

ETUDE DE LA DURABILITE DU MATERIAU DEEP SOIL MIXING A L'AIDE D'UNE PROCEDURE BASEE SUR LA MICROSTRUCTURE

STUDY OF THE DURABILITY OF THE DEEP SOIL MIXING MATERIAL USING A PROCEDURE BASED ON THE MICROSTRUCTURE

Alain LE KOUBY, Myriam DUC, François LANSAC, Juba AMRIOUI, Ibrahim SAHABUDEEN, Shaumiya SIVAPATHAM
Université Gustave Eiffel, GERS - SRO, Paris, France

RÉSUMÉ – Outre l'application de cycles humidification/séchage représentatifs de conditions extrêmes, la durabilité des mélanges sol/ciment utilisés pour renforcer des digues peut être estimée via la percolation d'eau simulant l'écoulement d'une nappe au travers du matériau. Cette méthode couplée à une caractérisation microstructurale des gradients d'altération a montré une lente dégradation des propriétés mécaniques.

ABSTRACT – In addition to the application of wet/dry cycles most often not representative of conditions on sites, the durability of soil/cement mixtures can be estimated using percolation to simulate the water flow through the material. This method coupled with a microstructural characterization of the weathering gradients in material, showed the slow degradation of mechanical properties.

1. Introduction

Pour diminuer la vulnérabilité des digues face au changement climatique, le renforcement de ces ouvrages à l'aide de la technique du Deep Soil Mixing (DSM) a été étudié pour faire face au risque d'érosion interne pouvant conduire à la ruine de l'ouvrage (Figure 1).

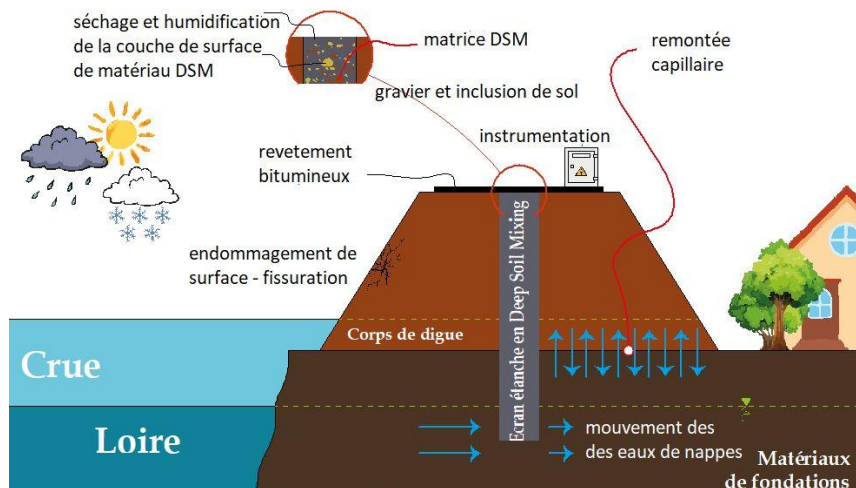


Figure 1. Sollicitation de paroi d'étanchéification en matériau Deep Soil Mixing (DSM).

Le matériau DSM constitué d'un mélange de ciment CEM III/C (riche en laitiers de haut fourneau), de sol, de gravier et d'eau, subit des dégradations sous l'effet des cycles d'humidification/séchage en tête de paroi mais également sous l'effet de remontée capillaire d'eau en zone sous-saturée avec un pH autour de la neutralité (eau considérée comme acide pour le matériau DSM). Dans la zone saturée en permanence en pied de paroi, le matériau se dégrade sous l'effet du flux d'eau de la nappe sous saturée, ce qui entraîne la dissolution des phases cimentaires. Il s'en suit une évolution de la porosité du matériau et donc de ces performances mécaniques et hydrauliques comme observé couramment dans les sols traités aux liants hydrauliques et/ou à la chaux. Cependant peu

d'études ont porté spécifiquement sur les matériaux DSM, en particulier ceux à base de ciment CEM III/C (Le Kouby et al. 2018). En effet, les études de durabilité sont le plus souvent réduites à des cycles d'immersion (voire de remontée capillaire) et de séchage plus ou moins intenses, ce qui endommagent fortement la microstructure des matériaux (Guimond-Barrett 2013 ; Helson et al. 2018). Peu d'études comme celle de Berthomier et al. (2021) décrivent les effets d'un flux d'eau pure ou d'une eau sous-saturée qui percole au travers des matériaux à base de ciment aux laitiers, connu par ailleurs pour sa bonne résistance aux environnements agressifs. Sous l'effet de l'eau, les hydrates cimentaires subissent une dissolution complexe (perte de Ca) entraînant la modification de leurs propriétés mises en évidence à l'échelle locale via la nanoindentation (Constantinides et al., 2003).

La présente étude propose une nouvelle procédure pour évaluer la durabilité du matériau DSM soumis à un flux d'eau renouvelée. La méthode consiste à altérer le matériau de manière accélérée en conditions proches de celles sur site, via des cellules de percolation dans lesquelles une eau de composition circule (sous l'effet d'une faible pression). Pendant un ou plusieurs mois, les percolâts collectés en sortie des cellules sont analysés (mesures non présentées) et le gradient de dégradation du matériau post percolation est mis en évidence par des mesures locales en utilisant la porosimétrie par intrusion de mercure et la nano-indentation pour suivre l'évolution de la porosité et des modules élastiques, respectivement. Ces paramètres caractérisent les propriétés du matériau et pourront à terme être introduits dans une approche numérique HMC couplée.

2. Matériaux et méthodes

2.1 Matériau Deep Soil Mixing testé

Un matériau DSM a été fabriqué en laboratoire à partir d'un sol naturel extrait d'une digue sur la Loire, noté VOS PK2770. Ce sol prélevé sous la forme de mottes de particules fines a été séché à 40°C puis des mottes ont été désagrégées, puis broyées pour que l'ensemble passe au tamis 0.5 mm. Le sol a été réduit à une granulométrie suffisamment fine pour se placer dans les conditions les plus favorables pour la réalisation des mesures en nanoindentation. Ce matériau fin mélangé au ciment correspond à la matrice cimentaire des matériaux DSM de site, matrice qui est la phase la plus susceptible de subir une dégradation physico-chimique contrairement aux graviers peu ou pas poreux et au sol des inclusions qui peuvent se disperser mais peu évoluer sous l'effet chimique de l'eau pure. Le sol VOS PK2770 a ensuite été mélangé avec du CEM III/C (170 kg/m³) avec un apport d'eau de l'ordre de 45% soit un E/C de 2.9 ce qui permet d'obtenir une consistance fluide. Les éprouvettes de 10 cm de diamètre et 20 cm de hauteur ont été curées 1 mois à 38°C (équivalent à 1 an à 20°C) en condition endogène (dans leur moule fermé) pour accélérer le processus de vieillissement, ce qui permet l'hydratation du ciment et les réactions pouzzolaniques. Pour l'essai de percolation, l'éprouvette est découpée en tronçons de 5 cm de haut (pour 10 cm de diamètre).

Des diffractogrammes de rayons X sur le sol avant et après son introduction dans le matériau DSM ont été réalisés (Figure 2) pour établir la composition minéralogique du matériau testé. Chaque type de particules est associé généralement à une taille de particule (quartz ~ fraction sableuse, argile ~ fraction < 2 µm, feldspath ~ fraction limoneuse) et à une dureté particulière (échelle de Moh). Cette différence de dureté va se retrouver au niveau des mesures de nanoindentation. Le sol testé est constitué majoritairement de quartz (~32 %) et de feldspaths (microcline et albite ~34%) avec la présence de diopside (~3.5%), d'argiles de type kaolinite (~2%), illite/muscovite (~19%) et potentiellement de montmorillonite (~9%) dont la présence doit être validée avec des essais complémentaires. Cette dernière phase semble disparaître après mélange avec le

CEM III cependant la variation de hauteur des pics de diffraction des argiles peut aussi provenir d'une modification de l'orientation préférentielle des particules argileuses dans la poudre de matériau analysé. D'un autre côté, la montmorillonite est l'argile généralement la plus soluble en milieu alcalin cimentaire, ce qui alimente les réactions pouzzolaniques. Ensuite malgré la présence de 12% de ciment aux laitiers dans le mélange, la ligne de base des pics de diffraction reliée à la présence d'amorphe varie peu avant ou après l'ajout de CEMIII. Cet amorphe peut être relié aux laitiers non réagis ou au gel de CSH dans le matériau DSM ou à de la silice SiO_2 amorphe dans le sol. Or la non observation des CSH sur les diffractogrammes est courante dans les matrices cimentaires compte tenu de leur faible quantité et de leur mauvaise cristallinité. Leur présence se manifeste cependant via le pic à $d = 3.07\text{\AA}$ qui correspond à de la calcite qui provient de la carbonatation des CSH basiques avec le CO_2 acide lors du broyage à l'air avant la DRX (calcite à l'état de trace dans le sol non traité). Notez que du gypse apparaît lors de l'ajout du ciment (phase jouant le rôle de régulateur de prise) mais aucune trace de portlandite n'apparaît.

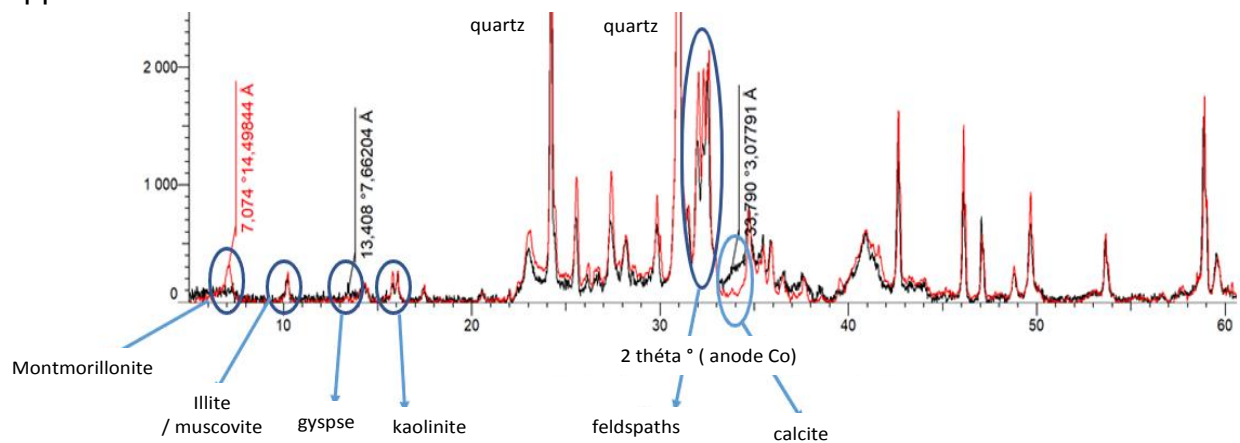


Figure 2. Diffractogramme de rayons X sur poudre sur le sol du site VOS PK2770 (courbe rouge) et le matériau DSM fabriqué avec ce sol (courbe en noir)

2.2 Essai de dégradation accélérée en cellule de percolation

Un essai de percolation a été développé avec l'aide de cellule triaxiale en inox (fournies par Sols Mesures) pour des éprouvettes de diamètre 10 cm.

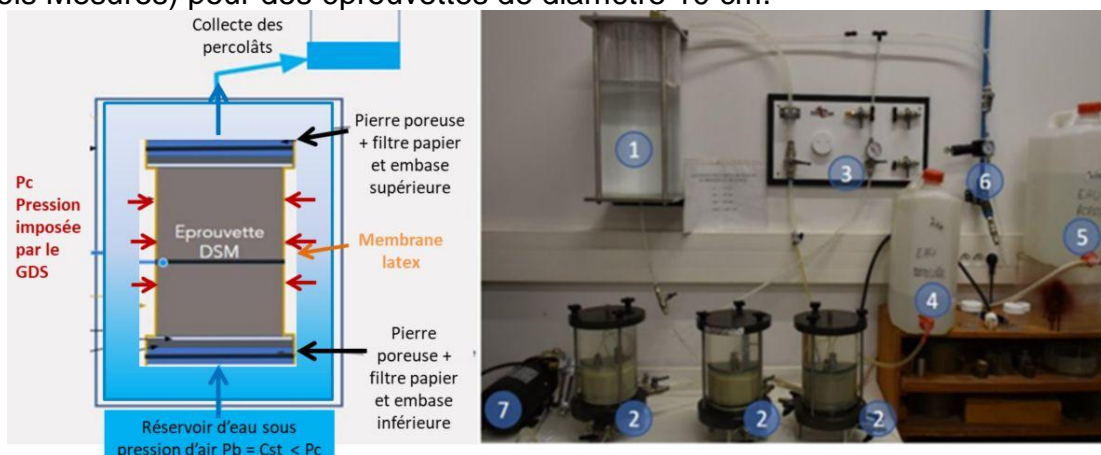


Figure 3. (a) Eprouvette de DSM dans la cellule et (b) Montage de percolation : 1- réservoir d'eau sous pression, 2- cellule triaxiale pour la percolation, 3- vannes de contrôle, 4 et 5- réservoir d'eau (stockage pour remplissage), 6- air comprimé, 7- pompe pour faire le vide dans (1) et permettre ensuite son remplissage à partir de (4).

La Figure montre 3 cellules en parallèle avec un système commun de confinement latéral imposé par un GDS et une alimentation commune en eau ultrapure (15 Mohm dans notre cas) via un réservoir en plexiglas/inox. Ce réservoir est soumis à une pression constante

Pb imposée par de l'air comprimé pour compenser les variations de niveau d'eau dans le réservoir ($P_b \ll P_c$ pression de confinement latéral de l'éprouvette). L'écoulement de l'eau est ascendant ce qui favorise la saturation et diminue le risque de formation de chemins préférentiels. Les ions issus de la dissolution de la matrice quittent l'éprouvette avec le renouvellement de l'eau (transport par convection/diffusion), la dissolution est ainsi entretenue et entraîne la formation d'un gradient de concentration en ions et de pH dans la solution interstitielle des pores de la matrice cimentaire du bas vers le haut. La dissolution de la matrice cimentaire se poursuit jusqu'à ce que l'équilibre chimique initial de la solution au contact du solide soit atteint (De Larrard, 2010). Les solutions percolées collectées régulièrement ont été analysées (pH, conductivité électrique, composition chimique élémentaire) mais ces résultats ne seront pas présentés dans cet article.

2.3 Analyses post percolation par nanoindentation et porosimétrie Hg

Un gradient de dégradation de l'éprouvette percolée en termes de propriétés microstructurales et mécaniques s'établit le long du trajet de l'eau soit du bas vers le haut de l'éprouvette. Aussi, l'éprouvette a été sciée en tranches et tronçons selon le schéma de la Figure 4 pour les tests de porosité par intrusion de mercure (PIM) et de nanoindentation.

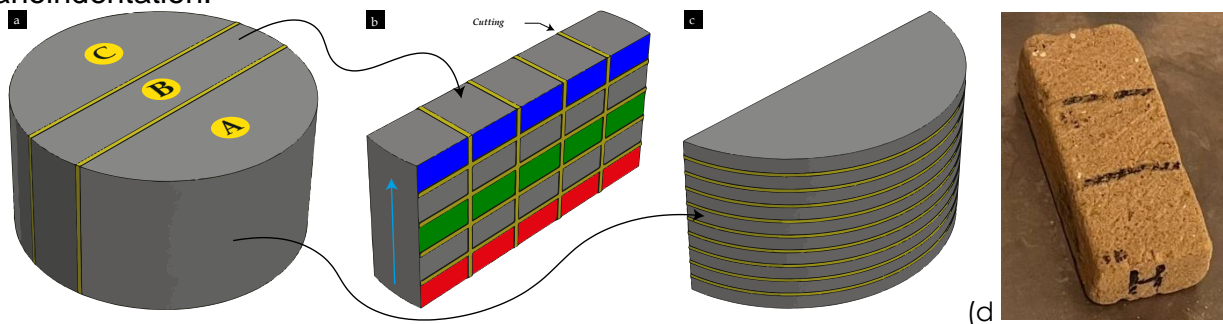


Figure 4. (a) Eprouvette de DSM de 100x50 mm avec un sciage longitudinal en 3 zones. (b) Tronçon central noté (B) réservé pour la nanoindentation. (c) La partie (A) est découpée transversalement pour la PIM (d) photo d'un échantillon pour la nanoindentation avec 3 tronçons.

La partie (A) est découpée selon le plan transversal pour former des tranches d'environ 5 mm d'épaisseur qui sont lyophilisées après une trempe dans l'azote liquide. Ces échantillons sont analysés par PIM (avec un Autopore IV de chez Micromeritics). La partie (B) est réservée pour les essais de nanoindentation (B) selon l'axe de l'éprouvette (chaque tronçon contient une zone rouge fortement altérée, une zone verte moyennement altérée et une zone bleue que l'on suppose peu ou pas altérée – Figure 4d).

La nanoindentation est une méthode pour mesurer les propriétés élastiques des matériaux à l'échelle nanométrique. Pour les matériaux DSM, cette technique permet de mesurer non seulement la micro-dureté H , mais aussi le module d'élasticité local E de la matrice sol-ciment. Le principe de la nanoindentation consiste à enfonceur un indenteur de forme particulière dans le matériau à analyser en appliquant un faible chargement. Le nanoindenteur HIT 300 d'Anton Paar, équipé d'une pointe Berkovich (géométrie pyramidale à base triangulaire) avec une taille de quelques dizaines de nanomètres et d'un angle d'ouverture $\theta = 68^\circ$, est utilisé dans cette étude (Figure 5a). Les forces appliquées et la profondeur de pénétration de l'indenteur sont enregistrées avec précision sous forme de courbes force-déplacement (Figure 5b). La gamme de force applicable pour ce nanoindenteur est réglable et varie de 0,01 mN à 300 mN.

Durant l'essai, le logiciel enregistre la force appliquée en fonction du trajet parcouru par la pointe de l'indenteur entre le moment où la pointe est proche de la surface jusqu'à l'enfoncement souhaité : c'est la phase de chargement suivie d'une phase de pause (relaxation et fluage) puis on a la phase de déchargement (le module est calculé durant cette 3^{ème} phase).

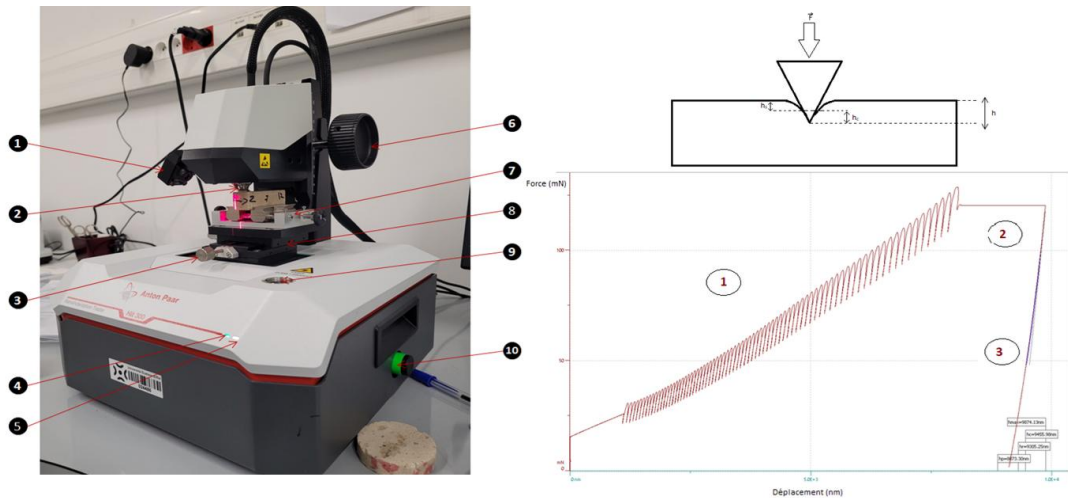


Figure 5. (a) Eprouvette de DSM sur le nanoindenteur avec 1-caméra macro de positionnement, 2-Tête du nanoindenteur, 3-Vis d'ajustement de la platine selon l'axe y, 4- LED verte = indicateur de contact, 5- LED blanche = en marche, 6-Vis d'ajustement en z, 7-Porte échantillons, 8-Table motorisée selon l'axe X, 9- Pointeur laser de position, 10- Loquet du système anti-vibration. (b) Exemple de courbe de chargement(1) /pause(2) /déchargement (3) (mode sinusoïdal).

Les paramètres du nanoindenteur sont les suivants : un déplacement de type sinusoïdal pour le chargement est appliqué avec une fréquence d'oscillation de l'indent de 5Hz avec une amplitude de 20 mN, la charge min/max est de 0,10mN /120mN avec un temps de pause de 30 s, la durée et distance d'approche sont de 30s et 10000 nm, la profondeur max testée Δz max est égale à 40 ou 200 μm . Enfin, le modèle d'Olivier et Pharr est utilisé pour calculer le module E et la dureté H.

Un nombre important d'indents est appliqué soit entre 40 et 80 sur une ligne de mesure pour obtenir une bonne statistique/représentativité, avec un espace entre chaque indentation de 0.2 ou 0.05 mm (pour éviter qu'une empreinte d'indent n'interagisse avec le poinçonnement voisin). On teste en aveugle, quant aux phases testées, jusqu'à 100 points par zone analysée. Une des plus grosses difficultés reste la préparation des surfaces qui permettent d'obtenir des mesures exploitables (découpe/ polissage /décapage). En général sur 100 mesures, seulement 20 à 40 sont exploitables. En effet, le matériau quoique constitué de particules < 0.5 mm présente une surface rugueuse compte tenu de la porosité interne du matériau (Figure 6). La rugosité/planéité de la surface impacte les mesures, tout comme la taille des particules par rapport à la taille de l'empreinte de l'indent. Si on parle de nanoindentation, les empreintes sont micrométriques (autour de 10 μm) ce qui veut dire que plusieurs natures de particules sont testées simultanément. Avec un nombre élevé de point de mesure, on obtient une distribution des modules caractéristiques du matériau à l'échelle du μm .

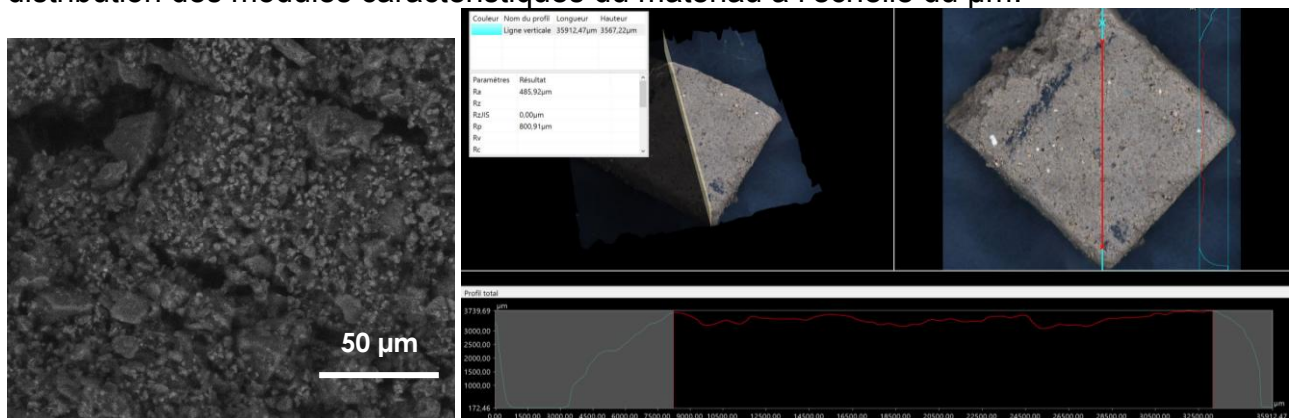


Figure 6 Image MEB de la surface de l'échantillon pour la nanoindentation et image au microscope numérique Keyence (avec profil de rugosité)

3. Résultats expérimentaux

3.1 Analyse microstructurale par PIM post percolation

La Figure 7 présente les distributions de la taille des pores obtenues par la PIM en fonction de la position moyenne z de la tranche d'éprouvette testée. Le $z = 4.55$ cm correspond au haut de l'éprouvette jugée comme peu altérée, proche du matériau de référence noté T0 (non percolé et provenant d'une autre éprouvette). Une possible variabilité entre éprouvette devra toujours être considérée lors de l'exploitation des mesures.

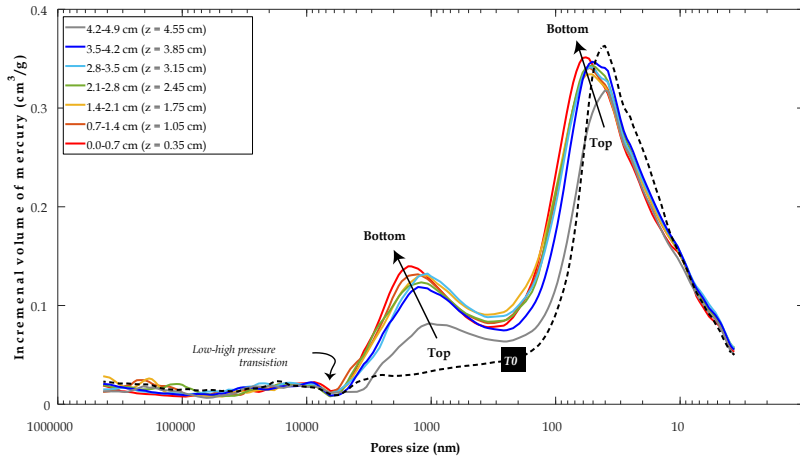


Figure 7. Courbes de distribution de la taille des pores en fonction de la position de la tranche découpée avec $z=0$ correspondant au bas de l'éprouvette de DSM VOS PK2770

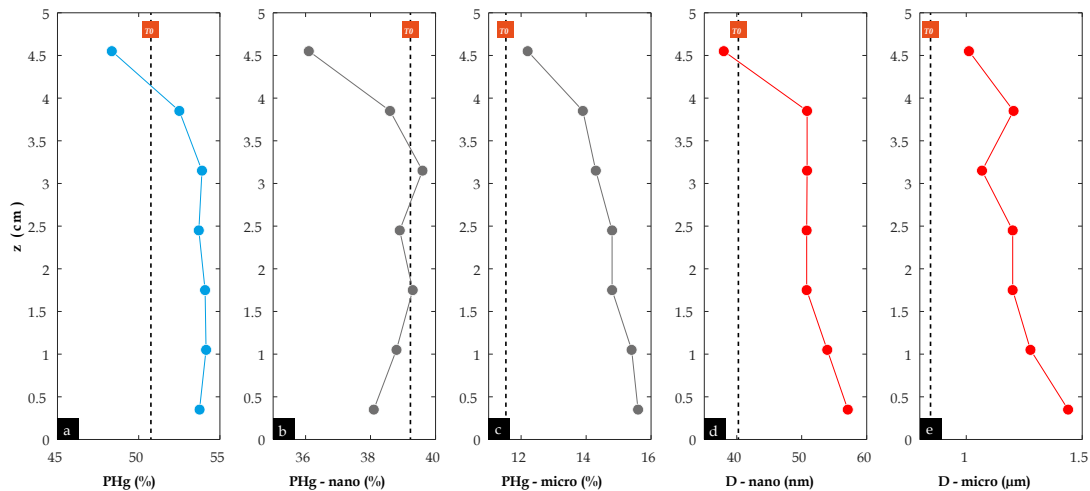


Figure 8. Variation en fonction de z des échantillons de DSM testés en PIM ($z=0$ correspond au bas de l'éprouvette) (a) Porosité totale accessible au mercure P_{Hg} , (b) Porosité élémentaire associée aux nanopores (10 – 100 nm), (c) Porosité élémentaire associée aux micropores (100 nm – 5 μ m), (d) Taille moyenne des nanopores D_{nano} (d) Taille moyenne des micropores D_{micro}

Toutes les courbes porosimétriques affichent une distribution bimodale classiquement obtenue avec des sols à granulométrie étendue et continus mélangés avec un ciment riche en laitiers, avec la présence de nanopores (autour de 30-60 nm) et de micropores (autour de 1-2 μ m). Après seulement 65 jours de percolation continue, l'évolution des familles de pores est clairement perceptible avec une variation de taille et de quantité le long du trajet de l'eau. De manière quantitative sur la Figure 8, la porosité totale P_{Hg} en haut de l'éprouvette à $z = 4.5$ cm (associée à la matrice peu ou pas altérée proche de la matrice non percolée de référence T0) est d'environ 48,3 %. Cette porosité augmente jusqu'à 53,9 % à partir de $z = 3,15$ cm, puis reste relativement inchangée jusqu'au point d'entrée de l'eau ultra pure à $z=0$. L'évolution de la nanoporosité (majoritaire dans le

matériau) domine globalement l'évolution de la porosité globale. Cette évolution montre la présence d'un gradient assez étendu d'altération du matériau par dissolution des hydrates (augmentation des nanopores associés à la porosité interne du mélange d'argile/hydrates) couplée à une certaine réorganisation des vides entre les grains de sable/agrégats argileux (associés aux micropores). La partie haute des éprouvettes est très peu dégradée, et pourrait être "renforcée" par la précipitation de nouvelles phases cimentaires en raison de la saturation de l'eau en ions couplée à de faibles vitesses d'écoulement (perméabilité de l'ordre de 10^{-10} m/s).

Si on s'attendait à une dégradation de quelques mm à un centimètre (soit un effet de peau), les résultats expérimentaux montrent au contraire une dégradation sur plusieurs centimètres de l'éprouvette de DSM qui s'explique par la grande perméabilité de ces matériaux en comparaison des bétons classiques (d'autant plus que la quantité de ciment est faible et que la quantité d'eau de fabrication est grande). Si des chercheurs (Hayashi et al. 2003 ; Ikegami et al. 2003 ; Takahashi et al. 2018 ; Kitazume et al. 2003) ont rapporté, à partir d'essais de résistance à la compression macroscopique, que la profondeur de dégradation due au lessivage des phases cimentaires peut atteindre 20 à 50 mm au bout de 20 ans sur une paroi ou des colonnes réalisées en DSM, l'essai de percolation développé dans ce travail montre que l'on peut se rapprocher des dégradations obtenues dans les conditions environnementales sur site en seulement quelques mois.

3.2 Analyse par nanoindentation de la dégradation mécanique post percolation

Afin d'examiner l'évolution des propriétés mécaniques en lien avec les évolutions microstructurales, des tests de nanoindentation sur des surfaces polies (échantillon gardé quasi-saturé pendant les mesures) montrent également une évolution sur la Figure 9.

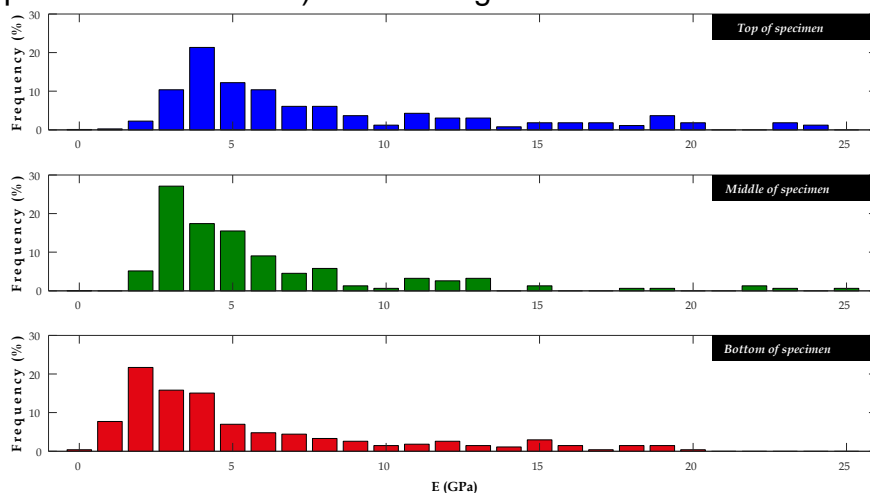


Figure 9. Histogrammes des valeurs du module E évalué par nanoindentation en haut (en bleu), au milieu (en vert) et en bas (en rouge) de l'éprouvette percolée pendant 65 jours

A partir des courbes exploitables, la répartition des modules d'Young est présentée après avoir filtré les modules correspondant aux grains de sable quartzueux présents dans le sol VOS PK2770 (avec des modules supérieurs à 50 Gpa). Compte tenu de la grande taille des grains de quartz, la pointe Berkovich utilisée avec une empreinte de l'ordre de $10 \mu\text{m}$ est capable de caractériser les propriétés de ces phases alors que la pointe ne peut que tester en simultanément plusieurs particules submicrométriques. En examinant les histogrammes de la Figure 9, une légère translation de la distribution des modules d'Young vers les valeurs plus faibles est observée à mesure que l'on se rapproche du point d'entrée de l'eau pure dans l'éprouvette, soit la zone la plus altérée. Cette variation du module, bien que faible, se corrèle bien avec le gradient de porosité précédemment observé. Cependant il est difficile de discerner les effets issus de la variation de porosité

et de ceux issus de la dégradation par dissolution sélective des hydrates cimentaires (décalcification entraînant une variation des rapports Ca/Si associés à une variation des propriétés mécaniques de la matrice cimentaire).

4. Conclusions

La procédure développée utilisant des cellules de percolation couplées à des analyses locales par nanoindentation et porosimétrie par intrusion de mercure a permis de fournir rapidement des informations sur la dégradation à long terme du matériau DSM (plus précisément de la matrice sol-ciment). Ce type de dégradation sous forme de gradient progressant en profondeur peut être associé à la dégradation qui se développe sur plusieurs années en pied des parois de DSM (ou dans les zones soumis à la percolation des eaux météoriques en zone saturée). En perspective, la qualité des mesures de nanoindentation doit être améliorée en augmentant la surface testée par l'indenteur (utilisation de pointes sphériques pour obtenir de la macro-indentation) afin de moyenniser les valeurs sur une plus large zone prenant en compte différentes natures de particules et la porosité locale. À terme, cette procédure doit procurer des lois de dégradation plus réalistes et précises de la matrice sol-ciment, en comparaison des procédures classiques qui mesurent des paramètres globaux par écrasement d'éprouvettes contenant à la fois du matériau sain et du matériau fortement dégradé (vision moyennée prenant en compte par contre l'effet de la présence des macro-hétérogénéités (graviers) dans les mélanges).

5. Références bibliographiques

- Berthomier M., Lors C., Damidot D., De Larrard T., et al. (2021) Leaching of CEM III paste by demineralised or mineralised water at pH 7 in relation with aluminium release in drinking water network, *Cement and Concrete Research*, 143, 106399.
- Constantinides G., Ulm F.-J., Van Vliet K. (2003) On the use of nanoindentation for cementitious materials, *Materials and structures*, 36, 3, 191-196.
- De Larrard, T. (2010). Variabilité des propriétés du béton: caractérisation expérimentale et modélisation probabiliste de la lixiviation. Thèse de doctorat en génie civil, École normale supérieure de Cachan-ENS Cachan, France.
- Guimond-Barrett, A. (2013). Influence of mixing and curing conditions on the characteristics and durability of soils stabilised by deep mixing. Thèse de l'Université du Havre, France.
- Hayashi H., Nishikawa J. I., Ohishi K., Terashi, M. (2003). Field observation of long-term strength of cement treated soil. *Grouting and ground treatment*, 598-609.
- Helson O. (2017). Comportement thermo-hydro-mécanique et durabilité des bétons de sol : influence des paramètres de formulation et conditions d'exposition. Thèse de l'Université de Cergy Pontoise, France.
- Ikegami M., Ichiba T., Ohishi K., Terashi M. (2003). Long-term strength change of cement treated soil at Daikoku Pier. In *Proceedings of Soft Ground Engineering in Coastal Areas*, Balkema, Lisse, Netherlands, 241-246.
- Kitazume M., Nakamura T., Terashi M., Ohishi K. (2003). Laboratory tests on long-term strength of cement treated soil. *Grouting and ground treatment*, 1, 586-597.
- Le Kouby A., Guimond-Barrett A., Reiffsteck P., Pantet A. (2018). Influence of drying on the stiffness and strength of cement-stabilized soils. *Geotechnical and Geological Engineering*, 36, 1463-1474.
- Takahashi H., Morikawa Y., Uemura T. (2021) Trial tests to promote degradation of cement treated soil by percolation technique. In *Proceedings of the Deep Mixing 2021*, 15–17 juin 2021, 1041-1049