





https://matheo.uliege.be

# Amélioration des sols par traitement à la chaux : Lien entre la résistance mécanique et la microstructure

Auteur : Compére, Anaïs
Promoteur(s) : François, Bertrand
Faculté : Faculté des Sciences appliquées
Diplôme : Master en ingénieur civil des constructions, à finalité spécialisée en "civil engineering"
Année académique : 2022-2023
URI/URL : http://hdl.handle.net/2268.2/17722

Avertissement à l'attention des usagers :

Tous les documents placés en accès ouvert sur le site le site MatheO sont protégés par le droit d'auteur. Conformément aux principes énoncés par la "Budapest Open Access Initiative" (BOAI, 2002), l'utilisateur du site peut lire, télécharger, copier, transmettre, imprimer, chercher ou faire un lien vers le texte intégral de ces documents, les disséquer pour les indexer, s'en servir de données pour un logiciel, ou s'en servir à toute autre fin légale (ou prévue par la réglementation relative au droit d'auteur). Toute utilisation du document à des fins commerciales est strictement interdite.

Par ailleurs, l'utilisateur s'engage à respecter les droits moraux de l'auteur, principalement le droit à l'intégrité de l'oeuvre et le droit de paternité et ce dans toute utilisation que l'utilisateur entreprend. Ainsi, à titre d'exemple, lorsqu'il reproduira un document par extrait ou dans son intégralité, l'utilisateur citera de manière complète les sources telles que mentionnées ci-dessus. Toute utilisation non explicitement autorisée ci-avant (telle que par exemple, la modification du document ou son résumé) nécessite l'autorisation préalable et expresse des auteurs ou de leurs ayants droit.



Université de Liège Faculté des Sciences Appliquées

## Amélioration des sols par traitement à la chaux : lien entre la résistance mécanique et la microstructure

Travail de fin d'études réalisé en vue de l'obtention du grade de master en Ingénieur Civil des Constructions par COMPERE Anaïs

Bertrand FRANÇOIS Frédéric COLLIN Fabien KLOTZ Promoteur, Chargé de cours ULiège Membre du jury, Professeur ULiège Membre du jury

Année académique 2022-2023

# Table des matières

1	$\operatorname{Intr}$	oduction	1
	1.1	Contexte de l'étude	1
	1.2	Objectifs de recherche	4
	1.3	Plan du rapport	5
<b>2</b>	Rev	rue de littérature	6
	2.1	Traitement des sols à la chaux	6
		2.1.1 Réactions chimiques	6
		2.1.2 Facteurs influençant les réactions pouzzolaniques	10
	2.2	Sols compactés : Microstructure & Performance mécanique	12
		2.2.1 Modifications de la microstructure	14
		2.2.2 Performances mécaniques	23
	2.3	Essais mécaniques sur la digue de Vidourle	28
3	Test	ts d'identification	32
	3.1	Analyses sédimentométrique & granulométrique	32
	3.2	Limites d'Atterberg	36
		3.2.1 Limite de liquidité $w_L$	37
		3.2.2 Limite de plasticité $w_P$	38
		3.2.3 Indice de plasticité $I_P$	38
	3.3	Bleu de méthylène	39
<b>4</b>	Pro	tocole expérimental	40
	4.1	Propriétés physiques du sol de Kruibeke	40
	4.2	Préparation des échantillons	41
	4.3	Essai de compression simple	43
		4.3.1 Méthodologie	43
		4.3.2 Traitement des données expérimentales	45
	4.4	Essai brésilien	47
		4.4.1 Méthodologie	47
		4.4.2 Traitement des données expérimentales	47
	4.5	Essai oedométrique	48
		4.5.1 Méthodologie $\ldots$	48
		4.5.2 Traitement des données expérimentales	49
	4.6	Essai de porosimétrie par intrusion au mercure	51
		4.6.1 Méthodologie $\ldots$	51
		4.6.2 Traitement des données expérimentales	54

<b>5</b>	$\mathbf{R}$ és	sultats	55
	5.1	Essai brésilien	55
		5.1.1 Contraintes & déformations	55
	5.2	Compression simple non ressaturée	57
		5.2.1 Contraintes & déformations	57
		5.2.2 Module de Young $\ldots$	58
		5.2.3 Comparaison : Essais brésiliens & UCS non ressaturées	60
	5.3	Porosimétrie : Échantillons non ressaturés	60
		5.3.1 Distribution de la taille des pores	60
	5.4	Compression simple ressaturée	63
		5.4.1 Contraintes & déformations	63
		5.4.2 Module de Young	65
		5.4.3 Perméabilité	67
		5.4.4 Comparaison : UCS ressaturées & non ressaturées	68
	5.5	Essai oedométrique	68
		5.5.1 Contraintes & déformations	68
		5.5.2 Module oedométrique	70
	5.6	Porosimétrie : Échantillons ressaturés & chargés	71
		5.6.1 Distribution de la taille des pores	71
		5.6.2 Comparaison : MIP non ressaturées & ressaturées/chargées	73
	5.7	Porosimétrie : Échantillons de Vidourle	74
		5.7.1 Distribution de la taille des pores	74
		5.7.2 Comparaison : PSD Vidourle & Kruibeke	75
6	Dise	cussion	76
	6.1	Échantillons de Kruibeke	76
	6.2	Échantillons de Vidourle	80
7	Cor	nclusion	82
Α	Rev	vue de littérature	83
	A.1	Teneurs en eau autour de l'Optimum Proctor	83
в	Tos	ts d'identification	81
D	R 1	Analyses sédimentemétrique & granulemétrique	84
	Б.1 В.2	Bleu de méthylène	86
	2.2		00
С	Rés	sultats	87
	C.1	Compression simple non ressaturée	87
	C.2	Porosimetrie	91
	C.3	Compression simple ressaturée	92

# Table des figures

1.1	Arrangement des plaquettes d'argile, Holtz and Kovacs [1981]	1
1.2	Coupe de la digue de Vidourie, Nerincx et al. [2016b]	2
1.3	Plan de repartition des terres sur la digue de Vidourle, Nerincx et al. [2016a]	3
1.4	Numérotation des couches compactées	3
2.1	Échange de cations sur une particule d'argile, Argo Living Soils [2022]	6
2.2	Comparaison des cations alcalins et alcalino-terreux	$\overline{7}$
2.3	Floculation à cause des ions $Ca^{2+}$ , Lelong [2008]	8
2.4	Microstructure : Création des composés $CSH$ , Deneele et al. [2009]	8
2.5	Évolution minéralogique d'un traitement à la chaux	
	sur le sol limoneux de Marche-les-Dames, De Bel et al. [2013]	9
2.6	Solubilité des silicates et des aluminates en fonction du pH à 25°C	10
2.7	Champ de stabilité dans	
	le système $CaO/Al_2O_3/SO_3/H_2O$ ,	
	Hampson and Bailey [1982]	11
2.8	Consommation temporelle de la chaux et impact sur le pH, De Bel et al.	
	[2013]	11
2.9	Courbes Proctor et de saturation	12
2.10	Essai Proctor, Roya [2021]	13
2.11	Courbe Proctor, sols traités et non-traités à la chaux, Ying et al. [2020]	14
2.12	Courbes porosimétriques, Wang et al. [2015]	15
2.13	MIP : PSD lors d'essais oedométriques, Oualmakran et al. [2016]	16
2.14	MIP : PSD lors d'essais oedométriques, Oualmakran et al. [2016]	17
2.15	MIP : PSD du côté sec, Ying et al. [2020]	18
2.16	MIP d'échantillons après une cure de 28 jours, Das et al. [2021]	20
2.17	MIP d'échantillons après une cure de 90 jours, Das et al. [2021]	20
2.18	MIP, Rosone et al. $[2020]$	21
2.19	MIP, Rosone et al. $[2020]$	21
2.20	MIP : Courbes d'intrusion et PSD, Wang et al. [2016]	22
2.21	Relation contrainte - déformation, Oualmakran et al. [2016]	23
2.22	Courbes Proctor en fonction de la quantité de chaux,	
	Janka Negawo et al. [2019]	24
2.23	UCS d'une argile en fonction de la quantité de chaux vive $CaO$ ,	
	dans des conditions de <b>saturation</b> , Janka Negawo et al. [2019]	24
2.24	UCS avec les paramètres de la TABLE 2.2, Das et al. [2021]	26
2.25	UCS avec les paramètres de la TABLE 2.2, Das et al. [2021]	26
2.26	Performance mécanique de la FIGURE 2.17, Das et al. [2021]	27
2.27	Courbes chargement-déformation, Klotz et al. [2022]	29

2.28 2.29	Courbes contrainte-déformation, Klotz et al. [2022]
2.30	Mesures de perméabilité $k$ , Klotz et al. [2022] $\ldots \ldots \ldots$
3.1	Sédimentométrie : Bain thermostatique
3.2	Sédimentométrie
3.3	Courbes granulométriques
3.4	Limites d'Atterberg
3.5	Limite de liquidité : teneur en eau et nombre de coups
3.6	Limites d'Atterberg
3.7	Limite de plasticité
3.8	Bleu de méthylène
4.1	Préparation des échantillons
4.2	Verin hydraulique et piston
4.3	Demoulage
4.4	Collula trianiala
4.5	Balantissoment du séchage
4.0	Condition pour chaque module $E_{i}$
4.8	Presse pour l'essai brésilien $47$
4.9	Éléments de l'essai oedométrique 48
4.10	Système de levier avec des poids
4.11	Résultats oedométriques expérimentaux
4.12	Relation $e - \log \sigma'_v$ ,
	Charlier $[2015-2016]$
4.13	Pénétromètre au mercure
4.14	Lyophilisation
4.15	Etapes de la lyophilisation, Biopharma Technologies France [2022] 54
5.1	Résultats des essais brésiliens
5.2	Résultats des compressions simples non ressaturées
5.3	Variations temporelles des modules de Young $E$
5.4	$Comparaison: Bresilien - UCS \dots \dots$
5.5 5.6	Kesultats des MIP sur des echantillons non ressatures
5.0	Echantilions après lyophilisation
0.7 5.9	Résultats des miles echantinons non ressaturés
5.0 5.0	Superposition des courbes $\sigma = \epsilon$
5.10	Compressions simples reseaturées
5.11	Côté humide n°35
5.12	Variations temporelles des modules de Young $E$
5.13	Droites de perméabilité
5.14	Perméabilités $k$
5.15	Superposition des perméabilités
5.16	Contraintes maximales de compression des deux essais UCS 68
5.17	Résultats des essais oedométriques

5.18	Valeurs indicatives des modules oedométriques $E_{oed}$ en fonction de la nature du sol. Charlier [2015-2016]	70
5 19	Résultats des MIP sur des échantillons ressaturés et chargés	70
5 20	Distributions de la taille des pores du sol de Kruibeke	73
5.21	Couche N°6	74
5.22	Couche N°7	74
5.23	Résultats des MIP sur des fragments de Vidourle	74
5.24	Comparaison : Kruibeke & Vidourle	75
6.1	Côté humide bi-modal	76
6.2	Das et al. $[2021]$	77
6.3	Das et al. $[2021]$	77
6.4	Ying et al. [2020]	77
6.5	Ying et al. [2020]	77
6.6	Wang et al. $[2016]$	77
6.7	Wang et al. $[2016]$	77
6.8	MIP - Distributions de la taille des pores dans la littérature	77
6.9	MIP, Rosone et al. $[2020]$	78
6.10	Superposition $\sigma - \epsilon$	
	avec ressaturation	79
6.11	MIP - Temps de cure différents, Das et al. [2021]	80
6.12	MIP - Temps de cure et quantités de chaux différents,	
	Rosone et al. $[2020]$	81
A.1	Outil de compactage par malaxage en laboratoire,	
	Das et al. [2021]	83
A.2	Comparaison structurelle entre deux techniques de compactage : par ma-	
	laxage et statiquement,	0.0
	Das et al. $[2021]$	83
B.1	Type de courbes granulométriques en fonction de la nature du sol.	
2.1	Collin [2021a]	85
		00
C.1	Modules de Young $E$	88
C.2	Modules de Young $E$	89
C.3	Modules de Young $E$	90
C.4	Côté humide n°35	92
C.5	Modules de Young $E$	93
C.6	Modules de Young $E$	94
C.7	Modules de Young $E$	95

# Liste des tableaux

<ul><li>2.1</li><li>2.2</li><li>2.3</li></ul>	Contraintes maximales des UCS saturées et non saturées, Janka Negawo et al. [2019]
3.1 3.2 3.3	et de 2022, Klotz et al. [2022] $\dots \dots \dots$
4.1 4.2	Propriétés du sol de Kruibeke comparées à celles du sol de Vidourle, Nuth [2022] & Nerincx et al. [2016a]
$\begin{array}{c} 5.1\\ 5.2\\ 5.3\\ 5.4\\ 5.5\\ 5.6\\ 5.7\\ 5.8\\ 5.9\\ 5.10\\ 5.11\\ 5.12\\ 5.13\\ 5.14\\ 5.15\\ 5.16\\ 5.17\end{array}$	Dimensions et masse des échantillons55Contraintes maximales de traction $\sigma_{t,max}$ 56Dimensions et masse des échantillons57Contraintes maximales de compression $\sigma_{c,max}$ 58Modules de Young des échantillons non ressaturés58Dimensions et masse des échantillons60Porosités des échantillons non ressaturés61Dimensions et masse des échantillons63Contraintes maximales de compression $\sigma_{c,max}$ 64Modules de Young des échantillons63Contraintes maximales de compression $\sigma_{c,max}$ 64Modules de Young des échantillons ressaturés65Dimensions et masse des échantillons ressaturés65Dimensions et masse des échantillons66Porosités de Young des échantillons ressaturés70Dimensions et masse des échantillons71Porosités des échantillons72Indices de vides des essais oedométriques72Indices de vides des essais oedométriques73Porosités des échantillons de Kruibeke73Porosités des échantillons de Vidourle75
B.1	Type de sols en fonction de son absorption de bleu de méthylène, Collin [2021a]
C.1 C.2	Modules de Young des échantillons non ressaturés

C.3	Modules de	Young des	échantillons	ressaturés															92
0.0	modules de	roung ues	centamentons	ressatures	•	•	·	•	•	•	• •	•	•	•	•	•	•	·	54

## Remerciements

Je souhaiterais remercier, dans un premier temps, toutes les personnes qui m'ont aidée de par leurs conseils et leurs opinions à réaliser ce travail de fin d'études.

Je tiens particulièrement à remercier mon promoteur Bertrand FRANÇOIS pour sa disponibilité, ses conseils et ses retours que j'ai pu recevoir par rapport à l'écrit et lors des présentations intermédiaires.

Ensuite, je voudrais remercier les membres du jury, Monsieur Frédéric COLLIN - Université de Liège, Monsieur Fabien KLOTZ - Lhoist, pour l'attention et le temps qu'ils consacreront à la lecture de ce travail ainsi qu'à son évaluation.

Mes remerciements vont également aux membres du laboratoire de Géotechnologie de l'Université de Liège. De fait, Madame Mathilde PIETTE et, tout particulièrement, Monsieur Pierre ILLING m'ont aidée à réaliser, tout au long de ce quadrimestre, les essais en lien avec la résistance mécanique des sols.

Concernant l'étude de la porosimétrie, je remercie Monsieur Jérome BODART pour la phase de lyophilisation au sein du laboratoire GreenMat de l'Université de Liège ainsi que Monsieur Alexandre LÉONARD pour la rapidité des essais de porosimétrie par intrusion au mercure à la plateforme CARPOR de l'Université de Liège.

Je voudrais également remercier deux doctorants : Madame Sophie DE KOCK et Monsieur Aoxi ZHANG pour leurs encouragements tout au long de ce quadrimestre consacré à ce travail de fin d'études.

J'adresse un grand merci à tous les professeurs et les assistants du département ArgEnCo de l'Université de Liège pour m'avoir transmis tout le savoir acquis durant ces cinq années d'études.

Enfin, j'aimerais également remercier mes relectrices, à savoir ma maman et Madame Corrine GILLON. Je voudrais aussi faire part de ma gratitude envers ma maman, mon chat et mon copain, sans qui ce travail n'aurait pas abouti.

### Résumé

La microstructure des sols compactés participe notamment aux performances mécaniques des travaux de terrassement. Cette microstructure dépend entre autres de la teneur en eau de compactage. Dès lors, ce paramètre influencerait notamment les propriétés mécaniques des sols compactés. Dans le cadre d'une étude expérimentale sur la digue de Vidourle, il en ressort que deux couches adjacentes possèdent des comportements mécaniques différents. Cette divergence pourrait s'expliquer par une variation de teneur en eau lors du compactage de ces couches. Par ailleurs, cette digue expérimentale réalisée à partir d'un limon argileux comportait une partie traitée à la chaux et une autre partie non-traitée. Dès lors, ce travail de fin d'études consiste à réaliser des essais expérimentaux de porosimétrie et de performances mécaniques sur des échantillons traités à la chaux et provenant d'un sol analogue à celui de Vidourle. De plus, chaque essai comporte deux types de teneur en eau de compactage, à savoir une teneur en eau du côté sec de l'Optimum Proctor et une autre teneur du côté humide de ce même optimum. Néanmoins, certains essais de résistance comprennent une ressaturation des échantillons durant leur temps de cure afin de tester uniquement la résistance provenant de leur microstructure. Par conséquent, cette campagne expérimentale vise donc à vérifier la relation entre la microstructure et les performances mécaniques en fonction de la teneur en eau de compactage.

Mots-clés : porosimétrie, traitement à la chaux, teneur en eau de compactage, performances mécaniques, microstructure

### Abstract

The microstructure of compacted soils impacts the mechanical performance of earthworks. This microstructure depends particularly on the water content during the compaction process. Therefore, this parameter would somehow influence the mechanical properties of compacted soils. As part of an experimental study on the Vidourle dike, it appears that two adjacent layers have different mechanical behaviours. This divergence could be explained by a variation in water content during the compaction of these layers. However, this experimental dike made from clay silt included a lime-treated area and another area whiche was untreated. Therefore, this study is to achieve experimental tests of porosimetry and mechanical performance on lim-treated samples coming from a soil similar to the one from Vidourle. Furthermore, each test includes two types of compaction water content, namely a water content on the dry side of the Optimum Proctor and another water content on the wet side of this optimum. However, some strength tests include resaturation of the samples during their curing time in order to focus on the resistance coming from their microstructure. Therefore, this experimental campaign aims to verify the relationship between the microstructure and the mechanical performance according to the compaction water content.

Keywords : porosimetry, lime treatment, compaction water content, mechanical performance, microstructure

# Chapitre 1

## Introduction

### 1.1 Contexte de l'étude

Les travaux de terrassement sont notamment réalisés en superposant une série de couches de sol compactées. Par ailleurs, plusieurs paramètres influencent la résistance et la microstructure des ces couches compactées. Ces paramètres peuvent provenir de composants à mélanger avec le sol tels que la chaux ou le ciment ou de conditions de compactage bien précises comme le type d'engin de compactage dépendant du type de sol à manipuler.

Dès lors, le facteur qui sera abordé tout au long de ce travail de fin d'études est la teneur en eau de compactage. De ce fait, plusieurs études telles que Oualmakran et al. [2016] et Wang et al. [2016] ont prouvé que ce paramètre influence la microstructure des sols compactés. Pour illustrer cela, la FIGURE 1.1 ci-dessous tirée de Holtz and Kovacs [1981] montre quelques agencements des plaquettes d'argile en fonction de leur teneur en eau et de leur niveau de compactage.

D'une part, les FIGURES 1.1a et 1.1b illustrent l'arrangement de plaquettes partiellement ou peu hydratées. Dès lors, grâce à cette hydratation partielle, des forces d'attraction assemblent les plaquettes côte à côte pour former de petits groupes de plaquettes. D'après Charlier [2015-2016], la matrice de la FIGURE 1.1a est dite "floculée" puisque les plaquettes forment une microstructure grumeleuse remplie de pores d'air. Après compactage, les amas de plaquettes visibles sur la FIGURE 1.1b tendent à s'orienter perpendiculairement à la contrainte appliquée lors du compactage. Par conséquent, cette matrice floculée persiste, mais avec une réduction de taille au niveau de pores.



(a) Avant compactage(b) Après compactageGroupements de plaquettes d'argile

(c) Avant compactage (d) Après compactage Plaquettes d'argile individuelles

FIGURE 1.1 – Arrangement des plaquettes d'argile, Holtz and Kovacs [1981]

D'autre part, les FIGURES 1.1c et 1.1d définissent des teneurs en eau proches de l'état de saturation. Au vu de la quantité d'eau importante au sein de la matrice, des forces de répulsion apparaissent et empêchent tout contact entre les plaquettes d'argile. La FI-GURE 1.1c illustre des plaquettes éparpillées dans une matrice formée majoritairement d'eau. D'après Charlier [2015-2016], cette matrice est dite "dispersée". Ensuite, la FI-GURE 1.1d montre le résultat du compactage de cette matrice. Similairement au cas du côté sec, l'arrangement des plaquettes argileuses entre elles est toujours dispersée, mais elles s'orientent individuellement dans la même direction.

En plus de la microstructure d'un sol, la teneur en eau de compactage joue également un rôle dans les propriétés mécaniques des sols. Effectivement, certaines études telles que Oualmakran et al. [2016] et Das et al. [2021] ont prouvé que la résistance mécanique d'un sol dépend de sa microstructure. Par conséquent, la teneur en eau de compactage devrait conditionner les performances mécaniques des sols compactés.

Dans le cadre de ce travail de fin d'études, il est demandé de se concentrer sur une partie d'une expertise réalisée sur une digue en terre. En quelques mots, la digue de Vidourle créée en 2015 est une digue expérimentale réalisée à partir d'un limon argileux traité à la chaux. Une coupe de cette digue dans la zone de sol traité à la chaux (Zone II) donnée par Nerincx et al. [2016b] est présente sur la FIGURE 1.2 ci-dessous. Sur cette coupe, la surface grisée désigne les terres compactées pour former la digue.



FIGURE 1.2 – Coupe de la digue de Vidourle, Nerincx et al. [2016b]

D'après Nerincx et al. [2016a], une partie de l'ouvrage a été traitée à 2% de chaux vive CaO et l'autre partie a gardé sa composition initiale comme cela est indiqué sur la FIGURE 1.3 ci-dessous. Ainsi, ce plan de niveau montre la répartition des terres naturelles dans la Zone I, et traitées à la chaux dans la Zone II. Pour chacune de ces deux zones de terre, des zones de tests hydrauliques dans les Aires A et géotechniques dans les Aires B ont été délimitées.

En 2015, des essais en laboratoire ont été réalisés sur des échantillons traités et nontraités de cette digue. Ensuite, sept ans plus tard, soit en 2022, d'autres essais ont été réalisés par Klotz et al. [2022] afin de mettre en évidence l'impact d'un traitement à la chaux à long terme.



FIGURE 1.3 – Plan de répartition des terres sur la digue de Vidourle, Nerincx et al. [2016a]



FIGURE 1.4 – Numérotation des couches compactées

Pour ce faire, deux couches adjacentes ont été prélevées sur site. Ces deux couches numérotées n°6 et n°7 sont disposées de la même manière que sur le schéma de la FIGURE 1.4. Bien que la couche n°6 soit au-dessus de la couche n°7, il se trouve que cette couche n°6 soit plus résistante que la n°7. D'un point de vue externe, cette différence au niveau des performances mécaniques devrait conduire à un résultat inverse puisque la réalisation de toutes les couches de la digue s'est réalisée en suivant un même protocole expérimental.

Par conséquent, comme ce contraste n'est pas encore justifié, il pourrait s'agir d'une différence de teneur en eau durant le compactage. De fait, sur terrain, il est difficile de garantir une répartition homogène de l'eau sur chaque couche et de s'assurer que chaque couche contient une teneur en eau identique. Ainsi, grâce aux relations précédentes, une hypothèse plausible envisagerait l'existence d'une disparité entre les teneurs en eau de compactage des deux couches analysées.

### 1.2 Objectifs de recherche

L'objectif principal de ce travail de fin d'études consiste à vérifier le postulat de départ. Ce postulat suppose que la teneur en eau de compactage conditionne à la fois la microstructure des couches de sol compactées ainsi que la résistance mécanique de ces couches. De plus, il faut également prendre en compte l'intervention du traitement à la chaux tout au long de ce travail puisque ce paramètre est la raison principale de la réalisation de la digue de Vidourle. Ainsi, deux approches expérimentales et complémentaires seront développées :

- Tout d'abord, il faudra étudier la microstructure d'échantillons de sol traité prélevés sur la digue expérimentale. Ces échantillons proviendront évidemment des deux couches de sol montrant des propriétés géomécaniques différentes. Pour ce faire, des essais de porosimétrie par injection au mercure (MIP, Mercury Intrusion Porosimetry) seront pratiqués sur ces échantillons. En cas de contraste important entre les microstructures de ces échantillons, cela pourrait éventuellement justifier les différences observées lors des essais de résistance mécanique sur les échantillons de Vidourle;
- 2. Parallèlement à cette première démarche expérimentale, un sol analogue compacté sera étudié afin d'en observer la microstructure ainsi que les performances mécaniques. Ce sol de nature similaire à celui de Vidourle sera traité à la chaux et compacté à des teneurs eau différentes. Ces teneurs en eau correspondent aux teneurs en eau des côtés sec et humide par rapport à la teneur de l'Optimum Proctor. Ce concept d'Optimum Proctor sera développé en détail dans le chapitre 2 suivant. Concernant les essais liés aux performances mécaniques, ceux-ci comportent notamment des essais brésiliens, ces compressions simples (UCS, Uniaxial Compressive Strength) et des essais oedométriques. Néanmoins, il faut préciser que tous les échantillons ne contiendront pas le même degré de saturation lors des essais. En fait, certains échantillons subiront une ressaturation durant leur temps de cure. Ce paramètre supplémentaire permettra la mise en évidence de la résistance mécanique provenant uniquement de la microstructure des échantillons. En effet, sans ressaturation, la résistance des échantillons inclut celle de la microstructure ainsi que celle de l'état de sécheresse. Enfin, par rapport à la microstructure de ce sol analogue, son protocole expérimental, à l'exception de son temps de cure, sera identique à celui exécuté sur le sol de Kruibeke.

Si la teneur en eau de compactage joue un rôle similaire à celui observé sur la digue de Vidourle, alors le postulat de départ sera validé. En d'autres termes, la teneur en eau de compactage lors de la réalisation de la digue de Vidourle ferait partir des facteurs pouvant influencer les performances mécaniques des couches compactées.

### 1.3 Plan du rapport

Après avoir exposé brièvement toutes les recherches abordées dans ce mémoire, il semble judicieux de synthétiser toutes les grandes étapes qui seront développées par la suite. Pour ce faire, un résumé de chaque chapitre est repris ci-dessous :

#### Chapitre 1 : Introduction

Cette première partie a introduit le concept de la teneur en eau de compactage. Ensuite, elle a brièvement exploré la problématique rencontrée au niveau de deux couches adjacentes de la digue expérimentale.

#### Chapitre 2 : Revue de littérature

Ce chapitre se focalisera tout d'abord sur les réactions chimiques liées au traitement des sols à la chaux. Ensuite, il introduira le concept de l'Optimum Proctor et des teneurs en eau de compactage. Enfin, différentes études présentées comportent des essais de résistance ou de porosimétrie faisant varier la teneur en eau des échantillons.

#### Chapitre 3 : Tests d'identification

Quelques tests d'identification seront menés afin de connaître la nature exacte et la granulométrie du sol analogue au sol de Vidourle.

#### Chapitre 4 : Protocole expérimental

Le protocole expérimental vise à expliquer les étapes servant à confectionner les échantillons de sol provenant de Kruibeke. Après cela, le fonctionnement de tous les essais sera expliqué afin d'énumérer tous les paramètres pris en compte lors des expériences.

#### Chapitre 5 : Résultats

A propos des résultats, ceux-ci seront agencés suivant leur degré de saturation. Dans un premier temps, tous les essais durant lesquels les échantillons ne subissent aucune ressaturation seront abordés, c'est-à-dire des essais brésiliens, des compressions simples non ressaturées et des MIP. Ensuite, les essais avec ressaturation des échantillons durant la période de cure termineront ce chapitre, à savoir des essais oedométriques, des UCS ressaturées et des MIP.

#### Chapitre 6 : Discussion

Un bilan général sera établi afin de corréler le comportement mécanique des échantillons avec leur microstructure. Par conséquent, si cela est opportun, des hypothèses seront émises afin d'expliquer les modifications dues à la première hydratation des échantillons. Enfin, concernant la problématique des couches de Vidourle, d'autres propositions seront présentées en cas de concordance entre les résultats de Vidourle et de Kruibeke.

#### Chapitre 7 : Conclusion

Ce dernier chapitre fera le point sur tout ce qui aura pu être analysé et démontré. Ce résumé permettra de dresser un portrait final des recherches.

## Chapitre 2

## Revue de littérature

### 2.1 Traitement des sols à la chaux

En toute généralité, la chaux réagit de plusieurs manières avec le sol en fonction des composantes contenues dans ce dernier. Dès lors, ces réactions impliquent des modifications tant au niveau de la résistance du sol qu'au niveau de sa microstructure.

#### 2.1.1 Réactions chimiques

En ajoutant de la chaux vive dans un sol, il existe deux phases de réaction d'après Lelong [2008] : l'une à court terme et l'autre à long terme. En ce sens, chaque phase reprend deux à trois réactions possibles comme énoncées de la manière suivante.

Les trois réactions suivantes sont **immédiates** après un ajout de chaux :

• L'échange de cations est une réaction instantanée au cours de laquelle les ions calcium  $Ca^{2+}$  contenus dans la chaux sont transférés de la chaux vers les particules d'argile. En d'autres termes, les ions potassium  $K^+$  ou les ions magnésium  $Mg^{+2}$  s'accrochent sur des particules d'argile, les ions calcium  $Ca^{2+}$  sont capables de prendre la place de ces derniers comme cela est illustré sur la FIGURE 2.1 cidessous de Argo Living Soils [2022].



FIGURE 2.1 – Échange de cations sur une particule d'argile, Argo Living Soils [2022]

Cependant, d'après Nguyen [2015], cette réaction dépend de la *capacité d'échange cationique* CEC du sol en fonction de laquelle certains éléments sont plus aptes à se lier à une particule d'argile que d'autres. Par exemple, concernant les éléments alcalino-terreux, ces derniers sont classés comme suit :

$$Ca^{2+} > Mg^{2+} > K^+ > Na^+ \tag{2.1}$$

Par conséquent, dans ce classement, l'ion calcium  $Ca^{2+}$  est le plus favorisé par rapport aux autres cations. Cela s'explique par son rayon atomique et sa charge ionique qui sont relativement importants comme cela est indiqué sur les FIGURES 2.2a et 2.2b présentes ci-dessous.



FIGURE 2.2 – Comparaison des cations alcalins et alcalino-terreux

Cependant, l'inégalité 2.1 est tout de même avérée malgré le fait que l'électronégativité de l'ion magnésium  $Mg^{2+}$  et le rayon atomique de l'ion potassium  $K^+$  sont supérieurs à celui de l'ion calcium  $Ca^{2+}$ .

- La réaction d'hydratation implique une réaction entre la chaux vive CaO et l'eau  $H_2O$  résiduelle contenue dans le sol, soit entre le cation calcium  $Ca^{2+}$  et le cation hydrogène  $H^+$ . Cette réaction exothermique contribue à la floculation des particules d'argile puisque la teneur en eau résiduelle du sol se voit réduite en formant de la chaux éteinte  $Ca(OH)_2$ .
- La création de **ponts de**  $Ca^{2+}$  est la dernière réaction se produisant à court terme durant laquelle des particules d'argile réagissent avec la chaux pour former du silicate de calcium CS de formule chimique  $Ca_2O_4Si$ . Ce dernier phénomène permet également une contribution de la chaux à la floculation des particules d'argile puisqu'avec les ions  $Na^+$ , aucune attraction ne crée de ponts cationiques aussi importants. Cela est d'ailleurs présenté sur la FIGURE 2.3 ci-dessous inspirée de Lelong [2008].



FIGURE 2.3 – Floculation à cause des ions  $Ca^{2+}$ , Lelong [2008]

À long terme, il existe deux réactions induites par un ajout de chaux vive :

• La réaction pouzzolanique permet de former des composés cimentaires en faisant réagir de la chaux hydratée  $Ca(OH)_2$  avec des silicates ou des aluminates. D'un point de vue chimique, la première réaction produit de la Portlandite, soit du calcium hydraté CH. Cette réaction est exprimée ci-dessous :

$$CaO + H_2O \rightarrow Ca(OH)_2$$

Ensuite, la réaction pouzzolanique permet de faire réagir ce composé hydraté avec d'autres composantes du sol telles que les silicates et les aluminates.

$$3Ca(OH)_2 + \begin{cases} 2SiO_2 \rightarrow 3CaO \cdot 2SiO_2 \cdot 3H_2O \text{ ou } CSH \\ Al_2O_3 \rightarrow 3CaO \cdot Al_2O_3 \cdot 3H_2O \text{ ou } CAH \end{cases}$$

Ces produits sont soit des silicates de calcium hydraté, CSH, soit des aluminates de calcium hydraté, CAH, en fonction de la composition du sol. Dès lors, tous les sols constitués d'une faible quantité d'argile sont disposés à les former.

Afin d'illustrer ces composés cimentaires, les photos des FIGURES 2.4 ci-dessous prises lors d'une étude antérieure menée par Deneele et al. [2009] montrent la microstructure de deux échantillons d'un même sol limoneux.



FIGURE 2.4 – Microstructure : Création des composés CSH, Deneele et al. [2009]

Du côté gauche, la FIGURE 2.4a représente la structure d'un sol non-traité à la chaux. Du côté droit, la FIGURE 2.4b montre un échantillon de sol traité à la chaux dont la teneur en eau est inférieure à celle de l'Optimum Proctor. Avec une échelle semblable à celle de la FIGURE 2.4a de gauche, cette deuxième FIGURE met en évidence les réseaux de filaments CSH occupant les pores interagrégats.

D'un point de vue cinétique, il a été démontré pour des échantillons compactés statiquement que les produits de ces réactions apparaissent après certains laps de temps. Ainsi, d'après Ying et al. [2020], il a été observé que sur un sol limoneux :

- Après un jour de temps de cure, de la Portlandite CH se forme à cause de l'ajout de chaux dans le mélange.
- Après sept jours de cure, du silicate de calcium hydraté CSH apparaît à cause de la réaction pouzzolanique exothermique entre le produit précédent et les silicates.



FIGURE 2.5 – Évolution minéralogique d'un traitement à la chaux sur le sol limoneux de Marche-les-Dames, De Bel et al. [2013]

Ainsi, la FIGURE 2.5 ci-dessous de De Bel et al. [2013] illustre l'apparition de ces composés cimentaires CAH et CSH et de la Portlandite CH. Dès lors, la FIGURE permet de comparer des échantillons d'un sol limoneux traité à la chaux avec ceux d'un sol de même nature non-traité.

• La réaction de la carbonatation désigne la formation de calcaire  $CaCO_3$  lorsque la chaux éteinte  $Ca(OH)_2$  est en contact avec du dioxyde de carbone  $CO_2$ . Cependant, cette réaction pourrait freiner la réaction pouzzolanique. En effet, comme ces réactions consomment toutes les deux de la chaux éteinte  $Ca(OH)_2$ , la disponibilité de ce composé sera insuffisante pour les réactions pouzzolaniques

#### 2.1.2 Facteurs influençant les réactions pouzzolaniques

D'après la thèse de Nguyen [2015], comme la réaction pouzzolanique est endothermique, elle doit consommer une quantité d'énergie pour se réaliser. D'une part, il existe un seuil de température en-dessous duquel aucune réaction ne peut se produire. D'autre part, lorsque la température dépasse une certaine limite, les réactions pouzzolaniques forment des produits cimentaires de composition modifiée. Dès lors, ce type de réaction ne survient que dans un environnement compris entre 4°C et 45°C.

Ensuite, l'acidité des sols perturbe le déclenchement des réactions pouzzolaniques. De ce fait, ces réactions nécessitent la mise en solution des silicates et les aluminates contenus dans la fraction argileuse. Ainsi, selon Nguyen [2015], la disponibilité de ces minéraux en solution influence la cinétique des réactions pouzzolaniques. Cependant, d'après Diamond and Kinter [1965], le pH joue un rôle dans la solubilité des silicates et des aluminates. De ce fait, la solubilité de ces minéraux se produit à pH élevé. Pour illustrer cela, les FIGURES 2.6a et 2.6b ci-dessous montrent que la mise en solution des silicates et des aluminates se déclenche lorsque le milieu devient basique.



FIGURE 2.6 – Solubilité des silicates et des aluminates en fonction du pH à 25°C

À propos du caractère basique du milieu, ce dernier peut être atteint grâce au caractère basique de la chaux éteinte  $Ca(OH)_2$ . En effet, d'après *Eads & Grim*, il faudrait atteindre un pH basique de 12,4. Comme la chaux manipulée contient un pourcentage de l'ordre 90% de chaux vive CaO, il convient de s'assurer que la quantité de chaux ajoutée dépasse bien le seuil minimal de réactivité. Pour ce faire, le test ASTM D6276-99a de *Eads & Grim* permet de d'évaluer cette quantité minimale de chaux vive CaO à ajouter. Cette quantité désigne le point de fixation de la chaux (LMO, Lime Modification Optimum). Par conséquent, cet indicateur permet de justifier la présence de composés cimentaires puisque l'atteinte de ce pH de 12,4 permet de solubiliser les silicates et les aluminates.



le système  $CaO/Al_2O_3/SO_3/H_2O$ , Hampson and Bailey [1982]

Par ailleurs, Nguyen [2015] a constaté que, quel que soit le type de sol, la conservation d'un pH à 12,4 n'est pas toujours maintenue à long terme en raison des remaniements de la matière. Cela est d'ailleurs illustré sur la FIGURE 2.8 ci-contre de De Bel et al. [2013]. Ainsi, comme la consommation de la chaux abaisse le caractère basique du sol à long terme, cette limite de 12,4 est applicable uniquement à court terme.

Par contre, l'acidité des sols pourrait compromettre l'atteinte de ce niveau de pH à 12,4. D'après Massenet [2013], l'acidité d'un sol est définie par la concentration en ions d'hydrogène  $H^+$  en solution. Cependant, à l'état naturel, il existe d'autres ions  $H^+$  fixés sur des particules colloïdales telles que des argiles ou des matières organiques. Ainsi, l'ajout de chaux dans un sol déclenche des échanges cationiques durant lesquels les cations de calcium  $Ca^{2+}$  prennent la place des cations d'hydrogène  $H^+$ . De cette manière, davantage d'ions  $H^+$  se retrouvent en solution. En résumé, suite à un amendement, un sol initialement riche en ions  $H^+$  a peu de chance de conserver un pH supérieur à 12,4. En plus de cela, cette limite théorique du pH évaluée à 12,4 considère une solution saturée en Portlandite  $Ca(OH)_2$ comme le montre la FIGURE 2.7 ci-contre.



FIGURE 2.8 – Consommation temporelle de la chaux et impact sur le pH, De Bel et al. [2013]

Enfin, un dernier facteur influençant la réaction pouzzolanique est la quantité d'eau interstitielle. De ce fait, un sol trop sec pourrait limiter les réactions pouzzolaniques puisque la formation de chaux éteinte  $Ca(OH)_2$  dépend de la disponibilité en eau. Dans le cas des sols riches en silicates ou en aluminates, l'ajout de chaux vive pourrait notamment former des silicates de calcium, CS, et des aluminates de calcium, CA. Ensuite, il faudrait que de l'eau soit présente en suffisance pour les hydrater afin d'obtenir les mêmes composés cimentaires CSH et CAH que la relation (2.1.1).

### 2.2 Sols compactés : Microstructure & Performance mécanique

Afin d'amorcer cette étude, il faut en premier lieu trouver une méthode pouvant reproduire en laboratoire un état de compactage du sol proche de celui sur terrain. Néanmoins, comme la teneur en eau lors du compactage de la digue de Vidourle correspond a priori à celle de l'Optimum Proctor, il faut également prendre connaissance de la teneur en eau à l'Optimum Proctor du sol manipulé en laboratoire.

Pour commencer, d'après Collin [2021a], l'état optimal d'un sol est défini par sa densité sèche maximale  $\rho_{d,max}$  lors d'un compactage. La FIGURE 2.9a de Charlier [2015-2016] ci-dessous permet de se pencher davantage sur le sujet. Le graphique montre que la densité sèche maximale  $\rho_{d,max}$  désigne une teneur en eau à l'Optimum Proctor  $w_{opt}$ . Néanmoins, il faut garder à l'esprit que l'énergie de compactage reste constante tout au long de la courbe Proctor.

Selon Charlier [2015-2016], du côté sec de cette teneur de référence  $w_{opt}$ , la densité sèche  $\rho_d$  doit être réduite afin d'augmenter les cohésions capillaires et effectives du sol. La première provient notamment des tensions de surfaces créées par l'eau à la surface des grains. La seconde provient du contact entre les grains qui est propre aux sols cohérents. Par conséquent, la matrice obtenue est plus rigide que du côté humide de l'Optimum Proctor puisque la structure du sol est floculée.

Par contre, du côté humide de la teneur en eau à l'Optimum Proctor, la densité sèche  $\rho_d$  se retrouve également réduite. Cependant, comme la quantité d'eau contenue dans la matrice est élevée, les plaquettes d'argile sont toutes distantes les unes des autres. Cela conduit a une granulométrie dispersée et continue telle que les grains de sol peuvent s'orienter.



FIGURE 2.9 – Courbes Proctor et de saturation

Néanmoins, il est intéressant de remarquer sur la FIGURE 2.9b que la partie de la courbe Proctor se trouvant du côté humide de l'Optimum Proctor suit une limite imposée par la courbe de saturation. Par conséquent, au-delà de cette courbe de saturation, le compactage du sol devient impossible et le mélange sol/eau reste à l'état liquide puisque la teneur en eau est trop élevée par rapport à la densité sèche du sol.

D'après Collin [2021a], l'essai Proctor consiste à compacter un sol en lâchant de manière répétitive une masse à partir d'une hauteur fixée. La masse tombe dans un moule cylindrique contenant le sol devant être compacté comme le montre la FIGURE 2.10 ci-contre. Comme la hauteur de chute reste constante, l'énergie de compactage reste constante.

À propos de l'Optimum Proctor, il faut réaliser plusieurs essais Proctor avec des teneurs en eau w différentes. Afin de déterminer la densité maximale sèche  $\rho_{d,max}$ , Charlier [2015-2016] explique qu'il faut observer la variation de la densité sèche  $\rho_d$  du sol en fonction de la teneur en eau w. De ce fait, à l'aide des explications précédentes sur la texture des échantillons compactés des côtés sec et humide, il devient aisé d'en déduire les valeurs des paramètres à l'Optimum Proctor. Par conséquent, sur terrain, l'utilisation de ces paramètres de référence permet de réduire les tassements du sol ainsi que d'autres facteurs néfastes tels que la perméabilité du sol qui se répercute sur les cycles gel-dégel.



FIGURE 2.10 – Essai Proctor, Roya [2021]

Concernant les études antérieures, les essais expérimentaux tels que Das et al. [2021], Ying et al. [2020] et Oualmakran et al. [2016] étaient également réalisés autour de la teneur en eau de l'Optimum Proctor. Dès lors, ces articles ont défini des teneurs en eau de référence reprises dans la liste ci-dessous :

- La teneur en eau à l'Optimum Proctor (OMC, Optimum Moisture Content);
- La teneur en eau **mouillée** (WMC, Wet Moisture Content) est la teneur en eau du côté humide de l'optimum correspondant à une teneur en eau de 2 à 3% plus élevée que l'optimum;
- La teneur en eau **sèche** (DMC, Dry Moisture Content) est la teneur en eau du côté sec de l'optimum correspondant à une teneur en eau de 2 à 3% plus faible que l'optimum.

En plus de ces notions, Oualmakran et al. [2016] ont défini deux types de structure qui se corrèlent aux précédentes :

- Un sol structuré correspond au sol avec une teneur en eau du côté sec de l'optimum ;
- Un sol **non-structuré** contient une teneur en eau du côté humide de l'optimum.

Dès lors, les trois études citées ici ont comparé des échantillons du côté humide par rapport à un Optimum Proctor avec des échantillons de teneur inférieure ou égale à ce même optimum. Ainsi, ce type de comparaison a réussi à cerner des disparités existant à la fois au niveau des performances mécaniques et de la microstructure. Il est important de noter que la courbe Proctor est approximativement symétrique par rapport à la droite passant par son maximum comme le montre la FIGURE 2.11. Dès lors, pour deux teneurs en eau distinctes et équidistantes de la teneur en eau de l'Optimum, il est théoriquement admis que leur densité sèche est identique. Dès lors, la FIGURE 2.11 ci-dessous illustre ce concept.



FIGURE 2.11 – Courbe Proctor, sols traités et non-traités à la chaux, Ying et al. [2020]

Sachant la densité sèche  $\rho_d$  pour ces deux teneurs en eau w des côtés sec et humide de l'optimum, il est possible de calculer les densités humides  $\rho_h$  de chaque teneur en eau w grâce à la formule suivante :

$$\rho_h = \rho_d \cdot (1+w)$$

#### 2.2.1 Modifications de la microstructure

Dans un premier temps, cette partie expliquera quelques notions relatives à la porosimétrie. Ensuite, les effets de l'eau de compactage sur des échantillons non-traités seront abordés afin de montrer les disparités existant au sein de la microstructure. Enfin, cette partie se terminera sur l'évocation des effets d'un traitement à la chaux sur des échantillons compactés à des teneurs en eau de compactage différentes.

#### Porosimétrie

Avant de s'attaquer aux résultats des études antérieures par rapport à la microstructure, il faut dans un premier temps développer le concept d'une courbe porosimétrique. Ce type de courbe s'obtient grâce à des essais évaluant la répartition de la taille des pores au sein d'un échantillon. Par exemple, les FIGURES 2.12a et 2.12b présentent toutes les deux des courbes porosimétriques obtenues à l'aide de l'essai de porosimétrie au mercure. Premièrement, la FIGURE 2.12a présente les courbes d'intrusion qui définissent chacune la répartition des volumes de vides des différents types d'échantillons. Il faut remarquer que certaines courbes englobent des volumes plus importants que d'autre. Cela s'explique par le fait que l'appareil de mesure possède une limite inférieure, c'est-à-dire qu'elle ne peut mesurer des pores de diamètre inférieur à 6 [nm]. Deuxièmement, la FIGURE 2.12b présente la distribution de la taille des pores (PSD, Pore Size Distribution) qui n'est autre que la dérivée de la FIGURE 2.12a.



FIGURE 2.12 – Courbes porosimétriques, Wang et al. [2015]

#### Effet de la teneur en eau de compactage

Pour observer les effets de la teneur en eau de compactage sur la porosimétrie d'échantillons compactés, il convient de s'intéresser dans un premier temps à des échantillons réalisés à partir d'un sol non-traité. Les travaux de Oualmakran et al. [2016] se sont penchés sur les effets de l'eau de compactage en comparant des échantillons de teneurs en eau des côtés sec et humide de l'Optimum Proctor. Pour ce faire, les travaux se sont basés sur des essais oredométriques comportant plusieurs paliers de chargement. Cependant, afin d'analyser au mieux la distribution de la taille des pores des échantillons durant l'essai, seules les quatre étapes indiquées en gras dans la liste suivante ont étudié la microstructure des échantillons, à savoir :

- 1. Un compactage réalisé de manière statique;
- 2. Une saturation par effet gravitaire qui durait au minimum 72h;
- 3. Un premier chargement de 12,5 [kPa] avec une consolidation de 24h. Les chargements suivants consistent à doubler la charge précédente, puis une consolidation de 24h est mise en place avant le chargement suivant ;

6. Le chargement de 100 [kPa] (100, 100 est le premier chargement étudié.

10. Le deuxième chargement étudié atteint les **1600** [kPa]. Dès lors, il clôture cette série de chargements.

<sup>:</sup> 

Par rapport aux courbes porosimétriques, les FIGURES 2.13a et 2.13b ci-dessous désignent respectivement la première et la dernière étapes des essais oedométriques. De plus, chaque Figure illustre les distributions de la taille des pores pour les échantillons avec des teneurs en eau des côtés sec (en rouge) et humide (en bleu) de l'optimum. En se focalisant sur la FIGURE 2.13a, il faut constater que l'allure des deux courbes diffèrent en fonction de leur teneur en eau de compactage. En toute généralité, ces allures de distribution de la taille des pores sont définies comme suit :

- L'allure **bi-modale** de la courbe rouge de la FIGURE 2.13a montre la distribution de la taille des pores d'un échantillon avec une teneur en eau du **côté sec** de l'optimum. Dès lors, l'allure de cette courbe semble bi-modale, c'est-à-dire que le minimum entre les deux pics de diamètre distinct est visible. Ainsi, ces deux pics désignent la fréquence des micropores pour les pores de diamètres inférieurs au diamètre de séparation et celle des macropores pour les diamètres supérieurs. Néanmoins, pour que cette courbe soit qualifiée de bi-modale, il faudrait que le rapport entre la porosité des micropores  $n_{\rm micro}$  et celle des macropores not associés aux pores entre les grains de sol tandis que les micropores correspondent plutôt aux pores situés à l'intérieur des grains et des particules;
- Concernant la courbe bleue de la FIGURE 2.13a, celle-ci illustre la distribution de pores d'un échantillon avec une teneur en eau du côté humide de l'optimum. L'allure des courbes est presque uni-modale. Par conséquent, cette courbe représente la fréquence des mésopores. En d'autres mots, ces pores ne désignent pas un type de pores prédéfini. Cependant, ils sont souvent associés aux pores situés entre les particules arrangées de manière dispersée.



FIGURE 2.13 – MIP : PSD lors d'essais oedométriques, Oualmakran et al. [2016]

Concernant les résultats de cette étude, l'évolution des porosimétries de chaque teneur en eau est reprise par les FIGURES 2.14a pour le côté sec et 2.14b pour le côté humide à la fin de cette sous-section. En plus de cela, les abréviations utilisées dans la légende de chaque graphique sont expliquées en-dessous de ces FIGURES. Concernant les échantillons du côté **sec** de l'optimum, la distribution de leur taille de pores passe d'un état bi-modal lors du compactage à un état uni-modal après chargement. Tout d'abord, lors de la saturation, la taille des pores s'élargit naturellement. Ainsi, la distribution bi-modale se translate vers des diamètres plus larges comme le montre la courbe en rouge de la FIGURE 2.14a. Lors des chargements, la microstructure se réarrange de telle manière que l'échantillon subit une déstructuration. Il se crée donc un réarrangement permettant la multiplication des micropores puisque les macropores, soient les pores entre les grains, se referment. C'est la raison pour laquelle la FIGURE 2.14a montre après la série de chargements successifs, une courbe uni-modale pour les échantillons avec une teneur en eau de départ du côté sec de l'optimum.

Concernant les échantillons du côté **humide** de l'optimum, la distribution de leur taille de pores garde une tendance uni-modale tout au long des essais oedométriques avec un pic de diamètre relativement constant comme le montre les courbes de la FIGURE 2.14b. Tout comme les échantillons avec teneur en eau sèche, il faut remarquer un élargissement des pores lors de la saturation des échantillons. Ensuite, sous chargement, les mésopores de diamètres importants par rapport à la présente répartition voient leur volume se rétrécir. Dès lors, après la série de chargements, la fréquence des mésopores devient plus importante puisqu'elle englobe un intervalle plus étroit de diamètres.



(a) Teneur du côté sec de l'optimum (b) Teneur du côté humide de l'optimum

FIGURE 2.14 – MIP : PSD lors d'essais oedométriques, Oualmakran et al. [2016]

Abréviations utilisées dans la légende des FIGURES 2.13a, 2.13b, 2.14a et 2.14b de Oualmakran et al. [2016]:

- P, Porosimetry : porosimétrie;
- UW, Unstructured Wet /SD, Structured Dry : teneur en eau humide/sec de compactage par rapport à la teneur en eau à l'Optimum Proctor ;
- AC (As compacted)/ AS (As Saturated)/ 100/ 1600 : échantillons testés avant ou après saturation, ou ayant subi une contrainte verticale de 100 ou 1600 [kPa] ;
- FD (Freeze-Dried) : lyophilisation;
- 1/2: numéro de l'échantillon.

#### Effet du traitement à la chaux

Cette partie permet d'ajouter le dernier paramètre manquant dans l'étude de le microstructure : la chaux vive. Par conséquent plusieurs articles scientifiques tels que Das et al. [2021], Ying et al. [2020], Wang et al. [2016] et Rosone et al. [2020] se sont intéressés aux effets de la teneurs en eau de compactage sur des sols compactés traités à la chaux.

Pour commencer, l'étude de Ying et al. [2020] se base sur un sol limoneux compacté à 2% en chaux vive. Dans un premier temps, le sol sec est mélangé avec la chaux vive. Par après, le mélange est hydraté afin d'atteindre les teneurs en eau du côté sec 17% et du côté humide 20% de l'optimum comme indiquées sur la courbe Proctor de la FIGURE 2.11. Concernant la microstructure, celle-ci a été observée pour différents temps de cure. Ainsi, les FIGURES 2.15a et 2.15b présentent les distributions de la taille des pores de ces deux types d'échantillons.

En premier lieu, la FIGURE 2.15a ci-dessous indique l'évolution de la distribution de la taille des pores d'échantillons de teneur en eau du **côté sec de l'optimum**. Similairement aux échantillons non-traités, la distribution du côté sec ci-dessous est bien bi-modale. Lors du temps de cure, leurs diamètres rétrécissent légèrement à cause de la création de composés cimentaires. En effet, avant le traitement à la chaux, les particules d'argile recouvraient la surface des grains. Cependant, comme la teneur en eau est inférieure à celle de l'optimum, les échantillons compactés ont gardé une matrice floculée formée de micropores et de macropores. Ainsi, les produits pouzzolaniques formés à la surface des grains de sol amènent une réduction de la taille générale des pores.



FIGURE 2.15 – MIP : PSD du côté sec, Ying et al. [2020]

Ensuite, la FIGURE 2.15b ci-dessus concerne les échantillons de teneur en eau du côté humide de l'optimum. Durant le temps de cure, leurs diamètres gardent quasiment le même ordre de grandeur. Néanmoins, il faut remarquer que la distribution de la taille des pores est "un peu" bi-modale alors qu'elle devrait être uni-modale comme indiquée dans l'étude de Oualmakran et al. [2016].

Théoriquement, la teneur en eau du côté humide de l'optimum permet une meilleure dispersion des particules d'argile. Ainsi, la matrice de sol compactée devrait être plus continue et contenir un seul type de pores, à savoir des mésopores. Une première hypothèse avancée par Ying et al. [2020] implique le fait que la fraction argileuse du sol testé ne serait pas homogène dans cette partie alors que son pourcentage a été évalué à 17,4% de sol. En suivant cette logique, la dispersion des composés argileux aurait été freinée à cause d'une hydratation du sol trop proche de l'Optimum Proctor. Une deuxième hypothèse citée par Ying et al. [2020] proviendrait d'une faible énergie de compactage. De fait, le compactage devrait répandre de manière homogène la quantité de chaux ajoutée. Néanmoins, la technique de compactage choisie est la méthode statique. Celle-ci offre un mélange moins homogène que la méthode par malaxage.

Une dernière supposition qui n'a pas été citée dans l'article de Ying et al. [2020] tire directement son origine du traitement à la chaux en lui-même. De ce fait, lors du mélange du sol avec la chaux et l'eau, une matrice floculée devrait apparaître même si la teneur en eau de compactage est du côté humide. Par conséquent, dans ce cas-ci, ce phénomène de floculation crée une agrégation de particules que le compactage ne permet pas de supprimer. Finalement, il est important de préciser que l'effet du temps de cure est négligeable sur la microstructure alors que l'effet de la teneur en eau de compactage établit une disparité assez marquée. De ce fait, les courbes des FIGURES 2.15a et 2.15b sont différentes entre elles. Par contre, au cours du temps de cure, les courbes au sein d'une même FIGURE restent semblables entre elles.

D'autres porosimétries sur des échantillons de sol limoneux traités à la chaux ont été menés par Das et al. [2021]. Toutefois, il faut spécifier que ces échantillons ont tous été compactés par pétrissage (K, Kneading) et non de manière statique (S, Static). Dans l'ANNEXE A, cette technique de malaxage présentée par Das et al. [2021]est illustrée par la FIGURE A.1 et comparée avec l'autre méthode sur la FIGURE A.2. Ainsi, le compactage par malaxage offre une meilleure résistance mécanique que celui réalisé statiquement. Concernant le protocole expérimental, le sol a d'abord été hydraté avant d'être mélangé avec la chaux vive. Les FIGURES 2.16a et 2.16b montrent les distributions des pores d'échantillons compactés statiquement, puis conservés pendant un temps de cure de 28 jours. Ainsi, la FIGURE 2.16a présente les résultats pour une teneur en eau à l'optimum OMC et la FIGURE 2.16b pour une teneur en eau du côté humide de l'optimum WMC.

Sur la FIGURE 2.16a, la distribution de la taille des pores semble bi-modale. Par contre, elle paraît "un peu" bi-modale sur la FIGURE 2.16b. Ainsi, leur interprétation au niveau de leur structure et des réactions pouzzolaniques est semblable à celle donnée pour les FIGURES 2.15a et 2.15b de Ying et al. [2020]. Par contre, comme le protocole expérimentale de Das et al. [2021] diffère de celui de Ying et al. [2020], la matrice floculée est davantage représentée dans ces porosimétries-ci. Dès lors, dans ce cas-ci, la teneur en eau à l'optimum est assimilée à la teneur en eau du côté sec de l'optimum, soit au graphique de la FIGURE 2.15a. Par ailleurs, sur ces deux FIGURES 2.16, les courbes bleues désignant de faibles teneurs en chaux ont l'air semblables. Cela s'explique le fait que cette quantité de chaux n'est pas suffisante pour assurer la durabilité des réactions pouzzolaniques.



FIGURE 2.16 – MIP d'échantillons après une cure de 28 jours, Das et al. [2021]

Pour terminer, cette partie consacrée sur les travaux de Das et al. [2021], il est bon de s'intéresser aux différences entre les techniques de compactage par malaxage et de manière statique. Effectivement, les résultats présents dans la sous-section 2.2.2 se focaliseront sur des échantillons malaxés alors que les résultats présentés ci-dessus se basent sur des échantillons compactés de façon statique. Dès lors, les FIGURES 2.17a et 2.17b introduisent une différence entre ces deux modes de compactage. De ce fait, pour de fortes teneurs en eau, le compactage statique indique une distribution bi-modale alors que le compactage par pétrissage définit une courbe plus uni-modale.



FIGURE 2.17 – MIP d'échantillons après une cure de 90 jours, Das et al. [2021]

Concernant l'article de Rosone et al. [2020], celui-ci a déterminé la distribution des pores pour différentes quantités de chaux ajoutées : 0%, 2%, 4% et 6%. Par rapport au protocole, ce dernier est similaire à celui de Das et al. [2021], mais il traite uniquement d'échantillons compactés ayant une teneur en eau égale à l'Optimum Proctor. Dès lors, la FIGURE 2.18 montre deux distributions bi-modales surlignées en bleu et en orange désignant respectivement des quantités de chaux à 2% et à 6%. Par contre, au vu de la teneur eau de compactage, il n'est pas possible d'analyser l'effet de la teneur en eau de compactage sur la microstructure puisqu'une seule teneur en eau a été testée.

Ainsi, il faut constater que plus la quantité de chaux est élevée, plus la courbe de distribution de la taille des pores tend vers une distribution bi-modale. En plus de cela, les pores des échantillons à 6% de chaux sont plus étroits que ceux à 2%. Ensuite, les FIGURES 2.19a et 2.19b illustrent respectivement les courbes porosimétriques pour les échantillons possédant 2% et 6%de chaux vive. Ainsi, chaque graphique présente l'évolution temporelle de la distribution de la taille des pores. Les courbes en vert correspondent à des porosimétrie après 7 jours de temps de cure tandis que les courbes en rose désignent des temps de cure d'un an. À long terme, les courbes tendent vers des distributions bi-modales puisque la quantité de macropores augmente alors que la quantité de micropores diminuent en tendant vers des diamètres plus étroits.



FIGURE 2.18 - MIP, Rosone et al. [2020]



FIGURE 2.19 – MIP, Rosone et al. [2020]

Rosone et al. [2020] explique ces profils bi-modaux à l'aide de deux hypothèses. Concernant les macropores, il estime que leur augmentation de volume serait due aux phénomènes de floculation et des retraits volumiques des particules argileuses. De plus, la consommation d'eau afin de réaliser des réactions pouzzolaniques engendrerait ces retraits. À propos des micropores, leur volume et leur diamètre se réduisent à cause de la multiplication des composés cimentaires au sein des échantillons.

Pour clôturer cette partie destinée à la microstructure, les travaux des Wang et al. [2016] sont développés partiellement ici à l'aide des FIGURES 2.20a et 2.20b. De façon similaire aux travaux de Ying et al. [2020], un sol limoneux sec a été tout d'abord mélangé avec 2% de chaux vive. Ensuite, le mélange a été hydraté afin d'atteindre les teneurs en eau des côtés sec et humide de l'optimum. Après avoir été compactés statiquement, les échantillons ont reposés durant des temps de cure allant de 1 à 90 jours. D'une part, sur la FIGURES 2.20a et 2.20b, la distribution des pores du côté sec de l'optimum est bimodale. D'autre part, sur la FIGURE 2.20b, la distribution des pores du côté humide de l'optimum est uni-modale. Par conséquent, les distributions sont identiques par rapport à celles non-traitées de Oualmakran et al. [2016]. De plus, chaque graphique conserve des courbes similaires tout au long des temps de cure. Enfin, à long terme, les deux FIGURES se translatent vers des volumes et des diamètres plus petits. Cela résulte également des réactions pouzzolaniques comme discuté tout au long de cette sous-section.



FIGURE 2.20 – MIP : Courbes d'intrusion et PSD, Wang et al. [2016]

#### 2.2.2 Performances mécaniques

Dans cette section, les résultats d'essais mécaniques réalisés par Das et al. [2021], par Janka Negawo et al. [2019] et par Oualmakran et al. [2016] sont développés afin dresser un portrait de la résistance acquise en fonction de la teneur en eau. Ces essais mécaniques se composent d'essais de compression simple (UCS, Unconfined Compressive Strength) et d'essais oedométriques.

#### Cas des sols non-traités

Des essais oedométriques ont été réalisés par Oualmakran et al. [2016] sur un sol limoneux non-traité à la chaux. Concernant la FIGURE 2.21 ci-dessous, au début du chargement, les échantillons côté sec de l'optimum montrent que la contrainte de préconsolidation  $\sigma'_{vp}$  est supérieure à celle du côté humide de l'Optimum. De plus, avant d'atteindre cette contrainte, les indices de compression  $C_c$  indiquent une compressibilité plus forte du côté sec de l'optimum.

Ensuite, le phénomène inverse se produit au-delà des contraintes de préconsolidation  $\sigma'_{vp}$ . Effectivement, cette dernière étape de chargement montre que le côté humide est plus compressible que le sec. Enfin, lors du déchargement, les indices de gonflement  $C_s$  sont relativement similaires entre les deux types d'échantillon.

Cette divergence entre les deux catégories s'explique par leur structure et leur texture distinctes. D'une part, les échantillons du côté humide se déforment de manière non négligeable au vu de leur caractère plastique. D'autre part, les échantillons du côté sec ne subissent que peu de déformations au début du chargement puisqu'ils restent dans le domaine élastique. En d'autres termes, dans la région élastique, des liens entre les particules permettent de relier les agrégats entre eux.



FIGURE 2.21 – Relation contrainte - déformation, Oualmakran et al. [2016]

Ensuite, il apparaît une déstructuration des échantillons du côté sec après avoir atteint la contrainte de préconsolidation  $\sigma'_{vp}$ . En effet, ces échantillons entrent en plasticité puisque leurs liens se brisent après préconsolidation.

#### Cas des sols traités à la chaux

Comme abordé à la sous-section 2.2, le fait d'ajouter de la chaux dans le sol fait translater la courbe Proctor. Sur la FIGURE 2.22 ci-dessous, Janka Negawo et al. [2019] montre la superposition de quatre courbes Proctor ayant chacune un pourcentage distinct de chaux vive ajoutée. Il est important de noter que l'argile gonflante très plastique utilisée ici possède son point de fixation de la chaux à 9% de la masse sèche du sol.



FIGURE 2.22 – Courbes Proctor en fonction de la quantité de chaux, Janka Negawo et al. [2019]

Ainsi, plus la quantité de chaux ajoutée augmente, plus la densité sèche requise à l'optimum est faible, mais la teneur en eau requise est plus élevée. Sur la FIGURE 2.22, cette tendance est constatée par la translation des courbes Proctor vers des teneurs en eau plus élevées et des densités sèches plus faibles.

Ensuite, à partir de ces échantillons compactés à la teneur en eau de l'Optimum Proctor, des essais UCS ont été réalisés après un temps de cure de 7 jours à 40°C. Leurs résultats contrainte-déformation visibles sur la FIGURE 2.23 expriment que plus la quantité de chaux atteint le point de fixation de la chaux, plus la contrainte maximale est importante. Par contre, en termes de rupture, ces échantillons semblent les plus fragiles.



FIGURE 2.23 – UCS d'une argile en fonction de la quantité de chaux vive *CaO*, dans des conditions de **saturation**, Janka Negawo et al. [2019]

Enfin, le rapport de Janka Negawo et al. [2019] compare les contraintes maximales UCS des échantillons en fonction de leur niveau de saturation. Ainsi, les deux types d'échantillons sont repris dans la TABLE 2.1 ci-dessous. À l'état saturé, l'écart entre les échantillons traités et non-traités est non-négligeable alors qu'à l'état non-saturé, l'écart est moins marqué. De plus, de manière générale, la résistance des échantillons saturés est plus faible que les non-saturés. Une interprétation serait que le drainage à l'intérieur des échantillons saturés aurait tendance à lessiver la chaux n'ayant pas encore réagi avec d'autres composés. D'un point de vue structurel, le contact entre les grains des échantillons saturés ne serait pas suffisant pour rigidifier la structure granulaire.

Chaux [%]	Échantillons no	on-saturés	Échantillons saturés					
Chaux [70]	$\sigma$ à la rupture [kPa]	Gain de $\sigma$ [%]	$\sigma$ à la rupture [kPa]	Gain de $\sigma$ [%]				
0	1438	/	0	-100				
5	1645	14	507	-69				
7	1689	17	1469	-13				
9	1799	25	1611	-10				

TABLE 2.1 – Contraintes maximales des UCS saturées et non saturées, Janka Negawo et al. [2019]

Pour en revenir aux travaux de Das et al. [2021], les FIGURES 2.24 et 2.25 de Das et al. [2021] montrent des résultats contrainte-déformation en fonction de paramètres variables cités dans la TABLE 2.2 ci-dessous. En termes de point de fixation de la chaux, ce dernier vaut ici 1% en masse sèche de sol.

Grap	hiques	Teneurs en eau	Température	Temps	Chaux	
1	n°	[%]	[°C]	[Jours]	[%]	
2.24	(a)	À l'optimum OMC	20	28		
2.24	(b)	Côté humide WMC de l'optimum	20	20	1 & 25 & 4	
2.25	(e)	À l'optimum OMC	40	180	1 & 2,5 & 4	
2.20	(f)	Côté humide WMC de l'optimum	40	100		

TABLE 2.2 – Paramètres des FIGURES 2.24 et 2.25 contrainte-déformations, Das et al. [2021]

Après 28 jours, la FIGURE 2.24 montre que les contraintes maximales des deux graphiques atteignent des valeurs presque identiques. De plus, comme vu précédemment à la FIGURE 2.23, leur contrainte augmente avec la quantité de chaux ajoutée. Par conséquent, cela signifie qu'à 28 jours, il reste encore suffisamment d'eau pour hydrater la chaux et pour ensuite générer des réactions pouzzolaniques à long terme.


FIGURE 2.24 – UCS avec les paramètres de la TABLE 2.2, Das et al. [2021]

Après 180 jours, la FIGURE 2.25 ci-dessous montre que les contraintes maximales ont doublé pour les échantillons de teneur en eau à l'optimum (e) et presque quadruplé pour ceux du côté humide de l'optimum (f) par rapport à ceux de la FIGURE 2.24. Une première explication commune aux deux teneurs en eau provient de ces deux facteurs : la température et le temps de cure. Premièrement, cette hausse de température passant de  $20^{\circ}$ C à  $40^{\circ}$ C favorise les réactions pouzzolaniques à cause de leur caractère endothermique. En second lieu, comme les réactions pouzzolaniques se produisent sur le long terme, le prolongement du temps de cure permet la création de davantage de composés cimentaires CSH et CAH.

Enfin, pour justifier le décalage entre les graphiques de la FIGURE 2.25, il faut se focaliser sur les disponibilités en eau puisque les réactions pouzzolaniques se produisent davantage au sein d'échantillons dont la teneur en eau est du côté humide de l'optimum WMC qu'au sein d'échantillons de teneur en eau à l'optimum OMC. De ce fait, plus la quantité de réactifs tels que l'eau, la chaux vive, des silicates et des aluminates en solution, plus les réactions pouzzolaniques se perpétueront à long terme. L'abondance de ces réactifs conduit donc à une meilleure résistance mécanique à long terme.



FIGURE 2.25 – UCS avec les paramètres de la TABLE 2.2, Das et al. [2021]

Cependant, cette teneur en eau du côté humide de l'optimum WMC amène une perte de contact entre les grains de sol. En suivant cette logique, cela devrait rendre les échantillons moins résistants mécaniquement. Cependant, dans les travaux de Das et al. [2021], cette teneur en eau du côté humide WMC est juste 10% plus élevée que celle à l'optimum OMC. En plus de cela, les conditions de cure sont favorables à la pérennité des réactions pouzzolaniques. À long terme, cette perte de contact entre les grains est compensée par la consommation d'eau générant les composés cimentaires. Ainsi, cette teneur en eau supérieure à l'optimum est considérée à long terme comme avantageuse pour la résistance mécanique des échantillons étudiés.

Comme abordé précédemment, la technique utilisée lors du compactage influence les résultats expérimentaux. La FIGURE 2.26 ci-contre compare les performances mécaniques d'échantillons compactés soit statiquement (en vert), soit par pétrissage (en jaune). Il en ressort que le compactage par pétrissage offre une résistance mécanique supérieure à la méthode statique. Pour ce faire, la quantité de chaux ajoutée doit être supérieure au point de fixation de la chaux égal à 1% dans les travaux de Das et al. [2021].



FIGURE 2.26 – Performance mécanique de la FIGURE 2.17, Das et al. [2021]

## 2.3 Essais mécaniques sur la digue de Vidourle

Cette partie résume des tests réalisés sur des échantillons de sol provenant de la digue de Vilourde construite et traitée à la chaux 7 ans auparavant. Cette étude menée par Klotz et al. [2022] pour la société Lhoist se focalise sur les couches compactées n°6 et n°7 schématisées sur la FIGURE 1.4 de la section 1.1. Dès lors, la teneur en eau initiale des blocs extraits de la digue était de 10,45% pour la couche n°6 et de 10,67% pour la couche n°7.

Par rapport à la construction de la digue, le rapport de conférence de Nerincx et al. [2016a] inclut tout son processus de réalisation. L'étude du sol de Vidourle déduit que le sol est limoneux et peu plastique avec un fraction argileuse estimée à 23%. Dès lors, ces données confirment que ce sol peut être traité à la chaux. Concernant les matériaux ajoutés dans ce sol, la liste suivante donne un aperçu des quantités et des méthodes employées pour réaliser cette digue :

- Une quantité de chaux vive CaO à ajouter était égale à 2% en masse sèche de sol puisque le test de *Eades & Grims* renvoie un point de fixation de la chaux à 1,5%;
- Une quantité d'eau a dû être ajoutée afin d'atteindre une teneur en eau du côté humide de l'Optimum Proctor tout en sachant que cette teneur en eau à l'Optimum Poctor est évaluée à 18,7% pour un poids spécifique sec  $\gamma_d$  de 17,3 [kN/m<sup>3</sup>]. De plus, comme une partie de l'eau devait être consommée par la chaux, il fallait ajouter 2% d'eau supplémentaire pour pallier cette perte hydraulique;
- La technique choisie pour compacter le mélange de terre et de chaux vive utilisait des compacteurs à pied de mouton. Au final, l'épaisseur d'une couche compactée mesurait environ 30 [cm] afin d'obtenir un poids spécifique sec  $\gamma_d$  d'environ 17 [kN/m<sup>3</sup>]. Ainsi, la technique de compactage par malaxage utilisée en laboratoire est assimilée à cette technique utilisée sur terrain.

#### Essai oedométrique

Des essais oedométriques ont été réalisés sur des échantillons cylindriques saturés dans des cellules oedométriques durant quelques jours. La FIGURE 2.27 suivante donne les courbes chargement-déformation de chaque série d'échantillons des essais oedométriques. Ainsi, les courbes rouges se réfèrent à la couche n°6 et les bleues et vertes à la couche n°7.

Cet essai démontre de par ses résultats que la couche n°7 est plus déformable que la couche n°6. En effet, lors du premier chargement, les courbes vertes et bleues sont plus pentues que les rouges. La couche n°7 subit donc une déstructuration dès le premier chargement alors que la couche n°6 semble se déstructurer après l'atteinte de la contrainte de préconsolidation.



FIGURE 2.27 – Courbes chargement-déformation, Klotz et al. [2022]

En 2015, lors de la construction de la digue, des échantillons ont été prélevés et traités à la chaux en laboratoire. En comparant cette étude à l'étude actuelle, il en ressort que le sol traité à la chaux sur site semble moins compressible que celui traité ou non en laboratoire. Concernant les effets de gonflement, on constate que le traitement à la chaux implique peu d'effet entre les deux couches traitées. Enfin, les contraintes de préconsolidation  $\sigma'_p$  obtenues semblent similaires à celles trouvées en laboratoire.

#### Essai de compression simple

L'essai de compression simple permet de mesurer les déplacements verticaux  $\delta_v$  des échantillons à une vitesse de 0,3 [mm/min]. Comme la FIGURE 2.28 l'indique, les échantillons provenant de la couche n°6 qui correspondent aux courbes vertes et bleues sont plus résistants que ceux de la couche n°7 désignés par les courbes rouges.



FIGURE 2.28 – Courbes contrainte-déformation, Klotz et al. [2022]

De plus, la FIGURE 2.29 ci-dessous corrèle, pour chaque échantillon, sa contrainte maximale en compression avec son poids spécifique sec  $\gamma_d$ . Tout en confirmant le résultat précédent, la FIGURE illustre une amélioration de la résistance en compression allant de pair avec la hausse de densité des échantillons.



FIGURE 2.29 – Contraintes maximales de compression en fonction de la densité sèche, Klotz et al. [2022]

#### Essai de perméabilité

Cet essai consiste à imposer un gradient hydraulique de 1 bar entre les deux extrémité d'un échantillon et à mesurer le volume d'eau sortant. Dès lors, il devient aisé d'en déduire le débit sortant ainsi que le coefficient de perméabilité k de l'échantillon. Sur la FIGURE 2.30, les résultats montrent que les six échantillons provenant de la couche n°6 ont leur perméabilité k qui varie peu alors que les trois échantillons de la couche n°7 ont des ordres de perméabilité qui fluctuent d'un facteur 100.



Coefficient de perméabilité (m/s)

FIGURE 2.30 – Mesures de perméabilité k, Klotz et al. [2022]

#### Essai de cisaillement direct

Cet essai consiste à appliquer un cisaillement sur chaque échantillon sous une contrainte normale constante. L'essai permet de déterminer une résistance de pic et une résistance résiduelle pour chaque échantillon. De cette manière, la cohésion c et l'angle de frottement  $\phi$  ont pu être évalués et indiqués dans la TABLE 2.3 ci-dessous pour chaque type d'échantillons. Par conséquent, pour l'étude de 2022, les caractéristiques géotechniques de la couche n°7 sont plus faibles que celles de la couche n°6. Dès lors, la couche n°6 possède une meilleure capacité portante que la couche n°7.

Étudo	Type d'échantillone	Résistance de pic		
Lude	Type d echantmons	Cohésion $c$ [kPa]	Angle frottement $\phi$ [°]	
	Couche 6 – Bloc 1	229,8	31,9	
2022	Couche 6 – Bloc 2	156,8	43	
	Couche 7	125,6	18,2	
	Non-traité	10,6	33,2	
2015	7 jours de cure	25,2	48,3	
	14 jours de cure	27,8	45,5	
	28 jours de cure	39,8	42,2	

TABLE 2.3 – Comparaison des paramètres géotechniques entre les études de 2015 et de 2022, Klotz et al. [2022]

Concernant les échantillons traités à la chaux en laboratoire en 2015, il en ressort que plus le temps de cure augmente, plus la cohésion c s'améliore.

# Chapitre 3

# Tests d'identification

Cette partie est consacrée à la présentation des caractéristiques du sol de Kruibeke qui est, pour rappel, un sol analogue au sol de Vidourle. Comme les caractéristiques du sol de Vidourle ont d'ores et déjà été énoncés à la sous-section 2.3 précédente, il ne reste plus qu'à exposer ceux de Kruibeke. De cette manière, il sera possible de mettre en évidence, sur le sol de Kruibeke, les effets suspectés sur le sol de Vidourle qui ont été introduits à la sous-section 2.2. Pour ce faire, quatre tests ont été menés sur le sol de Kruibeke, à savoir :

- 1. Une analyse sédimentométrique;
- 2. Une analyse granulométrique par voie sèche;
- 3. Un essai de limite de plasticité et liquidité, soit les limites d'Atterberg;
- 4. Un essai au bleu de méthylène.

# 3.1 Analyses sédimentométrique & granulométrique

Tout d'abord, le test de **sédimentométrie** donne une estimation de la granulométrie d'un sol grâce à la cinétique de sédimentation des grains. En d'autres mots, il suffit de mesurer la densité  $R_t$  de la solution grâce à un aéromètre ainsi que la profondeur  $H_r$  de la solution. Par ailleurs, il faut ajouter un défloculant à la solution testée. Effectivement, les grains doivent se séparer afin de sédimenter en fonction de leur masse et de leur dimension. Ces mesures sédimentométriques permettent de trouver les diamètres équivalents des grains  $D_p$  ainsi que le pourcentage de grains p de diamètre inférieur ou égal au diamètre  $D_p$ . Ainsi, cette sédimentométrie permet de dresser le portait de la courbe granulométrique avec des tailles de grains allant de 46 [µm] à 1,46 [µm].

En second lieu, le test de **granulométrie** consiste à sécher pendant 24h à l'étuve l'échantillon de sol présent dans la burette. Ensuite, un tamisage par voie sèche est effectué afin de finaliser la courbe granulométrique des diamètres compris entre 2,38 [mm] et 74 [µm] en fonction de la masse des grains obtenue sur chaque tamis.

#### Méthodologie de la sédimentométrie

Pour ce faire, l'essai consiste à prendre une masse sèche initiale d'environ 50 [g] pour un limon ou une argile. Dès lors, la masse de sol de Kruibeke passe à travers un tamis 2,38 [mm] de telle sorte que le refus et le passant pèsent respectivement 1 [g] et 49,91 [g]. La masse passante est versée dans le mixeur présenté sur la FIGURE 3.2a. Ensuite, il faut également y verser 125 [g] de défloculant ainsi que 500 [cm<sup>3</sup>] d'eau distillée pour ensuite mixer le mélange obtenu durant 1 minute. La solution homogène est ensuite versée dans une burette.



FIGURE 3.1 – Sédimentométrie : Bain thermostatique

Le contenant est placé dans un bain thermostatique comme illustré sur la FIGURE 3.1 dans lequel la température de l'eau est constamment égale à 20°C. Dans la burette, il faut ensuite ajouter de l'eau distillée afin d'atteindre un volume de 1 litre dans la burette comme indiqué sur la FIGURE 3.2b ci-dessous.



(a) Mixeur





(c) Aéromètre en solution

FIGURE 3.2 – Sédimentométrie

Concernant l'acquisition des données expérimentales, il faut plonger un aéromètre dans la solution, comme illustré sur la FIGURE 3.2c, suivant un horaire prédéfini et chronométré dès sa mise en place dans le bain thermostatique. Cet outil renvoie une mesure  $R_t$  lue sur son échelle graduée lorsque ce dernier se stabilise dans la solution. Il faut noter que l'aéromètre est rincé à l'eau distillée dans la burette afin de garder toute particule dans le mélange étudié.

#### Résultats de la sédimentométrie

La TABLE 3.1 ci-dessous reprend pour chaque instant i toutes les lectures  $R_t$ , i à l'aéromètre avec lesquelles les paramètres suivants ont été déterminés :

- $R_{r,i}$ , la lecture corrigée de l'aéromètre en  $[g/dm^3]$ ;
- $H_{r,i}$ , la profondeur corrigée au temps i en [cm];
- $D_{p,i}$ , le diamètre des grains au temps i en  $[\mu m]$ ;
- $p_i$ , le pourcentage des diamètres inférieurs ou égaux au diamètre  $D_{p,i}$ .

Dès lors, les relations de ces paramètres sont développées dans l'ANNEXE B.

Temps	Lecture	Lecture corrigée	Profondeur	Diamètre équivalent	$\%$ grains $\leq D_p$
[min]	$R_t \; [{ m g/dm^3}]$	$R_r \; [{ m g/dm^3}]$	$H_r$ [cm]	$D_p$ [µm]	p [%]
1	38	34,60	10,97	46,25	71,85
2	36	32,60	11,32	33,21	67,59
5	32	28,60	12,00	21,63	59,07
15	27	23,60	12,86	12,93	48,42
45	13	9,60	15,27	8,13	18,61
162	10	6,60	15,78	4,36	12,22
281	9	$5,\!60$	15,95	3,33	10,09
1440	8	4,60	16,12	1,48	7,96

TABLE 3.1 – Données de la sédimentométrie

#### Résultats de la granulométrie

La TABLE 3.2 ci-dessous reprend les masses obtenues sur chaque tamis après avoir réalisé une granulométrie par voie sèche. Dès lors, sachant que la masse initiale est de 49,91 [g], le pourcentage de refus vaut le quotient de la masse cumulée par la masse totale tamisée. Ainsi, le taux de passants résulte en la soustraction des refus sur le total initial.

Tamis	Masse	Masse cumulée	Refus	Passant
[mm]	[g]	[g]	[%]	[%]
2,38	0	0	0	100
1,19	0	0	0	100
0,59	0,57	0,57	1,19	98,81
0,30	1,27	1,84	3,84	96,16
0,15	3,41	5,25	10,95	89,05
0,07	5,37	10,62	22,16	77,84

TABLE 3.2 – Données de la granulométrie

#### Courbe granulométrique

Enfin, la FIGURE 3.3 ci-dessous reprend les courbes granulométriquees et sédimentométrique, c'est-à-dire :

- La courbe en bleu, nommée *Passants en granulo*<sub>1</sub>, reprend la première granulométrie à travers le tamis 2,38 [mm];
- La courbe en rose, nommée *Passants en granulo*<sub>2</sub> reprend les résultats de la seconde granulométrie réalisée après l'essai de sédimentométrie. Ainsi, ces données sont indiquées dans les colonnes colorées en jaune clair de la TABLE 3.2;
- La courbe en orange, nommée *Passants en sédimento* reprend les résultats de la sédimentométrie indiqués dans les colonnes colorées en jaune clair de la TABLE 3.1.



FIGURE 3.3 – Courbes granulométriques

Par conséquent, la courbe verte de la FIGURE 3.3 correspond à la moyenne de ces trois courbes précédentes. Dès lors, quelques interprétations peuvent être tirées de ce graphique. Premièrement, le coefficient d'uniformité  $C_u$  peut être calculé en faisant le rapport suivant :

$$C_u = \frac{d_{60}}{d_{10}} = 6,76$$

Il faut noter que le paramètre  $d_i$  désigne le diamètre correspondant à i% de passants. Comme ce coefficient est supérieur à 3, la granulométrie est dite étalée. En second lieu, le coefficient de courbure peut être évalué à l'aide de la relation suivante :

$$C_c = \frac{d_{30}^2}{d_{60} \cdot d_{10}} = 1,33$$

Comme ce coefficient est inclus entre 1 et 3, la granulométrie est dite continue. Par conséquent, grâce à ces deux caractéristiques granulométriques, la distribution de la taille des grains peut aussi être dite "bien graduée". Concernant la nature des grains, le profil granulométrique peut également être comparé avec des courbes types. Ce type de graphique provenant de Collin [2021a] est repris à la FIGURE B.1 présente dans l'ANNEXE B. Dès lors, la courbe moyenne tracée en vert de la FIGURE 3.3 renvoie a priori à un limon argileux d'après le graphique type. Par ailleurs, il faut attendre les résultats des autres tests d'identification avant de se prononcer sur la nature du sol de Kruibeke.

# 3.2 Limites d'Atterberg

Les limites d'Atterberg permettent de définir la consistance du sol étudié à l'aide de deux états limites : la limite de liquidité  $w_L$  et la limite de plasticité  $w_P$ . Afin de trouver ces deux limites, il faut réaliser deux tests distincts sur une masse de sol de Kruibeke d'environ 300 [g] dont la granulométrie est inférieure ou égale à 425 µm.

Néanmoins, dans un premier temps, il faut humidifier l'échantillon de sol tamisé et sec afin d'avoir une consistance assez fluide. Ensuite, il faut verser l'échantillon humidifié dans un contenant et le placer dans une cloche en verre comme illustrée sur la FIGURE 3.4a. Cette cloche en verre permet de conserver les échantillons dans un volume avec une température constante et une humidité relative de l'air constante. Ce dernier paramètre est assuré en plaçant un fond d'eau dans le récipient.

Après un temps de cure de quelques jours, soit de trois jours dans ce cas-ci, les deux tests d'identification développées dans les sous-sections suivantes peuvent débuter. Enfin, des cristallisoirs contenant les échantillons manipulés sont déposés à l'étuve afin d'évaluer la teneur en eau de chaque échantillon. Cette dernière étape est présentée sur la FIGURE 3.4b ci-dessous.



(a) Échantillons de sol mis sous cloche



(b) Échantillons mis à l'étuve



### **3.2.1** Limite de liquidité $w_L$

Ce premier test consiste à étendre une couche de sol dans la coupelle de Casagrande. Cette coupelle tapissée d'une couche de sol de Kruibeke est représentée sur la FIGURE 3.6a ci-dessous. De plus, cette coupelle est attachée à un socle via un système de tige pouvant pivoter horizontalement. Pour le test, il faut retirer une partie du sol afin d'obtenir une fente ainsi que des lèvres de part et d'autre de cette fente. D'ailleurs, cette fente bordée des deux lèvres de même épaisseur est visible sur la FIGURE 3.6a.

Concernant la marche à suivre, la coupelle doit être soulevée, puis relâchée. Cela provoque des coups qui doivent être comptés jusqu'à fermeture de la fente. Pour que chaque série de coups soit réussie, il faut que le nombre de coups soit inclus entre 15 et 35 coups. Ensuite, les lèvres sont prélevées afin de les mettre à l'étuve. Entre chaque série de coups, le sol doit être remélangé et étalé sur le plan de travail afin de le sécher. Néanmoins, il faut tout de même réaliser ce test rapidement en présence d'un sol contenant une fraction d'argile importante. En effet, comme le sol de Kruibeke possède un caractère argileux important, son temps de séchage semblait rapide dans ce cas-ci.

Nombre de coups	Teneur en eau $[\%]$
17,5	$53,\!9$
32,5	52,8
25	59,2
$w_L = 25$	55,3

FIGURE 3.5 – Limite de liquidité : teneur en eau et nombre de coups

Sachant les teneurs en eau des lèvres, ces dernières peuvent être associées à leur nombre de coups correspondant comme l'indique FIGURE 3.5. Ces résultats sont par la suite extrapolés linéairement sur la FIGURE 3.6b. À partir de cette droite, il devient aisé de trouver la limite de liquidité  $w_L$  puisque celle-ci correspond à l'intersection de cette droite avec un nombre de coups égal à 25. Dès lors, cette limite de liquidité  $w_L$  vaut 55,3%.



(a) Coupelle de Casagrande



FIGURE 3.6 – Limites d'Atterberg

### **3.2.2** Limite de plasticité $w_P$

Le test permettant d'obtenir la limite de plasticité  $w_P$  consiste à prendre le reste de sol du test précédent et à en faire des boudins en les roulant sur le plan de travail. De cette façon, l'eau présente à l'intérieur de ces boudins va tendre à en sortir à cause de ces manipulations répétitives.

N°échantillons	Teneur en eau [%]
1	29,8
2	30,4
3	$_{30,5}$
$w_P = moyenne$	30,2

FIGURE 3.7 – Limite de plasticité

Ainsi, lorsque les boudins atteignent un diamètre de quelques millimètres et commencent à s'effriter, il faut les mettre dans les cristallisoirs de la FIGURE 3.4b afin de les placer à l'étuve. Pour connaître la limite de plasticité  $w_P$ , il suffit de calculer la moyenne des trois teneurs en eau reprises sur la FIGURE 3.7 ci-contre. Dès lors, cette limite de plasticité  $w_P$  vaut 30,2%.

## **3.2.3** Indice de plasticité $I_P$

L'indice de plasticité  $I_P$  est calculé avec la relation suivante :

$$I_P = w_L - w_P = 25, 1[\%]$$

D'après la FIGURE 3.3 provenant de Collin [2021a], le sol de Kruibeke est peu plastique. Ainsi, cette caractéristique confirme la nature du sol, à savoir une argile limoneuse.

Indice de plasticité [%]	Degré de plasticité
$0 < I_P < 5$	Sol non plastique
$5 < I_P < 30$	Sol peu plastique
$30 < I_P < 50$	Sol plastique
$50 < I_P$	Sol très plastique

TABLE 3.3 – Degré de plasticité en fonction de l'indice de plasticité  $I_P$ , Collin [2021a]

# 3.3 Bleu de méthylène

L'essai du bleu de méthylène consiste à verser un demi-litre d'eau dans un bécher comme le montre la FIGURE 3.8a. Ensuite, il faut y ajouter 10 [g] du sol de Kruibeke dont la taille des grains ne dépasse pas 425 [µm] puis, agiter le mélanger durant 5 minutes à 600 tours/minute comme illustré sur la FIGURE 3.8b. Après ce laps de temps, le mélange continue d'être agité à 400 tours/minute.

Concernant le bleu de méthylène, ce dernier est ajouté par multiples de 5 [mL] dès le début de la modification cinétique de l'agitation du mélange. Ensuite, le mélange doit être mélangé pendant une minute avant d'effectuer le test de la tâche. Ce test illustré sur la FIGURE 3.8c consiste à déposer une goutte du mélange sur un papier filtre. Si une auréole de couleur bleu clair apparaît autour de la tâche bleu foncé, il faut réitérer deux fois ce test après des intervalles d'une minute tout en gardant la même quantité de bleu de méthylène. Si cette auréole ne persiste pas pendant les trois tests, il faut recommencer le test en rajoutant 5 mL de bleu de méthylène.



(a) Dispositif d'essai





(c) Test de la tâche

(b) Agitation du mélange

FIGURE 3.8 – Bleu de méthylène

Dès lors, la FIGURE 3.8c montre que le test avec le sol de Kruibeke est concluant à partir de 45 mL de bleu de méthylène. Un paramètre à calculer est l'absorption du bleu de méthylène VBS :

$$VBS = \frac{B \cdot 100}{m_s} = 4,7$$
 [-]

Avec :

- *B*, la masse de bleu de méthylène, à savoir 45 [mL] qui équivaut à 0,45 [g];
- $m_s$ , la masse sèche du sol de Kruibeke, soit 9,6 [g].

Grâce à la TABLE B.1 de Collin [2021a] présente dans l'ANNEXE B.2, la valeur de l'absorption correspond à un sol limoneux moyennement à fortement plastique, c'est-àdire à une argile limoneuse.

# Chapitre 4

# Protocole expérimental

De manière générale, la préparation des essais expérimentaux consiste en la fabrication d'échantillons de sol de Kruibeke dont les dimensions dépendent du type d'essais et des dimensions de leur moule. Tout d'abord, cette partie présentera les caractéristiques du sol de Kruibeke nécessaires dans le cadre de ce travail. Dans un deuxième temps, la marche à suivre pour réaliser des échantillons traités à la chaux sera développée.

# 4.1 Propriétés physiques du sol de Kruibeke

La TABLE 4.1 ci-dessous compare les propriétés du sol de Kruibeke tirées de la thèse de Nuth [2022] avec les tests d'identification réalisés dans le chapitre 3 précédent. De plus, les caractéristiques de Kruibeke sont également comparées avec celles du sol de Vidourle tirées de la conférence de Nerincx et al. [2016a].

Propriétés	Kruibeke		Vidourle
Base de données	Nuth [2022]	Chapitre 3	Nerincx et al. [2016a]
Nature du sol	Argile limoneuse		Limon argileux
Fraction d'agile $< 2 \ [\mu m] \ [\%]$	8,7	$^{8,6}$	23
VBS [g/100g]	-	4,7	3,0
Limite de liquidité $w_L$ [%]	56,1	55,3	28
Limite de plasticité $w_P$ [%]	29,7	$_{30,2}$	23
Indice de plasticité $I_P$ [%]	26,4	25,1	5
Masse volumique $[kg/m^3]$	1450	-	1845
w à l'Optimum Proctor [%]	26,9	-	17,0
Densité des grains $[g/cm^3]$	2,81	2,58	2,63

TABLE 4.1 – Propriétés du sol de Kruibeke comparées à celles du sol de Vidourle, Nuth [2022] & Nerincx et al. [2016a]

Il faut noter que la densité des grains de Vidourle est une donnée obtenue lors des essais de porosimétrie par intrusion au mercure réalisés dans le cadre de ces travaux-ci. Ensuite, lorsqu'un sol est traité à la chaux, ses propriétés comme la teneur en eau et la densité sèche à l'Optimum Proctor changent. Cela a d'ailleurs été explicité dans la soussection 2.2.2 précédente. De cette façon, la TABLE 4.2 indique les modifications physiques des sols de Kruibeke et de Vidourle. Il faut noter que les données indiquées ci-dessous proviennent des mêmes sources référencées pour la TABLE 4.1.

Propriétés	Kruibeke	Vidourle
w chaux vive ajoutée [%]	3	2
Masse volumique $[kg/m^3]$	1358	1763
w à l'Optimum Proctor [%]	31,25	18,7

TABLE 4.2 – Propriétés de Kruibeke et de Vidourle, avec traitement à la chaux, Nuth [2022] & Nerincx et al. [2016a]

Dès lors, en comparant les propriétés traitées et non traitées à la chaux, il faut se rendre compte que la tendance est similaire à la FIGURE 2.22.

# 4.2 Préparation des échantillons

Pour confectionner les échantillons de sol de Kruibeke, il faut dans un premier temps hydrater les masses de départ jusqu'à la teneur en eau désirée. Ces masses de départ  $m_i$ ont été déterminées, puis majorées grâce au volume V des moules et à la masse volumique humide  $\rho_h$  relative à la teneur en eau désirée  $w_f$  de telle sorte que :

$$m_i = \rho_h \cdot V$$
, avec  $\rho_h = \rho_d \cdot (1 + w_f)$ 

Concernant la teneur en eau résiduelle  $w_i$  de l'argile de Kruibeke, celle-ci varie entre 3,33% et 4,14% en fonction du seau de sol broyé utilisé. Pour la teneur en eau désirée  $w_f$ , il suffit d'ajouter une masse d'eau  $m_{w,aj}$  dans la masse initiale  $m_i$  de sol. Pour ce faire, cela se calcule suivant les trois relations suivantes :

$$m_s = \frac{m_i}{1 + w_i}$$
  $m_f = m_s \cdot (1 + w_f)$   $m_{w,aj} = m_f - m_i$ 

Avant tout traitement à la chaux, cette teneur en eau finale  $w_f$  vaut soit 31%, soit 37%. Ces teneurs correspondent respectivement aux côtés sec et humide de la teneur en eau de l'Optimum Proctor. De ce fait, d'après la TABLE 4.2, il faut ajouter 3% de chaux vive par masse sèche de sol. Lors de leur ajout, ces 3% de chaux vive vont consommer une même quantité d'eau, à savoir 3% de la teneur en eau des échantillons. Ainsi, dans les échantillons traités à la chaux, les teneurs en eau finales sont égales à 28% pour le côté sec de l'Optimum Proctor et à 34% pour le côté humide.

Après cette étape d'hydratation, il faut laisser reposer le sol dans un contenant hermétique placé dans un réfrigérateur pendant 24 heures. Ensuite, la seconde étape consiste à ajouter une masse de chaux vive qui équivaut à 3% en masse sèche de sol  $m_s$ . La FI-GURE 4.1a montre la dispersion de la chaux vive sur la masse de sol hydratée. À partir de cet instant, il faut malaxer le tout afin de répandre au mieux la chaux entre les grains. Quand cela est terminé, le mélange repose durant une heure dans un récipient hermétique à température ambiante, soit à 20°C.



(a) Traitement du sol à la chaux



(b) Compactage non homogène



A la fin de ce temps de repos, la troisième manipulation est consacrée à la fabrication des échantillons de masse  $m_i$ . La technique de compactage consiste à compacter statiquement les échantillons en plusieurs couches en fonction de leur hauteur. Néanmoins, cette méthode de compactage ne semble pas être la plus optimale puisque des bancs de granulats peu compactés peuvent apparaître sur les échantillons. Cela se produit généralement lorsque la teneur en eau  $w_f$  est du côté sec de la teneur en eau de l'Optimum Proctor ou lorsque le diamètre du cylindre pour démouler est inférieur au diamètre de l'échantillon. Cette première cause est d'ailleurs présentée sur la FIGURE 4.1b ci-contre.



FIGURE 4.2 – Vérin hydraulique et piston



FIGURE 4.3 – Démoulage

Cependant, il faut parfois finir de compacter à la presse hydraulique lorsque il reste un jeu entre différentes pièces d'un moule. Cette presse est illustrée à la FIGURE 4.2 sur laquelle un vérin hydraulique contenant de l'huile et posé sur le sol est relié à un piston. La dernière étape consiste à démouler l'échantillon à la presse comme indiqué sur la FIGURE 5.22. Après démoulage, le temps et la température de cure sont fixés à 7 jours et à 20°C, soit la température ambiante en laboratoire, pour tous les échantillons provenant de Kruibeke.

# 4.3 Essai de compression simple

## 4.3.1 Méthodologie

L'essai de compression simple consiste à comprimer à vitesse constante l'une des deux extrémités planes des échantillons cylindriques. Les FIGURES 4.4a et 4.4b permettent de visualiser le mode de fonctionnement de la presse appliquant une contrainte surfacique sur un échantillon. Selon Collin [2021b], cet essai tend vers une compression uniaxiale, mais le contact entre la base de l'échantillon et le socle induit des contraintes radiale et circonférentielle au sein de l'échantillon comprimé. La FIGURE 4.4c de Laboratoire de géotechnologies [b] illustre la disposition des capteurs mesurant la force et le déplacement pendant l'essai. Enfin, l'objectif étant d'évaluer l'effet de la microstructure sur la résistance mécanique, il est nécessaire d'annuler l'effet prédominant de l'état de "sécheresse" différent entre les échantillons compactés du côté sec et du côté humide. Pour ce faire, des essais de compression simple sur échantillons ressaturés en eau ont également été réalisés.



FIGURE 4.4 – Presse pour la compression simple

#### Avec échantillons non ressaturés

Lorsque les échantillons ne subissent pas de saturation durant leur temps de cure, ils sont enroulés dans du papier film et conservés dans un seau hermétique. Par ailleurs, une couche d'eau remplit le fond du seau afin de garder une certaine humidité relative durant le temps de cure. Il faut remarquer qu'un socle d'une certaine épaisseur est déposé à l'intérieur du seau afin d'éviter tout contact entre les échantillons et l'eau. Il est nécessaire d'indiquer que durant l'essai, la vitesse de déplacement verticale du piston est de 0,2 [mm/min].

#### Avec échantillons ressaturés

Après leur fabrication, les échantillons devant être ressaturés sont placés dans des cellules triaxiales comme schématisées à la FIGURE 4.5c.



(a) Mise en place d'un échantillon

(b) Remplissage de la cellule



FIGURE 4.5 – Cellule triaxiale



FIGURE 4.6 – Ralentissement du séchage

Les FIGURES 4.5a et 4.5b montrent respectivement les éléments pour la mise en place d'un échantillon dans une cellule triaxiale et le remplissage de la cellule lorsque l'étanchéité de l'échantillon est assurée par une membrane. À propos de ce remplissage, la pression latérale  $\sigma_{lat}$  appliquée sur l'échantillon vaut 100 [kPa]. Néanmoins, le diamètre D des échantillons est relativement petit à savoir dans les environs de 38 [mm] par rapport à la hauteur h d'environ 85 [mm]. Par conséquent, même si les variations des contraintes latérales  $\Delta \sigma_{lat}$ tendent vers zéro, il se peut que les échantillons s'inclinent durant la phase de ressaturation. À partir du troisième jour de cure, l'échantillon est drainé avec une pression d'injection  $u_w$  de 50 [kPa] à la base de l'échantillon tandis que la pression est nulle à l'autre extrémité. De plus, comme un contrôleur pression/volume est connecté à chaque cellule triaxiale, plusieurs mesures du volume sortant sont recueillies. Cela permet de déterminer la perméabilité des échantillons.

Durant l'essai, deux paramètres diffèrent de la méthodologie des échantillons non ressaturés. Premièrement, les échantillons ressaturés sont entourés d'un film plastique lors de l'essai afin de ralentir l'évaporation de l'eau interstitielle. Effectivement, comme l'échantillon était drainé quelques minutes auparavant, le film plastique permet de conserver une humidité relative élevée à l'intérieur de l'échantillon comme illustré sur la FIGURE 4.6 ci-dessus. Deuxièmement, la vitesse de compression réduite à 0,08 [mm/min] afin de réduire toute modification précipitée de la structure. En ce sens, un compression plus lente implique un ajustement du sol dans lequel les pressions interstitielles auront le temps de s'équilibrer.

#### 4.3.2 Traitement des données expérimentales

Tout d'abord, après le temps de cure, il faut mesurer la hauteur h et le diamètre D des échantillons afin de réaliser une moyenne entre trois mesures distinctes. Ensuite, l'échantillon est placé sous la presse de manière à appliquer un effort compris entre 1 et 2 [N] afin de positionner les capteurs. Avant d'enclencher l'essai, il faut veiller à mettre la lecture des zéros, soit des capteurs, à zéro. Durant l'essai, les capteurs renvoient les valeurs de force F et de déformation verticale  $\delta_{v,i}$  à chaque pas de temps.

Concernant le traitement des résultats expérimentaux, il faut tout d'abord obtenir les relations de contrainte-déformation et du module de Young en fonction du temps. En premier lieu, la contrainte de compression  $\sigma_{c,i}$ , en [kPa], à chaque pas de temps *i* est donnée par :

$$\sigma_{c,i} = \alpha \cdot \frac{F_i}{\pi \cdot \left(\frac{D}{2}\right)^2} \cdot 10, \quad \forall i \in \mathbb{N}_0$$

Avec :

- $F_i$ , l'effort vertical de la presse sur l'échantillon à chaque pas de temps i en [N];
- *D*, le diamètre de l'échantillon en [cm];
- $\alpha$ , un facteur correctif provenant de la norme ASTM C42 employé lorsque h/D > 2,5. Ce paramètre est donné par l'interpolation polynomiale suivante :

$$\alpha = 0,16 \cdot (h/D)^3 - 0,822 \cdot (h/D)^2 + 1,478 \cdot (h/D) + 0,054$$

Ensuite, la déformation verticale  $\epsilon_{v,i}$ , en [%], pour le  $i^{eme}$  pas de temps est donnée par :

$$\epsilon_{v,i} = \frac{\delta_{v,i}}{h} \cdot 10, \quad \forall i \in \mathbb{N}_0 \tag{4.1}$$

Avec :

- $\delta_{v,i}$ , le déplacement vertical de la presse sur l'échantillon à chaque pas de temps i en [mm];
- h, la hauteur de l'échantillon en [cm].

Enfin, pour calculer le module de Young E, il faut déterminer le module  $E_i$ , en [MPa], à chaque pas de temps i égal au rapport des contraintes sur les déformations :

$$E_i = \frac{\Delta \sigma_{c,i}}{\Delta \epsilon_{v,i}/100} = \frac{\sigma_{c,j} - \sigma_{c,i}}{|\epsilon_{v,j} - \epsilon_{v,i}|/100}, \quad \forall i, j \in \mathbb{N}_0 : j > i$$

Afin d'obtenir le module de Young E le plus représentatif de la pente du graphique de contrainte-déformation, il faut imposer une fluctuation maximale de 0,1% sur toutes les n variations de déformations verticales  $\Delta \epsilon_{v,i}$ :

$$\overline{\Delta\epsilon_v} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \Delta\epsilon_{v,i} \simeq 0, 1\%, \quad \forall i \in \mathbb{N}_0 \quad \text{tel que} \quad E_i = \frac{\Delta\sigma_{c,i}}{1 \cdot 10^{-3}}$$

La FIGURE 4.7 suivante représentant une courbe du type contrainte-déformation permet de visualiser cette condition. Il faut donc considérer deux coordonnées sur cette courbe distantes de 0,1% sur l'axe des abscisses.



Par conséquent, le module de Young E recherché est le maximum des modules  $E_i$  en retirant les valeurs aberrantes. Ces dernières surviennent notamment lors des premiers instants de l'essai correspondant à la mise en place de l'échantillon sous la presse ou lors d'une rupture fragile de l'échantillon.

FIGURE 4.7 – Condition pour chaque module  $E_i$ 

Enfin, il reste à mesurer la perméabilité k au sein des échantillons drainés dans les cellules triaxiales. À partir du premier jour de drainage, les deux données relevées régulièrement sont :

- $V_i$ , le volume d'eau sortant de l'échantillon en [cm<sup>3</sup>] au temps  $t_i$ ;
- $t_i$ , la durée en [s] depuis la première mesure du volume à l'instant  $t_0$ .

À partir de ces données, le débit  $Q_i$  en  $[m^3/s]$  entre chaque mesure peut être évalué comme suit :

$$Q_i = \frac{V_i - V_{i-1}}{t_i - t_{i-1}} \cdot 10^{-6}, \quad \forall i \in \mathbb{N}_0$$

Comme la formule de la perméabilité inclus le gradient hydraulique i en [m/m], ce dernier est déterminé suivant :

$$i = \frac{\Delta h}{\Delta L} = \frac{u_w}{\rho_w \cdot g \cdot \Delta L}$$

Avec :

- $\Delta h$ , la perte de charge en [m];
- $\Delta L$ , la hauteur de l'échantillon en [m];
- $u_w$ , la pression de l'eau lors du drainage de l'échantillon qui vaut ici  $5 \cdot 10^4 \, [\text{N/m}^2]$ ;
- $\rho_w$ , la masse volumique de l'eau égale à  $10^3 \, [\text{kg/m}^3]$ ;
- g, l'accélération de la pesanteur égale à 9,81 [m/s<sup>2</sup>].

Ainsi, la perméabilité k d'un échantillon drainé en [m/s] correspond à la formule suivante tel que A désigne la section de l'échantillon en  $[m^2]$ :

$$k = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^{n} \frac{Q_i}{i \cdot A}, \quad \forall i \in \mathbb{N}_0$$

# 4.4 Essai brésilien

## 4.4.1 Méthodologie

D'après Collin [2021b], l'essai brésilien est un essai qui mesure la contrainte de traction d'un échantillon. Pour ce faire, comme illustré sur les FIGURES 4.8a et 4.8b, le piston comprime diamétralement l'échantillon posé horizontalement sur le socle de la presse. Ainsi, par rapport au plan radial de l'échantillon, les contraintes de compression sont présentes sur les deux zones de contact de l'échantillon tandis que la contrainte de traction apparaît entre ces deux zones.





(a) Disposition

(b) Schéma annoté, Laboratoire de géotechnologies [a]



## 4.4.2 Traitement des données expérimentales

Concernant la contrainte de traction  $\sigma_{t,i}$  à chaque pas de temps *i*, celle-ci est évaluée en [kPa] grâce à la relation suivante :

$$\sigma_{t,i} = \frac{2 \cdot F_i}{\pi \cdot h \cdot D} \cdot 10, \quad \forall i \in \mathbb{N}_0$$

Ainsi, tous les paramètres avec leur unité correspondante ont d'ores et déjà été cités dans la sous-section 4.3.2 précédente.

# 4.5 Essai oedométrique

## 4.5.1 Méthodologie

L'essai oedométrique consiste à appliquer par palier des charges sur un échantillon. Les déformations de l'échantillon sont uniquement possibles verticalement. En effet, dans un premier temps, ce dernier est compacté dans un moule, puis translaté dans une bague comme illustrée sur la FIGURE 4.9a ci-dessous. Ainsi, les déformations ne peuvent pas se produire latéralement. Ensuite, la bague est placée entre deux pierres poreuses dans la base de la cellule oedométrique. La FIGURE 4.9c tirée de Collin [2021a] montre une coupe transversale d'une cellule oedométrique sur laquelle l'échantillon est coloré en orange et les pierres en noir.



échantillon (b) Cellule oedométrique

FIGURE 4.9 – Éléments de l'essai oedométrique

Collin [2021a]

De plus, des capteurs mesurant le déplacement vertical  $\epsilon_v$  de l'échantillon ainsi que des tubes drainant l'eau à l'intérieur de la cellule sont illustrés sur les deux FIGURES 4.9b et 4.9c. Concernant le deuxième paramètre, il faut remarquer que la saturation de l'échantillon ne se fait que par effet gravitaire puisqu'aucune pression n'est injectée contrairement à l'essai de compression simple ressaturé. De plus, ce mode de fonctionnement empêche le lessivage de la chaux lors du temps de cure, car le circuit de drainage est fermé. Sachant ces données relatives au drainage, il faut démarrer la saturation de l'échantillon au début de la cure afin de garantir une saturation complète de l'échantillon.

Après les sept jours de saturation, le système de levier avec poids peut accueillir le premier chargement comme illustré sur la FIGURE 4.10a. Par ailleurs, la FIGURE 4.10b de Collin [2021a] explique le système de levier qui consiste à appliquer des masses sur une extrémité d'une barre horizontale de telle sorte que l'autre extrémité reste fixe. Dès lors, comme l'échantillon est situé entre ces deux extrémités, il subit une masse plus importante que la masse totale du chargement.



(a) Bâti

M Charge appliquée Échantillon

(b) Schéma du levier, Collin [2021a]

FIGURE 4.10 – Système de levier avec des poids

### 4.5.2 Traitement des données expérimentales

Sur la FIGURE 4.11a de Collin [2021a], les charges sont appliquées par palier afin de permettre à l'échantillon de subir deux consolidations dues au tassement. Tout d'abord, d'après Collin [2021a], la consolidation primaire désigne un tassement important résultant d'un réarrangement des grains et d'un écoulement d'eau hors de l'échantillon dépendant du niveau de surpression à chaque chargement. Ensuite, la consolidation secondaire est assimilée à la "dégradation" de la matière. Ce phénomène de fluage induit également un effet de tassement, mais son impact est moindre vis-à-vis de la consolidation primaire. Comme cette seconde consolidation survient à long terme, celle-ci sera peu présente dans ce projet puisque chaque palier de chargement dure approximativement 24 heures.



aux charges cumulées, Collin [2021a]

(b) Déformation  $\epsilon_v$  en fonction de la contrainte  $\sigma'_v$ , Charlier [2015-2016]

FIGURE 4.11 – Résultats oedométriques expérimentaux

#### 4.5. ESSAI OEDOMÉTRIQUE

Dans le cadre de ces travaux, lorsque la phase de saturation est terminée, il faut compter dix paliers de chargement, à savoir : 25 [kPa], 50 [kPa], 100 [kPa], 400 [kPa], 100 [kPa], 400 [kPa], 800 [kPa], 1600 [kPa], 400 [kPa], 25 [kPa]. Ainsi, cet essai inclut deux étapes de déchargement indiquées en italique dans la liste précédente.

Afin de comparer la compressibilité de plusieurs échantillons, il faut tout d'abord obtenir la diagramme de la déformation verticale  $\epsilon_v$  en fonction de la contrainte effective verticale  $\sigma'_v$  illustrée sur la FIGURE 4.11b tirée de Charlier [2015-2016]. D'une part, comme la donnée enregistrée durant l'essai est le déplacement vertical  $\delta_{v,i}$  de l'échantillon à chaque pas de temps *i*, la déformation verticale  $\epsilon_{v,i}$  est donnée par la relation (4.1) précédente. D'autre part, la contrainte effective verticale  $\sigma'_{v,k}$  en [kPa] correspond à la contrainte induite entre les grains après chaque chargement *k*. Ce terme résulte de la soustraction de la contrainte totale verticale  $\sigma_{v,k}$  par la pression interstitielle  $u_w$ . Cependant, la contrainte effective  $\sigma'_{v,k}$  est égale à la contrainte totale  $\sigma_{v,k}$  puisque terme de pression  $u_w$  est négligeable au vu de son ordre de grandeur peu élevé.

Ensuite, pour trouver la contrainte effective verticale de préconsolidation  $\sigma'_{v,p}$ , il suffit de linéariser les courbes de compressibilité. Sur la FIGURE 4.11b ci-dessus, la première droite correspond à la droite AB et la seconde à la droite BE. Ainsi, l'intersection de ces deux droites désigne la contrainte de préconsolidation  $\sigma'_{v,p}$  recherchée. Selon Charlier [2015-2016], cette dernière permet d'évaluer la consolidation antérieure du sol testé. Cette comparaison dépend principalement de la contrainte effective verticale initiale  $\sigma'_{v,0}$  représentant le poids du sol.

À propos du module oedométrique  $E_{oed}$ , celui-ci est calculé en faisant le rapport entre les variations de contrainte-déformation. Dès lors, la relation suivante donne à la fois le coefficient de compressibilité  $m_v$  en [kPa<sup>-1</sup>] et le module oedométrique  $E_{oed}$  en [kPa] puisque l'un représente l'inverse de l'autre :

$$m_v = \frac{\Delta \epsilon_v}{\Delta \sigma'_v} = \frac{1}{E_{oed}}$$

Enfin, grâce aux pentes des courbes linéarisées, il est possible de déterminer les niveaux de compressibilité et de gonflement des échantillons. Pour ce faire, d'après Charlier [2015-2016], les pentes adimensionnelles de ces droites sont listées ci-dessous :

• Dans le domaine élastoplastique au-delà de la contrainte de préconsolidation  $\sigma'_{v,p}$ , la constante et l'indice de compression, notés respectivement par C et  $C_c$ , sont déterminés par :

$$C = -\frac{\ln\left(\sigma'_{v,f}/\sigma'_{v,i}\right)}{\Delta\epsilon_v} \cdot 100 \quad \text{et} \quad C_c = -\frac{\Delta e}{\log\left(\sigma'_{v,f}/\sigma'_{v,i}\right)} = 2, 3 \cdot \frac{(1+e_0)}{C}$$

• Dans le domaine élastique avant d'atteindre la contrainte de préconsolidation  $\sigma'_{v,p}$ , la constante et l'indice de gonflement, notés respectivement par A et  $C_s$ , sont déterminés par :

$$A = -\frac{\ln\left(\sigma'_{v,f}/\sigma'_{v,i}\right)}{\Delta\epsilon_v} \cdot 100 \quad \text{et} \quad C_s = -\frac{\Delta\epsilon_v}{\log\left(\sigma'_{v,f}/\sigma'_{v,i}\right)} = 2, 3 \cdot \frac{(1+e_0)}{A}$$

Avec :

•  $\sigma'_{v,f}/\sigma'_{v,i}$ , le rapport de la contrainte effective finale  $\sigma'_{v,f}$  sur la contrainte effective initiale  $\sigma'_{v,i}$  d'une pente de la courbe contrainte-déformation de la FIGURE ??. Ce rapport résulte de la simplification suivante :

$$\frac{\sigma'_{v,i} + \Delta \sigma'_v}{\sigma'_{v,i}} = \frac{\sigma'_{v,i} + (\sigma'_{v,f} - \sigma'_{v,i})}{\sigma'_{v,i}} = \frac{\sigma'_{v,f}}{\sigma'_{v,i}}$$

- $\Delta e$ , la variation adimensionnelle des indices de vide avec  $e_i$  et  $e_f$  qui correspondent aux indices de vide initial et final de deux paliers distincts :  $\Delta e = e_f - e_i$
- $e_0$ , l'indice de vide initial avant saturation de l'échantillon.



FIGURE 4.12 – Relation  $e - \log \sigma'_v$ , Charlier [2015-2016]

Dès lors, plus l'indice de compression  $C_c$  est élevé, plus le tassement sera important. Cette méthode d'interprétation est aussi valable pour l'indice de gonflement  $C_s$  comme le montre la FIGURE 4.12 cicontre de Charlier [2015-2016].

## 4.6 Essai de porosimétrie par intrusion au mercure

### 4.6.1 Méthodologie

La porosimétrie par intrusion au mercure permet d'évaluer la distribution des pores d'un échantillon en injectant du mercure Hgà l'état liquide à l'intérieur d'un pénétromètre. Pour ce faire, dans le boîtier du pénétromètre, il faut insérer un échantillon de sol de masse sèche  $M_s$  et de volume  $V_t$  d'environ 0,4 [cm<sup>3</sup>] totalement dépourvu de particules d'eau. La FIGURE 4.13 ci-contre schématise un pénétromètre dont le volume de la cloche  $V_{cloche}$  est coloré en vert. Lors de la première injection de mercure dans le cloche, celui-ci n'est pas mis sous-pression.



FIGURE 4.13 – Pénétromètre au mercure

Ainsi, une première mesure avec une pression de remplissage p considérée comme nulle est réalisée pour connaître la masse volumique sèche  $\rho_d$  de l'échantillon. Sachant que le volume de l'échantillon  $V_t$  est évalué à partir d'un volume de mercure  $V_0$  injecté sans pression à l'intérieur de la cloche, cette masse volumique sèche est donnée comme suit :

$$\rho_d = \frac{M_s}{V_t} \quad \text{tel que} \quad V_t = V_{\text{cloche}} - V_0 \tag{4.2}$$

Ensuite, à chaque injection de mercure Hg, la pression à l'intérieur de la cloche augmente. Cette  $i^{eme}$  hausse de pression est associée à un diamètre  $D_i$  de pores qui est quantifié en [µm] par l'appareil de la manière suivante :

$$D_i = \frac{4 \cdot \gamma \cdot \cos \theta}{p_i}$$

Avec :

- $\gamma$ , la tension superficielle du mercure Hg en [N/m];
- $\theta$ , l'angle de contact;
- $p_i$ , la  $i^{eme}$  pression requise en [MPa] pour injecter du mercure dans un diamètre  $D_i$ .

Cet essai permet de quantifier le volume des vides  $V_v$  en fonction de leur diamètre D comme le montre la FIGURE 2.12a. Pour chaque taille de pore, l'instrument de mesure renvoie sa fréquence d'occurrence. Ainsi, les résultats peuvent se superposer pour former la courbe de distribution de la taille des pores (PSD, pore-size distribution) reprenant la fréquence de chaque diamètre de pore comme représentée sur la FIGURE 2.12b. Cependant, l'instrument possède une limite de mesure pour les pores de diamètre D inférieur ou égal au nanomètre puisque la pression d'injection possède une limite supérieure de 400 [MPa]. Par conséquent, il n'est pas possible d'analyser la taille des pores à l'intérieur des particules d'argile. Au vu de la relation (4.2), la masse volumique des grains  $\rho_s$  est donc minimisée.

#### Lyophilisation

Comme introduit précédemment, il faut que les échantillons de sol ne contiennent plus aucune trace de particules d'eau. Pour ce faire, d'après Oualmakran et al. [2016], il existe trois techniques de séchage pour étudier la microstructure :

- 1. La technique de la **lyophilisation** permet de déshydrater les échantillons par sublimation sans en perturber la structure. De cette manière, la création de ménisques capillaires eau/air pendant le séchage est évitée;
- 2. La deuxième technique consiste à faire sécher les échantillons dans un four chauffé à **105°C**. Cependant, cette technique de séchage à haute température crée inévitablement des retraits au sein de la matière;
- 3. La dernière technique s'inspire de la seconde, mais la température est revue à la baisse. Ainsi, pour une température de 40°C durant 72 heures, l'amplitude des retraits observés se voit réduite.

En comparant ces trois techniques de séchage, Oualmakran et al. [2016] a conclu que la lyophilisation est la technique la plus optimale puisque la chaleur présente lors des deux autres techniques amènent une fermeture des larges pores et une réduction de l'indice des vides e.

À propos de la lyophilisation, les échantillons de sol ont été amenés dans le laboratoire GREENMAT possédant un appareil pour lyophiliser. La première étape consiste à déposer chaque sorte d'échantillons dans un bocal. Ce contenant est alors trempé dans de l'azote liquide à -196°C comme le montre la FIGURE 4.14a. D'après Biopharma Technologies France [2022], cette phase est nommée la phase de **congélation** afin d'amener durant quelques minutes tout le contenu du bocal à l'état solide. Ensuite, le bocal est refermé avec un couvercle muni d'un papier filtre afin d'éviter toute intrusion de particules de sol à l'intérieur de la machine utilisée durant la seconde étape.



(a) Congélation



(b) Sublimation

FIGURE 4.14 – Lyophilisation

La FIGURE 4.14b présente la seconde étape durant laquelle les particules d'eau contenues dans les échantillons subissent une **sublimation**. En d'autres termes, l'eau résiduelle passe directement de l'état solide à l'état gazeux. Pour ce faire, durant 24h, les bocaux de la FIGURE 4.14b sont reliés à un condensateur dont la température et la pression valent respectivement  $-54^{\circ}$ C et  $9 \cdot 10^{-3}$  [bar]. D'une part, cette hausse de température entre les étapes de congélation et de sublimation permet un apport de chaleur et d'énergie durant cette nouvelle phase. D'autre part, la pression imposée est inférieure à la pression de vapeur de la glace évaluée à 3,86  $\cdot 10^{-5}$  [bar] d'après Ravarini [2023] pour une température avoisinant les  $-50^{\circ}$ C.

Par conséquent, ces deux changements permettent de faire le vide à l'intérieur des bocaux et de transférer, par vapeur, la glace contenue dans les échantillons vers le condensateur. C'est la raison pour laquelle de la glace se forme sur la bobine du condensation à la fin de cette seconde étape. Néanmoins, il est important de remarquer que plus la taille des échantillons est importante, plus les échantillons auront tendance à se fissurer. Effectivement, comme une quantité d'eau à l'état solide est plus volumineuse qu'une même quantité à l'état liquide, ce cycle de gel/dégel peut induire des fissures. Enfin, un schéma résumant la procédure de lyophilisation inspirée du site de Biopharma Technologies France [2022] est donnée sur la FIGURE 4.15 suivante.



FIGURE 4.15 – Étapes de la lyophilisation, Biopharma Technologies France [2022]

#### 4.6.2 Traitement des données expérimentales

Pour en revenir à l'essai de porosimétrie par intrusion au mercure, les données obtenues par le pénétromètre sont les suivantes :

- $V_{\text{cloche}}$ , le volume totale de la cloche du pénétromètre en [cm<sup>3</sup>];
- $V_0$ , le volume de mercure introduit sans pression dans le pénétromètre, en [cm<sup>3</sup>];
- $V_f$ , le volume de mercure introduit avec une pression maximale de 400 [MPa] dans le pénétromètre, en [cm<sup>3</sup>].

À l'aide de ces données, la porosité n d'un échantillon peut être quantifiée comme suit :

$$n = \frac{V_v}{V_t} = \frac{V_f - V_0}{V_{\text{cloche}} - V_0}$$
(4.3)

Afin de différencier les micropores des macropores, il faut déterminer le diamètre limite entre les micropores et les macropores. Par exemple, sur la FIGURE 2.17a, ce diamètre correspond au diamètre possédant la plus basse fréquence d'apparition. Ensuite, en sachant le volume des vides  $V_v$  de part et d'autre de ce diamètre de référence, il devient possible de calculer les porosités des micropores  $n_{micro}$  et de macropores  $n_{macro}$  à l'aide de la relation (4.3) ci-dessus. Finalement, plus le rapport  $n_{micro}/n_{macro}$  tend vers l'unité, plus la distribution de la taille des pores tend vers une répartition bi-modale.

# Chapitre 5

# Résultats

Concernant la présentation des résultats, les essais sans ressaturation durant leur temps de cure seront abordés dans un premier temps. Ensuite, pour enlever l'effet de sécheresse dans les échantillons testés, le reste des essais seront ressaturés. À propos des échantillons, leurs dimensions seront explicitées avant la présentation de chaque résultat. Par ailleurs, il peut arriver que les dimensions de ces échantillons diffèrent au sein d'un même essai. Cela est dû soit à la disponibilité des équipements, soit à l'acquisition de meilleurs résultats. Ce dernier point fait référence à une augmentation du diamètre des échantillons afin d'obtenir une meilleure homogénéisation du matériau compacté.

## 5.1 Essai brésilien

L'essai brésilien comprend neuf échantillons répartis en fonction de leur teneur en eau : trois du côté humide et cinq du côté sec. La TABLE 5.1 suivante reprend les dimensions et la masse de chaque échantillon provenant du sol de Kruibeke.

Teneur en eau	N° échantillons	Hauteur [mm]	Diamètre [mm]	Masse [g]
Côté humide	5-6-7	38	30	50
Côtá soc	13-14-15	38	30	48
	39-40	30	50	118

TABLE 5.1 – Dimensions et masse des échantillons

## 5.1.1 Contraintes & déformations

Les FIGURES 5.1a et 5.1b montrent les courbes de contrainte-déformation des échantillons des côtés humide et sec. Graphiquement, les allures des courbes du côté humide semblent similaires entre elles alors que celles des courbes du côté sec paraissent plus aléatoires. Par conséquent, des échantillons supplémentaires du côté sec ont dû être réalisés afin d'obtenir davantage de données.

La superposition à la FIGURE 5.1c des deux graphiques précédents montrent que majoritairement, les échantillons du côté sec sont plus réistants que les échantillons du côté humide. De plus, la répartition des contraintes maximales de traction  $\sigma_{t,max}$  de la FIGURE 5.1d permet de confirmer ce résultat.



FIGURE 5.1 – Résultats des essais brésiliens

À propos de ces contraintes  $\sigma_{t,max}$ , la TABLE 5.2 les énumère et donne leur moyenne  $\sigma_{t,max,moy}$  notée en gras. Enfin, ces contraintes sont justifiées à l'aide d'une vérification de 10% de part et d'autre de cette moyenne  $\sigma_{t,max,moy}$ .

Teneur en eau	N° échantillons	$\sigma_{t,max}$ [kPa]
	N°13	98,41
	N°14	72,17
Côtá soc	N°15	68,07
COLE SEC	N°39	100,49
	N°40	91,76
	Moyenne	86,18
	N°5	56,60
Côtá humido	N°6	62,03
	N°7	75,36
	Moyenne	64,66

TABLE 5.2 – Contraintes maximales de traction  $\sigma_{t,max}$ 

# 5.2 Compression simple non ressaturée

Tout comme l'essai brésilien, la TABLE 5.3 suivante renseigne les dimensions et la masse des échantillons de Kruibeke non ressaturés durant leur temps de cure.

Teneur en eau	N° échantillons	Hauteur [mm]	Diamètre [mm]	Masse [g]
Côté humide	1-2-3	38	30	74
Côté sec	9-10-11	38	30	72

TABLE 5.3 – Dimensions et masse des échantillons

## 5.2.1 Contraintes & déformations

Graphiquement, les FIGURES 5.2a et 5.2b désignent respectivement les teneurs en eau des côtés humide et sec de l'optimum et montrent chacun des allures de courbes similaires. La superposition des résultats sur les FIGURES 5.2c et 5.2d témoigne une nouvelle fois de la supériorité des échantillons du côté sec de l'optimum en termes de résistance. Enfin, il est intéressant de remarquer qu'une teneur en eau du côté humide apporte une ductilité plus importante qu'une teneur du côté sec.



FIGURE 5.2 – Résultats des compressions simples non ressaturées

Tout comme l'essai brésilien, toutes les contraintes maximales de compression  $\sigma_{c,max}$ sont reprises dans la TABLE 5.4 ci-dessous. Dès lors, les contraintes maximales de compression moyennes  $\sigma_{c,max,moy}$  y sont indiquées en gras et permettent de vérifier l'écart entre les contraintes maximales  $\sigma_{c,max}$  obtenues à l'aide de l'intervalle des 10% autour de ces moyennes.

Teneur en eau	N° échantillons	$\sigma_{c,max}$ [kPa]
	N°1	294,12
Côté humide	N°2	289,70
	N°3	266,91
	Moyenne	$283,\!58$
	N°9	299,39
Côtá soc	N°10	354,82
	N°11	407,31
	Moyenne	$353,\!84$

TABLE 5.4 – Contraintes maximales de compression  $\sigma_{c,max}$ 

En comparant la FIGURE 5.2d avec la TABLE 5.4, il faut se rendre compte que les contraintes maximales des échantillons du côté humide sont graphiquement et numériquement proches tandis que les résultats du côté sec expriment une dispersion plus marquée.

## 5.2.2 Module de Young

La TABLE 5.5 ci-dessous reprend le module maximal  $E_{max}$  de chaque échantillon. Cependant, comme indiqué dans la sous-section 4.3.2, les valeurs aberrantes ont été retirées afin d'obtenir des courbes aux allures continues. Cette continuité est d'ailleurs visible sur les FIGURES 5.3 ci-dessous. Dans l'ANNEXE C, les FIGURES C.1, C.2 et C.3 ainsi que la FIGURE C.1 expriment les changements apportés aux résultats initiaux.

Teneur en eau	N° échantillons	$E_{max}$ [MPa]	
Côté humide	N°1	57,3	
	N°2	34,4	
	N°3	61,6	
	Moyenne	$51,\!1$	
Côté sec	N°9	41,7	
	N°10	61,3	
	N°11	113,8	
	Moyenne	$72,\!3$	

TABLE 5.5 – Modules de Young des échantillons non ressaturés

En comparant les deux moyennes  $E_{max,moy}$  des deux teneurs en eau inscrites dans la TABLE 5.5 ci-dessus, il faut constater que les échantillons du côté sec sont plus rigides que ceux du côté humide. Cependant, cette différence met en avant l'effet de sécheresse qui est plus marquée au sein des échantillons secs.



FIGURE 5.3 – Variations temporelles des modules de Young E

### 5.2.3 Comparaison : Essais brésiliens & UCS non ressaturées

De manière générale, il existe un facteur multiplicateur entre les contraintes maximales moyennes des deux essais précédents. D'après la littérature, la relation suivante est vérifiée dans le cas de matériaux poreux :

$$\sigma_{c,max,moy} = [5;20] \cdot \sigma_{t,max,moy}$$

Pour les deux teneurs en eau distinctes, la FIGURE 5.4 ci-contre illustre graphiquement les écarts entre les deux essais.



FIGURE 5.4 – Comparaison : Brésilien - UCS

Quantitativement, les deux relations sont obtenues pour les deux degrés de saturation :

- Côté humide :  $\sigma_{c,max,moy} = 4,39 \cdot \sigma_{t,max,moy}$
- Côté sec :  $\sigma_{c,max,moy} = 4, 11 \cdot \sigma_{t,max,moy}$

Comme ces deux facteurs multiplicatifs sont proches de l'intervalle théorique, les résultats semblent corrects.

# 5.3 Porosimétrie : Échantillons non ressaturés

L'essai de porosimétrie par intrusion au mercure permet de clôturer les essais sur les échantillons non ressaturés provenant de Kruibeke. La quantification des pores de ce type d'échantillons s'est par ailleurs déroulée en deux parties à cause des dimensions des moules. De ce fait, comme le compactage se réalise de manière statique, le niveau de ce dernier dépend de la taille du moule. Dès lors, la TABLE 5.6 ci-dessous donne les dimensions des deux séries d'échantillons ainsi que leur masse avant toute lyophilisation.

N° série	Teneur en eau	N° échantillons	Hauteur [mm]	Diamètre [mm]	Masse [g]
N°1	Côté humide	22	9,25	25	8,38
	Côté sec	17	9,25	25	8,02
N°2	Côté humide	43	31	51	117,8
	Côté sec	44	31	51	112,7

TABLE 5.6 – Dimensions et masse des échantillons

## 5.3.1 Distribution de la taille des pores

Après les phases de lyophilisation et de porosimétrie, les FIGURES 5.5a et 5.5b illustrent respectivement les courbes d'intrusion et la distribution de la taille des pores des échantillons du côté sec, en rouge, et du côté humide, en bleu, de l'Optimum Proctor. Sur la FIGURE 5.5b, la distribution des pores du côté humide tend davantage vers une répartition bi-modale tandis que le côté sec penche plutôt vers un arrangement uni-modal.



FIGURE 5.5 – Résultats des MIP sur des échantillons non ressaturés

Afin de mettre en évidence les hypothèses déduites graphiquement, la TABLE 5.7 ci-dessous reprend les valeurs relatives à la porosité des échantillons. Néanmoins, deux variables surlignées en jaune évaluent de manière différente la porosité totale de chaque échantillon. Premièrement, la variable  $(n_{micro} + n_{macro})$  désigne explicitement la somme des porosités de micropores  $n_{micro}$  et des macropores  $n_{macro}$ . Pour rappel, ces dernières ont été déduites graphiquement comme l'explique la sous-section 4.6.2. Deuxièmement, la variable  $n_{\rho}$  désigne la porosité totale tirée d'une relation, également inscrite dans la sous-section 4.6.2, mêlant les masses volumiques sèches  $\rho_d$  et des grains  $\rho_s$ . Concernant ces données expérimentales, elles sont reprises dans la TABLE C.2 de l'ANNEXE C incluant tous les échantillons de porosimétrie par intrusion au mercure.

Teneur en eau	Côté sec		Côté humide		
N° échantillons	17	43	22	44	44Bis
n <sub>micro</sub>	25,0%	27,3%	24,8%	27,1%	27,7%
n <sub>macro</sub>	12,2%	12,9%	16,8%	18,0%	16,2%
$n_{micro} + n_{macro}$	37,2%	40,2%	$41,\!6\%$	45,1%	$43,\!9\%$
$n_{ ho}$	37,1%	40,2%	41,8%	44,9%	44,0%
$n_{micro}/n_{macro}$	2,05	2,11	1,48	1,50	1,71
Uni/bi-modal	Uni-modal		Bi-modal		

TABLE 5.7 – Porosités des échantillons non ressaturés

À propos des rapports  $n_{micro}/n_{macro}$  indiqués dans la TABLE 5.7, ceux-ci confirment les résultats avancés graphiquement. En effet, pour le côté sec, les valeurs de ce rapport sont approximativement égales à 2 tandis que pour le côté humide, ces valeurs oscillent aux alentours de 1,5. Par conséquent, comme indiqué sur la dernière ligne de la TABLE 5.7, les échantillons du côté humide s'approchent davantage d'une répartition bi-modale de la taille des pores que les échantillons du côté sec.
Pour en revenir à cette répétition de ce même test, la fin de cette section fait le point sur les suppositions de départ, puis sur les différences constatées entre ces deux séries de tests. Tout d'abord, géométriquement, la série N°1 englobe des échantillons d'épaisseur assez fine par rapport à la seconde série comme le montre les FIGURES 5.6a et 5.6b. De plus, la série N°2 possède des échantillons de diamètre plus important dans le but d'obtenir des compactages les plus homogènes possibles. Cependant, après l'étape de lyophilisation, il faut constater l'apparition de microfissures sur les échantillons de la deuxième série comme cela est visible sur la FIGURE 5.6b. Il est donc important de réaliser des échantillons de petites tailles.



(a) Échantillon type de la série 1



(b) Échantillon type de la série 2

FIGURE 5.6 – Échantillons après lyophilisation

Au niveau de la porosité, en comparant les FIGURES 5.7a et 5.7b dont les axes des graphiques possèdent une graduation identique, la première série dévoile une quantité de micropores plus faible que la deuxième série tandis que la quantité de macropores semble similaire. Ainsi, il semble que la série N°2 soit moins bien compactée que la série N°1 comme l'indique la TABLE 5.7 reprenant les porosités des échantillons étudiés. Par ailleurs, cela n'apporte aucun changement au niveau des résultats puisque les deux séries établissent une même logique.



FIGURE 5.7 – Résultats des MIP sur des échantillons non ressaturés

## 5.4 Compression simple ressaturée

Tout d'abord, les dimensions et la masse des échantillons sont reprises dans la TABLE 5.8 suivante. Ces mesures approximatives ont été prises avant le drainage des échantillons à l'intérieur des cellules triaxiales.

Teneur en eau	N° échantillons	Hauteur [mm]	Diamètre [mm]	Masse [g]
Côté humide	35-36-37	84	38	179
Côté sec	32-33-45-47	84	38	172

TABLE 5.8 – Dimensions et masse des échantillons

De même que les essais brésiliens présentés à la section 5.1, des échantillons supplémentaires avec des teneurs en eau du côté sec de l'optimum ont dû être confectionnés afin de disposer d'une quantité suffisante de données expérimentales non aberrantes.

### 5.4.1 Contraintes & déformations

Les FIGURES 5.8a et 5.8b désignent respectivement les teneurs en eau des côtés humide et sec de l'optimum. Néanmoins, les courbes de la FIGURE 5.8a possèdent des allures plus homogènes que celles de la FIGURE 5.8b. Par contre, à propos du graphique illustrant le côté sec de l'optimum, il faut remarquer que l'allure de la courbe n°33, en rouge, affiche un retard temporelle qui peut être perçu grâce aux faibles contraintes atteintes lors des premières déformations. Cela peut s'expliquer par une inclinaison de l'échantillon durant la phase de saturation de sorte que les premières phases de compression tendent à redresser l'échantillon via une mise en contact progressive du plateau avec la tête de l'échantillon.



FIGURE 5.8 – Résultats des compressions simples ressaturées

Ensuite, la FIGURE 5.9 ci-contre illustre la superposition des courbes précédentes. Contrairement aux échantillons non ressaturés, les échantillons du côté humide sont plus résistants que ceux du côté sec. Cela s'explique par cette ressaturation durant le temps de cure. En effet, celle-ci permet aux échantillons de supprimer leur aspect de sécheresse afin de préserver une résistance provenant principalement de leur microstructure.



FIGURE 5.9 – Superposition des courbes  $\sigma - \epsilon$ 

En ajustant la courbe n°33 par rapport aux autres courbes ayant une teneur en eau sèche, les FIGURES 5.10a et 5.10b confirment le contraste entre les deux sortes de teneur en eau. Quantitativement, les contraintes maximales de compression  $\sigma_{c,max}$  sont reprises dans la TABLE 5.9 ci-dessous avec un arrangement identique à la TABLE 5.4.



FIGURE 5.10 – Compressions simples ressaturées

Teneur en eau	N° échantillons	$\sigma_{c,max}$ [kPa]	Moyenne ± 10%
	N°35	226,72	ok
Côtá humido	N°36	221,95	ok
	N°37	206,43	ok
	Moyenne	$218,\!37$	
	N°32	114,22	$14,\!37\%$
	N°33	179,22	$9{,}93\%$
Côté sec	N°45	147,65	ok
	N°47	151,76	ok
	Moyenne	$148,\!21$	

TABLE 5.9 – Contraintes maximales de compression  $\sigma_{c,max}$ 

Tout comme les compressions simples non ressaturées, les résultats du côté humide atteignent tous des contraintes  $\sigma_{c,max}$  similaires. Bien que les résultats du côté sec aient été sélectionnés préalablement, le rendu graphique de la FIGURE 5.9 témoigne de cette disparité persistante au sein des contraintes maximales  $\sigma_{c,max}$ .

### 5.4.2 Module de Young

La TABLE 5.10 ci-dessous reprend le module maximal  $E_{max}$  de chaque échantillon. Similairement aux compressions simples non ressaturées, la TABLE C.3 ainsi que les FI-GURES C.5, C.6, C.7 et C.4 présentes dans l'ANNEXE C donnent un aperçu des modifications apportées aux données expérimentales brutes. En suivant la même logique que les relations contrainte - déformation, la TABLE 5.10 met en avant le fait que les échantillons du côté humide sont plus rigides que ceux du côté sec.

Teneur en eau	N° échantillons	$E_{max}$ [MPa]
	N°35	94,6
Côté humide	N°36	70,4
Cote numide	N°37	81,0
	Moyenne	82,0
	N°32	62,6
	N°33	43,1
Côté sec	N°45	36,1
	N°47	49,2
	Moyenne	$47,\!8$

TABLE 5.10 – Modules de Young des échantillons ressaturés

Pour illustrer ces résultats numériques, les FIGURES 5.11 et 5.12 présentent les variations des modules de Young E de chaque échantillon. Cependant, il faut remarquer que les deux derniers graphiques des FI-GURES 5.12e et 5.12f prennent en compte une quantité de données plus faible que les autres graphiques adjacents. Cette lacune est uniquement due à la quantité de données enregistrées lors de l'essai. Par conséquent, cela n'a donc pas entravé le déroulement de ces essais puisque la vitesse de la presse demeurait identique entre chaque essai.



FIGURE 5.11 – Côté humide n°35



FIGURE 5.12 – Variations temporelles des modules de Young E

### 5.4.3 Perméabilité

Concernant le caractère drainant des échantillons, les FIGURES 5.13a et 5.13b contiennent respectivement les droites de perméabilité des échantillons de teneur en eau des côtés humide et sec de l'optimum. Pour commencer, les droites de perméabilité du côté humide affichent une certaine similarité entre elles. Cela est d'ailleurs confirmé à la TABLE 5.14 dans laquelle toutes les perméabilités k de échantillons humides valent dans les environs de  $4 \cdot 10^{-10}$  [m/s].

À propos des échantillons du côté sec, les droites de la FIGURE 5.13b semblent dispersées. Effectivement, bien que la moyenne des perméabilités k coïncide avec les perméabilités de deux échantillons dans la TABLE 5.14, il reste deux autres valeurs plus distantes. Par conséquent, il faut prendre les deux perméabilités des échantillons N°33, en rouge, et N°45, en jaune, avec précaution.



FIGURE 5.13 – Droites de perméabilité

En superposant les droites de perméabilité des deux teneurs en eau distinctes, la FIGURE 5.15 montre que les échantillons ayant une teneur en eau humide sont moins perméables que les échantillons de teneur en eau sèche.

Teneur $w$	N° échantillons	$k  \mathrm{[m/s]}$
	N°35	$6, 7 \cdot 10^{-10}$
Humido	N°36	$4, 7 \cdot 10^{-10}$
numide	N°37	$1,0\cdot 10^{-10}$
	Moyenne	$4, 1 \cdot 10^{-10}$
	N°32	$2, 2 \cdot 10^{-9}$
	N°33	$4, 1 \cdot 10^{-10}$
$\operatorname{Sec}$	N°45	$6, 0 \cdot 10^{-9}$
	N°47	$1,9 \cdot 10^{-9}$
	Moyenne	$2, 6 \cdot 10^{-9}$

FIGURE 5.14 – Perméabilités k





### 5.4.4 Comparaison : UCS ressaturées & non ressaturées

En comparant les deux essais de compression simple, il est évident que les essais sans ressaturation des échantillons garantissent des résistances mécaniques plus élevées que les essais avec ressaturation. Ce contraste est donc visible sur les FIGURES 5.16a et 5.16b ci-dessous. Par ailleurs, comme la l'état de sécheresse est plus marquée du côté sec de l'optimum, il est logique que cet écart de résistance soit plus important du côté sec de l'optimum. Ainsi, pour tous les échantillons du côté humide, les contraintes maximales de compression  $\sigma_{c,max}$  atteignent des valeurs proches les unes des autres.



FIGURE 5.16 – Contraintes maximales de compression des deux essais UCS

## 5.5 Essai oedométrique

Pour les essais oedométriques, six bâtis oedométriques étaient disponibles à savoir trois possédant des bagues de diamètre 50 [mm] et trois autres de diamètre 70 [mm]. Ainsi, les échantillons du côté sec prennent place dans les plus grandes bagues et ceux du côté humide dans les plus petites comme l'atteste la TABLE 5.11 ci-dessous.

Teneur en eau	N° échantillons	Hauteur [mm]	Diamètre [mm]	Masse [g]
Côté humide	26-27-28	20	50	73
Côté sec	29-30-31	20	71	141

TABLE 5.11 – Dimensions et masse des échantillons

### 5.5.1 Contraintes & déformations

Les FIGURES 5.17a et 5.17b expriment chacune la relation contrainte-déformation suite aux différents paliers d'ores et déjà énumérés à la sous-section 4.5.2. Il faut remarquer que l'échantillon n°30 du côté sec subit un gonflement après la phase de saturation. Cela s'expliquerait potentiellement à cause de l'injection d'un volume d'eau dans un échantillon sec. Effectivement, cette injection gravitaire pourrait causer un gonflement de l'échantillon vu que l'eau présente dans les tubes applique une certaine pression sur leur paroi et à leur extrémité inférieure afin d'hydrater l'échantillon.



FIGURE 5.17 – Résultats des essais oedométriques

La superposition de ces courbes sur la FIGURE 5.17c permet de visualiser le type d'échantillons le plus disposé à se comprimer sur sa hauteur. En scrutant la pente des courbes lors du dernier chargement, il est possible de constater que les teneurs en eau du côté humide de l'optimum possèdent des pentes plus raides que celles du côté sec. Il en résulte que ce côté humide semble plus compressible. De plus, grâce à la FIGURE 5.17d, il est intéressant de constater que les contraintes de préconsolidation du côté humide correspondent à des contraintes plus importantes que celles du côté sec. Ainsi, le côté humide possède une meilleure résistance vis-à-vis du tassement.

Les contraintes de préconsolidation  $\sigma_{vp}$  ainsi que les pentes des graphiques contraintedéformation sont données numériquement ci-dessous à la TABLE 5.12. Dès lors, les hypothèses issues des graphiques précédents sont vérifiées ici. De ce fait, les échantillons ayant une première hydratation du côté humide de l'optimum possèdent la meilleure résistance puisque leur moyenne des contraintes de préconsolidation  $\sigma_{vp,moy}$  est supérieure d'au moins 50 [kPa] à celle des échantillons du côté sec. Ensuite, la moyenne des indices de compression  $C_{c,moy}$  est aussi plus élevée dans le cas de l'hydratation du côté humide. Au vu de la FIGURE 4.12, plus cet indice est élevé, plus l'échantillon est compressible. Cela est également vérifié via la moyenne des constantes de compression  $C_{moy}$  puisque la raideur de la pente est proportionnelle à l'inverse de cette constante C.

Teneur en eau	N° échantillon	$\sigma_{vp}$ [kPa]	C [-]	Cc [-]	A [-]	Cs [-]
	N°26	$374,\!17$	14,1	0,241	128,3	$2,64 \cdot 10^{-2}$
Côtá humido	N°27	317,87	11,8	0,284	121,7	$2,75 \cdot 10^{-2}$
Cote numide	N°28	387,32	12,2	0,277	124,0	$2,72 \cdot 10^{-2}$
	Moyenne	<b>359,7</b> 9	$12,\!7$	0,267	$124,\!7$	$2,70\cdot 10^{-2}$
	N°29	$292,\!37$	13,1	0,244	99,1	$3,22 \cdot 10^{-2}$
Côté sec	N°30	270,54	14,0	0,229	123,8	$2,58 \cdot 10^{-2}$
	N°31	331,94	13,2	0,244	82,7	$3,90 \cdot 10^{-2}$
	Moyenne	$298,\!28$	$13,\!4$	0,239	101,9	$3,23 \cdot 10^{-2}$

TABLE 5.12 – Résultats donnés par les courbes oedométriques

### 5.5.2 Module oedométrique

Un dernier paramètre qu'il est possible d'évaluer grâce aux résultats oedométriques est le module oedométrique  $E_{oed}$ . Ce paramètre  $E_{oed}$  en [MPa] résulte du rapport de la variation de la contrainte verticale  $\Delta \sigma_v$  en [MPa] sur la variation adimensionnelle de la déformation verticale  $\Delta \epsilon_v$ . Ces variations considèrent les variables relatives au premier chargement de 25 [kPa] et au dernier chargement de 1600 [kPa]. Ainsi, la relation est notée comme suit :

$$E_{oed} = \frac{\Delta \sigma_v}{\Delta \epsilon_v} = \frac{|\sigma_{v,25} - \sigma_{v,1600}|}{|\epsilon_{v,25} - \epsilon_{v,1600}|}$$

Après calcul, ce module varie entre 11,13 et 14,97 [MPa]. Par ailleurs, la TABLE 5.18 tirée de Charlier [2015-2016] indique des ordres de grandeur à obtenir en fonction du type de sol. Ainsi, grâce à l'intervalle trouvé, le sol de Kruibeke peut être associé à un limon dur variant de 10 à 15 [MPa].

Sols cohérents	Etat				
		Mou	Ferme	Dur	Très dur
Sables argileux	SC	5→8	8→15	15→20	20→40
Limons	ML	3→6	6→10	10→15	15→30
Argiles à faible plasticité	CL	2→5	5→8	8→12	12→20
Argiles à forte plasticité	СН	1.5→4	4→7	7→12	12→30

FIGURE 5.18 – Valeurs indicatives des modules oedométriques  $E_{oed}$ en fonction de la nature du sol, Charlier [2015-2016]

## 5.6 Porosimétrie : Échantillons ressaturés & chargés

Afin d'établir un lien entre la résistance et la microstructure d'échantillons ressaturés et chargés durant les essais oedométriques, cette partie consiste en la fabrication de deux échantillons de teneurs en eau distinctes. À l'intérieur de cellules oedométriques, ces derniers ont été ressaturés durant leur temps de cure, puis chargés en un seul palier de chargement correspondant à une pression de 1600 [kPa]. La TABLE 5.13 ci-dessous donne les dimensions de ces deux échantillons ainsi que leur masse avant la phase de lyophilisation.

Teneur en eau	N° échantillons	Hauteur [mm]	Diamètre [mm]	Masse [g]
Côté humide	42	20	50	73
Côté sec	41	20	50	70

TABLE 5.13 – Dimensions et masse des échantillons

### 5.6.1 Distribution de la taille des pores

A la fin des essais, les résultats sont illustrés graphiquement sur les FIGURES 5.19a et 5.19b ci-dessous. Concernant le code couleur, l'échantillon ayant une teneur en eau du côté sec de l'optimum avant ressaturation est indiqué par les courbes jaunes tandis que celui du côté humide est défini par les courbes mauves. Comme pour les échantillons non ressaturés, la FIGURE 5.19a montre que les échantillons du côté sec ont une porosité inférieure à celle des échantillons du côté humide. Sur la FIGURE 5.19b, la distribution des pores du côté sec semble plus bi-modale que la répartition du côté humide. Par conséquent, la distribution du côté humide est plutôt associée à une allure uni-modale.



FIGURE 5.19 – Résultats des MIP sur des échantillons ressaturés et chargés

De la même manière que pour les échantillons non ressaturés, la TABLE 5.14 suivante contient toutes les valeurs relatives à la porosité des deux échantillons. En ce sens, une première constatation peut être faite par rapport aux valeurs des porosités totales. En effet, en les comparant avec les porosités totales des échantillons non ressaturés de la TABLE 5.7, il semble qu'un réduction du volume poreux existe du côté humide puisque la porosité passe de 44% sans chargement à 41% avec chargement. Alors que du côté sec, ce volume ne varie presque pas puisqu'il stagne aux alentours de 40% dans les deux cas de figure.

Teneur en eau	Côté sec	Côté humide
N° échantillons	41	42
n <sub>micro</sub>	26,0%	$28,\!6\%$
$n_{macro}$	$14,\!3\%$	12,7%
$n_{micro} + n_{macro}$	40,3%	41,3%
$n_{ ho}$	40,1%	41,1%
$n_{micro}/n_{macro}$	1,82	2,26
Uni/bi-modal	- Bi-modal	Uni-modal

TABLE 5.14 – Porosités des échantillons ressaturés

Par ailleurs, grâce aux résultats oedométriques de la sous-section 5.15, les indices des vides peuvent être calculés avant la phase de ressaturation  $e_0$  des échantillons ainsi qu'à la fin du dernier palier de chargement  $e_f$  correspondant à 1600 [kPa]. Comme ces indices de vide ne varient que très peu entre les différents échantillons d'un même teneur en eau, il est possible de moyennes de ces indices de vide en fonction de la teneur en eau de départ des échantillons sont reprises dans la TABLE 5.15 ci-dessous.

Teneur en eau	Côté sec	Côté humide
N° échantillons	29-30-31	26-27-28
Avant restauration $e_0$	0,39	0,47
Après 1600 [kPa] $e_f$	0,21	0,28

TABLE 5.15 – Indices de vides des essais oedométriques

En sachant ces indices de vides, il devient possible d'évaluer la variation de porosité  $\Delta n$  à l'aide des porosités initiale  $n_0$  et finale  $n_f$  de chaque type d'échantillon. Pour ce faire, il faut utiliser les formules suivantes :

$$\Delta n = |n_f - n_0|, \text{ avec } e_0 = \frac{n_0}{1 - n_0} \text{ et } e_f = \frac{n_f}{1 - n_f}$$

Cette variation  $\Delta n$  vaut 10% du côté humide de l'optimum et 11% du côté sec. Par conséquent, ces porosités obtenues avec chargement sont à prendre avec précaution puisque les variations souhaitées sont loin d'être satisfaites. Néanmoins, pour le côté sec de l'optimum, l'acquisition de cette porosité non altérée lors du chargement pourrait provenir d'un gonflement de l'échantillon lors de la phase de ressaturation. Pour en revenir à la TABLE 5.14 ci-dessus, les distributions de la taille des pores des deux échantillons ressaturés et chargés sont caractérisées par le contraste entre leur fréquence de macropores et de micropores. Pour ce faire, l'échantillon du côté humide se distingue de celui du côté sec grâce à son rapport  $n_{micro}/n_{macro}$  allant au-delà de 2. Ainsi, la répartition de ses pores est dite uni-modale. Par contre, à propos de l'échantillon qualifié de sec, son rapport  $n_{micro}/n_{macro}$  paraît proche de 2, mais sa distribution graphique possède un pic de fréquence dans les macropores non-négligeable. Par conséquent, sa distribution de la taille des pores est dite "moins bi-modale".

### 5.6.2 Comparaison : MIP non ressaturées & ressaturées/chargées

Tout d'abord, la TABLE 5.16 donne un résumé des rapports  $n_{micro}/n_{macro}$  ainsi que de leur classification associée.

Teneur en eau	Côté sec		Côté	humide
Ressaturation	Non ressaturé   Ressaturé/chargé		Non ressaturé	Ressaturé/chargé
$n_{micro}/n_{macro}$	2,08	1,82	1,57	2,26
Uni/bi-modal	Uni-modal	- Bi-modal	Bi-modal	Uni-modal

TABLE 5.16 – Classification des échantillons de Kruibeke

Ensuite, les FIGURES 5.20a et 5.20b superposent les graphiques des distributions de la taille des pores en fonction de leur teneur en eau lors de la première hydratation. Il est clair que quels que soient les niveaux de saturation et de chargement, les pics de fréquence des micropores varient très peu. En effet, les seules variations visibles au niveau des micropores sont dues aux échantillons non ressaturés de la série 1 dont les porosités totales sont différentes de celles de la série 2.

Par contre, au niveau des macropores, il existe des fluctuations des pics de fréquence. D'une part, sur la FIGURE 5.20a, il faut remarquer la fermeture des macropores lors du chargement à l'oedomètre. D'autre part, un pic de macropores apparaît en jaune sur la FIGURE 5.20b. Cela pourrait correspondre à la formation de macropores, mais cela n'est pas logique puisque l'échantillon subit un chargement. Par ailleurs, cela pourrait être corrélé avec l'hypothèse de gonflement, mais aucune donnée expérimentale n'a été fournie durant la phase oedométrique. Ainsi, ce phénomène reste en suspens.



FIGURE 5.20 – Distributions de la taille des pores du sol de Kruibeke

## 5.7 Porosimétrie : Échantillons de Vidourle

Concernant les porosimétries réalisées sur du sol de Vidourle, des fragments des blocs extraits de la digue sont visibles sur les FIGURES 5.21 et 5.22 faisant respectivement référence aux couches n°6 et n°7 de la digue. Visuellement, les fragments de la couche n°7 paraissaient avoir gardé une partie de leur teneur en eau de départ alors que les morceaux de la couche n°6 avaient un aspect très sec.



FIGURE 5.21 - CoucheN°6



FIGURE 5.22 – Couche N°7

Cette différence s'explique grâce aux hypothèses suivantes. Premièrement, l'extraction des blocs de la digue s'est déroulée il y a plus de deux ans. En second lieu, les tests de résistance mécanique réalisés par les universités et les tests de porosimétrie sont séparés d'au moins une année. Dès lors, les conditions de stockage ont pu dégrader et assécher les fragments étudiés dans cette partie.

### 5.7.1 Distribution de la taille des pores

Les FIGURES 5.23a et 5.23b illustrent graphiquement les données obtenues via les essais de porosimétrie. Les courbes vertes font référence aux fragments de la couche n°6 tandis que les courbes roses désignent la couche n°7. Par rapport à la FIGURE 5.23b, les deux distributions de la taille des pores paraissent toutes les deux bi-modales. Effectivement, les deux courbes incluent deux pics de fréquence tels que l'un est présent parmi les micropores et l'autre parmi les macropores.



FIGURE 5.23 – Résultats des MIP sur des fragments de Vidourle

Numériquement, la TABLE 5.17 admet les porosités des deux couches de Vidourle. En termes de rapport  $n_{micro}/n_{macro}$ , la couche n°6 contient une quantité de macropores inférieure à celle des macropores. Par contre, un phénomène différent est observable pour la couche n°7 puisque les quantités de micropores et de macropores sont presque identiques. Par conséquent, la couche n°6 possède une distribution de pores qualifiée de "moins bimodale" alors que la répartition de la couche n°7 est dite "plus bi-modale".

N° couches	N°6	N°7
n <sub>micro</sub>	21,0%	$15,\!6\%$
n <sub>macro</sub>	11,7%	16,8%
$n_{micro} + n_{macro}$	32,7%	32,3%
$n_{ ho}$	33,0%	$32,\!6\%$
$n_{micro}/n_{macro}$	1,80	0,93
Uni/bi-modal	- Bi-modal	+ Bi-modal

TABLE 5.17 – Porosités des échantillons de Vidourle

### 5.7.2 Comparaison : PSD Vidourle & Kruibeke

Pour comparer les courbes de distribution de la taille des pores entre les sols de Kruibeke et de Vidourle, les FIGURES 5.24a et 5.24b montrent la superposition des distributions de pores entre les échantillons de Vidourle et de Kruibeke. Il faut remarquer que les porosités totales de Vidourle sont nettement plus faibles que celles de Kruibeke. Cette différence est potentiellement due à différents facteurs tels que :

- Une nature de sol différente, car le sol de Vidourle est plus limoneux que celui de Kruibeke;
- Un temps de cure plus long, soit de 7 ans alors que celui de Kruibeke est de précisément 7 jours;
- Une quantité de chaux ajoutée de 2% alors que celle de Kruibeke est de 3%;
- Une hydratation au-delà de la teneur de l'Optimum Proctor imprécise puisqu'il est impossible, sur terrain, de répandre de manière homogène la quantité d'eau nécessaire.



(a) Kruibeke non ressaturé & Vidourle

(b) Kruibeke ressaturé/chargé & Vidourle

FIGURE 5.24 – Comparaison : Kruibeke & Vidourle

# Chapitre 6

# Discussion

Tout d'abord, il est judicieux de se concentrer, dans un premier temps, sur les résultats obtenus uniquement à partir du sol de Kruibeke. De cette façon, il serait possible d'établir un lien entre la résistance mécanique des échantillons et leur microstructure en fonction de leur teneur en eau avant tout ajout de chaux. Cependant, ce lien serait potentiellement réfuté en cas d'absence d'hypothèses bien-fondées.

## 6.1 Échantillons de Kruibeke

Concernant le sol de Kruibeke, les résultats de la porosimétrie interpellent puisque sur la FIGURE 6.1 ci-contre, les échantillons non ressaturés de teneur en eau du côté humide de l'optimum possèdent un caractère plus bi-modal que ceux de teneur en eau du côté sec. En se basant sur les études antérieures telles que Ying et al. [2020] et Das et al. [2021], la distribution de la taille des pores devrait pencher vers une allure plus bimodale lorsque la teneur en eau est inférieure à l'optimum.



FIGURE 6.1 – Côté humide bi-modal

Ces distributions types avec des teneurs en eau du côté sec ont déjà été présentées dans la sous-section 2.2. Par ailleurs, deux de ces distributions sont illustrées sur les FI-GURES 6.4 de Ying et al. [2020] et 6.6 de Wang et al. [2016] de la TABLE 6.8 ci-dessous. Bien que la FIGURE 6.2 de Das et al. [2021] montre une distribution de pores provenant d'échantillons de teneur en eau à l'Optimum Proctor, cette étude peut être ajoutée à la liste puisque l'article de Das et al. [2021] donne une comparaison entre des teneurs en eau à l'optimum et du côté humide de cet optimum. Dès lors, cette première teneur en eau peut être assimilée à une teneur du côté sec.



FIGURE 6.8 – MIP - Distributions de la taille des pores dans la littérature

Une première hypothèse serait que le fait d'ajouter de la chaux vive sur un sol hydraté favorise le phénomène de floculation. Lorsque le sol est préalablement hydraté, le fait de mélanger le sol avec la chaux vive devient plus complexe comme le montre la FIGURE 4.1a prise lors de la campagne expérimentale. De ce fait, le sol hydraté du côté humide de l'optimum ressemble à une pâte épaisse grumeleuse tandis que du côté sec, il se rapproche plutôt d'un mélange de granulométrie grossière. D'un point de vue microscopique, les particules de chaux devraient immédiatement s'hydrater, puis se fixer aux particules d'argile afin de réagir avec ces dernières. Ainsi, cette dernière étape produirait une phase de floculation au sein de tout mélange traité à la chaux puisque la Portlandite devrait s'agglomérer autour des particules argileuses.

Dans les études antérieures, deux types de protocoles expérimentaux distincts existent. En d'autres termes, le fait d'ajouter la quantité de chaux avant ou après la phase d'humidification du sol pourrait engendrer des différences au sein de la microstructure. D'une part, chez Wang et al. [2016] et Ying et al. [2020], il faut ajouter 2% de chaux vive sur le sol sec, puis ensuite hydrater le mélange jusqu'à la teneur en eau souhaitée. Après une heure de pause, le sol peut être compacté pour fabriquer des échantillons. Lors de ce protocole, la chaux devrait être distribuée de manière homogène dans toute la granulométrie du sol avant la phase d'hydratation. Concernant les résultats de ce procédé, la distribution de la taille des pores du côté humide est généralement uni-modale comme illustrée sur la FIGURE 6.7 de Wang et al. [2016] ci-dessus. Cependant, Ying et al. [2020] obtient sur la FIGURE 6.5 une structure légèrement bi-modale. Ce cas-ci d'ores et déjà abordé dans la sous-section 2.2 sera développé dans la suite de cette discussion. Du côté sec, les graphiques des FIGURES 6.4 et 6.6 ci-dessus ont bien une allure bi-modale.

D'autre part, la seconde méthode est identique à la technique employée dans le cadre de ce travail. Pour rappel, le sol est tout d'abord hydraté, puis la chaux est ajoutée dans un second temps afin de répéter un protocole similaire à celui employé sur chantier. Il est nécessaire de préciser que les résultats obtenus en laboratoire dans ce paragraphe se basent sur des échantillons compactés statiquement. Ce mode de compactage ne permet pas de réellement "casser" les agrégats de sol formé lors de la floculation créée durant l'ajout de chaux. Premièrement, la FIGURE 6.9 de Rosone et al. [2020] ci-contre montre une distribution très bi-modale pour des échantillons venant d'être compactés pour une teneur en eau à l'Optimum Proctor. Ces porosimétries mettent bien en évidence les matrices floculées obtenues par un traitement à la chaux.

Un deuxième exemple provient de l'étude menée par Das et al. [2021]. La FIGURE 6.2 représentant des échantillons compactés de teneur en eau à l'Optimum Proctor possède une allure bi-modale pour toutes les quantités de chaux employées tandis la FIGURE 6.3 pour un teneur en eau du côté humide est tout de même légèrement bi-modale. Par conséquent, les deux articles présentés dans ce paragraphe présentent bien une structure bi-modale pour des teneurs en eau de compactage supérieures ou égales à l'optimum.



FIGURE 6.9 – MIP, Rosone et al. [2020]

#### 6.1. ÉCHANTILLONS DE KRUIBEKE

Ensuite, une seconde hypothèse pouvant expliquer l'aspect bi-modal observé du côté humide provient de la quantité relativement importante de chaux vive ajoutée. Effectivement, cette quantité de chaux évaluée à 3% a été approximée de manière empirique afin de conserver un pH de 12,4 jusqu'au septième jour de cure comme l'indique Nuth [2022] dans sa thèse. Pour rappeler la section 2, ce pH théorique permet a priori de pérenniser les réactions pouzzolaniques au sein des sols traités à la chaux. Ainsi, comme discuté à la section 2, cette quantité de chaux semble être en excès par rapport à celle requise pour les réactions. De plus, il faut considérer que toute l'eau ajoutée afin d'atteindre la teneur en eau souhaitée ne sera pas complètement consommée par la chaux. De ce fait, une partie de cette quantité d'eau est perdue à cause d'évaporations éventuelles lors du compactage ou de pertes en eau restant sur les parois des contenants.

La dernière hypothèse plausible proviendrait du pourcentage d'eau ajouté pour se situer au-delà de la teneur en eau de l'Optimum Proctor. Dans le cadre de ce travail, l'écart entre les teneurs en eau à l'optimum, 31%, et du côté humide de cet optimum, 34%, vaut seulement 3%. Au vu des pertes en eau expliquées au paragraphe précédent, la teneur en eau lors des essais est bien inférieure aux 34% indiqués. De plus, en évaluant les teneurs en eau entre le début et la fin de la phase de lyophilisation, il existe un déficit de 2% par rapport aux teneurs en eau imposées lors de la fabrication des échantillons. Pour illustrer ce manque hydraulique, la FIGURE 6.5 de Ying et al. [2020] présente une courbe bi-modale non négligeable qui a déjà été mentionnée à la section 2.2. Étant donnée que les échantillons fabriqués ici ont une teneur en eau située légèrement du côté humide de l'optimum, la structure obtenue à la FIGURE 6.1 est donc similaire à celle de l'optimum. Cela est d'ailleurs visible sur cette FIGURE par la tendance bi-modale des courbes bleues.

Pour en revenir aux liens entre la résistance et la microstructure, les hypothèses concernant l'aspect bi-modal de la microstructure des échantillons humides viennent d'être divulguées. De plus, au vu de la FIGURE 6.10 ci-contre, les essais UCS ressaturés ont montré que les échantillons, en jaune, ayant une teneur en eau du côté humide possèdent une meilleure résistance que le côté sec, en vert. Comme la ressaturation supprime l'aspect de sécheresse au sein des échantillons, il ne reste plus que la microstructure de l'échantillon pour résister vis-à-vis de la force de la presse.



Ainsi, une structure bi-modale développerait une résistance plus importante. En plus de cela, il existe donc bien une corrélation entre la résistance mécanique et la microstructure du sol en fonction de la teneur en eau de compactage et du protocole employé pour le chaulage.

## 6.2 Échantillons de Vidourle

Grâce au sol de Kruibeke, le lien existant entre la microstructure et les performances mécaniques en fonction de la teneur en eau de compactage a été vérifiée. Ainsi, le fait que la couche n°6 possède une résistance mécanique plus élevée que la couche n°7 pourrait s'expliquer par une différence au niveau de leur teneur en eau de compactage. La différence de porosimétrie entre les couches n°6 et n°7 de Vidourle donne-t-elle des indices suffisants pour affirmer que la teneur en eau de compactage de ces deux couches étaient différentes? Pour commencer, d'après la TABLE 5.17 de la sous-section 5.7.2 précédente, la couche n°7 possède un caractère plus bi-modal que la couche n°6. En suivant la logique énoncée dans la littérature et vérifiée grâce au sol de Kruibeke, plus la porosimétrie d'un sol compacté est bi-modale, plus ce sol compacté devrait bénéficier d'une résistance élevée. Par contre, vu que la couche n°7 développe des résistances mécaniques plus faibles que la couche n°6, il semblerait que ces résultats contredisent la notion précédente. Sachant cela, l'hypothèse de départ doit être réfutée. Autrement dit, la teneur en eau de compactage ne permet pas de résoudre la différence de résistances observée dans les deux couches du sol de Vidourle. Dès lors, même s'il existe une différence dans la porosimétrie des deux couches, une série de facteurs autres que la teneur en eau de compactage pourraient expliquer cette différence.

En plus de cette incertitude, les deux couches de Vidourle possèdent des structures bi-modales. Ces courbes pourraient s'expliquer à l'aide des travaux de Das et al. [2021] et de Rosone et al. [2020]. En effet, ces deux travaux se sont basés sur un protocole expérimental similaire, à l'exception de la technique de compactage, à celui employé sur le chantier de Vidourle. En plus de cela, ils ont étudié des échantillons possédant un temps de cure qui se prolongeait de plusieurs mois, il devient aisé de comparer cette porosimétrie de Vidourle avec ces travaux. Pour commencer, les FIGURES 6.11a et 6.11b ci-dessous de Das et al. [2021] expriment le contraste temporel entre des échantillons compactés de teneur en eau humide ayant des temps de cure différents. À long terme, la FIGURE 6.11b montre un caractère plus bi-modal que la FIGURE 6.11a. Il se produit donc une hausse dans la quantité des macropores.



FIGURE 6.11 – MIP - Temps de cure différents, Das et al. [2021]

#### 6.2. ÉCHANTILLONS DE VIDOURLE

Ce phénomène identique est observé dans les travaux de Rosone et al. [2020]. Effectivement, les FIGURES 6.12a et 6.12b ci-dessous montrent des courbes porosimétriques dont le caractère bi-modal est plus accentué à long terme qu'à court terme. Rosone et al. [2020] explique cela par les phénomènes de floculation et des retraits. D'un côté, la fréquence de macropores augmente alors que leur taille diminue. Ce phénomène est dû aux consommations d'eau et de chaux éteinte afin de réaliser des réactions pouzzolaniques. À cause de ces réactions, il semblerait que les macropores se retrouvent partitionnés en des pores plus petits, mais plus nombreux. D'un autre côté, la quantité de micropores ainsi que le volume de leur pore diminuent à cause de la formation des composés cimentaires CAH et CSH.



FIGURE 6.12 – MIP - Temps de cure et quantités de chaux différents, Rosone et al. [2020]

Enfin, bien que le sol de Kruibeke ait été choisi pour représenter le sol de Vidourle, il existe un contraste assez marqué entre les porosités totales de ces deux types de sol. En effet, sur les FIGURES 5.24a et 5.24b de la sous-section 5.7.2, les courbes porosimétriques de Vidourle se distinguent de celles de Kruibeke par leurs porosités totales plus faibles. Dès lors, une liste d'hypothèses a d'ores et déjà été établie dans la sous-section 5.7.2. Après réflexion, il se trouve que la raison principale de cette disparité soit due à la première supposition, c'est-à-dire que les différentes natures de sol impactent la porosité des échantillons analysés. Comme cela est indiqué dans la TABLE 4.2, le sol de Vidourle traité à la chaux présente une densité sèche à l'Optimum Proctor plus élevée que celle de Kruibeke. Cela provient du côté plus plastique du sol de Kruibeke. De ce fait, dans la TABLE 4.1, le sol de Kruibeke est plus plastique que le sol de Vidourle au vu de leur indice de plasticité IP valant respectivement 25% et 5%. À cause de son caractère fort plastique, le sol de Kruibeke se compacte moins bien que celui de Vidourle. C'est donc la raison pour laquelle les échantillons compactés de Kruibeke possèdent une porosité élevée. D'autre part, la taille caractéristique des macropores du sol de vidourle est plus faible que ceux de Kruibeke. Est-ce dû au effet de la chaux à long terme comme observé par Rosone et al. [2020] ou une taille caractéristique plus faible dès le compactage? Il est difficile de trancher, car aucune porosimétrie du sol de Vidourle à faible temps de cure est connue dans le cadre de ce travail de fin d'études.

# Chapitre 7

# Conclusion

Pour terminer ce travail de fin d'études, il est intéressant de résumer ci-dessous les points essentiels abordés lors de la discussion :

- Concernant l'apparition de courbes bi-modales dans les échantillons de Kruibeke compactés du côté humide de l'Optimum Proctor, la première hypothèse énoncée dans la partie 6.1 semble la plus plausible. Elle considère que le protocole expérimental influence la microstructure de la matrice compactée. Dès lors, lorsque l'hydratation du sol est réalisée avant l'ajout de chaux dans le sol, la matrice floculée persiste alors qu'un ajout de chaux avant humidification du sol permet d'homogénéiser au mieux la chaux au sein de la matrice. Cela est d'autant plus avéré puisque le compactage statique, comme réalisé lors de cette campagne expérimentale, ne permet pas de "casser" cette structure en agrégats.
- Grâce aux performances mécaniques et à la porosimétrie du sol de Kruibeke traité à la chaux, il existe bien une corrélation entre la microstructure du sol et sa résistance mécanique. Cependant, cette relation dépend de la teneur en eau de compactage et du protocole employé lors d'un amendement du sol. Il est important de noter que l'état de sécheresse d'un sol influence sa résistance mécanique en cas d'humidification du sol du côté sec de l'Optimum Proctor. En supprimant cet aspect de "sécheresse" en ressaturant les échantillons compactés, il a été prouvé que ceux ayant une teneur en eau supérieure à l'optimum possèdent une meilleure résistance mécanique. Cela provient directement de leur microstructure bi-modale due à leur matrice floculée.
- Grâce à la relation précédente, le fait que la couche n°6 possède une résistance mécanique plus élevée que la couche n°7 pourrait s'expliquer par une différence au niveau de leur teneur en eau de compactage. Cependant, cette hypothèse a été réfutée à cause des résultats porosimétriques des deux couches de Vidourle. En effet, la couche n°7 bénéficie d'une tendance plus bi-modale que la couche n°6. D'après la littérature et les résultats de Kruibeke, une porosimétrie bi-modale conduit à de meilleures performances mécaniques. En conséquence, il existe donc une série de facteurs autres que la teneur en eau de compactage permettant de résoudre cette problématique entre ces deux couches adjacentes de Vidourle.
- Enfin, la structure très bi-modale des deux couches de Vidourle pourraient s'expliquer de deux manières. Effectivement, la hausse de macropores serait due aux consommations d'eau et de chaux éteinte afin de réaliser des réactions pouzzolaniques. Ensuite, la diminution de la quantité de micropores et la réduction de leur taille de pore seraient causées par la formation des composés cimentaires.

# Annexe A

# Revue de littérature

## A.1 Teneurs en eau autour de l'Optimum Proctor



# Annexe B

# Tests d'identification

## B.1 Analyses sédimentométrique & granulométrique

La lecture corrigée à l'aéromètre au temps  $i, R_{r,i}$ , en  $[g/dm^3]$ :

$$R_{r,i} = R_{t,i} + K_t + K_m - K_d$$

Avec :

- $R_{t,i}$ ,  $i^{\text{ème}}$  lecture non corrigée de l'aéromètre en  $[g/dm^3]$ ;
- $K_t$ , coefficient de correction dû à la température qui est nulle dans ce cas-ci;
- $K_m$ , coefficient de correction dû au ménisque valant ici 0,1;
- $K_d$ , coefficient de correction dû au défloculant valant ici 3,5.

La profondeur corrigée au temps  $i, H_{r,i}$ , en [cm] :

$$H_{r,i} = c_1 + c_2 \cdot R_{r,i}$$

$$c_1 = h + \frac{1}{2} \cdot \left[h - \frac{V}{A}\right] + L_z \cdot c_2 = 16,9$$

$$c_2 = -\frac{\text{Nombre de gradients}}{\text{Déplacement du bulbe de l'aéromètre}} = -\frac{60}{10,3} = -0,172$$

Avec :

- *h*, la hauteur du bulbe de l'aéromètre qui équivaut à 12 [cm];
- V, le volume du bulbe égal à 64  $[\text{cm}^3]$ ;
- A, la section de l'éprouvette égale à  $29.5 \text{ [cm^2]}$ ;
- $L_z$ , la lecture des zéros qui est nulle ici.

Le diamètre des grains au temps  $i, D_{p,i}$ , en [mm] :

$$D_{p,i} = \sqrt{\frac{30 \cdot \eta}{g \cdot 100 \cdot (\rho_s - \rho_w)} \cdot \frac{H_{r,i}}{t_i}}$$

Avec :

- $t_i$ , la durée en [min];
- g, l'accélération de la pesanteur égale à 9,81  $[m/s^2]$ ;
- $\eta$ , la viscosité égale à 0,01 [g/cm· s];
- $\rho_w$ , la masse volumique de l'eau égal à 1 [g/cm<sup>3</sup>];
- $\rho_s$ , la masse volumique des grains égal à 2,58 [g/cm<sup>3</sup>].

Enfin, le pour centage des diamètres inférieurs ou égaux au diamètre  $D_{p,i}$ , not é  $p_i$ , est donné par :

$$p_i = \frac{V_s}{m_s} \cdot \frac{\rho_s \cdot \rho_w}{\rho_s - \rho_w} \cdot (a \cdot R_{r,i} - L_z) \cdot 100$$

Avec :

- $V_s$ , le volume de liquide dans la burette égal à 1 [L];
- $m_s$ , la masse de sol sec qui vaut 47,9 [g];
- a, un coefficient de transformation égal à 0,63.



FIGURE B.1 – Type de courbes granulométriques en fonction de la nature du sol, Collin [2021a]

 $\operatorname{Avec}\,:\,$ 

- 1. Granulométrie étalée et discontinue (alluvions et graviers);
- 2. Granulométrie étalée et continue (arène granitique);
- 3. Granulométrie serrée;
- 4. Limon argileux;
- 5. Argile limoneuse;
- 6. Argile pratiquement pure (bentonite).

## B.2 Bleu de méthylène

Absorption de bleu	Type de sol
m VBS < 0,1	Sol insensible à l'eau
$\mathrm{VBS} > 0.2$	Sensibilité à l'eau (perte de portance par variation de teneur en eau)
$VBS \approx 1.5$	Séparation entre sols sablo limoneux et sols sablo argileux
VBS $\approx 2,5$	Séparation entre sols limoneux peu plastiques et de plasticité moyenne
$VBS \approx 6$	Séparation entre sols limoneux et sols argileux
$VBS \approx 8$	Séparation entre sols argileux et sols très argileux

TABLE B.1 – Type de sols en fonction de son absorption de bleu de méthylène, Collin [2021a]

# Annexe C

# Résultats

Teneur en eau	N° échantillons	$E_{tot}$ [MPa]	$t_{inf}$ [s]	$E_{max}$ [MPa]
Côté humide	N°1	876,0	338	57,3
	N°2	81,6	10	34,4
	N°3	120,8	23	61,6
	M	$51,\!1$		
Côté sec	N°9	173,5	15	41,7
	N°10	61,3	0	61,3
	N°11	113,8	0	113,8
	Moyenne			72,3

## C.1 Compression simple non ressaturée

TABLE C.1 – Modules de Young des échantillons non ressaturés

Avec :

- $E_{tot}$ , le module de Young maximal en [MPa] provenant de la dérivée du graphique complet de la relation contrainte-déformation;
- $t_{inf}$ , le temps en [s] au cours duquel les échantillons s'ajustent par rapport à la force appliquée par la presse. Les données acquises durant cette période doivent être retirées;
- $E_{max}$ , le module de Young maximal en [MPa] est déduit de la même manière que le module maximal  $E_{tot}$  en rognant les résultats aberrants observés durant la durée  $t_{inf}$ .



FIGURE C.1 – Modules de Young E



FIGURE C.2 – Modules de Young  ${\cal E}$ 



FIGURE C.3 – Modules de Young E

## C.2 Porosimétrie

Côté humide	N° échantillons	$\gamma_d$	$\gamma_s$	$m_s$	Diamètre limite
		$[g/cm^3]$	$[g/cm^3]$	[g]	[µm]
Côté sec	17	1,61	2,56	$0,\!654$	0,94
	43	$1,\!53$	2,56	0,505	1,13
	41	1,51	2,52	0,564	0,85
Côté humide	22	$1,\!45$	2,49	0,523	1,00
	44	1,42	2,58	0,514	1,05
	44Bis	1,40	2,50	0,548	1,48
	42	1,46	2,48	0,516	1,41
Vidourle	Couche 6	1,81	2,70	$0,\!654$	0,54
	Couche 7	1,72	2,55	$0,\!660$	0,23

TABLE C.2 – Paramètres des prélèvements dans les échantillons

### $\operatorname{Avec}\,:\,$

- En italique, les paramètres relatifs aux échantillons ressaturés et chargés lors d'essais oedomètriques ;
- $\rho_d$ , la masse volumique sèche du sol en [g/cm<sup>3</sup>];
- $\rho_s$ , la masse volumique des grains en [g/cm<sup>3</sup>];
- $M_s$ , la masse sèche de l'échantillon en [g];
- Diamètre limite, le diamètre séparant les micropores des macropores en [µm].

Teneur en eau	N° échantillons	$E_{tot}$ [MPa]	$t_{inf}$ [s]	$E_{max}$ [MPa]
Côté humide	N°35	140,0	17	94,7
	N°36	70,4	600	70,4
	N°37	80,9	0	80,9
	Mo	$82,\!0$		
Côté sec	N°32	62,6	350	62,6
	N°33	43,1	902	43,1
	N°45	36,1	450	36,1
	N°47	$57,\!5$	350	49,2
	Moyenne			$47,\!8$

## C.3 Compression simple ressaturée

TABLE C.3 – Modules de Young des échantillons ressaturés

Avec :

- $t_{inf}$ , le temps en [s] au cours duquel les échantillons s'ajustent par rapport à la force appliquée par la presse ou le temps s'écoulant après l'atteinte de la contrainte maximale de compression  $\sigma_{c,max}$ . Les données acquises durant ces deux périodes peuvent être retirées;
- La signification des autres paramètres est données en-dessous de la TABLE C.1.



FIGURE C.4 – Côté humide n°35



FIGURE C.5 – Modules de Young E



FIGURE C.6 – Modules de Young  ${\cal E}$ 



FIGURE C.7 – Modules de Young  ${\cal E}$ 

# Bibliographie

- Argo Living Soils. What is caption exchange capacity and why is it important for my plants?, Mai 2022. url : https://argolivingsoils.com/blog/what-is-cation-exchange-capacity-and-why-is-it-important-for-my-plants/.
- Biopharma Technologies France. La lyophilisation, Mai 2022. url : https://www.biopharmatech.fr/actualites/la-lyophilisation/.
- R. Charlier. *Géotechnique Tome 1 : Mécanique des sols*. <u>Université de Liège ArGenCo</u>, Fascicule 4 - Propriétés mécaniques :6–23, 2015-2016.
- F. Collin. Géotechnique expérimentale. Université de Liège ArGenCo, 2021a.
- F. Collin. Mécanique des Sols et des Roches. Université de Liège ArGenCo, 2021b.
- G. Das, A. Razakamanantsoa, G. Herrier, and D. Deneele. Compressive strength and microstructure evolution of lime-treated silty soil subjected to kneading action. <u>Transportation Geotechnics</u>, Vol.29 :100568, 2021. DOI : https://doi.org/10.1016/j. <u>trgeo.2021.100568</u>.
- R. De Bel, A. Gomes Correia, P.-H. Duvigneaud, B. François, G. Herrier, and J.-C. Verbrugge. Évolution mécanique et physico-chimique à long terme d'un sol limoneux traité à la chaux. In Colloque TerDOUEST 2013 Seminar, 2013. DOI : https://orbi.uliege.be/handle/2268/290597.
- D. Deneele, O. Cuisinier, and J.-C. Auriol. Étude microstructurale du limon traité à la chaux. Paris, 2009. Laboratoire central des ponts et chaussées.
- S. Diamond and E. B. Kinter. *Mechanisms of Soil-Lime Stabilization An Interpretive Review*. 1965. Materials Division, Office of Research and Development, U. S. Bureau of Public Roads. url : https://onlinepubs.trb.org/onlinepubs/hrr/1965/92/92-006.pdf.
- C. J. Hampson and J. E. Bailey. On the structure of some precipitated calcium aluminosulphate hydrates. Journal of Materials Science, 17 :3341–3346, 1982. Department of Metallurgy and Materials Technology, University of Surrey, Guildford, UK. url : https://link.springer.com/article/10.1007/BF01203504.
- R. Holtz and W. Kovacs. <u>An introduction to geotechnical engineering</u>. Prentice-Hall, Inc., 1981. ISBN 0-13-484394-0.
- W. Janka Negawo, G. Di Emidio, A. Bezuijen, R. D. Verastegui Flores, and B. François. Lime-stabilisation of high plasticity swelling clay from Ethiopia. <u>European Journal of</u> <u>Environmental and Civil Engineering</u>, 23(4) :504–514, March 2019. url : <u>http://dx.doi.org/10.1080/19648189.2017.1304272</u>.

- F. Klotz, B. François, and P. Gérard. Étude du comportement mécanique des sols extraits de la digue expérimentale de Vidourle, construite en 2015. 2022. LHOIST S.A.
- Laboratoire de géotechnologies. *Essai brésilien (Traction indirecte)*. Université de Liège ArGenCo UEE Urban & Environmental Engineering, a. url : www.uee.ulg.ac.be.
- Laboratoire de géotechnologies. *Essai de compression simple*. <u>Université de Liège -</u> ArGenCo - UEE Urban & Environmental Engineering, b. url : <u>www.uee.ulg.ac.be</u>.
- B. Lagerblad and J. Trägårdh. Conceptual model for concrete long time degradation in a deep nuclear waste repository. url : https://www.researchgate.net/figure/ Solubility-of-amorphous-silica-as-a-function-of-pH-at-25-C-from-Krauskopf-1956-At-apH\_ fig1 265404888.
- V. Lelong. Le traitement des sols à la chaux, éléments fondamentaux. In Lhoist, editor, Valorisation des Sols Fins. Journée Technique CFMS, Décembre 2008. url : https: //www.cfms-sols.org/sites/default/files/manifestations/081203/VincentLelong.pdf.
- J. Y. Massenet. Chapitre V : Chimie du sol, Mars 2013. url : http://jymassenet-foret.fr/ cours/pedologie/PEDO5.pdf.
- N. Nerincx, S. Bonelliand, G. H. Daniel Puiatti, J.-J. Fry, R. Tourment, and S. Nicaise. Impact of lime treated soils performance on design of earthfill dikes. In <u>3rd European</u> <u>Conference on Flood Risk Management</u>. FLOODrisk, EDP Sciences, 2016a. DOI : <u>https://doi.org/10.1051/e3sconf/20160714004</u>.
- N. Nerincx, G. H. Stéphane Bonelliand Daniel Puiatti, J.-J. Fry, R. Tourment, and S. Nicaise. Impact of lime treated soils performance on design of earthfill dikes. In Appropriate Technology to ensure proper Development, Operation and Maintenance of Dams in Developing Countries, pages pp.129–138. 84th Icold Annual Meeting, Mai 2016b. DOI : https://hal.science/hal-01581306.
- T. T. H. Nguyen. Stabilisation des sols traités à la chaux et leur comportement au gel, Septembre 2015. Doctoral thesis Université Paris-Est. DOI : https://pastel.archives-ouvertes.fr/tel-01191696.
- V. Nuth. *Effect of wetting-drying cycle on mechanical behavior of lime-treated soil*, July 2022. Master thesis ULiège-Institut Technologique du Cambodge.
- M. Oualmakran, B. Mercatoris, and B. François. Pore-size distribution of a compacted silty soil after compaction, saturation, and loading. Canadian Geotechnical Journal, 53 (12) :1902–1909, June 2016. DOI : https://doi.org/10.1139/cgj-2016-0184.
- P. Ravarini. L'eau solide, Mai 2023. url : http://pravarini.free.fr/Glace01.htm.
- J. L. Reyes Bahena, A. Robledo Cabrera, A. Lopez-Valdivieso, and R. Urbina. Fluoride adsorption onto α-Al2O3 and its effect on the zeta potential at the alumina-aqueous electrolyte interface, Février 2007. url : https://www.researchgate.net/figure/ Equilibrium-solubility-of-a-Al-2-O-3-crystalline-AlOH-3-gibbsite-and-amorphous\_ fig2 232871592.
- M. Rosone, C. Celauro, and A. Ferrari. Microstructure and shear strength evolution of a lime-treated clay for use in road construction. International Journal of Pavement Engineering, 21(9) :1147–1158, 2020. DOI : https://doi.org/10.1080/10298436.2018. 1524144.
- Roya. *Essai de laboratoire : Essai Proctor*, Février 2021. url : https://www.youtube.com/ watch?app=desktop&v=0EdbOeBoMhE.
- Y. Wang, Y.-J. Cui, A. M. Tang, C.-S. Tang, and N. Benahmed. Effects of aggregate size on water retention capacity and microstructure of lime-treated silty soil. <u>Géotechnique</u> Letters, 5 :269–274, 2015. DOI : https://hal-enpc.archives-ouvertes.fr/hal-01271314.
- Y. Wang, Y.-J. Cui, A. M. Tang, C.-S. Tang, and N. Benahmed. Changes in thermal conductivity, suction and microstructure of a compacted lime-treated silty soil during curing. <u>Engineering geology</u>, 202 :114–121, 2016. DOI : https://doi.org/10.1016/j. enggeo.2016.01.008.
- Z. Ying, Y. jun Cui, N. Benahmed, and M. Duc. Changes in mineralogy and microstructure of a lime-treated silty soil during curing time. In <u>E3S Web of Conferences</u>, volume Vol.195, pages 3044–6/03044. EDP Sciences, 2020. DOI: https://doi.org/10. 1051/e3sconf/202019503044.