéresse également à l'étude de l'impact de la présence d'inclusions de sol non malaxé sur la réponse mécanique des matériaux DSM car les paramètres mécaniques sont plus simples et plus systématiquement mesurés. Dans les prochains paragraphes, l'effet des inclusions de sol et de graviers sur les différentes propriétés physiques et mécaniques des matériaux DSM est abordé.

6.4.3.1. Résistance à la compression simple (Rc) et module d'Young statique (E50)

La résistance à la compression simple R_c , mesurée sur les éprouvettes de DSM prélevées sur le site, est représentée en fonction du module d'Young statique E_{50} dans la Fig. 183.



Fig. 183. Résistance à la compression simple R_c versus module d'Young statique E_{50} : (a) En représentant l'origine des échantillons [132 données]; (b) Mêmes données mais en indiquant la méthode de DSM utilisée sur site d'où proviennent les sondages carottés (sèche ou humide), les matériaux confectionnés en laboratoire et les données de la littérature [132 données + 147 données (Denies et al. 2012a) + 145 données (Guimond-Barrett 2013)]

Comme le met en évidence la Fig. 183a, les échantillons fabriqués selon la méthode sèche (SC1-M, SC2-S, SC3-R et SC4-G) présentent une bonne corrélation, avec un coefficient de détermination R^2 de 0,919, correspondant à la tendance (1). En revanche, les échantillons SC4-S, issus du site S où la méthode humide a été utilisée, ne suivent pas la tendance (1), en raison de valeurs supérieures du module E_{50} par rapport aux modules obtenus sur les éprouvettes SC2-S provenant du même site que la carotte SC4-S. Ainsi, ils suivent une autre tendance linéaire, désignée par la tendance (2). Cette observation nécessite une confirmation par l'analyse d'autres matériaux fabriqués selon la méthode humide. La série d'éprouvettes VOS-MI-T0, élaborées en laboratoire avec des inclusions de sol, et la série d'éprouvettes moulées in-situ sur le site LA semblent suivre la tendance (1). En outre, les matériaux DSM utilisés pour simuler la matrice sol-ciment, fabriqués en laboratoire à partir des sols naturels de la digue (SDEV et VOS), d'argile et de sable (IA ou MA avec cFS, FS et LS), d'argile seule (IA) et de sable seul (cFS, FS et LS), ont permis de recadrer les résultats précédents avec une tendance (3), affichant un coefficient de détermination R^2 de 0,746.

Dans les travaux de littérature, l'écart entre les résultats obtenus sur les matériaux DSM prélevés sur site et ceux fabriqués en laboratoire a été attribué à la présence inévitable d'inclusions (Laefer et al. 2009 ; Denies et al. 2012a ; Ganne et al. 2012 ; Denies et al. 2013 ; Van Lysebetten et al. 2014 ; Hessouh et al. 2018). Les résultats présentés dans la Fig. 183a peuvent corroborer cette conclusion, en particulier en ce qui concerne la résistance à la compression simple, étant donné que les valeurs des modules statiques E_{50} sont comparables. En effet, les courbes des deux tendances (1) et (3) s'entrecroisent lorsque le module E_{50} est d'environ 2 GPa. En deçà de cette valeur, la résistance R_c des matériaux prélevés sur site (notamment SC3-R) est inférieure à

celle des matériaux de laboratoire en raison de valeurs plus élevées de P_{3Ds} et de valeurs plus faibles de P_{3Dg} . En revanche, au-delà d'un module de 2 GPa, la résistance R_c des matériaux prélevés sur site (SC1-M et SC2-S) devient jusqu'à 35% plus élevée que celle des matériaux de laboratoire. Cela met en évidence le rôle joué par la présence de graviers dans ces matériaux. La Fig. 183b présente les trois tendances précédentes, représentées par trois couleurs différentes, comparées aux résultats issus de la littérature, obtenus à partir de matériaux DSM prélevés à l'état frais ou par carottage sur toute la hauteur des colonnes et des écrans confectionnés par diverses techniques de mélange humide en Belgique (Denies et al. 2012a) et sur toute la hauteur des colonnes de DSM en France (Guimond-Barrett 2013). L'ensemble des résultats provenant de la littérature ainsi que ceux obtenus dans cette étude semblent se situer dans la zone délimitée par deux droites, dont les équations sont indiquées sur la Fig. 183b.

En ce qui concerne l'impact des inclusions sur ces propriétés mécaniques, la Fig. 184 et la Fig. 185 présentent respectivement les résultats de la résistance à la compression simple R_c et le module d'Young statique E_{50} mesurés sur les éprouvettes de DSM ayant un élancement de 2, en fonction de la fraction volumique d'inclusions de sol et de graviers.



Fig. 184. Variation de la résistance à la compression simple R_c en fonction de : (a) Fraction volumique réelle d'inclusions de sol P_{3Ds} ; (b) Fraction volumique réelle de graviers P_{3Da} [85 données + 4 données de VOS-MI-T0]



Fig. 185. Variation du module d'Young statique E_{50} en fonction de : (a) Fraction volumique réelle d'inclusions de sol P_{3Ds} ; (b) Fraction volumique réelle de graviers P_{3Dg} [85 données + 4 données de VOS-MI-T0]

Pour évaluer ces fractions, la "méthode 3D" ou la "méthode 3D simplifiée", ont été utilisées. Cependant, pour les éprouvettes de SC2-S, qui ont été soumises à une compression jusqu'à la rupture totale, ce qui a rendu impossible l'utilisation de l'une des méthodes 3D, les fractions d'inclusions ont été évaluées le long du plan longitudinal, qui est généralement le plan de rupture, en utilisant la "méthode 2D", comme illustré dans la Fig. 129. Par conséquent, on s'attend à ce qu'il y ait moins de graviers sur ce plan, car il traverse principalement les inclusions de sol plutôt que les graviers.

Concernant les inclusions de sol, la Fig. 184a met en évidence, conformément aux attentes, une diminution significative de la résistance à la compression simple R_c avec l'augmentation de la fraction volumique d'inclusions de sol dans les matériaux SC1-M, SC2-S, SC4-S LA et VOS-MI-T0, avec des coefficients de détermination R^2 respectifs de 0,79, 0,92, 0,78, 0,86 et pratiquement 1. Cela démontre l'effet "catalyseur" de rupture des inclusions de sol non traité, en raison de leurs plus faibles performances mécaniques par rapport à la matrice sol-ciment bien mélangée. En revanche, les éprouvettes de SC3-R ne présentent aucune tendance à la diminution de la résistance. Au contraire, les éprouvettes avec des P_{3Ds} plus élevées affichent des résistances plus élevées. Ce comportement peut être attribué au nombre limité d'éprouvettes testées, comme c'est le cas pour la carotte SC4-G, ainsi qu'à la taille et à la disposition des inclusions de sol. Ce comportement peut être également expliqué en partie par l'hétérogénéité de l'écran étanche, étant donné que les éprouvettes de SC3-R écrasées ont été découpées à partir de quatre carottes prélevées dans quatre profils différents sur le site R.

D'autre part, la variation du module d'Young statique E_{50} des éprouvettes DSM en fonction de la fraction P_{3Ds} dans la Fig. 185a révèle une conclusion similaire à celle de la résistance à la compression simple R_c (Fig. 184a). En d'autres termes, les inclusions de sol ont un effet préjudiciable sur la rigidité du matériau, entraînant une diminution significative des modules lorsque la quantité d'inclusions de sol P_{3Ds} augmente dans les éprouvettes (Fig. 185a). Cette observation est cohérente avec la corrélation établie entre la résistance à la compression et le module d'Young des matériaux DSM (Fig. 183). Cependant, une inversion d'ordre de grandeur des modules d'Young a été observée entre les éprouvettes de SC2-S et celles de SC4-S. En effet, ces dernières ont montré des résistances à la compression plus faibles que celles de SC2-S, tout en présentant des modules d'Young plus élevés. Il convient de noter qu'aucune explication claire et conclusive n'a pu être établie pour cette observation.

Si on s'intéresse au rôle des graviers, contrairement aux inclusions de sol, la Fig. 184b et la Fig. 185b révèlent un effet compensatoire de la présence des graviers dans les matériaux DSM sur la résistance à la compression et le module d'Young de ces derniers, respectivement. En effet, on observe une tendance globale à une augmentation de R_c et de E_{50} avec l'augmentation de P_{3Dg} , avec un coefficient de détermination R^2 similaire de 0,79. Cependant, comme le montre ces deux figures, les éprouvettes de SC2-S ne suivent pas cette tendance. Cette observation s'explique probablement par de faibles valeurs de P_{3Dg} sous-estimées par l'approche 2D utilisée sur le plan longitudinal après la rupture. Cette sous-estimation semble logique, comme évoqué précédemment, en raison du fait que le plan longitudinal examiné par la "méthode 2D" dans la Fig. 129 correspond au plan de rupture de l'éprouvette après l'essai de résistance à la compression. Étant donné l'effet "catalyseur" des inclusions de sol, le plan de rupture a tendance à traverser principalement les inclusions de sol plutôt que les graviers. Par conséquent, les valeurs de la fraction volumique de graviers sont très faibles et ne semblent pas représenter fidèlement la fraction réelle en 3D dans les éprouvettes de SC2-S étudiées.

Par ailleurs, il est possible de faire une observation intéressante à partir de la Fig. 184a et de la Fig. 185a. Les courbes de tendance des différentes éprouvettes étudiées semblent converger vers une valeur critique à mesure que la fraction volumique d'inclusions de sol P_{3Ds} continue d'augmenter. Cela signifie que, indépendamment de la nature du sol traité, des dosages en ciment et en eau utilisés, de la quantité de graviers, ainsi que des propriétés microstructurales (porosité et taille de pores) et mécaniques (résistance et rigidité) associées à la matrice de sol-ciment bien mixée, les propriétés mécaniques effectives des éprouvettes, soit la résistance R_c et le module E_{50} , tendent vers valeurs critiques qui semblent se rapprocher des propriétés du sol naturel non traité, pouvant présenter un ordre de grandeur similaire sur les différents sites. De plus, cette observation suggère qu'il existe un certain pourcentage d'inclusions de sol P_{3Ds} à partir duquel la réponse mécanique effective du matériau DSM n'est plus contrôlée par les performances de la matrice, mais plutôt par la quantité de boulettes de sol non traité.

Sur la Fig. 184a, différents niveaux de résistance à la compression peuvent être observés, allant de faibles résistances (éprouvettes de SC3-R, SC4-G, LA et VOS-MI-T0) à des résistances élevées (éprouvettes de SC1-

M), en passant par des résistances intermédiaires (éprouvettes de SC2-S et SC4-S). Les résultats de la Fig. 184b montrent que cette évolution de l'ordre de grandeur de la résistance à la compression est cohérente avec celle de la fraction volumique de graviers obtenue à partir des sondages carottés : les résistances élevées correspondent à la carotte contenant des pourcentages plus élevés de graviers.

De plus, les courbes porométriques présentées dans la Fig. 168 indiquent que la microstructure, en termes de porosité totale et de taille des pores, peut également jouer un rôle important dans cette évolution. De même, les paramètres de mise en œuvre du DSM, tels que le rapport E/C, l'ajout de chaux et l'énergie de malaxage, peuvent exercer une influence significative.

Relation entre résistance à la compression simple (R_c) et module d'Young statique (E_{50}) – porosité totale accessible au mercure de la matrice (P_{H_8})

La Fig. 186 et la Fig. 187 présentent respectivement l'effet de la porosité totale accessible au mercure P_{Hg} de la matrice sur la résistance à la compression simple R_c et sur le module d'Young statique E_{50} , des échantillons provenant de site ou fabriqués en laboratoire à partir de différents types de sols naturels et artificiels. L'objectif est d'observer comment la microstructure de la phase liante, au lieu dire la matrice, peut contrôler la réponse mécanique effective des matériaux DSM.

La Fig. 186a met en évidence trois tendances distinctes de diminution de la résistance à la compression en fonction de l'augmentation de la porosité totale P_{Hg} de la matrice : la tendance (1) observée sur les matériaux de site fabriqués par la méthode sèche, la tendance (2) sur ceux fabriqués par la méthode humide, toutes deux recadrées par la tendance (3) des matériaux DSM de laboratoire. Les trois tendances convergent vers une résistance à la compression similaire, ce qui démontre l'influence de la microstructure de la matrice sur la résistance effective des matériaux DSM au-delà d'un certain seuil de porosité totale mesurée en PIM. De plus, même avec une porosité totale plus élevée, certaines éprouvettes de SC1-M ont affiché une résistance à la compression supérieure à celle des matériaux de laboratoire. Cela peut être attribué à la présence importante de graviers et à la distribution bimodale présente dans les matériaux de laboratoire qui ne contiennent pas de graviers. Par ailleurs, les matériaux de SC4-S, bien que présentant des porosités P_{Hg} plus élevées que les matériaux SC2-S, conservent une gamme de résistance comparable. Cela confirme que le comportement des matériaux fabriqués par la méthode humide diffère de celui des matériaux fabriqués par la méthode sèche.



Fig. 186. Résistance à la compression simple R_c versus porosité totale accessible au mercure P_{Hg} : (a) En représentant l'origine des échantillons; (b) Mêmes données mais en indiquant la méthode de DSM utilisée sur site d'où proviennent les sondages carottés (sèche ou humide), les matériaux confectionnés en laboratoire sans inclusions de sol [33 données]

En ce qui concerne le module d'Young statique E_{50} , la Fig. 187a met en évidence les mêmes tendances que celles observées sur la résistance à la compression simple dans la Fig. 186a, à savoir une diminution de la

rigidité des matériaux DSM provenant du site et du laboratoire avec l'augmentation de la porosité totale de la matrice mesurée en PIM. Cependant, la tendance (2) révèle une observation pertinente concernant la rigidité des échantillons de SC4-S. En effet, bien que leur matrice soit plus poreuse que celle des échantillons de SC2-S et qu'elle contienne plus de graviers, les échantillons de SC4-S présentent les valeurs les plus élevées du module E_{50} . Dans ce cas, la porosité totale accessible au mercure de la matrice sol-ciment des matériaux provenant du site ne constitue pas un paramètre déterminant pour prédire leur résistance et leur rigidité.



Fig. 187. Module d'Young statique E₅₀ versus porosité totale accessible au mercure P_{Hg} : (a) En représentant l'origine des échantillons ; (b) Mêmes données mais en indiquant la méthode de DSM utilisée sur site d'où proviennent les sondages carottés (sèche ou humide), les matériaux confectionnés en laboratoire sans inclusions de sol [33 données]

Analyse comparative entre l'impact des inclusions de sol et de celui des performances de la matrice sol-ciment sur la résistance et la rigidité des matériaux DSM

Pour aller plus loin, les résultats illustrés dans la Fig. 184a et de la Fig. 185a ont mis en évidence la convergence des courbes de résistance et de rigidité vers une valeur critique, indépendamment de l'origine des éprouvettes, à mesure que P_{3Ds} continue d'augmenter. Ces observations soulèvent la question de savoir quel paramètre régit la réponse effective des matériaux DSM. Est-ce principalement les performances de la matrice, qui dépendent de la nature du sol, des paramètres de mise en œuvre et du temps de durcissement, ou serait-ce plutôt la quantité d'inclusions de sol au-delà d'un certain seuil ? Pour répondre à cette question, deux séries d'éprouvettes de DSM élaborées en laboratoire ont été soumises à des tests de résistance à compression. La première série (VOS-MI-T0) comprend des éprouvettes avec différentes fractions volumiques d'inclusions de sol (0 %, 5 %, 15 % et 25 %), toutes ayant la même matrice, réalisée avec des paramètres de formulation constants. Dans la deuxième série (VOS-MV-T0), la matrice est variable car le sol naturel peut être soit mélangé sous forme de poudre avec le ciment et l'eau pour former la phase liante, soit présent dans le mélange sous forme d'inclusions. Pour plus de détails, référer au paragraphe (2.3.4.2) du chapitre (2). Il est important de rappeler aussi que le terme "T0" dans le nom des séries d'éprouvettes indique qu'elles n'ont subi aucune dégradation, c'est-à-dire qu'elles sont dans leur état initial après un mois de cure endogène à 38 °C et 100 % d'humidité relative.

Pour chaque fraction volumique d'inclusions, trois éprouvettes sont soumises au test de résistance à la compression. Les valeurs moyennes ainsi que les écarts-types de la résistance R_c et du module statique E_{50} sont présentés en fonction de la fraction volumique d'inclusions de sol P_{3Ds} dans la Fig. 188. Les éprouvettes VOS-MI-T0 ont montré une diminution quasi-linéaire de 15 % de la résistance R_c et du module statique E_{50} pour $P_{3Ds} = 5$ %, de 45 % pour $P_{3Ds} = 15$ %, et de 63 % pour $P_{3Ds} = 25$ %. Ces réductions des propriétés mécaniques semblent être de moindre ampleur que celles observées dans la littérature (Vervoort et al. 2012 ; Helson 2017 ; Hessouh et al. 2018). En effet, cette différence peut être attribuée à l'effet de la taille des inclusions. Helson 2017 et Hessouh et al. 2018 ont utilisé des inclusions de kaolinite de 15 mm, soit deux fois

plus grandes que la taille moyenne de 8 mm considérée dans cette étude [voir la Fig. 60 dans le chapitre (2)]. De plus, le comportement microstructural spécifique des argiles kaoliniques mélangées au ciment (kaolinite Speswhite), tel que décrit en détail dans le chapitre (3), qui conduit à des performances mécaniques plus faibles, pourrait également expliquer cette observation. Vervoort et al. (2012), pour leur part, ont effectué une étude numérique en 2D en considérant une éprouvette de DSM d'une largeur de 120 mm et d'une hauteur de 240 mm, contenant des inclusions de sol de configuration réaliste et d'une taille comprise entre 15 et 50 mm.

Par ailleurs, les éprouvettes de VOS-MV-T0 ont présenté un comportement mécanique différent lorsque P_{3Ds} était compris entre 5 et 15 %. En effet, la résistance à la compression R_c a montré une augmentation de 10 % à $P_{3Ds} = 5$ %, suivie d'une diminution de 35 % à $P_{3Ds} = 15$ % et de 61 % à $P_{3Ds} = 25$ % (voir Fig. 188a). L'augmentation de la résistance R_c à $P_{3Ds} = 5$ % et la diminution moins prononcée à $P_{3Ds} = 15$ % par rapport à VOS-MI-T0 sont probablement liées aux performances mécaniques de la matrice variable (MV), qui deviennent plus élevées à mesure que la fraction volumique d'inclusions de sol augmente (Fig. 189). Cependant, à $P_{3Ds} = 25$ %, la résistance à la compression converge vers la même valeur normalisée que celle des éprouvettes VOS-MI-T0.



Fig. 188. Variation en fonction de la fraction volumique d'inclusions de sol P_{3Ds} de : (a) Résistance à la compression simple R_c normalisée ; (b) Module d'Young statique E₅₀ sur les éprouvettes de VOS-MI-T0 et VOS-MV-T0



Fig. 189. Variation des propriétés mécaniques normalisées des matrices utilisées pour fabriquer les éprouvettes de VOS-MV-TO sans inclusions de sol non malaxé (éprouvettes composées de matrice seule) en fonction de la fraction volumique d'inclusions de sol P_{3Ds} : (a) Résistance à la compression simple R_c ; (b) Module d'Young statique E_{50}

D'autre part, la Fig. 188b présente un comportement similaire en termes de module d'Young E_{50} à celui observé pour la résistance R_c (Fig. 188), mais à $P_{3Ds} = 5$ %, le module est resté constant sans montrer d'augmentation. Ceci peut s'expliquer par le fait que le module statique de la matrice, tel que présenté dans la
Fig. 189b, évolue moins par rapport à la résistance à la compression (Fig. 189a) à mesure que le dosage en ciment équivalent augmente pour des fractions volumiques d'inclusions de sol élevées. De plus, les résultats expérimentaux et numériques obtenu sur des matériaux dans lesquelles la matrice est supposée identique, présentés dans la Fig. 188b, démontrent que la taille des inclusions de sol a un impact insignifiant sur le module E_{50} , contrairement à ce qui a été constaté en ce qui concerne la résistance à la compression R_c .

Comme observé précédemment sur les matériaux de site, les valeurs normalisées de R_c et de E_{50} pour les éprouvettes de VOS-MI-T0 et VOS-MV-T0 convergent vers la même valeur de résistance et de module lorsque P_{3Ds} atteint 25 %. De plus, dans ce cas, les deux courbes se croisent plus rapidement, c'est-à-dire à $P_{3Ds} = 25$ %, par rapport aux échantillons du site, car les deux séries d'éprouvettes élaborées en laboratoire ne contiennent pas de graviers pour compenser l'effet destructeur des inclusions de sol. Ainsi, on peut conclure que, à partir d'un certain taux d'inclusions de sol non malaxé, même en présence d'une matrice ayant des performances mécanique supérieures de 60 %, c'est le rôle néfaste de ces inclusions de sol qui va contrôler la réponse mécanique effective du matériau DSM, plutôt que les performances de la matrice.

6.4.3.2. Homogénéité de la répartition des inclusions de sol sur toute la hauteur des écrans étanche en DSM et impact sur la densité (d) et le module d'Young dynamique (Edp)

Répartition des inclusions dans les panneaux de DSM

La Fig. 190 présente les variations de la fraction volumique d'inclusions de sol non malaxé et de graviers en fonction de la profondeur de prélèvement. L'objectif est de déterminer si l'outil de malaxage induit ou non un mélange de qualité "homogène" sur toute la hauteur des écrans étanches. Parmi les six sites étudiés, aucune corrélation claire n'est observée entre les fractions volumiques d'inclusions de sol et la profondeur (Fig. 190a). En d'autres termes, on ne distingue pas de zone en bas ou en haut de l'écran présentant des quantités d'inclusions globalement plus faibles, ou globalement plus grandes. Cela signifie qu'une homogénéité de la formation des inclusions de sol peut être observée sur toute la hauteur des sondages carottés, indépendamment de la nature du sol et de la méthode de DSM utilisée (méthode sèche ou humide).



Fig. 190. Effet de la profondeur de prélèvement des éprouvettes de DSM sur : (a) Fractions volumiques d'inclusions de sol non malaxé P_{3Ds} ; (b) Fractions volumiques de graviers P_{3Dg} [143 éprouvettes]

D'autre part, la Fig. 190b montre une dispersion similaire de la fraction volumique des graviers provenant de la couche de fondation sur laquelle la digue en terre a été construite, ainsi que des grains de sable présents dans le sol constituant le corps de la digue (dont la taille minimale considérée par le traitement d'images est de 2 mm). Cela suggère un bon malaxage par l'engin de Trenchmix®, qui permet de répartir les deux types d'inclusions sur toute la hauteur de l'écran étanche, contrairement à des techniques de mélange sous forme de colonnes à l'aide d'une vis de malaxage (Mathieu et al. 2021). En fin de compte, la dispersion notable observée sur les fractions volumiques des inclusions de sol P_{3Ds} (Fig. 190a) et des graviers P_{3Dg} (Fig. 190b) explique en grande partie la variabilité des différentes propriétés mesurées sur les matériaux DSM issus des différents

sites, comme précédemment présentées sous forme de profils en fonction de la profondeur de prélèvement dans le paragraphe (6.3).

Densité humide apparente (d) mesurée sur les écrans de DSM

De manière surprenante, la Fig. 191 révèle une variation pratiquement négligeable de la densité humide apparente d des éprouvettes prélevées par carottage, malgré l'augmentation de la fraction volumique d'inclusions de sol et de graviers. Cependant, les éprouvettes moulées in-situ sur le site LA ont présenté une diminution (Fig. 191a) et une augmentation (Fig. 191b) de la densité d lorsque P_{3Ds} et P_{3Dg} augmentent. De plus, bien que l'évolution soit peu significative, les éprouvettes de VOS-MI-TO présentent une tendance linéaire inverse dans la Fig. 191a : la densité d augmente avec la P_{3Ds} en raison de la densité apparente plus élevée des inclusions de sol par rapport à celle de la matrice, soit environ 2,2 et 1,8 respectivement. Cela met en évidence le rôle de la densité associée à chaque phase sur la densité des éprouvettes de DSM.

En ce qui concerne les éprouvettes de SC1-M et SC2-S, les mesures effectuées en PIM ont montré une similitude relative entre la densité sèche réelle de la matrice et celle des boulettes de sol, atteignant environ 2,4. De plus, en supposant que la teneur en eau des deux phases est identique, sachant que leur porosité est similaire sur les deux carottes, avec une moyenne d'environ 35 %, il est raisonnable de considérer que la densité humide apparente de la matrice et des inclusions de sol reste également constante. Ainsi, cela pourrait expliquer pourquoi la densité d des éprouvettes ne varie pas en fonction de P_{3Ds} (Fig. 191a). Les différents ordres de grandeur observés pour la densité humide apparente des différentes carottes sont conditionnés d'une part par la quantité de graviers dans le matériau, comme montré sur la Fig. 156b, et d'autre part par la porosité totale mesurée en PIM de la matrice qui représente la phase prédominante dans le matériau, comme l'illustre la Fig. 161b. En effet, ces deux graphiques sont cohérents avec les valeurs de densité obtenues (Fig. 191b). Cependant, il convient de souligner que la macroporosité observée en tomographie, exposée précédemment dans la Fig. 163, ainsi que l'état hydrique des éprouvettes, influencé par les étapes de transport et de conservation, le sciage réalisé sous l'eau ainsi que l'éventuelle exposition à l'air lors des différentes mesures, peuvent également jouer un rôle important dans ces observations.



Fig. 191. Variation de la densité humide apparente d en fonction de : (a) Fraction volumique réelle d'inclusions de sol P_{3Ds} ; (b) Fraction volumique réelle de graviers P_{3Dg} [125 données + 4 données de VOS-MI-T0]

Module d'Young dynamique (*E*_{dp}) mesuré sur les écrans de DSM

La Fig. 192 présente la variation du module d'Young dynamique E_{dp} , déterminé à partir de la mesure de la vitesse d'ondes de compression V_p et de la densité humide apparente d en utilisant l'Eq. (2.5) telle que décrit dans le chapitre (2), en fonction de la fraction volumique d'inclusions de sol P_{3Ds} et de graviers P_{3Dg} . Les résultats obtenus ne révèlent aucune relation entre le module dynamique et la fraction volumique d'inclusions de sol présente dans les échantillons prélevés par carottage (Fig. 192a), ce qui peut être attribué à la constance

de la densité humide apparente (Fig. 191a) et de la vitesse d'ondes de compression, qui ne variaient pas de manière significative malgré l'accroissement de P_{3Ds} . Hessouh et al. (2018) ont observé une tendance similaire sur des échantillons de DSM à base de kaolinite Speswhite, de sable de Fontainebleau et de CEM III/C, avec différentes fractions volumiques d'inclusions de kaolinite. Les auteurs ont attribué cette absence de variation du module dynamique E_{dp} avec l'évolution de la quantité d'inclusions à des valeurs de vitesse d'ondes de compression V_p plus élevées dans la matrice par rapport aux inclusions de kaolinite. En d'autres termes, le temps de parcours le plus court mesuré correspond à celui des ondes ayant traversé uniquement la matrice, sans être influencées par les inclusions. Cependant, dans le cas des éprouvettes moulées sur le site LA et des éprouvettes élaborées en laboratoire, une diminution du module dynamique E_{dp} peut être observée, bien que celle-ci ne soit pas significative.

La Fig. 192b révèle une corrélation avec une dispersion significative des points entre le module E_{dp} et P_{3Dg} . Cette représentation graphique englobe à la fois l'impact des propriétés élastiques des graviers, qui sont supérieures à celles de la matrice et du sol naturel, présents en quantités variables dans les éprouvettes de DSM, et l'effet de la densité et de la porosité locales associées à la matrice, tout en tenant compte de la corrélation existante entre ces paramètres. De plus, tout comme la densité humide apparente d, la mesure de la vitesse d'ondes de compression V_p peut être influencée par l'état hydrique des échantillons (Bungey 1980 ; TCS 2002) ainsi que par la présence de la macroporosité créée lors du processus de malaxage in-situ.



Fig. 192. Variation du module d'Young dynamique E_{dp} en fonction de : (a) Fraction volumique réelle d'inclusions de sol P_{3Ds} ; (b) Fraction volumique réelle de graviers P_{3Dg} [125 données + 4 données de VOS-MI-T0]

En conclusion, compte tenu de l'absence de corrélations claires et bien définies entre le module d'Young dynamique E_{dp} et la fraction volumique d'inclusions de sol P_{3Ds} ainsi que celle de graviers P_{3Dg} (Fig. 192), ces résultats montrent qu'une simple mesure de la vitesse d'ondes P (V_p) ne permet pas de prédire de manière fiable la quantité de ces deux types d'inclusions présentes dans les matériaux DSM.

6.4.4. Estimation des propriétés d'ingénierie des matériaux DSM à partir de mesures non destructives : proposition de corrélations

Dans le but d'évaluer l'efficacité du traitement du sol par le procédé de DSM, des approches non destructives ont été employées in-situ sur des matériaux DSM durcis. En particulier, la mesure de la vitesse d'ondes P et S (Porbaha 2002 ; Madhyannapu et al. 2010 ; Mathieu et al. 2021). Bien que le paragraphe précédent ait montré que la mesure non-destructive de la vitesse d'ondes de compression V_p ne peut malheureusement pas fournir une estimation fiable de la quantité d'inclusions de sol et de graviers, il est toutefois intéressant d'explorer la relation entre le module dynamique E_{dp} , calculé à partir de la mesure de V_p , ou la densité humide apparente, des paramètres facilement mesurables en laboratoire ou sur site, et les différentes propriétés d'ingénierie des matériaux DSM. Ces propriétés incluent la résistance à la compression simple R_c , le module d'Young statique E_{50} et la porosité totale accessible à l'eau *P*. En effet, cette approche permettrait d'améliorer notre compréhension de la réponse globale des matériaux DSM, d'optimiser leur formulation pour faire face à divers défis, et de servir d'outil prometteur pour évaluer la qualité du malaxage in-situ ainsi que pour vérifier la conformité des travaux de renforcement des digues de la Loire Moyenne. Il est important de noter que la perméabilité à l'eau n'a démontré aucune corrélation ni avec le module d'Young dynamique ni avec la densité humide apparente. Cela peut s'expliquer par le fait que cette propriété de transfert est gouvernée non seulement par la porosité accessible du matériau, mais aussi affecté par la complexité du réseau de pores, lequel pourrait devenir plus complexe en présence des inclusions.

6.4.4.1. Module d'Young dynamique (Edp)

Analyse comparative du module d'Young dynamique (E_d) basé sur la mesure de la vitesse d'ondes de compression (V_p) et de la fréquence de résonance (f)

Afin de choisir la méthode de mesure pour déterminer le module d'Young dynamique à utiliser dans cette approche, les modules d'Young dynamiques E_{dp} , obtenus à partir de la mesure de la vitesse d'ondes de compression V_p , ont été comparés à ceux obtenus par la mesure de la fréquence de résonnance f dans la Fig. 193. Une première constatation à faire à partir de la Fig. 193a est que la plage des modules dynamiques E_{dp} , située entre 3 et 25 GPa, est en accord avec les résultats obtenus par Guimond-Barrett (2013) sur des échantillons de DSM prélevés par carottage sur des colonnes réalisées dans un site sableux graveleux.



Fig. 193. Module d'Young dynamique E_{dp} basé sur la mesure de la vitesse d'ondes de compression V_p versus module d'Young dynamique E_{df} basé sur la mesure de fréquence de résonnance f : (a) En représentant l'origine des échantillons ; (b) Mêmes données mais en indiquant la méthode de DSM utilisée sur site d'où proviennent les sondages carottés (sèche ou humide), les matériaux confectionnés en laboratoire et la méthode de prélèvement par voie humide [207 données]

En revanche, bien qu'une grande partie des points se trouvent sur la droite y = x, les modules E_{df} présentent une dispersion remarquable sur les éprouvettes carottées (SC1-M, SC2-S, SC4-G et SC4-S), avec des valeurs variant de 1 à 50 GPa. Toutefois, les éprouvettes de laboratoire (VOS-MI) ainsi que les éprouvettes moulées in-situ à l'état frais (LA) montrent une bonne correspondance entre les deux modules E_{dp} et E_{df} comme illustré dans la Fig. 193b, qui présente les mêmes données que la Fig. 193a, mais met en évidence les matériaux réalisés selon les deux techniques de DSM (sèche ou humide), confectionnés en laboratoire ou prélevés sur site par voie humide. La présence d'inclusions de sol, de grains de sable grossier et de graviers exposés à la surface des éprouvettes carottées et retravaillées en laboratoire peut entraîner une dispersion importante dans les mesures de fréquence de résonnance lorsque l'on tape arbitrairement ces zones avec le marteau. Cela explique en partie la dispersion des résultats sur les échantillons de site et pourquoi certaines valeurs de E_{df} sont supérieures ou inférieures aux modules E_{dp} , contrairement aux éprouvettes moulées qui présentent une couche d'enrobage formée par l'effet de paroi lors de remplissage des moules. En résumé, cela explique pourquoi le module dynamique utilisé dans cette étude est le module E_{dp} basé sur la mesure de vitesse V_p .

Résistance à la compression simple (R_c) et module d'Young statique (E₅₀)

La Fig. 194a révèle une corrélation significative entre la résistance à la compression simple R_c et le module d'Young dynamique E_{dp} des matériaux DSM provenant du site. En effet, tant les matériaux fabriqués selon la méthode sèche que ceux élaborés selon la méthode humide suivent une tendance globale d'augmentation de la résistance à la compression avec l'augmentation du module dynamique, avec un coefficient de détermination R^2 de 0,79. La tendance (**3**) observée dans les matériaux DSM de laboratoire se superpose à la tendance globale mentionnée précédemment. Cette observation indique que le module d'Young dynamique, déterminé à partir de la mesure de la vitesse d'ondes P, peut être considéré comme un paramètre déterminant pour prédire au moins l'ordre de grandeur de la résistance à la compression des matériaux DSM.

Les résultats obtenus sur les matériaux DSM provenant de site et fabriqués en laboratoire sont comparés à ceux rapportés dans la littérature (Denies et al. 2012a ; Guimond-Barrett 2013) et présentés dans la Fig. 194b. Bien que les résultats de la littérature suivent une tendance similaire, ils ont néanmoins révélé une dispersion remarquable. Cette dispersion peut être attribuée au fait que ces résultats ont été obtenus à partir de prélèvements réalisés par sondage carotté ou par voie humide sur différents sites de construction utilisant la méthode de DSM, où les caractéristiques des sols traités ainsi que les paramètres de mise en œuvre varient. De plus, tous les résultats sont regroupés à l'intérieur de la zone grise délimitée par deux équations exponentielles indiquées dans la Fig. 194b. Sur cette représentation graphique, il est également perceptible qu'une proportion considérable des échantillons prélevés à l'état frais et testés par Guimond-Barret (2013) se situe en dehors de la zone délimitée, comme le démontrent les cercles blancs figurant dans la Fig. 194b.



Fig. 194. Module d'Young dynamique E_{dp} versus résistance à la compression simple R_c : (a) En représentant l'origine des échantillons; (b) Mêmes données mais en indiquant la méthode de DSM utilisée sur site d'où proviennent les sondages carottés (sèche ou humide), les matériaux confectionnés en laboratoire avec et sans inclusions de sol et les données de la littérature [132 données + 153 données (Denies et al. 2012a) + 234 données (Guimond-Barrett 2013)]

Le module d'Young statique E_{50} a également révélé une corrélation significative avec le module d'Young dynamique E_{dp} , déterminé par la mesure non destructive de la vitesse d'ondes P. En effet, l'analyse présentée dans la Fig. 195a démontre que la tendance (1) observée sur les matériaux de site élaborés par la méthode sèche s'approche de la tendance (3) observée sur les matériaux DSM confectionnés en laboratoire. Les deux tendances affichent des coefficients de détermination R^2 respectifs de 0,81 et 0,85. La tendance (2) des matériaux de site, qui ont été élaborés en utilisant la méthode humide, affiche un coefficient de détermination faible en raison du nombre restreint d'échantillons testés. Néanmoins, la Fig. 195b démontre que la plupart des résultats obtenus par Guimond-Barrett (2013) sur les matériaux DSM fabriqués selon la méthode humide sont alignés avec cette tendance.



Fig. 195. Module d'Young dynamique E_{dp} versus module d'Young statique E_{50} : (a) En représentant l'origine des échantillons; (b) Mêmes données mais en indiquant la méthode de DSM utilisée sur site d'où proviennent les sondages carottés (sèche ou humide), les matériaux confectionnés en laboratoire avec et sans inclusions de sol et les données de la littérature [132 données + 129 données (Guimond-Barrett 2013)]

Porosité totale accessible à l'eau (P)

La Fig. 196a révèle que le module d'Young dynamique décroît de manière non linéaire à mesure que la porosité à l'eau augmente, avec une dispersion relative probablement causée par la présence variable d'inclusions de sol et de graviers, qui influent sur la valeur de la porosité, mais n'affecte ni la densité humide apparente (Fig. 191) ni le module dynamique (Fig. 192). De plus, la tendance globale observée sur l'ensemble des matériaux de site, avec un R^2 de 0,79, est recadrée par la tendance (**3**) des matériaux de laboratoire et suit la même variation que la tendance (**4**) définie par les résultats obtenus par Guimond-Barrett (2013), comme illustré dans la Fig. 196b.

Ainsi, en conclusion, la mesure non-destructive du module dynamique, que ce soit in-situ ou en laboratoire, permet au moins d'estimer l'ordre de grandeur de la porosité globale des matériaux DSM.



Fig. 196. Module d'Young dynamique E_{dp} versus porosité totale accessible à l'eau P : (a) En représentant l'origine des échantillons ; (b) Mêmes données mais en indiquant la méthode de DSM utilisée sur site d'où proviennent les sondages carottés (sèche ou humide), les matériaux confectionnés en laboratoire sans inclusions de sol et les données de la littérature [83 données + 59 données (Guimond-Barrett 2013)]

6.4.4.2. Densité humide apparente (d)

Concernant la densité humide apparente d, le deuxième paramètre pouvant être mesuré facilement en laboratoire ou sur site en utilisant une simple pesée des éprouvettes de DSM et leurs dimensions, des relations entre d et les différentes propriétés précédentes ont été explorées et présentées dans les paragraphes suivants.

Résistance à la compression simple (R_c) et module d'Young statique (E₅₀)

La Fig. 197 présente la corrélation entre la résistance à la compression simple R_c et la densité humide apparente d des échantillons de DSM étudiés.



Fig. 197. Résistance à la compression simple R_c versus densité humide apparente d : (a) En représentant l'origine des échantillons ;
 (b) Mêmes données mais en indiquant la méthode de DSM utilisée sur site d'où proviennent les sondages carottés (sèche ou humide), les matériaux confectionnés en laboratoire avec et sans inclusions de sol [132 données]

La Fig. 197a démontre que les matériaux prélevés sur site, qu'ils aient été fabriqués selon la méthode sèche ou la méthode humide, suivent la même tendance d'augmentation de la résistance à la compression R_c avec l'augmentation de la densité humide apparente d. De plus, les résultats obtenus sur les matériaux de laboratoire recadrent cette tendance générale.

Par ailleurs, bien que l'influence des inclusions de sol et des graviers puisse être distinguée par la comparaison entre les matériaux de laboratoire et les matériaux prélevés sur site, l'ordre de grandeur de la résistance des matériaux DSM de laboratoire à base du sable seul (représentés par des triangles blancs dans la Fig. 197a) se rapproche de celui des matériaux SC1-M, où le sol traité était principalement sableux. De plus, la résistance à la compression des matériaux DSM à base du sol VOS (représentés par des carrés blancs) et de l'illite-sable (*) est cohérente avec celle des matériaux SC2-S et SC4-S. Cela peut s'expliquer par le fait que le sol VOS a été prélevé sur le site S et contient des minéraux argileux de type illitique. Par ailleurs, le comportement mécanique des matériaux de SC3-R, jugé comme atypique dans les paragraphes précédents, est similaire à celui des matériaux illitiques (représentés par "x").

Dans la Fig. 197b, on observe une tendance inverse sur les échantillons de VOS-MI-T0 par rapport aux deux tendances globales précédentes, à savoir que la résistance de ces éprouvettes augmente lorsque la densité apparente humide diminue. Cette observation s'explique par le fait que la densité apparente des inclusions de sol est supérieure à celle de la matrice VOS-MI-T0 (comme illustré dans la Fig. 191a).

La Fig. 198 présente la corrélation entre le module d'Young statique E_{50} et la densité humide apparente d des matériaux DSM étudiés. La Fig. 198a montre un comportement similaire à celui observé pour la résistance à la compression simple R_c dans la Fig. 197a, à l'exception des matériaux SC4-S qui ne suivent plus la tendance (1). Cette observation peut s'expliquer par les valeurs plus élevées du module d'Young statique mesuré sur ces

matériaux fabriqués selon la méthode humide, par rapport aux matériaux SC2-S prélevés du même site mais fabriqués selon la méthode de mélange sec (voir Fig. 160b).



Fig. 198. Module d'Young statique E_{50} versus densité humide apparente d : (a) En représentant l'origine des échantillons ; (b) Mêmes données mais en indiquant la méthode de DSM utilisée sur site d'où proviennent les sondages carottés (sèche ou humide), les matériaux confectionnés en laboratoire avec et sans inclusions de sol et les données de la littérature [132 données + 152 données (Denies et al. 2012a)]

Les trois tendances observées dans la Fig. 198a ont été comparées aux résultats obtenus par Denies et al. (2012b) sur une série de matériaux DSM prélevés sur toute la hauteur des colonnes et des écrans étanches réalisés en utilisant différentes méthodes de mélange humide, et l'ensemble de ces résultats est présenté dans la Fig. 198b. Bien que le module statique E_{50} des matériaux SC4-S soit légèrement supérieur à celui des matériaux testés par Denies et al. (2012a), probablement en raison d'une fraction plus élevée de graviers, ces derniers semblent être très proches de la nouvelle tendance (4) que les résultats de la littérature suivent, avec un coefficient de détermination R^2 de 0,736 (représentés par un astérisque dans la Fig. 198b). Ainsi, il est évident que les matériaux DSM fabriqués selon la méthode humide présentent des modules d'Young statiques E_{50} plus élevés que les matériaux DSM fabriqués selon la méthode sèche. Cela confirme également la tendance (2) observée dans les graphiques en lien avec le module d'Young statique E_{50} .

Porosité totale accessible à l'eau (P)

La Fig. 199a démontre que les matériaux DSM, élaborés selon la méthode sèche ou la méthode humide, manifestent une tendance générale à la réduction de leur porosité totale accessible à l'eau P à mesure que leur densité humide apparente d s'accroît. Cette tendance semble étroitement cohérente à la tendance (**3**) observée dans les matériaux de laboratoire. Cette corrélation significative entre ces deux paramètres demeure malgré la considérable variabilité de la fraction volumique des inclusions de sol P_{3Ds} et des graviers P_{3Dg} dans les échantillons. Par ailleurs, la Fig. 199b met en évidence que la gamme de la porosité P des matériaux examinés dans le cadre de cette thèse est similaire à celle obtenue par Denies et al. (2012a) et Guimond-Barrett (2013) sur des matériaux DSM mentionnés précédemment.

Il convient également de noter qu'une légère différence en termes de densité humide apparente peut être observée, les échantillons examinés par les auteurs cités présentent des densités légèrement supérieures. Cet écart peut être attribuée aux conditions de conservations des échantillons de DSM, comme illustré dans la Fig. 199b. En effet, la densité *d* tend à diminuer jusqu'à atteindre la tendance de la densité sèche apparente lorsque les éprouvettes subissent un processus de séchage. De plus, la différence observée peut être également attribuée à la densité du sol naturel traité, à la densité et à la quantité de ciment utilisé, ainsi qu'à la fraction volumique des inclusions de sol ainsi que des graviers dans les matériaux DSM.



Fig. 199. Porosité totale accessible à l'eau P versus densité humide apparente d : (a) En représentant l'origine des échantillons ;
 (b) Mêmes données mais en indiquant la méthode de DSM utilisée sur site d'où proviennent les sondages carottés (sèche ou humide), les matériaux confectionnés en laboratoire sans inclusions de sol et les données de la littérature [119 données + 148 données (Denies et al. 2012a) + 58 données (Guimond-Barrett 2013)]

6.4.4.3. Relation entre module d'Young dynamique (Edp) – densité humide apparente (d)

Pour conclure, la Fig. 200a révèle deux tendances d'augmentation du module d'Young dynamique E_{dp} en fonction de l'augmentation de la densité humide apparente. Les tendances (1) et (2) sont encadrées par la tendance (3) observée dans les mélanges sol-ciment confectionnés en laboratoire. Il est intéressant de noter que les modules dynamiques E_{dp} des matériaux du site sont plus élevés, en raison de la présence de graviers en quantités plus ou moins importantes.



Fig. 200. Module d'Young dynamique E_{dp} versus densité humide apparente d : (a) En représentant l'origine des échantillons ; (b) Mêmes données mais en indiquant la méthode de DSM utilisée sur site d'où proviennent les sondages carottés (sèche ou humide), les matériaux confectionnés en laboratoire avec et sans inclusions de sol et les données de la littérature [222 données + 112 données (Guimond-Barrett 2013)]

De plus, malgré une gamme de modules dynamiques comparable, il est notable que la densité des matériaux SC4-S semble plus faible par rapport aux matériaux SC2-S. De plus, la tendance (2) observée sur ces matériaux

(SC4-S) se superpose à la nouvelle tendance (4) identifiée dans les matériaux testés par Guimond-Barrett (2013), comme illustré sur la Fig. 200b. Cela indique que les matériaux DSM élaborés par la méthode humide présentent une densité humide apparente inférieure à celle des matériaux élaborés par la méthode sèche. Les éprouvettes de VOS-MI-TO, fabriquées en laboratoire en incorporant des inclusions de sol non malaxé à différentes fractions volumiques (0 %, 5 %, 15 % et 25 %) dans une matrice sol-ciment bien mixée, présentent une tendance inverse par rapport aux autres matériaux DSM. Cette observation s'explique, en se basant sur les résultats antérieurs, par le fait que les inclusions de sol présentent une densité humide apparente plus élevée et des propriétés élastiques plus faibles. Ainsi, en présence d'une grande quantité d'inclusions de sol, le module dynamique effectif des éprouvettes diminue tandis que la densité humide apparente augmente.

6.5. Conclusions

En résumé, ce chapitre représente l'une des parties principales du travail réalisé dans le cadre de cette thèse, offrant une approche complète de l'impact des inclusions sur les performances des matériaux DSM. Les principales conclusions tirées de cette étude revêtent une importance capitale pour la compréhension du comportement micro-hydro-mécanique des matériaux DSM, ouvrant ainsi de nouvelles perspectives quant à leur utilisation dans des projets de confortement des ouvrages géotechniques par le procédé de DSM. Les principales conclusions sont résumées comme suit :

- Les différentes méthodes 3D développées au cours de cette thèse pour évaluer la fraction volumique d'inclusions de sol et de graviers ont permis de confirmer que la nature du sol traité par le procédé de DSM peut influencer la quantité d'inclusions de sol non malaxé avec le ciment lors du malaxage. En effet, les matériaux de SC3-R, où le sol était supposé être plus argileux, ont présenté les fractions volumiques les plus élevées d'inclusions de sol non malaxé par rapport aux autres sites. Parallèlement, les matériaux de SC1-M prélevés sur un site où le sol traité était plus sableux ont révélé les fractions volumiques les plus élevées de graviers et de grains de sable.
- L'évaluation de la qualité des écrans étanches construits dans le corps des digues de la Loire Moyenne, en se basant sur certains critères de conformité établis dans la littérature ou par la DREAL, tels que la résistance à la compression simple (≥ 1,5 MPa) et la perméabilité à l'eau (≤ 10⁻⁸ m/s), a montré que le confortement de ces digues par la méthode DSM est globalement efficace à long terme, à l'exception des matériaux de SC3-R. Ces matériaux ont affiché des résistances à la compression à court terme (28 jours) et à long terme (après plus d'une dizaine de mois) inférieures à 1,5 MPa. La présence d'inclusions de sol en plus grande quantité et de plus grande taille par rapport aux autres matériaux DSM provenant d'autres sites a expliqué en partie cette non-conformité. Cela soulève des questions sur la faisabilité et l'efficacité de la méthode DSM, ainsi que son adaptation à tous les types de sols. Par ailleurs, il est apparu que la résistance à la compression simple peut être un paramètre pertinent pour évaluer la conformité des travaux de confortement des digues par la méthode DSM. En effet, les matériaux SC3-R, les seuls à ne pas respecter le critère de résistance, étaient également les seuls à présenter les propriétés les moins performantes en termes de porosité à l'eau et au mercure, de densité humide apparente, de perméabilité à l'eau, de coefficient d'absorption capillaire et de module d'Young statique et dynamique, en cohérence avec leur résistance à la compression simple.
- Bien que les observations au MEB effectuées sur des découpes polies incluses dans une résine n'aient pas pu confirmer de manière concluante l'existence d'une zone de transition interfaciale (ITZ) autour des inclusions de sol ou des graviers, principalement en raison des limitations de résolution de l'appareil utilisé, les observations au microscope optique ont révélé l'existence d'une couche d'environ 2 mm entourant les inclusions de sol non malaxé avec le ciment. Cette couche est constituée d'un mélange de matrice sol-ciment bien mixée et de particules de sol dispersées. Etant donné qu'elle semble être moins cimentée que la matrice en vrac, elle pourrait exhiber des propriétés mécaniques, une porosité ainsi qu'une perméabilité intermédiaire entre celle de l'inclusion de sol et celle du reste de la matrice loin de l'inclusion.
- Par ailleurs, pour expliquer la décoloration de la couche autour des inclusions de sol, phénomène constaté lors du découpage et du recarottage des éprouvettes de site, présentant une épaisseur moyenne de 1 à 2 mm, des tests à la phénolphtaléine et de PIM ont été réalisés sur de nombreuses matrices

DSM. Certaines de ces matrices ont conservé leur teinte bleu-vert d'origine (caractéristiques des matériaux à base du ciment CEM III), tandis que d'autres sont devenues brunâtres. Les résultats de ces tests ont révélé que cette décoloration ne résulte pas nécessairement de la carbonatation de la matrice, mais semble plutôt associées à des réactions entre l'oxygène et ions sulfures S²⁻ et S³⁻ pour former des sulfates et des oxydes de fer, ce qui provoque ainsi l'altération voire la décoloration de la couleur initiale de la matrice. Ce phénomène a été observé plutôt sur les matrices caractérisées par une double porosité, ce qui suggère que la zone décolorée autour des inclusions de sol présente également une double porosité, indiquant ainsi une microstructure relativement différente par rapport au reste de la matrice. Toutefois, il est important de maintenir un regard critique vis-à-vis de ces conclusions, et d'effectuer des analyses plus poussées pour explorer l'existence de l'ITZ dans les matériaux DSM.

- Les résultats obtenus dans ce chapitre ont permis de comprendre l'impact de la présence d'inclusions de sol non malaxé et de graviers sur les performances hydromécaniques des matériaux DSM. En présence d'une quantité croissante d'inclusions de sol non malaxé dans les échantillons, les propriétés effectives du matériau deviennent moins performantes. Cela se traduit par une résistance et une rigidité réduites, ainsi qu'une porosité totale et une perméabilité à l'eau accrues. Ces effets sont dus respectivement à l'effet catalyseur de la rupture des inclusions de sol, à la quantité de pores associés à la zone de transition interfaciale (ITZ) et aux chemins préférentiels d'écoulement à travers le matériau, qui sont liés à la fraction volumique des inclusions de sol. D'autre part, lorsque les graviers sont présents en quantités de plus en plus importantes, un effet compensatoire peut être observé sur les différentes propriétés mentionnées précédemment.
- Les résultats des essais mécaniques sur les échantillons de DSM provenant du site ou fabriqués en laboratoire ont révélé qu'au-delà d'une certaine fraction volumique d'inclusions de sol, la résistance à la compression et le module d'Young statique effectifs convergent vers une valeur unique, indépendamment des performances de la matrice sol-ciment. Ceci met en évidence le fait que ce sont les inclusions de sol non malaxé, lorsque leur quantité atteint un certain seuil, qui contrôlent les performances effectives des matériaux DSM.
- La comparaison entre les résultats des essais mécaniques réalisés sur les échantillons de VOS-MI-T0 et les données de la littérature met en évidence l'influence de la taille des inclusions de sol sur la résistance à la compression des matériaux DSM. En effet, la diminution de la résistance à une fraction volumique donnée d'inclusions est plus prononcée lorsque la taille des inclusions est plus importante. En revanche, la taille des inclusions de sol ne semble pas avoir d'effet sur le module d'Young statique.
- Les matériaux DSM produits selon la méthode humide, testés dans cette thèse ou dans d'autres études, ont présenté un comportement distinct de ceux fabriqués par la méthode sèche. Plus spécifiquement, ces matériaux ont montré une porosité à l'eau et au mercure plus élevée, une densité humide apparente plus faible et un module d'Young statique plus élevé. Cependant, aucune explication claire et concluante n'a été établie pour cette observation.
- Enfin, une analyse approfondie des résultats a permis d'établir des liens solides entre les différentes propriétés des matériaux DSM. Le module dynamique et la densité humide apparente présentent des corrélations significatives avec les différentes propriétés mécaniques (résistance et rigidité) ainsi que la porosité globale. Cette corrélation offre la possibilité de prédire de manière simple et non destructive au moins l'ordre de grandeur de ces propriétés pour les échantillons de DSM. Cela ouvre des opportunités pour une caractérisation plus rapide et précise des matériaux DSM, ce qui favorise leur utilisation dans le contrôle de qualité du malaxage dans diverses applications faisant appel au DSM.

Chapitre 7

Modélisation par éléments finis pour l'étude de l'effet des inclusions sur le comportement hydromécanique des matériaux DSM

7.1. Introduction

Les résultats expérimentaux présentés dans les chapitres (5) et (6) représentent une contribution significative à la compréhension de l'impact des inclusions de sol non malaxé sur le comportement hydromécanique à long terme des matériaux DSM. Ces résultats ont démontré que la présence croissante d'inclusions de sol dans les échantillons entraîne une diminution des performances effectives du matériau. Cela se traduit par une réduction de la résistance et de la rigidité, en accord avec les conclusions antérieures de la littérature sur le sujet, ainsi qu'une augmentation de la perméabilité à l'eau. Il est important de souligner que la littérature n'offre aucune référence concernant l'effet des inclusions de sol sur la perméabilité effective du matériau DSM, qui représente pourtant le paramètre clé à maîtriser dans le cadre des travaux d'étanchéité par le DSM. Par conséquent, les résultats obtenus dans cette étude n'ont pas été comparés avec d'autres études existantes. De plus, la dispersion des résultats obtenus dans cette thèse, ainsi que dans la littérature, met en évidence que d'autres facteurs liés aux inclusions de sol peuvent également influencer la réponse effective du matériau. Parmi ces facteurs figurent la taille, la forme et la position relative des inclusions au sein de la matrice du matériau DSM (Denies et al. 2012 ; Van Lysebetten et al. 2014). Bien que la "méthode 3D" développée dans cette thèse permette d'accéder à ces caractéristiques d'inclusions, reconstruire un grand nombre d'échantillons de DSM serait nécessaire pour établir des corrélations fiables. Par conséquent, la simulation numérique se présente comme une option prometteuse pour étudier de manière approfondie l'effet de chaque facteur (taille, forme et disposition spatiale) sur la réponse hydromécanique des matériaux DSM. De plus, dans la pratique, il s'avère difficile de tester expérimentalement tous ces facteurs car le nombre de cas serait important et il serait nécessaire de contrôler avec précision la position exacte des inclusions (distance moyenne entre les inclusions ou épaisseur de la matrice) voire leur forme (inclusions allongées ou sphériques) ainsi que leur orientation. De ce fait, dans ce chapitre, nous nous concentrerons sur l'approche numérique adoptée dans le cadre de cette thèse pour explorer ces questions de manière efficace en utilisant la méthode d'éléments finis avec le logiciel COMSOL Multiphysics 6.0.

Objectifs du chapitre

Il existe dans littérature quelques travaux qui ont utilisé la simulation numérique pour analyser la réponse mécanique des matériaux DSM. Certaines de ces travaux ont adopté des modèles géométriques 2D réels (Vervoort et al. 2012 ; Van Lysebetten et al. 2014), tandis que d'autres ont utilisé des modèles 3D avec des inclusions de sol sphériques (Hessouh et al. 2018). Cependant, ces approches ont omis de prendre en compte la zone de transition interfaciale (ITZ) autour des inclusions, ce qui a conduit à une surestimation de la réponse mécanique globale des matériaux étudiés. Ainsi, le présent chapitre se concentre sur le développement d'un modèle numérique triphasique ou quadriphasique dans le logiciel *COMSOL Multiphysics*, prenant en compte la présence des inclusions de sol non malaxé et, éventuellement, des graviers (dans le modèle quadriphasique). Ces inclusions sont entourées de la zone de transition interfaciale (ITZ) et le tout est incorporé dans la phase représentant la matrice sol-ciment. L'objectif principal est de proposer un modèle de calcul précis pour estimer la réponse mécanique et hydraulique effective des matériaux DSM en fonction de différentes mésostructures d'inclusions de sol et de graviers en 2D et en 3D, tout en prenant en compte les propriétés locales de chaque phase. Les mésostructures 2D et 3D étudiées sont soit des géométries réelles issues des travaux de

caractérisation des inclusions avec la "méthode 2D" et la "méthode 3D", respectivement, ou des géométries artificielles de forme circulaire ou sphérique générées en utilisant le concept de RAS (random aggregate structure), à partir d'une distribution de taille d'inclusions réelle. Les résultats numériques des propriétés effectives seront ensuite comparés à la base de données expérimentale établie dans le chapitre (6). Cette comparaison permettra de valider le modèle développé, d'affiner sa précision et de consolider les conclusions tirées de cette approche numérique. De plus, les modèles numériques développés permettront de mettre en évidence le rôle de l'ITZ sur les propriétés effectives des matériaux DSM, notamment en termes des propriétés mécaniques et hydrauliques. Enfin, ce chapitre fournira une discussion sur les limites et les perspectives de cette démarche numérique, ainsi que sur la manière dont elle peut contribuer à une compréhension approfondie de l'effet des inclusions sur le comportement hydromécanique des matériaux DSM. L'organigramme illustré dans la Fig. 201 offre un aperçu de la structure de ce chapitre dédié à la simulation numérique, couvrant les étapes allant de la création du modèle numérique par EF jusqu'à l'analyse et la visualisation des résultats.



Fig. 201. Organigramme illustrant la structure du chapitre (7) ainsi que les étapes de l'approche numérique adoptée

7.2. Génération des modèles géométriques des matériaux DSM

Les modèles géométriques des matériaux DSM, qui constituent l'élément central de la simulation numérique dans le logiciel *COMSOL Multiphysics*, représentent la mésostructure des échantillons en 2D ou 3D, où les propriétés de chaque phase (matrice de sol-ciment, inclusions de sol et graviers), les conditions aux limites et les équations nécessaires pour la simulation sont définies. Les paragraphes suivants donneront un aperçu des différents modèles géométriques générés dans cette étude pour simuler la réponse hydromécanique des matériaux DSM, qu'ils proviennent du site ou soient confectionnés en laboratoire. Pour distinguer les modèles, le système de nomenclature suivant est utilisé : [système 2D ou 3D - forme des inclusions (FR : Forme Réelle, FC : Forme Circulaire, FS : Forme Sphérique)].

7.2.1. Mésostructure des échantillons de DSM prélevés in-situ

7.2.1.1. Formes 2D réelles (2D-FR)

Comme illustré dans le chapitre (5), la "méthode 2D" a été appliquée sur la surface latérale des éprouvettes cylindriques de DSM, prélevées à partir de cinq sites de construction par le procédé de DSM en France. Cette approche a permis de créer une base de données comprenant 158 géométries 2D vectorisées au format *.dxf*, qui peuvent être facilement exploitées dans le logiciel de simulation numérique *COMSOL Multiphysics*. Ces

géométries 2D réelles, désignées sous le nom de "2D-FR" dans les paragraphes suivants, ont été utilisées pour alimenter une série de modélisations visant à calculer la réponse hydraulique et mécanique des matériaux DSM. Il est important de noter que ces géométries "2D-FR" sont directement utilisables par le logiciel *COMSOL Multiphysics* sans nécessiter de prétraitement préalable. En effet, une fois que le fichier *.dxf* est importé dans l'interface du logiciel, les matériaux (matrice, inclusions de sol et graviers) peuvent être aisément attribués aux domaines délimités par les contours (Fig. 202b), et ensuite le maillage peut être généré en un seul clic (Fig. 202c). Cette simplicité d'utilisation facilite grandement le processus de simulation.



Fig. 202. (a) Image réelle d'une section du modèle "2D-FR"; (b) La même image vectorisée au format .dxf et importée dans le logiciel COMSOL Multiphysics, où les matériaux sont attribués aux domaines délimités par les contours; (c) Attribution des matériaux (matrice en gris, inclusions de sol en marron et graviers en jaune) et génération du maillage adéquat pour la géométrie complexe

7.2.1.2. Formes 3D réelles (3D-FR)

Les images 3D virtuelles des échantillons de DSM provenant des sites SC1-M et SC4-S, reconstituées à l'aide de la "méthode 3D" dans le chapitre (5), ont été également utilisées dans cette approche numérique pour simuler la réponse hydraulique et mécanique des matériaux DSM. Cependant, avant de pouvoir utiliser ces géométries 3D, désignées sous le nom de "3D-FR" dans les paragraphes suivants, les maillages 3D au format *.stl*, qui sont créés lors de la reconstruction des éprouvettes à l'aide du logiciel *SolidWorks*, doivent être soigneusement vérifiés pour s'assurer que les triangles sont correctement formés et ne présentent pas de distorsions. Malheureusement, tous les fichiers *.stl* générés par le logiciel *SolidWorks* ont montré une qualité de maillage très médiocre, comme illustré dans la Fig. 203a, avec une mauvaise structuration des triangles, de nombreux triangles entrecroisés qui se chevauchent, ainsi que des triangles manquants, entraînant des trous dans le maillage. Afin de garantir le bon fonctionnement et l'efficacité des simulations dans le logiciel *COMSOL Multiphysics*, les fichiers *.stl* doivent être réparés en amont pour résoudre ces éventuels défauts et erreurs de maillage.

Pour effectuer cette réparation, de nombreux outils proposent des fonctions automatiques dans le domaine de l'impression 3D. Des logiciels gratuits tels que *Autodesk Meshmixer*, ainsi que d'autres logiciels disposant d'une licence académique tels que *Autodesk Netfabb* et *ReCap Photo*, sont couramment utilisés. Ces logiciels de réparation automatique permettent de corriger les problèmes de maillage et de s'assurer que les fichiers *.stl* sont prêts pour les simulations sur le logiciel *COMSOL Multiphysics*.

Pour utiliser correctement les images 3D des éprouvettes de site dans le logiciel d'éléments finis *COMSOL Multiphysics*, des améliorations doivent être apportées au maillage généré par *SolidWorks*. La qualité du maillage est une considération cruciale à prendre en compte. La Fig. 203a illustre une inclusion en 3D avec un maillage mal structuré, présentant des éléments de taille et de densité très différentes, ainsi que des défauts sous forme de trous ou de chevauchement d'éléments triangulaires. Une mésostructure comportant plusieurs inclusions avec une mauvaise qualité de maillage similaire à celle-ci pourrait entraîner des problèmes lors de la conversion du maillage de surface *.stl* en éléments de volume appropriés pour les simulations numériques dans le logiciel *COMSOL Multiphysics*, bloquant ainsi la création du modèle numérique dès le début de la phase. Pour résoudre ce problème, une méthode a été proposée dans cette étude. Dans un premier temps, le logiciel *Autodesk Netfabb* a été utilisé pour appliquer un remaillage afin d'améliorer la structuration des éléments triangulaires avec la densité souhaitée, comme illustré sur la Fig. 203b et la Fig. 203c. Cette opération

permet de corriger la qualité du maillage et de préparer les images 3D pour une utilisation réussie dans les simulations numériques sur *COMSOL Multiphysics*.



Fig. 203. (a) Exemple d'un maillage .stl mal structuré générée par SolidWorks ; (b) Remaillage de la même inclusion avec une résolution moyenne en utilisant le logiciel Autodesk Netfabb ; (c) Remaillage avec une résolution grossière

Ensuite, en cas de présence de défauts tels que des connexions inappropriées entre les nœuds, des chevauchements de triangles ou d'autres problèmes susceptibles d'affecter la conversion du maillage de surface en éléments volumiques dans *COMSOL Multiphysics*, des réparations localisées deviennent nécessaires. Pour cela, le logiciel *Autodesk Meshmixer* est utilisé pour repérer ces défauts sur la surface des inclusions, ce qui permet de les réparer soit directement sur le même logiciel, soit sur *Autodesk Netfabb*. La Fig. 204 présente un exemple de réparation localisée. Une fois le défaut détecté (Fig. 204a), les éléments triangulaires dans cette zone sont d'abord supprimés (Fig. 204b). Ensuite, grâce à la fonction de rebouchage des trous, les éléments triangulaires supprimés sont reconstruits, comme illustré sur la Fig. 204c. Cette approche de réparation permet d'assurer un maillage de haute qualité, nécessaire pour une utilisation efficace des images 3D dans les simulations numériques sur *COMSOL Multiphysics*.



Fig. 204. (a) Défaut du maillage détecté par le logiciel Autodesk Meshmixer qui sera réparé sur le logiciel Netfabb ; (b) Suppression des éléments triangulaires chevauchés ; (c) Rebouchage du trou avec un maillage bien structuré

Cette opération est effectuée pour toutes les inclusions où des défauts de maillage ont été identifiés par le logiciel *Meshmixer*. Cependant, si le nombre de défauts devient très important, la réparation localisée à l'aide du logiciel *Netfabb* peut devenir fastidieuse. Le logiciel *Autodesk ReCap Photo* offre une solution permettant non seulement de détecter toutes les erreurs de maillage, mais également d'appliquer une correction globale en un seul clic. Cependant, une dernière vérification est recommandée pour s'assurer que le maillage a été correctement réparé avant de l'importer dans *COMSOL Multiphysics*. Cela permet de repérer les erreurs résiduelles du maillage qui pourraient empêcher la conversion du fichier *.stl* en éléments de volume. L'organigramme présenté dans la Fig. 205 récapitule le processus suivi pour générer les modèles géométriques "3D-RF" ainsi que les améliorations apportées au maillage.



Fig. 205. Représentation schématique illustrant le processus de préparation des modèles géométriques des éprouvettes de DSM provenant de site qui ont été reconstruites par la "méthode 3D"

Les images 3D virtuelles des inclusions de sol et des graviers ont été reconstruites séparément à l'aide de la "méthode 3D". Après la réparation du maillage, les deux fichiers *.stl* corrigés des inclusions de sol et des graviers sont importés dans le logiciel *COMSOL*, où ils sont assemblés pour former la mésostructure des éprouvettes de DSM. Le logiciel *COMSOL* peut détecter et résoudre les éventuels contacts entre les inclusions de sol et les graviers. Enfin, les deux types d'inclusions sont incorporés dans une troisième phase représentant la matrice de sol-ciment bien mixée, et l'ensemble est automatiquement converti en éléments de volume pour former la série de modèles géométriques triphasiques "3D-RF" des éprouvettes de DSM provenant de site.



Fig. 206. Modèles géométriques triphasiques "3D-FR" obtenus après assemblage dans le logiciel COMSOL Multiphysics des images 3D d'inclusions de sol et de graviers des éprouvettes de la carotte SC1-M, de gauche à droite : P0,65m ; P0,83m ; P4,21m ; P6,29m



Fig. 207. Modèles géométriques triphasiques "3D-FR" obtenus après assemblage dans le logiciel COMSOL Multiphysics des images 3D d'inclusions de sol et de graviers des éprouvettes de la carotte SC4-S, de gauche à droite : P0,59m ; P2,02m ; P5,51m ; P6,59m

7.2.2. Mésostructure des échantillons de DSM confectionnés en laboratoire et contenant des boulettes de sol

7.2.2.1. Formes 2D réelles (2D-FR)

L'approche numérique présentée dans ce chapitre inclut également les éprouvettes de DSM fabriquées en laboratoire, dans lesquelles des inclusions de sol sous forme de boulettes avec des fractions volumiques et des distributions de taille connues ont été incorporées au sein d'une matrice de sol-ciment, soit identique, soit variable au moment de remplissage des moules. Ces deux jeux d'éprouvettes ont été désignés respectivement par VOS-MI-T0 et VOS-MV. Pour générer un modèle géométrique permettant de simuler la réponse hydromécanique de ces éprouvettes, quatre éprouvettes de 50 mm de diamètre et 100 mm de hauteur ont été découpées longitudinalement, comme illustré dans la Fig. 208. Ensuite, la "méthode 2D" développée a été utilisée pour segmenter les inclusions de sol et générer des fichiers *.dxf* contenant les contours numérisés dans une section rectangulaire de 50x100 mm², comme illustré dans la Fig. 209. Il est important de noter que, dans le cas des éprouvettes VOS-MI-T0 et VOS-MV, seules les inclusions de sol sont considérées, tandis que les grains de sable, même s'ils dépassent une taille de 2 mm, sont supposés appartenir à la matrice. Les modèles géométriques biphasiques "2D-FR" obtenus à partir des éprouvettes de laboratoire sont directement importés dans le logiciel *COMSOL* comme données d'entrée pour établir les modèles numériques.



Fig. 208. Photographies des découpes fraiches selon le plan longitudinal des éprouvettes de DSM confectionnées en laboratoire dans lesquelles la fraction surfacique d'inclusions de sol P_{2Ds} est approximativement de gauche à droite : 0 % ; 5 % ; 15 % ; 25 %



Fig. 209. Modèles géométriques biphasiques "2D-FR" correspondants qui sont obtenus après segmentation des inclusions de sol non malaxé (en marron) incorporées dans la matrice sol-ciment (en gris foncé)

7.2.2.2. Formes 3D réelles générées artificiellement (3D-FR)

En raison de la taille des inclusions de sol utilisées pour fabriquer les deux jeux d'éprouvettes VOS-MI-T0 et VOS-MV, qui se situe entre 6 et 8 mm, l'utilisation de la "méthode 3D" pour reconstruire les images 3D de ces éprouvettes confectionnées en laboratoire n'est pas fortement recommandée. Par conséquent, une approche alternative a été entreprise en utilisant l'image 3D des graviers obtenue par la tomographie aux rayons X, présentée dans la Fig. 132a dans le chapitre (5). À partir de cette image, six formes 3D de taille et de volume similaires aux inclusions réelles utilisées en laboratoire ont été sélectionnées (Fig. 210a).

L'objectif était de reproduire de manière aléatoire les éprouvettes de VOS-MI-T0 et VOS-MV pour la simulation numérique présentée ultérieurement. Par exemple, afin de recréer une mésostructure avec une fraction volumique cible d'inclusions de 15 %, 120 inclusions ont été générées en utilisant les six formes 3D sélectionnées avec des rotations aléatoires selon les trois axes. Ensuite, pour reconstruire la mésostructure des éprouvettes de VOS-MI/MV-15%, le logiciel *MeshMagic 3D* de *NCH Software* a été utilisé. Ce logiciel a permis de positionner les 120 inclusions dans un cylindre représentant la matrice du matériau. Les coordonnées (X, Y, Z) des inclusions ont été générées aléatoirement à l'aide d'un code *Python*, garantissant ainsi que les inclusions de sol ne se touchent pas (Fig. 210b). Cependant, les éventuels contacts entre les inclusions ont été identifiés et corrigés ultérieurement à l'aide du logiciel *COMSOL Multiphysics*.



Fig. 210. (a) Six formes 3D sélectionnées à partir de l'image 3D des graviers obtenue par tomographie aux rayons X; (b) Exemple de recréation d'une éprouvette avec 15 % d'inclusions de sol en utilisant les six formes 3D à l'aide du logiciel MeshMagic 3D

Il est important de souligner que le positionnement de chaque forme 3D est effectué manuellement en entrant les coordonnées (X, Y, Z) générées par le code *Python* dans le logiciel *MeshMagic 3D*. Cette procédure ne peut donc pas être considérée comme prometteuse pour reproduire un grand nombre de mésostructures pour la simulation numérique. Enfin, les modèles géométriques biphasiques "3D-FR" des éprouvettes de DSM fabriquées en laboratoire importés dans le logiciel *COMSOL Multiphysics*, sont présentés dans la Fig. 211.



Fig. 211. Modèles géométriques biphasiques "3D-FR" obtenus de manière aléatoire à l'aide du logiciel MeshMagic 3D pour reproduire les éprouvettes de VOS-MI/MV confectionnées en laboratoire avec une fraction volumique d'inclusions de sol P_{3Ds} de gauche à droite : 0 % ; 5 % ; 15 % ; 25 %

7.2.2.3. Formes 2D circulaires générées par le concept de RAS (2D-FC)

Dans le chapitre (5), il a été démontré que les matériaux DSM prélevés sur site présentent une mésostructure d'inclusions très complexe et que l'obtention d'une image 3D réelle des échantillons de DSM par la tomographie aux rayons X s'avère difficile, surtout lorsque la densité et la composition chimique de la matrice et des inclusions de sol sont très similaires. De plus, la reconstruction d'un grand nombre d'échantillons de DSM par la méthode destructive développée dans cette thèse ("méthode 3D") est très coûteuse en termes de temps.

Par ailleurs, dans le domaine des bétons, pour simplifier de manière réaliste la complexité de la mésostructure du matériau, des chercheurs ont utilisé le concept de la structure d'agrégats aléatoires (RAS : random aggregate structure) en 2D (Du et al. 2013 ; Zhou et al. 2014) ou en 3D (Wringgers et al. 2006 ; Li et al. 2016a, 2016b ; Xu et al. 2016 ; Liang et al. 2020). Ces études ont montré que le concept de RAS permet de représenter fidèlement la complexité des mésostructures aléatoires des bétons et a donné des résultats prometteurs en termes de propriétés mécaniques et hydrauliques.

Ainsi, dans le présent chapitre, le concept de RAS a également été exploré pour les matériaux de DSM confectionnés en laboratoire. Une série de modèles géométriques biphasiques a été générée en 2D en considérant des inclusions de sol de forme circulaire. Ces modèles sont désignés sous le nom de "2D-FC" dans les paragraphes suivants.

Le processus de génération des modèles "2D-FC" est illustré dans la Fig. 212. Tout d'abord, un code *Python* a été développé pour construire le vecteur des rayons d'inclusions circulaires $\{r\}$ en fonction de la courbe de distribution de la taille des inclusions réelles utilisées en laboratoire pour confectionner les éprouvettes de VOS-MI/MV [voir Fig. 60b dans le chapitre (2)]. Le code s'arrête lorsque la fraction surfacique cible P_{2Ds} des inclusions dans la section longitudinale de l'éprouvette de DSM, ayant une largeur *L* égale à deux fois le rayon *R* des éprouvettes, ainsi qu'une hauteur *H*, est approximativement atteinte. Ensuite, un autre code *Python* est créé pour générer aléatoirement, dans la section longitudinale définie de l'éprouvette, l'ensemble des inclusions circulaires avec des tailles $\{r\}$ et des positions aléatoires, en utilisant un processus de répulsion pour éviter le chevauchement voire le contact entre les inclusions et assurer un empilement réaliste. À la fin de ce processus, le code retourne une matrice [M] contenant les valeurs des coordonnées *X* et *Z*, ainsi que le rayon *r* correspondant de chaque inclusion circulaire, tel que $[M] = [\{X\}, \{Z\}, \{r\}]$.

Dans l'interface du logiciel *COMSOL Multiphysics*, plus précisément dans l'interface *Application Builder* dédiée à la création d'applications de simulation personnalisées, la matrice [M], préalablement calculée, est utilisée comme le paramètre d'entrée principal dans un script *COMSOL* créé pour générer le modèle géométrique biphasique "2D- FC". Ce processus automatique permet de générer l'ensemble des N inclusions circulaires dans la section de l'éprouvette, où la taille et la position relative de chaque inclusion sont extraites de la matrice [M].



Fig. 212. Processus de génération des modèles géométriques biphasique "2D-FC" dans l'interface "Application Builder" du logiciel COMSOL Multiphysics

Le processus de génération des mésostructures basées sur le concept de RAS étant plus automatisé que les méthodologies précédentes, un plus grand nombre de modèles géométriques a été généré. De plus, pour chaque fraction surfacique, deux ou trois configurations ont été générées afin d'assurer la reproductibilité des calculs. La Fig. 213 présente quelques exemples de modèles géométriques biphasiques "2D-FC".



Fig. 213. Modèles géométriques biphasiques "2D-FC" obtenus de manière aléatoire à l'aide du concept de RAS pour reproduire les éprouvettes de VOS-MI/MV confectionnées en laboratoire avec une fraction surfacique d'inclusions de sol P_{2Ds} de gauche à droite : 5%; 10%; 15%; 20%; 25%

7.2.2.4. Formes 3D sphériques générées par le concept de RAS (3D-FS)

De manière similaire aux modèles géométriques biphasiques "2D-FC", le concept de RAS a également été appliqué pour créer des mésostructures d'inclusions de sol en 3D. Le processus illustré dans la Fig. 212 a été utilisé pour générer de manière aléatoire des inclusions sphériques dans un volume cylindrique représentant la matrice, caractérisé par un rayon R et une hauteur H. Après avoir calculé le vecteur des rayons $\{r\}$ pour une certaine fraction volumique P_{3Ds} d'inclusions sphériques à l'aide du premier code *Python*, une troisième composante $\{Y\}$ a été ajoutée au deuxième code *Python*, permettant ainsi de calculer une nouvelle matrice $[M'] = [\{X\}, \{Y\}, \{Z\}, \{r\}],$ qui à son tour est utilisée par le script *COMSOL* pour générer les modèles géométriques biphasiques "3D-FS" présentés dans la Fig. 214. Cette matrice [M'] permet au script *COMSOL* d'ajouter progressivement des sphères, avec une distribution de taille similaire à celle des inclusions réelles utilisées en laboratoire, et d'ajuster leur position pour éviter les contacts.



Fig. 214. Modèles géométriques biphasiques "3D-SF" obtenus de manière aléatoire à l'aide du concept de RAS pour reproduire les éprouvettes de VOS-MI/MV confectionnées en laboratoire avec des fractions volumiques d'inclusions de sol P_{3Ds} de gauche à droite : 5 % ; 10 % ; 15 % ; 20 % ; 25 %

Cette approche de génération des modèles géométriques offre une simplification réaliste des mésostructures réelles des matériaux DSM, offrant un contrôle facile des paramètres tels que la taille, la distribution aléatoire et la densité des inclusions. Cela permet ainsi de générer un grand nombre de modèles géométriques tout en

économisant du temps et des efforts considérables. Cependant, la validité et l'adaptabilité de ce concept aux matériaux DSM doivent être vérifiées dans les prochains paragraphes pour évaluer son utilisation potentielle dans des ouvrages à grande échelle tels que les écrans étanches et les colonnes.

7.2.3. Génération de l'ITZ

Dans cette étude, contrairement à certains travaux de la littérature qui ont omis de prendre en compte la zone de transition interfaciale (ITZ) entourant les inclusions dans les matériaux DSM (Vervoort et al. 2012 ; Van Lysebetten et al. 2014 ; Hessouh et al. 2018), une approche novatrice sera adoptée pour intégrer cette zone de faiblesse, présentant des propriétés hydrauliques et mécaniques moins performantes que celles de la matrice en vrac, dans les modèles géométriques générés et présentés dans les paragraphes précédents.

Parmi les trois options proposées par Wang et al. (2022) pour simuler l'ITZ, mentionnées dans le chapitre (1), on a choisi dans cette étude numérique la deuxième option qui consiste à générer une couche solide et continue autour des inclusions avec une épaisseur uniforme. La troisième option, qui simplifie l'ITZ en lui attribuant une épaisseur nulle (connue sous le nom de "zero-thickness"), n'a pas été retenue car elle pourrait ne pas représenter fidèlement la réalité physique de cette région, notamment si son épaisseur est considérablement plus importante que dans les bétons (>> 100 μ m). Cette situation pourrait empêcher la formation de chevauchements des ITZ, nécessaires pour créer des chemins de percolation, ce qui aurait un impact direct sur les résultats numériques.

7.2.3.1. Cas d'inclusions de forme réelle (irrégulière)

Concernant les mésostructures contenant des inclusions de forme réelle, la complexité des modèles géométriques "3D-FR" rend très difficile la génération de l'ITZ autour des inclusions. En revanche, dans le cas des modèles "2D-FR" en 2D, cela a été réalisé à l'aide du logiciel *Autodesk AutoCAD*, en utilisant la fonction "polyedit" pour fermer les contours des inclusions dans les fichiers .*dxf* générés. Ensuite, la fonction "décaler" a été utilisée pour créer un autre contour fermé avec un décalage égal à l'épaisseur de l'ITZ d_i vers l'extérieur du contour de l'inclusion. Cela a permis d'obtenir un modèle géométrique quadriphasique "2D-FR-ITZ", comme illustré dans la Fig. 215.



Fig. 215. Exemple de la création de l'ITZ (en bleu) avec une épaisseur uniforme d_i à l'aide du logiciel AutoCAD autour des inclusions de sol (en marron) et de graviers (en jaune) pour obtenir un modèle géométrique quadriphasique "2D-FR-ITZ"

7.2.3.1. Cas d'inclusions de forme circulaire ou sphérique

Pour intégrer la notion de l'ITZ dans les mésostructures artificielles basées sur le concept de RAS, des modifications ont été apportées au processus illustré dans la Fig. 212 pour obtenir le nouveau processus présenté dans la Fig. 216. Par exemple, dans le cas des modèles géométriques "3D-FS" composés d'une matrice sol-ciment avec des inclusions de sol sphériques, un deuxième script *COMSOL* a été ajouté au premier dans l'interface *Application Builder* afin de générer une deuxième série de sphères de taille plus grande que celle de la première série représentant les inclusions de sol. L'idée est de créer, aux mêmes coordonnées, une nouvelle mésostructure qui entoure les inclusions, où la différence entre le rayon de la grande sphère et celui de la petite sphère Δr correspond à l'épaisseur de l'ITZ souhaitée d_i . Ainsi, la seule différence entre le premier script *COMSOL* et le deuxième réside dans la matrice d'entrée [M'], où le vecteur $\{r\}$ devient $\{r + d_i\}$. Par conséquent, la matrice d'entrée utilisée dans le deuxième script *COMSOL* est $[M_i'] = [\{X\}, \{Y\}, \{Z\}, \{r + d_i\}]$.

Ensuite, une fois que les deux mésostructures sont générées dans l'interface *Model Builder* du logiciel *COMSOL Multiphysics*, l'opération booléenne "Différence" est utilisée pour soustraire le volume des sphères représentant les inclusions de sol du volume de la nouvelle série de sphères de plus grande taille. Cette opération aboutit à une nouvelle mésostructure de sphères creuses avec une épaisseur de d_i , représentant exclusivement la zone de l'ITZ. En activant l'option "Garder l'objet soustrait" dans les paramètres de l'opération "Différence", qui inclut les inclusions de sol et l'interface interne les séparant de l'ITZ, le résultat final est un modèle géométrique triphasique "3D-FS-ITZ" composé d'une matrice, d'inclusions de sol sphériques recouvertes d'une couche solide continue d'ITZ avec une épaisseur de d_i .



Fig. 216. Processus de génération des modèles géométriques triphasiques "3D-FS-ITZ" dans l'interface "Application Builder" du logiciel COMSOL Multiphysics, composés d'une matrice sol-ciment dans laquelle sont incorporées des inclusions sphériques recouvertes d'une couche uniforme et continue d'ITZ

A partir des modèles biphasiques "3D-FS" présentés dans la Fig. 214, une série de modèles triphasiques a été générée en intégrant la zone d'ITZ à l'aide de la procédure décrite ci-dessus. Les résultats de cette approche sont illustrés par les modèles "3D-FS-ITZ" présentés dans la Fig. 217 sous forme de trois plans de coupe perpendiculaires pour mieux visualiser l'ITZ en bleu foncé qui entoure les inclusions sphériques ainsi que les éventuels chevauchements qui se forment lorsque les inclusions sont proches les unes des autres. Il convient de noter que dans les modèles géométriques représentant les éprouvettes de DSM confectionnées en laboratoire (VOS-MI-T0 et VOS-MV), notamment en 3D, une attention particulière a été portée pour que les inclusions et les ITZ ne soient visibles du côté des deux surfaces inférieure et supérieure des éprouvettes, et ce afin de tenir en compte de la zone d'enrobage créée lors de la mise en place des inclusions de sol au moment du remplissage des moules.



Fig. 217. Exemple de la création de l'ITZ (en bleu foncé) avec une épaisseur uniforme de 1000 μ m dans les modèles géométriques "3D-FS" précédents avec des fractions volumiques d'inclusions de sol P_{3Ds} de gauche à droite : 5 % ; 10 % ; 15 % ; 20 % ; 25 %

En appliquant la même procédure que précédemment, c'est-à-dire en utilisant les modèles biphasiques "2D-FC" présentés dans la Fig. 213, nous avons généré la zone d'ITZ autour des inclusions circulaires pour obtenir la nouvelle série de modèles triphasiques "2D-FC-ITZ". Un exemple illustrant une ITZ d'une épaisseur de 1000 µm, représentée en bleu, est présenté dans la Fig. 218.



Fig. 218. Exemple de la création de l'ITZ (en bleu) avec une épaisseur uniforme de 1000 μm dans les modèles géométriques "2D-FC" précédents avec des fractions surfaciques d'inclusions de sol P_{2Ds} de gauche à droite : 5 % ; 10 % ; 15 % ; 20 % ; 25 %

En conclusion, la Fig. 219 présente un organigramme récapitulatif de tous les modèles géométriques, en 2D et en 3D, qui ont été générés pour simuler la réponse hydromécanique des matériaux DSM à l'aide du logiciel *COMSOL Multiphysics*. Ces modèles représentent soit les échantillons prélevés in-situ par des sondages carottés soit les échantillons confectionnés en laboratoire. Pour explorer le rôle de l'ITZ, deux catégories de modèles géométriques ont été créées, comprenant respectivement des modèles sans et avec ITZ.



Fig. 219. Organigramme récapitulatif des deux catégories de modèles géométriques générées pour simuler le comportement hydromécanique des matériaux DSM prélevés in-situ ou confectionnés en laboratoire

7.3. Développement des modèles numériques basés sur la méthode d'éléments finis

Après avoir généré et importé les modèles géométriques des matériaux DSM dans l'interface *Model Builder* du logiciel *COMSOL Multiphysics*, la création des modèles numériques basés sur la méthode d'éléments finis (EF) peut être entamée. Les étapes détaillées de ce processus sont décrites dans les prochains paragraphes.

7.3.1. Définition des propriétés des phases composant les matériaux DSM

Afin de s'assurer que la simulation numérique du comportement hydromécanique des matériaux DSM présentée dans ce chapitre permette d'obtenir des résultats plus proches de la réalité, la base de données expérimentale établie dans les chapitres précédents ainsi que les valeurs issues de la littérature ont été utilisées. Cela a permis une définition précise des propriétés élémentaires associées aux différentes phases composant ces matériaux composites, contribuant ainsi à rendre cette approche numérique la plus réaliste possible.

7.3.1.1. Propriétés hydrauliques et microstructurales

Le Tableau 31 résume les valeurs de perméabilité à l'eau des trois phases composant les différents matériaux DSM étudiés, à savoir la matrice sol-ciment bien mixée (K_m), les inclusions de sol (K_s) et les graviers (K_g), déterminées en utilisant l'approche détaillée dans l'Annexe (11), ainsi que leurs porosités totales (P_m , P_s et P_g respectivement) déterminées à l'aide de tests en PIM. Ces valeurs sont nécessaires pour les modèles numériques pour estimer la perméabilité des matériaux DSM sur *COMSOL Multiphysics*. Chaque valeur dans le tableau est la moyenne de plusieurs valeurs estimées ou mesurées sur un certain nombre d'échantillons.

Matériaux DSM	Matrice sol-ciment		Inclusions de sol		Graviers	
	K _m (m /s)	P_m (%)	K _s (m/s)	P _s (%)	$K_{g}\left(m/s ight)$	$P_g(\%)$
SC1-M	1,2E-11	35,0	5,5E-07	31,7		
SC2-S	1,3E-11	40,2	1,2E-07	30,1		
SC3-R	9,1E-11	59,9	2,4E-07	34,5	3,0E-13	8,5
SC4-G	5,4E-11	49,3	2,0E-07	32,3		
SC4-S	1,6E-11	46,8	3,1E-07	30,1		
VOS-MI-T0	9,3E-12	50,0	7,9E-08	40,0	Sans graviers	

 Tableau 31. Perméabilité à l'eau et porosité totale des différentes phases composant les matériaux DSM prélevés in-situ par des sondages carottés (SC) ou confectionnés en laboratoire (VOS-MI-T0)

En ce qui concerne les propriétés microstructurales et hydrauliques de l'ITZ, les observations au MEB sur des sections polies du matériau DSM incluses dans une résine n'ont pas permis de déterminer la porosité P_i dans cette région, compte tenu de la limite de résolution du MEB environnemental utilisé lors de ces analyses. De plus, en raison des difficultés pour mesurer expérimentalement la perméabilité à l'eau K_i dans cette zone d'ITZ, une étude purement paramétrique est réalisée pour évaluer l'influence de ce paramètre sur la perméabilité effective K_{eff} des matériaux DSM et l'ajuster de manière à se rapprocher des résultats expérimentaux, tout en le comparant aux valeurs trouvées dans la littérature pour les bétons.

Comme mentionné dans le chapitre (1) de ce rapport, Shane et al. (2000) ont rapporté que la perméabilité à l'eau de l'ITZ devrait être supérieure à celle de la matrice en vrac, avec un rapport pouvant atteindre 10 à 100 fois plus élevé. Cette étude paramétrique sera présentée plus en détail dans les prochains paragraphes.

7.3.1.2. Propriétés physiques et mécaniques

Le Tableau 32 résume les valeurs des quatre paramètres physico-mécaniques pour les trois phases constituant les matériaux DSM issus des deux carottes SC1-M et SC4-S, des échantillons prélevés à l'état frais dans le site LA, ainsi que les matériaux DSM confectionnés en laboratoire à matrice identique VOS-MI-T0. Ces paramètres, estimés en utilisant l'approche décrite dans l'Annexe (11), sont introduits dans le modèle élastoplastique sous forme d'un fichier *.txt* et devront être validés et/ou ajustés grâce à une étude paramétrique qui sera présentée dans les prochains paragraphes. L'objectif est de rendre l'approche numérique par la méthode d'éléments finis, proposée dans cette thèse, la plus efficace possible pour étudier l'effet de la présence d'inclusions sur la réponse mécanique des matériaux DSM.

Phase	Paramètre	SC1-M	SC4-S	LA	VOS-MI-T0
Matrice	$Rc_m(MPa)$	16,9	10,9	5	4,3
	$E_m(GPa)$	18,1	14,7	3,5	3,7
	Vm (-)	0,3	0,3	0,3	0,3
	$d_m (kg/m^3)$	2404	2333	2330	2244
Inclusions de sol	$Rc_s(kPa)$	37	37	37	37
	Es (MPa)	70	70	70	70
	v s (-)	0,4	0,4	0,4	0,4
	$d_s (kg/m^3)$	2420	2256	2365	2488
Graviers	$Rc_{g}(MPa)$	25	25	25	-
	$E_g(GPa)$	75	75	75	-
	Vg (-)	0,25	0,25	0,25	-
	$d_g (kg/m^3)$	2608	2608	2608	-

 Tableau 32. Paramètres physico-mécaniques des trois phases composant les matériaux DSM (matrice, inclusions de sol et graviers)

Les propriétés mécaniques E_i et R_{c_i} de la phase représentant la zone de transition interfaciale (ITZ), comme mentionné dans la revue bibliographique, ne sont pas facilement mesurables en laboratoire par des essais directs. De ce fait, une étude paramétrique est réalisée afin d'évaluer l'influence de E_i et R_{c_i} sur la réponse mécanique effective des matériaux DSM et pour les ajuster de manière à se rapprocher au mieux des résultats expérimentaux.

7.3.2. Application des conditions aux limites

Dans le cadre de cette étude numérique, étant donné qu'aucune approche de couplage hydromécanique n'est envisagée, deux modèles numériques distincts ont été développés en utilisant la méthode d'éléments finis (EF) pour effectuer séparément les calculs hydrauliques et mécaniques. Après avoir attribué les propriétés matérielles à chaque phase présente dans le modèle géométrique (matrice, inclusions de sol et éventuellement les graviers), les conditions aux limites sont appliquées de la manière suivante :

7.3.2.1. Calculs hydrauliques

Afin de simuler le test de perméabilité à l'eau sur un échantillon de DSM avec une longueur L et une section transversale A, une différence de charge hydraulique a été appliquée entre les deux faces inférieure et supérieure de l'échantillon, créant ainsi un débit d'eau ascendant constant Q à travers le modèle géométrique dans l'interface *Model Builder*. Pour ce faire, une dépression de 100 kPa a été créée en appliquant deux pressions différentes : une pression P_b de 200 kPa en bas de l'éprouvette et une pression atmosphérique P_h de 100 kPa en haut, comme illustré dans la Fig. 220. La surface latérale de l'éprouvette, qui est en contact avec la membrane, est considérée imperméable pour reproduire les mêmes conditions réelles d'un test de perméabilité à l'eau dans une cellule triaxiale au laboratoire.



Fig. 220. Illustration des conditions aux limites appliquées afin d'initier un écoulement d'eau à travers le modèle géométrique d'un échantillon de DSM pour simuler un essai de perméabilité à l'eau

7.3.2.2. Calculs mécaniques

Pour modéliser un essai de résistance à la compression simple dans le logiciel *COMSOL Multiphysics*, la face supérieure de l'échantillon est immobilisée dans les sens horizontal et vertical en appliquant la condition "Fixed Constraint". Ensuite, pour reproduire le chargement vertical à déplacement contrôlé appliqué par la presse hydraulique en laboratoire, le déplacement progressif *Disp* de l'ordre de 2 mm, correspondant à la valeur maximale constatée fréquemment à la fin des essais de résistance à la compression simple sur les matériaux DSM, est appliqué sur la face inférieure de l'échantillon en utilisant la fonctionnalité "Auxiliary Sweep". Etant donné qu'il s'agit d'un essai de résistance à la compression simple, aucune contrainte latérale de confinement n'est appliquée sur la surface de l'échantillon, comme illustré dans la Fig. 221.



Fig. 221. Illustration des conditions aux limites appliquées sur le modèle géométrique d'un échantillon de DSM afin de simuler un essai de résistance à la compression simple

7.3.3. Sélection des équations gouvernantes du modèle numérique

7.3.3.1. Calculs hydrauliques

Le matériau DSM étudié est considéré comme un milieu poreux parfaitement saturé, obéissant à la loi de Darcy, ce qui permet un écoulement à travers le modèle géométrique, développé précédemment, grâce au gradient de pression appliqué entre les surfaces inférieure et supérieure. La loi de Darcy, choisie dans le modèle numérique pour simuler l'essai de perméabilité à l'eau, établit la relation entre ce gradient de pression ΔP (en *Pa*) appliqué et le débit volumique d'eau Q (en m^3/s) à travers le matériau comme illustré dans l'Eq. (7.1).

$$Q = -K \frac{A\Delta P}{L\rho g} \tag{7.1}$$

où *K* est la perméabilité à l'eau (ou la conductivité hydraulique) du matériau (en *m/s*), *A* est la section transversale de l'échantillon (en m^2), *L* est la longueur de l'échantillon qui correspond à sa hauteur (en *m*), ρ est la masse volumique du fluide (en kg/m^3) et *g* est la pesanteur (en m/s^2). Dans le logiciel *COMSOL Multiphysics*, la perméabilité est exprimée par le paramètre *k* (en m^2) qui est la perméabilité intrinsèque du matériau, définie par l'Eq. (7.2) où μ est la viscosité dynamique du fluide (en *Pa.s*).

$$k = \frac{\mu}{\rho g} K \tag{7.2}$$

7.3.3.2. Calculs mécaniques

Le modèle élastoplastique développé dans cette étude pour simuler l'essai de résistance à la compression simple du matériau DSM, considéré comme un matériau composite multiphasique, repose sur la résolution de l'équation de conservation de la quantité de mouvement (équations de Navier-Stockes) dans un état d'équilibre stationnaire, où les dérivées temporelles (du/dt) sont simplifiées comme illustré dans l'Eq. (7.3) :

$$\nabla \boldsymbol{\sigma} + f = 0 \tag{7.3}$$

où $\nabla \sigma$ est le gradient des contraintes selon les trois directions (*x*, *y*, *z*) dans le matériau et <u>*f*</u> est le vecteur des forces externes appliquées au modèle géométrique, telles que les forces de compression.

Le comportement élastique du matériau, jusqu'à ce qu'il atteigne sa limite d'élasticité, est décrit par la loi de Hooke comme illustré dans l'Eq. (7.4).

$$\boldsymbol{\sigma} = \mathbb{C} : \boldsymbol{\varepsilon}_{el} = \mathbb{C} : (\boldsymbol{\varepsilon} - \boldsymbol{\varepsilon}_{inel}) \tag{7.4}$$

où \mathbb{C} est le tenseur d'élasticité de chaque phase, ε_{el} est le tenseur de déformation élastique qui est la différence entre le tenseur de déformation totale ε , défini selon l'Eq. (7.5), et le tenseur de déformation inélastique ε_{inel} qui est dans ce cas le tenseur de déformation plastique ε_p .

$$\boldsymbol{\varepsilon} = \frac{1}{2} \left[\nabla \underline{u} + \left(\nabla \underline{u} \right)^T \right] \tag{7.5}$$

où $\nabla \underline{u}$ est le tenseur de gradient du vecteur de déplacements \underline{u} pour représenter la variation spatiale des déplacements selon les trois directions et $(\nabla \underline{u})^T$ est la transposée du gradient du vecteur de déplacements \underline{u} .

Pour pouvoir détecter si le matériau DSM subit une déformation plastique lors de la simulation de l'essai de résistance à la compression R_c , c'est-à-dire lorsque la correspondance biunivoque entre σ et ε n'est plus valide, les équations de conservation de la quantité de mouvement ont été combinées au critère de von Mises, dont la surface de charge $F(\sigma)$ est exprimée comme suit :

$$F(\boldsymbol{\sigma}) = \sigma_{mises} - \sigma_{y} \le 0 \tag{7.6}$$

où σ_{mises} est la contrainte de von Mises déterminée par l'Eq. (7.7) à partir des contraintes principales σ_1 , σ_2 et σ_3 , tandis que σ_v représente la limite d'élasticité des différentes phases constituant le matériau DSM.

$$\sigma_{mises} = \frac{1}{\sqrt{2}} [(\sigma_1 - \sigma_2)^2 + (\sigma_1 - \sigma_3)^2 + (\sigma_2 - \sigma_3)^2]$$
(7.7)

La vitesse de déformation plastique $\dot{\boldsymbol{\varepsilon}}_{\boldsymbol{p}}$, dans une direction d'écoulement donnée \boldsymbol{b} , est donnée par la règle de normalité.

$$\dot{\boldsymbol{\varepsilon}}_{\boldsymbol{p}} = \dot{\boldsymbol{\lambda}}\boldsymbol{b} \tag{7.8}$$

$$\boldsymbol{b} = \frac{\partial Q(\boldsymbol{\sigma})}{\partial \boldsymbol{\sigma}} \tag{7.9}$$

où λ est le multiplicateur plastique qui représente la norme de l'écoulement, tandis que $Q(\sigma)$ est le potentiel plastique qui est supposé être associé à la fonction de charge $F(\sigma)$, ce qui signifie que $Q(\sigma) = F(\sigma)$.

En ce qui concerne le comportement d'écrouissage du matériau DSM, l'interface *Solid Mechanics* propose plusieurs modèles d'écrouissage isotrope, pouvant être appliqués aux différentes phases du matériau, tels que le modèle de Voce (Voce 1955) défini par l'Eq. (7.10).

$$\sigma_y = \sigma_{y0} + \sigma_{sat} (1 - e^{-\beta \varepsilon_{pe}}) \tag{7.10}$$

où σ_y est la limite d'élasticité actuelle, σ_{y0} est la limite d'élasticité initiale, σ_{sat} et que β sont deux paramètres qui décrivent la partie non linéaire des courbes de contrainte-déformation des différentes phases lors de l'apparition de la plasticité et ε_{pe} est la déformation plastique effective calculée et utilisée en temps réel lors de la résolution du modèle numérique.

Cependant, en raison de l'absence de la courbe de contrainte-déformation associée à chaque phase du matériau DSM, à savoir la matrice sol-ciment, les inclusions de sol non malaxé ainsi que les graviers, les paramètres σ_{y_0} , σ_{sat} et β ne peuvent être déterminés expérimentalement. Ainsi, pour contourner ce problème dans le modèle numérique élastoplastique développé, on a fait l'hypothèse que chacune de ces différentes phases présentait un comportement plastique parfait, ce qui veut dire que la limite d'élasticité actuelle σ_y , représentant la taille de la surface de charge $F(\sigma)$, reste inchangée après l'apparition de la plasticité et reste égale à la limite d'élasticité initiale σ_{y_0} , elle-même représentée par la valeur de la résistance à la compression simple R_c .

7.3.4. Génération du maillage adapté aux modèles géométriques

Il est rappelé que pour les modèles géométriques des matériaux DSM, en particulier les modèles "3D-FR" contenant des inclusions de forme réelle, le maillage est recalculé dans le logiciel *COMSOL* pour ajuster le maillage précédent, corrigé en format *.stl* (voir Fig. 203b-c), et l'adapter de manière optimale à la géométrie complexe des inclusions. Cela peut améliorer l'efficacité du modèle numérique et réduire le temps de calcul. Ensuite, afin de déterminer le maillage le plus approprié pour les différents modèles géométriques, une étude de sensibilité a été effectuée sur le modèle "3D-FR" de l'éprouvette VOS-MI-T0-15% en variant la taille de maillage, comme illustré dans la Fig. 222. L'objectif de cette étude est d'évaluer l'impact de la densité du maillage sur les résultats de la résistance à la compression R_c et de la perméabilité *K*.

La Fig. 223a présente la relation entre la taille et le nombre d'éléments tétraédriques, générés lors du remaillage du modèle "3D-FR" dans *COMSOL Multiphysics*, et le temps nécessaire pour effectuer les calculs de résistance à la compression simple R_c et de perméabilité à l'eau K sur l'éprouvette de VOS-MI-T0-15% ($P_{3Ds} = 15$ %). Dans le cas du modèle mécanique (essai R_c), on remarque que le temps de calcul diminue avec l'augmentation de la taille du maillage. Pour les deux tailles extrêmes (1) et (9), le nombre d'éléments tétraédriques passe de 3 628 429 à seulement 1 593, ce qui accélère considérablement le calcul, passant de 11 heures à seulement 5

minutes. En revanche, dans le cas du modèle hydraulique (essai K), les calculs sont plus rapides que dans le cas du modèle mécanique. Lorsque la taille du maillage est extrêmement fine (1), le temps de calcul atteint au maximum 20 minutes, soit 35 fois plus rapide qu'un calcul mécanique élastoplastique avec une taille du maillage similaire. De plus, en augmentant la taille du maillage, le temps de calcul diminue jusqu'à se stabiliser autour d'une dizaine de secondes au-delà de la taille du maillage (6).

La différence constatée dans le temps de calcul entre les deux modèles numériques (R_c et K) est sans doute liée à la non-linéarité des équations résolues dans le modèle élastoplastique, nécessitant de nombreuses itérations pour qu'elles convergent, contrairement au modèle hydraulique impliquant la loi de Darcy qui est une équation linéaire plus rapide à converger.



Fig. 222. Remaillage du modèle géométrique "3D-FR" de l'éprouvette VOS-MI-T0-15% selon différentes tailles des éléments tétraédriques : (a) Extrêmement fine 1 ; (b) Extra fine 2 ; (c) Plus fine 3 ; (d) Fine 4 ; (e) Normale 5 ; (f) Grossière 6 ; (g) Plus grossière 7 ; (h) Extra grossière 8 ; (i) Extrêmement grossière 9

L'objectif de cette étude de sensibilité est de trouver un compromis entre la taille du maillage et la précision des résultats. Pour cela, les résultats obtenus de la résistance R_c , du module E_{50} et de la perméabilité K ont été normalisés en les divisant par les valeurs obtenues sur le maillage de taille (1), puis représentés en fonction des différents maillages comme illustré dans la Fig. 223b. Cette figure montre que le module E_{50} et la perméabilité K normalisés restent constants avec l'augmentation de la taille du maillage jusqu'à la taille (8), où le module E_{50} augmente légèrement et la perméabilité K diminue légèrement.

D'autre part, la résistance R_c a montré une grande dépendance à la taille du maillage. Dans un premier temps, en augmentant la taille des éléments tétraédriques, la valeur de R_c augmente de 6 % et se stabilise entre la taille du maillage (3) et (6). Au-delà de la taille du maillage (7), la R_c continue à augmenter jusqu'à une valeur d'environ 20 % plus élevée que celle obtenue avec le maillage de taille (1). Cette augmentation est attribuée à la sous-estimation du volume des inclusions de sol lorsque le maillage devient de plus en plus grossier, comme illustré dans la Fig. 222.



Fig. 223. (a) Temps de calcul de la résistance à la compression simple R_c et de la perméabilité à l'eau K en fonction du nombre d'éléments tétraédriques générés selon la taille du maillage [allant d'extrêmement fine (1) à extrêmement grossière (9)]; (b) Résultats du calcul de la résistance à la compression simple R_c , du module d'Young sécant E_{50} et de la perméabilité à l'eau K normalisés en divisant par les valeurs obtenues pour le maillage (1)

A partir des résultats obtenus, les maillages choisis pour les calculs mécaniques et les calculs hydrauliques sont respectivement le maillage de taille fine (4) et le maillage de taille extrêmement fine (1). Le maillage (4) permet une résolution optimale et une utilisation plus efficace des ressources informatiques lors des calculs mécaniques. Cependant, pour les modèles géométriques "3D-FR" des éprouvettes de DSM provenant du site, le temps de calcul peut être multiplié fois 50 (soit un temps de calcul d'environ 50 à 60 heures) en raison de la complexité de la géométrie des inclusions réelles et de la présence de graviers de taille millimétrique (entre 2 et 5 mm), ce qui peut entrainer éventuellement des maillages plus denses au niveau de ces zones critiques. Concernant les calculs hydrauliques, le maillage de taille (1) n'implique pas de coûts de calcul élevés et offre une meilleure résolution au niveau de l'ITZ, qui a une taille de quelques centaines de micromètres. Cela permet donc une meilleure précision des résultats de la perméabilité à l'eau des matériaux DSM, le paramètre clé étudié dans cette thèse, sans nécessiter des ressources informatiques très importantes.

7.3.5. Etudes paramétriques pour calibrer les caractéristiques des inclusions de sol et de l'ITZ

Dans le but de mieux appréhender l'influence des caractéristiques des inclusions de sol et de l'ITZ sur la réponse effective des matériaux DSM, une étude paramétrique a été réalisée en 2D et en 3D sur les éprouvettes de VOS-MI-T0, confectionnées en laboratoire en incorporant des boulettes de sol en différentes fractions volumiques. Ce jeu d'éprouvettes a été spécifiquement choisi pour minimiser le nombre de paramètres à contrôler, notamment car ces éprouvettes ne contiennent pas de graviers, ce qui diffère des matériaux DSM provenant de site. L'objectif de cette étude est de valider et/ou d'ajuster les propriétés hydrauliques et mécaniques des inclusions définies précédemment, ainsi que celles de l'ITZ autour des inclusions, y compris son épaisseur relative d_i . Ceci permettrait donc d'obtenir des résultats numériques plus précis et mieux correspondants aux résultats expérimentaux.

Dans les calculs suivants, le facteur d'efficacité n[X] des propriétés X simulées, qui a été adopté dans plusieurs études antérieures (Li et al. 2016a, 2016b ; Liang et al. 2020), a été utilisé pour mieux interpréter les résultats numériques obtenus. Par exemple, pour les calculs hydraulique (X = K), le facteur d'efficacité n[K] de la perméabilité à l'eau K est définie selon l'Eq. (7.11).

$$n[K] = \frac{K_{eff}}{K_m} \tag{7.11}$$

où K_{eff} est la perméabilité à l'eau effective calculée dans *COMSOL Multiphysics* pour l'échantillon de DSM et K_m est la perméabilité à l'eau de la matrice. Cette même équation s'applique également pour calculer les facteurs d'efficacité de la résistance à la compression simple $n[R_c]$ et du module d'Young n[E].

Afin de déterminer les propriétés hydrauliques et mécaniques de l'ITZ en fonction de celles de la matrice en vrac, un facteur multiplicateur b[X] > 0 est utilisé pour chaque propriété X. Par exemple, dans le cas du module d'Young de l'ITZ (X = E), E_i est défini comme illustré dans l'Eq. (7.12).

$$E_i = b[E] \times E_m \tag{7.12}$$

où b[E] est le facteur multiplicateur du module d'Young (sans unité) et E_m est le module d'Young de la matrice de sol-ciment bien mixée.

7.3.5.1. Calculs hydrauliques

Effet de la perméabilité à l'eau des inclusions de sol Ks (sans ITZ)

Les modèles géométriques biphasiques "2D-FR" et "3D-FR", présentés respectivement dans la Fig. 209 et la Fig. 211, ont été utilisés pour étudier l'influence de la perméabilité à l'eau des inclusions de sol K_s , dans une gamme comprise entre 9,3.10⁻¹⁵ et 9,3.10⁻⁷ m/s, sur la perméabilité effective K_{eff} des éprouvettes de VOS-MI-T0. Les résultats du facteur d'efficacité n[K] pour chaque modèle géométrique et chaque fraction volumique d'inclusions de sol ont été tracés en fonction de log (K_s/K_m) , comme montré dans la Fig. 224.



Fig. 224. Variation du facteur n[K] de la perméabilité à l'eau K en fonction de $log(K_s/K_m)$ pour les modèles géométriques "2D-FR" et "3D-FR" (sans ITZ) des échantillons de VOS-MI-TO

Une zone de sensibilité peut être observée sur l'ensemble des courbes, où de petites variations du paramètre $\log(K_s/K_m)$ peuvent entrainer des variations significatives du facteur n[K]. Les limites inférieure et supérieure de cette zone de sensibilité varient selon la fraction surfacique ou volumique des inclusions, ainsi que le système 2D ou 3D. La largeur de cette zone de sensibilité augmente à mesure que les fractions P_{2Ds} ou P_{3Ds} augmentent. Par exemple, pour le modèle "2D-FR" avec une fraction P_{2Ds} de 5 % (représenté pas des cercles pleins en bleu dans la Fig. 224), les limites inférieure et supérieure de la zone de sensibilité sont respectivement -1,6 et 2,3. A partir de ces courbes, les valeurs de la perméabilité à l'eau des inclusions de sol K_s utilisées dans la simulation de la réponse hydraulique des matériaux DSM, qu'ils soient prélevés sur site (SC1-M, SC2-S, SC3-R, SC4-G et SC4-S) ou confectionnés en laboratoire (VOS-MI-T0), se situent toutes en dehors de cette

zone de sensibilité. De même, les valeurs de perméabilité à l'eau des graviers K_g , du moins pour des fractions surfaciques ou volumiques inférieures à 15 %, sont également en dehors de cette zone de sensibilité. Pour les matériaux DSM de site, la fraction volumique des graviers P_{3Dg} ne dépassait pas 14,2 %. En ce qui concerne les limites inférieure et supérieure du facteur n[K], la plage de valeurs comprises entre 0,545 et 2,117 concorde largement avec les valeurs rapportées par Liang et al. (2020) dans leur étude sur l'influence de la perméabilité des agrégats sur la perméabilité effective du béton.

D'autre part, la même figure révèle que toutes les courbes se croisent lorsque le paramètre $\log(K_s/K_m)$ est égal à 0, i.e. lorsque la perméabilité à l'eau des inclusions de sol K_s est égale à celle de la matrice K_m . Cette situation représente un échantillon de VOS-MI-T0-0% sans inclusions de sol, et qui se traduit par un facteur n[K] égal à 1. En d'autres termes, la perméabilité à l'eau effective K_{eff} de l'échantillon est équivalente à la perméabilité à l'eau de la matrice seule K_m . Ensuite, les courbes montrent que lorsque $\log(K_s/K_m)$ est supérieur à 0 (i.e. $K_s > K_m$), le facteur n[K] dépasse 1. Cela signifie que les inclusions de sol jouent un rôle de "pontage", en créant des chemins préférentiels moins résistants à l'écoulement d'eau à travers les échantillons de DSM, à mesure que le paramètre $\log(K_s/K_m)$ augmente au-delà de 1 jusqu'à une certaine valeur (limite supérieure de la zone de sensibilité). Par ailleurs, la valeur de n[K] semble être fortement dépendante du système 2D ou 3D, ainsi que de la valeur de P_{2Ds} et de P_{3Ds} . En effet, les modèles géométriques "3D-FR" montrent des valeurs de n[K] plus élevées que les modèles "2D-FR", et ces valeurs augmentent à mesure que P_{2Ds} et P_{3Ds} augmentent dans les échantillons de DSM. De plus, pour une quantité donnée d'inclusions de sol, l'écart entre la valeur de n[K] en 2D et en 3D augmente avec la fraction volumique d'inclusions de sol, comme montré dans la Fig. 224. Ces observations démontrent que le rôle de "pontage" exercé par la présence d'inclusions de sol, avec une perméabilité à l'eau plus élevée que celle de la matrice, est corrélé à deux paramètres : le système 2D ou 3D utilisé pour le modèle numérique, ainsi que la quantité d'inclusions de sol P_{2Ds} ou P_{3Ds}, respectivement. En effet, dans un système en 3D, un plus grand nombre de chemins préférentiels peuvent se former par rapport à un modèle 2D. De plus, le nombre de ces chemins préférentiels peut devenir plus élevé avec la présence d'une fraction volumique d'inclusions croissante dans le matériau, ce qui conduit au rapprochement de ces dernières.

Enfin, les courbes présentées dans la Fig. 224 montrent que lorsque $\log(K_s/K_m)$ est inférieur à 0, le facteur n[K] ne dépasse pas 1 en raison de la perméabilité à l'eau des inclusions K_s dans cette zone, qui est plus faible que celle de la matrice K_m . Etant donné que l'ITZ n'est pas prise en compte dans ces calculs, il est logique que la perméabilité à l'eau effective K_{eff} du matériau soit inférieure à celle de la matrice seule K_m . Dans ce cas, les inclusions de sol sont assimilées à des graviers qui jouent un rôle de "dilution" en diminuant la fraction volumique de la matrice, et un rôle de "tortuosité" en augmentant les chemins d'écoulement à travers le matériau. Ces deux phénomènes sont plus prononcés en 2D et en présence d'une fraction d'inclusions croissante.

Effet des caractéristiques de l'ITZ (épaisseur di et perméabilité à l'eau Ki)

Une deuxième étude paramétrique a été menée en prenant en compte l'ITZ. Cependant, étant donné que l'ITZ n'a pas pu être intégrée en 3D autour des inclusions réelles dans le modèle "3D-FR" (voir Fig. 211), cette étude a été effectuée sur les modèles triphasiques artificiels "2D-FC-ITZ" et "3D-FS-ITZ", basés sur le concept de RAS et illustrés respectivement dans la Fig. 218 et la Fig. 217. Dans un premier temps, l'étude paramétrique visait à examiner l'impact de l'épaisseur de l'ITZ (d_i) ainsi que du multiplicateur b[K] sur la perméabilité effective K_{eff} des matériaux de VOS-MI-T0. Pour ce faire, la phase de l'ITZ a été générée en suivant le processus présenté dans la Fig. 216 avec différentes épaisseurs d_i , à savoir 50, 100, 300, 500, 1000, 2000 et 3000 µm et en variant le facteur multiplicateur b[K], à savoir 1, 2, 5, 10, 20, 30, 50, 70 et 100. Concernant la porosité P_i de l'ITZ, étant donné que la porosité de la matrice DSM P_m est de 35 à 59 %, un facteur multiplicateur b[P] de 1,5 bien inférieur aux valeurs rapportées dans la littérature, soit 2,5 à 5 (Scrivener et al. 1988 ; Scrivener et Nemati 1996 ; Larbi et al. 2016 ; Xu et al. 2022), a été fixé.

Les résultats du facteur d'efficacité de la perméabilité à l'eau n[K], obtenus en 2D pour les modèles géométriques "2D-FC-ITZ", sont présentés en fonction de l'épaisseur de l'ITZ (d_i) dans la Fig. 225. On peut observer que le facteur n[K] dépasse 1 pour toutes les fractions surfaciques P_{2Ds} , c'est-à-dire 5 % (Fig. 225a), 15 % (Fig. 225b) et 25 % (Fig. 225c). De plus, ce facteur augmente à mesure que l'épaisseur d_i autour des

inclusions circulaires augmente. Cette augmentation est linéaire lorsque la perméabilité à l'eau au niveau de l'ITZ (K_i) est faible, c'est-à-dire lorsque le multiplicateur b[K] est inférieur ou égal à 5. En revanche, lorsque b[K] est supérieur à 5, l'augmentation du facteur n[K] devient non linéaire, avec une augmentation brusque de la pente des courbes $n[K] - d_i$ lorsque d_i augmente. D'autre part, sur les modèles géométriques présentant des fractions P_{2Ds} de 5 % et 15 % (Fig. 225a et Fig. 225b respectivement), on peut constater que pour une épaisseur d_i donnée, le facteur n[K] suit une variation logarithmique en fonction de b[K]. En d'autres termes, à mesure que K_i augmente, n[K] augmente également mais tend à converger vers une certaine valeur. Cette tendance se rapproche de celle observée dans l'effet de K_s sur la perméabilité K_{eff} du matériau qui converge vers une valeur spécifique lorsque la limite supérieure de la zone de sensibilité est dépassée (Fig. 224).



Fig. 225. Variation de n[K] en fonction de l'épaisseur d_i pour les modèles géométriques "2D-FC-ITZ" (avec ITZ) des échantillons de VOS-MI-T0, avec différentes fractions surfaciques des inclusions P_{2Ds} : (a) 5 % ; (b) 15 % ; (c) 25 % ; (d) Zoom sur 25 %

Cependant, dans le modèle "2D-FC-ITZ" avec P_{2Ds} de 25 %, ce phénomène ne se produit pas lorsque d_i égal à 3000 µm. Au lieu de converger, le facteur n[K] continue à augmenter pour des valeurs de K_i plus élevées (Fig. 225c). Toutes les courbes $n[K] - d_i$ montrent une cassure significative de pente à 2000 µm, puis n[K]s'accroit pour atteindre des valeurs jusqu'à 20 fois supérieures à celles observées pour les fractions P_{2Ds} de 5 % et 15 %. Ceci peut être expliqué par le rôle de "pontage" joué non seulement par la forte fraction surfacique des inclusions de sol, mais aussi par les ITZ qui se chevauchent pour former, pour une telle épaisseur d_i de 3000 µm, des chemins de percolation accessibles depuis les deux surfaces inférieure et supérieure des échantillons à P_{2Ds} de 25 %, tel que montré par le champ de vitesse d'écoulement dans la Fig. 228g.



Fig. 226. Champs de vitesse d'écoulement pour le modèle "2D-FC-ITZ" avec une fraction P_{2Ds} de 5 %, un facteur b[K] de 100 et différentes épaisseurs d_i de gauche à droite : 50 μm ; 100 μm ; 300 μm ; 500 μm ; 1000 μm ; 2000 μm ; 3000 μm



Fig. 227. Champs de vitesse d'écoulement pour le modèle "2D-FC-ITZ" avec une fraction P_{2Ds} de 15 %, un facteur b[K] de 100 et différentes épaisseurs d_i de gauche à droite : 50 μm ; 100 μm ; 300 μm ; 500 μm ; 1000 μm ; 2000 μm ; 3000 μm



Fig. 228. Champs de vitesse d'écoulement pour le modèle "2D-FC-ITZ" avec une fraction P_{2Ds} de 25 %, un facteur b[K] de 100 et différentes épaisseurs d_i de gauche à droite : 50 μm ; 100 μm ; 500 μm ; 500 μm ; 2000 μm ; 3000 μm

En comparant les facteurs d'efficacité n[K], déterminés à l'aide du modèle numérique sur *COMSOL*, avec les valeurs expérimentales correspondantes $n[K]_{exp}$, les résultats présentés dans la Fig. 225 mettent en évidence que la perméabilité à l'eau effective calculée K_{eff} correspond à la perméabilité à l'eau expérimentale K_{exp} uniquement lorsque l'épaisseur d'ITZ est nettement supérieure à 2000 µm pour toutes les fractions surfaciques d'inclusions de sol P_{2Ds} . Toutefois, une telle épaisseur pourrait ne pas représenter fidèlement la réalité pratique de la région de l'ITZ autour des inclusions de sol, et cette observation peut être expliquée par la sous-estimation de la perméabilité à l'eau en utilisant une approche 2D. De plus, dans le domaine des bétons, il a été bien rapporté que les modèles numériques en 2D ne permettent pas de prédire fidèlement les écoulements tridimensionnels à travers le matériau. En effet, cette limitation est le résultat de la prise en compte insuffisante de l'effet spatial des granulats (Li et al. 2016b ; Liang et al. 2020). Ce qui est bien en accord avec l'écart constaté entre l'approche 2D et 3D lors de l'étude paramétrique précédente (voir Fig. 224). Pour surmonter ce problème et se rapprocher davantage de la réalité, surtout pour ajuster avec précision les caractéristiques de l'ITZ, une autre étude paramétrique en 3D a été effectuée sur les modèles géométriques "3D-FS-ITZ". Les résultats obtenus sont illustrés dans la Fig. 229.

Comme attendu, le passage vers un système d'empilement d'inclusions de sol en 3D ainsi que le chevauchement des ITZ ont conduit à la formation d'un grand nombre de chemins préférentiels, notamment à des fortes fractions volumiques d'inclusions de sol P_{3Ds} . Par conséquent, la gamme de valeurs du facteur n[K]

a montré une augmentation considérable par rapport aux calculs 2D. En effet, ce facteur a augmenté de trois fois pour une fraction volumique d'incluions de sol P_{3Ds} de 5 %, de neuf fois pour P_{3Ds} de 15 %, et seulement deux fois pour P_{3Ds} de 25 %. Il convient de noter que le taux d'augmentation du facteur n[K] entre les analyses 2D et 3D $(n[K]_{3D}/n[K]_{2D})$ ne semble pas être corrélé à la fraction volumique des inclusions de sol P_{3Ds} .

En effet, cette observation contredit la tendance observée entre le taux d'augmentation $n[K]_{3D}/n[K]_{2D}$ et la fraction volumique des inclusions dans la Fig. 224. Aucune explication précise n'a été établie pour cette différence. Cependant, dans les modèles géométriques "2D-FC-ITZ" avec une fraction surfacique P_{2Ds} de 15 %, aucun chemin de percolation formé par les inclusions de sol et le chevauchement des ITZ, reliant les deux surfaces inférieure et supérieure des échantillons, n'est observé lorsque l'épaisseur d_i est de 3000 µm (voir Fig. 227g). En revanche, pour les modèles géométriques "3D-FS-ITZ" avec P_{3Ds} de 15 %, il s'avère que plusieurs chemins de percolation continus peuvent être observés, comme montré par le champ de vitesse d'écoulement dans la Fig. 230. Cela pourrait donc expliquer en partie pourquoi le taux d'augmentation $n[K]_{3D}/n[K]_{2D}$ est plus élevé lorsque P_{3Ds} égale à 15 % par rapport aux fractions P_{3Ds} de 5 % et 25 %.

La variation du facteur n[K], évalué en 3D, en fonction de l'épaisseur d_i et du facteur multiplicateur b[K], comme illustré dans la Fig. 229, présente des tendances similaires à celles observées en 2D dans la Fig. 225.





Fig. 229. Variation du facteur n[K] en fonction de l'épaisseur d_i pour les modèles géométriques "3D-FS-ITZ" (avec ITZ) des échantillons de VOS-MI-TO, avec différentes fractions volumiques des inclusions P_{3Ds} : (a) 5 % ; (b) 15 % ; (c) Zoom sur 15 % ; (d) 25 % ; (e) Zoom sur 25 %



Fig. 230. Illustration du modèle "3D-FS-ITZ" avec une fraction P_{3Ds} de 15 %, une épaisseur d_i de 3000 μm et un facteur b[K] de 30, de gauche à droite : (a) Maillage utilisé dans le modèle ; (b) Visualisation mettant en évidence les trois phases composant le modèle (matrice en rouge, inclusions de sol en vert et ITZ en bleu foncé) ; (c) Même représentation offrant une vue du champs de vitesse d'écoulement ; (d) Champs de vitesse d'écoulement avec les lignes de courant après filtrage des faibles vitesses, permettant de montrer les chemins de percolation formés par les inclusions de sol et le chevauchement des ITZ

Les deux études paramétriques précédentes, effectuées en 2D (Fig. 225) et en 3D (Fig. 229), ont mis en évidence le rôle de la zone de transition interfaciale (ITZ) sur la perméabilité à l'eau effective K_{eff} des matériaux DSM. En effet, il a été clairement établi que le facteur d'efficacité n[K], représentant la perméabilité effective K_{eff} , est influencée par les trois caractéristiques de l'ITZ : son volume, conditionné par la fraction volumique des inclusions de sol, son épaisseur d_i ainsi que sa perméabilité à l'eau K_i , représentée par le facteur multiplicateur b[K]. Par exemple, il a été démontré que la valeur du facteur n[K] croît à l'augmentation de la fraction surfacique P_{2Ds} ou volumique P_{3Ds} des inclusions. Cela signifie qu'il y a une corrélation positive entre n[K] et la quantité de l'ITZ, du moins dans la gamme des pourcentages d'inclusions de sol utilisée dans les matériaux DSM de VOS-MI-T0 (5 à 25 %). De plus, les courbes présentées dans la Fig. 225 et la Fig. 229 ont révélé que le facteur n[K] croît conjointement avec l'augmentation de l'épaisseur d_i et le facteur b[K], qui sous-entend la perméabilité à l'eau de l'ITZ K_i , semble jouer un rôle plus prédominant. En effet, les courbes $n[K] - d_i$, initialement linéaires en fonction de l'épaisseur d_i , deviennent non linéaire avec un changement de pente significatif lorsque b[K] dépasse le seuil de 5.

En ce qui concerne l'ajustement des caractéristiques de l'ITZ en vue des prochains calculs numériques, les valeurs expérimentales du facteur d'efficacité $n[K]_{exp}$ obtenues pour les différentes fractions volumiques
d'inclusions de sol (1,39 pour P_{3Ds} de 5 %, 2,63 pour P_{3Ds} de 15 % et 4,33 pour P_{3Ds} de 25 %) ont été comparées aux facteurs n[K] évalués en 3D (voir la Fig. 229). On peut observer que les résultats numériques issus des modèles géométriques "3D-FS-ITZ", avec des épaisseurs d_i de 500 µm et 1000 µm, concordent avec les résultats expérimentaux lorsque le facteur multiplicateur b[K] se situe entre 5 et 30. L'ensemble des combinaisons possibles (d_i ; b[K]) pour lesquelles le modèle numérique, développé pour le calcul de la perméabilité à l'eau K des matériaux DSM de VOS-MI-T0, offre des résultats proches des valeurs expérimentales, est résumé dans le Tableau 33 pour chaque fraction volumique d'incluions de sol P_{3Ds} .

Tableau 33. Les combinaisons (d_i ; b[K]) pour lesquelles les résultats numériques de la perméabilité à l'eau K des matériaux VOS-
MI-TO concordent avec les résultats expérimentaux et les valeurs des facteurs n[K] correspondants

P _{3Ds} (%)	n[K] _{exp}	(d _i ; b [K])	n[K]	ER (%)	(d _i ; b [K])	n[K]	ER (%)
5	1,39	(500;30)	1,22	12,2	(1000;30)	1,38	0,7
15	2,63	(500;30)	2,22	15,6	(1000;10)	2,82	7,2
25	4,33	(500;20)	4,21	2,8	(1000;5)	4,11	5,1

Les valeurs présentées dans le Tableau 33 indiquent l'absence d'une combinaison unique $(d_i; b[K])$ à introduire dans le modèle numérique, garantissant une bonne concordance avec les valeurs expérimentales quelle que soit la fraction P_{3Ds} . Ceci peut être attribué à l'influence des différentes caractéristiques de l'ITZ mentionnées précédemment. Les cases marquées en vert sont les combinaisons $(d_i; b[K])$ ayant présenté l'erreur relative (ER) la plus faible entre n[K] et $n[K]_{exp}$. On constate que ces combinaisons dégagent deux épaisseurs d_i de 500 µm et 1000 µm.

Il est pertinent de noter qu'en raison des limites d'efficacité des calculs, une épaisseur d_i de 1000 µm a été utilisée dans l'étude numérique menée par Du et al. (2013) pour évaluer la résistance à la traction d'un béton. De plus, ces deux épaisseurs de 500 µm et 1000 µm sont en quelque sorte en cohérence avec les résultats des observations au MEB environnemental et au microscope optique à profondeur de champ, qui ont été complétées par des analyses en PIM dans le chapitre (6). En effet, ces observations ont mis en lumière l'existence d'une couche moins cimentée autour des inclusions de sol avec une épaisseur de 1 à 2 mm, susceptible d'exhiber des caractéristiques mécaniques et microstructurales moins performantes que celles de la matrice DSM. Bien que cette cohérence soit encourageante, cette valeur doit être confirmée via d'autres analyses plus poussées, telles que des observations au MEB à très haute résolution et des analyses en nanoindentation au niveau de cette zone critique (ITZ).

En ce qui concerne le facteur multiplicateur b[K], les valeurs de 5 à 30, qui ont été retenues pour les prochains calculs, se situent relativement dans la gamme des valeurs rapportées dans quelques travaux de simulation numérique sur les bétons dans la littérature, qui est comprise généralement entre 10 et 50 (Wang et Ueda 2011 ; Li et al. 2016a, 2016b ; Liang et al. 2020 ; Zhang et al. 2021).

Effet de la perméabilité à l'eau des inclusions de sol Ks (avec ITZ)

La notion de l'ITZ a été intégrée dans l'étude paramétrique précédente qui avait pour but d'étudier l'effet de la perméabilité à l'eau des inclusions de sol K_s sur la perméabilité à l'eau effective K_{eff} des matériaux DSM de VOS-MI-T0. Pour ce faire, les modèles géométriques "2D-FC-ITZ" et "3D-FS-ITZ" ont été utilisés, en prenant en compte deux épaisseurs d_i de 500 µm et 1000 µm, avec un facteur multiplicateur b[K] de 30 (représentant la limite supérieure de la plage de concordance évoquée précédemment). Les résultats du facteur n[K] obtenus sont tracés en fonction du paramètre $\log(K_s/K_m)$ comme montré dans la Fig. 231. Quelle que soit la valeur de la perméabilité à l'eau des inclusions de sol K_s , l'épaisseur d_i de l'ITZ ou la quantité d'inclusions de sol, il s'avère que le facteur n[K] est constamment supérieur à 1. En d'autres termes, la perméabilité à l'eau effective K_{eff} reste supérieure à celle de la matrice K_m , même lorsque les inclusions de sol sont assimilées à des graviers avec une perméabilité à l'eau nettement inférieure à celle de la matrice K_m . L'intégration de l'ITZ dans le modèle numérique, avec une épaisseur d_i de 500 µm et 1000 µm ainsi qu'un facteur multiplicateur b[K] de 30, semble annuler le rôle de "dilution" et de "tortuosité" des graviers observé dans la Fig. 224. Cette observation est en accord avec les résultats obtenus dans la littérature sur les bétons. Par exemple, Li et al. (2016b) ont mentionné que pour une fraction volumique de 40 % de graviers et un facteur

b[K] de 50, le facteur n[K] dépassait 1 lorsque l'épaisseur d_i dépassait 50 µm. Quelques années plus tard, dans une autre étude sur un modèle 3D du béton contenant la même fraction volumique de graviers (40 %) et un facteur b[K] plus faible d'environ 30 (la même valeur utilisée dans la présente étude paramétrique sur les matériaux DSM), Liang et al. (2020) ont rapporté qu'une épaisseur d_i d'au moins 100 µm était nécessaire pour que le facteur d'efficacité n[K] dépasse 1 et que le rôle de "dilution" et de "tortuosité" des graviers soit compensé. Cette observation suggère que des chemins de percolation peuvent se former, par chevauchement des ITZ, même avec des faibles épaisseurs d_i lorsque la fraction volumique des graviers dans le matériau est élevée.

On peut également observer dans la Fig. 231 que la prise en compte de l'ITZ dans le modèle numérique a multiplié par 2,4 et 4,5 fois la limite supérieure du facteur n[K] pour les différentes quantités d'inclusions de sol, comprises entre 5 % et 25 %, lorsque l'épaisseur d_i est respectivement de 500 µm (Fig. 231a) et 1000 µm (Fig. 231b). De plus, lorsque la quantité d'inclusions de sol est de 5 %, le facteur n[K] ne semble pas évoluer significativement avec la perméabilité K_s , dans les deux cas d'épaisseur d_i étudiés. Cependant, il s'avère que n[K], ainsi que le taux d'augmentation de ce facteur entre les analyses 2D et 3D ($n[K]_{3D}/n[K]_{2D}$), sont proportionnels à la quantité d'inclusions, à savoir P_{2Ds} et P_{3Ds} respectivement. En effet, l'évolution de n[K] en fonction de P_{2Ds} et P_{3Ds} peut s'expliquer par le rôle de "pontage" joué par les inclusions de sol, caractérisées par une perméabilité à l'eau K_s nettement plus élevée que celle de la matrice K_m . De plus, ce phénomène est amplifié par le rapprochement, voire le chevauchement des ITZ, ce qui forme des ponts présentant moins de résistance à l'écoulement, comme illustré dans la Fig. 232a.



Fig. 231. Variation du facteur n[K] de la perméabilité à l'eau K en fonction de $log(K_s/K_m)$ pour les modèles géométriques "2D-FC-ITZ" et "3D-FS-ITZ" (avec ITZ) des échantillons de VOS-MI-T0, avec des épaisseurs d_i : (a) 500 μ m; (b) 1000 μ m

Par ailleurs, la Fig. 231a et la Fig. 231b révèlent que, pour les deux épaisseurs d_i , les courbes ne s'entrecroisent pas lorsque le paramètre $log(K_s/K_m)$ est égal à 0, correspondant à un facteur n[K] égale à 1, comme l'illustre le cas sans ITZ (Fig. 224). Cela indique que lorsque K_s est égal à K_m , cette situation ne correspond plus à des échantillons de DSM sans inclusions, mais plutôt à des échantillons qui contiennent une certaine proportion d'ITZ, avec une perméabilité K_i supérieure à K_m par un facteur b[K] de 30. De plus, pour les deux épaisseurs d_i , on peut observer que lorsque le paramètre $\log(K_s/K_m)$ est inférieur à 0, l'impact de K_s sur la valeur de n[K] est négligeable. Cependant, le rôle de la quantité de l'ITZ semble être plus évident. En effet, la valeur du facteur n[K] croit avec l'augmentation de la fraction surfacique ou volumique de l'ITZ, déterminées respectivement par les fractions P_{2Ds} et P_{3Ds} . Cela suggère que lorsque les inclusions de sol sont moins perméables que la matrice, voire assimilées à des graviers, l'écoulement au sein du matériau est contrôlé par la région de l'ITZ qui tend à former des chemins de percolation reliant les deux surfaces inférieure et supérieure à mesure que la quantité d'inclusions de sol augmente dans le matériau, tel que montré dans la Fig. 232b et la Fig. 232c. Ce qui se traduit par l'augmentation de la valeur de n[K] en fonction de P_{2Ds} ou P_{3Ds} , comme illustré dans la Fig. 231a et la Fig. 231b. En outre, dans ces mêmes figures, il peut être remarqué que les valeurs de K_s et de K_g utilisées pour les calculs numériques se situent en grande partie en dehors de la zone de sensibilité, où la moindre variation de K_s peut entrainer des variations significatives dans le facteur n[K].



Fig. 232. Illustration du champ de vitesse d'écoulement et lignes de courant pour une section du modèle "2D-FC-ITZ" avec une fraction P_{2Ds} de 25 %, une épaisseur d_i de 1000 μ m, un facteur b[K] de 30 et différentes valeurs du paramètre $\log(K_s/K_m)$: (a) 4, c'est-à-dire lorsque les inclusions de sol ont une perméabilité à l'eau supérieure à K_m ; (b) 0, indiquant que les inclusions de sol sont remplacées par de la matrice; (c) -2, correspondant à l'assimilation des inclusions de sol à des graviers

Effet de la forme des inclusions de sol (avec ITZ)

Afin d'examiner l'influence de la forme des inclusions de sol sur la réponse globale des matériaux DSM, d'autres simulations supplémentaires ont été effectuées sur les modèles géométriques "2D-FR-ITZ" des matériaux de VOS-MI-TO. Il convient de rappeler que ces modèles "2D-FR-ITZ" ont été obtenus en intégrant l'ITZ autour des inclusions de forme réelles (FR) dans les modèles géométriques "2D-FR", qui sont illustrés dans la Fig. 209. Cette intégration a été réalisée à l'aide du logiciel *Autodesk AutoCAD*, comme précédemment décrit. Les valeurs du facteur d'efficacité n[K] obtenues ont été comparées aux résultats obtenus sur les modèles "2D-FC-ITZ" contenant des inclusions circulaires (FC), pour chaque fraction surfacique P_{2Ds} , comme présenté dans la Fig. 233.



Fig. 233. Variation du facteur n[K] de la perméabilité à l'eau K en fonction de $log(K_s/K_m)$ pour les modèles géométriques "2D-FC-ITZ" et "2D-FR-ITZ" (avec ITZ) des échantillons de VOS-MI-TO, avec des épaisseurs d_i : (a) 500 μ m; (b) 1000 μ m

La première observation pouvant être dégagée à partir de la Fig. 233 est que la forme des inclusions de sol a un effet relativement minime lorsque la fraction surfacique P_{2Ds} est de 5 % et 15 %. En d'autres termes, pour des épaisseurs d_i de 500 µm et 1000 µm, les deux types de modèles géométriques, i.e. ceux avec des inclusions réelles (FR) ou circulaires (FC), présentent des comportements similaires même si une légère surestimation du facteur n[K] peut être remarquée dans le modèle contenant 15 % d'inclusions réelles (FR) entourées d'une ITZ d'une épaisseur de 1000 µm (Fig. 233b). Cette différence subtile semble être en cohérence avec les visualisations des champs de vitesse d'écoulement illustrées dans la Fig. 234a et la Fig. 234b. En effet, dans le modèle géométrique "2D-FR-ITZ" (Fig. 234a), plus de ponts offrant moins de résistance à l'écoulement, se traduisant par des vitesses élevées, peuvent être observés par rapport au modèle "2D-FC-ITZ" (Fig. 234b). La formation de ces ponts semble être favorisée par la forme allongée des inclusions réelles (FR) ainsi que leur orientation, qui encourage l'alignement relatif de leur grand axe principal avec la direction de l'écoulement. D'autre part, lorsque la fraction P_{2Ds} est de 25 %, la Fig. 233 indique que le modèle "2D-FC-ITZ" présente des valeurs du facteur n[K] nettement plus élevées que celles du modèle "2D-FR-ITZ", avec un écart moyen de 23 % à d_i de 500 µm (Fig. 233a) et de 30 % à d_i de 1000 µm (Fig. 233b). Cette observation est cohérente avec les visualisations des champs de vitesse d'écoulement au sein des deux modèles géométriques, comme montré dans la Fig. 234c et la Fig. 234d. Dans le modèle "2D-FR-ITZ" (Fig. 234c), les inclusions de sol de forme allongée sont orientées dans des directions différentes, empêchant ainsi largement le chevauchement des ITZ et la formation de ponts prolongés voire des chemins de percolation accessibles depuis les deux surfaces inférieure et supérieure de l'échantillon, comme observé dans le modèle "2D-FC-ITZ" (Fig. 234d).



Fig. 234. Illustration du champ de vitesse d'écoulement pour les modèles géométriques "2D-FR-ITZ" et "2D-FC-ITZ" avec une épaisseur d_i de 1000 μm et un facteur b[K] de 30

7.3.5.2. Calculs mécaniques

Effet des propriétés mécaniques des inclusions de sol (sans ITZ)

Pour explorer l'influence des propriétés mécaniques des inclusions de sol, à savoir leur résistance à la compression simple R_{c_s} et le module d'Young E_s , sur les propriétés mécaniques effectives des matériaux de VOS-MI-TO, une étude paramétrique a été menée en 2D sur les modèles "2D-FR" (Fig. 209). Compte tenu du grand nombre de cas à examiner en faisant varier le paramètre R_{c_s} de 15 à 135 kPa et le paramètre E_s de 1 à 200 MPa, cette analyse n'a pas été étendue en 3D aux modèles "3D-FR" (Fig. 211) car cela aurait impliqué des temps de calculs et des ressources informatiques très importants.

La Fig. 235 présente les courbes de contrainte-déformation calculées à l'aide du modèle numérique élastoplastique développé dans cette étude pour chaque fraction surfacique des inclusions de sol P_{2DS} , comparées aux courbes expérimentales obtenues en laboratoire sur les matériaux de VOS-MI-TO. Compte tenu de l'hypothèse du comportement plastique parfait attribué aux différentes phases composant le matériau DSM et de l'absence d'approche prenant en compte le phénomène d'endommagement dans le modèle numérique, l'enveloppe des courbes de contrainte-déformation calculées ne suit pas la même allure que les courbes expérimentales après la rupture. En effet, lorsque le matériau se plastifie à l'échelle de l'échantillon, la contrainte reste constante même si le déplacement appliqué augmente, tandis que pour les courbes expérimentales, la contrainte diminue avec l'augmentation du déplacement en raison du développement des fissures sous l'endommagement des échantillons. De plus, il convient de noter que le début de l'écrouissage dans les courbes calculées correspond au début de la plastification des inclusions de sol. Dans la Fig. 235d, qui fusionne les trois premières figures, on peut observer que les courbes expérimentales s'éloignent progressivement de l'enveloppe des courbes numériques lorsque la fraction volumique des inclusions de sol augmente dans les échantillons de DSM. Cela indique que le modèle numérique a tendance à surestimer la réponse mécanique des échantillons de DSM à mesure que la fraction surfacique P_{2Ds} augmente. Cette surestimation est sans doute attribuée à l'absence de prise en compte de l'ITZ dans ce modèle élastoplastique,

et comme la quantité de l'ITZ est liée à la fraction P_{2Ds} , cette surestimation semble être directement corrélée à la quantité de l'ITZ négligée dans ce modèle.



Fig. 235. Courbes de contrainte-déformation obtenues dans l'étude numérique sur les modèles géométriques "2D-FR" des échantillons de VOS-MI-TO (sans ITZ), comparées aux courbes expérimentales selon la fraction volumique des inclusions de sol P_{3DS} : (a) 5 %; (b) 15 %; (c) 25 %; (d) Vue d'ensemble pour les trois fractions volumiques P_{3DS}

Afin de mieux comprendre l'influence des paramètres mécaniques des inclusions de sol sur la réponse globale des matériaux DSM étudiés, les valeurs de la résistance à la compression simple R_c et du module d'Young sécant E_{50} ont été déterminés de l'ensemble des courbes numériques. La Fig. 236 présente les résultats du facteur d'efficacité $n[R_c]$, calculé pour chaque fraction surfacique P_{2Ds} , en fonction du module d'Young des inclusions de sol E_s . Dans l'ensemble, on constate que le facteur $n[R_c]$ suit une variation logarithmique en fonction du module E_s pour les trois fractions P_{2Ds} étudiées. Ce facteur augmente au fur et à mesure que les inclusions de sol deviennent plus rigides, et il atteint un palier lorsque le module d'Young des inclusions de sol E_s , on peut observer une relation linéaire positive entre le facteur $n[R_c]$ et la résistance à la compression simple des inclusions de sol R_{c_s} . Comme mentionné précédemment, ce modèle numérique, qui ne prend pas en compte la présence de l'ITZ autour des inclusions, tend à surestimer la réponse mécanique globale des matériaux DSM. Pour les fractions P_{2Ds} de 15 % (Fig. 236b) et 25 % (Fig. 236c), toutes les valeurs de $n[R_c]$ évaluées sont nettement supérieures aux valeur expérimentales $n[R_c]_{exp}$ de 0,54 et 0,37 respectivement. En revanche, pour le modèle géométrique

contenant 5 % d'inclusions, la Fig. 236a montre que pour que $n[R_c]$ concorde avec la valeur expérimentale $n[R_c]_{exp}$ de 0,84, le module E_s doit être inférieure à 5 MPa, ce qui est 14 fois plus faible que la valeur considérée dans cette étude, comme indiqué dans le Tableau 32**Tableau 44**. Cette valeur est également 33 fois plus faible que la valeur de E_s utilisée par Van Lysebetten et al. (2014) pour simuler l'effet des inclusions de sol sur la réponse mécanique des matériaux DSM par la méthode des éléments discrets.



Fig. 236. Variation du facteur d'efficacité $n[R_c]$ de la résistance à la compression simple R_c en fonction du module d'Young des inclusions de sol E_s pour les modèles géométriques "2D-FR" (sans ITZ) des échantillons de VOS-MI-TO, avec différentes fractions surfaciques des inclusions P_{2Ds} : (a) 5 %; (b) 15 %; (c) 25 %; (d) Vue d'ensemble pour les trois fractions surfaciques P_{2Ds}

La Fig. 236d met en évidence que la variation maximale du taux d'augmentation du facteur $n[R_c]$, en faisant varier le paramètre R_{c_s} de 15 à 135 kPa pour une valeur fixe de E_s , est relativement plus modérée par rapport à la variation maximale de ce taux lorsque le paramètre E_s est varié de 1 à 200 MPa pour une valeur donnée de R_{c_s} , soit respectivement de 1,05 et 1,30. Cette observation suggère que l'impact de la valeur de R_{c_s} sur la résistance à la compression globale R_c du matériau est moins significatif que celui du module E_s , du moins dans l'intervalle des propriétés et des fractions P_{2Ds} étudié. Enfin, les courbes présentées dans la Fig. 236d indiquent que, pour toutes les fractions P_{2Ds} étudiées, la valeur du module E_s de 70 MPa, considérée ce chapitre, semble se situer en dehors de la zone de sensibilité définie entre 1 et 30 MPa.

La Fig. 237 présente les résultats du facteur d'efficacité $n[E_{50}]$, calculé pour chaque fraction surfacique P_{2Ds} , en fonction du module d'Young des inclusions de sol E_s . Il peut être constaté que, contrairement au facteur

 $n[R_c]$, le facteur $n[E_{50}]$ continue à augmenter avec le module E_s selon une tendance non linéaire sans atteindre un palier. De plus, pour les trois fractions P_{2Ds} , les facteurs $n[E_{50}]$ évalués semblent dépasser largement les valeurs expérimentales en raison de l'absence de l'ITZ dans le modèle géométrique "2D-FR".



Fig. 237. Variation du facteur d'efficacité n[E₅₀] du module d'Young sécant E₅₀ en fonction du module d'Young des inclusions de sol E_s pour les modèles géométriques "2D-FR" (sans ITZ) des échantillons de VOS-MI-T0, avec différentes fractions surfaciques des inclusions P_{2Ds} : (a) 5 %; (b) 15 %; (c) 25 %; (d) Vue d'ensemble pour les trois fractions surfaciques P_{2Ds}

Effet des propriétés mécaniques de l'ITZ (avec ITZ)

Cette fois-ci, l'ITZ a été intégrée dans les modèles géométriques biphasiques précédemment utilisés "2D-FR", pour obtenir les modèles triphasiques "2D-FR-ITZ". Les courbes de contrainte-déformation ont été recalculées en considérant une épaisseur d_i de 1000 µm et différentes propriétés mécaniques, R_{c_i} et E_i , en faisant varier respectivement le facteur multiplicateur $b[R_c]$ dans la gamme de 0,12, 0,23, 0,33, 0,44, 0,56, 0,67, 0,77, 0,88 et 1, ainsi que le facteur multiplicateur b[E] entre 0,1 et 1. La Fig. 238 présente les nouvelles courbes de contrainte-déformation recalculées sur les modèles géométriques triphasiques "2D-FR-ITZ" pour chaque fraction P_{2Ds} , comparées aux courbes expérimentales obtenues en laboratoire sur les matériaux de VOS-MI-TO. Dans la Fig. 238d, on peut observer que l'intégration de l'ITZ a amélioré la concordance entre les courbes numériques et les courbes expérimentales, et il est possible de constater que le modèle numérique avec ITZ ne surestime pas la réponse mécanique globale des échantillons de VOS-MI-TO, mais plutôt il la recadre. Cette observation indique qu'il existe une combinaison de $(b[R_c]; b[E])$ pour laquelle la courbe de contrainte-déformation expérimentale se coïncide avec l'une des courbes numériques.



Fig. 238. Courbes de contrainte-déformation obtenues dans l'étude numérique sur les modèles géométriques "2D-FR-ITZ" des échantillons de VOS-MI-TO (avec ITZ), comparées aux courbes expérimentales selon la fraction volumique des inclusions de sol P_{3Ds} : (a) 5 %; (b) 15 %; (c) 25 %; (d) Vue d'ensemble pour les trois fractions volumiques P_{3Ds}

Afin de déterminer les combinaisons optimales $(b[R_c]; b[E])$ pour une prédiction précise de la réponse mécanique globale des matériaux DSM, les résultats des facteurs d'efficacité $n[R_c]$ et $n[E_{50}]$, dérivés des nouvelles courbes de contrainte-déformation numériques, sont présentés dans la Fig. 239 et la Fig. 240 respectivement. La Fig. 239 révèle que, indépendamment de la fraction P_{2Ds} considérée, le module d'Young de l'ITZ (E_i) n'exerce aucune influence sur la valeur de la résistance à la compression globale R_c des matériaux de VOS-MI-TO, ce qui se traduit par des courbes $n[R_c] - b[E]$ horizontales sur toute la gamme de b[E]examinée. En revanche, la valeur du facteur $n[R_c]$ tend à augmenter linéairement avec le facteur multiplicateur $b[R_c]$. Cela signifie que la résistance à la compression simple R_c , à l'échelle des modèles "2D-FR-ITZ" testés, dépend uniquement de la résistance à la compression simple de l'ITZ (R_{c_i}) et ne montre aucune dépendance à son module d'Young E_i . D'autre part, en comparant les valeurs de $n[R_c]$ obtenues à l'aide du modèle élastoplastique (avec ITZ) aux valeurs expérimentales correspondantes $n[R_c]_{exp}$, il est possible de déterminer la valeur du facteur multiplicateur $b[R_c]$ assurant une bonne concordance entre les résultats numériques et expérimentaux en termes de résistance à la compression simple R_c . Ce facteur est de 0,44 pour P_{2Ds} de 5 % (Fig. 239a), il est de 0,23 pour P_{2Ds} de 15 % (Fig. 239b) et il est de 0,77 pour P_{2Ds} de 25 % (Fig. 239c). Il est pertinent de noter que cette gamme de valeurs de $b[R_c]$, comprise entre 0,23 et 0,77, se chevauche avec la gamme suggérée dans certains travaux de simulation numérique de la réponse mécanique des bétons, qui est comprise entre 0,62 et 0,87 (Qu et Chen 2008; Zhou et Hao 2008; Huang et al. 2015). De plus, il est évident que les trois valeurs déterminées de $b[R_c]$ ne sont pas corrélées avec les valeurs de la fraction P_{2Ds} . Cette observation peut partiellement être attribuée à la nature 2D de ces calculs, qui peut ne pas refléter fidèlement les différentes interactions complexes dans le système matrice-inclusion-ITZ. Elle peut également être liée à l'impact sur les résultats expérimentaux et numériques des différentes caractéristiques d'inclusions de sol, à savoir leur taille, forme, disposition spatiale ainsi que leur orientation, qui varient simultanément et peuvent ne pas être toutes prises en compte dans cette étude numérique.



Fig. 239. Variation du facteur d'efficacité $n[R_c]$ de la résistance à la compression simple R_c en fonction du facteur multiplicateur b[E] pour les modèles géométriques "2D-FR-ITZ" (avec ITZ) des échantillons de VOS-MI-TO, avec différentes fractions surfaciques des inclusions P_{2Ds} : (a) 5 %; (b) 15 %; (c) 25 %; (d) Vue d'ensemble pour les trois fractions surfaciques P_{2Ds}

Concernant la dernière section de cette étude paramétrique, la Fig. 240 présente les courbes $n[E_{50}] - b[E]$, obtenues pour chaque fraction P_{2Ds} , tout en prenant en compte la variation du facteur multiplicateur $b[R_c]$. On peut observer que pour les faibles valeurs du facteur $b[R_c]$, entre 0,12 et 0,23 voire 0,33, les courbes $n[E_{50}] - b[E]$ correspondantes présentent une variation logarithmique. En d'autres termes, lorsque l'ITZ présente une très faible résistance, augmenter sa rigidité au-delà d'un certain seuil ne semble pas affecter de manière significative la valeur du module d'Young sécant E_{50} du matériau DSM. Cependant, à mesure que $b[R_c]$ augmente, c'est-à-dire au-delà d'une valeur de 0,23 ou 0,33, le palier observé disparait progressivement et le facteur $n[E_{50}]$ montre une croissance non linéaire en fonction de b[E]. Lorsque $b[R_c]$ tend vers des valeurs plus élevées, on peut constater que les courbes semblent converger vers une même tendance. Cette tendance

est similaire à celle observée précédemment sur les courbes $n[E_{50}] - E_s$, comme illustré dans la Fig. 237. Par ailleurs, les résultats de $n[E_{50}]$ démontrent que l'intégration de l'ITZ dans le modèle élastoplastique permet d'obtenir une meilleure concordance avec les valeurs expérimentales $n[E_{50}]_{exp}$ obtenues pour chaque fraction volumique d'inclusions, à savoir 0,88 pour P_{3Ds} de 5 %, 0,53 pour P_{3Ds} de 15 % et 0,37 pour P_{3Ds} de 25 %.



Fig. 240. Variation du facteur d'efficacité $n[E_{50}]$ du module d'Young sécant E_{50} en fonction du facteur multiplicateur b[E] pour les modèles géométriques "2D-FR-ITZ" (avec ITZ) des échantillons de VOS-MI-TO, avec différentes fractions surfaciques des inclusions P_{2Ds} : (a) 5 %; (b) 15 %; (c) 25 %; (d) Vue d'ensemble pour les trois fractions surfaciques P_{2Ds}

La concordance entre les valeurs du $n[E_{50}]$ et les valeurs expérimentales correspondantes $n[E_{50}]_{exp}$ peut être constatée pour différentes combinaisons ($b[R_c]$; b[E]) en fonction de la fraction P_{2Ds} : elle est de (0,33; 0,4) pour P_{2Ds} de 5 % (Fig. 240a), de (0,23; 0,2) pour P_{2Ds} de 15 % (Fig. 240b) et approximativement de (0,44; 0,5) pour P_{2Ds} de 25 % (Fig. 240c). Il convient de noter que les valeurs du facteur b[E], se situant entre 0,2 et 0,5 et assurant une bonne concordance entre $n[E_{50}]$ et $n[E_{50}]_{exp}$, semblent être partiellement en accord avec les résultats expérimentaux sur les bétons obtenus par Xiao et al. (2013) et Lyu et al. (2022). En effet, ces auteurs ont montré, à l'aide de tests de nanoindentation sur des coupes du béton, que le module d'Young de l'ITZ (E_i) est d'environ 70 à 90 % inférieur à celui de la matrice en vrac (E_m), ce qui correspond à un facteur b[E] compris entre 0,5 et 0,6. De plus, Zhou et al. (2014) ont démontré, à travers une étude paramétrique en éléments finis en 2D, que pour que l'ITZ ait un impact négatif sur le module d'Young effectif du béton, le module E_i doit être au moins 70 % inférieur à E_m , soit un facteur b[E] inférieur à 0,6.

7.3.5.3. Conclusions principales dégagées de cette étude paramétrique

Les études paramétriques précédemment menées ont permis d'examiner l'impact des propriétés locales des inclusions de sol et de l'ITZ sur la réponse hydromécanique globale des matériaux de VOS-MI-TO. Les propriétés locales des inclusions de sol incluent leur perméabilité K_s , leur résistance à la compression R_{c_s} et leur module d'Young E_s . En revanche, en ce qui concerne l'ITZ, ses propriétés locales comprennent sa perméabilité K_i , sa résistance R_{c_i} et son module d'Young E_i , qui ont été exprimés en fonction des facteurs respectifs b[K], $b[R_c]$ et b[E], en plus de son épaisseur relative d_i . En comparant les résultats numériques aux données expérimentales, les principales conclusions pouvant être tirées concernant ces différentes propriétés mentionnées et qui vont être utilisées dans les futurs calculs numériques sont résumées ci-dessous.

Propriétés hydrauliques des inclusions de sol et des graviers (Ks et Kg)

Les valeurs de K_s et K_g , définies dans le Tableau 31 pour simuler la réponse hydraulique des matériaux DSM provenant de site ou confectionné en laboratoire, semblent se situer en dehors de la zone de sensibilité où des variations modérées de K_s ou K_g pourraient entrainer des variations notables dans les résultats de calcul de la perméabilité à l'eau effective K_{eff} des matériaux.

Propriétés hydrauliques de l'ITZ (Ki) et son épaisseur (di)

En ce qui concerne les propriétés hydrauliques de l'ITZ, il apparait nécessaire que le facteur b[K] soit compris entre 10 et 20, voire 30, tandis que l'épaisseur d_i devrait se situer entre 500 et 1000 µm, afin d'obtenir une concordance entre la perméabilité effective K_{eff} calculée et celle mesurée en laboratoire.

Propriétés mécaniques des inclusions de sol (Rcs et Es)

Les résultats de l'étude paramétrique ont révélé que la valeur de la résistance à la compression simple des inclusions de sol R_{c_s} présente un impact relativement modéré par rapport à celui de leur module d'Young E_s , sur la résistance à la compression globale R_c du matériau. De plus, il semble que la valeur de E_s définie dans le Tableau 32 se situe en dehors de la zone de sensibilité où des petites variations de E_s pourraient entrainer des changements significatifs dans la valeur calculée de la résistance à la compression globale R_c du matériau.

Propriétés mécaniques de l'ITZ (Rci et Ei)

L'étude paramétrique effectuée sur les modèles géométriques intégrant ITZ a démontré que pour obtenir une correspondance satisfaisante entre les résultats du facteur $n[R_c]$ et les valeurs expérimentales $n[R_c]_{exp}$, pour une épaisseur d_i de 1000 µm, il faut que le facteur $b[R_c]$ se situe dans la gamme comprise entre 0,23 et 0,77.

De plus, cette étude a mis en évidence que la valeur du facteur b[E] n'a aucune incidence sur la valeur du facteur $n[R_c]$. Parallèlement, cette même étude paramétrique a démontré que pour assurer la concordance en termes de rigidité du matériau DSM, c'est-à-dire entre $n[E_{50}]$ et $n[E_{50}]_{exp}$, il est requis que le facteur $b[R_c]$ soit compris entre 0,23 et 0,44, et que le facteur b[E] soit compris entre 0,20 et 0,50. Il est pertinent de souligner que la gamme des valeurs du facteur $b[R_c]$ assurant la concordance entre $n[E_{50}]$ et $n[E_{50}]_{exp}$, comprise entre 0,23 et 0,44, est plus étroite que celle assurant la concordance entre $n[R_c]$ et $n[R_c]_{exp}$, qui est comprise entre 0,23 et 0,77. Cependant, aucune explication claire n'a été avancée pour cette observation. Il est important de rappeler qu'un des objectifs principaux visés dans les différentes études paramétriques précédentes est d'ajuster les paramètres permettant de représenter l'ITZ dans les prochains calculs numériques sur les différents modèles géométriques. Ces paramètres comprennent l'épaisseur d_i et les facteurs multiplicateurs b[K], $b[R_c]$ et b[E]. Toutefois, il est à noter que ces analyses n'ont pas abouti à des valeurs uniques pour chaque paramètre, mais plutôt des valeurs qui dépendent de la fraction volumique des inclusions de sol P_{3Ds} . De plus, la littérature ne renvoie aucune référence précise quant à ces paramètres dans le cas des matériaux DSM.

Par conséquent, à partir de l'ensemble des résultats obtenus dans les paragraphes précédents et les résultats rapportés dans la littérature sur les bétons, la valeur de chaque paramètre à considérer dans la prochaine section de ce chapitre est résumée dans le Tableau 34.

Paramètre	di (µm)	<i>di</i> (μm) <i>b</i> [K] (-)		b [E] (-)
Valeur	500 - 1000	10 - 20	0,5	0,5

7.4. Analyse et discussion des résultats

Cette section se focalise sur les résultats issus des calculs réalisés à l'aide des deux modèles numériques développés dans le cadre de cette thèse. Ces modèles visent à prédire séparément la réponse hydraulique et mécanique des matériaux DSM, qu'ils soient confectionnés en laboratoire ou prélevés in-situ.

7.4.1. Calculs hydrauliques

7.4.1.1. Echantillons de DSM confectionnés en laboratoire (VOS-MI-T0)

Sans la zone de transition interfaciale (ITZ)

Les modèles géométriques biphasiques, composés d'une matrice sol-ciment et de différentes proportions d'inclusions de sol, à savoir 5 %, 15 % et 25 % pour les deux modèles "2D-FR" et "3D-FR" ainsi que 5 %, 10 %, 15 %, 20 % et 25 % pour les deux modèles "2D-FC" et "3D-FS", basés sur le concept de RAS, ont été utilisés pour estimer la perméabilité à l'eau des matériaux de VOS-MI-T0. Les résultats du facteur n[K] obtenus en 2D et en 3D, ainsi que les valeurs expérimentales $n[K]_{exp}$, sont tracés en fonction de la fraction volumique des inclusions de sol P_{3Ds} dans la Fig. 241a. A première vue, en comparant les courbes numériques, il semble que le facteur n[K] évalué en 2D est relativement sous-estimé par rapport à celui obtenu en 3D, comme on peut s'y attendre. Ceci a été attribué précédemment au nombre moindre de chemins préférentiels dans les modèles géométriques 2D, formés par le rapprochement des inclusions de sol qui sont plus perméables que la matrice.



Fig. 241. (a) Variation du facteur n[K] obtenu sur les différents modèles géométriques sans ITZ en fonction de la fraction volumique des inclusions de sol P_{3Ds} , en comparaison aux valeurs expérimentales $n[K]_{exp}$; (b) Erreur relative de l'estimation du facteur n[K] pour les mêmes modèles géométriques en fonction de la fraction volumique des inclusions de sol P_{3Ds}

Ensuite, lorsqu'on compare les courbes numériques à la courbe expérimentale, on constate que l'utilisation de modèles géométriques qui ne tiennent pas en compte la présence de l'ITZ autour des inclusions de sol, que ce soit en 2D ou en 3D, conduit à une sous-estimation considérable de la perméabilité à l'eau effective K_{eff} des matériaux de VOS-MI-T0. Par exemple, pour une fraction volumique d'inclusions de sol P_{3Ds} de 5 %, l'erreur relative dans l'estimation du facteur n[K] sur tous les modèles géométriques confondus est comprise entre 17 et 22 %. En outre, cette marge d'erreur relative semble augmenter à mesure que P_{3Ds} croît dans le matériau,

pouvant atteindre des valeurs de 47 à 61 % lorsque la fraction P_{3Ds} est de 25 %, comme illustré dans la Fig. 241b. Cette observation était également attendue compte tenu des résultats des études paramétriques précédentes. En effet, étant donné que la quantité de l'ITZ est directement liée à la fraction surfacique P_{2Ds} ou volumique P_{3Ds} des inclusions de sol, le fait de négliger l'ITZ, qui contribue à la formation des chemins de percolation par chevauchement, aurait une incidence plus marquée sur les résultats numériques à mesure que le matériau contient une fraction croissante des inclusions de sol.

Avec la zone de transition interfaciale (ITZ)

La perméabilité à l'eau des matériaux de VOS-MI-T0 a été recalculée en intégrant une couche d'ITZ d'épaisseur d_i de 500 µm et 1000 µm autour des inclusions de forme réelle (FR) pour les modèles "2D-FR-ITZ", de forme circulaire (FC) en 2D pour les modèles "2D-FC-ITZ" et de forme sphérique (FS) en 3D pour les modèles "3D-FS-ITZ". Deux valeurs différentes du facteur b[K] ont été examinées, à savoir 10 et 20. Les résultats du facteur n[K] et de l'erreur relative obtenus pour les deux épaisseurs considérées (500 µm et 1000 µm) ont été comparés aux données expérimentales $n[K]_{exp}$, comme illustré dans la Fig. 242 et la Fig. 243, respectivement. Pour les modèles 2D ("2D-FR-ITZ" et "2D-FC-ITZ"), bien que l'erreur relative ait légèrement diminué en présence de l'ITZ, ces modèles sous-estiment considérablement la perméabilité à l'eau des matériaux de VOS-MI-T0. De plus, les courbes de l'erreur relative augmentent avec la fraction P_{3Ds} , atteignant des valeurs de 46 % à 53 % pour des fractions volumiques élevées des inclusions de sol (Fig. 242b). Ces résultats confirment que même en présence de l'ITZ avec une épaisseur de 500 µm autour des inclusions, les modèles numériques en 2D basés sur la méthode d'éléments finis ne semblent pas être prometteurs pour une estimation satisfaisante de la perméabilité à l'eau des matériaux DSM.

En ce qui concerne les modèles 3D créés à l'aide du concept de RAS, la Fig. 242a et la Fig. 242b révèlent que, bien que le facteur n[K] soit légèrement sous-estimé pour les deux valeurs de b[K] considérées, les courbes de l'erreur relative ont affiché des valeurs ne dépassant pas 22 %. En moyenne, elles sont environ 1,5 à 4 fois moins élevées par rapport aux modèles 2D ou aux modèles sans ITZ. De plus, la Fig. 242b indique qu'à une fraction P_{3Ds} de 25 %, l'erreur relative est d'environ 18 % pour b[K] de 10 et de 5,5 % pour b[K] de 20. Cette réduction de l'erreur relative en présence de fortes fractions P_{3Ds} peut être attribuée, comme mentionné précédemment, au chevauchement des ITZ, formant ainsi des chemins de percolation et permettant de simuler un écoulement proche de la réalité, notamment lorsque le facteur b[K] est de 20.



Fig. 242. (a) Variation du facteur n[K] obtenu sur les différents modèles géométriques avec une ITZ de 500 µm d'épaisseur en fonction de la fraction volumique des inclusions P_{3Ds} , en comparaison aux valeurs expérimentales $n[K]_{exp}$; (b) Variation de l'erreur relative dans l'estimation du facteur n[K] pour les mêmes modèles géométriques en fonction de la fraction volumique des inclusions de sol P_{3Ds}

Par ailleurs, la Fig. 243 met en évidence que même en augmentant l'épaisseur d_i à 1000 µm, les modèles 2D sous-estiment toujours la perméabilité à l'eau des matériaux DSM, avec une erreur relative qui ne dépasse pas 43 %, légèrement inférieure à celle observée avec une épaisseur d_i de 500 µm. De plus, dans les modèles

géométriques comportant des inclusions de forme circulaire, "2D-FC-ITZ", la Fig. 243b montre que l'erreur relative, qui était à 43 % lorsque la fraction P_{2Ds} était de 15 %, a diminué lorsque la fraction P_{2Ds} est passée à 25 %. Elle a atteint des valeurs de 27 % et 20 % pour les facteurs b[K] de 10 et 20 respectivement. Cette observation peut s'expliquer par le plus grand nombre des chemins préférentiels créés par le chevauchement des ITZ d'une épaisseur de 1000 µm à cette fraction P_{2Ds} , tel que précédemment illustré dans la représentation du champ de vitesse d'écoulement dans la Fig. 228e.

En revanche, quelle que soit la valeur du facteur b[K], les résultats obtenus sur les modèles "3D-FS-ITZ" avec d_i de 1000 µm ont montré une surestimation de la perméabilité à l'eau des matériaux de VOS-MI-T0. Cette tendance est perceptible compte tenu du fait que les courbes $n[K] - P_{3Ds}$ se situent au-dessus de la courbe expérimentale $n[K]_{exp} - P_{3Ds}$, comme illustré dans la Fig. 243a. De plus, l'erreur relative représentant cette surestimation augmente à mesure que la fraction P_{3Ds} ainsi que le facteur b[K] augmentent. Par exemple, lorsque P_{3Ds} atteint 25 % et que b[K] est de 20, la Fig. 243b indique que l'erreur relative peut atteindre 60 %, soit 11 fois plus élevée que lorsque l'épaisseur d_i est de 500 µm avec des valeurs similaires de P_{3Ds} et de b[K]. Cependant, malgré cette surestimation, la courbe $n[K] - P_{3Ds}$ associée au facteur b[K] de 10 montre une concordance satisfaisante, notamment lorsque la fraction P_{3Ds} est inférieure à 15 %, avec une erreur relative maximale de 13 %. Lorsque la fraction P_{3Ds} est de 25 %, l'erreur relative a atteint une valeur de 26 %.



Fig. 243. (a) Variation du facteur n[K] obtenu sur les différents modèles géométriques avec une ITZ de 1000 μ m d'épaisseur en fonction de la fraction volumique des inclusions P_{3Ds} , en comparaison aux valeurs expérimentales $n[K]_{exp}$; (b) Variation de l'erreur relative dans l'estimation du facteur n[K] pour les mêmes modèles géométriques en fonction de la fraction volumique des inclusions de sol P_{3Ds}

A partir de l'ensemble de ces résultats, on peut conclure que les modèles numériques basés sur des géométries 2D ne sont pas prometteurs pour l'estimation de la perméabilité des matériaux DSM contenant des inclusions de sol, que la région de de l'ITZ soit présente ou non. De plus, il a été démontré que le passage à des modèles numériques basés sur des géométries tridimensionnelles (3D) permet d'améliorer la concordance entre les résultats numériques du facteur n[K] et les valeurs expérimentales correspondantes $n[K]_{exp}$. Cependant, il est important de noter qu'il n'existe pas une combinaison unique (d_i ; b[K]) qui permette d'estimer de minière optimale la perméabilité à l'eau effective K_{eff} , quelle que soit la fraction P_{3Ds} . Deux combinaisons se sont toutefois dégagées en assurant une erreur relative moindre, à savoir (500 µm; 20), comme illustré dans la Fig. 2442b, et (1000 µm; 10), comme montré dans la Fig. 243b. Il convient également de rappeler que dans cette étude, la région de l'ITZ a été simulée par une couche continue avec une épaisseur uniforme autour des inclusions de sol, ce qui peut ne pas refléter la réalité. En d'autres termes, l'épaisseur réelle ainsi que l'uniformité de l'ITZ pourraient varier d'une inclusion à une autre dans les éprouvettes de DSM de laboratoire.

De plus, dans le cas des matériaux de VOS-MI-TO, la matrice dans laquelle les inclusions de sol ont été incorporées peut contenir des grains de sable d'une taille maximale de 5 mm, mais ces grains de sable n'ont pas été pris en compte dans la phase représentant la matrice dans les modèles numériques. Par conséquent, le rôle de dilution joué par ces grains de sable a été négligé. Ces deux facteurs mentionnés peuvent donc jouer

un rôle significatif dans la surestimation du facteur n[K], en particulier lorsque la fraction P_{3Ds} est de 25, l'épaisseur d_i est de 1000 µm et le facteur b[K] est de 20.

Effet de la couche d'enrobage sur la perméabilité à l'eau effective des échantillons de DSM

Dans le chapitre (6), il a été démontré que la pente de la courbe $K - P_{3DS}$ dans les matériaux de VOS-MI-T0 confectionnés en laboratoire était plus faible en comparaison avec celle observée dans les matériaux DSM provenant de site. Cette différence a été attribuée à la présence d'une couche d'enrobage composée de la matrice sol-ciment entre le premier lit d'inclusions de sol incorporées manuellement et les surfaces inférieure et supérieure de l'éprouvette. En réalité, cette couche d'enrobage pourrait jouer le rôle d'une barrière, ralentissant le débit à travers le matériau et empêcherait la formation des chemins de percolation reliant ces deux surfaces. Par conséquent, une deuxième série de modèles géométriques "3D-FS-ITZ" a été générée, de manière que les fractions volumiques des incluions de sol P_{3Ds} soient similaires à celles de la première série représentant les éprouvettes de VOS-MI-T0, à savoir 5 %, 10 %, 15 %, 20 % et 25 %. De plus, un certain nombre d'inclusions de sol étaient visibles sur les surfaces inférieure et supérieure des éprouvettes.

Les résultats du facteur n[K] obtenus sur les deux séries de modèles sont présentés dans la Fig. 244. On peut observer que les modèles dans lesquels la couche d'enrobage a été négligée, représentés par les courbes en rouge, surestiment la valeur du facteur n[K] au-delà d'une certaine fraction volumique P_{3Ds} , en particulier lorsque l'épaisseur d_i est de 1000 µm (Fig. 244b). Par exemple, à cette épaisseur et pour une fraction P_{3Ds} de 25 % avec un facteur b[K] de 20, le facteur n[K] a été multiplié par environ 2.



Fig. 244. Variation du facteur n[K] obtenu sur les différents modèles géométriques avec et sans couche d'enrobage en fonction de la fraction volumique des inclusions P_{3Ds} , en comparaison aux valeurs expérimentales $n[K]_{exp}$: (a) 500 μ m; (b) 1000 μ m

7.4.1.2. Echantillons de DSM prélevés in-situ

En ce qui concerne les matériaux DSM de site, d'autres calculs de perméabilité ont été effectués en utilisant les modèles géométriques sans ITZ, à savoir les modèles triphasiques "2D-FR" et "3D-FR", ainsi que les modèles géométriques dans lesquels une ITZ a été intégrée autour des inclusions de sol et des graviers, à savoir les modèles quadriphasiques "2D-FR-ITZ" et "3D-FS-ITZ". Il convient de noter que l'épaisseur d_i de l'ITZ est de 500 µm autour des graviers et de 1000 µm autour des inclusions de sol. Ce choix est basé sur l'hypothèse formulée dans le chapitre (6), suggérant que l'épaisseur d_i autour des inclusions de sol pourrait être supérieure à celle autour des graviers, et que cette épaisseur autour des graviers dans les matériaux DSM pourrait ellemême être plus grande que celle autour des graviers dans les bétons. Cependant, cette hypothèse doit être vérifiée par des études expérimentales plus approfondie. Dans les calculs, on a utilisé un facteur b[K] de 20. Les résultats obtenus sont présentés uniquement en fonction de la fraction volumique des inclusions de sol P_{3Ds} dans la Fig. 245. Etant donné que la perméabilité à l'eau de la matrice seule n'a pas été mesurée expérimentalement, les résultats sont exprimés en termes de perméabilité à l'eau globale plutôt qu'en termes de facteur n[K]. Il est à noter que l'impact des graviers n'a pas été abordé.



Fig. 245. Variation d la perméabilité à l'eau K obtenue sur les différents modèles géométriques avec et sans ITZ en fonction de la fraction volumique des inclusions P_{3Ds}, en comparaison aux valeurs expérimentales pour les différentes carottes prélevées in-situ : (a) SC1-M; (b) SC2-S; (c) SC3-R; (d) SC4-G; (e) SC4-S

L'ensemble des résultats numériques présentés dans la Fig. 245 met en évidence une corrélation bien évidente entre la perméabilité à l'eau K et la fraction volumique des inclusions de sol P_{3Ds} , en cohérence avec la

tendance expérimentale, désignée par la tendance (5) dans la Fig. 245, observée sur toutes les carottes de DSM examinées. En effet, la perméabilité à l'eau K calculée pour les modèles, avec et sans ITZ, augmente à mesure que les fractions P_{2Ds} ou P_{3Ds} augmentent dans les mésostructures 2D ou 3D respectivement. Comme observé précédemment pour les matériaux de VOS-MI-TO, les modèles géométriques 2D ne semblent pas offrir des prédictions satisfaisantes de la perméabilité à l'eau des matériaux DSM, qu'ils tiennent compte ou non de la région de l'ITZ. De plus, les courbes $K - P_{3Ds}$ associées aux modèles "2D-FR" et "2D-FR-ITZ" présentent les pentes les plus faibles. Par ailleurs, les modèles "3D-FR", pour lesquels l'ITZ n'a pas pu être intégrée compte tenu de la complexité de la géométrie des inclusions réelles reconstruites à l'aide de la "méthode 3D", montrent également une tendance avec une pente beaucoup plus faible par rapport à celle de la tendance expérimentale. Ceci est dû à l'absence des chemins de percolation ou de chemins préférentiels plus longs résultant du chevauchement des ITZ. D'autre part, lorsque l'on considère des modèles géométriques quadriphasiques tels que "3D-FS-ITZ", bien que la tendance correspondante, désignée par la tendance (4) en rouge dans la Fig. 245, présente une pente plus élevée par rapport aux modèles 2D ainsi qu'aux modèles 3D sans ITZ, elle reste nettement inférieure à la pente de la tendance expérimentale. De plus, on peut constater que cette tendance (4) se croise avec la tendance expérimentale, ainsi que les autres tendances (1), (2), et (3), lorsque la fraction P_{3DS} se situe entre 7 et 15 %. En-dessous de ce seuil, les modèles numériques surestiment la valeur de K, tandis qu'au-delà de ce seuil, ils la sous-estiment. Dans le cas des modèles "3D-FS-ITZ" [tendance (4)], l'absence de concordance entre les tendances numériques et expérimentales peut être attribuée à plusieurs facteurs. Tout d'abord, la génération des modèles "3D-FS-ITZ" visant à simuler les éprouvettes de DSM de Ø50 testées en laboratoire pourrait ne pas représenter fidèlement la mésostructure réelle de ces échantillons en raison de la méconnaissance de la distribution de taille ainsi que la disposition spatiale réelles des inclusions. En effet, ces éprouvettes ont été caractérisées en utilisant la "méthode 3D simplifiée" qui prévoit des découpes de 1 cm d'épaisseur, ce qui ne rend pas possible leur reconstruction en 3D. De plus, la distribution de la taille des inclusions utilisée dans les modèles "3D-FS-ITZ" est basée sur les résultats de l'analyse 2D effectuée dans le chapitre (5) sur la surface latérale des éprouvettes cylindriques en utilisant la "méthode 2D", mais avec une taille maximale de 20 mm. Cette simplification pourrait potentiellement créer des biais dans le calcul de la perméabilité à l'eau K.

Un autre facteur déterminant pouvant expliquer la divergence entre les courbes $K - P_{3Ds}$ numériques et expérimentales réside dans la perméabilité à l'eau de la matrice K_m introduite dans le modèle numérique. En raison des difficultés liées à la mesure expérimentale de K_m , on a adopté une approche prédictive visant à estimer ce paramètre en utilisant le modèle développé par Katz et Thompson (1987), qui repose sur les résultats des tests de PIM. Ensuite, à partir de toutes les valeurs de perméabilités à l'eau de la matrice estimées par le modèle de Katz & Thompson, qui sont résumées dans le Tableau 40 dans l'Annexe (4), on a calculé une valeur moyenne pour chaque carotte (voir Tableau 31), qu'on a désigné comme étant K_m . Cependant, il est pertinent de souligner que cette approche peut être simplificatrice, car dans le cas des matériaux DSM provenant de site, la matrice peut varier en termes de propriétés microstructurales et de propriétés de transfert en fonction de la profondeur de prélèvement, tel qu'il a été démontré dans le chapitre (6). Par conséquent, supposer que la matrice est identique, comme c'était le cas du jeu d'éprouvette de VOS-MI-TO, peut entrainer des biais dans le calcul de la perméabilité à l'eau effective, en la surestimant dans certains cas ou en la sous-estimant dans d'autres, comme l'illustre la Fig. 245. Pour surmonter ce problème, il serait recommandé d'utiliser la perméabilité à l'eau K_m estimée spécifiquement pour chaque éprouvette dans son modèle numérique correspondant, comme cela sera présenté dans le paragraphe suivant, qui se penchera sur une nouvelle approche prédictive permettant d'estimer la perméabilité à l'eau des matériaux DSM contenant des inclusions.

7.4.1.3. Nouvelle approche prédictive pour estimer la perméabilité à l'eau des matériaux DSM de site

Approche numérique basée sur la méthode d'éléments finis

La perméabilité à l'eau des matériaux DSM de site a été recalculée en utilisant les modèles géométriques "3D-FS-ITZ" précédemment générés, dont quelques exemples sont illustrés dans la Fig. 246. Cependant, cette foisci, on a considéré que les éprouvettes de DSM ont des matrices sol-ciment distinctes, et que chaque matrice possède sa propre perméabilité K_m estimée grâce au modèle de Katz & Thompson. Etant donné que la préparation des modèles numériques et l'attribution des matériaux aux modèles géométrique peuvent parfois prendre beaucoup du temps, en particulier en cas de chevauchement important des ITZ, seules 17 des 39 éprouvettes ont été générées artificiellement par le concept de RAS.



Fig. 246. Quelques exemples des modèles géométriques quadriphasiques "3D-FS-ITZ" générés pour estimer la perméabilité à l'eau des matériaux DSM prélevés in-situ : (Rouge) Matrice sol-ciment ; (Bleu clair) Inclusions de sol ; (Jaune) Graviers ; (Bleu foncé) ITZ avec une épaisseur d_i de 1000 μm autour des inclusions de sol et de 500 μm autour des graviers

Les résultats de la perméabilité à l'eau K_{num} calculée par les modèles numériques sont présentés dans la Fig. 247. Afin d'évaluer visuellement la pertinence de ces modèles, les valeurs de la perméabilité à l'eau de la matrice K_m , estimées par la formule de Katz & Thompson en utilisant l'Eq. (4.9) et utilisées comme étant des données d'entrée pour les modèles en question, ainsi les valeurs de la perméabilité à l'eau numérique K_{num} ont été comparées aux valeurs de la perméabilité à l'eau expérimentale K_{exp} mesurée à l'échelle des éprouvettes de Ø50, comme illustré respectivement dans la Fig. 247a et la Fig. 247b. Il est important de rappeler que dans le chapitre (4), un paramètre A a été proposé afin d'évaluer l'efficacité de l'approche prédictive, lequel a été défini selon l'Eq. (4.16) et l'Eq. (4.17). Ce même paramètre a été également utilisé dans cette nouvelle approche prédictive.



Fig. 247. Perméabilité à l'eau expérimentale K_{exp} mesurée expérimentalement à l'échelle des éprouvettes de DSM de Ø50 versus :
 (a) Perméabilité à l'eau de la matrice seule K_m estimée à l'aide du modèle développé par Katz et Thompson (1987); (b) Perméabilité à l'eau calculée sur les modèles géométriques "3D-FS-ITZ" dans le logiciel COMSOL Multiphysics

A première vue, la Fig. 247b montre que cette simple simulation numérique réalisée à l'aide du logiciel *COMSOL Multiphysics* a permis de prédire la perméabilité à l'eau des matériaux DSM provenant du site de manière très satisfaisante. En fait, l'ensemble des points se situe dans le domaine de pertinence défini précédemment au chapitre (4) par A < 5. De plus, le Tableau 35 met en évidence que cette approche numérique permet d'obtenir une valeur moyenne < A > égale à 2,1 et un écart type σ_A de 0,8. En revanche, les perméabilités à l'eau calculées en utilisant l'équation de Katz & Thompson, qui ne prend pas en compte la présence des inclusions ni de l'ITZ, présentées dans la Fig. 247a, ont affiché une valeur moyenne < A > ainsi qu'un écart type σ_A plus élevés, soit respectivement 4,5 et 4,7.

Ces résultats encourageants confirment l'importance cruciale de la bonne définition des propriétés locales de chaque phase dans le modèle numérique, ainsi que l'importance de prendre en compte la présence des inclusions dans le calcul de la perméabilité. Ils affirment également le rôle crucial joué par ces inclusions dans la réponse hydraulique globale des matériaux DSM. Cependant, il est pertinent de souligner que, pour chaque éprouvette, la valeur de K_m introduite dans le logiciel *COMSOL Multiphysics* a été estimée à partir d'un seul morceau de la matrice. Pour améliorer davantage cette approche numérique, il serait recommandé d'estimer une valeur moyenne de K_m à partir de plusieurs tests de PIM réalisés sur différents morceaux millimétriques prélevés sur la même éprouvette.

 Tableau 35. Évaluation de la pertinence de l'approche numérique pour prédire la perméabilité à l'eau des matériaux DSM prélevés in-situ, contenant des inclusions de sol et des graviers, à l'aide du paramètre A

Paramètre	< A >	A _{min}	A _{max}	σ_A
Fig. 247a	4,5	1,2	20,3	4,7
Fig. 247b	2,1	1,1	3,6	0,8

Approche analytique basée sur le modèle de Katz & Thompson et la quantification des inclusions

Il a été démontré dans le chapitre (4) que parmi les quatre modèles prédictifs testés, le modèle prédictif développé par Katz et Thompson (1987) s'est avéré être le plus prometteur pour estimer la perméabilité à l'eau des matériaux DSM élaborés en laboratoire, c'est-à-dire qu'ils ne contiennent ni inclusions de sol ni graviers. Cependant, en appliquant ce modèle sur les matériaux DSM provenant de site, il a été conclu qu'il est nécessaire d'intégrer d'autres paramètres pertinents pour ajuster et adapter le modèle analytique aux particularités des matériaux DSM. Cela visait à améliorer la concordance entre les résultats analytiques et expérimentaux. Dans cette optique, une nouvelle formule empirique a été proposée pour estimer la perméabilité théorique $K_{théo}$ des matériaux DSM prélevés in-situ. La nouveauté de cette formule réside dans le fait qu'elle tient en compte à la fois de la contribution de la matrice sol-ciment à l'écoulement et l'impact de la présence des inclusions de sol ainsi que des graviers dans le matériau, tout en tenant compte implicitement de la zone de transition interfaciale (ITZ), comme montré dans l'Eq. (7.13).

$$K_{th\acute{e}o} = B \times K_m \tag{7.13}$$

où *B* est le facteur correctif permettant de tenir en compte la contribution des inclusions de sol et des graviers dans le calcul de la perméabilité théorique, et K_m est la perméabilité à l'eau de la matrice sol-ciment estimée en utilisant le modèle développé par Katz et Thompson (1987).

$$B = 4,5.\,10^{-6} \times \frac{\alpha K_s}{\beta K_g} \tag{7.14}$$

où K_s et K_g sont respectivement la perméabilité à l'eau des inclusions de sol et des graviers telles que résumées dans le Tableau 31, et α et β sont deux paramètres empiriques qui dépendent de la fraction volumique des inclusions de sol P_{3Ds} et la fraction volumique des graviers P_{3Dg} respectivement.

$$\alpha = \frac{P_{3Ds}^2 + 5P_{3Ds}}{P_{3Ds} + 1} \qquad \qquad \alpha > 0 \tag{7.15}$$

$$\beta = \frac{8(P_{3Dg}^2 + 2P_{3Dg})}{P_{3Dg} + 1} \qquad \beta > 0 \tag{7.16}$$

Les résultats des perméabilités de la matrice K_m ainsi que des perméabilités théoriques $K_{théo}$ calculées à l'échelle des éprouvettes en utilisant l'Eq. (7.13) sont présentés dans la Fig. 248. Visuellement, on constate que le facteur correctif *B* a conduit à l'amélioration de la concordance entre $K_{théo}$ et K_{exp} . Cela se reflète dans la Fig. 248b, où l'ensemble des points se situe dans le domaine de pertinence où $A \le 5$.



Fig. 248. Perméabilité à l'eau expérimentale K_{exp} mesurée expérimentalement à l'échelle des éprouvettes de DSM de Ø50 versus : (a) Perméabilité à l'eau de la matrice seule K_m estimée à l'aide du modèle développé par Katz et Thompson (1987); (b) Perméabilité à l'eau théorique $K_{théo}$ estimée en utilisant l'Eq. (7.13) en introduisant le facteur correctif B

Dans le but d'évaluer l'efficacité de cette approche analytique, qui repose sur un simple test de PIM pour estimer K_m , ainsi que la caractérisation des deux types d'inclusions pour calculer les deux paramètres α et β , à l'aide des différentes méthodes 3D développées dans le chapitre (5), le paramètre A a été calculé pour chaque estimation. Les résultats sont synthétisés dans le Tableau 36, comprenant la valeur moyenne $\langle A \rangle$, les valeurs A_{min} et A_{max} ainsi que l'écart type σ_A , associés aux résultats de K_m et de K_{theo} . Ces résultats indiquent que la nouvelle formule illustrée dans l'Eq. (7.13) a donné un paramètre $\langle A \rangle$ égal à 2, un écart type σ_A de 0,7 avec un rapport maximal A_{max} de 3,9. Ces valeurs, qui sont très proches de celles obtenues précédemment dans l'approche numérique par éléments finis, indiquent que cette nouvelle formule permet de prédire une valeur de perméabilité à l'eau des matériaux DSM qui peut varier au maximum de 3,9 fois par rapport à la valeur de perméabilité expérimentale, assurant ainsi une concordance très satisfaisante.

 Tableau 36. Évaluation de la pertinence de l'approche analytique pour prédire la perméabilité à l'eau des matériaux DSM prélevés in-situ, contenant des inclusions de sol et des graviers, à l'aide du paramètre A

Paramètre	$\langle A \rangle$	A _{min}	A _{max}	σ_A
Fig. 248a	3,5	1,1	20,3	3,4
Fig. 248b	2,0	1,1	3,9	0,7

7.4.2. Calculs mécaniques

Bien que la réponse hydraulique des matériaux DSM constitue le noyau central des travaux de cette thèse, on a également exploré la simulation numérique de leur réponse mécanique pour mieux appréhender l'impact des inclusions de sol sur leur résistance et rigidité. De plus, à mesure que la fraction P_{3Ds} augmente dans le matériau DSM, l'épaisseur maximale de de la matrice tend à diminuer jusqu'à ce que les ITZ se chevauchent, comme mentionné dans le chapitre (6). Lorsque P_{3Ds} devient très élevée, cette épaisseur diminue encore davantage, pouvant éventuellement entrainer des contacts entre les inclusions de sol. Il est donc important de noter qu'à

une certaine épaisseur maximale de la matrice, la sollicitation mécanique externe peut provoquer des fissures dans la matrice, ce qui peut ultérieurement affecter la perméabilité à l'eau des matériaux DSM. Par conséquent, les prochains paragraphes présenteront les résultats des calculs mécaniques effectués sur les différents modèles représentant les matériaux DSM fabriqués en laboratoire à matrice identique (VOS-MI-T0) ou variable (VOS-MV), ainsi que les matériaux DSM provenant de site.

7.4.2.1. Echantillons de DSM confectionnés en laboratoire (VOS-MI-T0)

Sans la zone de transition interfaciale (ITZ)

La Fig. 249 et la Fig. 250 présentent respectivement les résultats des facteurs d'efficacité de la résistance à la compression simple $n[R_c]$ et du module d'Young sécant $n[E_{50}]$ obtenus à partir des différentes géométries réelles, "2D-FR" et "3D-FR", ainsi que des géométries artificielles basés sur le concept de RAS, "2D-FC" et "3D-FS", qui ne tiennent pas compte de l'ITZ. Ces modèles représentent les matériaux DSM élaborés en laboratoire (VOS-MI-T0). De plus, les erreurs relatives associées à chaque facteur d'efficacité sont également présentées. En ce qui concerne la résistance à la compression, la Fig. 249b met en évidence que les modèles 3D ("3D-FR" et "3D-FS") présentent des réponses très similaires, mais avec une erreur relative croissante à mesure que la fraction P_{3Ds} augmente dans ces modèles, atteignant jusqu'à 70 % lorsque P_{3Ds} est de 25 %. Cette augmentation de l'erreur relative peut être expliquée par la corrélation entre la quantité de l'ITZ négligée dans les modèles et la fraction volumique des inclusions de sol P_{3DS} . De plus, cette observation est en accord avec les résultats de résistance à la compression rapportés par Hessouh et al. (2018). A partir d'un modèle numérique par éléments finis basé sur des modèles géométriques 2D et 3D excluant la région de l'ITZ, ces auteurs ont obtenu une erreur relative de 53 % pour une fraction P_{3Ds} d'environ 10 %. De manière inattendue, la Fig. 249b montre que les modèles 2D, qui utilisent une approximation de calcul en déformation plane, présentent une concordance satisfaisante avec une erreur relative ne dépassant pas 23,5 %. Bien qu'aucune explication claire n'ait été avancée pour expliquer cette concordance, elle semble encourageante car même en l'absence de l'ITZ dans ces modèles géométriques, ils affichent une erreur relative de l'estimation du facteur $n[R_c]$ bien inférieure à celle des modèles 3D, même lorsque le volume de l'ITZ négligée est très élevé, par exemple à P_{2Ds} de 25 %.



Fig. 249. (a) Variation du facteur $n[R_c]$ obtenu sur les différents modèles géométriques sans ITZ en fonction de la fraction volumique des inclusions de sol P_{3Ds} , en comparaison aux valeurs expérimentales $n[R_c]_{exp}$; (b) Erreur relative de l'estimation du facteur $n[R_c]$ pour les mêmes modèles géométriques en fonction de la fraction volumique des inclusions de sol P_{3Ds}

Par ailleurs, en ce qui concerne le module E_{50} , la Fig. 250a présente des courbes $n[E_{50}] - P_{3DS}$ similaires aux courbes $n[R_c] - P_{3DS}$. Autrement dit, dans les modèles 3D, l'erreur relative de l'estimation du facteur $n[E_{50}]$ augmente à mesure que la fraction P_{3DS} augmente, tandis que les modèles 2D ont montré une erreur relative maximale plus faible, d'environ 27 %. De plus, la Fig. 250b met en évidence le rôle crucial de la forme des inclusions de sol dans le calcul de la rigidité des matériaux DSM. En effet, les modèles "2D-FC" et "3D-FS" semblent surestimer le facteur $n[E_{50}]$ par rapport aux modèles "2D-FR" et "3D-FR.



Fig. 250. (a) Variation du facteur $n[E_{50}]$ obtenu sur les différents modèles géométriques sans ITZ en fonction de la fraction volumique des inclusions de sol P_{3Ds} , en comparaison aux valeurs expérimentales $n[E_{50}]_{exp}$; (b) Erreur relative de l'estimation du facteur $n[E_{50}]$ pour les mêmes modèles géométriques en fonction de la fraction volumique des inclusions de sol P_{3Ds}

Avec la zone de transition interfaciale (ITZ)

Afin d'améliorer le modèle élastoplastique pour qu'il se rapproche au mieux de la résistance à la compression simple R_c ainsi que du module d'Young sécant E_{50} des matériaux DSM de VOS-MI-T0, la zone de l'ITZ a été intégrée dans les modèles géométriques précédents, à l'exception du modèle "3D-FR". Pour ce faire, deux épaisseurs d_i de 500 µm et 1000 µm ont été considérées, ainsi que des facteurs multiplicateurs $b[R_c]$ et b[E]de 0,5. Les résultats obtenus ont montré que la prise en compte de la région de l'ITZ améliore la concordance entre les courbes $n[R_c] - P_{3DS}$ numériques et expérimentales (voir la Fig. 251a et la Fig. 252a). De plus, la Fig. 251b et la Fig. 252b révèlent que l'erreur relative dans l'estimation du facteur $n[R_c]$ a été réduite par rapport aux modèles sans ITZ, notamment pour les modèles 3D. Par exemple, pour une épaisseur d_i de 500 µm, le modèle "3D-FS-ITZ" a affiché une erreur relative maximale de 24 %. Sans ITZ, cette erreur était d'environ 70 %, soit 3 fois plus élevée, comme montré dans la Fig. 250b.

Lorsque d_i est de 1000 µm, la Fig. 252b montre que l'erreur relative estimée pour les modèles "3D-FS-ITZ" est restée inchangée. Cependant, pour les modèles 2D, l'erreur relative maximale, qui était de 23 % et 22 % pour les modèles "2D-FR" et "2D-FC" respectivement (Fig. 250b), est passée à 14 % et 19 % pour les modèles "2D-FR-ITZ" et "2D-FC-ITZ" avec d_i de 500 µm, et à 7 % et 17 % pour d_i de 1000 µm. De plus, les courbes d'erreur relative évaluées en 2D sur les modèles précédents indiquent que la forme des inclusions de sol joue un rôle non négligeable dans l'estimation de la résistance globale des échantillons de VOS-MI-T0. En effet, les modèles comportant des inclusions de forme réelle ont affiché une erreur relative plus faible lorsque la fraction P_{3Ds} est inférieure ou égale à 15 %, ce qui est cohérent en partie aux résultats rapportés par Vervoort et al. (2012) et Van Lysebetten et al. (2014). Cependant, lorsque la fraction P_{3Ds} est de 25 %, l'erreur relative pour les deux types d'inclusions est très proche et éventuellement plus faible lorsque la forme est circulaire. Cette observation atypique peut être liée à plusieurs facteurs associés aux inclusions de sol qui agissent comme catalyseur de la rupture, incluant la disposition des inclusions, leur orientation dans le cas des inclusions réelles (FR), ainsi que le nombre de chevauchement des ITZ autour de ces inclusions.

Par exemple, la Fig. 253 illustre le champ de contrainte verticale dans les modèles "2D-FR-ITZ" et "2D-FC-ITZ" pour des fractions P_{2Ds} de 5 %, 15 % et 25 %. A première vue, on observe que les plans de rupture par cisaillement, représentés par les zones plastifiées en contours blancs, sont favorisés par la disposition en diagonale de certaines inclusions réelles ou circulaires. De plus, pour des fractions P_{2Ds} de 5 % et 15 %, on observe que, dans le cas où la forme est circulaire (Fig. 253b et Fig. 253d), les contraintes sont réparties de manière relativement uniforme dans la matrice, tandis des zones de forte concentration de contrainte se forment autour des inclusions de forme réelle, en particulier au niveau des extrémités irrégulières (Fig. 253a et Fig. 253c), ce qui conduit à une rupture plus rapide, en accord avec les courbes d'erreur relative dans la Fig. 251b et la Fig. 252b. En ce qui concerne la fraction P_{2Ds} de 25 %, la Fig. 253f montre que les inclusions circulaires sont disposées de manière à former plusieurs plans de rupture par cisaillement par rapport aux inclusions réelles. La formation de ces plans de rupture également favorisée par le chevauchement des ITZ.



Fig. 251. (a) Variation du facteur $n[R_c]$ obtenu sur les différents modèles géométriques avec une ITZ de 500 µm d'épaisseur en fonction de la fraction volumique des inclusions P_{3Ds} , en comparaison aux valeurs expérimentales $n[R_c]_{exp}$; (b) Variation de l'erreur relative dans l'estimation du facteur $n[R_c]$ pour les mêmes modèles géométriques en fonction de la fraction volumique des inclusions de sol P_{3Ds}



Fig. 252. (a) Variation du facteur $n[R_c]$ obtenu sur les différents modèles géométriques avec une ITZ de 1000 µm d'épaisseur en fonction de la fraction volumique des inclusions P_{3Ds} , en comparaison aux valeurs expérimentales $n[R_c]_{exp}$; (b) Variation de l'erreur relative dans l'estimation du facteur $n[R_c]$ pour les mêmes modèles géométriques en fonction de la fraction volumique des inclusions de sol P_{3Ds}



Fig. 253. Illustration du champ de contrainte axiale pour les modèles géométriques "2D-FR-ITZ" et "2D-FC-ITZ" avec une épaisseur d_i de 1000 μm et des facteurs $b[R_c]$ et $b[E_{50}]$ de 0,5

En analysant les courbes $n[R_c] - P_{3Ds}$ et de celles représentant l'erreur relative, il est possible de conclure que les modèles géométriques comportant des inclusions de forme réelle entourées par une couche d'ITZ ("2D-FR-ITZ") ont affiché les résultats les plus prometteurs, en particulier lorsque d_i est de 1000 µm, car l'erreur relative dans l'estimation de la résistance à la compression simple R_c ne dépassait pas 7 %.

D'autre part, les résultats du facteur d'efficacité $n[E_{50}]$, présentés dans la Fig. 254 et la Fig. 255 ont révélé des tendances similaires à celles observées pour la résistance à la compression simple R_c . Cependant, on peut constater, en examinant les courbes d'erreur relative (Fig. 254b et Fig. 255b), que l'impact de la forme des inclusions de sol sur le facteur $n[E_{50}]$ est plus marqué par rapport au facteur $n[R_c]$.



Fig. 254. (a) Variation du facteur $n[E_{50}]$ obtenu sur les différents modèles géométriques avec une ITZ de 500 µm d'épaisseur en fonction de la fraction volumique des inclusions P_{3Ds} , en comparaison aux valeurs expérimentales $n[E_{50}]_{exp}$; (b) Variation de l'erreur relative dans l'estimation du facteur $n[E_{50}]$ pour les mêmes modèles géométriques en fonction de la fraction volumique des inclusions de sol P_{3Ds}



Fig. 255. (a) Variation du facteur $n[E_{50}]$ obtenu sur les différents modèles géométriques avec une ITZ de 1000 µm d'épaisseur en fonction de la fraction volumique des inclusions P_{3Ds} , en comparaison aux valeurs expérimentales $n[E_{50}]_{exp}$; (b) Variation de l'erreur relative dans l'estimation du facteur $n[E_{50}]$ pour les mêmes modèles géométriques en fonction de la fraction volumique des inclusions de sol P_{3Ds}

7.4.2.2. Echantillons de DSM confectionnés en laboratoire (VOS-MV)

Sans la zone de transition interfaciale (ITZ)

Etant donné les résultats encourageants obtenus avec les modèles 2D, qu'ils soient avec ou sans ITZ, des efforts supplémentaires ont été entrepris pour valider les résultats expérimentaux des essais mécaniques effectués sur

le jeu d'éprouvette VOS-MV, où les propriétés mécaniques de la matrice sol-ciment varient en fonction de P_{3Ds} . Dans un premier temps, une série de simulations a été menée sur deux types de modèles 2D sans ITZ, à savoir les modèles "2D-FR" et les modèles "2D-FC", et comme ces derniers ont été générés artificiellement en utilisant le concept de RAS, une gamme plus étendue de fractions surfaciques P_{2Ds} a été considéré, en particulier autour de la zone critique où la fraction P_{2Ds} est de 5 %. Il est rappelé que dans cette zone, le facteur $n[R_c]_{exp}$ a montré une augmentation (Fig. 256a), tandis que le facteur $n[E_{50}]_{exp}$ est resté constant (Fig. 256b), contrairement à l'attente qu'ils diminueraient avec l'augmentation de la fraction P_{3Ds} .

Les résultats numériques obtenus à l'aide du logiciel *COMSOL Multiphysics* ont été comparés à ces résultats expérimentaux, comme montré dans la Fig. 256. Quelle que soit la forme des inclusions, les facteurs $n[R_c]$ et $n[E_{50}]$ calculés semblent être en accord avec les valeurs expérimentales lorsque P_{2Ds} est de 5 %, avec des erreurs relatives maximales respectivement de 4,8 % et 6,5 %, comme résumé dans le Tableau 37 et le Tableau 38. Cependant, au-delà d'une fraction P_{2Ds} de 5 %, les courbes numériques commencent à s'écarter progressivement de la courbe expérimentale, en particulier, celles associées au facteur $n[R_c]$, avec une erreur relative maximale pouvant dépasser 100 % lorsque P_{2Ds} atteint 25 % (Fig. 256a). En ce qui concerne le facteur $n[E_{50}]$, l'écart entre les courbes numériques et expérimentale semble être moins prononcé, avec une erreur relative maximale de 47,5 % pour les modèles "2D-FR" et 21,1 % pour les modèles "2D-FC" lorsque la fraction P_{2Ds} est de 25 % (Fig. 256b). Enfin, les courbes numériques mettent en évidence qu'il peut exister une résistance et une rigidité optimales dans la gamme de fractions P_{2Ds} comprise entre 0 % et 5 %, une plage qui n'est malheureusement pas explorée expérimentalement dans le jeu d'éprouvettes de VOS-MV.



Fig. 256. Variation en fonction de la fraction volumique des inclusions de sol P_{3DS} du facteur d'efficacité des propriétés mécaniques obtenu sur les différents modèles géométriques 2D sans ITZ, en comparaison aux valeurs expérimentales : (a) $n[R_c]$; (b) $n[E_{50}]$

Avec la zone de transition interfaciale (ITZ)

Dans un second temps, l'ITZ a été intégrée avec une épaisseur de 500 μ m et de 1000 μ m, en utilisant des facteurs multiplicateurs $b[R_c]$ et b[E] de 0,5. Les résultats numériques obtenus sont présentés dans la Fig. 257 et la Fig. 258.

Cette fois-ci, on constate visuellement que cette approche offre une concordance améliorée entre les courbes $n[R_c] - P_{3Ds}$ numériques et la courbe expérimentale, notamment pour les modèles "2D-FR-ITZ", qui ont affiché une erreur relative maximale de 26 % quelle que soit la fraction P_{3Ds} et l'épaisseur d_i . Cependant, pour les modèles "2D-FC-ITZ", les courbes $n[R_c] - P_{3Ds}$ numériques et la courbe expérimentale ne concordent que dans la gamme de fractions P_{2Ds} comprises entre 0 % et 10 %. Au-delà de cette limite, le Tableau 37 affiche des valeurs d'erreur relative plus élevées, se situant entre 29 % et 50 %. Cette observation peut être attribuée à la forme circulaire des inclusions de sol et à leur position relative dans la matrice, offrant ainsi une rigidité élevée aux modèles en question. Par ailleurs, cette approche numérique s'avère efficace pour estimer le facteur $n[E_{50}]$, quelle que soit la fraction P_{3Ds} , en particulier lorsque l'épaisseur d_i est de 1000 µm, avec une erreur relative maximale qui ne dépassant pas 14 % (voir le Tableau 38).



Fig. 257. Variation en fonction de la fraction volumique des inclusions de sol P_{3Ds} du facteur d'efficacité des propriétés mécaniques obtenu sur les différents modèles géométriques 2D avec une ITZ de 500 µm d'épaisseur, en comparaison aux valeurs expérimentales : (a) $n[R_c]$; (b) $n[E_{50}]$



Fig. 258. Variation en fonction de la fraction volumique des inclusions de sol P_{3Ds} du facteur d'efficacité des propriétés mécaniques obtenu sur les différents modèles géométriques 2D avec une ITZ de 1000 µm d'épaisseur, en comparaison aux valeurs expérimentales : (a) $n[R_c]$; (b) $n[E_{50}]$

ubicul 57. Resultuis de l'esterne de l'estimation du jucieur nences aujerents modeles geometriques 2	Tableau 37. Résultats	<i>de l'erreur relative de</i>	l'estimation du facteur n	$[R_c]$ sur les différents	s modèles géométriques 2
---	------------------------------	--------------------------------	---------------------------	----------------------------	--------------------------

	Inclus	ions de sol de fa	orme réelle	Inclusions de sol de forme circulaire			
$P_{3Ds}(\%)$	"2D-FR"	"2D-FR-ITZ"		"2D-FC"	"2D-FC-ITZ"		
	$d_i = 0 \mu m$	$d_i = 500 \ \mu m$	$d_i = 1000 \ \mu m$	$d_i = 0 \ \mu m$	$\mu m \qquad d_i = 500 \ \mu m \qquad d_i = 10$		
0	0	0	0	0	0	0	
5	4,8	6,1	7,2	0,6	2,1	3,7	
15	49,6	8,2	0,7	54,3	38,8	28,6	
25	106,7	25,7	22,5	95,7	50,0	32,7	

Tableau 38. Résultats de l'erreur relative de l'estimation du facteur $n[E_{50}]$ sur les différents modèles géométriques 2D

	Inclusi	ions de sol de fo	orme réelle	Inclusions de sol de forme circulaire			
$P_{3Ds}(\%)$	"2D-FR"	"2D-FR-ITZ"		"2D-FC"	"2D-FC-ITZ"		
	$d_i = 0 \mu m$	$d_i = 500 \ \mu m$	$d_i = 1000 \ \mu m$	$d_i = 0 \ \mu m \qquad d_i = 500 \ \mu m \qquad d_i = 500 \ \mu m \qquad d_i = 500 \ \mu m \qquad d_i = 60 \ \mu m \qquad d_$		$d_i = 1000 \ \mu m$	
0	0	0	0	0	0	0	
5	2,4	4,3	3,5	6,5	4,0	2,8	
15	17,8	5,0	2,1	14,9	20,0	8,7	
25	47,5	15,9	13,3	21,1	12,3	1,5	

7.4.2.3. Echantillons de DSM prélevés in-situ

Cette dernière section concerne les calculs mécaniques effectués sur l'ensemble des modèles géométriques réels obtenus précédemment lors de la caractérisation des éprouvettes de site dans le chapitre (5). Ces modèles incluent 68 modèles "2D-FR" générés par la "méthode 2D" sur la surface latérale des éprouvettes cylindriques, 8 modèles "3D-FR" reconstruits par la "méthode 3D", et 28 modèles "2D-FR-ITZ" dans lesquels une ITZ de 1000 µm a été générée autour des inclusions de sol, avec une ITZ de 500 µm autour des graviers dans le logiciel *AutoCAD*, en se basant sur l'hypothèse précédemment mentionnée. Il est à noter que les modèles "2D-FR" et "2D-FR-ITZ" sélectionnés présentent un élancement de 2. De plus, les facteurs multiplicateurs $b[R_c]$ et b[E] sont fixés à 0,5. Comme précisé précédemment dans le Tableau 32, ces simulations numériques concernent les échantillons de DSM issus des carottes SC1-M et SC4-S, ainsi que des prélèvements à l'état frais sur le site LA. Etant donné que les propriétés mécaniques locales de la matrice seule sont inconnues et peuvent varier considérablement d'une éprouvette à l'autre, les résultats numériques obtenus sont exprimés non pas en tant que facteurs d'efficacité $n[R_c]$ et $n[E_{50}]$, mais en termes de R_c et E_{50} .

La Fig. 259 et la Fig. 260 présentent les résultats de la résistance à la compression R_c et du module d'Young E50, calculés sur les différents modèles représentant respectivement les matériaux SC1-M et SC4-S. Ces résultats sont exprimés en fonction de la fraction P_{3Ds}. Pour mieux interpréter ces résultats et d'évaluer l'efficacité des modèles numériques dans l'estimation des propriétés mécaniques globales des matériaux DSM prélevés in-situ, des tendances $R_c - P_{3Ds}$ et $E_{50} - P_{3Ds}$ ont été tracées pour chaque série de modèles géométriques, à savoir la tendance (1) pour les résultats expérimentaux, la tendance (2) pour les résultats numériques obtenus pour les modèles "2D-FR", la tendance (3) pour les modèles "3D-FR" et la tendance (4) pour les modèles "2D-FR-ITZ". L'ensemble des résultats numériques, en particulier ceux obtenus en 2D, présentent une dispersion remarquable en raison de plusieurs facteurs non explorés de manière exhaustive dans cette étude, notamment la taille, la forme, la position relative, l'orientation des inclusions de sol, ainsi que la présence des graviers en fractions variables jouant un rôle compensatoire mais non monotone. Malgré cette dispersion, toutes les tendances ont affiché des coefficients de détermination R^2 supérieurs à 0,8 quelle que soit l'origine des matériaux. De plus, pour les deux sondages carottés, on peut constater visuellement que la tendance (2) associée aux modèles "2D-FR" est en accord avec la tendance expérimentale (1), comme cela avait été précédemment observé dans le cas des matériaux de VOS-MI. Cependant, la tendance (2) se situe principalement au-dessus de la tendance (1) en raison de l'absence de l'ITZ. Toutefois, lorsque l'ITZ est intégrée, la tendance (4) associée aux modèles "2D-FR-ITZ" se rapproche davantage de la tendance (1), que ce soit en termes de résistance R_c ou de module E_{50} . Dans certains cas, ces deux tendances (2) et (4) se superposent, comme cela peut être observé dans la Fig. 259a et la Fig. 260b.



Fig. 259. Variation en fonction de la fraction volumique des inclusions de sol P_{3Ds} des propriétés mécaniques calculées sur les différents modèles géométriques "2D-FR", "3D-FR" et "2D-FR-ITZ", en comparaison aux valeurs expérimentales obtenues sur les éprouvettes de SC1-M : (a) R_c ; (b) E_{50}



Fig. 260. Variation en fonction de la fraction volumique des inclusions de sol P_{3Ds} des propriétés mécaniques calculées sur les différents modèles géométriques "2D-FR", "3D-FR" et "2D-FR-ITZ", en comparaison aux valeurs expérimentales obtenues sur les éprouvettes de SC4-S: (a) R_c ; (b) E_{50}

Concernant les résultats des calculs en 3D, les deux figures précédentes démontrent que les modèles numériques basés sur les géométries "3D-FR" [tendance (3)] ne sont prometteur pour estimer ni la résistance R_c ni le module d'Young E_{50} des matériaux DSM provenant du site. En effet, à mesure que le volume négligé de l'ITZ, qui est corrélé à la fraction P_{3Ds} , augmente dans les modèles "3D-FR", on observe que les propriétés mécaniques calculées sont de plus en plus surestimées, et que l'erreur relative devient de plus en plus élevée.

Pour conclure ce chapitre, de nouvelles séries de calculs en ont été effectuées pour simuler la réponse mécanique des matériaux DSM prélevés sur le site LA. Les résultats de R_c et de E_{50} obtenus sur les modèles "2D-FR" et "2D-FR-ITZ" sont présentés respectivement dans la Fig. 261a et la Fig. 261b. Contrairement au cas des matériaux SC1-M et SC4-S, les tendances (2) et (3) associées respectivement aux modèles "2D-FR" et "2D-FR-ITZ" se situent au-dessus de la tendance expérimentale (1) obtenue sur les éprouvettes de 11x22 cm, même si leur évolution est en accord avec celle de cette dernière. Cet écart observé entre les tendances numériques et expérimentale peut être attribué à la présence d'une fraction non négligeable des graviers, ayant des propriétés mécaniques plus élevées, dans les modèles 2D utilisés dans ces calculs, soit en moyenne environ 7 %, alors que les éprouvettes réelles de site LA ne contiennent en moyenne que 2 %.



Fig. 261. Variation en fonction de la fraction volumique des inclusions de sol P_{3Ds} des propriétés mécaniques calculées sur les différents modèles géométriques "2D-FR" et "2D-FR-ITZ", en comparaison aux valeurs expérimentales obtenues sur les éprouvettes de LA : (a) R_c ; (b) E_{50}

7.5. Conclusions

Bien que la réponse mécanique des matériaux DSM ait été étudiée dans la littérature, leur réponse hydraulique, en particulier dans le contexte des travaux d'étanchéité, reste relativement peu explorée, ni sur le plan expérimental ni sur le plan numérique. De ce fait, l'objectif principal de ce chapitre était de développer deux modèles numériques précis pour évaluer à la fois la réponse hydraulique et mécanique des matériaux DSM. Pour ce faire, on a utilisé la base de données créée dans le chapitre (5), qui a fourni une série d'images 2D et 3D qu'on a exploitées comme des modèles géométriques pour simuler les éprouvettes de DSM. Afin de générer artificiellement un plus grand nombre de mésostructures représentant les matériaux DSM, le concept de RAS (random aggregate structure), basé sur le processus de répulsion, a été utilisé pour générer des inclusions de forme circulaire en 2D et de forme sphérique en 3D, avec des positions aléatoires et des tailles spécifiques. En effet, le concept de RAS offre une flexibilité accrue pour contrôler les différentes caractéristiques d'inclusions, difficiles à maîtriser avec précision expérimentalement, notamment leur distribution de taille, leur disposition spatiale ainsi que leur quantité. La principale nouveauté de cette étude numérique réside dans l'intégration de la zone de transition interfaciale (ITZ) dans les modèles géométriques, mettant ainsi en évidence son rôle crucial dans la réponse hydromécanique effective des matériaux DSM.

Les conclusions principales issues de cette étude numérique peuvent être résumées comme suit :

- Malgré la nécessité de garder un regard critique quant à sa fiabilité, l'approche adoptée pour définir les propriétés locales des phases du matériau DSM dans l'Annexe (11), en particulier pour les matériaux DSM de site, a considérablement contribué à l'ajustement des modèles numériques, permettant ainsi une estimation plus précise des réponses hydraulique et mécanique réelles du matériau. Cependant, afin d'obtenir une concordance meilleure avec les données expérimentales, il est fortement recommandé de mesurer directement ces propriétés locales en laboratoire.
- Afin de valider et/ou d'ajuster les propriétés hydromécaniques des différentes phases du matériau DSM, une série d'études paramétriques a été entreprise sur plusieurs modèles géométriques 2D et 3D représentant les matériaux de VOS-MI-TO fabriqués en laboratoire. Il est rappelé que ce jeu d'éprouvette a été spécifiquement choisi pour minimiser le nombre de paramètres à contrôler, notamment car ce dernier ne contient pas de graviers. Les résultats de ces études paramétriques ont révélé que les valeurs de la perméabilité des inclusions de sol K_s ainsi que celle des graviers K_a , sélectionnées dans cette étude pour les matériaux de laboratoire et de site, semblent se situer en dehors de la zone de sensibilité où des variations modérées de ces paramètres pourraient entrainer des variations considérables dans la perméabilité effective Keff des matériaux. De plus, les résultats des calculs mécaniques ont mis en évidence que la valeur de la résistance à la compression simple des inclusions de sol R_{c_s} présente un impact relativement modéré par rapport à celui de leur module d'Young Es, sur la résistance à la compression globale R_c du matériau. La valeur du module E_s choisie pour cette étude semble également situer en dehors de la zone de sensibilité où des petites variations de E_s pourraient entrainer des changements significatifs dans la valeur calculée de la résistance globale R_c . En outre, ces résultats numériques ont également montré que le module calculé E50 pour les matériaux DSM dépend davantage du module d'Young des inclusions de sol E_s plutôt que de leur résistance R_{c_s} .
- L'étude paramétrique effectuée sur les modèles numériques 2D et 3D, dans lesquels l'ITZ a été omise, a affiché des résultats incohérents avec résultats expérimentaux correspondants. En effet, les perméabilités à l'eau effectives K_{eff} ont été largement sous-estimées, tandis que les résistances à la compression R_c ainsi que des modules d'Young E_{50} ont été largement surestimés, en particulier dans le cas des modèles 3D. Cependant, en intégrant l'ITZ dans cette étude, une amélioration notable de la concordance a été observée pour les différentes propriétés calculées. Par exemple, pour obtenir une bonne correspondance en termes de conductivité hydraulique, la perméabilité de l'ITZ K_i devrait être de 10 à 30 fois supérieure à la perméabilité de la matrice K_m (facteur multiplicateur b[K] compris entre 10 et 30), avec une épaisseur d'ITZ d_i de 500 à 1000 μ m. En ce qui concerne à la résistance à la compression, pour assurer une concordance, le facteur multiplicateur $b[R_c]$ devrait être compris entre 0,23 et 0,77 sans que le facteur b[E] n'ait une incidence sur la résistance globale R_c . Enfin, pour obtenir une concordance en termes du module d'Young, il faudrait que le facteur multiplicateur $b[R_c]$ soit compris entre 0,23 et 0,44, et que le facteur b[E] soit compris entre 0,20 et 0,50. Bien que ces résultats aient souligné le rôle crucial de la

région d'ITZ dans le calcul de la réponse hydromécanique globale des matériaux DSM, il s'est avéré que ces plages de valeurs n'offrent pas une combinaison $(d_i; b[K]; b[R_c]; b[E])$ unique permettant d'estimer de manière optimale la réponse hydromécanique des matériaux DSM, quelle que soit la fraction volumique des inclusions P_{3Ds} . Par conséquent, deux épaisseurs d_i de 500 et 1000 µm, deux facteurs b[K] de 10 et 20 et des facteurs $b[R_c]$ et b[E] de 0,5 ont été choisis pour calculer la réponse hydraulique et mécanique des matériaux DSM étudiés dans le cadre de cette thèse, que ce soient les matériaux DSM fabriqués en laboratoire avec différentes fractions de boulettes de sol ou prélevés sur site. De plus, l'épaisseur moyenne de l'ITZ d_i qui a offert une bonne correspondance entre les résultats numériques et expérimentaux, notamment en termes de perméabilité à l'eau, soit comprise entre 500 et 1000 µm, est bel et bien en cohérence avec l'épaisseur de la zone moins cimentée révélée expérimentalement autour des inclusions de sol dans le paragraphe (6.3.3).

- En analysant les résultats des simulations numériques effectuées sur les modèles 2D et 3D, représentant les matériaux DSM de laboratoire ou de site, il a été conclu que les modèles 2D ne sont pas appropriés pour estimer avec précision la perméabilité des matériaux DSM, que la région de l'ITZ soit présente ou non. En revanche, il a été démontré que le passage à des modèles 3D améliore la concordance avec les résultats expérimentaux, en particulier pour les deux combinaisons (*d_i* ; *b*[*K*]) de (500 µm ; 20) et (1000 µm ; 10). En ce qui concerne les résultats des calculs mécaniques, il semble que tous les modèles dont l'ITZ a été intégrée offrent une meilleure concordance par rapport aux modèles sans ITZ. Cependant, les modèles 2D contenant des inclusions de forme réelle semblent être les plus prometteurs pour estimer la résistance à la compression et le module d'Young, avec une erreur relative qui ne dépasse pas 13,5 %. De plus, ces modèles 2D, même avec l'ITZ, présentent l'avantage des temps de calcul considérablement plus courts que dans le cas des modèles 3D, réduisant ainsi le temps de calcul d'environ 40 fois.
- Etant donné que la perméabilité à l'eau des matériaux DSM constitue le paramètre clé à contrôler dans les travaux de confortement des digues de la Loire Moyenne, deux nouvelles approches prédictives ont été présentées dans cette étude pour estimer ce paramètre hydraulique. Ces approches comprennent l'approche numérique basée sur la méthode d'éléments finis, utilisant les modèles géométriques "3D-FS-ITZ" dans le logiciel COMSOL Multiphysics, ainsi que l'approche analytique basée sur un simple test de PIM, pour estimer la perméabilité de la matrice K_m en utilisant le modèle de Katz & Thompson et la quantification des inclusions de sol et des graviers en utilisant les différentes méthodes 3D développées dans le chapitre (5). La nouveauté de ces deux nouvelles approches réside dans leur capacité à tenir en compte à la fois de la contribution de la matrice sol-ciment à l'écoulement et l'impact de la présence des inclusions de sol ainsi que des graviers dans le matériau, tout en considérant directement ou indirectement l'ITZ. Les résultats obtenus des perméabilités numériques et analytiques ont indiqué que ces deux approches permettent de prédire une valeur de perméabilité à l'eau des matériaux DSM avec des variations maximales respectives de 3,6 et 3,9 fois par rapport à la valeur expérimentale. Les rapports moyens < A > de ces variations sont de 2,1 et 2 respectivement, ce qui confirme l'importance de la bonne définition des propriétés de transfert locales des différentes phases du matériau DSM pour chaque éprouvette. Ces résultats encourageants suggèrent également d'éviter toute hypothèse simplificatrice, telle que supposer que la matrice est identique pour toutes les éprouvettes issues de la même carotte.
- Les résultats des calculs numériques visant à simuler la réponse mécanique des matériaux VOS-MV-T0, où les performances mécaniques de la matrice varient en fonction de la fraction volumique P_{3Ds} , ont montré des tendances étroitement en accord avec les tendances expérimentales, en particulier pour les modèles "2D-FR-ITZ". En effet, lorsque la fraction P_{3Ds} se situe entre 0 et 5 %, ce sont principalement les performances mécaniques de la matrice qui contrôlent la réponse globale du matériau. Cependant, à mesure que la fraction P_{3Ds} augmente et tend vers des valeurs plus élevées, le rôle des inclusions de sol devient de plus en plus prédominant dans la réponse mécanique effective des matériaux VOS-MV-T0.

Chapitre 8

Durabilité des mélanges sol-ciment produits par la méthode de DSM et contenant des inclusions de sol non malaxé

8.1. Introduction

L'enjeu principal des travaux de confortement des digues de la Loire Moyenne par la méthode de DSM réside dans la protection de la population, des terres agricoles ainsi que les infrastructures vitales contre les crues et les inondations récurrentes. En effet, les écrans étanches réalisés par cette méthode, en particulier en utilisant la technique de Trenchmix®, procurent à ces ouvrages en terre une certaine étanchéité qui doit être maintenue dans le temps. Toutefois, étant donné que cette technique est relativement récente, notamment dans le contexte du confortement des digues, les retours d'expérience concernant la durabilité des matériaux sol-ciment produits, ainsi que la manière dont leurs propriétés hydrauliques et mécaniques se dégradent à cause des différentes sollicitations environnementales (telles que les variations de l'état hydrique à travers des cycles d'humidification/séchage) auxquelles ils sont exposés dans le sol encaissant l'ouvrage en DSM, restent très limités. De plus, jusqu'à présent, aucune tentative n'a été entreprise pour évaluer de manière détaillée la durabilité de ces matériaux DSM. Par conséquent, aucune approche de durabilité n'a été mise en place, telle que l'approche performantielle proposée pour les bétons (Baroghel-Bouny 2005), prescrivant un système de classification et de seuils pour les indicateurs de durabilité.

Dans la littérature, de nombreux chercheurs ont proposé différents protocoles inspirés de la norme ASTM-D559 (ASTM 2003) pour évaluer la résistance des sols traités à la chaux et/ou au ciment vis-à-vis des cycles d'humidification/séchage (H/S), comme synthétisé dans le Tableau 13 du chapitre (1). Cependant, dans la plupart de ces études, les cycles ont été considérés comme extrêmes et peu représentatifs des conditions réelles, notamment lorsqu'il s'agit de simuler en laboratoire les fluctuations d'humidité que l'on peut rencontrer dans la partie exposée de l'écran étanche à l'intérieur de la digue en terre, plus précisément, au niveau de l'interface entre l'écran et le sol environnant. De plus, les travaux spécifiquement menés sur les matériaux DSM, en particulier ceux à base de ciment CEM III/C, sont très limités (Guimond-Barrett 2013 ; Helson et al. 2018 ; Le Kouby et al. 2018), et l'impact de la présence des inclusions de sol, qui sont inévitables in-situ, sur le degré de dégradation des propriétés du matériau, n'a pas été pleinement exploré.

Dans les travaux de thèse de Guimond-Barrett (2013), une série d'expériences a été menée pour étudier comment différentes conditions de cure, notamment l'immersion dans l'eau, les cycles H/S ainsi que la cure à l'air, affectent les propriétés mécaniques des matériaux DSM à base de sable et de limon. Les résultats obtenus montrent que la cure à l'air semble inhiber le développement de la résistance à la compression, réduisant ainsi considérablement la valeur du module d'Young. De son côté, la phase d'immersion complète des éprouvettes dans l'eau lors de l'application des cycles H/S, favorise la poursuite du processus d'hydratation du ciment (CEM III/C) et améliore donc les performances mécaniques. L'étude menée par Helson et al. (2018), quant à elle, a exploré deux types de cycles d'H/S, à savoir les cycles accélérés et les cycles longs, comme résumé dans le Tableau 13. Les auteurs ont constaté que l'exposition des matériaux DSM aux cycles H/S pouvait entraîner trois phénomènes différents : la fissuration, le lessivage des phases cimentaires et la desquamation ou écaillage. De plus, à partir des résultats obtenus pour des échantillons de DSM contenant de très forts dosages en ciment (200 et 300 kg/m³) et une quantité croissante d'argile (type kaolinite Speswhite avec une fraction volumique variant de 0 à 25 %), les auteurs démontrent que la présence accrue d'argile dans le mélange argile-sable-ciment favorise la formation de fissures de manière significative lors des cycles de séchage,

entrainant ainsi une diminution des propriétés mécaniques (résistance à la compression et module d'Young) et une augmentation significative de la perméabilité à l'eau du matériau. Dans les deux études mentionnées, le module d'Young semble être plus affecté par les cycles H/S, indépendamment des paramètres de formulation.

Objectifs du chapitre

Etant donné le manque de références existantes dans la littérature concernant la dégradation des propriétés des matériaux DSM en raison de la variation de leur état hydrique à travers des cycles d'humidification/séchage, en particulier pour les matériaux DSM utilisés dans les travaux d'étanchéité des digues, et étant donné que la plupart des protocoles utilisés dans les études de durabilité des sols traités à la chaux et/ou au ciment sont peu représentatifs des conditions réelles auxquelles est exposé l'écran étanche sur site, une procédure d'altération des propriétés microstructurales, hydrauliques et mécaniques des matériaux a été proposée dans le chapitre (2). Elle se base sur les résultats d'une instrumentation réalisée sur site dans le corps de la digue ainsi que dans l'écran en DSM.

Deux types de cycles d'humidification/séchage, appelés "sollicitation (A)" et "sollicitation (B)", ont été mis en place pour simuler respectivement la dégradation du matériau DSM situé dans la zone (A) et (B) de l'écran, telles que définies dans la Fig. 86 du chapitre (2). La zone (A) correspond à la zone où le niveau de la nappe peut monter et descendre, entraînant un phénomène de drainage et de remontée capillaire. La zone (B), quant à elle, représente la partie de l'écran proche de la crête de la digue, qui peut subir des périodes de sécheresse et de crue. En ce qui concerne la zone (C) saturée en permanence, située en bas de l'écran (Fig. 86), la dégradation physico-chimique due au mouvement de l'eau a été simulée en effectuant des tests de percolation sur des éprouvettes sans inclusions de sol dans des cellules triaxiales fermées.

L'objectif principal de ce chapitre est d'évaluer l'impact résultant de l'application du protocole de vieillissement artificiel ["sollicitation (A)" et "sollicitation (B)"] sur les éprouvettes de matériau DSM fabriquées en laboratoire à partir de sol de site VOS soit VOS-MI-A et VOS-MI-B, respectivement, en suivant l'évolution de leurs propriétés microstructurales, hydrauliques et mécaniques en fonction du nombre de cycles ainsi que de la fraction volumique des inclusions de sol. Ces résultats seront comparés à ceux des éprouvettes en cure endogène utilisées comme référence (VOS-MI-T0). Les différents essais sont réalisés après 2, 6 et 12 cycles pour la "sollicitation (A)" et 2, 6, 12 et 24 cycles pour la "sollicitation (B)". Les tests de percolation visent quant à eux à examiner s'il existe un gradient de dégradation depuis la surface d'entrée de l'eau distillée, qui percole à travers l'éprouvette de DSM. Cette eau "pure" (pouvant être assimilée à une eau de nappe qui s'est équilibrée avec les matériaux du sol de la digue et de la fondation de la digue) est considérée comme "acide" vis-à-vis du milieu cimentaire notamment de la matrice du matériau DSM. L'eau utilisée dans les tests étant une eau ultra pure à 15 Mohm est d'autant plus agressive qu'elle n'a aucune minéralisation comme c'est le cas d'une eau de nappe.

Les organigrammes présentés dans la Fig. 262 et la Fig. 263 donnent respectivement un aperçu de la démarche expérimentale utilisée pour étudier la résistance des matériaux DSM, contenant différentes fractions d'inclusions de sol, vis-à-vis des deux types de cycles d'humidification/séchage appliqués, ainsi que pour examiner la dégradation physico-chimique de la matrice DSM grâce à un test de percolation.



Fig. 262. Organigramme illustrant la démarche expérimentale pour appliquer le protocole de vieillissement artificiel à travers les deux types de cycles proposés ["sollicitation (A)" et "sollicitation (B)"]



Fig. 263. Organigramme illustrant la démarche expérimentale pour analyser la dégradation physico-chimique de la matrice DSM grâce à un test de percolation dans une cellule triaxiale fermée

8.2. Résultats expérimentaux et discussions

8.2.1. Cycles d'humidification/séchage

Cette partie concerne les résultats obtenus à partir des éprouvettes de VOS-MI-A et VOS-MI-B, qui présentent différents degrés d'hétérogénéité avec l'introduction de manière contrôlée d'une quantité variable d'inclusions de sol VOS à des positions données par dépôt manuel successif lors du remplissage couche par couche des moules avec le mélange de matrice DSM (pas de malaxage des inclusions avec la matrice DSM). Ces éprouvettes ont été soumises aux essais de vieillissement artificiel, comprenant des cycles d'humidification/séchage de différentes intensités, à savoir la "sollicitation (A)" et "sollicitation (B)", désignées par les cycles (A) et (B) dans la suite de ce chapitre. Il est rappelé que les cycles (A) impliquent un séchage de 3 jours dans une enceinte climatique à 20 °C avec une humidité relative de 65 %, suivi d'une saturation par remontée capillaire pendant 2 jours, tandis que les cycles (B) impliquent un séchage plus poussé dans une étuve à 45 °C pendant 2 jours, suivi d'une immersion des éprouvettes dans l'eau à 20 °C pendant 3 jours, comme détaillé dans le chapitre (2).

8.2.1.1. Suivi de la perte de masse des échantillons de DSM au cours des cycles

Afin de suivre l'évolution de leur masse au cours des cycles, les éprouvettes de VOS-MI-A et VOS-MI-B ont été pesées après chaque étape de séchage et d'humidification. Les résultats ont été exprimés en termes de masse normalisée, en divisant par la masse initiale avant le début de vieillissement, en fonction du nombre cumulatif de jours dans la Fig. 264a et la Fig. 264b, pour 12 cycles (A) et 24 cycles (B), respectivement.



Fig. 264. Evolution de la masse normalisée m/m[t = 0] des matériaux de VOS-MI, contenant différentes fractions volumiques des inclusions de sol P_{3Ds} , en fonction du temps cumulé après : (a) 12 cycles (A) ; (b) 24 cycles (B)

Les valeurs de la masse normalisée m/m[t = 0] révèlent que le séchage au cours des cycles (**B**) est sensiblement plus rapide que le séchage au cours des cycles (**A**). La Fig. 264a met en évidence que les éprouvettes de VOS-MI-A ne retrouvent pas leur état initial de saturation après le cycle d'humidification par remontée capillaire à 20 °C. En effet, les valeurs de m/m[t = 0] sont légèrement inférieures à 1. Cela pourrait indiquer qu'un séchage s'est produit dans les bacs hermétiques utilisés pour la remontée capillaire [Fig. 90b du chapitre (2)].

De plus, la Fig. 264a montre également que les valeurs de m/m[t = 0] ne sont pas stables après le séchage dans l'enceinte climatique (20 °C et 65 % HR). Bien que des fissures aient été observées de la surface vers le cœur des éprouvettes, aucune perte de matière significative n'a été remarquée sur ces éprouvettes au cours des cycles (A). La non-stabilité des masses peut s'expliquer par une variation de la quantité d'eau retenue dans les pores avec des phénomènes d'hystérésis et de non-réversibilité voire d'évolution des caractéristiques de surface des pores à la suite du phénomène de séchage/humidification. Cette évolution peut être microstructurale avec des réorganisations des particules (le matériau ne contenant qu'une quantité de ciment limitée assurant une rigidification de la structure limitée également) mais aussi chimique (effet de lessivage par les eaux pénétrant par capillarité ce qui peut modifier la capacité d'adsorption d'eau du matériau).

D'autre part, au cours des premiers cycles (**B**), les éprouvettes de VOS-MI-B, qui n'avaient pas encore subi d'écaillage, sèchent moins vite à mesure que la fraction P_{3Ds} augmente (Fig. 264b). Cela peut être attribué au fait que les inclusions de sol ne sèchent pas complètement et à cœur à 45 °C (en général l'eau physisorbée est complètement éliminée autour de 100 – 150 °C).

De plus, on note qu'au 7^{ème} cycle de séchage, la pesée des éprouvettes a été réalisée avant le moment prévu afin d'éviter un séchage prolongé pendant un weekend prolongé, ce qui explique les valeurs de m/m[t = 0]plus élevées à ce stade. Ensuite, à partir du 11^{ème} cycle de séchage, les éprouvettes avec P_{3Ds} de 15 % et 25 % ont montré une perte de masse plus importante d'environ 4,5 % par rapport aux autre éprouvettes (avec P_{3Ds} de 0 % et 5 %). Cette perte de masse persistante au fil des cycles indique une perte de matière (matrice + inclusions) due au phénomène d'écaillage, comme illustré dans la Fig. 265. Il semble que ce phénomène soit favorisé par la réduction de l'épaisseur moyenne de la matrice qui enveloppe les inclusions à mesure que la fraction P_{3Ds} augmente, ainsi que par le gonflement des inclusions de sol lors de la phase de saturation. De plus, la concentration des inclusions dans certaines zones peut également accentuer ce phénomène lors de la propagation des fissures au cours des cycles (propagation sur les chemins de faiblesse c'est-à-dire selon les interfaces matrice-inclusion qui se multiplient lorsque les inclusions augmentent).



Fig. 265. (a) Deux éprouvette de VOS-MI-B avec P_{3Ds} de 0 % et 15 % (de gauche à droite) après 13 cycles (B) ; (b) Eprouvette de VOS-MI-B avec P_{3Ds} de 25 % après 24 cycles (B)

D'autre part, contrairement aux éprouvettes de VOS-MI-A présentées dans la Fig. 264a, les courbes de m/m[t = 0] dans la Fig. 264b révèlent que les éprouvettes de VOS-MI-B retrouvent à chaque fois leur état de saturation initial, voire présentent des valeurs supérieures à 1. Cette légère augmentation de m/m[t = 0] peut être attribuée à l'augmentation du volume des vides, liée au développement des fissures au fur et à mesure que les éprouvettes de DSM sont soumises aux cycles (**B**), comme l'a rapporté Helson (2017). Enfin, la Fig. 264b met en évidence une perte de matière sur les éprouvettes avec une fraction P_{3DS} de 0 % et 5 % à partir du 20^{ème} cycle.

Il est important de noter que le suivi de la masse a été réalisé pour toutes les éprouvettes de VOS-MI-A et VOS-MI-B. Cependant, dans la Fig. 264, seuls les résultats d'une éprouvette par fraction P_{3DS} ont été présentés. Dans l'ensemble, bien que toutes les éprouvettes de DSM aient montré des fissures à divers degrés, seules les éprouvettes de VOS-MI-B ont subi une perte de matière due à l'écaillage. Cela suggère que les cycles (**B**) par immersion sont plus sévères et agressifs que les cycles (**A**) par remontées capillaires.

8.2.1.2. Suivi de la fissuration au cours des cycles

Comme mentionné précédemment, toutes les éprouvettes de DSM testées ont développé des fissures visibles en surface dès le premier cycle de séchage. En effet, ces fissures pourraient résulter, entre autres, du retrait subi localement par la matrice DSM, provoquant une contraction volumique en raison de la perte d'eau due au séchage, créant ainsi des tensions capillaires (phénomène de succion) significatives dans le matériau (George 1968). Lorsque ces tensions dépassent la résistance à la traction de la matrice, des fissures potentielles peuvent se former pour relâcher ces tensions. Dans ses travaux de thèse, Helson (2017) a démontré sur des mélanges de sable-argile-ciment (argile de type kaolinite Speswhite) que le phénomène de retrait dépend principalement de la teneur en eau et de la fraction volumique de la pâte d'argile-ciment, étant donné que le sable ne présente pas de retrait. Il a également indiqué que les fissures pouvaient résulter de l'incompatibilité des déformations entre les grains de sable et la phase liante d'argile-ciment. De plus, l'auteur a observé que le phénomène de fissuration était amplifié à mesure la fraction argileuse augmentait dans le mélange.

En ce qui concerne les éprouvettes de VOS-MI, on constate visuellement que la densité des fissures ainsi que leur ouverture augmentent au fil des cycles. La Fig. 266 et la Fig. 267 illustrent un exemple des images capturées selon le profil des éprouvettes de VOS-MI-A6 à la fin du $6^{\text{ème}}$ séchage.



Fig. 266. Images réelles montrant l'état de fissuration sur la surface externe des éprouvettes de VOS-MI-A6 [après 6 cycles (A)] en fonction de la fraction volumiques des inclusions de sol P_{3Ds}, de gauche à droite : 0 % ; 5 % ; 15 % ; 25 %



*Fig. 267. Mise en évidence par traitement d'images des fissures sur la surface externe des éprouvettes de VOS-MI-A6 [après 6 cycles (A)] en fonction de la fraction volumiques des inclusions de sol P*_{3Ds}, *de gauche à droite : 0 % ; 5 % ; 15 % ; 25 %*
Le réseau de fissures, de forme polygonale, varie d'une éprouvette à une autre en fonction de la fraction P_{3Ds} (une analyse plus quantitative du degré de fissuration qui corrobore les observations visuelles est proposée dans la suite du paragraphe). Par exemple, pour l'éprouvette sans inclusions (Fig. 266a), on observe des fissures relativement larges formant de grandes mailles, contenant également un maillage plus fin en termes de taille et d'ouverture des fissures. Cependant, à mesure que la fraction volumique des inclusions de sol augmente, on note que le maillage plus fin reste relativement inchangé dans l'éprouvette avec P_{3Ds} de 5 %, mais disparait progressivement lorsque P_{3Ds} atteint 15 % et 25 %. Cette observation peut être expliquée par le fait que dans les éprouvettes présentant des fractions P_{3Ds} élevées (15 à 25 %), le séchage moins prononcé dans les inclusions de sol non malaxé, en raison de leur capacité de rétention d'eau plus élevée par rapport à la matrice, entraine des tensions capillaires moins élevées et réparties de manière non uniforme au sein du matériau DSM. En revanche, dans les éprouvettes sans inclusions ou même avec une fraction P_{3Ds} aussi faible que 5 %, le volume de la matrice qui a la possibilité de sécher plus intensément, est plus important, créant ainsi des tensions capillaires plus élevées et donc une fissuration plus importante. De plus, on observe dans la Fig. 266c et la Fig. 266d que pour les éprouvettes avec P_{3Ds} avec 15 % et 25 %, les nœuds de certaines mailles du réseau de fissures se trouvent exactement à la même position que les inclusions de sol très proches de la surface. Cela explique la perte de matière sous forme d'écaillage au niveau de la couche de matrice qui enrobe les inclusions et la surface latérale des éprouvettes, qui est probablement due au gonflement de ces inclusions lors de la phase de saturation des éprouvettes.

La même inspection visuelle a été réalisée sur toute la surface latérale des éprouvettes de VOS-MI-B2 ayant subi 2 cycles (**B**). Les surfaces latérales ont été cartographiées en 2D en utilisant la "méthode 2D" précédemment développée dans le chapitre (5). Afin de mettre en évidence les fissures, les images obtenues ont été convertie en échelle de gris, comme illustré dans la Fig. 268.



Fig. 268. Images en échelle de gris montrant l'état de fissuration sur la surface latérale des éprouvettes de VOS-MI-B2 [après 2 cycles (B)] déroulées en utilisant "méthode 2D" précédemment développée dans le chapitre (5)

L'ensemble des images montre une tendance similaire à celle observée sur les éprouvettes de VOS-MI-A6 (Fig. 266). En effet, le réseau des fissures dépend fortement de la fraction P_{3Ds} , avec une densité plus élevée en l'absence d'inclusions de sol. De plus, le maillage plus fin en termes de taille et d'ouverture de fissures contenu dans les grandes mailles semble disparaître à mesure que P_{3Ds} augmente. Par ailleurs, la perte de

matière observée dans la couche d'enrobage, précisément au niveau des nœuds des mailles où se trouvent les inclusions de sol non malaxé, met en évidence l'impact du gonflement de ces inclusions lors de l'immersion des éprouvettes. La Fig. 268d montre que cette perte de matière devient plus significative lorsque la fraction P_{3Ds} atteint 25 %.

Afin d'évaluer le degré de dégradation des éprouvettes au fil des cycles, la densité de fissuration a été examinée de manière quantitative afin de valider les observations visuelles décrites précédemment. Pour les éprouvettes de VOS-MI-A6, les images binaires illustrées dans la Fig. 267 ont été utilisées. Après avoir éliminé le bruit lié à la texture de la matrice ainsi que les contours extérieurs des éprouvettes à l'aide du logiciel *Adobe Photoshop*, la longueur des fissures a été déterminée à l'aide du logiciel *AutoCAD* en utilisant les fichiers *.dxf* obtenus après la vectorisation des images filtrées à l'aide du logiciel *Adobe Illustrator*. Cependant, pour les éprouvettes de VOS-MI-A2 et VOS-MI-B2, en raison de la complexité du réseau de fissures et de la présence de contrastes dégradés, comme illustré dans la Fig. 268, l'analyse d'images s'est avérée peu concluante. Par conséquent, le réseau de fissures a été reproduit à main levée sur un papier calque transparent, puis scanné numériquement et vectorisé à l'aide du logiciel *Adobe Illustrator*.

Enfin, la longueur des fissures a été déterminée en utilisant la méthodologie décrite ci-dessus. La densité de fissuration est définie comme le rapport entre la longueur totale des fissures et la surface totale de la zone analysée comme proposé par Helson (2017).

Les résultats obtenus sont présentés dans la Fig. 269. Indépendamment du type et du nombre de cycles, la densité de fissuration obtenue se situe entre 1,1 et 2,3 cm/cm², ce qui est en accord avec la gamme de valeurs obtenue par Helson (2017) pour les mélanges de DSM avec 10 à 25 % de kaolinite. La Fig. 269a montre l'effet du nombre de cycles (**A**), soit 2 et 6 cycles, sur la densité de fissuration, tandis que la Fig. 269b illustre l'impact du type des cycles, à savoir les cycles (**A**) et les cycles (**B**).



Fig. 269. Densité de fissuration déterminée sur les différents jeux d'éprouvettes : (a) Comparaison entre VOS-MI-A2 et VOS-MI-A6 ; (b) Comparaison entre VOS-MI-A2 et VOS-MI-B2

Dans l'ensemble, les trois jeux d'éprouvettes ont suivi la même tendance. En d'autres termes, la densité de fissuration est plus élevée lorsque P_{3Ds} est de 0 %, puis elle diminue à mesure que P_{3Ds} augmente. Cependant, une fois que P_{3Ds} atteint 25 %, la densité de fissuration augmente à nouveau. Cette tendance, en accord avec les observations visuelles dans la Fig. 266 et la Fig. 268, suggère que les éprouvettes de DSM sans inclusions sont plus impactées par les cycles humide/sec avec une phase d'immersion (par rapport à une phase de remontée capillaire). De plus, la réduction de la densité de fissuration avec l'augmentation de P_{3Ds} peut être attribuée, comme expliqué précédemment, au degré de séchage des éprouvettes qui se réduit lorsque le nombre d'inclusions de sol non mixé augmente car ces dernières ont la capacité de retenir l'eau de manière plus importante (force de liaison plus importante) par rapport à la matrice. Cela explique également la disparition progressive du maillage le plus fin au niveau des fissures sur les surfaces latérales des éprouvettes. D'autre part, la Fig. 268d montre que les fissures induites par le gonflement des inclusions de sol sont corrélées avec le nombre d'inclusions proches de la surface des éprouvettes, ce qui explique l'augmentation de la densité de fissuration lorsque P_{3Ds} est de 25 %.

Bien que les surfaces examinées pour évaluer la densité de fissuration ne soient pas identiques pour les deux jeux d'éprouvettes de VOS-MI-A2 et VOS-MI-A6, on observe sur la Fig. 269a que la densité de fissuration augmente au fur et à mesure des cycles (**A**), en particulier lorsque P_{3Ds} est de 0 % et 25 %. Par ailleurs, en ce qui concerne l'impact des deux types de cycles testés dans cette étude, avec des valeurs de densité de fissuration de 7 à 30 % plus élevées, la Fig. 269b met en évidence que les cycles (**B**) provoquent une dégradation plus importante des matériaux DSM par rapport aux cycles (**A**), du moins dans la zone superficielle constituée de matrice qui entoure les éprouvettes moulées au laboratoire. De plus, ces résultats sont cohérents avec les courbes d'évolution de la masse des éprouvettes au fil des cycles, telles qu'illustrées dans la Fig. 264 ainsi qu'avec le phénomène d'écaillage dans la Fig. 265.

8.2.1.3. Suivi de la fissuration au cours des cycles en tomographie aux rayons X

Pour explorer plus avant la propagation des fissures de la surface au cœur des éprouvettes, deux éprouvettes VOS-MI-B6-0% et VOS-MI-B6-15%, avec des fractions P_{3Ds} de 0% et 15% respectivement, ont été scannées en tomographie aux rayons X à l'état initial et après 6 cycles (**B**). En raison de la très haute résolution des images utilisée lors de ces scans, la reconstruction de l'image 3D des fissures développées au cours des essais de vieillissement s'est avérée impossible compte tenu des limitations informatiques.

Cependant, l'analyse en 2D dans la Fig. 270 (c'est-à-dire un des scans 2D) révèle que l'éprouvette VOS-MI-B6-0%, sans inclusions, a développé des fissures radiales (orientées) s'étendant depuis la surface et couvrant relativement tout le périmètre de manière plus ou moins uniforme. Ces fissures ont montré une densité de 1,1 cm/cm², une profondeur maximale de 19 mm et une profondeur moyenne de 15,3 mm.



Fig. 270. Scan 2D en tomographie aux rayons X au milieu de l'éprouvette de VOS-MI-B6 avec P_{3Ds} de 0 % (sans inclusions) : (a) A l'état initial avant la dégradation ; (b) Après 6 cycles (B), i.e. après la 6^{ème} humidification par immersion

En ce qui concerne l'éprouvette VOS-MI-B6-15%, avec une fraction volumique P_{3Ds} de 15 %, la Fig. 271 et la Fig. 272 présentent deux profils distincts au milieu de l'éprouvette. Le premier profil contient moins d'inclusions de sol, tandis que le second en contient davantage, soit une fraction surfacique P_{2Ds} de 10,5 % 21 %, respectivement. La Fig. 271 montre que la partie supérieure du scan 2D, avec moins d'inclusions de sol, voire aucune, a développé une fissuration plus importante avec une densité de 1 cm/cm², une profondeur maximale de 19,6 mm et une profondeur moyenne de 15,2 mm. Ces valeurs et le réseau de fissures observé semblent très similaires à ceux de l'éprouvette sans inclusions (Fig. 270). En revanche, la partie inférieure du scan 2D dans la Fig. 271, où il y a plus d'inclusions, est nettement moins fissurée. Le même constat peut être fait pour le second scan 2D avec une fraction surfacique P_{2Ds} de 21 % (Fig. 272), qui présente une densité de fissuration d'environ 0,3 cm/cm², soit plus de quatre fois moins par rapport au cas de l'éprouvette sans inclusions (Fig. 270). De plus, les fissures sont observées dans les zones où l'épaisseur maximale de la matrice est importante, c'est-à-dire loin des inclusions.



Fig. 271. Scan 2D en tomographie aux rayons X au milieu de l'éprouvette de VOS-MI-B6 avec P_{3Ds} de 15 % (profil contenant moins d'inclusions de sol) : (a) A l'état initial avant la dégradation ; (b) Après 6 cycles (**B**), i.e. après la 6^{ème} humidification par immersion



Fig. 272. Scan 2D en tomographie aux rayons X au milieu de l'éprouvette de VOS-MI-B6 avec P_{3Ds} de 15 % (profil contenant plus d'inclusions de sol) : (a) A l'état initial avant la dégradation ; (b) Après 6 cycles (**B**), i.e. après la 6^{ème} humidification par immersion

Par ailleurs, l'interface créée par le décollement des inclusions de la matrice, visible sur les scans 2D réalisés à l'état initial (Fig. 271a et Fig. 272a), après une cure à 38 °C pendant 1 mois, s'est refermée pour la majorité des inclusions de sol après le 6^{ème} cycle (**B**), comme le montrent la Fig. 271b et la Fig. 272b. Cette observation peut être attribuée au gonflement des inclusions de sol lorsqu'elles sont saturées d'eau, car les éprouvettes ont été scannées en tomographie juste après le dernier cycle d'immersion complète dans l'eau.

En conclusion, l'ensemble de ces résultats confirment que les inclusions de sol jouent un rôle déterminent dans le développement de fissures au cours des cycles d'humidification/séchage, en particulier lors de la phase de séchage. En raison de la capacité de rétention d'eau des inclusions de sol, qui est plus élevée que celle de la matrice, les éprouvettes avec une fraction P_{3Ds} croissante développent moins de fissures, car les tensions capillaires sont moins élevées en raison du séchage partiel du matériau. Cela se traduit par des densités de fissuration plus faibles en comparaison des éprouvettes sans inclusions, qui représentent le cas le plus extrême (celui des éprouvettes de laboratoire avec un mélange sol-ciment bien mixé).

8.2.1.4. Impact des cycles sur les propriétés microstructurales

Porosité totale accessible au mercure (P_{Hg})

Des morceaux de la matrice DSM ont été prélevés à partir des bords des éprouvettes sans inclusions pour les analyser en PIM, dans le but de suivre l'évolution du réseau de pores au fil des cycles (A) et (B). Les courbes de distribution de la taille des pores obtenues ont été comparées à la courbe initiale obtenue sur l'échantillon de VOS-MI-TO, comme illustré dans la Fig. 273.



Fig. 273. Evolution des courbes de distribution de la taille des pores obtenues sur les matrices du matériau de VOS-MI en fonction du nombre de cycles d'humidification/séchage appliqués : (a) Cycles (A) ; (b) Cycles (B)

Avec une distribution bimodale qui caractérise les matériaux DSM à base du sol naturel de VOS dans le chapitre (3), on constate que la taille des nanopores associés à la matrice cimentaire (entre 30 et 50 nm) ainsi que celle des micropores ou des pores inter-agrégats, d'environ 1 μ m, sont restées inchangées au fur et à mesure des cycles (**A**) et (**B**), comme illustré respectivement dans la Fig. 273a et la Fig. 273b. De plus, l'évolution des courbes porométriques indique une diminution de la quantité des micropores. Cette réduction peut être attribuée au remplissage de ces espaces situés entre les grains de sable et éventuellement les agrégats argileux par d'une part la poursuite des réactions pouzzolaniques sur le long terme mettant en jeu le laitier mais surtout les argiles présentes et d'autre part la formation de calcite CaCO₃, ainsi que du gel de silice (Perera et al. 2005), qui opère lors de la carbonatation de la matrice DSM en raison de son exposition aux cycles de séchage partiel, offrant des conditions hydriques favorables à la carbonatation.

Parallèlement, une réduction de la quantité des nanopores (avec des tailles constantes) peut être observée sur les courbes de la Fig. 273a et la Fig. 273b, en particulier pour les échantillons VOS-MI-A12 et VOS-MI-B24 ayant subi un plus grand nombre de cycles d'humidification/séchage. Cette réduction peut s'expliquer par la consommation d'une certaine quantité des CSH lors des réactions de carbonatation. De plus, cette réduction est accompagnée d'un élargissement du pic des nanopores, ce qui peut être dû à la consommation des CSH ainsi que l'apparition de nano-fissures dans la matrice cimentaire résultant de la pression de cristallisation des produits de la réaction de carbonatation, imposée sur les parois des pores.

Afin de valider l'hypothèse précédente, la teneur en carbone a été évaluée sur des échantillons de la matrice du matériau DSM à l'aide d'un analyseur C/S. Les résultats obtenus ont été extrapolés pour estimer la teneur en CaCO₃ en supposant que la quantité du carbone produite dans les échantillons de DSM au cours des cycles est principalement liée à la précipitation de la calcite, donc présente sous forme de CaCO₃ (en l'absence de matière organique, le carbone est associé à la carbonatation de la matrice). La Fig. 274a et la Fig. 274b présentent respectivement l'évolution de la porosité totale accessible au mercure P_{Hg} de la matrice DSM et de la teneur en CaCO₃ en fonction du nombre de cycles (A) et (B). La Fig. 274a révèle que la porosité totale de la matrice diminue à mesure que les cycles d'humidification/séchage se répètent, qu'il s'agisse des cycles (A) avec remontée capillaire ou des cycles (B) avec immersion. Cependant, la porosité des matériaux de VOS-MI-B soumis aux cycles (B) semble diminuer davantage par rapport aux matériaux de VOS-MI-A. Cette observation concorde avec l'augmentation de la teneur en CaCO₃ à mesure que le nombre de cycles augmente. De plus, la réduction la plus significative de la porosité totale des échantillons de VOS-MI-B peut s'expliquer par la grande quantité de CaCO₃ précipitée dans ces échantillons en comparaison à ceux de VOS-MI-A. Ainsi, ces résultats mettent en évidence que la réduction de la quantité des micropores dans la Fig. 273 au fil des cycles est principalement due à la précipitation de la calcite dans ces gros pores, entraînant également une diminution de la porosité totale d'environ 9 % au bout de 24 cycles (B). En outre, ces résultats démontrent que les cycles (B), impliquant un séchage dans l'étuve à 45 °C pendant 2 jours, suivi d'une immersion complète des éprouvettes dans l'eau pendant 3 jours, offrent des conditions plus favorables à la carbonatation du matériau DSM par rapport aux cycles (A). Cela implique que les conditions de séchage pendant 3 jours dans une enceinte climatique à 20 °C et 65 % d'HR sont moins intenses.



Fig. 274. Evolution en fonction du nombre des deux types de cycles (A) et (B) de : (a) Porosité totale accessible au mercure P_{Hg} ; (b) Teneur en carbone sous forme de calcite $C[CaCO_3]$ en (%)

En outre, la Fig. 275 présente les observations effectuées après un test complémentaire à la phénolphtaléine sur trois éprouvettes de VOS-MI. Le front de carbonatation a été identifié par un contour jaune. Visuellement, on remarque qu'au bout du 6^{ème} cycle (**B**) (Fig. 275b), l'épaisseur de la zone carbonatée est plus importante que celle après 6 cycles (**A**) (Fig. 275a). Cette observation est cohérente avec les résultats précédents et confirme que les conditions offertes par les cycles (**B**) favorisent la carbonatation. De plus, on peut observer sur la Fig. 275c qu'à mesure que les cycles (**B**) se répètent, l'épaisseur de la zone carbonatée continue à augmenter, doublant presque après le 12^{ème} cycle. Cela peut être attribué à la propagation des fissures ainsi que la durée d'exposition au séchage plus longue.



Fig. 275. Mise en évidence du front de carbonatation par le test à la phénolphtaléine sur des éprouvettes de VOS-MI

Porosité totale accessible à l'eau (P)

En plus de la mesure de la porosité accessible au mercure P_{Hg} réalisée à l'échelle locale sur la matrice, des mesures de porosité totale accessible à l'eau *P* ont été effectuées à l'échelle des éprouvettes de DSM de VOS-MI-A et VOS-MI-B, conformément à la norme NF P94-410-3 (AFNOR 2001), à la fin de l'essai de perméabilité à l'eau. Les résultats obtenus, exprimés en termes de porosité totale normalisée P/P[T0], sont présentés en fonction du nombre de cycles (**A**) et (**B**) dans la Fig. 276a et la Fig. 276b, respectivement.

On constate que les deux jeux d'éprouvettes ont montré une tendance relativement similaire. La porosité totale accessible à l'eau P a légèrement augmenté de 1 à 3 % au terme des deux premiers cycles, puis a diminué au fur à mesure des cycles. Ce comportement diffère de celui obtenu en PIM, où la porosité totale de la matrice P_{Hg} présente une diminution monotone avec les cycles. La mesure de la porosité accessible à l'eau P tient en effet en compte à la fois de la porosité de la matrice (mesurée en PIM), de celle des inclusions de sol, et également du volume des vides qui se développent au cours des cycles sous forme de fissures. Ainsi, l'augmentation de la porosité P peut être attribuée au développement du réseau de fissures après les deux

premiers cycles, principalement dans les zones superficielles des échantillons, en particulier dans la matrice, avec une profondeur moyenne de 15 mm depuis la surface vers le cœur des éprouvettes, comme observé sur les scans en tomographie au rayons X (Fig. 270 - Fig. 272). Le fait que les cycles (**B**) sont jugés plus agressifs, explique pourquoi la porosité *P* montre une augmentation plus importante après les deux premiers cycles (**B**) par rapport aux cycles (**A**).



Fig. 276. Evolution de la porosité totale accessible à l'eau P des matériaux de VOS-MI, contenant différentes fractions volumiques des inclusions de sol P_{3DS}, en fonction du nombre des cycles appliqués : (a) Cycles (A) ; (b) Cycles (B)

Ensuite, la diminution de la porosité à l'eau au fil des cycles peut s'expliquer en partie par la précipitation des produits de carbonatation, comme montré dans la Fig. 274b, avec une teneur en calcite qui augmente au cours des deux types de cycles appliqués. En effet, les produits précipités peuvent modifier le réseau de pores (Fig. 273), ainsi que le réseau des fissures, et par conséquent la porosité totale *P*. En conclusion, le phénomène de carbonatation est plutôt favorable pour diminuer la porosité du matériau DSM au cours du temps.

8.2.1.5. Impact des cycles sur les propriétés hydrauliques

La Fig. 277 illustre l'évolution de la perméabilité à l'eau normalisée K/K[T0] en fonction du nombre de cycles appliqués.



Fig. 277. Evolution de la perméabilité à l'eau normalisée K/K[T0] des matériaux de VOS-MI, contenant différentes fractions volumiques des inclusions de sol P_{3Ds}, en fonction du nombre des cycles appliqués : (a) Cycles (A) ; (b) Cycles (B)

Les résultats révèlent qu'après 2 cycles d'humidification/séchage, la perméabilité des matériaux VOS-MI-A a augmenté de 4 à 5 ordres de grandeur (Fig. 277a), passant d'une perméabilité moyenne de 2.10⁻¹¹ m/s à 4.10⁻⁷

m/s. Pour les matériaux VOS-MI-B, cette augmentation a été encore plus marquée, atteignant de 4 à 6 ordres de grandeur (Fig. 277b), avec une perméabilité se situant entre 9.10^{-8} et 4.10^{-7} m/s. Cela indique que la perméabilité des matériaux soumis aux cycles (**B**) augmente de manière plus prononcée par rapport aux cycles (**A**), ce qui semble corrélé avec l'augmentation de la porosité totale accessible à l'eau *P*, et la diminution des propriétés mécaniques (R_c et E_{50}) à cette échéance, comme montré dans le paragraphe qui suit.

Ensuite, à partir du 2^{ème} cycle, la perméabilité à l'eau des matériaux de VOS-MI-A (Fig. 277a) diminue de 2 à 5 fois (selon l'échelle log de l'axe des ordonnées), puis se stabilise après le 6^{ème} cycle. En revanche, la perméabilité des matériaux VOS-MI-B (Fig. 277b) diminue de 2 à 71 fois, mais augmente à nouveau au-delà du 12^{ème} cycle lorsque P_{3Ds} est de 0, 5 et 15 %, et au-delà du 6^{ème} cycle pour l'échantillon avec P_{3Ds} de 25 %. Cette tendance observée sur les courbes K/K[T0] est relativement similaire à celle des courbes de P/P[T0] dans la Fig. 276 ce qui montre bien le lien entre la porosité totale et la perméabilité à l'eau.

En effet, l'augmentation de la perméabilité K après les deux premiers cycles peut être attribuée au développement du réseau de fissures dans la zone périphérique des échantillons, comme expliqué précédemment. Et comme la perméabilité à l'eau de la matrice est de l'ordre de 10^{-11} m/s, l'eau va suivre les fissures pour traverser le matériau comme chemin préférentiel.

De plus, une différence de pression de 1 à 20 kPa était suffisante pour faire circuler l'eau à travers les échantillons lors des essais de perméabilité, tandis que pour les échantillons de DSM non-altérés, une différence de pression supérieure à 150 kPa est nécessaire. Par conséquent, la vitesse d'écoulement dépend principalement du réseau de fissures développées au cours des deux premiers cycles, plutôt que du réseau des pores de la phase liante (matrice) ce qui rapproche le matériau DSM d'un sol. Cette dépendance est influencée par plusieurs facteurs, notamment la densité de fissuration, l'ouverture des fissures, leur interconnectivité et leur tortuosité. Cela explique en partie pourquoi la perméabilité des matériaux de VOS-MI-B (Fig. 277b) montre une augmentation plus importante de K/K[T0] par rapport aux matériaux VOS-MI-A (Fig. 277a), compte tenu de la plus forte agressivité des cycles (**B**).

Par ailleurs, la diminution de la perméabilité normalisée K/K[T0] au-delà du cycle 2, qui est corrélée à la diminution de la porosité à l'eau normalisée P/P[T0] dans la Fig. 276, s'explique en partie par la carbonatation de la matrice cimentaire. Les produits de carbonatation entrainent des modifications au niveau de l'ouverture et de l'interconnectivité du réseau de fissures. Toutefois, cette explication devrait être confirmée par des analyses complémentaires plus approfondies, telles que des observations au MEB ou de la nano-tomographie aux rayons X, pour étudier l'évolution de la microstructure des échantillons.

En ce qui concerne l'impact des inclusions de sol sur l'évolution de la perméabilité à l'eau K au cours des cycles d'humidification/séchage, la Fig. 278 met en évidence que, quel que soit le type et le nombre de cycles appliqués, la valeur de la perméabilité à l'eau normalisée K/K[T0] diminue à mesure que la fraction P_{3Ds} augmente dans les échantillons de VOS-MI-A (Fig. 278a) ou de VOS-MI-B (Fig. 278b).



Fig. 278. Variation de la perméabilité à l'eau normalisée K/K[T0] des matériaux de VOS-MI en fonction de la fraction volumique des inclusions de sol P_{3Ds}, selon le type de cycles d'humidification/séchage : (a) Cycles (A) ; (b) Cycles (B)

Or, les chapitres (6) et (7) ont montré précédemment que la perméabilité à l'eau K des matériaux DSM augmente avec la quantité des inclusions de sol, qui présentent une perméabilité locale plus élevée, en créant des chemins préférentiels voire des chemins de percolation via la zone de transition interfaciale (ITZ). Cependant, lorsque les matériaux DSM sont soumis à des cycles d'humidification/séchage, les observations visuelles ainsi que les scans en tomographie aux rayons X montrent que les inclusions de sol présentent un effet positif grâce à leur capacité de rétention d'eau. Cela entraîne des tensions capillaires plus faibles dans les échantillons avec des fractions P_{3Ds} plus élevées, ce qui empêchait le développement d'une fissuration plus importante. L'effet bénéfique des inclusions de sol non mixée est alors bel et bien visible en présence de cycles humides/secs. De plus, étant donné que le réseau des fissures semble contrôler l'écoulement à travers le matériau, les inclusions de sol jouent probablement un rôle de "dilution" sur la perméabilité effective en diminuant la fraction volumique de la matrice fissurée plus perméable.

8.2.1.6. Impact des cycles sur les propriétés mécaniques

Résistance à la compression simple (R_c)

La Fig. 279 illustre l'évolution de la résistance à la compression simple normalisée $R_c/R_c[T0]$ en fonction du nombre de cycles (A) (Fig. 279a) et (B) (Fig. 279b). Il convient de de rappeler que $R_c[T0]$ est la résistance à la compression des éprouvettes intactes mesurée immédiatement après un mois de cure endogène à 38 °C. Par ailleurs, la Fig. 280 présente la variation de la résistance, exprimée sous forme de chute ou la perte de résistance après chaque échéance, en fonction de la fraction P_{3Ds} . Il convient de noter que chaque point représente la moyenne de deux à trois mesures.



Fig. 279. Evolution de la résistance à la compression simple normalisée $R_c/R_c[T0]$ des matériaux de VOS-MI, contenant différentes fractions volumiques des inclusions de sol P_{3DS} , en fonction du nombre des cycles appliqués : (a) Cycles (A) ; (b) Cycles (B)

Malgré la chute de la résistance à la compression observée sur tous les échantillons au fil des cycles, la résistance des échantillons soumis aux cycles (**B**) par immersion diminue davantage que celle des échantillons soumis aux cycles (**A**) par remontée capillaire, en particulier lorsque P_{3Ds} est de 0 %. Cette différence peut s'expliquer par l'état de dégradation plus avancé des éprouvettes sans inclusions soumises aux cycles (**B**) (présence de fissuration), qui ont été considérés comme plus agressifs dans les paragraphes précédents. En ce qui concerne la vitesse de dégradation des échantillons de DSM testés, la Fig. 280a montre qu'après seulement 2 cycles (**A**), les échantillons de VOS-MI-A ont perdu entre 21 et 55 % de leur résistance, ce qui représente entre 45 et 75 % de la perte de résistance après 12 cycles (**A**). Le même comportement peut être également observé pour les échantillons de VOS-MI-B dans la Fig. 280b. Après les deux premiers cycles (**B**), la résistance de ces échantillons a diminué de 36 à 61 %, soit une perte de résistance équivalente à 51 à 78 % de la valeur observée après 24 cycles (**B**). Au-delà des deux premiers cycles, la résistance continue à décliner jusqu'à atteindre une résistance résiduelle d'environ 25 à 45 % de $R_c[T0]$, en fonction du type de cycles appliqués et de la fraction volumique des inclusions de sol P_{3Ds} .



Fig. 280. Variation de la perte de la résistance à la compression simple R_c des matériaux de VOS-MI en fonction de la fraction P_{3Ds} , après l'application des deux types de cycles d'humidification/séchage : (a) Cycles (A) ; (b) Cycles (B)

En ce qui concerne l'impact de la fraction P_{3Ds} sur la dégradation des échantillons de DSM testés, bien qu'il ait été précédemment démontré que les échantillons avec moins d'inclusions présentaient une densité de fissuration plus élevée, la Fig. 280a révèle que, dans le cas des cycles (**A**), la perte de résistance est proportionnelle avec la fraction P_{3Ds} . En d'autres termes, les échantillons contenant plus d'inclusions de sol voient leur résistance chuter davantage par rapport à ceux ayant moins d'inclusions, pour chaque échéance (A2, A6 et A12). Cela suggère que le rôle "catalyseur" de la rupture joué par les inclusions de sol lors de chargement mécanique semble être amplifié par le développement des fissures au cours des cycles (**A**).

D'autre part, les échantillons de VOS-MI-B ayant subi des cycles (**B**) ont montré une proportionnalité similaire entre la perte de résistance et la fraction P_{3Ds} (Fig. 280b), mais uniquement à l'échéance B2 [i.e. après 2 cycles (**B**)], car d'après la Fig. 279b, les courbes de $R_c/R_c[T0]$ convergent toutes vers une gamme de résistance résiduelle située entre 0,2 et 0,35 au-delà du 2^{ème} cycle. Pour les autres nombres de cycles imposés, on observe un effet non monotone avec une diminution puis une augmentation de la perte de résistance. Il faut noter que les mesures ont été réalisées sur différentes éprouvettes et que l'hétérogénéité doit être prise en compte et ce malgré le fait que les éprouvettes sont fabriquées en laboratoire de manière contrôlée autant que possible. Une répétabilité des essais sur une gamme plus importante d'éprouvettes doit être appliquée pour estimer la variabilité des résultats et confirmer les tendances observées. L'état de dégradation des échantillons de VOS-MI-B dû aux cycles (**B**), combiné au rôle catalyseur des inclusions dans la rupture, conduisent selon les premiers résultats à une réponse mécanique assez similaire par rapport à celle obtenue avec les cycles (**A**). De plus, à partir du 2^{ème} cycle (**B**), la résistance à la compression des échantillons de DSM semble converger vers une valeur résiduelle en R_c , quelle que soit la fraction P_{3Ds} alors que les cycles (**A**) convergent vers cette valeur plus lentement. Un nombre plus important de cycle de type (**A**) devraient permettre de confirmer que les deux types de sollicitation mènent finalement au même niveau de dégradation mais à un rythme différent.

Module d'Young statique (E50)

La Fig. 281 illustre l'évolution du module d'Young statique normalisé $E_{50}/E_{50}[T0]$ en fonction du nombre de cycles (A) (Fig. 281a) et (B) (Fig. 281b), tandis que la Fig. 282 présente la variation de la perte du module d'Young statique des matériaux de DSM testés après chaque échéance, en fonction de la fraction P_{3Ds} .

Sur les deux jeux d'éprouvettes, à savoir VOS-MI-A (Fig. 281a) et VOS-MI-B (Fig. 281b), on peut constater que le module d'Young statique E_{50} diminue à mesure que le nombre de cycles appliqués augmente, avec une diminution brusque lors des deux premiers cycles, pouvant même dépasser 70 % lorsque P_{3Ds} est de 25 %. De plus, la diminution du module d'Young semble être plus marquée dans le cas des cycles (**B**) par rapport aux cycles (**A**), ce qui concorde avec les résultats de la résistance à la compression simple R_c . Cependant, en comparant ces résultats à ceux de la résistance à la compression simple, on remarque que la rigidité des matériaux DSM est plus affectée par les cycles d'humidification/séchage que leur résistance à la compression, comme précédemment rapporté par Guimond-Barrett (2013) et Helson et al. (2018).



Fig. 281. Evolution du module d'Young statique normalisé $E_{50}/E_{50}[T0]$ des matériaux de VOS-MI, contenant différentes fractions volumiques des inclusions de sol P_{3Ds} , en fonction du nombre des cycles appliqués : (a) Cycles (A) ; (b) Cycles (B)

En se basant sur les histogrammes de la Fig. 282a, il est apparu que la chute du module d'Young statique E_{50} au fil des cycles (**A**), est corrélée à la présence croissante des inclusions de sol, comme observé pour la résistance à la compression simple R_c . Cette tendance est également observée sur la série d'échantillons VOS-MI-B2 [c'est-à-dire après 2 cycles (**B**)] et non pas sur la série d'échantillons VOS-MI-B6 comme pour la R_c . D'un autre côté, les échantillons pour les autres échéances (B6, B12 et B24) conservent uniquement 2 % environ de leur rigidité, indépendamment de la fraction P_{3Ds} .



Fig. 282. Variation de la perte du module d'Young statique E_{50} des matériaux de VOS-MI en fonction de la fraction P_{3Ds} , après l'application des deux types de cycles d'humidification/séchage : (a) Cycles (A) ; (b) Cycles (B)

En résumé, la dégradation des propriétés mécaniques (R_c et E_{50}) est attribuée à la formation de fissuration pendant les cycles de séchage, principalement en raison des tension capillaires générées. Des microfissures peuvent également se développer en raison de la précipitation des produits de carbonatation de la matrice cimentaire, en particulier la calcite dans le réseau de pores ce qui entraine la diminution des micro/macropores et la diminution de la porosité au mercure liée à la matrice DSM et la porosité à l'eau liée à l'ensemble de l'éprouvette (inclusions comprises). En outre, dans l'état de l'art sur le comportement à long-terme et l'impact environnemental du traitement des sols réalisé par Perera et al. (2005), des microfissures ont été mises en évidence même lors des cycles d'humidification. Selon les auteurs, ces dommages résultent de l'expansion volumique due à l'absorption d'eau par les hydrates et d'autres phases absorbantes présentes dans le mélange, telles que les argiles. Après cette absorption, l'eau agit contre les forces de cohésion, ce qui entraîne un écartement plus prononcé des particules les unes par rapport aux autres (état allant vers la dispersion des particules). Toutefois, les auteurs ont suggéré que ces dommages pourraient être réduits dans le cas d'un matériau présentant une perméabilité plus faible. En ce qui concerne l'impact des inclusions de sol sur la dégradation des propriétés mécaniques des matériaux DSM, les résultats obtenus dans cette étude montrent que la diminution de la résistance à la compression ainsi que celle du module d'Young statique (diminution extrêmement importante pouvant aller jusqu'à une perte totale de résistance) est d'autant plus significative lorsque la fraction volumique des inclusions de sol P_{3Ds} est élevée, que ce soit au cours des cycles (**A**) ou après les deux premiers cycles (**B**).

En conclusion, bien que les inclusions de sol n'aient pas présenté l'effet négatif attendu sur l'évolution de *K* au cours des cycles, la résistance mécanique (et notamment la rigidité) diminue de manière assez drastique en présence d'une quantité croissante d'inclusions de sol. Par conséquent, un matériau DSM ayant subi un certain nombre de cycles d'humidification/séchage pourrait voir sa perméabilité augmenter significativement sous l'effet de sollicitations mécaniques auxquelles il pourrait être exposé en réalité sur site.

8.3. Dégradation chimique de la matrice de DSM

Dans le chapitre (2), le matériau DSM dans la zone (C) est décrit comme étant positionné en bas de l'écran étanche (voir Fig. 86), correspondant à un état saturé en permanence. Le matériau peut alors subir une dégradation "chimique" à long termes en raison de la présence d'un flux d'eau ou d'espèces provenant du sol encaissant l'ouvrage en DSM, comme l'on indiqué quelques chercheurs par le passé (Hayashi 2003 ; Kitazume et al. 2003 ; Takahashi et al. 2018). On continue ainsi à manquer de publications scientifiques et de retours d'expérience concernant ce type de dégradation sur les matériaux DSM à base de ciment au laitier (CEM III/C), connu par ailleurs pour sa bonne résistance aux environnements agressifs. Par conséquent, des essais de percolation ont été réalisés dans le cadre de cette thèse. Ces essais ont porté sur des échantillons de DSM fabriqués en laboratoire sans inclusions de sol ni de graviers, c'est-à-dire composés uniquement de la matrice, qui est la phase susceptible de subir une dégradation physico-chimique dans ce matériau (contrairement aux graviers peu ou pas poreux et au sol des inclusions qui peut se disperser mais peu évoluer sous l'effet chimique de l'eau ou du moins évoluer dans une mesure qui soit quantifiable). Les échantillons utilisés pour simuler la dégradation à long terme par mouvement d'eau dans la zone (C) de l'écran ont été maturés initialement pendant un mois à 38 °C dans des conditions d'humidité saturées (ce qui équivaut à 1 an de maturation à température ambiante). On se place donc dans cette expérience hors de la période de prise du matériau DSM, prise longue (plusieurs mois) et pendant laquelle une percolation ou des cycles humides/secs peuvent fortement modifier la prise elle-même en perturbant les processus. Les expériences montrent la dégradation à long terme escompté pour une matrice DSM.

Il convient de rappeler que lors des essais de percolation, les échantillons de DSM sont traversés de bas en haut par une eau ultra pure (15 Mohm), présentant un pH neutre et une minéralisation quasi nulle. L'écoulement ascendant permet d'éviter l'effet gravitationnel et, par conséquent, le risque de formation de chemins préférentiels pour l'eau. Il permet d'assurer une meilleure saturation des éprouvettes. De plus, l'eau ultra pure neutre qui traverse l'échantillon a un caractère agressif pour le matériau cimentaire basique, provoquant la dissolution des hydrates cimentaires. Ce processus est suivi par la diffusion des ions (alcalins, calcium, hydroxyles...) couplé au processus de transport par convection de l'eau en mouvement dans l'éprouvette, étant donné que l'on impose une pression d'entrée sur l'eau qui percole. Les ions quittent l'éprouvette grâce au mécanisme de percolation et avec le renouvellement de l'eau, le processus de dissolution est entretenu entrainant une dégradation chimique du matériau DSM. Un gradient de concentration en ions (notamment le pH qui correspond à $-\log [H^+]$) dans la solution interstitielle des pores de la matrice cimentaire s'établit alors de l'amont vers l'aval. Compte tenu du transport ionique (diffusion/convection), le système solide/solution se trouve déséquilibré et la dissolution de la matrice cimentaire se poursuit jusqu'à ce que l'équilibre chimique initial de la solution au contact du solide soit de nouveau atteint (de Larrard 2010). Ce déséquilibre peut conduire à des modifications de la microstructure d'où une altération des performances macroscopiques du matériau. Si la portlandite n'a jamais été observée sur les diagrammes de DRX des échantillons de DSM (il est possible que cet hydrate ait été consommé dès sa formation ou n'ait pas été formé sous forme cristalline), le phénomène de dissolution ou de lixiviation dans la communauté scientifique du béton, va affecter les autres hydrates formés comme les CSH qui apparaissent lors de l'hydratation du ciment au laitier, ainsi que les réactions pouzzolaniques à long terme.

Comme la surface inférieure de l'échantillon de DSM est directement exposée à l'arrivée d'eau ultra pure, on s'attend à ce que la partie inférieure de l'échantillon se dégrade plus par rapport à la partie supérieure, ce qui

conduit à l'apparition d'un gradient de dégradation en termes de propriétés microstructurales et de propriétés mécaniques qui sont présentées dans les prochains paragraphes. En ce qui concerne les résultats de l'analyse chimique de l'eau percolée recueillie après chaque échéance de percolation, comprenant les mesures de pH, de conductivité électrique, d'analyse chimique par ICP/OES (Inductively Coupled Plasma/Optical Emission Spectroscopy) ainsi que les observations au MEB, ne sont pas inclus dans ce rapport de thèse, mais feront l'objet de futures communications et publications après une exploitation plus poussée et des mesures de répétabilité. Les résultats présentés dans cette partie sont des prétexts réalisés afin de montrer le potentiel des essais de percolation pour devenir une nouvelle procédure pour évaluer la durabilité des matériaux DSM avec des conditions différentes de celles imposées lors des cycles. En effet, les cycles avec une étape de séchage quasi complet et assez poussé sont extrêmement dégradants et ne reflètent les sollicitations entre l'eau et le matériau DSM sur la majorité du panneau qui reste saturée voire partiellement saturée mais dans des conditions enterrées (ce qui diminue les échanges gazeux avec l'atmosphère), l'essai de percolation offre une nouvelle manière de regarder les propriétés de durabilité.

8.3.1. Préparation des échantillons de DSM

Afin d'examiner les changements morphologiques du réseau de pores résultant de la dissolution des hydrates, ainsi que pour examiner l'existence d'un gradient de dégradation du bas vers le haut de l'éprouvette en termes de propriétés mécaniques, une éprouvette de DSM à base de sol VOS de 100 mm de diamètre et 50 mm de hauteur (avec un dosage en ciment CEM III/C de 170 kg/m³) fabriquée en laboratoire a été récupérée après une période de 65 jours de percolation qui ont suivi 1 mois de cure à 38 °C (les caractéristiques du sol VOS sont données sur le Tableau 15 et le Tableau 16). Cette éprouvette a été ensuite sciée pour obtenir les échantillons nécessaires aux tests de PIM et de nanoindentation, comme illustré dans la Fig. 283. La partie (**B**) a été réservée pour les essais de nanoindentation et dans cette tranche, cinq sous-échantillons de 20 à 25 mm de largeur ont été redécoupés selon le plan longitudinal (Fig. 283b). Ces dimensions étaient adaptées aux mors du nanoindenteur pour que l'échantillon reste immobile lors de la réalisation de la série d'indents. En ce qui concerne la partie (**C**), elle a été conservée pour des observations au MEB couplée à de l'analyse chimique locale par EDX (ou la réalisation de lame pétrographique complétée par des mesures DRX), tandis que la partie (**A**) a été découpée selon le plan transversal, comme illustré dans la Fig. 283c, afin de récupérer des tranches d'environ 5 mm d'épaisseur qui ont été lyophilisées et passées en porosimétrie par intrusion de mercure.



Fig. 283. (a) Eprouvette de DSM de 100x50 mm avec les repères de sciage longitudinal ; (b) Prisme récupéré pour des tests de nanoindentation ; (c) Partie A ou C à découper selon le plan transversal pour récupérer des échantillons pour la PIM

8.3.2. Analyse microstructurale par porosimétrie par intrusion de mercure

La Fig. 284 présente les courbes de distribution de la taille des pores obtenues par la PIM en fonction de la position moyenne z, couvrant toute la hauteur de la partie (A), comparées à celle obtenue sur la matrice à l'état initial n'ayant pas subi de test de percolation, désignée par T0. D'abord, on observe que toutes les courbes porométriques obtenues affichent une distribution bimodale, caractérisée par la présence de nanopores (entre 30 et 60 nm) et de micropores (autour de 1 μ m). Cette observation confirme les observations précédentes sur la matrice DSM à base du sol naturel VOS. Ensuite, après 65 jours de percolation continue, l'évolution des deux pics caractéristiques le long de la position moyenne z, du bas vers le haut de l'éprouvette de DSM étudiée,

est clairement perceptible à travers une analyse qualitative des courbes porométriques. En effet, ces courbes mettent en évidence une variation significative en termes de taille et de quantité des nanopores et surtout de micropores, le long de la hauteur de l'éprouvette de DSM.



Fig. 284. Courbes de distribution de la taille des pores en fonction de la position de la découpe du bas vers le haut de l'éprouvette

Afin de mieux appréhender l'évolution de la microstructure de la matrice DSM lors de l'essai de percolation, une analyse quantitative a été réalisée. Les différentes caractéristiques de pores ont été déduites à partir des résultats de la PIM et sont présentées sous forme de profils en fonction de la position moyenne z dans la Fig. 285. Tout d'abord, la Fig. 285a révèle que la porosité totale P_{Hg} en haut de l'éprouvette (qui est associée à la matrice non percolée soit la matrice initiale T0) est d'environ 48,3 %. Cette porosité augmente jusqu'à 53,9 % lorsque z atteint 3,15 cm, puis elle reste relativement inchangée le long des trois derniers centimètres dans la partie inférieure de l'éprouvette c'est-à-dire en direction de l'amont du flux d'eau ultra pure. En décomposant ce profil de porosité totale en deux profils des porosités élémentaires associées aux nanopores (Fig. 285c), on observe que cette tendance semble être influencée par l'évolution de la nanoporosité, qui représente la famille de pores la plus prédominante dans le matériau, comme indiqué par le pic le plus haut dans la Fig. 284.



Fig. 285. Variation en fonction de la position z des échantillons de DSM testés en PIM de : (a) Porosité totale accessible au mercure P_{Hg} ; (b) Porosité élémentaire associée aux nanopores (10 – 100 nm); (c) Porosité élémentaire associée aux micropores (100 nm – 5μ m); (d) Taille moyenne des nanopores D_{nano} ; (d) Taille moyenne des micropores D_{micro}

Par ailleurs, la Fig. 285c affiche une tendance plutôt monotone où la microporosité, associée aux vides entre les grains de sable et les agrégats argileux qui ne sont pas complètement remplis par les hydrates, augmente à mesure que l'on descend vers le bas de l'éprouvette où elle présente un taux d'augmentation d'environ 30 %. De manière similaire, la taille de ces micropores D_{micro} (Fig. 285e) a montré la même tendance avec un taux d'augmentation d'environ 42 % entre le haut et le bas de l'éprouvette. De plus, la taille des nanopores D_{nano} associés à la matrice cimentaire affiche à son tour une augmentation d'environ 50 % (Fig. 285d).

Concernant l'explication de l'évolution des paramètres pendant l'essai de percolation, l'eau ultra pure pénètre dans l'éprouvette de DSM depuis sa surface inférieure en suivant le réseau de pores interconnectés. Ensuite, en raison de son pH neutre ainsi que sa minéralité quasi nulle (faibles concentrations en ions), cette eau est capable de dissoudre les hydrates cimentaires dont l'organisation interne est à l'origine de la nanoporosité, et qui sont mélangés aux argiles dispersées pouvant générer des mésopores (gamme de nanopores plus grands). Au fil du temps, l'eau qui s'enrichit en ions et en particulier en ions calcium issus des phases hydratées, progresse à travers le réseau de pores en devenant de moins en moins agressive. Ces ions libérés sont transportés avec l'eau vers l'extérieur du matériau DSM grâce à la charge hydraulique appliquée. Par conséquent, à la suite de la dissolution des hydrates, les vides associés à la porosité interne du mélange d'argile-hydrates deviennent plus larges, ce qui explique l'augmentation de la taille des nanopores/mésopores, comme illustré dans la Fig. 285d. En parallèle, à mesure que les hydrates se dissolvent, la matrice argile-ciment devient plus fragile (moins cimentée) ce qui permet de libérer le mouvement des particules et donc peut permettre une certaine réorganisation entre les grains de sable ainsi que les agrégats argileux. Cela pourrait expliquer l'évolution du deuxième pic associé aux micropores dans la Fig. 284, affichant une augmentation en termes de quantité (Fig. 285c) et de taille (Fig. 285e).

Lors de la dissolution des hydrates, l'eau initialement pure se sature progressivement en ions au cours de son trajet vers le haut de l'éprouvette, réduisant ainsi sa capacité à dissoudre les hydrates ce qui explique le gradient observé au niveau des différentes caractéristiques de pores présentées sous forme de profils dans la Fig. 285. Ainsi, les résultats indiquent que le haut de l'éprouvette est très peu dégradé, voire potentiellement "renforcé" par la précipitation de nouvelles phases cimentaires en raison de la saturation de l'eau en ions. La vitesse d'écoulement très lente qui est conditionnée par la faible perméabilité de la matrice, soit de l'ordre de 10^{-10} m/s permettrait ce phénomène de précipités qui est empêchée par un renouvellement d'eau trop rapide. Cette hypothèse de reprécipitassion est appuyée par le profil de porosité totale accessible au mercure P_{Hg} présenté dans la Fig. 285a, ainsi qu'avec celui de la taille moyenne des nanopores D_{nano} illustré dans la Fig. 285d, tous deux montrant des porosités plus faibles en haut de l'éprouvette par rapport à la caractérisation initiale de la microstructure à T0. Cependant une hétérogénéité au niveau des éprouvettes est toujours possible comme autre explication compte que tenu que la variation n'est que de quelques pourcents.

En ce qui concerne la profondeur de dégradation due au lessivage des phases cimentaires, quelques chercheurs (Hayashi et al. 2003 ; Ikegami et al. 2003 ; Committee on Geocement 2014 ; Takahashi et al. 2018) ont rapporté, à partir d'essais de résistance à la compression, que cette profondeur peut atteindre 20 à 50 mm au bout de 20 ans sur une paroi ou des colonnes réalisées en DSM et généralement maturées sur site. Dans la présente expérience de percolation, on constate que certaines caractéristiques des pores dépassent la valeur initiale sur toute la hauteur de l'éprouvette (Fig. 285c et Fig. 285e) ce qui suggère que l'intégralité de l'éprouvette a subi le phénomène de dissolution partielle des hydrates, mais cette valeur initiale pourrait être attribuée aussi à l'hétérogénéité du matériau. Si cette évolution des caractéristiques se confirment lors de la répétabilité des essais de percolation sur une série de matériau DSM de différentes natures, cela voudra dire que l'on est capable avec cet essai de percolation de se rapprocher des dégradations obtenues dans les conditions environnementales sur site, et cela en quelques mois. Si on s'attendait à une dégradation sur plusieurs centimètres qui s'explique par la plus grande perméabilité des matériaux DSM en comparaison des bétons classiques (et ce d'autant plus que la quantité de ciment est faible et que la quantité d'eau de fabrication est grande).

En fin de compte, les résultats des tests de PIM ont révélé l'évolution des caractéristiques des pores et la présence d'un gradient de dégradation dans la morphologie du réseau de pores de la matrice DSM. Ce phénomène ne semble pas être aléatoire, mais au contraire en accord avec l'hypothèse de la dissolution des phases cimentaires associée au gradient chimique qui tend à s'atténuer selon l'axe *z*.

Néanmoins, si on observe des évolutions, le processus de dégradation en jeu, la cinétique de dissolution des hydrates (et la nature précise des hydrates compte tenu du manque des données dans la littérature sur les matériaux DSM à base de ciment au laitier), ainsi que la possibilité de précipitation de nouvelles phases à partir de l'eau saturée en ions, demeurent des phénomènes complexes et non identifiés dans le présent travail. Par conséquent, des investigations plus approfondies s'avèrent nécessaires pour mieux caractériser ce processus et comprendre comment le matériau DSM se dégrade via la lixiviation avec par exemple une possible lixiviation non congruente avec un relargage de Ca en quantité plus ou moins importante par rapport aux autres éléments constitutifs des hydrates, entrainant une variation des rapports Ca/Si associés à ces hydrates et par là même leur tenue mécanique (comme suggéré dans la littérature). Cette étude approfondie du matériau devra contribuer ainsi à mieux cerner la durabilité des matériaux DSM soumis à des conditions naturelles.

8.3.3. Analyse mécanique par nanoindentation

Afin d'examiner l'évolution des propriétés mécaniques, en particulier le module d'Young, de la matrice DSM soumise à 65 jours de percolation et faire le lien avec les évolutions microstructurales observées, des tests de nanoindentation ont été réalisés sur trois zones spécifiques de la partie (**B**). Ces zones correspondent aux mailles bleues en haut de l'éprouvette, aux mailles vertes au milieu, et aux mailles rouges en bas de l'éprouvette, comme illustré dans la Fig. 283b.

Les mesures de nanoindentation pour être représentatives nécessitent des préparations de surface adaptées afin de contrôler l'état de surface en termes de rugosité. Or les matériaux DSM sont constitués de grains de différentes natures et de différentes tailles ainsi que d'une porosité plus ou moins marquée, ce qui entraine en surface une rugosité non négligeable même avec une préparation de surface optimum. Un autre détail a également perturbé les mesures soit le degré de saturation des échantillons : leur maintien dans un état saturé au cours des séries de mesures est requis au maximum. En effet, une évolution est observée au cours des mesures de nanoindentation lorsque les échantillons subissent un séchage au contact de l'air de la salle de mesure. Ainsi bien qu'une étape de polissage produise des surfaces "améliorées" au niveau de la rugosité selon les analyses au microscope optique à profondeur de champ (Keyence), ce n'est pas suffisamment efficace pour faire en sorte que toutes les courbes de chargement/déchargement en nanoindentation soient exploitables (les mesures sont réalisées en aveugle quant à la position testée). On obtient autour de 20 - 40 % de mesures exploitables (en utilisant une pointe d'indentation de type Berkovich).

A partir des courbes exploitables, les modules d'Young sont présentés dans la Fig. 286, après avoir filtré les modules pouvant correspondre aux grains de sable présents dans le sol de VOS, i.e. les modules supérieurs à 50 GPa. En effet, la taille de l'indenteur de type Berkovich utilisé, qui est de l'ordre de quelques dizaines de micromètres, permet d'effectuer des mesures très locales, ce qui permet de caractériser des grains de dimensions plus grandes soit les quartz contenus dans le sable ou les limons.



Fig. 286. Histogrammes illustrant les valeurs du module d'Young évaluées par les tests de nanoindentation en haut (bleu), au milieu (vert) et en bas (rouge) de l'éprouvette percolée pendant 65 jours

En examinant les histogrammes présentés dans la Fig. 286, il est clair que les gammes des modules d'Young obtenues sur les trois zones sont des distributions comparables. Cependant, une légère translation du pic caractéristique vers les valeurs plus basses de module d'Young est observée à mesure que l'on descend vers le bas de l'éprouvette. Cette variation du module, bien que modérée, se corrèle assez bien avec le gradient observé dans les caractéristiques des pores dans la Fig. 285. L'observation de la dégradation du module d'Young devrait être améliorée avec un indenteur de taille millimétrique (macroindentation) permettant de moyenner les valeurs sur une plus large zone prenant en compte de différentes natures et porosité.

8.4. Conclusions

Le présent chapitre portait sur l'exploration de la durabilité des matériaux DSM fabriqués en laboratoire, avec différentes fractions volumiques d'inclusions de sol puis sur les premiers résultats d'un nouveau test de durabilité basé sur des cellules de percolation. Des essais de vieillissement artificiel, comprenant des cycles d'humidification/séchage, ainsi que des essais de percolation ont été réalisés pour simuler la dégradation résultant des variations d'état hydrique ou du lessivage des phases cimentaires du matériau DSM, respectivement. L'objectif principal était d'évaluer l'impact de l'application du protocole de vieillissement artificiel [cycles (A) et (B)] sur les échantillons de matériau DSM à base de sol naturel VOS (soit VOS-MI-A et VOS-MI-B respectivement), en suivant l'évolution de leurs propriétés microstructurales, mécaniques et hydrauliques en fonction du nombre de cycles ainsi que de la fraction volumique des inclusions de sol P_{3Ds} . Les essais de percolation visaient quant à eux à caractériser le gradient de dégradation d'éprouvette de DSM sans inclusions de sol (donc de la matrice sol-ciment bien mixée), à partir de la surface des éprouvettes et selon l'axe de percolation de l'eau pure.

Globalement, les procédures d'altération des différentes propriétés d'ingénierie du matériau DSM ont montré des résultats explicites, et les principales conclusions peuvent être résumées comme suit :

- En raison de la densité de fissuration plus élevée et de la perte de matière due au phénomène d'écaillage, il s'est avéré que les cycles (B) sont plus sévères et plus agressifs que les cycles (A). De plus, cette observation est en accord avec les résultats des essais de caractérisation, qui ont montré que les échantillons de VOS-MI-B soumis aux cycles (B) ont enregistré les pertes de performances micro-hydromécaniques les plus significatives, quelle que soit la fraction P_{3DS}.
- L'observation des fissures à la surface des éprouvettes et des fissures traversantes via la tomographie aux rayons X a démontré que les inclusions de sol jouent un rôle déterminent dans la formation des fissures dans les matériaux DSM au cours de cycles (A) et (B), principalement lors de la phase de séchage. En raison de la capacité de rétention d'eau des inclusions de sol qui est plus élevée que celle de la matrice sol-ciment, les éprouvettes avec une fraction P_{3Ds} croissante développent moins de fissures. Cette rétention d'eau réduit les tensions capillaires liées au séchage partiel du matériau, ce qui se traduit par une diminution de la densité de fissuration, contrairement aux éprouvettes sans inclusions qui représentent le cas le plus extrême en termes de fissuration.
- Les résultats de la PIM ont révélé une diminution de la porosité totale P_{Hg} de la matrice à l'échelle locale au cours des cycles (**A**) et (**B**). Cette observation est associée à la réduction de la quantité des micropores autour de 1 µm situés entre les grains de sables et les agrégats argileux. Cette réduction est clairement attribuée à la précipitation croissante de la calcite CaCO₃ dans ces pores résultant des réactions de carbonatation de la matrice au fil des cycles comprenant une étape de séchage assez intense. De plus, l'évaluation de la teneur en calcite à l'aide d'un analyseur C/S a mis en évidence que les cycles (**B**) avec immersion offrent des conditions plus favorables à la carbonatation du matériau DSM par rapport aux cycles (**A**) avec remontée capillaire. D'autre part, la porosité accessible à l'eau *P*, mesurée à l'échelle des éprouvettes, a montré une légère augmentation de 1 à 3 % au terme des deux premiers cycles, principalement due au développement d'un réseau de fissures, puis a diminué au fil des cycles à cause de la précipitation de la calcite dans le réseau de pores et de fissures.
- Après seulement 2 cycles (A) et (B), la résistance à la compression simple R_c des échantillons de VOS-MI-A et de VOS-MI-B a diminué respectivement de 21 à 55 % et de 36 à 61 %, pour des matériaux DSM avec 0 et 25 % d'inclusions. Ensuite, au-delà des deux premiers cycles (A) et (B), la résistance des

échantillons de DSM a continué à décliner, avec une diminution moins prononcée que pour les premiers cycles, jusqu'à atteindre une résistance résiduelle d'environ 25 à 45 % de la $R_c[T0]$ dans le cas des échantillons de VOS-MI-B. Le module d'Young statique E_{50} des matériaux DSM, mesuré au fil des cycles (A) et (B), a suivi la même tendance que celle de la résistance à la compression, mais avec des taux de diminution plus marqués, en cohérence avec les résultats de la littérature. Cette dégradation des propriétés mécaniques est attribuée à la formation de fissures pendant les cycles de séchage, principalement en raison des tensions capillaires générées, ainsi qu'à la formation de microfissures pouvant se développer par la précipitation des produits issus des réactions de carbonatation.

- La perméabilité à l'eau K des matériaux DSM soumis aux essais de vieillissement artificiel connait une augmentation significative dès les deux premiers cycles (A) et (B). Le taux d'augmentation a été estimé à environ 4 à 5 ordres de grandeur pour les échantillons de VOS-MI-A et à environ 4 à 6 ordres de grandeur pour les matériaux de VOS-MI-B. Ensuite, à partir du 2^{ème} cycle, la perméabilité à l'eau des deux jeux d'éprouvettes (VOS-MI-A et VOS-MI-B) affiche une diminution de 2 à 5 fois et de 2 à 71 fois, respectivement, puis se stabilise globalement. La tendance observée pour cette propriété macroscopique (K) des matériaux DSM est en cohérence avec celle observée pour la porosité totale accessible à l'eau P, mesurée à l'échelle des éprouvettes centimétriques.
- En ce qui concerne l'impact des inclusions de sol sur la dégradation des propriétés mécaniques des matériaux DSM au fil des cycles d'humidification/séchage, les résultats obtenus dans cette étude révèlent que la diminution de la résistance à la compression ainsi que celle du module d'Young statique est d'autant plus significative lorsque la fraction volumique des inclusions de sol P_{3Ds} est élevée, que ce soit au cours des cycles (A) ou après les deux premiers cycles (B). Cela suggère que le rôle catalyseur dans la rupture joué par les inclusions de sol lors de chargement mécanique, ainsi que la déformabilité des échantillons, semblent s'intensifier avec le développement du réseau de fissures. Par ailleurs, de manière inattendue, on constate que le taux d'augmentation de la perméabilité à l'eau K au fil des cycles (A) et (B) est d'autant plus significatif lorsque la fraction volumique des inclusions de sol P_{3Ds} est plus faible. Cela s'explique par le développement accru de fissures pendant les cycles à mesure que la fraction P_{3Ds} diminue dans le matériau DSM. De plus, comme l'écoulement d'eau à travers le matériau DSM est principalement contrôlé par le réseau de fissures plutôt que le réseau de pores, les inclusions de sol jouent un rôle de "dilution" sur la perméabilité effective. Toutefois, le matériau DSM en conditions naturelles et réalistes pourrait être soumis simultanément à des sollicitations hydriques, mécaniques et hydrauliques. Par conséquent, sous une sollicitation mécanique donnée, un matériau DSM contenant une fraction volumique élevée d'inclusions de sol pourrait voir sa perméabilité à l'eau K augmenter de manière plus significative par rapport à un matériau contenant moins d'inclusions, compte tenu de la relation proportionnelle constatée entre le taux de dégradation des propriétés mécaniques et la fraction volumique des inclusions de sol P_{3Ds}. Cette hypothèse devrait être explorée en laboratoire par le biais de tests de perméabilité sous chargement mécanique sur des matériaux DSM préalablement altérés.
- Enfin, après une période de percolation de 65 jours, des tests de percolation sur une matrice de sol-ciment bien malaxée, montrent une dégradation du matériau développée non pas juste en surface mais sur l'échantillon presque dans sa globalité ce qui est assez nouveau. Les résultats des tests de porosimétrie par intrusion de mercure, effectués sur toute la hauteur de l'éprouvette de DSM, ont révélé en effet une évolution significative des caractéristiques des pores. Cela inclut la porosité totale accessible, la taille et la quantité des nanopores associés au mélange d'argile-hydrates, ainsi que des micropores situés entre les grains de sable et les agrégats argileux. En effet, toutes ces caractéristiques ont montré une augmentation progressive à mesure que l'on descend vers le bas de l'éprouvette, là où l'eau pure pénètre dans le matériau. Cette augmentation est attribuée au phénomène de lixiviation, qui provoque la dissolution des hydrates cimentaires en raison du gradient chimique qui s'installe dans l'eau de pore du matériau entre le haut et le bas de l'éprouvette, en termes de concentration en ions et de pH. Parallèlement, les mesures du module d'Young par la technique de nanoindentation ont montré une légère diminution selon l'axe de percolation, du point haut de l'éprouvette considérée comme pratiquement le matériau non dégradé (T0) vers le bas de l'éprouvette au contact de l'eau pure qui pénètre dans le matériau. Le gradient de dégradation observé en termes de caractéristiques des pores et du module d'Young est attribué à la saturation progressive de l'eau distillée en ions libérés lors de la dissolution des CSH au cours de son trajet du bas vers le haut de l'éprouvette.

Conclusion générale

En France, la méthode de Deep Soil Mixing (DSM), en particulier la technique de Trenchmix®, est utilisée pour conforter les digues de la Loire Moyenne depuis 2013. Cependant, l'hétérogénéité du sol, combinée à la taille et à la vitesse de rotation de l'outil de malaxage, entraînent l'apparition d'inclusions de sol non mélangé avec le ciment au sein de la matrice DSM. Cette thèse visait donc à explorer le comportement hydromécanique et la durabilité de ces matériaux hétérogènes, tout en offrant des approches expérimentales et numériques afin de prédire les propriétés de transfert et mécaniques du matériau DSM, ainsi que pour appréhender l'impact des inclusions sur ces propriétés.

L'objectif était donc de mieux comprendre et prédire le comportement du matériau DSM assimilé à un matériau composite avec inclusions "molles" (boulettes de sol non mixé) et des inclusions "rigides" (graviers) et utilisé pour remédier au risque d'érosion/rupture des digues en terre.

Une étude expérimentale a été menée dans le **chapitre (3)** afin de mieux comprendre la structure des pores des mélanges sol-ciment fabriqués en laboratoire à partir d'une variété de sol naturels, d'argiles commercialisées et de sables, utilisant un ciment au laitier (CEM III) avec une prise lente et un mécanisme de réaction de type pouzzolanique. La porosimétrie par intrusion de mercure (PIM), utilisée dans cette étude expérimentale, s'est avérée être un outil approprié pour l'étude des caractéristiques des pores des matériaux DSM. Après avoir démontré que la lyophilisation et l'échange eau/acétone étaient deux méthodes efficaces pour sécher les échantillons de DSM avant la PIM (sans altération significative de la structure des pores), les résultats de ces tests ont illustré l'impact de la teneur en eau de mélange, de la nature/quantité d'argile, de la teneur en ciment CEM III/C, et du temps et de la température de cure, non seulement sur la porosité totale mais aussi sur la distribution de la taille des pores.

La méthode d'ajustement de la teneur en eau dans les mélanges DSM a affecté la structure des pores du matériau durci. La méthode "ouvrable" avec une grande quantité d'eau ajoutée par rapport à la méthode "ferme" a produit une porosité totale plus élevée et une augmentation significative des micro/macropores (100 nm < $D < 5 \,\mu m$ et $D > 5 \,\mu m$, respectivement). La granulométrie des sols (en particulier des argiles) ainsi que leur minéralogie ont induit une microstructure spécifique dans le matériau durci. Non seulement la sensibilité à l'eau des argiles et les réactions pouzzolaniques à long terme ont affecté l'empilement des particules du sol, mais aussi la capacité de l'argile à se disperser dans le coulis de ciment. Un tel phénomène, absent en présence d'illite, a induit un écrantage physique des grains de ciment (laitier et clinker) pendant l'hydratation. Cet écrantage est spécifique à la présence de montmorillonite mais aussi de kaolinite. Les mélanges kaolinitiques (quoique réputés peu sensibles à l'eau) se comportent différemment en fonction de leur sensibilité à l'eau et de leur taille de particules. En effet, les grandes plaquettes rigides dans les mélanges DSM à base de KaoA ont induit une distribution monomodale de la taille des pores, tandis que dans les mélanges DSM à base de KaoC, les particules argileuses ont joué le rôle de filler inerte compte tenu de leurs petites tailles (autour du micron) par rapport aux grains de laitier (atour de 10 µm). Par conséquent, la distribution monomodale de la taille des pores des mélanges DSM à base de KaoC a présenté uniquement des nanopores et une porosité extrêmement faible, ce qui explique ses très bonnes performances mécaniques au-delà de celles d'un simple mélange de sable de Fontainebleau avec du CEM III. En comparaison, le sol naturel VOS ou SPDC ont montré une courbe porométrique bimodale habituelle dans les matériaux DSM avec d'un côté des micropores/macropores liés à la présence de particules de sable associée à une faible quantité de ciment et une quantité d'eau de process assez importante (pores capillaires). D'un autre côté, des nanopores de grand diamètre (ou mésopores) sont présents et associés au mélange entre les particules d'argile dispersées et les grains de laitier en cours d'hydratation. Ainsi, l'ajout de ciment aux mélanges DSM augmente systématiquement la quantité d'hydrates, ce qui se traduisait par une diminution de la quantité et de la taille des micro/macropores entre la matrice cimentaire et les grains de sable quel que soit le matériau DSM, tandis que les mésopores (deuxième famille de nanopores) augmentent. Cette seconde population de pores permet de suivre le degré d'hydratation du ciment notamment en présence de minéraux potentiellement nocifs pour la prise cimentaire.

Le temps de cure présente un effet similaire avec une diminution de la quantité des pores les plus grands corrélée à une augmentation des mésopores liés à la matrice cimentaire. Ce dernier a été attribué à la structuration progressive des hydrates de ciment combinée à des produits de la réaction pouzzolanique associée aux argiles. Enfin, l'effet de la température de cure a été étudié sur des mélanges DSM à base de sol naturel ou d'argile avec une cure dans des conditions endogènes à 20 °C pendant 1 an et à 38 °C pendant 1 mois. La structure poreuse ainsi que les performances mécaniques assez proches entre les deux échantillons a mis en évidence la possible accélération de la période de cure avant d'appliquer des essais mécaniques ou de perméabilité à l'eau. En conclusion, les tests de PIM se sont révélés être un outil puissant pour concevoir et valider des formulations de DSM optimales pour diverses applications et pour assurer la durabilité du matériau.

Pour exploiter la description de la microstructure des mélanges sol-ciment précédemment mise en lumière à l'aide du PIM, et faire le lien entre la perméabilité à l'eau et les différentes caractéristiques des pores, une approche prédictive a été développée dans le **chapitre** (4) pour estimer la perméabilité des matériaux DSM fabriqués en laboratoire en adaptant/optimisant des modèles prédictifs développés dans la littérature. Les mesures de la perméabilité à l'eau expérimentales ont montré un bon accord avec les résultats de trois des quatre modèles prédictifs testés impliquant les propriétés microstructurales du matériau. Une surestimation systématique a cependant été obtenue pour le quatrième modèle. Le modèle le plus prometteur pour des matrices de sol-ciment s'avère au final le modèle développé par Katz et Thompson (1987), et le modèle le plus simple est celui de Deng et al. (2015) car il ne nécessite que la détermination de deux paramètres par l'essai PIM (c'est-à-dire la porosité totale et la taille médiane des pores).

Les trois modèles qui ont montré un bon accord avec les mesures expérimentales ont utilisé la taille des pores les plus petits pour les modèles des capillaires droits et de Katz et Thompson (1987) ou la taille de pores médianes pour le modèle de Deng et al. (2015). Quant au 4^{ème} modèle développé par Ait-Mokhtar et al. (1999), même s'il prend en compte la contribution de chaque famille de pores, la perméabilité calculée surestime significativement la perméabilité expérimentale. Cependant, la perméabilité élémentaire calculée à partir de la contribution des nanopores, calculée à partir de la formule analytique développée par Ait-Mokhtar et al. (1999), est proche de la perméabilité expérimentale. Cette observation confirme l'idée que la nanoporosité reliant tous les autres types de pores, contrôle l'écoulement de l'eau à travers les matériaux cimentaires. Cette observation a conduit au développement d'un modèle étendu basé sur Ait-Mokhtar et al. (1999) pour mieux représenter le comportement des mélanges sol-ciment. La formule modifiée du modèle étendu améliore la correspondance entre la perméabilité mesurée et celle calculée, réduisant la valeur < A > de 191613 à 8.

Ensuite, pour appréhender la perméabilité à l'eau des matériaux DSM dans leur globalité c'est-à-dire avec présence d'inclusions, le modèle de Ren et Santamarina (2018) a été utilisé pour estimer la perméabilité des inclusions de sol non malaxé dans les matériaux DSM de site. Ce modèle donne des résultats en grande partie cohérents avec les mesures expérimentales effectuées in-situ dans le corps de la digue. En outre, le modèle de Katz et Thompson (1987), initialement développé pour les matériaux rocheux, a fourni des résultats acceptables pour estimer la perméabilité à l'eau des graviers incorporés dans la matrice du matériau DSM de site. Finalement, cette approche prédictive a permis d'élaborer une base de données de la perméabilité à l'eau des trois phases composant le matériau DSM. Cette base de données a été utilisée dans une approche numérique basée sur la méthode d'éléments finis et une approche analytique. Cette approche numérique a permis de prédire avec succès la perméabilité à l'eau des échantillons de DSM issus de site et contenant des inclusions de sol et des graviers.

Parallèlement à ces travaux de laboratoire, des sondages carottés ont été effectués sur plusieurs sites de construction sur les digues de la Loire Moyenne pour évaluer l'impact des inclusions de sol non malaxé et des graviers sur les propriétés d'ingénierie des matériaux DSM fabriqués in-situ. Le **chapitre (5)** visait dans un premier temps à identifier et caractériser de manière approfondie les inclusions. Ainsi une nouvelle "méthode 3D" a été élaborée en utilisant une méthode destructive pour l'échantillon de DSM (qui est découpé en tranches) et l'analyse d'images. Il s'agit d'une alternative à la tomographie aux rayons X qui s'est avérée incapable de distinguer les inclusions de sol de la matrice sol-ciment compte tenu de leurs caractéristiques proches. Même si cette méthode a été validée via la tomographie RX en utilisant les graviers comme objet d'étude, cette nouvelle approche 3D semble relativement longue du point de vue pratique et implique du matériel et des traitements d'images conséquents. De plus, étant donné l'épaisseur des sections découpées, d'environ 3 mm, elle engendre des formes 3D plus régulières que les formes réelles et elle ne permet pas de

prendre en compte les inclusions de taille inférieure à 2 mm. Ces éléments sont des freins à l'application de cette méthode. La base de données des fractions volumiques "réelles" établie par la "méthode 3D" a cependant permis de révéler des biais dans les méthodes "1D" et "2D" développées dans la littérature et fréquemment utilisées dans le domaine du DSM. A partir de cette base de données, deux nouvelles méthodologies "plus rapides" ont été développées : la "méthode 3D simplifiée", basée sur l'analyse d'images, et la "méthode 3D de chantier", une approche manuelle et pratique. Ces méthodes, basées sur les principes de stéréologie, permettent une évaluation plus rapide et non biaisée des fractions volumiques des inclusions, avec des découpes de 2 à 3 cm au lieu de 3 mm.

Les différentes méthodes 3D développées, à savoir la "méthode 3D" et la "méthode 3D simplifiée" ont été appliquées dans le chapitre (6) pour évaluer la fraction volumique des inclusions de sol et des graviers sur plus de 150 éprouvettes de DSM prélevées par des sondages carottés sur cinq chantiers des digues de la Loire Moyenne (sur chaque chantier, les caractéristiques des sols traités ainsi que les paramètres de mise en œuvre variaient). Les résultats ont confirmé que la nature du sol traité par le procédé de DSM influence la quantité d'inclusions de sol non malaxé. Par exemple, les matériaux de SC3-R, où le sol était plus argileux, ont présenté les fractions volumiques les plus élevées d'inclusions de sol. En revanche, les matériaux de SC1-M, issus d'un site où le sol traité était plus sableux, ont révélé des fractions volumiques plus élevées de graviers et de grains de sable. L'évaluation de la qualité des écrans étanches construits dans le corps des digues de la Loire Moyenne, en se basant les certains critères de conformité établis dans la littérature ou par la DREAL, telles que la résistance à la compression ($\geq 1,5$ MPa) et la perméabilité à l'eau ($\leq 10^{-8}$ m/s), a montré que la méthode DSM est globalement efficace à long terme, à l'exception des matériaux de SC3-R. La présence d'inclusions de sol en plus grande quantité et de plus grande taille explique en partie cette non-conformité, soulevant des questions sur la faisabilité et l'efficacité de la méthode DSM sur tous les types de sol. Par ailleurs, la résistance à la compression simple semble rester un paramètre pertinent pour évaluer la conformité des travaux de renforcement des digues par la méthode DSM même si ces ouvrages visent des performances en termes d'étanchéité. En effet, les matériaux SC3-R, les seuls à ne pas respecter le critère de résistance, ont également montré les propriétés les moins performantes en termes de porosité à l'eau et au mercure, de densité, de perméabilité à l'eau, de coefficient d'absorption capillaire et de module d'Young statique et dynamique, ce qui est cohérent avec leur résistance à la compression simple.

D'autre part, les corrélations établies entre les propriétés mesurées en laboratoire et les caractéristiques 3D des inclusions ont révélé l'impact de celles-ci sur les performances des matériaux DSM. En effet, une augmentation de la quantité des inclusions de sol entraîne une réduction de résistance et la rigidité, avec une augmentation de la porosité globale et la perméabilité à l'eau. Ces effets sont dus respectivement à l'effet catalyseur de la rupture des inclusions de sol, à la quantité de pores associés à l'ITZ et au décollement des inclusions de la matrice, et aux chemins d'écoulement préférentiels à travers le matériau. D'autre part, en présence de graviers, un effet "compensatoire" est observé sur les différentes propriétés avec une diminution de la perméabilité et une augmentation de la résistance lorsque le pourcentage de graviers augmente. De plus, les résultats des essais mécaniques sur les échantillons de DSM de site ou de laboratoire ont révélé qu'au-delà d'une certaine fraction volumique d'inclusions de sol, soit au-delà de 20 % dans cette étude, la résistance à la compression et le module d'Young statique convergent vers une valeur unique, indépendamment des performances de la matrice solciment, montrant que ce sont les inclusions de sol, lorsque leur quantité atteint un certain seuil, qui contrôlent les performances effectives des matériaux DSM. Ces résultats ont été confirmés par la modélisation numérique. Enfin, une analyse approfondie des résultats a permis d'établir des liens et des corrélations solides entre le module dynamique, la densité humide apparente et les propriétés mécaniques (résistance et rigidité), ainsi que la porosité globale, offrant la possibilité de prédire de manière rapide et non destructive au moins l'ordre de grandeur de ces propriétés, favorisant ainsi leur utilisation dans le contrôle de la qualité du malaxage dans diverses applications faisant appel au DSM. Les résultats des essais sur les carottes ont permis d'établir une base de données ainsi que des corrélations entre les paramètres qui seront très utiles pour la profession.

De plus, dans le **chapitre** (7), une approche numérique 2D et 3D basée sur la méthode d'éléments finis à l'aide du logiciel *COMSOL Multiphysics 6.0* a été développée pour prédire avec précision la réponse hydraulique et mécanique des matériaux DSM de site. Cette approche a tiré parti des données expérimentales collectées dans les chapitres précédents. La principale innovation de cette approche réside dans l'intégration de la zone de transition interfaciale (ITZ) dans les modèles géométriques, mettant ainsi en évidence son rôle crucial dans la réponse hydromécanique des matériaux DSM.

Dans un premier temps, une étude paramétrique a été réalisée sur plusieurs modèles 2D et 3D représentant les matériaux de VOS-MI-TO fabriqués en laboratoire. Ce jeu d'éprouvette a été choisi pour minimiser le nombre de paramètres à contrôler car ce dernier ne contient pas de graviers. Les résultats ont permis de valider les propriétés hydromécaniques des différentes phases du matériau DSM. Ensuite, l'étude paramétrique effectuée sur les modèles numériques 2D et 3D, dans lesquels l'ITZ a été omise, a affiché des résultats incohérents avec les résultats expérimentaux correspondants, avec une sous-estimation marquée de la perméabilité à l'eau effective K_{eff} et une surestimation de la résistance à la compression R_c et du modules d'Young E_{50} , en particulier dans les modèles 3D. En intégrant l'ITZ dans les modèles, une amélioration notable de la concordance a été observée. Par exemple, pour obtenir une bonne correspondance en termes de perméabilité, la perméabilité de l'ITZ K_i devrait être de 10 à 30 fois supérieure à la perméabilité de la matrice K_m , avec une épaisseur d'ITZ d_i de 500 à 1000 µm. En ce qui concerne la résistance à la compression, un facteur multiplicateur $b[R_c]$ de 0,23 à 0,77 a été nécessaire, sans que le facteur b[E] ait une incidence sur la résistance globale R_c . Enfin, pour obtenir une concordance en termes du module d'Young, un facteur $b[R_c]$ de 0,23 à 0,44 et un facteur b[E] de 0,20 à 0,50 ont été requis. Bien que ces résultats soulignent le rôle crucial de l'ITZ dans la réponse hydromécanique globale des matériaux DSM, il n'existe pas de combinaison unique de paramètres $(d_i; b[K]; b[R_c]; b[E])$ permettant d'estimer de manière optimale la réponse hydromécanique des matériaux DSM, quelle que soit la fraction volumique des inclusions P_{3DS} . Par conséquent, deux épaisseurs d_i de 500 et 1000 µm, deux facteurs b[K] de 10 et 20 et des facteurs $b[R_c]$ et b[E] de 0,5 ont été sélectionnés pour calculer la réponse hydraulique et mécanique des matériaux DSM étudiés. L'épaisseur de l'ITZ retenue de 500 à 1000 µm, est cohérente avec l'épaisseur de la zone moins cimentée révélée expérimentalement autour des inclusions de sol.

Dans un second temps, en analysant les résultats des simulations numériques effectuées sur les modèles 2D et 3D des matériaux DSM de laboratoire ou provenant de site, il s'est avéré que les modèles 2D ne sont pas appropriés pour estimer avec précision la perméabilité des matériaux DSM, que la région de l'ITZ soit intégrée ou non. En revanche, le passage à des modèles 3D améliore la concordance avec les résultats expérimentaux, en particulier pour les deux combinaisons (d_i ; b[K]) de (500 µm; 20) et (1000 µm; 10). En ce qui concerne les résultats des calculs mécaniques, tous les modèles dont l'ITZ a été intégrée offrent une meilleure concordance par rapport aux modèles sans ITZ. Cependant, les modèles 2D contenant des inclusions de forme réelle semblent être les plus prometteurs pour estimer la résistance à la compression et le module d'Young. Ils présentent en outre l'avantage de temps de calcul significativement plus courts par rapport aux calculs utilisant un modèle 3D (les durées de calcul étant réduites d'environ 40 fois).

Pour aller plus loin, deux nouvelles approches prédictives ont été développées : une approche numérique basée sur la méthode EF, utilisant les modèles artificiels "3D-FS-ITZ" dans le logiciel *COMSOL Multiphysics 6.0*, et une approche analytique basée sur un simple test de PIM, pour estimer la perméabilité de la matrice K_m à l'aide du modèle de Katz & Thompson, ainsi la quantification des inclusions de sol et des graviers à l'aide des méthodes 3D développées dans le **chapitre (5)**. Ces deux nouvelles approches permettent d'estimer la perméabilité effective K_{eff} en tenant en compte la contribution de la matrice sol-ciment à l'écoulement et l'impact de la présence des inclusions de sol ainsi que des graviers dans le matériau, tout en tenant compte directement ou indirectement l'influence de l'ITZ. Les résultats de l'approche numérique et analytique ont indiqué qu'elles peuvent prédire la perméabilité à l'eau des matériaux DSM avec des variations maximales respectives de 3,6 et 3,9 fois par rapport aux valeurs expérimentales.

Le dernier chapitre soit le **chapitre** (8) a exploré quant à lui la durabilité des matériaux DSM fabriqués en laboratoire avec différentes fractions volumiques de boulettes de sol, puis un nouveau test de durabilité basé sur des cellules de percolation a été introduit. Des essais de vieillissement artificiel, comprenant des cycles d'humidification/ séchage [cycles (A) impliquant un séchage dans une enceinte climatique à 20 °C avec 65 % d'HR, suivi d'une saturation par remontée capillaire – cycles (B) impliquant un séchage plus poussé dans une étuve à 45 °C, suivi d'une immersion des éprouvettes dans l'eau à 20 °C], ainsi que des essais de percolation ont été réalisés pour simuler la dégradation résultant des variations d'état hydrique (variations jugées extrêmes) ou du lessivage des phases cimentaires du matériau DSM, respectivement.

Concernant l'impact des essais de vieillissement artificiel, c'est-à-dire les cycles humides/secs, l'observation visuelle des fissures en surface des éprouvettes et des fissures traversantes via la tomographie aux rayons X a démontré que les inclusions de sol jouent un rôle déterminent dans la formation des fissures dans les matériaux

DSM pendant les cycles (A) impliquant une remontée capillaire et (B) avec une étape d'immersion. Cependant contre toute attente, les éprouvettes contenant une fraction P_{3Ds} croissante ont développé moins de fissures en raison de la capacité des inclusions de sol à retenir l'eau de manière plus importante par rapport à la matrice sol-ciment (effet de succion des argiles), réduisant ainsi les tensions capillaires liées au séchage partiel du matériau. Ensuite, sur le plan microstructural, des réductions de la porosité totale accessible au mercure P_{Ha} de la matrice à l'échelle locale ont été observées pendant les cycles (A) et (B), liées à la précipitation croissante de la calcite CaCO₃ dans les micropores autour de 1 μ m situés entre les grains de sable et les agrégats argileux, résultant des réactions de carbonatation de la matrice dues au séchage intensif. D'autre part, la porosité totale accessible à l'eau P, mesurée à l'échelle des éprouvettes, a légèrement augmenté de 1 à 3 % après les deux premiers cycles, principalement en raison du développement d'un réseau de fissures, puis a diminué au fil des cycles à cause de la précipitation de la calcite dans le réseau de pores et de fissures. Cela signifie que le phénomène de carbonatation est plutôt favorable pour diminuer la porosité du matériau DSM au cours du temps. En parallèle, sur le plan des propriétés hydrauliques, la perméabilité K a considérablement augmenté dès les deux premiers cycles (A) et (B), soit d'environ 4 à 6 ordres de grandeur. Ensuite, à partir du 2^{ème} cycle, la perméabilité K a affiché une diminution de 2 à 71 fois, puis s'est globalement stabilisée, suivant la même tendance observée pour la porosité à l'eau P. Enfin, sur le plan mécanique, après seulement 2 cycles (A) et (B), la résistance à la compression simple R_c des échantillons de VOS-MI-A et de VOS-MI-B a diminué respectivement de 21 à 55 % et de 36 à 61 %, selon la fraction P_{3Ds} . Cette diminution persiste au fil des cycles même si elle est moins prononcée que pour les premiers cycles. Le module d'Young statique E_{50} suit la même tendance que celle de la R_c , mais avec des taux de diminution plus importants, en raison de la formation de fissures pendant les cycles de séchage.

Par ailleurs, en ce qui concerne l'impact des inclusions de sol sur la dégradation des propriétés mécaniques des matériaux DSM au fil des cycles d'humidification/séchage, cette étude révèle que la diminution de la résistance à la compression R_c ainsi que celle du module d'Young E_{50} est d'autant plus significative lorsque la fraction P_{3Ds} est élevée. Cela suggère que le rôle catalyseur des inclusions de sol dans la rupture lors de chargement mécanique, ainsi que leur déformabilité, s'intensifient avec le développement du réseau de fissures. D'autre part, de manière inattendue, le taux d'augmentation de la perméabilité K au fil des cycles (**A**) et (**B**) est d'autant plus significatif que la fraction P_{3Ds} est faible. Cela s'explique par le développement accru de fissures pendant les cycles à mesure que P_{3Ds} diminue dans le matériau DSM. De plus, comme l'écoulement d'eau à travers le matériau DSM est principalement contrôlé par le réseau de fissures plutôt que le réseau de motion de sol jouent un rôle de "dilution" sur la perméabilité effective, en diminuant la fraction volumique de la matrice sol-ciment fissurée.

Finalement, le matériau DSM en conditions naturelles et réalistes pourrait être soumis simultanément à des sollicitations hydriques, mécaniques et hydrauliques. Par conséquent, sous une sollicitation mécanique donnée, un matériau DSM contenant une fraction volumique élevée d'inclusions de sol pourrait voir sa perméabilité à l'eau K augmenter de manière plus significative par rapport à un matériau contenant moins d'inclusions, compte tenu de la relation proportionnelle constatée entre le taux de dégradation des propriétés mécaniques et la fraction volumique des inclusions de sol P_{3Ds} . Cette hypothèse devrait être explorée en laboratoire par le biais de tests de perméabilité sous chargement mécanique sur des matériaux DSM préalablement altérés.

Enfin, en ce qui concerne la dégradation chimique du matériau DSM, après une période de 65 jours, des tests de percolation sur une matrice de sol-ciment bien malaxée, montrent une dégradation du matériau développée non pas juste en surface mais sur presque la globalité de l'échantillon qui fait 5 cm. Ce comportement est assez nouveau et suggère que cet essai est en mesure de produire de manière accélérée les effets d'un flux d'eau pur au travers de la matrice DSM. Les résultats des tests de porosimétrie par intrusion de mercure, effectués sur toute la hauteur de l'éprouvette de DSM, ont révélé en effet une évolution significative des caractéristiques des pores. Cela inclut la porosité totale accessible, la taille et la quantité des nanopores associés au mélange d'argile-hydrates, ainsi que des micropores situés entre les grains de sable et les agrégats argileux. En effet, toutes ces caractéristiques ont montré une augmentation progressive à mesure que l'on descend vers le bas de l'éprouvette, là où l'eau pure pénètre dans le matériau. Cette augmentation est attribuée au phénomène de lixiviation, qui provoque la dissolution des hydrates cimentaires en raison du gradient chimique qui s'installe dans l'eau de pores du matériau entre le haut et le bas de l'éprouvette, en termes de concentration en ions et de pH. Parallèlement, les mesures du module d'Young par la technique de nanoindentation ont montré une légère diminution selon l'axe de percolation, depuis le haut de l'éprouvette considérée comme pratiquement

équivalente au matériau non dégradé (T0) vers le bas de l'éprouvette au contact de l'eau pure qui pénètre dans le matériau. Le haut de l'éprouvette a cependant montré des différences avec le matériau non dégradé (T0) avec des valeurs de porosité plus petites, ce qui laisserait entendre que des reprécipitations sont également possibles parallèlement au processus de dissolution des hydrates cimentaires spécifique à la partie amont de l'éprouvette. Le gradient de dégradation observé en termes de caractéristiques des pores et du module d'Young est quant à lui attribué à la saturation progressive de l'eau distillée en ions libérés lors de la dissolution des hydrates au cours de son trajet du bas vers le haut de l'éprouvette.

Perspectives

Les résultats obtenus dans cette thèse marquent une avancée importante dans la compréhension du comportement des mélanges sol-ciment élaborés par la méthode DSM, apportant des contributions considérables à plusieurs domaines clés. Cependant, plusieurs questions restent encore en suspens et de nouvelles études sont à prévoir afin d'approfondir plusieurs points listés dans les paragraphes qui suivent.

Si les résultats de la littérature ont montré que la circulation de l'eau à travers les sols est régulée par la taille et la quantité des macropores situés entre les grains de sable et les agrégats argileux, le **chapitre (4)** n'a pas identifié les paramètres théoriques contrôlant le processus d'écoulement à travers les matériaux DSM qui mixent sol et ciment. Une formule simple a été élaborée à partir d'une base de données avec un nombre de points limité, pour l'évaluation rapide de la perméabilité. L'utilisation d'une base de données plus étendue (avec un plus grand nombre de mélanges sol-ciment fabriqués en laboratoire ou collectés in-situ) devraient permettre de mieux prendre en compte les spécificités des matériaux DSM telles que la nature du sol (en particulier la minéralogie avec la teneur en argile et la sensibilité de l'argile à l'eau), les paramètres de mise en œuvre, les inclusions (sol et graviers), ainsi que la présence d'ITZ autour des inclusions (interface à caractériser). En outre, les techniques avancées d'imagerie 3D comme la tomographie de rayons X (sur de petits échantillons) devraient fournir une caractérisation plus complète du réseau de pores, en particulier les paramètres morphologiques tels que la tortuosité, l'interconnexion ou la constrictivité, permettant le développement de formules analytiques plus complètes mais plus complexes décrivant le processus d'écoulement de l'eau à travers les matériaux à base de ciment.

Dans le **chapitre** (6), bien que les observations au MEB n'aient pas confirmé l'existence de l'ITZ autour des inclusions de sol et des graviers, principalement en raison de la limite de résolution de l'appareil utilisé, les observations au microscope optique en utilisant des différences de couleur en lumière naturelle, ont révélé une couche d'environ 2 mm entourant les inclusions de sol non malaxé avec le ciment. En se basant sur des observations indirectes soit les zones préférentielles de pénétration de l'air dans les éprouvettes de DSM (avec changement visuel de la couleur de la matrice cimentaire couplé à la carbonatation de la matrice entrainant une modification du réseau de pore), la nature plus poreuse des ITZ autour des inclusions semble se confirmer. Les caractéristiques des ITZ en termes de porosité ont également été introduites dans les simulations numériques de la réponse des matériaux DSM et une validation partielle de ces caractéristiques ont été obtenues par confrontation avec l'expérimental. Afin d'aller plus loin dans l'étude de l'ITZ des analyses plus poussées seraient nécessaires, incluant des observations au MEB à haute résolution pour explorer la morphologie du réseau de pores et la quantité des vides ainsi que des tests de nanoindentation afin d'explorer l'existence d'un gradient de module d'Young de l'inclusion de sol vers le reste de la matrice.

L'approche numérique basée sur les méthodes EF proposée dans le **chapitre** (7) de cette thèse a permis de mettre en place des modèles de calcul 2D et 3D pour simuler avec succès la réponse hydromécanique des matériaux DSM confectionnés en laboratoire ou provenant de site, révélant le rôle des inclusions de sol ainsi que l'influence de la zone de transition interfaciale (ITZ) sur les propriétés globales du matériau en question. Cependant, la présence des graviers, pouvant avoir un effet compensatoire sur les propriétés mécaniques et jouer un rôle de "tortuosité" et de "dilution" sur les propriétés de transfert, n'a pas été considérée dans ce chapitre. De plus, certaines caractéristiques des inclusions de sol, à savoir leur distribution de taille, leur forme, leur position relative dans l'espace, n'ont pas non plus été examinées. Ces points devront être étudiés plus en détail dans le cadre de futurs travaux de recherche.

En outre, lors de l'analyse en 2D de la taille des inclusions sur les échantillons de DSM provenant du site ou sur les sous-blocs en DSM excavés dans les deux premiers mètres de l'écran étanche dans le **chapitre (5)**, on observe un effet d'échelle significatif lors du prélèvement et de la caractérisation des matériaux DSM en laboratoire, lié à la présence d'inclusions de sol et de graviers dont la taille est comparable, voire supérieure, au diamètre des carottes dont sont issus les échantillons testés. Cela pourrait remettre en question la représentativité des essais hydromécaniques réalisés sur des échantillons décimétriques prélevés in-situ sur

l'écran en DSM ou confectionnés en laboratoire. Outre la solution consistant à réaliser des carottages de grande dimension sous réserve d'avoir des cellules/presses pour les tests adaptés, il est possible de contourner cette difficulté en étudiant numériquement cet effet d'échelle. Pour cela, on pourra simuler des échantillons de différentes tailles, voire des écrans étanches dans leur globalité, en se basant sur la distribution de taille des inclusions de sol et de graviers déterminée à partir des sous-blocs.

Finalement, en ce qui concerne les essais de percolation présentés dans le chapitre (8), les premiers résultats obtenus lors de la mise en place de la méthodologie demandent à être approfondis par de la répétabilité et des tests sur plusieurs matrices DSM, pour mieux appréhender le processus de dégradation géochimique de cette dernière, y compris sa cinétique encore mal cernée. Des analyses chimiques de l'eau percolée recueillie à la sortie de l'éprouvette (y compris les colloïdes issus d'un transport de matière ou d'une érosion de la matrice) et des observations au MEB couplées à des analyses chimiques locales par EDX (cartographie) et des observations au microscope optique (de type pétrographie) devraient permettre de mieux décrire l'évolution de la morphologie du réseau de pores et des phases minérales au cours de la percolation de l'eau au travers du matériau DSM (la composition de l'eau pouvant être modifiée pour se caler sur la composition de l'eau du site). Des mesures à la microsonde permettraient potentiellement également de suivre l'évolution de la composition moyenne des hydrates cimentaires et leur teneur en Ca que l'on relie dans la littérature à leur propriétés mécanique. Toutes ces études contribueront à l'amélioration du protocole mis en place pour le test de percolation, permettant ainsi de construire une base de données solide sur la dégradation chimique du matériau en corrélation avec l'évolution de ses propriétés macroscopiques et de sa durabilité. Ces données pourront servir alors à élaborer les lois de comportement nécessaires pour des simulations numériques permettant de prédire la dégradation à long terme des matériaux DSM.

Références bibliographiques

A

- Abell, A. B., Willis, K. L., & Lange, D. A. (1999). Mercury intrusion porosimetry and image analysis of cement-based materials. *Journal of colloid and interface science*, 211(1), 39-44.
- AFGC (2004). Conception des bétons pour une durée de vie donnée des ouvrages Maîtrise de la durabilité vis-à-vis de la corrosion des armatures et de l'alcali-réaction. *Association Française de Génie Civil*, France, 252 p.
- AFNOR (1992). Sols : reconnaissance et essais Analyse granulométrique des sols Méthode par sédimentation. Normes nationales et documents normatifs nationaux. NF P94-057, 17 p.
- AFNOR (1993). Sols : reconnaissance et essais Détermination des limites d'Atterberg Limite de liquidité à la coupelle Limite de plasticité au rouleau. *Normes nationales et documents normatifs nationaux*. NF P94-051, 15 p.
- AFNOR (1995). Sols : reconnaissance et essais Identification granulométrique Méthode de tamisage par voie humide. Normes nationales et documents normatifs nationaux. XP P94-041, 11 p.
- AFNOR (1998a). 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. *Normes nationales et documents normatifs nationaux*. NF P94-068, 8 p.
- AFNOR (1998b). Spécification géométrique des produits (GPS) État de surface : méthode du profil Termes, définitions et paramètres d'état de surface. *Normes nationales et documents normatifs nationaux*. NF EN ISO 4287, 56 p.
- AFNOR (1999a). Qualité des sols Méthodes chimiques Détermination de la capacité d'échange cationique (CEC) et des cations extractibles. *Normes nationales et documents normatifs nationaux*. NF X31-130, 15 p.
- AFNOR (1999b). Méthodes d'essai des mortiers pour maçonnerie Partie 3 : détermination de la consistance du mortier frais (avec une table à secousses). *Normes nationales et documents normatifs nationaux*. NF EN 1015-3, 13 p.
- AFNOR (1999c). Méthodes d'essai pour pierres naturelles Détermination du coefficient d'absorption d'eau par capillarité. Normes nationales et documents normatifs nationaux. NF EN 1925, 12 p.
- AFNOR (2001). Roches Essais pour déterminer les propriétés physiques des roches Partie 3 : détermination de la porosité. *Normes nationales et documents normatifs nationaux*. NF P94-410-3, 11 p.
- AFNOR (2003a). Eurocodes structuraux Bases de calcul des structures. Normes nationales et documents normatifs nationaux. NF EN 1990, 76 p.
- AFNOR (2003b). 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. *Normes nationales et documents normatifs nationaux*. NF EN 13286-41, 12 p.
- AFNOR (2004a). Béton Partie 1 : spécification, performances, production et conformité. *Normes nationales et documents normatifs nationaux*. NF EN 206-1, 76 p.
- AFNOR (2004b). Méthodes d'essai pour pierres naturelles Détermination du module d'élasticité dynamique (par la mesure de la fréquence de résonance fondamentale). *Normes nationales et documents normatifs nationaux*. NF EN 14146, 14 p.
- AFNOR (2005a). Eurocode 7 : calcul géotechnique Partie 1 : règles générales. Normes nationales et documents normatifs nationaux. NF EN 1997-1, 145 p.
- AFNOR (2005b). Exécution de travaux géotechniques spéciaux Colonnes de sol traité. Normes nationales et documents normatifs nationaux. NF EN 14679, 53 p.
- AFNOR (2005c). Reconnaissance et essais géotechniques Essais de laboratoire sur les sols Partie 11 : détermination de perméabilité à charge constante et à charge variable décroissante. *Normes nationales et documents normatifs nationaux*. XP CEN ISO/TS 17892-11, 28 p.
- AFNOR (2012). Ciment Partie 1 : composition, spécifications et critères de conformité des ciments courants. Normes nationales et documents normatifs nationaux. NF EN 197-1, 38 p.

- AFNOR (2018). Matériaux métalliques Essai de dureté Vickers Partie 1 : méthode d'essai. Normes nationales et documents normatifs nationaux. NF EN ISO 6507-1, 40 p.
- Aït–Mokhtar, A., Amiri, O., & Sammartinot, S. (1999). Analytic modelling and experimental study of the porosity and permeability of a porous medium – application to cement mortars and granitic rock. *Magazine of Concrete Research*, 51(6), 391-396.
- Akcanca, F., & Aytekin, M. (2014). Impact of wetting–drying cycles on the hydraulic conductivity of liners made of limestabilized sand–bentonite mixtures for sanitary landfills. *Environmental earth sciences*, 72, 59-66.
- Akçaoğlu, T., Tokyay, M., & Çelik, T. (2004). Effect of coarse aggregate size and matrix quality on ITZ and failure behavior of concrete under uniaxial compression. *Cement and concrete composites*, 26(6), 633-638.
- Akin, M. K. (2016). Experimental studies on the physico-mechanical properties of jet-grout columns in sandy and silty soils. *Journal of African Earth Sciences*, 116, 190-197.
- Aldaood, A., Bouasker, M., & Al-Mukhtar, M. (2014). Impact of wetting-drying cycles on the microstructure and mechanical properties of lime-stabilized gypseous soils. *Engineering Geology*, 174, 11-21.
- Alexander, M., Arliguie, G., Ballivy, G., Bentur, A., & Marchand, J. (1999). Engineering and Transport Properties of the Interfacial Transition Zone in Cementitious Composites. *Report 20, RILEM Publications S.A.R.L.*
- Alós Shepherd, D., Kotan, E., & Dehn, F. (2018). State-of-the-Art Report-Plastic Concrete for Cut-Off Walls. Institute of Concrete Structures and Building Materials (IMB).
- Allison, P. G., Weiss Jr, C. A., Moser, R. D., Diaz, A. J., Rivera, O. G., & Holton, S. S. (2015). Nanoindentation and SEM/EDX characterization of the geopolymer-to-steel interfacial transition zone for a reactive porcelain enamel coating. *Composites Part B: Engineering*, 78, 131-137.
- Altman, S. J., Uchida, M., Tidwell, V. C., Boney, C. M., & Chambers, B. P. (2004). Use of X-ray absorption imaging to examine heterogeneous diffusion in fractured crystalline rocks. *Journal of contaminant hydrology*, 69(1-2), 1-26.
- Amrioui, J., Le Kouby, A., Duc, M., Guedon, J. S., & Saussaye, L. (2022). Impact des inclusions de sol dans la matrice du matériau Deep Soil Mixing. 11^{èmes} Journées Nationales de Géotechnique et de Géologie de l'Ingénieur, Lyon, France, 8 p.
- Amrioui, J., Le Kouby, A., Duc, M., Guedon, J. S., & Lansac, F. (2023a). Relationship between Porosity and Water Permeability for Deep Soil Mixing Material. *International Journal of Geomechanics*, 23(7), 04023086.
- Amrioui, J., Duc, M., Le Kouby, A., Guedon, J. S., Saussaye, L., Aimedieu, P., Hemmati, S., Willot, F., & Dokladal, P. (2023b). Characterization by image analysis of materials heterogeneities produced by the Deep Soil Mixing technique. *Materials Today: Proceedings*, X(x), Y-Z.
- Amparano, F. E., Xi, Y., & Roh, Y. S. (2000). Experimental study on the effect of aggregate content on fracture behavior of concrete. *Engineering Fracture Mechanics*, 67(1), 65-84.
- Anger, R., & Fontaine, L. (2009). Bâtir en terre, du grain de sable à l'architecture, éditions Belin. *Cité des sciences et de l'industrie*, Parigi.
- Argane, R. (2015). Valorisation des rejets miniers à faible teneur en sulfures comme granulats pour mortiers. *Thèse de doctorat en chimie*, INSA Lyon, France.
- Arnold, M., Beckhaus, K., & Wiedenmann, U. (2011). Cut-off wall construction using Cutter Soil Mixing: a case study. geotechnik, 34(1), 11-21.
- Arsenault, J. (1999). Etude des mécanismes de transport des ions chlore dans le béton en vue de la mise au point d'un essai de migration. *Thèse de doctorat en génie civil*, INSA de Toulouse, France.
- Arulrajah, A., Yaghoubi, M., Disfani, M. M., Horpibulsuk, S., Bo, M. W., & Leong, M. (2018). Evaluation of fly ashand slag-based geopolymers for the improvement of a soft marine clay by deep soil mixing. *Soils and foundations*, 58(6), 1358-1370.
- ASTM (1995). Standard test for unconfined compressive strength of cohesive soils. *Annual Book of ASTM standards, American society for testing and materials*, ASTM- D-2166-91, 7 p.
- ASTM (2003). Standard test methods for wetting and drying compacted soil-cement mixtures. ASTM International (ASTM), ASTM-D559, 7 p.
- ASTM (2012). Standard Test Method for Knoop and Vickers Hardness of Materials. ASTM International (ASTM), ASTM- E384-11, 43 p.

B

- Babasaki, R., Kawasaki, T., & Niina, A. (1980). Study of the deep mixing method using cement hardening agent (Part 9). In Proceedings of the 15th Annual Conference of the Japanese Society of Soil Mechanics and Foundation Engineering, 713-716 (in Japanese).
- Bahafid, S., Ghabezloo, S., Faure, P., Duc, M., & Sulem, J. (2018). Effect of the hydration temperature on the pore structure of cement paste: Experimental investigation and micromechanical modelling. *Cement and Concrete Research*, 111, 1-14.
- Baker, S. (2000). Rapport 7 Deformation Behaviour of Lime/Cement Column Stabilized Clay. Swedish Deep Stabilization Research Centre, 203 p.
- Barnes, B. D., Diamond, S., & Dolch, W. L. (1978). The contact zone between Portland cement paste and glass "aggregate" surfaces. *Cement and Concrete Research*, 8(2), 233-243.
- Baroghel-Bouny, V. (1994). Caractérisation microstructurale et hydrique des pâtes de ciment et des bétons ordinaires et à très hautes performances. *Thèse de doctorat en structures et matériaux*, Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, France.
- Baroghel-Bouny, V. (2005a). Nouvelle approche de la durabilité du béton. Indicateur de durabilité. *Techniques de l'Ingénieur*, C2245 V1.
- Baroghel-Bouny, V. (2005b). Nouvelle approche de la durabilité du béton. Méthodologie et exemples. *Techniques de l'Ingénieur*, C2246 V1.
- Barruol, G., & Kern, H. (1996). Seismic anisotropy and shear-wave splitting in lower-crustal and upper-mantle rocks from the Ivrea Zone—experimental and calculated data. *Physics of the Earth and Planetary Interiors*, 95(3-4), 175-194.
- BBRI (2018). Handbook Soil mix walls. Taylor and Francis Group, ISBN 978 90 5367 6441 7.
- Beaudoin, J. J. (1979). Porosity measurement of some hydrated cementitious systems by high pressure mercury intrusionmicrostructural limitations. *Cement and Concrete Research*, 9(6), 771-781.
- Beaudoin, J. J., Gu, P., Marchand, J., Tamtsia, B., Myers, R. E., & Liu, Z. (1998). Solvent replacement studies of hydrated Portland cement systems: the role of calcium hydroxide. *Advanced Cement Based Materials*, 8(2), 56-65.
- Beaudoin, J. J., Tamtsia, B., Marchand, J., & Myers, H. R. (2000). Solvent exchange in partially saturated and saturated microporous systems: length change anomalies. *Cement and concrete research*, 30(3), 359-370.
- Beckhaus, K., Schmitz, S., Schwarz, W., Bauer, E., Semprich, S., & Zenz, G. (2009). Deep cut-off walls constructed under dams with trench cutters. *In Proceedings of the 2nd international conference - long term behaviour of dams*, (*LTBD09*), Technischen Universität Graz, 294-299.
- Beixing, L., Mingkai, Z., & Jiliang, W. (2011). Effect of the methylene blue value of manufactured sand on performances of concrete. *Journal of Advanced Concrete Technology*, 9(2), 127-132.
- Bellato, D., Marzano, I. P., & Simonini, P. (2020). Microstructural analyses of a stabilized sand by a deep-mixing method. *Journal of Geotechnical and Geoenvironmental Engineering*, 146(6), 04020032.
- Bellmann, F., & Stark, J. (2009). Activation of blast furnace slag by a new method. *Cement and Concrete Research*, 39(8), 644-650.
- Ben Amor, K., Temimi, M., Camps, J. P., & Laquerbe, M. (1997). Stabilisation à froid de matériaux montmorillonitiques par du ciment Portland. *Materials and structures*, 30(6), 355.
- Benhamou, L., & Mathieu, F. (2012). Geomix caissons against liquefaction. In Proceedings of the international symposium on ground improvement ISSMGE-TC 211, Brussels, Belgium, 33-40.
- Bentz, D. P., & Garboczi, E. J. (1991). Percolation of phases in a three-dimensional cement paste microstructural model. *Cement and concrete research*, 21(2-3), 325-344.
- Bentz, D. P. (2000). Fibers, percolation, and spalling of high-performance concrete. *Materials Journal*, 97(3), 351-359.
- Bergado, D. T., Ruenkrairergsa, T., Taesiri, Y., & Balasubramaniam, A. -S. (1999). Deep soil mixing used to reduce embankment settlement. *In Proceedings of the Institution of Civil Engineers-Ground Improvement*, 3(4), 145-162.
- Bergado, D. T., & Lorenzo, G. A. (2005). Economical mixing method for cement deep mixing. *Innovations in grouting and soil improvement*, 1-10.

- Bhadriraju, V., Puppala, A., Madhyannapu, R., & Williammee, R. (2007). Laboratory procedure to obtain well-mixed soil binder samples of medium stiff to stiff expansive clayey soil for deep soil mixing simulation. *Geotechnical Testing Journal*, 31(3), 225-238.
- Bonifaz, E. A., Baus, J., & Lantsoght, E. O. (2017). Modeling concrete material structure: a two-phase meso finite element model. *Journal of Multiscale Modelling*, 8(02), 1750004.
- Borges, P. H., Costa, J. O., Milestone, N. B., Lynsdale, C. J., & Streatfield, R. E. (2010). Carbonation of CH and C–S–H in composite cement pastes containing high amounts of BFS. *Cement and concrete research*, 40(2), 284-292.
- Boussafir, Y. (2019). Durabilité des digues fluviales : Une réflexion inspirée des digues de Loire. *Thèse de doctorat en géotechnique*, Université Paris-Est, France.
- Boussafir, Y., Ananfouet, Y., Fargier, Y., Lopes, S. P., Le Kouby, A., & Saussaye, L. (2015). Qualification des méthodes géophysiques pour le contrôle et le suivi des panneaux de sol renforcé réalisés par la technique du Soil Mixing.
- Boussafir, Y., Saussaye, L., Dissler, E., & Durand, E. (2018). Des anomalies géotechniques à l'origine de propositions d'indicateurs de durabilité pour les digues fluviales. 9^{èmes} Journées Nationales de Géotechnique et de Géologie de l'Ingénieur, Champs-sur-Marne, France, 9 p.
- Boussafir, Y., Tourtment, R., Veylon, G., Durand, E., Saussaye, L., & Reiffsteck, P. (2019). Évaluer l'impact du vieillissement des digues sur les mécanismes et scénarios de rupture. Digues Maritimes et Fluviales de Protection contre les Inondations: Digues 2019 (pp. 9-p).
- Boutonnier, L., Boussafir, Y., Tourment, R., & Courivaud, J. R. (2022). Effet du changement climatique sur les mécanismes de retrait-gonflement et la stabilité des digues et barrages. 27^{ème} congrès des Grands Barrages Commission Internationale des Grands Barrages (CIGB), Marseille, France, 21 p.
- Boutonnier, L., Bufalo, M., Dubreucq, T., Fry, J.-J., Lejeune, J.-M., & Mahmutovic, D. (2019). Conception et construction des ouvrages en sols fins. *Presses des Ponts (ISBN : 9782859785222)*, 512 p.
- Broms, B. B. (1999). Design of lime, lime/cement and cement columns. *In Proceedings of International Conference on Dry Mix Methods for Deep Soil Stabilization*, Balkema, Rotterdam, Netherlands, 125-153.
- Bruce, D. A., Bruce, M. E. C., & DiMillio, A. F. (1998a). Deep mixing method: A global perspective. *Civil Engineering ASCE*, 68(12), 38-41.
- Bruce, D. A., Bruce, M. E. C., & DiMillio, A. F. (1998b). Deep mixing method: A global perspective. *Geotechnical special publication*, 1-26.
- Bruce, D. A., Bruce, M. E. C., & Dimillio, A. F. (1999). Dry mix methods: A brief overview of international practice. In Proceedings of International Conference on Dry Mix Methods for Deep Soil Stabilization, Balkema, Rotterdam, Netherlands, 15-25.
- Bruce, D.A. (2000). Supplemental Reference Appendices for an Introduction to the Deep Mixing Method as Used in Geotechnical Applications, Volume II: Appendices. *Federal Highway Administration*, No. FHWA-RD-99-144, Washington, DC
- Bruce, D. A. (2001). An introduction to the deep mixing methods as used in geotechnical applications, Volume III: The Verification and Properties of Treated Ground. *Federal Highway Administration*, No. FHWA-RD-99-167, Washington, DC, 455 p.
- Bruce, M. E. C., Berg, R. R., Filz, G. M., Terashi, M., Yang, D. S., Collin, J. G., & Geotechnica, S. (2013). Federal Highway Administration design manual: Deep mixing for embankment and foundation support, No. FHWA-HRT-13-046, Washington, DC, 228 p.
- Bui, P. T., Ogawa, Y., Nakarai, K., Kawai, K., & Sato, R. (2017). Internal curing of Class-F fly-ash concrete using highvolume roof-tile waste aggregate. *Materials and Structures*, 50, 1-12.
- Bungey, J. H. (1980). The validity of ultrasonic pulse velocity testing of in-place concrete for strength. *NDT international*, 13(6), 296-300.
- Bur, N. (2012). Etude des caractéristiques physico-chimiques de nouveaux bétons éco-respectueux pour leur résistance à l'environnement dans le cadre du développement durable. *Thèse de doctorat en matériaux*, INSA Strasbourg, France.

С

Caraşca, O. (2016). Soil improvement by mixing: techniques and performances. Energy Procedia, 85, 85-92.

Carman, P. C. (1997). Fluid flow through granular beds. Chemical Engineering Research and Design, 75, S32-S48.

- Cavé, L., Al, T., Xiang, Y., & Vilks, P. (2009). A technique for estimating one-dimensional diffusion coefficients in lowpermeability sedimentary rock using X-ray radiography: Comparison with through-diffusion measurements. *Journal* of contaminant hydrology, 103(1-2), 1-12.
- Caillère, S., Hénin, S., & Rautureau, M. (1982). Minéralogie des Argiles Classification et Nomenclature. 2e édition entièrement refondue de l'ouvrage 'Minéralogie des argiles' de S. Caillère et S. Hénin, Masson, Paris, 189 p.
- CDIT (2002). The Deep Mixing Method: Principle, Design and Construction. *Coastal Development Institute of Technology*, Balkema, Netherlands, 138 p.
- CFBR (2015). Recommandations pour la justification des barrages et des digues en remblai. *Editions du Comité Français des Barrages et Réservoirs*, 260 p.
- CFBR (2021a). Recueil de méthodes et de techniques de confortement et réparation des digues de protection en remblai. Partie I – Cadre Général. *Editions du Comité Français des Barrages et Réservoirs*, 156 p.
- CFBR (2021b). Recueil de méthodes et de techniques de confortement et réparation des digues de protection en remblai. Partie II - Fiches. *Editions du Comité Français des Barrages et Réservoirs*, 501 p.
- Chandra, S. (2002). Properties of Concrete with Mineral and Chemical Admixtures. 2nd Edition of Structure and Performance of Cements, 140 185.
- Chapuis, R. P. (2004). Predicting the saturated hydraulic conductivity of sand and gravel using effective diameter and void ratio. *Canadian geotechnical journal*, 41(5), 787-795.
- Charlaix, E., Guyon, E., & Roux, S. (1987). Permeability of a random array of fractures of widely varying apertures. *Transport in porous media*, 2, 31-43.
- Chaumeny, J. L., Kanty, P., & Reitmeier, T. (2018). Remarks on wet deep soil mixing quality control. *ce/papers*, 2(2-3), 427-432.
- Chen, C., Ji, T., Zhuang, Y., & Lin, X. (2015). Workability, mechanical properties and affinity of artificial reef concrete. Construction and Building Materials, 98, 227-236.
- Chen, X., Wu, S., & Zhou, J. (2013). Influence of porosity on compressive and tensile strength of cement mortar. *Construction and Building Materials*, 40, 869-874.
- Chew, S. H., Kamruzzaman, A. H. M., & Lee, F. H. (2004). Physicochemical and engineering behavior of cement treated clays. *Journal of geotechnical and geoenvironmental engineering*, 130(7), 696-706.
- CIRIA (2013). The International Levee Handbook. Construction Industry Research and Information Association, London, UK, 1332 p.
- Cokca, E. (2001). Use of class c fly ashes for the stabilization of an expansive soil. *Journal of Geotechnical and Geoenvironmental Engineering*, 127(7), 568-573.
- Collier, N. C., Sharp, J. H., Milestone, N. B., Hill, J., & Godfrey, I. H. (2008). The influence of water removal techniques on the composition and microstructure of hardened cement pastes. *Cement and Concrete Research*, 38(6), 737-744.
- Committee on Geocement (2014). A study on long term stability of soil-cement columns improved by geocement, cement and concrete. *Cement and Concrete*, 804, 9-14 (in Japanese).
- Cook, R. A., & Hover, K. C. (1999). Mercury porosimetry of hardened cement pastes. *Cement and Concrete research*, 29(6), 933-943.
- Coppée, T. (2018). Etude physico-mécanique de l'imbibition de l'eau dans les pierres de construction ; Perte de résistance en fonction de la saturation. *Thèse de master en géosciences*, Université de Reims Champagne-Ardenne, France.
- Coppée, T., Duc, M., Guedon, J. S., Pouya, A., & Béchet, B. (2022). Caractérisation de roches gypseuses: microstructure et propriétés mécaniques. *11^{èmes} Journées Nationales de Géotechnique et de Géologie de l'Ingénieur*, Lyon, France, 8 p.
- CTC (2009). Terrassements et assises de chaussées : Traitement des sols aux liants hydrauliques (T70). Collection Technique CimBéton, Paris, 151 p.
- Cuira, F., Grzyb, A., Pellet, F., Mosser, J. F., Guimond-Barrett, A., & Le Kouby, A. (2013). Modélisation numérique du comportement d'une colonne de soil-mixing et confrontation à un essai de chargement en vraie grandeur. In Proceedings of the 18th International Conference on Soil Mechanics and Geotechnical Engineering, Paris, France, 2461-2465.

319

D

- da Silva, R. R. C., & Casanova, B. P. (2019). Propagação de ondas de ultrassom na avaliação de tratamento de solos moles através da técnica cement soil mixing realizada em laboratório. *Revista Tecnologia*, 40(2), 1-11.
- Dang, V. Q., Ogawa, Y., Bui, P. T., & Kawai, K. (2021). Effects of chloride ions on the durability and mechanical properties of sea sand concrete incorporating supplementary cementitious materials under an accelerated carbonation condition. *Construction and Building Materials*, 274, 122016.
- Day, R. L. (1981). Reactions between methanol and portland cement paste. *Cement and Concrete Research*, 11(3), 341-349.
- Day, R. L., & Marsh, B. K. (1988). Measurement of porosity in blended cement pastes. Cement and Concrete Research, 18(1), 63-73.
- De Baecque, M., & Boussafir, Y. (2018). Quels essais de laboratoire pour évaluer la durabilité des matériaux de digue ? 9^{èmes} Journées Nationales de Géotechnique et de Géologie de l'Ingénieur, Champs-sur-Marne, France, 9 p.
- De Baecque, M. (2019). Caractérisation multi-physique de la durabilité d'un sol traité à la chaux pour une application aux digues maritimes. *Thèse de doctorat en géotechnique*, Université Paris-Est, France.
- De Filippis, U. (2021). Stabilisation de la terre par activation alcaline: Etude des phénomènes physico-chimiques et de leur influence sur les propriétés d'usage. *Thèse de doctorat en matériaux*, INSA Lyon, France.
- De Larrard, T. (2010). Variabilité des propriétés du béton: caractérisation expérimentale et modélisation probabiliste de la lixiviation. *Thèse de doctorat en génie civil*, École normale supérieure de Cachan-ENS Cachan, France.
- de Larrard, F., & Belloc, A. (1999). L'influence du granulat sur la résistance à la compression des bétons. *Bulletin des laboratoires des ponts et chaussées*, (219).
- De Vos, L., De Beukelaer-Dossche, M., Vincke, L., Dupont, E., Duyck, K., Huybrechts, N., & Denies, N. (2019). Application of soil mixing (CSM) in stiff clay for dike stabilization. *In Proceedings of the 17th Geotechnical Engineering foundation of the future. London: International Society for Soil Mechanics and Geotechnical Engineering* (ISSMGE), 8 p.
- Deboucha, W., Oudjit, M. N., Bouzid, A., & Belagraa, L. (2015). Effect of incorporating blast furnace slag and natural pozzolana on compressive strength and capillary water absorption of concrete. *Procedia Engineering*, 108, 254-261.
- Deere, D. U., & Miller, R. P. (1966). Engineering classification and index properties for intact rock. *Technical Report* No. AFWL-TR-65-116. Springfield, VA, USA: National Technical Information Service.
- Dempsey, B. J., & Thompson, M. R. (1967). Durability properties of lime-soil mixtures. *Paper sponsored by Committee* on Lime and Lime-Fly Ash Stabilization and presented at the 47th Annual Meeting.
- Deng, Y., Yue, X., Liu, S., Chen, Y., & Zhang, D. (2015). Hydraulic conductivity of cement-stabilized marine clay with metakaolin and its correlation with pore size distribution. *Engineering Geology*, 193, 146-152.
- Denies, N., Huybrechts, N., Vervoort, A., Van Lysebetten, G., & Maertens, J. (2012a). Soil mix walls as retaining structures, mechanical characterization. In Proceedings of the TC211 International Symposium on Ground Improvement IS-GI, Brussels, Belgium, 99-115.
- Denies, N., Huybrechts, N., Vervoort, A., & Maertens, J. (2012b). Mechanical characterization of deep soil mix material, procedure description. In Proceedings of the TC211 International Symposium on Ground Improvement IS-GI, Brussels, Belgium, 117-126.
- Deschner, F., Lothenbach, B., Winnefeld, F., & Neubauer, J. (2013). Effect of temperature on the hydration of Portland cement blended with siliceous fly ash. *Cement and concrete research*, 52, 169-181.
- Diamond, S. (2000). Mercury porosimetry: an inappropriate method for the measurement of pore size distributions in cement-based materials. *Cement and concrete research*, 30(10), 1517-1525.
- Dijkstra, T. A., & Dixon, N. (2010). Climate change and slope stability in the UK: challenges and approaches. *Quarterly Journal of Engineering Geology and Hydrogeology*, 43(4), 371-385.
- Dobiszewska, M., Schindler, A. K., & Pichór, W. (2018). Mechanical properties and interfacial transition zone microstructure of concrete with waste basalt powder addition. *Construction and Building Materials*, 177, 222-229.
- Dong, J. J., Hsu, J. Y., Wu, W. J., Shimamoto, T., Hung, J. H., Yeh, E. C., ... & Sone, H. (2010). Stress-dependence of the permeability and porosity of sandstone and shale from TCDP Hole-A. *International Journal of Rock Mechanics* and Mining Sciences, 47(7), 1141-1157.
- DREAL Centre (2012a). Etude de dangers de la levée d'Orléans digues de classe A Rapport d'étude.

DREAL Centre (2012b). Etude de dangers de la levée d'Orléans digues de classe A - Annexe n°7 : Etude géotechnique.

- DREAL (2015). DREAL CVL / DETL, Renforcement de corps de digue par mélange en place, GT travaux sur les levées de Loire, version provisoire.
- Du, X., Jin, L., & Ma, G. (2014). Numerical modeling tensile failure behavior of concrete at mesoscale using extended finite element method. *International Journal of Damage Mechanics*, 23(7), 872-898.
- Duc, M. (2020). Les argiles dans le génie civil : pathologies et propriétés remarquables. *Habilitation à diriger des travaux de recherche en sciences des matériaux*, Université Paris Est, France.

Ð

- Elsharief, A., Cohen, M. D., & Olek, J. (2003). Influence of aggregate size, water cement ratio and age on the microstructure of the interfacial transition zone. *Cement and concrete research*, 33(11), 1837-1849.
- Erdem, S., Dawson, A. R., & Thom, N. H. (2012). Influence of the micro-and nanoscale local mechanical properties of the interfacial transition zone on impact behavior of concrete made with different aggregates. *Cement and Concrete Research*, 42(2), 447-458.
- Eriksson, H., Gunther, J., & Ruin, M. (2005). MDM combines the advantages of dry and wet mixing. *In Proceedings of the International Conference on Deep Mixing Best Practice and Recent Advance*, 1, 509-520.
- Escoda, J., Willot, F., Jeulin, D., Sanahuja, J., & Toulemonde, C. (2011). Estimation of local stresses and elastic properties of a mortar sample by FFT computation of fields on a 3D image. *Cement and Concrete Research*, 41(5), 542-556.
- Eslinger E., Pevear D.R. (1988). Clay minerals for petroleum geologists and engineers (No. 22). Sepm Society for Sedimentary.
- Esmaeili, M., Astaraki, F., & Khajehei, H. (2020). Laboratory investigation on the effect of microsilica additive on mechanical properties of deep soil mixing columns in loose sandy soils. *European Journal of Environmental and Civil Engineering*, 24(3), 321-335.
- Estabragh, A. R., Pereshkafti, M. R. S., Parsaei, B., & Javadi, A. A. (2013). Stabilised expansive soil behaviour during wetting and drying. *International Journal of Pavement Engineering*, 14(4), 418-427.
- EuroSoilStab (2000). Development of design and construction methods to stabilise soft organic soils. European project BE 96-3177. Report CT97-0351.
- Evans, J. C. (2007). The TRD method: slag-cement materials for in situ mixed vertical barriers. Soil Improvement, 1-11.

R

- Falaciński, P., Garbulewski, K., Kledyński, Z., Skutnik, Z., & Ziarkowska, K. (2005). Fluidised fly-ash cement-bentonite cut-off walls in flood protection. Archives of Hydro-Engineering and Environmental Mechanics, 52(1), 7-20.
- Fargier, Y., Ananfouet, Y., Boussafir, Y., Palma Lopes, S., Le Kouby, A., Durand, E., Saussaye, L. (2016). Renforcement des digues de Loire par la méthode du Deep Soil Mixing : contrôle par techniques géophysiques. 8^{èmes} Journées Nationales de Géotechnique et de Géologie de l'Ingénieur, Nancy, France, 8 p.
- Farquharson, J., Heap, M. J., Varley, N. R., Baud, P., & Reuschlé, T. (2015). Permeability and porosity relationships of edifice-forming andesites: a combined field and laboratory study. *Journal of Volcanology and Geothermal Research*, 297, 52-68.
- Farrar, D. M., & Coleman, J. D. (1967). The correlation of surface area with other properties of nineteen British clay soils. *Journal of Soil Science*, 18(1), 118-124.
- FEBELCEM (2000). L'aspect extérieur du béton. Dossier Ciment, Fédération de l'Industrie Cimentière Belge, 1-16.
- Feldman, R. F. (1987). Diffusion measurements in cement paste by water replacement using propan-2-ol. *Cement and Concrete Research*, 17(4), 602-612.
- Feldman, R. F., & Beaudoin, J. J. (1991). Pretreatment of hardened hydrated cement pastes for mercury intrusion measurements. *Cement and concrete research*, 21(2-3), 297-308.
- Filz, G. M., & Navin, M. P. (2005). Final contract report, stability of column-supported embankments. *Virginia Transportation Research Council*, Charlottesville, VA.

G

- Gallé, C. (2001). Effect of drying on cement-based materials pore structure as identified by mercury intrusion porosimetry: A comparative study between oven-, vacuum-, and freeze-drying. *Cement and concrete research*, 31(10), 1467-1477.
- Gamage, K., Screaton, E., Bekins, B., & Aiello, I. (2011). Permeability-porosity relationships of subduction zone sediments. *Marine Geology*, 279(1-4), 19-36.
- Ganne, P., Huybrechts, N., De Cock, F., Lameire, B., & Maertens, J. (2010). Soil mix walls as retaining structures–critical analysis of the material design parameters. *In Proceedings of the International conference on geotechnical challenges* in megacities, Moscow, Russia, 991-998.
- Ganne, P., Denies, N., Huybrechts, N., Vervoort, A., Tavallali, A., Maertens, J., ... & De Cock, F. (2011). Soil mix: influence of soil inclusions on structural behaviour. *In Proceedings of the 15th European Conference on Soil Mechanics and Geotechnical Engineering*, 977-982.
- Ganne, P., Denies, N., Huybrechts, N., Vervoort, A., Tavallali, A., Maertens, J., ... & De Cock, F. (2012). Deep Soil Mix technology in Belgium: Effect of inclusions on design properties. *In Proceedings of Grouting and Deep Mixing*, 357-366.
- Gao, Q., Ma, Z., Xiao, J., & Li, F. (2018). Effects of Imposed Damage on the Capillary Water Absorption of Recycled Aggregate Concrete. *Advances in Materials Science & Engineering*, 1-12.
- Garboczi, E. J. (1990). Permeability, diffusivity, and microstructural parameters: a critical review. *Cement and concrete research*, 20(4), 591-601.
- Garboczi, E. J., & Bentz, D. P. (1991). Digital simulation of the aggregate-cement paste interfacial zone in concrete. *Journal of materials Research*, 6(1), 196-201.
- George, K. P. (1968). Shrinkage characteristics of soil-cement mixtures. Highway Research Record, 255, 42-58.
- Ghabezloo, S., Sulem, J., Guédon, S., Martineau, F., & Saint-Marc, J. (2008). Poromechanical behaviour of hardened cement paste under isotropic loading. *Cement and Concrete research*, 38(12), 1424-1437.
- Ghabezloo, S., Sulem, J., & Saint-Marc, J. (2009). Evaluation of a permeability-porosity relationship in a lowpermeability creeping material using a single transient test. *International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences*, 46(4), 761-768.
- Glendinning, S., Helm, P. R., Rouainia, M., Stirling, R. A., Asquith, J. D., Hughes, P. N., ... & Muddle, D. (2015). Research-informed design, management and maintenance of infrastructure slopes: development of a multi-scalar approach. *In Proceedings of the IOP Conference Series: Earth and Environmental Science*, 26, 012005.
- Gong, F., Zhang, D., Sicat, E., & Ueda, T. (2014). Empirical estimation of pore size distribution in cement, mortar, and concrete. *Journal of Materials in Civil Engineering*, 26(7), 04014023.
- Grandet, J., & Ollivier, J. P. (1980). Etude de la formation du monocarboaluminate de calcium hydrate au contact d'un granulat calcaire dans une pâte de ciment portland. *Cement and Concrete Research*, 10(6), 759-770.
- Gruyaert, E. (2011). Effect of blast-furnace slag as cement replacement on hydration, microstructure, strength and durability of concrete. *Ph.D. thesis*, Ghent University, Belgium.
- Guedes, M., Evangelista, L., De Brito, J., & Ferro, A. C. (2013). Microstructural characterization of concrete prepared with recycled aggregates. *Microscopy and Microanalysis*, 19(5), 1222-1230.
- Guimond-Barrett, A. (2013). Influence of mixing and curing conditions on the characteristics and durability of soils stabilised by deep mixing. *Thèse de doctorat en génie civil*, Université du Havre, France.
- Gularte, F., Barneich, J., Burton, J., Fordham, E., Watt, D., Johnson, T., & Weeks, J. (2007). First use of TRD construction technique for soil mix cutoff wall construction in the United States. *Designing our Underground Space*, 1-12.
- Guney, Y., Sari, D., Cetin, M., & Tuncan, M. (2007). Impact of cyclic wetting-drying on swelling behavior of limestabilized soil. *Building and environment*, 42(2), 681-688.
- Guo, Q., Wei, M., Wu, H., & Gu, Y. (2020). Strength and micro-mechanism of MK-blended alkaline cement treated high plasticity clay. *Construction and Building Materials*, 236, 117567.

H

Habib, P., & Duffaut, P. (2008). Contribution de la tension superficielle à la résistance des matériaux poreux saturés. *Revue française de géotechnique*, (122), 3-12.

- Hajimohammadi, A., & van Deventer, J. S. (2016). Dissolution behaviour of source materials for synthesis of geopolymer binders: A kinetic approach. *International Journal of Mineral Processing*, 153, 80-86.
- Han, J., & Gabr, M. A. (2002). Numerical analysis of geosynthetic-reinforced and pile-supported earth platforms over soft soil. *Journal of geotechnical and geoenvironmental engineering*, 128(1), 44-53.
- Hannink, G., Huybrechts, N., & Denies, N. (2015). Handboek soilmix-wanden Ontwerp en uitvoering. *BGGG/GBMS Thema-avond "Soilmix-wanden"*.
- Hara, H., Suetsugu, D., Hayashi, S., & Matsuda, H. (2013). Deterioration mechanism of cement-treated soil under seawater. Journal of Japan Society of Civil Engineers, Ser. C (Geosphere Engineering), 69(4), 469–479.
- Hashin, Z., & Monteiro, P. J. M. (2002). An inverse method to determine the elastic properties of the interphase between the aggregate and the cement paste. *Cement and Concrete Research*, 32(8), 1291-1300.
- Hayashi, H., Nishikawa, J. I., Ohishi, K., & Terashi, M. (2003). Field observation of long-term strength of cement treated soil. *Grouting and ground treatment*, 598-609.
- Hazen, A. (1892). Some physical properties of sands and gravels. Mass. State Board of Health. 24th Annual Report, 539-556.
- Hearn, N., & Hooton, R. D. (1992). Sample mass and dimension effects on mercury intrusion porosimetry results. *Cement and Concrete Research*, 22(5), 970-980.
- Helson, O. (2017). Comportement thermo-hydro-mécanique et durabilité des bétons de sol: influence des paramètres de formulation et conditions d'exposition. *Thèse de doctorat en génie civil*, Université de Cergy Pontoise, France.
- Helson, O., Eslami, J., Beaucour, A. L., Noumowé, A., & Gotteland, P. (2014). Influence de l'argilosité du sol sur les propriétés physico-mécaniques des bétons de sol. *32èmes Rencontres de l'AUGC*, 1-10.
- Helson, O., Eslami, J., Beaucour, A. L., Noumowe, A., & Gotteland, P. (2018). Durability of soil mix material subjected to wetting/drying cycles and external sulfate attacks. *Construction and Building Materials*, 192, 416-428.
- Helson, O., Eslami, J., Beaucour, A. L., Noumowe, A., & Gotteland, P. (2020). Étude parametrique de matériaux modèles: aide au dimensionnement des ouvrages souterrains issus de mélanges sol-ciment. *Revue Française de Géotechnique*, (162), 2.
- Henderson, N., Brêttas, J. C., & Sacco, W. F. (2010). A three-parameter Kozeny–Carman generalized equation for fractal porous media. *Chemical engineering science*, 65(15), 4432-4442.
- Herzog, A., & Mitchell, J. K. (1963). Reactions accompanying stabilization of clay with cement. *Highway Research Record*, (36), 146-171.
- Hessouh, J. J. (2021). Caractérisations physique et mécanique, et durabilité des bétons de sol: matériaux de laboratoire et matériaux de chantiers. *Thèse de doctorat en génie civil*, CY Cergy Paris Université, France.
- Hessouh, J. J., Eslami, J., Beaucour, A. L., Helson, O., Noumowe, A., & Gotteland, P. (2018). Study of effect of soft inclusion on the mechanical behavior of soilcrete mixtures: experimental and modeling approaches. *Materials and Structures*, 51, 1-10.
- Hessouh, J. J., Eslami, J., Beaucour, A. L., Noumowe, A. N., Gotteland, P., & Mathieu, F. (2022). Durabilité des bétons de sols vis-à-vis des cycles de gel-dégel et de la carbonatation. 10^{èmes} Journées Nationales de Géotechnique et de Géologie de l'Ingénieur, Lyon, France, 8 p.
- Hessouh, J. J., Eslami, J., Beaucour, A. L., Noumowe, A., Mathieu, F., & Gotteland, P. (2023). Physical and mechanical characterization of deep soil mixing (DSM) materials: Laboratory vs construction site. *Construction and Building Materials*, 368, 130436.
- Ho, L. S., Nakarai, K., Ogawa, Y., Sasaki, T., & Morioka, M. (2018). Effect of internal water content on carbonation progress in cement-treated sand and effect of carbonation on compressive strength. *Cement and Concrete Composites*, 85, 9-21.
- Hobbs, D. W. (1971). The dependence of the bulk modulus, Young's modulus, creep, shrinkage and thermal expansion of concrete upon aggregate volume concentration. *Matériaux et construction*, 4, 107-114.
- Hong, Y., Wu, X., & Zhang, P. (2017). Construction technology and mechanical properties of a cement-soil mixing pile reinforced by basalt fibre. Advances in Materials Science and Engineering, 2017.
- Horpibulsuk, S., Miura, N., & Nagaraj, T. S. (2003). Assessment of strength development in cement-admixed high water content clays with Abrams' law as a basis. *Geotechnique*, 53(4), 439-444.
- Horpibulsuk, S., Bergado, D. T., & Lorenzo, G. A. (2004a). Compressibility of cement-admixed clays at high water content. *Geotechnique*, 54(2), 151-154.
- Horpibulsuk, S., Miura, N., & Bergado, D. T. (2004b). Undrained shear behavior of cement admixed clay at high water content. *Journal of geotechnical and geoenvironmental engineering*, 130(10), 1096-1105.
- Horpibulsuk, S., Miura, N., & Nagaraj, T. S. (2005). Clay-water/ cement ratio identity for cement admixed soft clays. Journal of geotechnical and geoenvironmental engineering, 131(2), 187-192.
- Horpibulsuk, S., Rachan, R., Chinkulkijniwat, A., Raksachon, Y., & Suddeepong, A. (2010). Analysis of strength development in cement-stabilized silty clay from microstructural considerations. *Construction and building materials*, 24(10), 2011-2021.
- Horpibulsk, S., Rachan, R., Suddeepong, A., & Chinkulkijniwat, A. (2011). Strength development in cement admixed Bangkok clay: laboratory and field investigations. *Soils and Foundations*, 51(2), 239-251.
- Horpibulsuk, S., Rachan, R., & Suddeepong, A. (2012). State of the art in strength development of soil–cement columns. In Proceedings of the Institution of Civil Engineers-Ground Improvement, 165(4), 201-215.
- Houzé, C. (2013). Étude de la valorisation des laitiers de l'industrie sidérurgique et de production des alliages silico manganèse. *Thèse de doctorat en structures et matériaux*, Université Paris-Est, France.
- Hoyos, L. R., Laikram, A., & Puppala, A. J. (2006). Assessment of seasonal effects on engineering behavior of chemically treated sulfate-rich expansive clay. *Expansive Soils—Recent Advances in Characterization and Treatment*, 483-503.
- Huang, Y., Yang, Z., Ren, W., Liu, G., & Zhang, C. (2015). 3D meso-scale fracture modelling and validation of concrete based on in-situ X-ray Computed Tomography images using damage plasticity model. *International Journal of Solids* and Structures, 67, 340-352.
- Huang, Y., Yan, D., Yang, Z., & Liu, G. (2016). 2D and 3D homogenization and fracture analysis of concrete based on in-situ X-ray Computed Tomography images and Monte Carlo simulations. *Engineering Fracture Mechanics*, 163, 37-54.
- Hughes, D. C., & Crossley, N. L. (1994). Pore structure characterisation of GGBS/OPC grouts using solvent techniques. *Cement and concrete research*, 24(7), 1255-1266.

Π

- ICE (1999). Specification for the construction of slurry trench cut-off walls: as barriers to pollution migration. *Institution of Civil Engineers, Construction Industry Research and Information Association, and Building Research Establishment*, 70 p.
- Ikegami, M., Ichiba, T., Ohishi, K., & Terashi, M. (2003). Long-term strength change of cement treated soil at Daikoku Pier. *In Proceedings of Soft Ground Engineering in Coastal Areas*, Balkema, Lisse, Netherlands, 241-246.
- Issaadi, N., Nouviaire, A., Belarbi, R., & Aït-Mokhtar, A. (2015). Moisture characterization of cementitious material properties: Assessment of water vapor sorption isotherm and permeability variation with ages. *Construction and Building Materials*, 83, 237-247.
- Izadifar, M., Ukrainczyk, N., Salah Uddin, K. M., Middendorf, B., & Koenders, E. (2022). Dissolution of Portlandite in Pure Water: Part 2 Atomistic Kinetic Monte Carlo (KMC) Approach. *Materials*, 15(4), 1442.
- Izoret, L., & Le Cornet, D. (2017). Verdissement des bétons à base de ciment contenant du laitier de haut-fourneau. Association Technique de l'Industrie des Liants Hydrauliques (ATILH) – Décryptage n°5, 5 p.

J

- Jacobson, J. R., Filz, G. M., & Mitchell, J. K. (2003). Factors affecting strength gain in lime-cement columns and development of a laboratory testing procedure. *Virginia Center for Transportation Innovation and Research*, 71 p.
- Jamsawang, P., Voottipruex, P., Boathong, P., Mairaing, W., & Horpibulsuk, S. (2015). Three-dimensional numerical investigation on lateral movement and factor of safety of slopes stabilized with deep cement mixing column rows. *Engineering Geology*, 188, 159-167.
- Jamshidi, M., Jamshidi, A., Mehrdadi, N., & Pacheco-Torgal, F. (2012). Mechanical performance and capillary water absorption of sewage sludge ash concrete (SSAC). *International Journal of Sustainable Engineering*, 5(3), 228-234.

- Jinyu, L., Xiaoping, P., Jianguo, C., Gaixin, C., Juntao, T., Xiujun, W., ... & Zhenhuan, S. (2004). Development and research of high belite cement dam concrete with low heat and high crack resistance. *Sustainable Development and Concrete Technology*, 251-265.
- Jung, C., Ceglarek, R., Clauvelin, T., Ayeldeen, M., & Kim, D. (2020). Deep soil mixing in Sabkha soils for foundation support in United Arab Emirates. *International Journal of Geosynthetics and Ground Engineering*, 6(1), 3.

Κ

- Kalkan, E. (2011). Impact of wetting-drying cycles on swelling behavior of clayey soils modified by silica fume. *Applied clay science*, 52(4), 345-352.
- Kamruzzaman, A. H. M., Chew, S. H., & Lee, F. H. (2006). Microstructure of cement-treated Singapore marine clay. In Proceedings of the Institution of Civil Engineers-Ground Improvement, 10(3), 113-123.
- Kasama, K., Ochiai, H., & Yasufuku, N. (2000). On the stress-strain behaviour of lightly cemented clay based on an extended critical state concept. *Soils and Foundations*, 40(5), 37-47.
- Kasyap, S. S., Li, S., & Senetakis, K. (2021). Investigation of the mechanical properties and the influence of microstructural characteristics of aggregates using micro-indentation and Weibull analysis. *Construction and Building Materials*, 271, 121509.
- Katz, A., Bentur, A., Alexander, M., & Arliguie, G. (1998). The Interfacial Transition Zone in Cementitious Composites, *E. and F.N. Spoon*, London, 1–37.
- Katz, A. J., & Thompson, A. H. (1987). Prediction of rock electrical conductivity from mercury injection measurements. *Journal of Geophysical Research: Solid Earth*, 92(B1), 599-607.
- Kawasaki, T., Niina, A., Saitoh, S., Suzuki, Y., & Honjo, Y. (1981). Deep mixing method using cement hardening agent. *10th ICSMFE*, Stockholm, Sweden, 721-724.
- Kenney, T. C., Lau, D., & Ofoegbu, G. I. (1984). Permeability of compacted granular materials. *Canadian Geotechnical Journal*, 21(4), 726-729.
- Kézdi, Á. (1979). Stabilized earth roads. Elsevier Scientific Publishing Company, 327 p.
- Khattab, S. A., Al-Mukhtar, M., & Fleureau, J. M. (2007). Long-term stability characteristics of a lime-treated plastic soil. *Journal of materials in civil engineering*, 19(4), 358-366.
- Kim, Y. Y., Lee, K. M., Bang, J. W., & Kwon, S. J. (2014). Effect of W/C ratio on durability and porosity in cement mortar with constant cement amount. Advances in Materials Science and Engineering, 2014, 1-12.
- Kißling, P. A., Lübkemann, F., Mundstock, A., Lohaus, L., Haist, M., Caro, J., & Bigall, N. C. (2022). Is freeze-drying an alternative to solvent exchange for the hydration stop of cementitious suspensions? *Cement and Concrete Research*, 159, 106841.
- Kitazume, M., Nakamura, T., Terashi, M., & Ohishi, K. (2003). Laboratory tests on long-term strength of cement treated soil. *Grouting and ground treatment*, 1, 586-597.
- Kjellsen, K. O., Wallevik, O. H., & Fjällberg, L. (1998). Microstructure and microchemistry of the paste—aggregate interfacial transition zone of high-performance concrete. *Advances in Cement Research*, 10(1), 33-40.
- Klima, S., & Beckhaus, K. (2014). Dichtwand im Sylvensteindamm. In S. A. Savidis and F. Remspecher (Eds.), Vorträge zum 10. Hans Lorenz Symposium, Veröffentlichungen des Grundbauinstitutes der Technischen Universität Berlin, Shaker Aachen, Germany, 235-243.
- Klobes, P., Riesemeier, H., Meyer, K., Goebbels, J., & Hellmuth, K. H. (1997). Rock porosity determination by combination of X-ray computerized tomography with mercury porosimetry. *Fresenius' journal of analytical chemistry*, 357, 543-547.
- Konecny, L., & Naqvi, S. J. (1993). The effect of different drying techniques on the pore size distribution of blended cement mortars. *Cement and concrete research*, 23(5), 1223-1228.
- Kong, D., Lei, T., Zheng, J., Ma, C., Jiang, J., & Jiang, J. (2010). Effect and mechanism of surface-coating pozzalanics materials around aggregate on properties and ITZ microstructure of recycled aggregate concrete. *Construction and building materials*, 24(5), 701-708.
- Kong, L., & Du, Y. (2015). Interfacial interaction of aggregate-cement paste in concrete. Journal of Wuhan University of Technology-Mater. Sci. Ed., 30(1), 117-121.

- Kozeny, J. (1927). Ueber kapillare leitung des wassers im boden. Sitzungsberichte der Akademie der Wissenschaften in Wien, 136, 271.
- Kuila, U., McCarty, D. K., Derkowski, A., Fischer, T. B., & Prasad, M. (2014). Total porosity measurement in gas shales by the water immersion porosimetry (WIP) method. *Fuel*, 117, 1115-1129.
- Kuś, R., & Słowikowski, D. (2012). Zastosowanie wybranych technologii uszczelniania podłoża gruntowego w budownictwie hydrotechnicznym-wieloletnie doświadczenia PRGW. *In European Symposium Anti-Flood Defences*, 1-8.

L

- Lade, P. V., Liggio, C. D., & Yamamuro, J. A. (1998). Effects of non-plastic fines on minimum and maximum void ratios of sand. Geotechnical testing journal, 21, 336-347.
- Laefer, D. F., O'Neill, D., & O'Mahony, C. (2009). Impact of clay on early jet grouting strength. *Geotechnique*, 17, 119-135.
- Lagerblad, B., & Kjellsen, K. O. (1999). Normal and high strength concretes with conventional aggregates. *RILEM REPORT*, 53-70.
- Larbi, B., Dridi, W., Dangla, P., & Le Bescop, P. (2016). Link between microstructure and tritiated water diffusivity in mortars: Impact of aggregates. *Cement and Concrete Research*, 82, 92-99.
- Le, T., Le Saout, G., Garcia-Diaz, E., Betrancourt, D., & Rémond, S. (2017). Hardened behavior of mortar based on recycled aggregate: Influence of saturation state at macro-and microscopic scales. *Construction and building materials*, 141, 479-490.
- Le Kouby, A., Duc, M., Marino-Paredes, J., & Fanelli, S. (2016). Approche multi-échelle du traitement des argiles par la méthode du Deep Soil Mixing. *8^{èmes} Journées Nationales de Géotechnique et de Géologie de l'Ingénieur*, Nancy, France, 8 p.
- Le Kouby, A., Duc, M., Szymkiewicz, F., & Shen, S. (2018a). Impact du type de sol, du dosage en ciment et de la teneur en eau sur les propriétés mécaniques et la porosité des matériaux traités au ciment. *9^{èmes} Journées Nationales de Géotechnique et de Géologie de l'Ingénieur*, Champs-sur-Marne, France, 8 p.
- Le Kouby, A., Guimond-Barrett, A., Reiffsteck, P., & Pantet, A. (2018b). Influence of drying on the stiffness and strength of cement-stabilized soils. *Geotechnical and Geological Engineering*, 36, 1463-1474.
- Le Kouby, A., Saussaye, L., & Duc, M. (2020). Impact des propriétés physiques d'un sol sur les propriétés mécaniques d'un mélange sol-ciment. *10^{èmes} Journées Nationales de Géotechnique et de Géologie de l'Ingénieur*, Lyon, France, 8 p.
- Le Kouby, A., & Duc, M. (2017). Rapport DGPR Durabilité des ouvrages (de type digues) renforcés par la technique des mélanges en place (ou Soil Mixing), année 1.
- Le Kouby, A., & Duc, M. (2018). Rapport DGPR Durabilité des ouvrages (de type digues) renforcés par la technique des mélanges en place (ou Soil Mixing), année 2.
- Le Runigo, B., Ferber, V., Cui, Y. J., Cuisinier, O., & Deneele, D. (2011). Performance of lime-treated silty soil under long-term hydraulic conditions. *Engineering geology*, 118(1-2), 20-28.
- Leemann, A., Münch, B., Gasser, P., & Holzer, L. (2006). Influence of compaction on the interfacial transition zone and the permeability of concrete. *Cement and Concrete Research*, 36(8), 1425-1433.
- Leemann, A., & Lura, P. (2013). E-modulus of the alkali–silica-reaction product determined by micro-indentation. *Construction and Building Materials*, 44, 221-227.
- Li, J. S., Xue, Q., Wang, P., Li, Z. Z., & Liu, L. (2014). Effect of drying-wetting cycles on leaching behavior of cement solidified lead-contaminated soil. *Chemosphere*, 117, 10-13.
- Li, G. (1994). Etude du phénomène de l'expansion sulfatique dans les bétons: comportement des enrobés de déchets radioactifs sulfatés. *Thèse de doctorat en structures et matériaux*, Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, France.
- Li, B. X., Wang, J. L., & Zhou, M. K. (2009). C60 high performance concrete prepared from manufactured sand with a high content of microfines. *Key Engineering Materials*, 405, 204-211.
- Li, X., Xu, Y., & Chen, S. (2016). Computational homogenization of effective permeability in three-phase mesoscale concrete. *Construction and Building Materials*, 121, 100-111.

- Li, X., Xu, Q., & Chen, S. (2016). An experimental and numerical study on water permeability of concrete. *Construction and building materials*, 105, 503-510.
- Li, K., Stroeven, P., Stroeven, M., & Sluys, L. J. (2017). A numerical investigation into the influence of the interfacial transition zone on the permeability of partially saturated cement paste between aggregate surfaces. *Cement and Concrete Research*, 102, 99-108.
- Li, X., & Zhang, L. M. (2009). Characterization of dual-structure pore-size distribution of soil. Canadian geotechnical journal, 46(2), 129-141.
- Liang, M., Feng, K., He, C., Li, Y., An, L., & Guo, W. (2020). A meso-scale model toward concrete water permeability regarding aggregate permeability. *Construction and Building Materials*, 261, 120547.
- Liao, K. Y., Chang, P. K., Peng, Y. N., & Yang, C. C. (2004). A study on characteristics of interfacial transition zone in concrete. *Cement and Concrete research*, 34(6), 977-989.
- Lin, K. Q., & Wong, I. H. (1999). Use of deep cement mixing to reduce settlements at bridge approaches. *Journal of geotechnical and geoenvironmental engineering*, 125(4), 309-320.
- Liu, S. Y., Du, Y. J., Yi, Y. L., & Puppala, A. J. (2012). Field investigations on performance of T-shaped deep mixed soil cement column–supported embankments over soft ground. *Journal of Geotechnical and Geoenvironmental Engineering*, 138(6), 718-727.
- Liu, Y., Zhang, Q., Liu, R., Jiang, P., Wang, Z., Wang, X., & Gui, D. (2022). Numerical simulation and field monitoring of deformation characteristics of TRD composite supporting structure for deep foundation pit in quaternary stratum: a case study in Qingdao. *Geotechnical and Geological Engineering*, 40(5), 2691-2703.
- Lothenbach, B., Winnefeld, F., Alder, C., Wieland, E., & Lunk, P. (2007). Effect of temperature on the pore solution, microstructure and hydration products of Portland cement pastes. *Cement and Concrete Research*, 37(4), 483-491.
- Lutz, M. P., Monteiro, P. J., & Zimmerman, R. W. (1997). Inhomogeneous interfacial transition zone model for the bulk modulus of mortar. *Cement and concrete research*, 27(7), 1113-1122.
- Lyu, K., Sun, B., Liu, X., Xie, X., & Liu, R. (2022). Evaluation of the ITZ modification efficiency via aggregate surface coating with nano SiO2 (NS) and its influence on properties. *Case Studies in Construction Materials*, 17, e01488.

\mathbf{M}

- Ma, H. (2014). Mercury intrusion porosimetry in concrete technology: tips in measurement, pore structure parameter acquisition and application. *Journal of porous materials*, 21, 207-215.
- Ma, H., & Li, Z. (2014). Multi-aggregate approach for modeling interfacial transition zone in concrete. ACI materials journal, 111(2), 189-199.
- Madhyannapu, R. S., Puppala, A. J., Nazarian, S., & Yuan, D. (2010). Quality assessment and quality control of deep soil mixing construction for stabilizing expansive subsoils. *Journal of geotechnical and geoenvironmental engineering*, 136(1), 119-128.
- Madhyannapu, R. S., & Puppala, A. J. (2014). Design and construction guidelines for deep soil mixing to stabilize expansive soils. *Journal of Geotechnical and Geoenvironmental Engineering*, 140(9), 04014051.
- Maddi, S., Bihannic, I., Levitz, P., Baravian, C., Michot, L., & Davidson, P. (2007). Propriétés cristal liquide des argiles gonflantes. *Techniques de l'ingénieur*, RE99 V1.
- Makki, L. (2009). Comportement de retrait-gonflement des sols en période de sécheresse. *Thèse de doctorat en géotechnique*, Université Pierre-et-Marie-Curie, Sorbonne Université, France.
- Man, H. K., & van Mier, J. G. (2008). Size effect on strength and fracture energy for numerical concrete with realistic aggregate shapes. *International journal of fracture*, 154, 61-72.
- Maso, J. (1996). Interfacial Transition zone in Concrete. RILEM report 11 E&FN, Spon, London, 200 p.
- Mathieu, F., Lebreton, M., Hoffman, M., Mercer, R., Victor, A., Guerineau, S., & Gossart, A. (2012). Dyke rehabilitation with a Trencher: Recent applications in Europe. *Grouting and Deep Mixing*, 1345-1352.
- Mathieu, F., Lebreton, M., Fonty, M., Romagon, M., & Passot, P. B. (2021). Deep soil mixing columns in soft and weathered chalk. *Grouting and Deep Mixing*, 579-589.
- McGinn, A. J., & O'Rourke, T. D. (2003). Performance of Deep Mixing Methods at Fort Point Channel. *Report to Massachusetts Turnpike Authority, Federal Highway Administration, and Bechtel/Parsons Brinckerhoff*, Cornell University.

- Meddah, M. S., Zitouni, S., & Belâabes, S. (2010). Effect of content and particle size distribution of coarse aggregate on the compressive strength of concrete. *Construction and building materials*, 24(4), 505-512.
- Mehenni, A. (2015). Comportement hydromécanique et érosion des sols fins traités. *Thèse de doctorat en génie civil*, Université de Lorraine, France.
- Mendes, A., Sanjayan, J. G., Gates, W. P., & Collins, F. (2012). The influence of water absorption and porosity on the deterioration of cement paste and concrete exposed to elevated temperatures, as in a fire event. *Cement and concrete composites*, 34(9), 1067-1074.
- Mertz, J. D. (1991). Structures de porosité et propriétés de transport dans les grès. *Persée-Portail des revues scientifiques en SHS*, 90(1), 149 p.
- Mitchell, J. K. (1981). Soil improvement state of the art report. In Proceedings of the 10th Int. Conf. on Soil Mechanics and Foundation Engineering, 4, 509–565.
- Mitchell, J. K., & Soga, K. (1993). Fundamentals of Soil Behavior. John Wiley&Sons. Inc., New York, 422 p.
- Mitchell, L., & Margeson, J. (2006). The effects of solvents on C–S–H as determined by thermal analysis. *Journal of thermal analysis and calorimetry*, 86(3), 591-594.
- Mitchell, J. K., & Soga, K. (2005). Fundamentals of soil behavior. New York: John Wiley & Sons, 3, 558 p.
- Miura, N., Horpibulsuk, S., & Nagaraj, T. S. (2001). Engineering behavior of cement stabilized clay at high water content. Soils and foundations, 41(5), 33-45.
- Monsif, M. Y., Liu, J., & Gurpersaud, N. (2021). Impact of salinity on strength and microstructure of cement-treated Champlain Sea clay. *Marine Georesources & Geotechnology*, 39(11), 1360-1372.
- Muhunthan, B. (1991). Liquid limit and surface area of clays. *Geotechnique*, 41(1), 135-138.
- Muslim, F. A. (2020). Review on The Microstructure of Interfaces in Reinforced Concrete and Its Effect on The Bond Strength. *CSID Journal of Infrastructure Development*, 3(1), 102-113.

N

- Nagai, G., Yamada, T., & Wada, A. (1998). Stress analysis of concrete material based on geometrically accurate finite element modeling. In Proceedings of the Third International Conference on Fracture Mechanics of Concrete and Concrete Structures (FRAMCOS-3), 42, 1077-1086.
- Nakamura, T., & Kitazume, M. (2006). Laboratory tests on durability of cement treated soils. *Technical Note of the Port* and Airport Research Institute, No. 1128 (in Japanese).
- Nakarai, K., Ishida, T., & Maekawa, K. (2006). Multi-scale physicochemical modeling of soil-cementitious material interaction. *Soils and Foundations*, 46(5), 653-663.
- NBN (2005). Geotechnical investigation and testing laboratory testing of soil Part 7: Unconfined compression test on fine grained soils. *Belgian Standards*. NBN CEN ISO/TS 17892-7.
- Nehdi, M. L. (2014). Clay in cement-based materials: Critical overview of state-of-the-art. *Construction and Building Materials*, 51, 372-382.
- Newlands, K. C., Foss, M., Matchei, T., Skibsted, J., & Macphee, D. E. (2017). Early-stage dissolution characteristics of aluminosilicate glasses with blast furnace slag-and fly-ash-like compositions. *Journal of the American Ceramic Society*, 100(5), 1941-1955.
- Newman, J., & Owens, P. (2003). Properties of lightweight concrete. Advanced concrete technology, 3, 1-29.
- Nicholson, P. J., Mitchell, J. K., Bahner, E. W., & Moriwaki, Y. (1998). Design of a soil mixed composite gravity wall. *Geotechnical Special Publication*, 27-40.
- Nishiyama, N., & Yokoyama, T. (2014). Estimation of permeability of sedimentary rocks by applying water-expulsion porosimetry to Katz and Thompson model. *Engineering geology*, 177, 75-82.
- Nitka, M., & Tejchman, J. (2018). A three-dimensional meso-scale approach to concrete fracture based on combined DEM with X-ray µCT images. *Cement and Concrete Research*, 107, 11-29.
- Niu, D., Zhang, S., Wang, Y., Hong, M., & Li, Z. (2020). Effect of temperature on the strength, hydration products and microstructure of shotcrete blended with supplementary cementitious materials. *Construction and Building Materials*, 264, 120234.

- Nokken, M. R., & Hooton, R. D. (2008). Using pore parameters to estimate permeability or conductivity of concrete. *Materials and Structures*, 41, 1-16.
- Nooruddin, H. A., & Hossain, M. E. (2011). Modified Kozeny–Carmen correlation for enhanced hydraulic flow unit characterization. *Journal of Petroleum Science and Engineering*, 80(1), 107-115.
- Norvell, J. K., Stewart, J. G., Juenger, M. C., & Fowler, D. W. (2007). Influence of clays and clay-sized particles on concrete performance. *Journal of materials in civil engineering*, 19(12), 1053-1059.
- Nozu, M., Sakakibara, M., & Ahn, N. T. (2015). Securing of in-situ cement mixing quality for the expansive soil with the "montmorillonite" inclusion. *In Proceedings of conference deep mixing*, 845-852.
- Nyame, B. K. (1985). Permeability of normal and lightweight mortars. *Magazine of Concrete Research*, 37(130), 44-48.
- O'Rourke, T. D., & McGinn, A. J. (2006). Lessons learned for ground movements and soil stabilization from the Boston Central Artery. *Journal of Geotechnical and Geoenvironmental Engineering*, 132(8), 966-989.
- Oger, L. (1987). Etude des corrélations structure-propriétés des mélanges granulaires. *Thèse de doctorat d'Etat*, Université de Rennes, France.
- Okamara, T., & Terashi, M. (1975). Deep lime mixing method of stabilization for marine clay. In Proceedings of the fifth Regional Conference on Soil Mechanics and Foundation Engineering, 69-75.
- Olanitori, L. M. (2006). Mitigating the effect of clay content of sand on concrete strength. *In Proceedings of the 31st conference on Our World in Concrete and Structures*, 5-17.
- Oliver, W. C., & Pharr, G. M. (1992). An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. *Journal of materials research*, 7(6), 1564-1583.
- Ollivier, J. P., Maso, J. C., & Bourdette, B. (1995). Interfacial transition zone in concrete. Advanced cement-based materials, 2(1), 30-38.
- Ou, C. Y., Wu, T. S., & Hsieh, H. S. (1996). Analysis of deep excavation with column type of ground improvement in soft clay. *Journal of Geotechnical engineering*, 122(9), 709-716.
- Oualmakran, M., Mercatoris, B. C. N., & François, B. (2016). Pore-size distribution of a compacted silty soil after compaction, saturation, and loading. *Canadian Geotechnical Journal*, 53(12), 1902-1909.

Р

- Pandey, S. P., & Sharma, R. L. (2000). The influence of mineral additives on the strength and porosity of OPC mortar. *Cement and concrete research*, 30(1), 19-23.
- Park, S. W., Xia, Q., & Zhou, M. (2001). Dynamic behavior of concrete at high strain rates and pressures: II. Numerical simulation. *International journal of impact engineering*, 25(9), 887-910.
- Parrott, L. J. (1981). Effect of drying history upon the exchange of pore water with methanol and upon subsequent methanol sorption behaviour in hydrated alite paste. *Cement and Concrete Research*, 11(5-6), 651-658.
- Patouillard, S., Saussaye, L., Durand, E., Manceau, N., Le Kouby, A., & Coulet, A. (2019). Retour d'expérience sur les renforcements des levées de Loire en «deep soil mixing» - Deep soil mixing feedback in Loire levées. *Digues* maritimes et fluviales de protection contre les inondations, Aix-en-Provence, France, 8 p.
- Penumadu, D., & Dean, J. (2000). Compressibility effect in evaluating the pore-size distribution of kaolin clay using mercury intrusion porosimetry. *Canadian Geotechnical Journal*, 37(2), 393-405.
- Perera, A. S. R., Al-Tabbaa, A., Reid, J. M., & Johnson, D. (2005). State of practice report UK stabilisation/solidification treatment and remediation. Part V: Long-term performance and environmental impact. *In Proceedings of the International Conference on Stabilization/Solidification Treatment and Remediation*, London, UK, 437-457.
- Pooranampillai, S., Parmantier, D., Dawson, K., & Shin, S. (2012). A case history on the design, construction, and field quality control of cement Deep Soil Mixing. *In Proceeding of the 37th Annual conference on deep foundations*, 135-145.
- Porbaha, A. (1998). State of the art in deep mixing technology: part I. Basic concepts and overview. In Proceedings of the Institution of Civil Engineers-Ground Improvement, 2(2), 81-92.
- Porbaha, A., Tanaka, H., & Kobayashi, M. (1998). State of the art in deep mixing technology: part II. Applications. In Proceedings of the Institution of Civil Engineers-Ground Improvement, 2(3), 125-139.

- Porbaha, A., Shibuya, S., & Kishida, T. (2000). State of the art in deep mixing technology. Part III: geomaterial characterization. *In Proceedings of the Institution of Civil Engineers-Ground Improvement*, 4(3), 91-110.
- Porbaha, A. (2002). State of the art in quality assessment of deep mixing technology. *In Proceedings of the Institution of Civil Engineers-Ground Improvement*, 6(3), 95-120.
- Porbaha, A., Weatherby, D., Macnab, A., Lambrechts, J., Burke, G., Yang, D., & Puppala, A. J. (2005). Regional report: North American practice of deep mixing technology. *Deep Mixing*, 5, 47-73.
- Pospíšil, K., Frýbort, A., Kratochvíl, A., & Macháčková, J. (2008). Scanning electron microscopy method as a tool for the evaluation of selected materials microstructure. *Transactions on Transport Sciences*, 1(1), 13-20.
- Powers, T. C. (1958). Structure and physical properties of hardened Portland cement paste. *Journal of the american ceramic society*, 41(1), 1-6.
- Prusinski, J. R., & Bhattacharja, S. (1999). Effectiveness of Portland cement and lime in stabilizing clay soils. *Transportation research record*, 1652(1), 215-227.

0

Qu, H. C., & Chen, G. R. (2008). Numerical simulation of different-shaped random aggregates' influence on concrete's compression strength. *Advanced Materials Research*, 33, 623-630.

R

- Ranaivomanana, H., Razakamanantsoa, A., & Amiri, O. (2017). Permeability prediction of soils including degree of compaction and microstructure. *International Journal of Geomechanics*, 17(4), 04016107.
- Rao, S. M., Reddy, B. V. V., & Muttharam, M. (2001). The impact of cyclic wetting and drying on the swelling behaviour of stabilized expansive soils. *Engineering geology*, 60(1-4), 223-233.
- Reiffsteck, P., & Arbaut, J. (2007). Influence de la repartition granulometrique sur le comportement mecanique d'un sol. *Bulletin des laboratoires des ponts et chaussées*, 268-269.
- Ren, X. W., & Santamarina, J. C. (2018). The hydraulic conductivity of sediments: A pore size perspective. *Engineering Geology*, 233, 48-54.
- Rodriguez, E., Giacomelli, F., & Vazquez, A. (2004). Permeability-porosity relationship in RTM for different fiberglass and natural reinforcements. *Journal of composite materials*, 38(3), 259-268.
- Roy, D. M., Brown, P. W., Ski, D., Scheetz, B. E., & May, W. (1993). Concrete microstructure: Porosity and permeability. Report of Strategic Highway Research, Program (SHRP-C-628). Washington, DC: National Research Council (NRC).
- Rutherford, C. J. (2005). Design manual for excavation support using deep mixing technology. *Master thesis*, Texas A&M University, USA.
- Ryan, C. R., & Jasperse, B. H. (1989). Deep soil mixing at the Jackson Lake dam. In Proceedings of foundation engineering: current principles and practices (ed. F. H. Kulhawy), geotechnical special publication, 22, 354–367.

S

- Saar, M. O., & Manga, M. (1999). Permeability-porosity relationship in vesicular basalts. *Geophysical Research Letters*, 26(1), 111-114.
- Saitoh, S., Babaski, R., Hikita, S., Haruki, T., Ioroi, Y., & Kiyotoh, T. (1982). Studies on Improved Ground by Deep Mixing Method: Sampling and Unconfined Compression Test of Large-Sized Specimen. *Takenaka Technical Research Report No. 28*, Chiba, Japan, 1–11 (in Japanese).
- Saitoh, S., Suzuki, Y., & Shirai, K. (1985). Hardening of soil improved by the deep mixing method. *In Proceedings of the 11th International Conference on Soil Mechanics and Foundation Engineering*, 3, 1745–1748.
- Sakai, Y. (2020). Relationship between water permeability and pore structure of cementitious materials. *Magazine of Concrete Research*, 72(23), 1235-1242.
- Sandal, R. K., Sharma, R., & Ren, W. (2020). Bond-slip characterization of the interfacial transition zone of cement concrete and granite rock using push-out test. *Materials Today: Proceedings*, 32, 951-954.
- Santamarina, J. C., Klein, K. A., Wang, Y. H., & Prencke, E. (2002). Specific surface: determination and relevance. *Canadian Geotechnical Journal*, 39(1), 233-241.

- Sargam, Y., & Wang, K. (2021). Quantifying dispersion of nanosilica in hardened cement matrix using a novel SEM-EDS and image analysis-based methodology. *Cement and Concrete Research*, 147, 106524.
- Sargent, P., Hughes, P. N., & Rouainia, M. (2016). A new low carbon cementitious binder for stabilising weak ground conditions through deep soil mixing. *Soils and Foundations*, 56(6), 1021-1034.
- Sasa, K., Kurumada, Y., & Watanabe, M. (2015). Mixing Proportion Design and Construction Management for Application of Cement Deep Mixing Method to Construction Project on Controlled Final Landfill Site in Japan. In Proceedings of the Conference Deep Mixing, San Francisco: Deep Foundations Institute (DFI), 193-202.
- Saussaye, L., Le Kouby, A., Mathieu, F., and Mosser, J. F. (2018). Renforcement des digues par la technique du Deep Soil Mixing – retour d'expériences sur la levée de tours Loire amont. 9^{èmes} Journées Nationales de Géotechnique et de Géologie de l'Ingénieur, Champs-sur-Marne, France, 8 p.
- Scher, H., & Zallen, R. (1970). Critical density in percolation processes. *The Journal of Chemical Physics*, 53(9), 3759-3761.
- Schmid, J., Wiedemann, C., Bogner, A., & Schuhmacher, N. (2008). Deichertüchtigung durch Bodenvermörtelung mit dem Deep-Soil-Mixing-Verfahren (DSM). *Bautechnik*, 85(9), 634-639.
- Schwab, A. P., Hickey, J., Hunter, J., & Banks, M. K. (2006). Characteristics of blast furnace slag leachate produced under reduced and oxidized conditions. *Journal of Environmental Science and Health Part A*, 41(3), 381-395.
- Scrivener, K. L. (2004). Backscattered electron imaging of cementitious microstructures: understanding and quantification. *Cement and concrete Composites*, 26(8), 935-945.
- Scrivener, K. L., Bentur, A., & Pratt, P. L. (1988). Quantitative characterization of the transition zone in high strength concretes. Advances in Cement Research, 1(4), 230-237.
- Scrivener, K. L., Crumbie, A. K., & Laugesen, P. (2004). The interfacial transition zone (ITZ) between cement paste and aggregate in concrete. *Interface science*, 12, 411-421.
- Scrivener, K. L., & Gartner, E. M. (1987). Microstructural gradients in cement paste around aggregate particles. MRS Online Proceedings Library (OPL), 114, 77.
- Scrivener, K. L., & Nemati, K. M. (1996). The percolation of pore space in the cement paste/aggregate interfacial zone of concrete. *Cement and concrete research*, 26(1), 35-40.
- Scrivener, K. L., & Nonat, A. (2011). Hydration of cementitious materials, present and future. *Cement and concrete research*, 41(7), 651-665.
- Shane, J. D., Mason, T. O., Jennings, H. M., Garboczi, E. J., & Bentz, D. P. (2000). Effect of the interfacial transition zone on the conductivity of Portland cement mortars. *Journal of the American Ceramic Society*, 83(5), 1137-1144.
- Shen, S. L., Miura, N., & Koga, H. (2003). Interaction mechanism between deep mixing column and surrounding clay during installation. *Canadian Geotechnical Journal*, 40(2), 293-307.
- Shuguang, L., & Qingbin, L. (2015). Method of meshing ITZ structure in 3D meso-level finite element analysis for concrete. *Finite Elements in Analysis and Design*, 93, 96-106.
- Sierra, R. (1982). Répartition des différentes formes d'eau dans la structure des pâtes pures de C₃S et de ciment Portland. *Bull. Liaison LPC*, 117, 77-81.
- Sioulas, B., & Sanjayan, J. G. (2001). The coloration phenomenon associated with slag blended cements. Cement and concrete research, 31(2), 313-320.
- Skutnik, Z., Bajda, M., & Lech, M. (2019). The selection of sealing technologies of the subsoil and hydrotechnical structures and quality assurance. *Open Engineering*, 9(1), 420-427.
- Slichter, C. S. (1899). Theoretical investigation of the motion of ground waters. *The 19th Ann. Rep. US Geophys Survey.*, 304-319.
- Snoeck, D., Velasco, L. F., Mignon, A., Van Vlierberghe, S., Dubruel, P., Lodewyckx, P., & De Belie, N. (2014). The influence of different drying techniques on the water sorption properties of cement-based materials. *Cement and Concrete Research*, 64, 54-62.
- Sonebi, M. (2006). Utilization of micro-indentation technique to determine the micromechanical properties of ITZ in cementitious materials. *In Proceeding of the ACI Session on 'Nanotechnology of Concrete: Recent Developments and Future Perspective*, 57-68.

- Song, Y., Damiani, R. M., Shen, C., Castaneda, D. I., & Lange, D. A. (2020). A 3D petrographic analysis for concrete freeze-thaw protection. *Cement and Concrete Research*, 128, 105952.
- Stock, A. F., Hannantt, D. J., & Williams, R. I. T. (1979). The effect of aggregate concentration upon the strength and modulus of elasticity of concrete. *Magazine of concrete research*, 31(109), 225-234.
- Stoltz, G., Cuisinier, O., & Masrouri, F. (2014). Weathering of a lime-treated clayey soil by drying and wetting cycles. *Engineering Geology*, 181, 281-289.
- Sumanasooriya, M. S., & Neithalath, N. (2009). Stereology-and Morphology-Based Pore Structure Descriptors of Enhanced Porosity (Pervious) Concretes. ACI Materials Journal, 106(5), 429-438.
- Sun, X., Dai, Q., & Ng, K. (2014). Computational investigation of pore permeability and connectivity from transmission X-ray microscope images of a cement paste specimen. *Construction and Building Materials*, 68, 240-251.
- Szymkiewicz, F. (2011). Évaluation des propriétés mécaniques d'un sol traité au ciment. Thèse de doctorat en géotechnique, Université Paris-Est, France.
- Szymkiewicz, F., Tamga, F. S., Kouby, A. L., & Reiffsteck, P. (2013). Optimization of strength and homogeneity of deep mixing material by the determination of workability limit and optimum water content. *Canadian geotechnical journal*, 50(10), 1034-1043.

Т

- Takahashi, H., Morikawa, Y., Fujii, N., & Kitazume, M. (2018). Thirty-seven-year investigation of quicklime-treated soil produced by deep mixing method. In Proceedings of the Institution of Civil Engineers-Ground Improvement, 171(3), 135-147.
- Takahashi, H., Morikawa, Y., & Uemura, T. (2021). Trial tests to promote degradation of cement treated soil by percolation technique. *In Proceedings of the Deep Mixing*, Online, 1041-1049.
- Tang, A. M., Vu, M. N., & Cui, Y. J. (2011). Effects of the maximum soil aggregates size and cyclic wetting-drying on the stiffness of a lime-treated clayey soil. *Géotechnique*, 61(5), 421-429.
- Tang, A. M., Hughes, P. N., Dijkstra, T. A., Askarinejad, A., Brenčič, M., Cui, Y. J., ... & Van Beek, V. (2018). Atmosphere-vegetation-soil interactions in a climate change context; impact of changing conditions on engineered transport infrastructure slopes in Europe. *Quarterly Journal of Engineering Geology and Hydrogeology*, 51(2), 156-168.
- Tasdemir, M. A., & Karihaloo, B. L. (2001). Effect of aggregate volume fraction on the fracture parameters of concrete: a meso-mechanical approach. *Magazine of Concrete Research*, 53(6), 405-415.
- Tasong, W. A., Lynsdale, C. J., & Cripps, J. C. (1999). Aggregate-cement paste interface: Part I. Influence of aggregate geochemistry. *Cement and concrete research*, 29(7), 1019-1025.
- Taylor, D. W. (1948). Fundamentals of Soil Mechanics: John Wiley and Sons. Inc., New York, 42.
- Taylor, H. F. W., & Turner, A. B. (1987). Reactions of tricalcium silicate paste with organic liquids. *Cement and Concrete Research*, 17(4), 613-623.
- TCS (2002). Guidebook on non-destructive testing of concrete structures. Training Course Series.
- Terashi, M. (1997). Theme lecture: Deep mixing method-Brief state of the art. In Proceedings of the 14th ICSMFE, 4, 2475-2478.
- Terashi, M. (2003). The state of practice in deep mixing methods. Grouting and ground treatment, 25-49.
- Terashi, M., Tanaka, H., Mitsumoto, T., Niidome, Y. & Honma, S. (1980). Fundamental properties of lime and cement treated soils (2nd Report). *Report of the Port and Harbour Research Institute*, 19(1), 33-62 (in Japanese).
- Terashi, M., Tanaka, H., Mitsumoto, T., Honma, S., & Ohhashi, T. (1983) Fundamental properties of lime and cement treated soil (3rd report). *Report of the Port and Harbour Research Institute*, 22(1), 69-96 (in Japanese).
- Ter-Martirosyan, A. Z., & Sobolev, E. S. (2019). The influence of stress state, density and moisture on the dynamic properties of soil cement samples created by the method of deep soil mixing. *In Journal of Physics: Conference Series*, 1425(1), 012200.
- Thomas, M. D. A. (1989). The suitability of solvent exchange techniques for studying the pore structure of hardened cement paste. *Advances in Cement Research*, 2(5), 29-34.

- Thompson, A. H., Katz, A. J., & Krohn, C. E. (1987). The microgeometry and transport properties of sedimentary rock. *Advances in physics*, 36(5), 625-694.
- Tian, Y., Chen, C., Jin, N., Jin, X., Tian, Z., Yan, D., & Yu, W. (2019). An investigation on the three-dimensional transport of chloride ions in concrete based on X-ray computed tomography technology. *Construction and Building Materials*, 221, 443-455.
- Tidwell, V. C., Meigs, L. C., Christian-Frear, T., & Boney, C. M. (2000). Effects of spatially heterogeneous porosity on matrix diffusion as investigated by X-ray absorption imaging. *Journal of Contaminant Hydrology*, 42(2-4), 285-302.
- Toll, D. G., Mendes, J., Gallipoli, D., Glendinning, S., & Hughes, P. N. (2012). Investigating the impacts of climate change on slopes: field measurements. *Geological Society, London, Engineering Geology Special Publications*, 26(1), 151-161.
- Topolnicki, M. (2004). In situ soil mixing. Ground improvement, 2, 331-428.
- Topolnicki, M. (2016). General overview and advances in Deep Soil Mixing. In Proceedings of the XXIV geotechnical conference of torino design, construction and controls of soil improvement systems, 25-26.
- Trejo, D., Folliard, K. J., & Du, L. (2004). Sustainable development using controlled low-strength material. *In Proceedings of the international workshop on sustainable development and concrete technology*, 231-250.

V

- Van Breugel, K. (1991). Simulation of hydration and formation of structure in hardening cement-based materials. *Delft University of Technology, Faculty of Civil Engineering*, Stevinweg, Netherlands, 285 p.
- Van Lysebetten, G., Vervoort, A., Maertens, J., & Huybrechts, N. (2014). Discrete element modeling for the study of the effect of soft inclusions on the behavior of soil mix material. *Computers and Geotechnics*, 55, 342-351.
- Vardon, P. J. (2015). Climatic influence on geotechnical infrastructure: a review. *Environmental Geotechnics*, 2(3), 166-174.
- Vargas, P., Restrepo-Baena, O., & Tobón, J. I. (2017). Microstructural analysis of interfacial transition zone (ITZ) and its impact on the compressive strength of lightweight concretes. *Construction and Building Materials*, 137, 381-389.
- Vernet, C. (1982). Comportement de l'ion S²⁻ au cours de l'hydratation des ciments riches en laitier (CLK). Formation de solutions solides de S²⁻ dans les aluminates hydrates hexagonaux.
- Vervoort, A., Tavallali, A., Van Lysebetten, G., Maertens, J., & Huybrechts, N. (2012). Mechanical characterization of large-scale soil mix samples and the analysis of the influence of soil inclusions. *In Proceedings of the TC211 International Symposium on Ground Improvement IS-GI*, Brussels, Belgium, 127-135.
- Voce E, A. (1955). Practical strain-hardening function. Metallurgia, 51, 219-225.
- Vočka, R., Gallé, C., Dubois, M., & Lovera, P. (2000). Mercury intrusion porosimetry and hierarchical structure of cement pastes: Theory and experiment. *Cement and Concrete Research*, 30(4), 521-527.
 - W
- Walbert, C. (2015). Endommagement par le gel de pierres calcaires utilisées dans le patrimoine bâti: étude du comportement hydromécanique. *Thèse de doctorat en génie civil*, Université de Cergy Pontoise, France.
- Wang, B., Yan, L., Fu, Q., & Kasal, B. (2021a). A comprehensive review on recycled aggregate and recycled aggregate concrete. *Resources, Conservation and Recycling*, 171, 105565.
- Wang, J., Jivkov, A. P., Engelberg, D. L., & Li, Q. (2022a). Image-Based vs. Parametric Modelling of Concrete Meso-Structures. Materials, 15(3), 704.
- Wang, J., Li, X., Jivkov, A. P., Li, Q. M., & Engelberg, D. L. (2021b). Interfacial transition zones in concrete meso-scale models–Balancing physical realism and computational efficiency. *Construction and Building Materials*, 293, 123332.
- Wang, K., Shah, S. P., & Mishulovich, A. (2004). Effects of curing temperature and NaOH addition on hydration and strength development of clinker-free CKD-fly ash binders. *Cement and Concrete Research*, 34(2), 299-309.
- Wang, L., & Ueda, T. (2011). Mesoscale modeling of water penetration into concrete by capillary absorption. Ocean Engineering, 38(4), 519-528.
- Wang, S. D., Pu, X. C., Scrivener, K. L., & Pratt, P. L. (1995). Alkali-activated slag cement and concrete: a review of properties and problems. *Advances in cement research*, 7(27), 93-102.

- Wang, Y., Jin, F., & Xie, Y. (2016). Experimental study on effects of casting procedures on compressive strength, water permeability, and interfacial transition zone porosity of rock-filled concrete. *Journal of Materials in Civil Engineering*, 28(8), 04016055.
- Wang, Y., Li, L., An, M., Sun, Y., Yu, Z., & Huang, H. (2022b). Factors influencing the capillary water absorption characteristics of concrete and their relationship to pore structure. *Applied Sciences*, 12(4), 2211.
- Watson, A. J., & Oyeka, C. C. (1981). Oil permeability of hardened cement pastes and concrete. *Magazine of Concrete Research*, 33(115), 85-95.
- Weibel, E. R. (1981). Stereological methods in cell biology: where are we--where are we going? Journal of Histochemistry & Cytochemistry, 29(9), 1043-1052.
- Winslow, D. N., Cohen, M. D., Bentz, D. P., Snyder, K. A., & Garboczi, E. J. (1994). Percolation and pore structure in mortars and concrete. *Cement and concrete research*, 24(1), 25-37.
- Wittinanon, T., Rianyoi, R., & Chaipanich, A. (2020). Effect of polyvinylidene fluoride on the fracture microstructure characteristics and piezoelectric and mechanical properties of 0-3 barium zirconate titanate ceramic-cement composites. *Journal of the European Ceramic Society*, 40(14), 4886-4893.
- Wong, H. S., Zobel, M., Buenfeld, N. R., & Zimmerman, R. W. (2009). Influence of the interfacial transition zone and microcracking on the diffusivity, permeability and sorptivity of cement-based materials after drying. *Magazine of concrete research*, 61(8), 571-589.
- Wriggers, P., & Moftah, S. O. (2006). Mesoscale models for concrete: Homogenisation and damage behaviour. *Finite elements in analysis and design*, 42(7), 623-636.
- Wu, Z., Deng, Y., Liu, S., Liu, Q., Chen, Y., & Zha, F. (2016). Strength and micro-structure evolution of compacted soils modified by admixtures of cement and metakaolin. *Applied Clay Science*, 127, 44-51.

X

- Xiao, J., Li, W., Sun, Z., Lange, D. A., & Shah, S. P. (2013a). Properties of interfacial transition zones in recycled aggregate concrete tested by nanoindentation. *Cement and Concrete Composites*, 37, 276-292.
- Xiao, J., Li, W., Corr, D. J., & Shah, S. P. (2013b). Effects of interfacial transition zones on the stress-strain behavior of modeled recycled aggregate concrete. *Cement and Concrete Research*, 52, 82-99.
- Xu, K. (1995). Structures multiéchelles: modèles pour la description des matériaux poreux et l'estimation de leurs propriétés de transport. *Thèse de doctorat en mécanique*, Université Joseph Fourier, Grenoble, France.
- Xu, J., Corr, D. J., & Shah, S. P. (2015). Nanomechanical investigation of the effects of nanoSiO₂ on C–S–H gel/cement grain interfaces. *Cement and Concrete Composites*, 61, 7-17.
- Xu, Y., & Chen, S. (2016). A method for modeling the damage behavior of concrete with a three-phase mesostructure. *Construction and Building Materials*, 102, 26-38.
- Xu, J., Wang, B., & Zuo, J. (2017). Modification effects of nanosilica on the interfacial transition zone in concrete: A multiscale approach. *Cement and Concrete Composites*, 81, 1-10.
- Xu, Z., Bai, Z., Wu, J., Long, H., Deng, H., Chen, Z., ... & Fan, X. (2022). Microstructural characteristics and nanomodification of interfacial transition zone in concrete: A review. *Nanotechnology Reviews*, 11(1), 2078-2100.

Y

- Yamei, Z., Wei, S., & Lianfei, S. (1997). Mechanical properties of high-performance concrete made with high calcium high sulfate fly ash. *Cement and Concrete research*, 27(7), 1093-1098.
- Yang, Z., Ren, W., Sharma, R., McDonald, S., Mostafavi, M., Vertyagina, Y., & Marrow, T. J. (2017). In-situ X-ray computed tomography characterisation of 3D fracture evolution and image-based numerical homogenisation of concrete. *Cement and Concrete Composites*, 75, 74-83.
- Ye, G., Shu, H., Zhang, Z., Kang, S., Zhang, S., & Wang, Q. (2021). Solidification and field assessment of soft soil stabilized by a waste-based binder using deep mixing method. *Bulletin of Engineering Geology and the Environment*, 80(6), 5061-5074.
- Yong-Feng, D., Tong-Wei, Z., Yu, Z., Qian-Wen, L., & Qiong, W. (2017). Mechanical behaviour and microstructure of steel slag-based composite and its application for soft clay stabilisation. European *Journal of Environmental and Civil Engineering*, 1-16.

- Yool, A. I. G., Lees, T. P., & Fried, A. (1998). Improvements to the methylene blue dye test for harmful clay in aggregates for concrete and mortar. *Cement and concrete research*, 28(10), 1417-1428.
- Yue, Z. Q., Chen, S., & Tham, L. G. (2003). Finite element modeling of geomaterials using digital image processing. Computers and Geotechnics, 30(5), 375-397.

\mathbf{Z}

- Zacharda, V., Němeček, J., & Štemberk, P. (2017). Micromechanical performance of interfacial transition zone in fiberreinforced cement matrix. In IOP Conference Series: Materials Science and Engineering, 246(1), 012018.
- Zhang, J., Ma, G., Ming, R., Cui, X., Li, L., & Xu, H. (2018a). Numerical study on seepage flow in pervious concrete based on 3D CT imaging. *Construction and Building Materials*, 161, 468-478.
- Zhang, J., Sun, H., Wan, J., & Yi, Z. (2009). Study on microstructure and mechanical property of interfacial transition zone between limestone aggregate and Sialite paste. *Construction and Building Materials*, 23(11), 3393-3397.
- Zhang, J., & Scherer, G. W. (2011). Comparison of methods for arresting hydration of cement. *Cement and Concrete Research*, 41(10), 1024-1036.
- Zhang, M. (2017). Pore-scale modelling of relative permeability of cementitious materials using X-ray computed microtomography images. *Cement and Concrete Research*, 95, 18-29.
- Zhang, S., Sun, Z., Zhou, J., Yang, B., Zhang, J., & Cui, Z. (2021). Numerical Analysis of Effective Permeability of Concrete-Like Material with a Random Three-Phase Mesostructure. *Frontiers in Physics*, 9, 752589.
- Zhang, T., Yue, X., Deng, Y., Zhang, D., & Liu, S. (2014). Mechanical behaviour and micro-structure of cement-stabilised marine clay with a metakaolin agent. *Construction and Building Materials*, 73, 51-57.
- Zhang, Z., Scherer, G. W., & Bauer, A. (2018b). Morphology of cementitious material during early hydration. *Cement and concrete research*, 107, 85-100.
- Zhang, L., & Glasser, F. P. (2000). Critical examination of drying damage to cement pastes. *Advances in cement research*, 12(2), 79-88.
- Zhao, H., Ding, J., Huang, Y., Tang, Y., Xu, W., & Huang, D. (2019). Experimental analysis on the relationship between pore structure and capillary water absorption characteristics of cement-based materials. *Structural Concrete*, 20(5), 1750-1762.
- Zheng, J., Zheng, L., Liu, H. H., & Ju, Y. (2015). Relationships between permeability, porosity and effective stress for low-permeability sedimentary rock. *International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences*, 78, 304-318.
- Zheng, J., & Zhou, X. (2007). Percolation of ITZs in concrete and effects of attributing factors. *Journal of materials in civil engineering*, 19(9), 784-790.
- Zhou, C., Li, K., & Ma, F. (2014). Numerical and statistical analysis of elastic modulus of concrete as a three-phase heterogeneous composite. *Computers & Structures*, 139, 33-42.
- Zhou, X. Q., & Hao, H. (2008). Mesoscale modelling of concrete tensile failure mechanism at high strain rates. Computers & Structures, 86(21-22), 2013-2026.
- Zimbelmann, R. (1985). A contribution to the problem of cement-aggregate bond. *Cement and concrete research*, 15(5), 801-808.
- Zimbelmann, R. (1987). A method for strengthening the bond between cement stone and aggregates. *Cement and Concrete Research*, 17(4), 651-660.
- Zotsenko, M., & Kharchenko, M. (2018). Experience of weak soil reinforcement by soil-cement elements manufactured by deep soil mixing technology. *International Journal of Engineering and Technology*, 7(3), 486-493.

Annexes

Annexe 1

Structure des digues de la Loire Moyenne

1.1. Profil T1

Le profil des tronçons non renforcés de la levée d'Orléans est composé d'un corps de digue constitué de sable argileux, avec une perméabilité à l'eau comprise entre 10-6 et 10-7 m/s. Le talus du côté Loire présente une pente de 30° et est protégé contre l'érosion externe à l'aide d'un perré, généralement construit en pierres, surmonté d'une couche végétale enherbée. Des pieux en bois sont souvent retrouvés à la base du perré. De même, le talus du côté val est enherbé et présente une pente de 24°. La hauteur maximale de ce type de profil en travers, qui s'étend sur 7,95 km, est de 5,60 m. La fondation de la levée repose sur une couche d'alluvions argilo-limoneuses peu perméable, avec une épaisseur qui varie entre 1 et 2 m. Sa conductivité hydraulique est de 10⁻⁶ à 10⁻⁷ m/s et présente une anisotropie, c'est-à-dire que la perméabilité verticale est plus faible que la perméabilité horizontale. En ce qui concerne le substratum, il est composé soit par les calcaires de Beauce karstiques, soit par des argiles compactes, notamment en amont de site S.

1.2. Profil T2

Le profil des tronçons renforcés du côté Loire de la levée d'Orléans consiste en l'ancien corps de digue composé de sable argileux avec une perméabilité à l'eau comprise entre 10⁻⁶ et 10⁻⁷ m/s, renforcé par une couche d'argile d'une perméabilité à l'eau situant entre 10⁻⁶ et 10⁻⁸ m/s, et cette couche d'argile a une épaisseur d'environs 2 m. Le talus du côté Loire est enherbé, avec une pente moyenne de 20°. Dans le but de protéger le talus contre les affouillements, un para fouille en béton de 1,5 m de profondeur est généralement construit dans la fondation. Le talus du côté val présente une pente moyenne de 20° et est également enherbé. La hauteur maximale de ce type de structure de la levée d'Orléans est de 6,86 m, et il s'étend sur un linéaire total de 6,95 km. La fondation de cette levée est constituée des mêmes couches que celles dans le profil T1.

1.3. Profil T3

De même, le dernier type de profil en travers est composé de l'ancien corps de digue en sable argileux, avec une perméabilité à l'eau situant entre 10⁻⁶ et 10⁻⁷ m/s. Cependant, ce profil est renforcé du côté val par couche de matériaux plus perméable, dont la perméabilité à l'eau varie entre 10⁻⁵ et 10⁻⁶ m/s, par rapport au corps de la digue. Un drain filtrant a été mis en place à la base du renforcement pour permettre la filtration des eaux percolées à travers la levée ou sa fondation. Le talus du côté Loire affichant une pente de 22° est doté du même système de protection contre l'érosion externe que celui du profil T1 (un perré en maçonnerie) surmonté par une couche de terre végétale enherbée. Le talus du côté val a une pente moyenne de 18° et est également enherbé. Ce type de profil est présent sur un linéaire total de 28,75 km, avec une hauteur maximale de 7,23 m. La fondation de cette levée est composée des mêmes horizons que ceux dans le profil T1. Les zones de contact avec le niveau de la Loire sont généralement renforcées par un système d'enrochement au pied de la levée en question.



Fig. 287. Profil en travers de type T1 de la levée d'Orléans [© J. Amrioui, inspiré de DREAL centre (2012a)]



Fig. 288. Profil en travers de type T2 de la levée d'Orléans [© J. Amrioui, inspiré de DREAL centre (2012a)]



Fig. 289. Profil en travers de type T3 de la levée d'Orléans [© J. Amrioui, inspiré de DREAL centre (2012a)]

Annexe 2 Phénomène d'hydratation du ciment Portland (CEM I)

La prise de ciment ne résulte pas d'un simple séchage de la pâte après l'ajout d'eau, mais plutôt d'un ensemble de réactions chimiques d'hydratation permettant le passage de la pâte de ciment de son état frais à son état durci. Un aperçu général sur ces réactions ainsi que les produits cimentaires développés pendant l'hydratation du ciment Portland artificiel CEM I, composé majoritairement de clinker, sera présenté dans les prochains paragraphes.

2.1. Hydratation des silicates de calcium

Lorsque le clinker entre en contact avec l'eau, l'hydratation des silicates de calcium tricalciques C_3S donne naissance aux silicates de calcium hydratés CSH. La structure élémentaire de ces hydrates ressemble à celle des argiles, comme illustré dans la Fig. 290 et la Fig. 291a. Parallèlement aux CSH, la portlandite $Ca(OH)_2$ (chaux hydratée), sous forme de fines plaquettes hexagonales se forment également, comme montré dans la Fig. 291b. L'hydratation des silicates bicalciques C_2S donne les mêmes produits cimentaires que C_3S , mais leur cinétique de réaction est beaucoup plus lente. Par conséquent, le C_3S influence généralement la résistance à court terme ainsi que la prise finale, tandis que le C_2S est plutôt responsable de la résistance à long terme (Li 1994).

La résistance mécanique des matériaux à base de ciment, comme le béton, à l'état durci est principalement fournie par le développement du gel CSH entre les grains de sable et du gravier présents dans la formulation du mélange. De plus, bien que la portlandite contribue peu à la résistance du matériau, elle joue un rôle crucial dans sa durabilité, notamment en présence des armatures (Arsenault 1999). En effet, cet hydrate confère à la solution interstitielle de la pâte du ciment un caractère alcalin qui protège de manière efficace des armatures contre la corrosion due à la carbonatation ou la diffusion de chlorures au cœur du matériau. Cependant, à un pH inférieur à 12,5, la portlandite devient instable et se dissout, libérant des cations Ca²⁺ dans l'eau de pores dans la pâte du ciment.



Fig. 290. Schéma représentant le modèle de CSH proposé par Feldman et Sereda, revu par Sierra (1982)

Les produits formés lors de l'hydratation des silicates de calcium résultent des réactions (1) et (2), dans lesquelles les molécules H_2O sont désignées par H, la chaux CaO par C et la silice SiO₂ par S.

$$2C_3S + 6H \rightarrow C_3S_2H_3 + 3CH \tag{1}$$

$$2C_2S + 4H \rightarrow C_3S_2H_3 + CH \tag{2}$$

2.2. Hydratation des aluminates de calcium en absence de gypse

L'aluminate tricalcique C_3A est considéré comme étant le constituant le plus réactif du clinker. En l'absence de gypse, il réagit très rapidement avec l'eau dès les premiers instants, formant un gel puis la cristallisation des aluminates de calcium hydratés C_2AH_8 et C_4AH_{13} en plaquettes hexagonales, selon la réaction suivante, dans laquelle les alumines Al_2O_3 sont désignés par A, et enfin la formation de cristaux cubiques de C_3AH_6 .

$$3C_3A + 21H \rightarrow C_4AH_{13} + C_2AH_8$$
 (3)

L'aluminoferrite tétracalcique C₄AF forme les mêmes hydrates que C₃A, par simple substitution Al \rightarrow Fe, mais il réagit moins vite que C₃A (l'oxyde de Fer Fe₂O₃ est désigné par F).

La précipitation immédiate des aluminates, en l'absence de l'ajout du régulateur de prise qui est le gypse, entraverait l'hydratation des autres phases anhydres du ciment, en particulier le C_3S , en créant une barrière imperméable autour des grains de silicates (Guanshu 1994).

2.3. Hydratation des aluminates de calcium en présence de gypse

Pour éviter la prise rapide qui entraverait l'hydratation des silicates, notamment du C_3S , on ajoute généralement une quantité modérée du gypse (CaSO₄) dans le clinker lors de la fabrication du ciment afin de réguler sa prise. Par conséquent, l'addition de sulfate de calcium (CaSO₄) favorise la formation de sulfoaluminates, en particulier le trisulfoaluminate C₃A.3CŜ.32H, également appelée "ettringite primaire", où le trioxyde de Soufre SO₃ est désigné par Ŝ. Cette ettringite, qui est finement cristallisée comme le montre la Fig. 291c, recouvre les grains des aluminates, en particulier ceux du C₃A, d'une couche protectrice, ralentissant ainsi leur réaction avec l'eau (Guanshu 1994).

$$C_3A + 3C\hat{S}.2H + 21H \rightarrow C_3A.3C\hat{S}.32H$$

(4)



Fig. 291. Observations au MEB des hydrates : (a) CSH ; (b) Portlandite (http://doc.lerm.fr/pouzzolanicite-activite-pouzzolanique-ethydraulicite/) ; (c) ettringite (Pospíšil et al. 2008)

Annexe 3

Généralités sur les argiles

Les argiles sont des minéraux largement répandus à la surface du globe terrestre. En effet, ces minéraux se caractérisent par leur petite taille, par leur surface spécifique importante, et par conséquent, une réactivité élevée [leur taille maximale ne dépassant pas 2 µm selon Caillère et al. (1982)]. Sur le plan minéralogique, les argiles appartiennent à la famille des phyllosilicates ou silicates hydratés en feuillets, à savoir des silicates d'aluminium, et parfois des silicates de magnésium, et qui se forment grâce l'association de couches d'octaèdres alumineux (parfois magnésiens) et de tétraèdres siliceux (Maddi et al. 2007).

3.1. Minéralogie des argiles

Les minéraux argileux sont connus par leur structure ionique et de leur capacité d'interagir avec les molécules polaires de l'eau. Une particule d'argile est composée d'un empilement de feuillets élémentaires formés par l'association de deux unités structurales de base, qui sont :

- Tétraèdres de silicium SiO4 (noté T) : il s'agit de quatre atomes d'oxygène disposés aux sommets d'une structure tétraédrique régulière enserrant un atome de silicium. Ces tétraèdres se combinent entre eux pour former des couches appelées couches tétraédriques, comme illustré dans la Fig. 292a ;
- Octaèdre d'aluminium Al₂(OH)₆ et/ou de magnésium Mg₃(OH)₆ (notés O) : dans cette configuration cas, six ions hydroxydes OH enserrent un atome d'aluminium ou de magnésium. Les octaèdres se combinent également pour former des couches planes dites couches octaédriques, comme illustré dans la Fig. 292b.



Fig. 292. (a) Couche tétraédrique ; (b) Couche octaédrique d'après Mitchell (1993)

3.2. Structure moléculaire microscopique des argiles

Selon la manière dont les couches de base (T et O) s'empilent, les minéraux argileux sont classés en trois types :

- Le type de feuillet TO : composé d'une couche tétraédrique (T) et d'une couche octaédrique (O), comme le montre la Fig. 293a. Les argiles de ce type, dont l'unité de structure de base est dissymétrique, appartiennent à la famille des kaolinites ;
- Le type de feuillets TOT : ce type d'argiles se compose d'une couche octaédrique (O) entourée de deux couches tétraédriques (T), comme illustré dans la Fig. 293b. Ces argiles, qui présentent une unité structurale de base symétrique, incluent divers minéraux tels que les illites et les smectites, comme la montmorillonite. Cependant, leur structure et leurs propriétés peuvent varier considérablement ;
- 3) Le type de feuillets TOTO : le troisième type des minéraux argileux comprend le chlorite, la chamoisite, la nimite...



Fig. 293. Structure des feuillets : (a) Kaolinite ; (b) Montmorillonite d'après Mitchell (1993)

La Fig. 294 présente des observations au microscope électronique à balayage (MEB) des trois types d'argiles décrits précédemment.



Fig. 294. Observations au MEB des argiles : a) kaolinite ; b) illite et c) montmorillonite (Mitchell, 1993).

Annexe 4

Résultats de l'approche prédictive de la perméabilité du chapitre (4)

Le Tableau 39 récence les perméabilités à l'eau issues de la prédiction à partir des quatre modèles porositéperméabilité appliqués sur les mélanges DSM ainsi que les résultats expérimentaux.

Référence		Modèle des capillaires droits		Modèle de Deng et al. (2015)		Modèle d'Ait- Mokhtar et al. (1999)		Modèle de Katz et Thompson (1987)		Modèle d'Ait- Mokhtar et al. (1999) étendu	
		Kest (m/s)	A	Kest (m/s)	A	Kest (m/s)	A	Kest (m/s)	A	Kest (m/s)	A
Argiles	1	7,3E-10	3,1 (U)	1,9E-11	116,3 (U)	8E-10	3E+00 (U)	1,3E-10	17,2 (U)	3,6E-11	61,2 (U)
	2	3,2E-08	13,3 (O)	8,0E-10	3,0 (U)	3E-08	1E+01 (O)	4,2E-09	1,7 (O)	2,6E-09	1,1 (O)
	3	6,7E-11	1,3 (O)	6,6E-12	8,0 (U)	9E-09	2E+02 (O)	1,5E-11	3,4 (U)	2,1E-12	24,8 (U)
	4	5,3E-11	1,0 (U)	1,8E-11	3,1 (U)	6E-08	1E+03 (O)	1,5E-11	3,7 (U)	1,6E-11	3,3 (U)
es	5	2,4E-11	1,4 (O)	3,9E-11	2,2 (O)	2E-06	1E+05 (O)	6,9E-12	2,6 (U)	7,6E-12	2,3 (U)
+ sabl	6	1,3E-11	1,6 (U)	1,4E-11	1,5 (U)	3E-06	1E+05 (O)	3,1E-12	6,8 (U)	4,7E-12	4,5 (U)
Argiles +	7	1,9E-11	1,9 (U)	1,5E-10	4,0 (O)	2E-05	6E+05 (O)	4,7E-12	7,9 (U)	7,5E-11	2,0 (O)
	8	2,9E-11	3,6 (U)	1,7E-10	1,7 (O)	1E-05	1E+05 (O)	8,1E-12	12,6 (U)	8,6E-11	1,2 (U)
Sables	9	1,6E-11	1,4 (U)	1,3E-10	5,5 (O)	4E-08	2E+03 (O)	4,6E-12	5,0 (U)	9,1E-12	2,5 (U)
	10	1,0E-09	65,7 (O)	7,3E-11	4,7 (O)	5E-08	3E+03 (O)	1,9E-10	12,2 (O)	7,0E-12	2,2 (U)
	11	1,5E-11	1,1 (O)	4,0E-11	3,0 (O)	3E-08	2E+03 (O)	4,0E-12	3,3 (U)	5,5E-12	2,4 (U)
	12	1,5E-11	1,6 (U)	3,9E-11	1,6 (O)	3E-08	1E+03 (O)	4,2E-12	5,9 (U)	2,3E-12	10,8 (U)
	13	9,4E-12	1,5 (U)	8,3E-12	1,8 (U)	3E-06	2E+05 (O)	2,7E-12	5,4 (U)	9,1E-12	1,6 (U)
	14	3,0E-10	30,0 (O)	1,1E-11	1,1 (O)	1E-06	1E+05 (O)	5,7E-11	5,7 (U)	6,3E-11	6,3 (O)
Sols de site	15	2,1E-10	4,3 (O)	2,3E-11	2,2 (U)	1E-05	3E+05 (O)	3,1E-11	1,6 (U)	1,1E-10	2,1 (O)
	16	2,8E-10	26,7 (O)	2,5E-11	2,4 (O)	1E-05	1E+06 (O)	5,8E-11	5,6 (U)	2,4E-10	23,2 (O)
	17	2,9E-10	10,1 (O)	8,6E-12	3,4 (U)	5E-07	2E+04 (O)	5,2E-11	1,8 (U)	2,8E-11	1,0 (U)
	18	1,6E-10	8,1 (O)	7,5E-12	2,7 (U)	2E-05	9E+05 (O)	3,3E-11	1,6 (U)	1,2E-10	5,9 (O)
	19	2,2E-10	13,1 (O)	1,3E-11	1,3 (U)	1E-06	8E+04 (O)	4,4E-11	2,6 (U)	9,4E-11	5,7 (O)
	20	5,2E-10	29,5 (O)	1,0E-11	1,7 (U)	8E-08	4E+03 (O)	560E-11	3,4 (O)	3,7E-12	4,8 (U)
	21	7,0E-10	25,1 (O)	1,2E-11	2,3 (U)	2E-07	6E+03 (O)	9,6E-11	3,5 (O)	8,5E-12	3,3 (U)
	22	1,2E-10	12,4 (O)	4,2E-12	2,4 (U)	7E-06	7E+05 (O)	2,4E-11	2,4 (O)	1,4E-11	1,4 (O)
	23	3,5E-10	12,4 (O)	4,6E-11	1,7 (O)	2E-07	6E+03 (O)	7,9E-11	2,8 (O)	2,1E-11	1,3 (U)
	24	1,4E-09	3,2 (O)	6,8E-11	6,3 (U)	5E-06	1E+04 (O)	2,6E-10	1,7 (U)	2,4E-11	18,3 (U)

 Tableau 39. Résultats théoriques de l'approche prédictive de la perméabilité à l'eau des mélanges sol-ciment produits par la technique DSM (U : sous-estimé ; O : surestimé)

Le Tableau 40 résume les valeurs de perméabilité expérimentale (K_{exp}) mesurée dans une cellule triaxiale sur des échantillons de Ø50 provenant des sites SC1-M, SC2-S, SC3-R, SC4-G et SC4-S, ainsi que les paramètres du modèle K&T et les valeurs de perméabilité estimée pour les différentes matrices de sol-ciment bien mixées correspondantes.

Sondage carotté (SC)	Profondeur (m)	K _{exp} (m/s)	P _{Hg} (%)	D _c (nm)	D _h (nm)	S(D _h)	К _{К&Т} (m/s)
	7,3E-12	35,4	23,8077	22,4142	0,628287	1,2E-11	7,3E-12
	3,1E-11	34,0	23,8077	21,8070	0,634426	1,1E-11	3,1E-11
	1,2E-11	33,8	25,2012	23,8059	0,630463	1,3E-11	1,2E-11
	2,1E-11	35,9	25,2016	23,8063	0,573398	1,2E-11	2,1E-11
	4,6E-11	35,7	25,2127	23,7920	0,581658	1,2E-11	4,6E-11
SC1-M	5,9E-11	34,9	45,2461	42,5270	0,232670	1,6E-11	5,9E-11
	2,2E-11	35,0	25,2127	23,7910	0,598120	1,3E-11	2,2E-11
	2,8E-11	35,8	21,1767	19,9333	0,698516	1,1E-11	2,8E-11
	2,3E-11	37,1	25,2032	23,8019	0,580629	1,3E-11	2,3E-11
	5,7E-12	34,7	25,1951	23,7421	0,610093	1,3E-11	5,7E-12
	1,1E-11	32,7	21,1735	19,9326	0,592620	8,2E-12	1,1E-11
	5,7E-11	39,5	21,1747	20,1667	0,678037	1,2E-11	5,7E-11
	3,3E-11	41,0	23,8045	22,4160	0,664071	1,4E-11	3,3E-11
	2,8E-11	39,9	21,1770	19,8412	0,643330	1,1E-11	2,8E-11
	7,6E-11	41,1	21,1731	19,8348	0,650266	1,1E-11	7,6E-11
SC2 S	6,6E-11	39,3	19,9397	18,8345	0,617912	9,1E-12	6,6E-11
302-3	4,2E-10	39,0	28,3297	27,2261	0,661473	2,1E-11	4,2E-10
	2,5E-11	37,6	23,8048	22,4116	0,776272	1,6E-11	2,5E-11
	4,6E-12	35,7	17,1421	16,8047	0,619510	6,9E-12	4,6E-12
	5,3E-11	37,0	18,8381	17,9411	0,620250	7,9E-12	5,3E-11
	2,6E-11	34,3	17,7331	16,7552	0,609849	6,2E-12	2,6E-11
SC2 P	7,9E-10	54,4	57,1173	55,4591	0,671379	1,2E-10	7,9E-10
SCJ-K	6,1E-10	54,2	48,0173	45,2993	0,727120	8,6E-11	6,1E-10
	1,2E-11	40,0	33,8203	30,9059	0,741520	2,9E-11	1,2E-11
	1,0E-11	42,3	33,8191	30,9048	0,721058	3,0E-11	1,0E-11
SCA C	3,1E-10	49,7	45,1977	44,0145	0,793162	8,4E-11	3,1E-10
504-0	1,4E-10	43,9	47,9873	45,8514	0,688745	6,8E-11	1,4E-10
	6,9E-11	45,1	38,0161	33,8271	0,763013	3,9E-11	6,9E-11
	7,8E-11	46,1	33,8236	30,1458	0,735761	3,1E-11	7,8E-11
	2,4E-11	45,9	25,2026	23,8111	0,604588	1,7E-11	2,4E-11
	2,3E-10	49,4	30,0925	29,2510	0,513663	2,4E-11	2,3E-10
	7,1E-12	48,5	28,3344	26,2154	0,532442	1,8E-11	7,1E-12
	1,5E-11	48,4	26,7696	24,7455	0,570950	1,8E-11	1,5E-11
$\mathbf{S}C\mathbf{A}\mathbf{S}$	2,6E-11	47,7	25,1935	23,8037	0,553026	1,6E-11	2,6E-11
304-3	5,7E-11	47,4	26,7500	25,1999	0,468599	1,5E-11	5,7E-11
	2,3E-11	47,8	26,7575	25,1955	0,472046	1,5E-11	2,3E-11
	1,1E-11	47,5	25,1950	24,2013	0,432412	1,3E-11	1,1E-11
	4,7E-12	44,2	22,4158	21,1774	0,475116	1,0E-11	4,7E-12
	4,0E-12	41,5	16,7947	15,2406	0,552906	5,4E-12	4,0E-12

 Tableau 40. Résultats théoriques de l'approche prédictive supplémentaire de la perméabilité à l'eau des matrices de sol-ciment bien mixées produites par la technique du DSM in-situ

Annexe 5

Méthode 1D

La "méthode 1D" a été développée en Belgique pour évaluer les pourcentages d'inclusions sur les carottes de DSM prélevées sur différents sites de construction par le procédé de DSM (Ganne et al. 2011 ; Denies et al. 2012b ; BBRI 2018). Cette méthode, également connue sous le nom de "méthodologie du pourcentage de ligne", implique de tracer quatre lignes génératrices de manière équidistante autour du diamètre sur la surface latérale des éprouvettes cylindriques (Fig. 295b). Ensuite, les longueurs cumulées des inclusions de sol et des graviers sont mesurées manuellement à l'aide d'une règle placée le long des lignes de mesure (Fig. 295c). La fraction linéaire P_{1D} d'inclusions est ensuite calculé en rapportant la longueur cumulée à la longueur totale des quatre lignes de mesure (4 fois la hauteur de l'échantillon).



Fig. 295. (a) Mesure des dimensions de l'éprouvette à l'aide d'un pied à coulisse ; (b) Quatre lignes de mesure tracées autour de l'éprouvette ; (c) Mesure de la longueur cumulée des inclusions à l'aide d'une règle graduée

Annexe 6 Méthode 2D et Méthode 3D : effet du diamètre de carottage

Les résultats de la caractérisation des inclusions ont mis en évidence que la "méthode 2D" appliquée sur la surface latérale des éprouvettes présente des biais lors de l'estimation des fractions volumiques des deux types d'inclusions (sol et graviers). Afin d'explorer d'autres biais liés à un effet d'échelle, c'est-à-dire au diamètre des éprouvettes testées, les fractions surfaciques $P_{2D}[\emptyset100]$ estimées sur les éprouvettes de $\emptyset100$, ont été comparées à celles estimées sur la surface latérale des éprouvettes de $\emptyset50$ (soit $P_{2D}[\emptyset50]$) après recarottage de ces dernières. Un recarottage est illustré dans la Fig. 296a (les éprouvettes de $\emptyset100$ ont été recarottées en laboratoire pour obtenir des éprouvettes de $\emptyset50$ afin de réaliser des essais de perméabilité). Les résultats tracés sur la Fig. 296b révèlent que les fractions surfaciques des éprouvettes $\emptyset50$ sont plus élevées que celles estimées sur les éprouvettes de $\emptyset100$. La "méthode 2D" est donc influencée par le diamètre des éprouvettes compte tenu également de la taille respective des inclusions de sol et des graviers.



Fig. 296. (a) Recarottage des éprouvettes de Ø100 (Ext) en Ø50 (Int) pour réaliser des essais de perméabilité à l'eau ; (b) Comparaison entre les fractions surfaciques estimées par "méthode 2D" sur la surface latérale des éprouvettes de Ø100 et de Ø50

Dans le but d'évaluer l'effet de ce recarottage sur l'estimation des fractions non seulement surfaciques P_{2D} mais également volumiques P_{3D} des inclusions de sol et des graviers, quatre éprouvettes parfaites de diamètres 100 mm et de hauteur 100 mm ont été conçues à l'aide du logiciel *SolidWorks*. Ces éprouvettes comprennent des inclusions sphériques et cubiques de 15 mm de diamètre et d'arête (taille arbitraire), respectivement, arrangées de manière très uniforme en lits parallèles ou en quinconce (Fig. 297). Bien que ces configurations puissent ne pas être réalistes, cette approche permet d'analyser l'impact du diamètre de recarottage sur les valeurs estimées des fractions surfaciques et volumiques des inclusions dans les éprouvettes de DSM provenant du site.



Fig. 297. Quatre éprouvettes cylindriques contenant des inclusions de formes différentes et disposées de différentes manières sont représentées de gauche à droite : (1) Sphères de taille identique disposées en parallèle ; (2) Sphères de taille identique disposées en quinconce ; (3) Cubes de taille identique disposés en parallèle ; (4) Cubes de taille identique disposées en quinconce

Une série de recarottages centrés à différents diamètres (20, 25, 30, 35, 40, 45, 50, 55, 60, 65, 70, 75, 80, 85, 90, 95 mm) a été simulée sur les quatre configurations d'inclusions générées. A l'aide du logiciel *SolidWorks*, les surfaces d'inclusions traversées par le carottage ont été déterminées puis représentées en bleu dans les Fig. 298 – Fig. 301, ainsi que les volumes d'inclusions obtenues. Ces mesures ont permis de calculer les fractions surfaciques P_{2D} et volumiques P_{3D} des inclusions dans chaque configuration. De plus, les fractions surfaciques P_{2D} et volumiques P_{3D} estimées sur chaque éprouvette recarottée ont été normalisées en divisant par les fractions évaluées sur les éprouvettes avant recarottage, c'est-à-dire $P_{2D}[\emptyset100]$ et $P_{3D}[\emptyset100]$ respectivement. Les fractions normalisées ont été représentées graphiquement en fonction du diamètre de recarottage \emptyset , comme illustré dans la Fig. 302.

Pour les quatre configurations conçues, les fractions normalisées ont montré des valeurs proches de 1, indiquant que la fraction volumique des inclusions est restée relativement constante lorsque les éprouvettes de Ø100 étaient recarottées à d'autres diamètres, du moins pour les diamètres supérieurs à 50 mm correspondant au diamètre des éprouvettes de perméabilité. Cela est probablement lié à la distribution homogène des sphères et des cubes dans les éprouvettes d'origine, ainsi qu'à la précision de simulation du recarottage. Par conséquent, le rapport du volume des inclusions par rapport au volume total des éprouvettes est resté similaire, même si le diamètre des éprouvettes a été réduit.



Fig. 298. Simulation de carottage à différents diamètres de l'éprouvette (1) contenant des inclusions sphériques en parallèle



Fig. 299. Simulation de carottage à différents diamètres de l'éprouvette (2) contenant des inclusions sphériques en quinconce



Fig. 300. Simulation de carottage à différents diamètres de l'éprouvette (3) contenant des inclusions cubiques en parallèle



Fig. 301. Simulation de carottage à différents diamètres de l'éprouvette (4) contenant des inclusions cubiques en quinconce

En ce qui concerne les éprouvettes de diamètre inférieur à 50 mm, la fraction volumique a montré une augmentation à mesure que le diamètre Ø diminuait. Cela est sans doute lié au fait que le recarottage est centré et que le diamètre Ø se rapproche de la taille des sphères et des cubes (15 mm). Par conséquent, dans ces cas, la quantité de matrice est plus faible par rapport aux autres éprouvettes, ce qui se traduit par des fractions volumiques plus élevées que dans les éprouvettes de diamètre supérieur ou égal à 50 mm. D'autre part, la Fig. 302 a révélé des variations remarquables dans les fractions surfaciques en fonction du diamètre de recarottage. En effet, l'aire des inclusions observées sur la surface latérale des éprouvettes dépend fortement de l'endroit où l'outil de carottage traverse les inclusions. Cela pourrait potentiellement expliquer les résultats présentés dans la Fig. 296b.



Fig. 302. Variation des fractions surfaciques P_{2D} et volumiques P_{3D} normalisées en fonction du diamètre de recarottage Ø : (a) Sphères de taille identique disposées en parallèle [configuration (1)] ; (b) Sphères de taille identique disposées en quinconce [configuration (2)] ; (c) Cubes de taille identique disposés en parallèle [configuration (3)] ; (d) Cubes de taille identique disposés en quinconce [configuration (4)]

Étant donné que la distribution des tailles et la répartition des inclusions dans les éprouvettes de DSM provenant de site ne sont pas uniformes, contrairement aux quatre configurations présentées dans la Fig. 297, l'effet du carottage sur la fraction surfacique et la fraction volumique des inclusions de sol et de graviers est plus complexe à étudier ce qui nécessite une évaluation précise. Dans cette optique, les images 3D des deux types d'inclusions (4 éprouvettes de SC1-M, 4 éprouvettes de SC4-S et 1 éprouvette de SC2-S), reconstruites en utilisant la "méthode 3D", ont été utilisées pour simuler une série de recarottage centré avec des diamètres de 70, 50 et 40 mm dans le logiciel *SolidWorks*, comme illustré dans la Fig. 303.



Fig. 303. Exemple de recarottage en éprouvettes de Ø70, Ø50 et Ø40 d'une éprouvette de Ø100 reconstruite en 3D et contenant uniquement des inclusions de sol non malaxé

En utilisant toujours le logiciel *SolidWorks*, les surfaces des inclusions traversées par le carottage, représentées en jaune dans la Fig. 303, ainsi que les volumes des inclusions de sol et de graviers dans les nouvelles éprouvettes carottées (Ø70, Ø50 et Ø40), ont été déterminés à l'aide de la fonction "Evaluer". Ensuite, les fractions surfaciques P_{2D} et volumiques P_{3D} estimées pour chaque éprouvette recarottée ont été normalisées de la même manière que dans la Fig. 302, et représentées graphiquement en fonction du diamètre de recarottage Ø dans les Fig. 304 – Fig. 308.

Les résultats obtenus démontrent que, dans l'ensemble, les fractions volumiques normalisées des inclusions de sol et de graviers varient beaucoup moins que les fractions surfaciques normalisées lorsque les éprouvettes sont recarottées en diamètres plus petits tels que Ø70, Ø50 et Ø40. Cela est particulièrement visible sur les images 3D des inclusions de sol dans les éprouvettes SC1-M-P0,65m (Fig. 304a), SC1-M-P0,83m (Fig. 304b), SC1-M-P6,29m (Fig. 304d), SC4-S-P0,59m (Fig. 306a), SC4-S-P2,02m (Fig. 306b), SC4-S-P5,51m (Fig. 306c) et SC2-S-P2,98m (Fig. 308a), ainsi que dans les images 3D des graviers dans les éprouvettes SC4-S-P0,59m (Fig. 307a) et SC4-S-P5,51m (Fig. 307c). Ces observations sont cohérentes avec les résultats précédemment obtenus pour les quatre configurations artificielles d'inclusions (Fig. 302). De plus, dans certains cas, les fractions surfaciques et volumiques normalisées restent relativement constantes autour de 1 lorsque le diamètre de recarottage Ø diminue. On observe ce comportement, par exemple, dans les images 3D des graviers dans les éprouvettes SC1-M-P0,83m (Fig. 305b), SC1-M-P6,29m (Fig. 305d) et SC4-S-P2,02m (Fig. 307b). Cependant, concernant les autres images 3D des inclusions de sol et de graviers, les fractions volumiques normalisées montrent soit une augmentation jusqu'à une valeur de 3 (Fig. 304c et Fig. 307d), soit une diminution jusqu'à des valeurs proches de 0.4 (Fig. 305a, Fig. 305c, Fig. 306d et Fig. 308b) avec la diminution du diamètre de recarottage Ø. Ces observations s'expliquent par la distribution des tailles et la répartition des inclusions de sol et de graviers dans les éprouvettes de DSM provenant du site. L'augmentation de la fraction volumique normalisée peut être attribuée à l'exclusion d'une grande partie de la matrice solciment lors du recarottage centré avec des diamètres plus petits. En d'autres termes, les images 3D en question révèlent une concentration plus élevée de grandes inclusions de sol (Fig. 309a) et de graviers (Fig. 309b) vers le centre des éprouvettes de Ø100. En revanche, la diminution de la fraction volumique normalisée avec le diamètre de recarottage est causée par la perte des grandes inclusions de sol (Fig. 309e) ou de graviers (Fig. 309c, Fig. 309d et Fig. 309f) situées près de la surface des éprouvettes de Ø100 lors du recarottage centré.



Fig. 304. Variation des fractions surfaciques P_{2Ds} et volumiques P_{3Ds} normalisées d'inclusions de sol non malaxé en fonction du diamètre de recarottage \emptyset dans les éprouvettes de SC1-M reconstruites en 3D : (a) P0,65m ; (b) P0,83m ; (c) P4,21m ; (d) P6,29m



Fig. 305. Variation des fractions surfaciques P_{2Dg} et volumiques P_{3Dg} normalisées de graviers en fonction du diamètre de recarottage Ø dans les éprouvettes de SC1-M reconstruites en 3D : (a) P0,65m ; (b) P0,83m ; (c) P4,21m ; (d) P6,29m



Fig. 306. Variation des fractions surfaciques P_{2Ds} et volumiques P_{3Ds} normalisées d'inclusions de sol non malaxé en fonction du diamètre de recarottage \emptyset dans les éprouvettes de SC4-S reconstruites en 3D : (a) P0,59m ; (b) P2,02m ; (c) P5,51m ; (d) P6,59m



Fig. 307. Variation des fractions surfaciques P_{2Dg} et volumiques P_{3Dg} normalisées de graviers en fonction du diamètre de recarottage Ø dans les éprouvettes de SC4-S reconstruites en 3D : (a) P0,59m ; (b) P2,02m ; (c) P5,51m ; (d) P6,59m



Fig. 308. Variation des fractions surfaciques P_{2D} et volumiques P_{3D} normalisées en fonction du diamètre de recarottage \emptyset dans l'éprouvette SC2-S-P2,98m reconstruite en 3D : (a) Inclusions de sol non malaxé ; (b) Graviers



Fig. 309. Vues de dessus des images 3D d'inclusions de sol (en marron) et de graviers (en jaune) qui ont montré une augmentation et une diminution de la fraction volumique normalisée dans les éprouvettes suivantes : (a) SC1-M-P4,21m ; (b) SC4-S-P6,59m ; (c) SC1-M-P0,65m ; (d) SC1-M-P4,21m ; (e) SC4-S-P6,59m ; (f) SC2-S-P2,98m

En fin de compte, ces résultats soulignent que la fraction volumique des inclusions de sol P_{3D_s} et de graviers P_{3D_g} varient moins que les fractions surfaciques (P_{2D_s} et P_{2D_g}) lorsque les éprouvettes sont recarottées en diamètres plus petits, par rapport au diamètre initial de la carotte (100 mm). Cela suggère que la "méthode 2D" est sujette à un effet d'échelle plus prononcé lié au recarottage des éprouvettes de DSM que la "méthode 3D". Cependant, les variations observées dans la fraction volumique entre les différentes éprouvettes (Ø100, Ø70, Ø50 et Ø40), dans les cas d'images 3D illustrés dans la Fig. 309, indiquent une dépendance de la taille de l'éprouvette en raison de l'effet significatif de la distribution de la taille des inclusions et de leur disposition spatiale au sein de la matrice DSM. Par conséquent, il est recommandé d'éviter toute extrapolation directe des fractions volumiques entre les différentes éprouvettes des fractions qu'elles contiennent.

Annexe 7

Analyse 2D sur les images déroulées des éprouvettes de DSM

Si la "méthode 2D" appliquée sur la surface latérale des éprouvettes cylindriques de DSM produit des fractions volumiques P_{2D} qui ne sont pas représentatives de la réalité comme démontré lors de l'application de la méthode 3D, cette méthode a été utilisée dans ce travail de thèse pour des simulations. En effet, parallèlement au développement de la méthode 3D (très longue à mettre en œuvre), une base de données a été créée regroupant des géométries 2D au format *.dxf* et des formes 2D utilisables dans des simulations numériques et la prédiction de formes 3D, respectivement. Bien que la distribution de taille des inclusions en 2D ne reflète pas la réalité comme en 3D, cette méthode rapide à mettre en œuvre a permis de comparer en relatif les tailles des inclusions formées sur différents sites, caractérisés par différentes propriétés géotechniques et des paramètres variables de mise en œuvre de la technique de DSM.

Dans le cas des éprouvettes de DSM, la méthode du diamètre équivalent utilisée par Sumanasooriya et Neithalath (2009) a été appliquée aux images de la surface déroulée des éprouvettes de chantier après segmentation (voir Fig. 127) sur le logiciel *ImageJ*. Sumanasooriya et Neithalath (2009) ont utilisé initialement cette méthode du diamètre équivalent pour déterminer la distribution de taille des pores à partir des images d'éprouvettes de béton ordinaire. Cette méthode considère les pores comme des cercles. Zhang et al. (2018), quant à eux, ont considéré des pores de forme elliptique à partir de scans issus de la tomographie aux rayons X et ont appliqué une méthode d'ajustement à l'ellipse équivalente sur l'ensemble des scans à l'aide du logiciel *ImageJ*.

Les résultats obtenus sont représentés sous forme d'histogrammes sur les Fig. 310, Fig. 311, Fig. 312, Fig. 313 et Fig. 314. La taille moyenne, l'écart type, la taille minimale et maximale des inclusions de sol ainsi que des graviers ont également été déterminées pour permettre des comparaisons. L'analyse 2D de la distribution de taille d'inclusions n'a pas été effectuée sur les éprouvettes provenant du site LA, car ces dernières ont été moulées sur place. Aussi en raison de l'effet de paroi, les inclusions ne sont pas visibles sur la surface latérale des éprouvettes après le démoulage, contrairement aux éprouvettes issues de sondage carotté (carottes SC1-M, SC2-S, SC3-R, SC4-G et SC4-S).

Afin d'améliorer la lisibilité des histogrammes, deux catégories de tailles d'inclusions ont été établies : les inclusions de taille inférieure à 30 mm sont représentées dans l'histogramme de gauche, tandis que les inclusions de taille supérieure à 30 mm sont représentées dans l'histogramme de droite. De plus, pour faciliter la comparaison entre les échantillons prélevés sur différents sites, l'échelle de fréquence en pourcentage était identique pour toutes les carottes étudiées. La fréquence correspond au nombre de particules de taille D détectées par analyse d'images, rapporté au nombre total de particules sur chaque carotte de DSM. Cela explique en partie les faibles valeurs de fréquence dans la gamme de taille supérieure à 30 mm.

Les résultats obtenus ont révélé que la distribution de taille d'inclusions de sol non malaxé était presque similaire pour tous les échantillons provenant des carottages SC1-S, SC2-S, SC3-R, SC4-G et SC4-S, lorsque la taille d'inclusions était inférieure à 15 mm (histogrammes de gauche sur Fig. 310, Fig. 311, Fig. 312, Fig. 313 et Fig. 314 respectivement). Cependant, les éprouvettes de SC4-G et SC4-S ont présenté plus d'inclusions de sol de taille moyenne de 5 mm et moins d'inclusions de taille comprise entre 15 et 30 mm (comme illustré dans la Fig. 313 et la Fig. 314 respectivement).

En ce qui concerne les inclusions de taille plus grande, les éprouvettes de SC1-M et SC4-G ont présenté une gamme de tailles d'inclusions de sol similaire à celle des éprouvettes de SC2-S, entre 30 et 45 mm, mais en quantité moins importante (comme le montrent les histogrammes de droite sur Fig. 310, Fig. 313 et Fig. 311 respectivement). En revanche, les éprouvettes de SC4-S ont montré moins d'inclusions de grande taille (> 20 mm, comme indiqué sur Fig. 314). Les éprouvettes de SC3-R, provenant d'un site où le sol était plus argileux que les autres sites, ont présenté des inclusions de sol de plus grande taille, couvrant une plage plus étendue allant de 30 à 73 mm (comme illustré sur la Fig. 312).



Fig. 310. Distribution de taille d'inclusions de sol en 2D des éprouvettes de SC1-M : (gauche) < 30 mm ; (droite) > 30 mm



Fig. 311. Distribution de taille d'inclusions de sol en 2D des éprouvettes de SC2-S : (gauche) < 30 mm ; (droite) > 30 mm



Fig. 312. Distribution de taille d'inclusions de sol en 2D des éprouvettes de SC3-R : (gauche) < 30 mm ; (droite) > 30 mm



Fig. 313. Distribution de taille d'inclusions de sol en 2D des éprouvettes de SC4-G: (gauche) < 30 mm; (droite) > 30 mm



Fig. 314. Distribution de taille d'inclusions de sol en 2D des éprouvettes de SC4-S : (gauche) < 30 mm ; (droite) > 30 mm

Par ailleurs, les histogrammes associés aux graviers ont révélé un comportement inattendu. Contrairement à nos attentes, les éprouvettes de SC1-M, caractérisées par un sol plus sableux par rapport aux sols des autres sites étudiés, ont présenté une distribution de taille de graviers similaire dans la gamme de taille inférieure à 15 mm, comme illustré dans les histogrammes de gauche dans les Fig. 315 – Fig. 319. En ce qui concerne les graviers dont la taille est supérieure ou égale à 15 mm, cette fraction a pu être observée dans certains sondages carottés, à savoir SC1-M, SC2-S, SC4-G et SC4-S (voir Fig. 315, Fig. 316, Fig. 318 et Fig. 319 respectivement). Il convient de rappeler que les écrans étanches dans les levées de la Loire Moyenne sont généralement ancrés de 1 à 2 mètres dans la couche de fondation composée d'alluvions argilo-limoneuses et sablo-graveleuses. Ainsi, la fraction de graviers dont la taille varie de 15 à 42 mm, pourrait provenir de la couche de fondation. Par le biais de l'outil de malaxage, cette fraction aurait la capacité de se répartir sur toute la hauteur des écrans, comme le montre la Fig. 190b. En revanche, le sondage carotté SC3-R n'a révélé aucun gravier de taille supérieure ou égale à 25 mm (Fig. 317). Cela pourrait s'expliquer par le fait que l'écran réalisé dans ce site, en particulier au niveau du profil du sondage carotté en question, n'a pas atteint la couche de fondation sur laquelle la digue en terre a été construite.

La caractérisation de la fraction granulaire de type gravier permet donc de valider non seulement la qualité du malaxage mais également la profondeur atteinte par l'outil de malaxage.



Fig. 315. Distribution de taille de graviers en 2D des éprouvettes de SC1-M : (gauche) < 30 mm ; (droite) > 30 mm



Fig. 316. Distribution de taille de graviers en 2D des éprouvettes de SC2-S : (gauche) < 30 mm ; (droite) > 30 mm



Fig. 317. Distribution de taille de graviers en 2D des éprouvettes de SC3-R : (gauche) < 30 mm ; (droite) > 30 mm



Fig. 318. Distribution de taille de graviers en 2D des éprouvettes de SC4-G : (gauche) < 30 mm ; (droite) > 30 mm



Fig. 319. Distribution de taille de graviers en 2D des éprouvettes de SC4-S : (gauche) < 30 mm ; (droite) > 30 mm

Le Tableau 41 récapitule les informations suivantes pour chaque sondage carotté : le nombre d'échantillons analysés, le nombre d'inclusions de sol et de graviers détectées, la taille moyenne des inclusions, l'écart type, ainsi que la taille minimale et maximale des inclusions de sol et de graviers. Étant donné que le nombre d'échantillons est pratiquement le même pour tous les sondages carottés, les résultats peuvent être comparés de manière représentative. En revanche, la taille minimale prise en compte lors du traitement d'images est d'environ 2 mm ou plus. Cependant, en utilisant la méthode du diamètre équivalent, des tailles d'inclusions de 1 mm ont été évaluées, ce qui explique la valeur de D_{min} présentée dans le Tableau 41.

Tableau 41.	Récapitulatif de l	'analyse 2D de l	a distribution de taille	e d'inclusions sur	158 éprouvettes de DSM
-------------	--------------------	------------------	--------------------------	--------------------	------------------------

Donomàtro	SC1-M		SC2-S		SC3-R		SC4-G		SC4-S	
Parametre	Sol	Gravier								
Nombre	35		37		28		23		40	
d'éprouvettes	55		52		20		23		0ד	
Nombre d'inclusions	669	3032	565	410	945	606	799	1146	1145	2030
D _{moy} (mm)	9,1	6,3	11,0	7,3	9,4	3,6	6,9	3,6	6,4	3,6
$\sigma_{ m D}$	6,1	4,5	7,6	5,6	9,7	2,7	6,0	2,8	5,1	3,1
D _{min} (mm)	2	1	2	2	1	1	1	1	1	1
D _{max} (mm)	43	42	57	41	73	25	41	42	46	34
Eprouvettes dont $D_{max} > \emptyset$ (%)	81,8	86,4	94,3	57,1	100,0	19,0	100,0	62,5	77,3	45,5

La représentative de ces analyses pourrait cependant être remise en cause, étant donné que les tailles d'inclusions ont été obtenues à partir de la surface latérale des échantillons carottés. En effet, les inclusions peuvent avoir une taille réelle en 3D plus grande que celle observée sur cette surface de carottage, et cela dépend de l'endroit où le carottier traverse les inclusions. Dans ce cas, la distribution de taille d'inclusion pourrait varier et dépasser un certain seuil qui est pris en compte dans les normes ASTM D 2166-91 (ASTM 1991) et NBN CEN ISO/TS 17892-7 (NBN 2005). Ganne et al. (2010) ont suggéré par exemple de rejeter tous les essais de résistance à la compression réalisés sur des éprouvettes contenant des inclusions dont la taille est supérieure à 1/6 du diamètre de l'éprouvette. Cependant, cette règle ne peut être appliquée si plus de 15 % des essais de compression sont rejetés. De plus, selon Denies et al. (2012b), certaines éprouvettes de site contenant des inclusions supérieures à 1/6 du diamètre présente des valeurs de résistance à la compression plus élevées que la moyenne. Les auteurs ont attribué cette observation à certains facteurs tels que la distribution spatiale et la forme des inclusions. Malgré cela, les résultats ont été exploités. Dans notre cas, basé sur les résultats de l'analyse 2D (voir Tableau 41), on note que plus de 15 % des éprouvettes de DSM étudiées, indépendamment de leur origine, contiennent des inclusions de sol ou de graviers dont la taille est supérieure à 1/6 de leur diamètre. Cela veut dire que cette règle n'a pas été prise en considération dans la présente étude et que toutes les mesures de la résistance à la compression ont été exploitées.

Annexe 8

Analyse 3D sur les images tridimensionnelles des éprouvettes de DSM reconstruites à l'aide de la "méthode 3D"

La "méthode 3D" développée dans cette thèse a permis de reconstruire neuf éprouvettes décimétriques de DSM provenant de différents sites (quatre de SC1-M, quatre de SC4-S et une de SC2-S). La durée nécessaire pour traiter les images et réaliser la reconstruction 3D (basé sur un processus non automatisé) explique que le nombre d'éprouvettes traitées soit limité. Néanmoins, ces images 3D revêtent une grande importance dans le travail de thèse qui est mené. Elles permettent une visualisation précise de la forme et de la taille des inclusions de sol et de graviers au sein de la matrice sol-ciment et sont utilisées pour générer un maillage 3D qui sera exploité ultérieurement dans des simulations numériques à l'aide du logiciel *COMSOL Multiphysics*.

Les images 3D des inclusions de sol et des graviers reconstruites sont présentées séparément dans les Fig. 320 – Fig. 324. On constate que les inclusions de sol présentent une forme assez complexe sur toutes les éprouvettes, tandis que les graviers ont une forme généralement arrondie, similaire à celle des graviers réels présentés dans la Fig. 59b. De plus, la fraction volumique et la taille des grosses inclusions de sol tendent à augmenter vers le bas de l'écran étanche dans le cas des éprouvettes de SC1-M (Fig. 320). Bien que des graviers plus gros soient présents dans toutes les éprouvettes, la quantité de sable dont la taille se situe entre 2 et 5 mm est plus importante dans les quatre éprouvettes de SC1-M (Fig. 321). En outre, les quatre images 3D de la Fig. 323 montrent également la présence d'inclusions de sol plus grosses en tête de l'écran étanche dans le cas du sondage carotté SC4-S.



Fig. 320. Images 3D des inclusions de sol non malaxé reconstruites par la "méthode 3D" dans les éprouvettes de SC1-M à différentes profondeurs et avec des fractions volumiques P_{3D} respectives de gauche à droite : P0,65m (6,7%), P0,83m (8,6%), P4,21m (12,7%) et P6,29m (17,3%).



Fig. 321. Images 3D des graviers reconstruites par la "méthode 3D" dans les éprouvettes de SC1-M à différentes profondeurs et avec des fractions volumiques P_{3D} respectives de gauche à droite : P0,65m (12%), P0,83m (10%), P4,21m (7,6%) et P6,29m (6%).



Fig. 322. Images 3D des inclusions de sol (en marron : 17,8%) et des graviers (en jaune : 6,2%) reconstruites par la "méthode 3D" dans l'éprouvette SC2-S-P2,98m



Fig. 323. Images 3D des inclusions de sol non malaxé reconstruites par la "méthode 3D" dans les éprouvettes de SC4-S à différentes profondeurs et avec des fractions volumiques P_{3D} respectives de gauche à droite : P0,59m (16,7%), P2,02m (21,7%), P5,51m (7,8%) et P6,59m (10,2%).



Fig. 324. Images 3D des graviers reconstruites par la "méthode 3D" dans les éprouvettes de SC4-S à différentes profondeurs et avec des fractions volumiques P_{3D} respectives de gauche à droite : P0,59m (5%), P2,02m (5%), P5,51m (4,3%) et P6,59m (8,9%).

Ensuite, les maillages 3D au format *.stl* produits par la "méthode 3D" ont été utilisés pour analyser la distribution de taille d'inclusions de sol et de graviers. Cette analyse a été effectuée à l'aide du logiciel *Autodesk Netfabb*. Les résultats ont été présentés sous forme d'histogrammes, similaires à ceux utilisés pour la représentation en 2D. Cependant, dans ce cas, la taille prise en compte correspond à la taille maximale des inclusions, contrairement à la méthode du diamètre équivalent utilisée dans l'analyse 2D. Cette dernière considère les inclusions comme des cercles ou des sphères.

Les résultats obtenus indiquent que la distribution de taille d'inclusions de sol non malaxé est comparable, voire similaire, pour les trois séries d'éprouvettes analysées par la "méthode 3D" (SC1-M, SC2-S et SC4-S), lorsque la taille d'inclusions est inférieure ou égale à 30 mm (Fig. 325a, Fig. 326a et Fig. 327a respectivement). Cependant, les éprouvettes de la série SC1-M ont montré une plus grande quantité d'inclusions autour de 4 mm de taille (Fig. 325a). Cela pourrait être attribué à la précision de la "méthode 3D" en termes d'analyse d'image et de reconstruction des inclusions de plus petite taille. D'autre part, lorsqu'on compare les histogrammes 3D de cette gamme de tailles d'inclusions (\leq 30 mm) avec ceux en 2D (Fig. 310a, Fig. 311a et Fig. 314a respectivement), il apparaît que les deux analyses, 2D et 3D, fournissent des distributions de taille d'inclusions de sol relativement similaires.

En revanche, concernant les inclusions de sol de taille plus grande (c'est-à-dire supérieure à 30 mm), les quatre éprouvettes de SC1-M ont montré une plage de taille d'inclusions similaire, allant de 30 à 85 mm, similaire à celle des quatre éprouvettes de SC4-S (Fig. 325b et Fig. 327b respectivement), mais avec plus d'inclusions de taille comprise entre 30 et 50 mm dans les éprouvettes de SC4-S. De plus, l'unique éprouvette du sondage SC2-S reconstruit en 3D a montré une plage de taille plus restreinte, ne dépassant pas 45 mm (Fig. 326b). Cela peut être observé même sur les images 3D des inclusions de sol dans la Fig. 322b. Cette observation peut être attribuée à l'hétérogénéité de la distribution de taille des inclusions sur toute la hauteur de l'écran étanche, comme le montrent les carottes de SC1-M (Fig. 320) et SC4-S (Fig. 323), ainsi qu'au fait que seule une éprouvette de la carotte SC2-S a été analysée en 3D.

L'analyse 3D de la distribution de taille d'inclusions de sol révèle un autre biais potentiel dans l'utilisation de la "méthode 2D". En effet, pour les inclusions de taille supérieure à 30 mm, l'analyse 2D des éprouvettes provenant des sondages SC1-M et SC4-S a montré des tailles comprises entre 30 et 45 mm (Fig. 310b et Fig. 314b respectivement), ce qui correspond approximativement à la moitié des tailles évaluées par l'analyse 3D (Fig. 325b et Fig. 327b respectivement). En conclusion, l'analyse 2D sous-estime les tailles par rapport à l'analyse 3D réalisée sur certaines des mêmes éprouvettes provenant des mêmes sondages carottés, confirmant ainsi l'hypothèse comme quoi la distribution de la taille des inclusions en 2D ne reflète pas la réalité comme en 3D. Cela souligne l'importance de prendre en compte l'analyse 3D pour obtenir des informations plus précises sur la distribution de taille d'inclusions de sol.



Fig. 325. Distribution de taille d'inclusions de sol en 3D des 4 éprouvettes de SC1-M : (gauche) < 30 mm ; (droite) > 30 mm



Fig. 326. Distribution de taille d'inclusions de sol en 3D de l'éprouvette SC2-S-P2,98m : (gauche) < 30 mm; (droite) > 30 mm


Fig. 327. Distribution de taille d'inclusions de sol en 3D des 4 éprouvettes de SC4-S : (gauche) < 30 mm ; (droite) > 30 mm

En ce qui concerne les graviers, les histogrammes des trois séries d'éprouvettes présentent une similarité relative dans la gamme des petites tailles (Fig. 328a, Fig. 329a et Fig. 330a). Cependant, une différence peut être observée dans l'unique échantillon SC2-S autour de 2 à 3 mm en raison de la précision de la "méthode 3D" et du nombre limité de graviers reconstruits dans cette éprouvette, comparé aux quatre éprouvettes par sondage carotté dans le cas de SC1-M et SC4-S. De plus, la comparaison entre les histogrammes 3D des graviers de taille supérieure à 30 mm obtenus à partir des éprouvettes SC2-S et SC4-S (Fig. 329b et Fig. 330b respectivement) avec ceux en 2D (Fig. 316b et Fig. 319b) révèle la même observation que pour les inclusions de sol : la "méthode 2D" sous-estime la taille des graviers par rapport à la "méthode 3D".



Fig. 328. Distribution de taille de graviers en 3D des 4 éprouvettes de SC1-M : (gauche) < 30 mm; (droite) > 30 mm



Fig. 329. Distribution de taille de graviers en 3D de l'éprouvette SC2-S-P2,98m : (gauche) < 30 mm ; (droite) > 30 mm



Fig. 330. Distribution de taille de graviers en 3D des 4 éprouvettes de SC4-S : (gauche) < 30 mm ; (droite) > 30 mm

Le Tableau 42 fait une synthèse des paramètres présentés dans lors de l'analyse 2D mais cette fois-ci sur un nombre plus restreint d'éprouvettes de DSM appartenant à seulement trois sondages carottés (SC1-M, SC2-S et SC4-S), à savoir le nombre d'inclusions de sol et de graviers reconstruits en 3D, la taille moyenne, l'écart type, la taille minimale et maximale des inclusions de sol et de graviers en question.

Donomètro	SC1-M		SC2-S		SC4-S	
rarametre	Sol	Gravier	Sol	Gravier	Sol	Gravier
Nombre d'éprouvettes	2	4	1		4	
Nombre d'inclusions	1219	3909	350	909	686	1575
D _{moy} (mm)	8,7	5,2	10,6	3,6	11,3	5,6
σ _D	7,9	3,6	7,5	3,7	9,0	4,4
D _{min} (mm)	2	2	2	2	3	2
D _{max} (mm)	85	49	44	65	83	54
Eprouvettes dont $D_{max} > \emptyset$ (%)	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0

Tableau 42. Récapitulatif de l'analyse 3D de la distribution de taille d'inclusions sur 9 éprouvettes de DSM

En conclusion, l'analyse 3D des inclusions a montré que la "méthode 2D" appliquée sur la surface latérale des éprouvettes de DSM sous-estime largement la distribution de la taille réelle des inclusions. De plus comme mentionné précédemment, dans certaines études menées en Belgique sur des matériaux DSM provenant de différents sites, Ganne et al. (2010) ont proposé une règle selon laquelle tous les essais de résistance à la compression sur les éprouvettes carottées contenant des inclusions de sol dont la taille maximale dépassait 1/6 de la taille minimale de l'éprouvette, c'est-à-dire son diamètre Ø, devraient être rejetés. Cependant, les auteurs ont souligné que cette règle ne s'appliquée car l'analyse 2D et 3D de la distribution de taille des inclusions a révélé que plus de 15% des éprouvettes examinées contenaient des inclusions de taille supérieure à Ø/6 (voir Tableau 41 et Tableau 42).

Annexe 9

Analyse 2D sur la section transversale des éprouvettes de DSM moulées in-situ

Étant donné que l'approche 2D basée sur l'analyse de la surface latérale des éprouvettes cylindrique ne peut pas être appliquée aux éprouvettes moulées sur le site LA en raison de l'absence d'inclusions sur la surface latérale de ces éprouvettes, une autre analyse 2D a été développée. Elle est appliquée sur les images des découpes espacées de 3 cm effectuées sur les éprouvettes afin d'évaluer la fraction volumique d'inclusions en utilisant la "méthode 3D simplifiée" (voir Fig. 152 et Fig. 153). Il est important de rappeler que sur certaines de ces éprouvettes, le matériau frais a été soumis à un criblage au tamis de 2 cm avant d'être versé dans les moules.

L'analyse 2D permet dans ce cas de déterminer la distribution de la taille des inclusions en 2D sur des découpes fraichement réalisées, et de démontrer que l'effet du criblage visant à éliminer les grosses inclusions de sol, est bel et bien visible. Ce criblage est arbitrairement réalisé afin d'obtenir des éprouvettes de DSM plus homogènes et obtenir des inclusions de taille compatible avec la taille des éprouvettes utilisées pour caractériser les propriétés mécaniques et hydrauliques en laboratoire dans le cadre du contrôle qualité du mélange.

La distribution de taille des inclusions de sol est illustrée dans la Fig. 331a pour les quatre éprouvettes sans tamis et dans la Fig. 331b pour les quatre éprouvettes avec tamis. Afin de faciliter la lisibilité des résultats, l'axe des fréquences a été présenté selon une échelle logarithmique. On peut observer une similitude au niveau des inclusions de taille inférieure à 13 mm.

Par ailleurs, le processus de criblage a bel et bien éliminé toutes les inclusions dont la taille dépassait 20 mm, correspondant à la dimension de la maille du tamis utilisé (Fig. 331b). Cependant, il est essentiel de garder à l'esprit que la taille des inclusions de sol observée peut ne pas représenter avec précision leur taille réelle en 3D. En effet, cette approche présente des biais inhérents à la représentation 2D et à la position des découpes effectuées le long de l'axe des éprouvettes.



Fig. 331. Distribution de taille d'inclusions de sol en 2D sur les découpes des 8 éprouvettes de LA : (a) 4 éprouvettes sans aucun criblage ; (b) 4 éprouvettes avec criblage au tamis à une maille de taille 20 mm

Les histogrammes relatifs aux graviers identifiés dans les huit échantillons du site LA révèlent l'absence de gros cailloux dont la taille dépasse 10 mm dans les prélèvements réalisés à l'état frais à des profondeurs de 3 et 6 mètres dans l'écran étanche (Fig. 332). L'outil de malaxage n'a dans ce cas sans doute pas atteint la couche de fondation contenant des éléments alluvionnaires de grande taille. Cela peut également expliquer les faibles fractions volumiques de 1 à 3 % évaluées sur les échantillons de LA présentés dans la Fig. 156b.



Fig. 332. Distribution de taille de graviers en 2D sur les découpes des 8 éprouvettes de LA : (a) 4 éprouvettes sans aucun criblage ; (b) 4 éprouvettes avec criblage au tamis à une maille de taille 20 mm

Annexe 10

Application de la méthode 2D sur des blocs en DSM

Deux blocs en DSM ont été prélevés le 4 avril 2018 à partir des premiers mètres de l'écran étanche sur le site S où le sondage carotté SC4-S a été réalisé. Ces blocs avaient des dimensions d'environ 2 m de long, 2 m de large et une épaisseur d'environ 60 cm (Fig. 333). Par la suite, ces blocs ont été transportés au Cerema de Blois, où une série de 41 carottages a été réalisée : 39 carottages dans le sens de l'épaisseur de l'écran et 2 dans le sens de la profondeur, similaires à ceux effectués in-situ pour obtenir les éprouvettes étudiées dans cette thèse.

L'objectif de ces carottages était de déterminer la quantité d'inclusions de manière non destructive en utilisant deux méthodes proposées dans la littérature soit la méthode 1D manuelle et la méthode 2D basée sur l'analyse d'images (Ganne et al. 2011 ; Denies et al. 2012 ; BBRI 2018) afin d'évaluer ultérieurement les propriétés mécaniques et hydrauliques des éprouvettes carottées en fonction de la quantité d'inclusions.



Fig. 333. (a) Excavation sur les côtés de l'écran étanche en DSM ; (b) Deux blocs en DSM prélevés ; (c) Carottage d'une série d'éprouvettes dans le sens de l'épaisseur de l'écran [© Université Gustave Eiffel (ex. IFSTTAR) & Cerema]

L'objectif est d'analyser, à une échelle plus large, la taille des inclusions visibles à la surface externe des sousblocs en utilisant deux méthodes non destructives citées précédemment. Pour ce faire, une analyse 1D manuelle a été réalisée en utilisant une règle graduée, tandis qu'une analyse 2D a été effectuée en traitant les images des surfaces supposées planes des sous-blocs (Fig. 334) afin de déterminer la distribution de la taille des inclusions de sol et de graviers. Pour rendre les inclusions de sol plus visibles, les sous-blocs ont été humidifiés avant l'analyse 1D et 2D.



Fig. 334. Quelques photos des sous-blocs dont la distribution de taille d'inclusions de sol et de graviers a été analysée manuellement et par traitement d'images (© J. Amrioui)

L'analyse 1D repose sur une mesure approximative de la taille maximale des inclusions en utilisant une règle millimétrique. En revanche, l'analyse 2D repose sur l'application du même principe de segmentation utilisé dans la "méthode 2D", en utilisant le logiciel *Adobe Photoshop* (Fig. 335), suivi de la détermination de la distribution de taille des inclusions à l'aide du logiciel *ImageJ* en appliquant la méthode du diamètre équivalent. Pour des raisons pratiques, la taille minimale prise en compte dans ces analyses est de 5 mm.



Fig. 335. (a) Photo prise en face de la surface latérale du sous-bloc 4 ; (b) Même photo après un traitement d'images

La Fig. 336 et la Fig. 337 présentent respectivement les histogrammes de la distribution de taille d'inclusions de sol et de graviers, obtenus à partir des analyses 1D et 2D effectuées sur le sous-bloc illustré dans la Fig. 335. Les résultats de la mesure manuelle de la taille d'inclusions sont très similaires à ceux obtenus par l'analyse d'images, tant en termes de plage de tailles que d'amplitude. Toutefois, une sous-estimation de la taille des inclusions peut être observée dans les résultats de l'analyse 2D, en particulier dans la plage des grandes tailles. Cette observation est sans doute due à l'utilisation de la méthode du diamètre équivalent, qui considère des inclusions de forme circulaire, alors que la Fig. 335 montre clairement la présence d'inclusions de forme allongée sur le sous-bloc étudié. Néanmoins, malgré cette légère différence, cela ne remet pas en question l'utilisation de la "méthode 2D", en raison de son côté pratique, et aussi du fait qu'il peut être parfois difficile de prendre en compte toutes les inclusions lors d'une mesure manuelle.





Fig. 336. Distribution de taille d'inclusions de sol déterminée sur un seul sous-bloc : (a) Analyse 1D ; (b) Analyse 2D

Fig. 337. Distribution de taille de graviers déterminée sur un seul sous-bloc : (a) Analyse 1D ; (b) Analyse 2D

Après avoir effectué une analyse de tous les sous-blocs présentés dans la Fig. 334 en utilisant la "méthode 2D", la distribution de taille d'inclusions de sol obtenue a été comparée à celle des quatre éprouvettes de SC4-S en 3D, présentée précédemment dans la Fig. 327. Cette comparaison est illustrée dans la Fig. 338.



Fig. 338. Distribution de taille d'inclusions de sol déterminée sur tous les sous-blocs en DSM à l'aide de la "méthode 2D" (en noir) et sur les quatre éprouvettes de SC4-S en utilisant la "méthode 3D" (en rouge)

Pour les inclusions de sol, on a montré précédemment que la "méthode 2D" sous-estime leur taille. Cependant, malgré cela, des tailles d'inclusions de sol, comprises entre 105 et 145 mm, dépassant le diamètre de la carotte SC4-S (Ø100) ont été observées. Si une analyse 3D avait été réalisée, une plage de tailles plus large aurait pu être observée. De plus, si on compare les deux histogrammes dans la Fig. 338, une quantité moindre d'inclusions de sol dans la plage de taille de 2 à 5 mm est observée sur les sous-blocs en DSM par rapport aux éprouvettes de SC4-S. Cette différence s'explique par la taille minimale d'inclusions de 5 mm considérée lors de l'analyse des sous-blocs. Cependant, une gamme plus large d'inclusions de sol de taille supérieure est observée dans les sous-blocs, avec une quantité plus importante. Cette observation est cohérente avec le fait que les éprouvettes analysées ont été sélectionnées en laboratoire en fonction de la qualité de la carotte, en évitant les parties contenant des inclusions de taille comparable au diamètre de la carotte, sauf si ces inclusions se trouvent au cœur des éprouvettes.

Pour les graviers, la distribution de taille en 2D des sous-blocs a été comparée à celle en 3D des éprouvettes de SC4-S, présentée dans la Fig. 330, ainsi qu'à la distribution de taille en 2D de la fraction de graviers contenue dans le sol VOS 2022 (voir Fig. 59b), prélevé par sondage à la tarière sur le même site et utilisé pour la fabrication des éprouvettes VOS-MI destinées à l'étude de durabilité. Les trois histogrammes sont représentés dans la Fig. 339. Les deux histogrammes associés aux graviers des éprouvettes de SC4-S (en rouge) et ceux contenus dans le sol VOS 2022 (en bleu) sont relativement similaires malgré l'effet de la méthode du diamètre équivalent. En revanche, les résultats de l'analyse 2D des sous-blocs ont révélé la même tendance que celle observée pour les inclusions de sol, c'est-à-dire que des cailloux d'une taille dépassant le diamètre des carottes de 100 mm ont été observés.

En conclusion, les résultats de l'analyse des sous-blocs prélevés dans les deux premiers mètres d'un écran étanche en DSM ont mis en évidence un effet d'échelle lié à la taille des inclusions en raison des différentes méthodes d'échantillonnage utilisées, à savoir le sondage carotté dans le cas du matériau DSM et le sondage à la tarière dans le cas du sol naturel. Cela remet en question la représentativité des essais hydromécaniques réalisés sur des échantillons décimétriques prélevés in-situ sur l'écran en DSM ou confectionnés en laboratoire. Outre la solution de réaliser des carottages de grande dimension sous réserve d'avoir des cellules/presses pour

les tests adaptés, il est possible de contourner cette difficulté en étudiant numériquement cet effet d'échelle. Pour cela on peut simuler des échantillons de différentes tailles, voire des écrans étanches dans leur globalité, en se basant sur la distribution de taille des inclusions de sol et de graviers déterminée à partir des sous-blocs.



Fig. 339. Distribution de taille de graviers déterminée sur tous les sous-blocs en DSM à l'aide de la "méthode 2D", sur les quatre éprouvettes de SC4-S à l'aide de la "méthode 3D" ainsi que la distribution de taille de la fraction de gravier contenue dans le sol VOS 2022 prélevé par un sondage à la tarière sur le même site que les sous-blocs et la carotte SC4-S à l'aide de la "méthode 2D".

Annexe 11

Définition des propriétés des phases composant les matériaux DSM

Afin de s'assurer que la simulation numérique du comportement hydromécanique des matériaux DSM présentée dans ce chapitre permette d'obtenir des résultats plus proches de la réalité, la base de données expérimentale établie dans les chapitres précédents ainsi que les valeurs issues de la littérature ont été utilisées. Cela a permis une définition précise des propriétés élémentaires associées aux différentes phases composant ces matériaux composites, contribuant ainsi à rendre cette approche numérique la plus réaliste possible.

11.1. Propriétés hydrauliques et microstructurales

Étant donné que les matériaux DSM prélevés in-situ par des sondages carottés (SC1-M, SC2-S, SC3-R, SC4-G et SC4-S) sont hétérogènes, contenant une certaine fraction volumique d'inclusions de sol non malaxé et de graviers, il est difficile de déterminer la perméabilité à l'eau de la matrice seule par des mesures directes en laboratoire. Par conséquent, les résultats de l'approche prédictive développée dans le chapitre (4) de ce rapport ont été utilisés.

La perméabilité des différentes matrices sol-ciment étudiées a été estimée en utilisant le modèle prédictif développé par Katz et Thompson (1987), qui est basé sur la théorie de percolation et qui a été jugé dans une étude récente (Amrioui et al. 2023a) comme le modèle le plus prometteur et le mieux adapté aux mélanges solciment obtenus par la méthode de DSM, en le comparant à trois autres modèles prédictifs développés dans la littérature [modèle des capillaires droits, modèle développé par Ait-Mokhtar et al. (1999) et le modèle développé par Deng et al. (2015)]. Le même modèle a également été utilisé pour estimer la perméabilité des graviers, compte tenu du fait qu'il a été initialement développé pour des matériaux rocheux. Cependant, il convient de noter que la fraction de 0 - 2 mm des graviers, qui n'a pas été prise en compte lors de l'analyse d'images dans la "méthode 2D" et la "méthode 3D", a été négligée dans cette approche. Autrement dit, la perméabilité à l'eau de la matrice K_m considérée dans la simulation numérique a été supposée égale à la perméabilité du mélange sol-ciment pur estimée par le modèle de Katz & Thompson. En réalité, la perméabilité de cette matrice pourrait être différente de celle du mélange sol-ciment pur, soit plus faible en raison de l'effet de dilution exercé par la fraction 0 - 2 mm du sable soit plus élevée en raison de l'effet de la perméabilité et de la porosité de la région de l'ITZ autour de ces grains du sable, qui peuvent être plus élevées que dans la matrice.

Par ailleurs, il a été démontré dans le chapitre (4) que les quatre modèles prédictifs mentionnés ne peuvent pas être utilisés pour estimer la perméabilité à l'eau des inclusions de sol, car ils ont été développés pour des matériaux présentant une microstructure plus complexe et une connectivité des pores plus faible que celle des sols. De plus, ces modèles prédictifs, à l'exception du modèle développé par Ait-Mokhtar et al. (1999), utilisent uniquement les tailles de pores les plus petites ou médianes, alors que l'étude menée par Ranaivomanana et al. (2017) a démontré que l'écoulement d'eau à travers les sols est régulé par la taille et la quantité des macropores situés entre les grains de sable et les agrégats argileux, ce qui n'est pas cohérent avec les hypothèses sur lesquelles sont basés ces modèles. Par conséquent, un autre modèle prédictif proposé par Ren et Santamarina (2018), appelé "power model" et basé sur la mesure de l'indice des vides des sols et leur limite de liquidité, a été utilisé pour prédire la perméabilité à l'eau des inclusions de sol.

En ce qui concerne les matériaux DSM confectionnés en laboratoire, en particulier les matériaux de VOS-MI-T0, des éprouvettes sans inclusions de sol ont été testées pour mesurer la perméabilité de la matrice seule.

Le Tableau 43 résume les valeurs de perméabilité à l'eau pour les trois phases composant les différents matériaux DSM étudiés, à savoir la matrice sol-ciment bien malaxée (K_m) , les inclusions de sol (K_s) et les graviers (K_g) , ainsi que leurs porosités totales $(P_m, P_s \text{ et } P_g \text{ respectivement})$, déterminées à l'aide de tests en PIM, nécessaires pour les modèles numériques sur *COMSOL Multiphysics*. Chaque valeur dans le tableau est la moyenne de plusieurs valeurs estimées ou mesurées sur un certain nombre d'échantillons.

 Tableau 43. Perméabilité à l'eau et porosité totale des différentes phases composant les matériaux DSM prélevés in-situ par des sondages carottés (SC) ou confectionnés en laboratoire (VOS-MI-T0)

Matériaux	Matrice sol-ciment		Inclusio	ns de sol	Graviers	
DSM	$K_m(m/s)$	$P_{m}(\%)$	$K_{s}(m/s)$	P _s (%)	$K_g(m/s)$	$P_{g}(\%)$
SC1-M	1,2E-11	35,0	5,5E-07	31,7		
SC2-S	1,3E-11	40,2	1,2E-07	30,1		
SC3-R	9,1E-11	59,9	2,4E-07	34,5	3,0E-13	8,5
SC4-G	5,4E-11	49,3	2,0E-07	32,3		
SC4-S	1,6E-11	46,8	3,1E-07	30,1		
VOS-MI-T0	9,3E-12	50,0	7,9E-08	40,0	Sans graviers	

11.2. Propriétés physiques et mécaniques

La détermination des propriétés physiques et mécaniques des différentes phases à l'échelle à locale a représenté un défi majeur pour alimenter le modèle numérique élastoplastique permettant de simuler la réponse mécanique des matériaux DSM. Dans le modèle numérique créé sur *COMSOL Multiphysics*, quatre paramètres principaux sont nécessaires pour chaque phase, à savoir la densité réelle *d*, le coefficient de poisson *v*, le module d'Young *E* et la limite d'élasticité σ_o représentée par la résistance à la compression simple R_c .

La valeur de la masse volumique réelle a été dérivée des résultats des tests en PIM, et celle du coefficient de poisson a été trouvée dans quelques travaux de la littérature : 0,3 et 0,4 respectivement pour la matrice solciment et les inclusions de sol (Van Lysebetten et al. 2014), et 0,25 pour les graviers (Barruol et Kern 1996). Le coefficient du poisson de la matrice, égal à 0,3 est en accord avec les valeurs obtenues en laboratoire à partir de tests de résistance à la compression simple sur des éprouvettes de sol-ciment sans inclusions de sol ni de graviers.

Comme les éprouvettes de site sont hétérogènes, les propriétés mécaniques de la matrice ne peuvent pas être déterminées facilement par des tests de compression, contrairement aux éprouvettes confectionnées en laboratoire, telles que les éprouvettes de VOS-MI-T0-0% sans inclusions, dont le module d'Young E_m et la limite d'élasticité σ_{o_m} sont facilement mesurables. Par conséquent, une approche basée sur la mesure locale des propriétés élastiques de la matrice a été tentée en utilisant la technique de mesure de la micro-dureté Vickers et la nanoindentation pour mesurer le module d'Young. Cette approche a été également appliquée aux graviers pour déterminer le module E_g , mais elle n'a pas été utilisée sur les inclusions de sol car ces deux techniques peuvent ne pas être adaptées à ce type du matériau. De plus, étant donné que seules les éprouvettes de SC1-M et SC4-S avec un élancement 2 ont été caractérisées par la "méthode 3D" pour évaluer la fraction volumique réelles des inclusions et par le test de résistance à la compression simple R_c , la base de données expérimentale des essais mécaniques à l'échelle des éprouvettes décimétriques ainsi que le modèle mécanique élastoplastique, qui permet de simuler l'impact des inclusions sur la résistance et la rigidité des matériaux DSM, ne concernent que les échantillons de SC1-M et SC4-S.

Des tests de nanoindentation ont été réalisés sur la matrice des deux carottes de SC1-M et SC4-S ainsi que sur les graviers incorporés afin d'évaluer les modules d'Young E_m et E_g respectivement. De plus, ces tests de nanoindentation permettent également de mesurer la micro-dureté *HV*. Pour ce faire, des sections d'environ 1 cm d'épaisseur ont été découpées à partir des échantillons de DSM, comme montré dans la Fig. 81 dans le chapitre (2). Ensuite, afin de garantir des résultats précis et reproductibles, ces sections de DSM ont été soigneusement polies pour améliorer leur rendu de surface. Des observations par le microscope optique à profondeur de champ "Keyence" [voir Fig. 72 dans le chapitre (2)] ont été suivies d'une analyse d'état de surface de la facette examinée par la nanoindentation en utilisant le même microscope, ce qui a permis de constater que la rugosité moyenne arithmétique R_a , définie selon la norme NF EN ISO 4287 (AFNOR 1998b), est passée d'une valeur de 52,87 µm à une valeur de 14,58 µm.

En parallèle, une autre série de tests de micro-dureté Vickers a été également effectuée sur la matrice et les graviers des échantillons de SC1-M et SC4-S à l'aide d'un micro-Vickers SMV. Cependant, étant donné l'absence de relation directe entre la micro-dureté Vickers *HV* et le module d'Young *E*, une base de données

a été constituée à partir de nombreux travaux de recherche dans lesquels ces deux paramètres ont été évalués sur différents types de matériaux. Ces matériaux incluent des bétons à base du ciment CEM I sains (Sonebi 2008) ou exposés aux alcali-réactions (Leemann et Lura 2013), des matériaux composites à matrice cimentairecéramique (Wittinanon et al. 2020), des sols traités au laitier (De Filippis 2021), ainsi que trois types d'agrégats tels que la pumice, le basalte et des agrégats recyclés (Kasyap et al. 2020). Dans ces études, différents types d'indenteurs ont été utilisés, notamment l'indenteur de type Berkovich, de forme pyramide à base triangulaire (Sonebi 2008), l'indenteur de type Vickers, de forme pyramide à base carrée (Leemann et Lura 2013 ; Kasyap et al. 2020 ; Wittinanon et al. 2020), ainsi que l'indenteur sphérique de diamètre 3 mm (De Filippis 2021). La Fig. 340 présente la base de données, issue des études mentionnées, reliant le module d'Young *E* à la microdureté *HV*.

Pour établir deux relations distinctes, adaptées à la matrice de sol-ciment et aux graviers, les résultats des matériaux cimentaires sont regroupés dans la Fig. 340a, tandis que les résultats des trois types d'agrégats sont regroupés dans la Fig. 340b. Les résultats obtenus lors de la première série de tests de nanoindentation en utilisant un indenteur de type Berkovich, de forme pyramide à base triangulaire, à GERS/SRO sur les matériaux DSM ont été ajoutés aux deux figures pour élargir la base de données. Malgré la dispersion relative des points, une tendance générale montrant une augmentation du module d'Young E avec l'augmentation de la micro-dureté Vickers HV peut être observée sur les deux figures, que ce soit pour les matériaux cimentaires (Fig. 340a) ou pour les agrégats (Fig. 340b). Cette dispersion relative peut être attribuée au type d'indenteur utilisé ainsi que la valeur de la force appliquée, qui varie selon les auteurs.



Fig. 340. Base de données reliant le module d'Young E et la micro-dureté Vickers HV issue de la littérature ainsi que des essais effectués dans le cadre de cette thèse : (a) Différents matériaux cimentaires [282 données] ; (b) Agrégats [92 données]

Ainsi, les deux relations E - HV ont été établies, comme illustré dans l'Eq. (11.1) pour estimer le module d'Young E_m de la matrice et dans l'Eq. (11.2) pour le module d'Young E_g des graviers, en se basant sur une simple mesure ponctuelle de la micro-dureté Vickers HV.

$$E_m = 27,388 \times HV^{0,5552} \qquad R^2 = 0,791 \tag{11.1}$$

$$E_a = 27,179 \times HV^{0,6282} \qquad R^2 = 0,773 \tag{11.2}$$

Les valeurs du module d'Young E_m obtenues à partir des tests de nanoindentation ainsi que celles déterminées en utilisant l'Eq. (11.1) pour les deux différentes matrices SC1-M et SC4-S sont présentées sous forme d'histogrammes dans la Fig. 341. Pour faciliter la comparaison avec les modules d'Young dynamique E_{dp} et statique E_{50} obtenus à l'échelle des éprouvettes décimétriques contenant des inclusions, ces deux paramètres ont été ajoutés à la Fig. 341a pour les matériaux de SC1-M et à la Fig. 341b pour SC4-S.

À partir de la Fig. 341, il peut être observé que les différents modules d'élasticité, qu'ils soient mesurés à l'échelle locale sur la matrice ou à l'échelle des éprouvettes de DSM, se chevauchent dans une gamme de valeurs comprise entre 5 et 25 GPa. De plus, les modules E_m mesurés à l'échelle locale montrent que la matrice

de SC1-M est environ deux fois plus rigide que la matrice de SC4-S, ce qui est en accord avec les modules mesurés à l'échelle des éprouvettes. Cela signifie que les valeurs plus élevées des modules E_{dp} et E_{50} sur la carotte SC1-M sont dues non seulement à la grande quantité de graviers présente dans cette carotte, mais aussi à la rigidité intrinsèque plus élevée de sa matrice.



Fig. 341. Histogrammes illustrant les valeurs du module d'Young E_m évaluées par les tests de nanoindentation et de micro-dureté Vickers à l'échelle locale sur la matrice de sol-ciment, ainsi que les modules d'Young dynamique E_{dp} et statique E_{50} mesurés à l'échelle des éprouvettes décimétriques de DSM pour les deux carottes : (a) SC1-M ; (b) SC4-S

En ce qui concerne la matrice de la carotte SC1-M, la Fig. 341a révèle une certaine incohérence entre les deux modules E_m évalués par les mesures locales. En effet, les modules E_m mesurés par la nanoindentation présentent une gamme de valeurs plus large que celle estimée par l'Eq. (11.1), avec des pics caractéristiques autour de 11 et 15 GPa respectivement. En revanche, les deux modules E_m mesurés sur la matrice de SC4-S par la nanoindentation et la micro-dureté Vickers montrent une très bonne cohérence avec deux pics similaires, d'environ 6 GPa, comme indiqué dans la Fig. 341b. Aucune explication claire n'a été établie pour la différence constatée sur les deux modules E_m de SC1-M, mais cela peut être fortement lié à l'hétérogénéité interne de la matrice sol-ciment. Les paramètres de mise en œuvre, tels que le dosage en ciment et en eau, qui conditionnent le développement des hydrates et donc la porosité de la matrice, peuvent varier sur toute la hauteur de la carotte.

Un autre facteur qui pourrait expliquer cette différence est la procédure de mesure de la micro-dureté Vickers. En effet, cette mesure a été réalisée de manière ponctuelle en repérant la zone où l'indenteur pénétrerait dans la matrice en utilisant un microscope équipé d'une caméra. Par conséquent, l'appréciation humaine peut conduire à une tendance d'effectuer des mesures sur des zones ayant des textures similaires avec des propriétés élastiques très proches. Cela peut donc expliquer le fait d'obtenir un pic autour de 15 GPa moins large que celui observé sur le module E_m de la nanoindentation, où une série de mesures, de quelques centaines d'indents, sur un parcours de plusieurs millimètres de longueur a été effectuée de manière automatique. Cela permet ainsi d'effectuer un plus grand nombre d'indents, ce qui conduit à une plus grande probabilité de caractériser toutes les zones de la matrice présentant des modules variables.

Donc, finalement, ces observations suggèrent que la matrice de SC4-S élaborée par la méthode humide de DSM semble être plus homogène que la matrice de SC1-M élaborée par la méthode sèche. Par conséquent, pour expliquer la différence constatée entre les deux modules E_m mesurés par la nanoindentation et calculés à l'aide de l'Eq. (11.1) à partir d'une mesure ponctuelle de la micro-dureté Vickers, une étude approfondie avec un plus grand nombre d'indents sur plusieurs échantillons de SC1-M serait nécessaire afin de rechercher de bonnes corrélations entre ces deux techniques de mesure localisée et de pouvoir évaluer de manière précise le module d'Young localisé E_m de la matrice sol-ciment du matériau DSM.

En arrivant à cette étape, l'ordre de grandeur du module d'Young E_m a été estimé pour les deux matrices SC1-M et SC4-S, soit respectivement 10 – 15 GPa et 6 GPa. Cependant, une question se pose : est-ce que le module d'Young E_m estimé par ces mesures localisées est réellement approprié pour représenter la matrice de DSM en vrac dans le modèle numérique ? En effet, E_m ne représente que le mélange de sol-ciment pur et peut ne pas représenter la phase liante dans les matériaux DSM, au lieu dire la matrice, qui peut contenir une certaine fraction volumique des grains de sable de taille inférieure à 2 mm, non considérée lors de l'analyse d'images dans la "méthode 2D" et la "méthode 3D", et donc absente des modèles géométriques générés dans le chapitre (7). Selon les travaux de Tasdemir et Karihaloo (2001) et Wringgers et al. (2006) sur l'effet de la quantité de granulats sur le module d'Young sécant des bétons, le module d'Young de la matrice en vrac, composée du mélange de sol-ciment bien mélangé avec une certaine fraction volumique de grains de sable de taille inférieure à 2 mm, pourrait augmenter de manière linéaire lorsque cette fraction non prise en compte dans l'analyse d'images est présente en quantité croissante dans le mélange. Par conséquent, il sera nécessaire de tenir compte indirectement de sa présence par le biais des propriétés mécaniques intrinsèques de la phase liante, c'est-à-dire la matrice, dans le modèle numérique.

La méthode d'homogénéisation aurait pu être une solution adaptée pour calculer les propriétés mécaniques moyennes de la matrice, en tenant en compte de la fraction de 0 - 2 mm du sable. Malheureusement, cette méthode n'a pas été abordée dans cette étude, ce qui a donc nécessité de trouver d'autres approches alternatives pour définir les propriétés mécaniques intrinsèques de la matrice en faisant quelques hypothèses simplificatrices. Etant donné que le modèle numérique développé dans cette étude pour simuler la réponse mécanique des matériaux DSM est un modèle élastoplastique qui ne prend pas en compte l'endommagement du matériau, les modules d'Young initial (E_0) et sécant à 50% de la résistance du matériau (E_{50}), calculés à partir de la courbe de contrainte-déformation issue de ce modèle numérique, seront identiques. Par conséquent, si le module d'Young E_m introduit dans le modèle numérique est égal au module d'Young réel de la matrice (E_{0m}), qui n'est pas connu pour les matériaux DSM du site dans cette étude et qui est probablement plus élevé que son module d'Young sécant E_{50_m} , les modules sécants E_{50} effectifs calculés par le modèle élastoplastique développé ne seront pas comparables aux modules sécants expérimentaux car ils seront plus élevés. Ainsi, pour résoudre ce problème, le module d'Young de la matrice E_m introduit dans le modèle numérique correspond au module sécant E_{50} obtenu par extrapolation lorsque la fraction volumique d'inclusions de sol P_{3Ds} est égale à 0%, à partir des courbes expérimentales $E_{50} = f(P_{3Ds})$ présentées sur la Fig. 185a dans le chapitre (6), comme illustré dans l'Eq. (11.3) pour la carotte de SC1-M et dans l'Eq. (11.4) pour SC4-S. Une extrapolation similaire a été effectuée pour déterminer la limite d'élasticité de la matrice σ_{o_m} des matériaux DSM provenant du site à partir des courbes expérimentales $R_c = f(P_{3Ds})$, présentées sur la Fig. 184a dans le chapitre (6), désignée par R_{c_m} dans le chapitre (7) comme illustré dans l'Eq. (11.5) pour la carotte SC1-M et dans l'Eq. (11.6) pour SC4-S.

$E_m = 18,119 \times \exp[-0,053 \times (P_{3Ds} = 0)]$	$R^2 = 0,722 (SC1 - M)$	(11.3)
---	--------------------------	--------

$$E_m = 14,717 \times \exp[-0,048 \times (P_{3Ds} = 0)] \qquad \qquad R^2 = 0,723 \quad (SC4 - S) \tag{11.4}$$

$$R_{c_m} = 16,925 \times \exp[-0.052 \times (P_{3Ds} = 0)] \qquad \qquad R^2 = 0.791 \quad (SC1 - M) \tag{11.5}$$

$$R_{c_m} = 10,857 \times \exp[-0,056 \times (P_{3Ds} = 0)] \qquad \qquad R^2 = 0,777 \quad (SC4 - S) \tag{11.6}$$

Néanmoins, il est essentiel de garder à l'esprit que les valeurs de E_m et de R_{c_m} obtenues représentent une matrice sans inclusions de sol non malaxé, mais contenant toujours une certaine fraction volumique de graviers P_{3Dg} qui n'est pas connue. Un regard critique et une prudence sont donc gardés vis-à-vis des résultats numériques obtenus.

Dans le cas des matériaux DSM confectionnés en laboratoire, à matrice identique (VOS-MI-T0) et à matrice variable (VOS-MV), les valeurs de E_m et de R_{c_m} sont directement déduites des courbes de contraintedéformation expérimentales obtenues sur les éprouvettes sans inclusions. Concernant le jeu d'éprouvettes VOS-MV, la Fig. 189 dans le chapitre (6) a démontré que la résistance à la compression simple R_{c_m} ainsi que le module d'Young sécant E_{50_m} de la matrice sont des fonctions linéaires de P_{3Ds} . En effet, ces deux paramètres augmentent à mesure que la fraction volumique d'inclusions de sol P_{3Ds} ajoutée dans la matrice augmente. La densité apparente de la matrice d_m , quant à elle, variait de manière non linéaire avec l'augmentation de P_{3Ds} . Pour simuler la réponse mécanique de ce jeu d'éprouvettes en considérant d'autres fractions d'inclusions de sol P_{3Ds} dans le logiciel *COMSOL Multiphysics*, les paramètres mécaniques E_m , R_{c_m} ainsi que la densité apparente d_m sont déterminés en introduisant respectivement l'Eq. (11.7), l'Eq. (11.8) et l'Eq. (11.9) dans le modèle numérique en question.

$$E_m = 0,0369 \times P_{3Ds} + 1,9244 \qquad \qquad R^2 = 0,983 \tag{11.7}$$

$$R_{c_m} = 0.0533 \times P_{3Ds} + 1.9772 \qquad \qquad R^2 = 0.963 \tag{11.8}$$

$$d_m = -0.1558 \times P_{3Ds}^2 + 1.0662 \times P_{3Ds} + 1795.7 \qquad R^2 = 0.998 \tag{11.9}$$

En ce qui concerne les graviers, la Fig. 342 présente les valeurs du module d'Young E_g évalué à l'aide des techniques de nanoindentation et de micro-dureté Vickers. Une large gamme de valeurs de E_g , allant de 40 à 115 GPa, peut être observée en raison de la présence de différents types de graviers ayant des propriétés élastiques différentes, tels que les graviers de calcaire, de quartz ou de grès. Les résultats obtenus montrent que les valeurs de E_g estimées par l'Eq. (11.2) sont relativement en accord avec celles évaluées par la nanoindentation.

De plus, puisque la caractérisation d'inclusions par la "méthode 2D" ou la "méthode 3D" n'a pas fait de distinction entre les types de graviers, une valeur moyenne du module E_g de 75 GPa a été retenue pour la simulation numérique en considérant que tous les graviers sont de même type quartzeux. Cette valeur semble être légèrement plus élevée que celles rapportées dans quelques travaux de simulation numérique trouvés dans la littérature, où les auteurs n'ont pas mentionné le type d'agrégats : 62 et 72 GPa (Wriggers et al. 2006), 60 GPa (Qu et Chen 2008 ; Du et al. 2013) et 40 GPa (Xu et al. 2016).



Fig. 342. Histogrammes illustrant les valeurs du module d'Young E_g évaluées par les tests de nanoindentation et de micro-dureté Vickers à l'échelle locale sur les différents types de graviers incorporés dans les échantillons de DSM

Toujours en raison de la difficulté à mesurer les propriétés des différentes phases composant les matériaux DSM provenant de site par des essais en laboratoire, la limite d'élasticité des graviers σ_{o_g} , considérée comme étant la résistance à la compression R_{c_g} dans le chapitre (7), a été estimée, au moins à titre indicatif, en utilisant une base de données d'essais mécaniques réalisés sur différents types de roches intactes, tels que du granite, du basalte, du calcaire, de la dolomite, du tuf poreux, du quartz, du gneiss et du schiste, établie par Deere et Miller (1966) et qui relie la résistance à la compression R_c au module d'Young sécant E_{50} , tel que montré dans la Fig. 343.



Fig. 343. Base de données issue de la littérature reliant la résistance à la compression simple R_c au module d'Young sécant E_{50} mesurés sur différents types de roches (Deere et Miller 1966) [508 données]

A partir des données de la Fig. 343, l'Eq. (11.10) a été établie pour estimer la valeur de la résistance à la compression simple des graviers de type quartzeux R_{c_g} en utilisant la valeur du module d'Young E_g estimé précédemment.

$$R_c = 0,0173 \times E_{50}^{-1,6686} \qquad \qquad R^2 = 0,686 \qquad (11.10)$$

Il est important de garder à l'esprit que le module E_g estimé par la nanoindentation et/ou la mesure de la microdureté Vickers peut être significativement plus élevé que le module d'Young sécant E_{50} déterminé à 50 % de la résistance du matériau, tandis qu'il peut être plus comparable au module d'Young initial E_0 déterminé à partir de la courbe de contrainte-déformation lorsque le matériau n'est pas encore endommagé. Cependant, en raison de l'absence de la valeur du module sécant E_{50g} des graviers dans l'approche adoptée pour définir les propriétés des différentes phases du matériau DSM, et de la difficulté de trouver ces informations de manière précise dans la littérature scientifique, la résistance à la compression simple des graviers R_{cg} a été estimée à l'aide de l'Eq. (11.10) en utilisant la valeur du module E_g de 75 GPa et qui donne une valeur de R_{cg} d'environ 25 MPa.

Malgré cette estimation, il serait nécessaire de garder un regard critique sur ces valeurs, notamment lors de l'analyse des résultats numériques obtenus dans le chapitre (7).

Enfin, pour déterminer le module d'Young E_s et la résistance à la compression simple R_{c_s} des inclusions de sol, une ancienne base de données d'essais triaxiaux a été utilisée, comprenant des résultats de tests effectués en interne au laboratoire GERS/SRO sur différents types de matériaux qui ne proviennent pas des digues de la Loire Moyenne, tels que des sols sableux, des sols argileux, du gypse et de la marne. La Fig. 344 présente les modules d'Young initiaux E_0 ainsi que les résistances maximales au cisaillement q_{max} obtenus sur des éprouvettes de 50 mm de diamètre et de 100 mm de hauteur. Les sols sableux et les sols argileux ont montré respectivement des modules d'Young d'environ 91 et 70 MPa et des résistances au cisaillement maximales d'environ 571 et 313 kPa.

Comme mentionné précédemment, les sols qui composent le corps des digues étudiées sont de type sableuxargileux, et comme l'apparition des inclusions de sol est plus fréquente dans les sols cohésifs, on suppose que ces inclusions sont de type argileux dans le chapitre (7), avec un module d'Young E_0 d'environ 70 MPa et une résistance au cisaillement maximale q_{max} d'environ 313 kPa.



Fig. 344. Résultats des essais triaxiaux réalisés en laboratoire GERS/SRO sur quatre différents types de matériaux qui ne proviennent pas des digues de la Loire Moyenne : (a) Module d'Young initial E_0 ; (b) Résistance au cisaillement maximale q_{max}

Il convient de noter qu'en raison du confinement appliqué lors de l'essai triaxial, la résistance au cisaillement maximale q_{max} peut ne pas représenter fidèlement la résistance à la compression simple R_{c_s} des inclusions de sol non malaxé. Pour surmonter ce problème, la relation proposée par Habib et Duffaut (2008), basée sur les résultats des essais triaxiaux, a été utilisée afin d'estimer la valeur de R_{c_s} comme illustré dans l'Eq. (11.11).

$$R_{c_s} = \left[\tan^2 \left(\frac{\pi}{4} + \frac{\varphi_s'}{2} \right) - 1 \right] \times \frac{C_s'}{\tan(\varphi_s')}$$
(11.11)

où φ_s' est l'angle de frottement interne effectif du sol et C_s' est la cohésion effective du sol.

La Fig. 345a présente les valeurs de la cohésion effective C_s' et de l'angle de frottement interne effectif φ_s' obtenues à partir des essais antérieurs effectués au laboratoire GERS/SRO sur des sols sableux et des sols argileux ainsi que des essais triaxiaux réalisés dans le cadre de l'étude de dangers des digues du Val d'Orléans (DREAL Centre 2012b). Ce jeu de données a été utilisé pour estimer la résistance à la compression simple R_{c_s} des différents sols étudiés en utilisant l'Eq. (11.11). Les résultats sont présentés dans la Fig. 345b. De plus, comme il est difficile de distinguer le type exact du sol composant les inclusions de sol dans les matériaux DSM du site, une plage de valeurs moyennes de la cohésion effective C_s' a été intuitivement définie, comprise entre 10 et 12 kPa. Par conséquent, la valeur retenue de la résistance à la compression simple R_{c_s} des inclusions de sol pour la simulation numérique est d'environ 37 kPa.



Fig. 345. (a) Cohésion effective C_s' des différents sols étudiés au laboratoire GERS/SRO et dans le cadre de l'étude de dangers des digues du Val d'Orléans (DREAL Centre 2012b) en fonction de l'angle de frottement interne φ_s' ; (b) Résistance à la compression simple des sols R_{c_s} estimée par l'Eq. (11.11) en fonction de leur cohésion effective C_s'

En conclusion, le Tableau 44 résume les valeurs des quatre paramètres physico-mécaniques définis en utilisant l'approche décrite ci-dessus pour les trois phases constituant les matériaux DSM issus des deux carottes SC1-M et SC4-S, ainsi que des échantillons prélevés à l'état frais dans le site LA, et les matériaux DSM confectionnés en laboratoire à matrice identique VOS-MI-T0. Ces paramètres sont introduits dans le modèle élastoplastique sous forme d'un fichier *.txt* et devront être validés et/ou ajustés grâce à une étude paramétrique présentée dans le chapitre (7). L'objectif est de rendre l'approche numérique par la méthode d'éléments finis proposée dans cette thèse la plus efficace possible pour étudier l'effet de la présence d'inclusions sur la réponse hydromécanique des matériaux DSM.

Phase	Paramètre	SC1-M	SC4-S	LA	VOS-MI-T0
Matrice	Rcm (MPa)	16,9	10,9	5	4,3
	$E_m(GPa)$	18,1	14,7	3,5	3,7
	$v_m(-)$	0,3	0,3	0,3	0,3
	$d_m (kg/m^3)$	2404	2333	2330	2244
Inclusions de sol	$Rc_{s}(kPa)$	37	37	37	37
	$E_s(MPa)$	70	70	70	70
	v s (-)	0,4	0,4	0,4	0,4
	$d_s (kg/m^3)$	2420	2256	2365	2488
Graviers	Rcg (MPa)	25	25	25	-
	$E_g(GPa)$	75	75	75	-
	$v_g(-)$	0,25	0,25	0,25	-
	$d_g (kg/m^3)$	2608	2608	2608	-

Tableau 44. Paramètres physico-mécaniques des trois phases composant les matériaux DSM (matrice, inclusions de sol et graviers)