

MÉCANISMES DE DÉGRADATION D'UNE ARGILE TRAITÉE EXPOSÉE À DES CYCLES HYDRIQUES

Degradation mechanisms of a lime-treated clay exposed to wetting and drying cycles

Nicolas Chabrat¹, Giacomo Russo², Enza Vitale², Farimah Masrouri¹, Michel Khatib³, Olivier Cuisinier¹

¹ LEMTA (UMR 7563) CNRS, Université de Lorraine, Nancy, France

² DiSTAR, University of Naples Federico II, Naples, Italy

³ Ginger CEBTP, Élancourt, France

RÉSUMÉ – Cette étude porte sur l'analyse des processus de détérioration des performances mécaniques d'une argile traitée à la chaux soumise à des cycles d'humidification et de séchage de différentes amplitudes. Les résultats mettent en évidence que le mécanisme principal de détérioration associé aux cycles hydriques consiste en un réarrangement de la microstructure du matériau, dont l'intensité est influencée par l'amplitude de ces cycles.

ABSTRACT – The present experimental study is focused on analysing the degradation processes of the mechanical performances of a lime-stabilised expansive clay exposed to wetting/drying cycles of various amplitude. This study highlighted that the main deterioration mechanism is a consequence of micro-structural changes whose intensity were controlled by the amplitude of the cycles.

1. Introduction

Le traitement de sol à la chaux est une méthode courante pour améliorer la qualité des sols médiocres pour la construction d'ouvrages en terre. L'ajout de chaux améliore les performances mécaniques du sol (Bell, 1996; Wassermann et al., 2022), et permet également de diminuer le potentiel de gonflement du matériau (Nalbantoglu et Tuncer, 2011; Stoltz et al., 2012).

L'altération des performances mécaniques au cours de la durée de vie des sols traités lorsqu'ils sont exposés à des cycles d'humidification et de séchage saisonniers est l'une des principales préoccupations associées à cette technique. En effet, plusieurs études ont montré que les cycles d'humidification et de séchage peuvent altérer significativement les performances des sols traités (Khattab et al., 2007; Chittoori et al., 2018; Gowthaman et al., 2022). Cependant, la plupart des études disponibles s'appuient sur des résultats obtenus à l'échelle macroscopique, alors que les processus de dégradation restent assez mal caractérisés. Stoltz et al. (2014) ont ainsi montré que des modifications significatives de la microstructure du matériau peut avoir lieu lorsqu'une argile traitée à la chaux était exposée à des cycles hydriques. Des transformations physico-chimiques peuvent également se produire pendant les périodes d'humidification et de séchage. En effet, l'augmentation de la succion du sol pendant les phases plus sèches conduit à l'augmentation de la perméabilité à l'air du sol (Roy and Rajesh, 2020), ce qui augmente l'exposition globale du sol au CO₂. L'exposition au CO₂ peut progressivement conduire à la production de calcite dans le sol. Ce phénomène, connu sous le nom de carbonatation, conduit à la décalcification progressive des produits C-S-H, ce qui peut altérer les propriétés macroscopiques du matériau (Vitale et al., 2021). L'exposition à l'eau pendant la phase d'humidification des cycles pourrait aussi favoriser un lessivage progressif du calcium. Certains auteurs ont

montré que le lessivage du calcium peut conduire à une dégradation du comportement mécanique à long terme d'un sol traité à la chaux (Le Runigo et al., 2011). Ainsi, Il existe une connaissance limitée sur les mécanismes impliqués dans les processus d'altération relatifs à l'exposition à des cycles hydriques.

Dans ce contexte, une étude a été réalisée pour comprendre le lien entre l'amplitude des cycles hydriques, les réarrangements de la microstructure, l'altération des propriétés physico-chimiques et la modification du comportement hydromécanique du matériau. Des échantillons traités à la chaux ont ainsi été exposés à des cycles successifs d'humidification et de séchage de différentes amplitudes en utilisant les méthodes de mécanique des sols non saturés. Le comportement hydromécanique du sol argileux a ensuite été déterminé par l'intermédiaire d'essais œdométriques. La microstructure et certaines propriétés physicochimiques ont également été évaluées pour identifier les mécanismes d'altération impliqués.

2. Matériau et méthodes

2.1. Matériau employé

Le matériau étudié est un sol argileux provenant d'Héricourt classifié A4 selon le GTR, et est principalement composé de minéraux argileux tels que l'illite, la muscovite et la montmorillonite, avec la présence de quartz et de feldspaths. Les caractéristiques géotechniques de ce sol sont présentées dans le Tableau 1. Le potentiel de retrait du sol non traité, initialement préparé à sa teneur en eau optimale, est égal à 14,1 %, alors que l'ajout de 1 % de chaux vive a permis de réduire le potentiel de retrait à 0,1 % (Stoltz et al., 2012).

Tableau 1. Propriétés géotechniques de l'argile étudiée.

Passant à 80 μm (%)	Passant à 2 μm (%)	G _s (-)	W _L (%)	W _P (%)	I _P (%)
90	70	2,675	71	29	42

Des échantillons ont été prélevés dans un remblai expérimental construit en 2010 à Héricourt dans le cadre du projet ANR TerDOUEST (2008-2012). Ce remblai a été construit à partir de l'argile d'Héricourt traitée à 4 % de chaux. La mise en place du matériau et du traitement au cours de la construction a été suivie et contrôlée (Froumentin, 2012; Chabrat et al., 2022).

Les échantillons traités à la chaux utilisés ont été collectés en novembre 2021 dans la partie interne du remblai, entre une profondeur de 2 et 3 m de la surface et à environ 6 m du bord du remblai. Le carottage vertical a été réalisé par rotation à l'eau pour assurer la qualité des échantillons de sol. Un taux de récupération moyen de 97 % a été atteint pour les carottes. Toutes les carottes ont été stockées à 20±5 °C avant utilisation. Des échantillons ont également été collectés dans la section non traitée du remblai à une profondeur d'environ 4,00 m de la surface. Les teneurs en eau et les densités sèches ont été mesurées pour chaque carotte tous les 0,30 m. La teneur en eau moyenne était de 37,5±1,7 %, et la densité sèche moyenne était de 1,26±0,05 Mg.m⁻³, conformément aux densités cibles choisies pour la construction (Chabrat et al., 2023). La faible variabilité des valeurs mesurées et la corrélation avec les données recueillies au moment de la construction suggèrent que le carottage n'a eu que peu d'effet sur les échantillons.

2.2. Imposition des cycles hydriques

L'un des principaux objectifs de l'étude est d'évaluer l'impact des amplitudes de succion appliquées lors des cycles d'humidification et de séchage sur le comportement des échantillons traités. Les éprouvettes en sol traités ont été soumises à deux phases de séchage et d'humidification consécutives, au cours desquelles la succion maximale appliquée variait entre 300 kPa et 95 MPa. La valeur minimale a été choisie pour correspondre aux plages enregistrées au bord du remblai de Héricourt, soit environ 300 kPa (Bicalho et al., 2018). La valeur maximale de 95 MPa a été choisie pour faire le lien avec la plupart des études disponibles dans la bibliographie qui incluent des phases de séchages extrêmes comme dans la norme ASTM D559-03 (1995).

Deux méthodes différentes d'imposition de la succion au cours du séchage ont été sélectionnées. La première méthode consiste à utiliser des œdomètres à succion osmotique contrôlée (Delage et al., 1998). Les cycles ont été appliqués entre la saturation ($s = 0$ MPa) et des valeurs de succion allant de 0,30 MPa à 8,00 MPa appliquées aux éprouvettes suivant le protocole développé par Stoltz et al. (2014). La succion nulle a été imposée en utilisant de l'eau pure. La deuxième méthode consiste à utiliser une chambre climatique pour contrôler l'humidité relative du sol. Cette procédure a été sélectionnée pour appliquer des plages de succion plus larges que les succions atteintes avec la méthode osmotique. Cette méthode est dérivée de celle développée par Stoltz et al. (2014) pour simuler des cycles de haute amplitude. Des valeurs d'humidité relative correspondant à 50 % et 80 % ont été choisies, valeurs équivalentes à des succions de 30 MPa et de 95 MPa respectivement.

2.3. Techniques expérimentales

Les éprouvettes de sols ont été tout d'abord taillées à la scie à fil diamanté, puis ajustées à un diamètre de 70 mm. La variation de hauteur des éprouvettes a ensuite été mesurée au cours des cycles. Après exposition aux cycles hydriques, le chargement puis déchargement des éprouvettes s'est effectué en 15 paliers, atteignant une contrainte verticale maximale de 3,9 MPa.

Afin d'évaluer l'impact des cycles hydriques sur la microstructure du matériau, des éprouvettes de sol ont été préparé selon un autre protocole : des cubes d'environ 10 ± 2 mm de côté ont été découpés puis lyophilisés. Ce protocole limite l'impact du séchage sur la microstructure du sol (Cuisinier & Laloui, 2004). Des observations par Microscope Électronique à Balayage (MEB) ont été réalisées en utilisant un microscope Hitachi SU5000. Avant les observations, un revêtement en or a été appliqué sur l'échantillon sur une surface de fracture fraîche. Des images MEB ont été prises à un grossissement de $\times 1000$.

Concernant l'analyse physico-chimique du sol, des mesures de pH ont été effectuées à l'aide d'un pH-mètre SG23. Pour préparer les échantillons pour les tests, ils ont d'abord été tamisés à travers un tamis de 2 mm puis mélangés à de l'eau distillée pour un rapport liquide/solide de 5:1 pendant 1 heure à 20 °C. Dans un second temps, des essais de Fluorescence aux Rayons X (FRX) ont été effectués pour obtenir la composition chimique du sol. Pour l'analyse FRX, un spectromètre M4 Tornado (Bruker AXS microanalyse) équipé d'un détecteur à dispersion d'énergie et d'une source de rayons X au rhodium a été utilisé. Les échantillons de sol lyophilisés et pulvérisés ont été pressés en pastilles avec une force de 30 Mg pendant 45 s dans une presse à pastilles μ -FRX.

3. Résultats

La déformation axiale des échantillons exposés aux cycles d'humidification et de séchage a tout d'abord été déterminée (Figure 1). Après 2 cycles d'humidification et de séchage, l'étendue de la variation de hauteur du matériau semble corrélée à la succion maximale

imposée pendant les cycles, allant de moins de 1 % lors du séchage à 0,30 MPa de succion jusqu'à 8 % lorsque le séchage était effectué à 95 MPa (Figure 1). Pour chaque amplitude de succion appliquée, le premier séchage a systématiquement conduit à un retrait irréversible. La première réhumidification des éprouvettes a conduit à un gonflement limité, résultant en des déformations irréversibles à la fin du premier cycle. Après le premier séchage, les cycles hydriques suivants n'ont pas affectés de manière significative la variation de hauteur des éprouvettes.

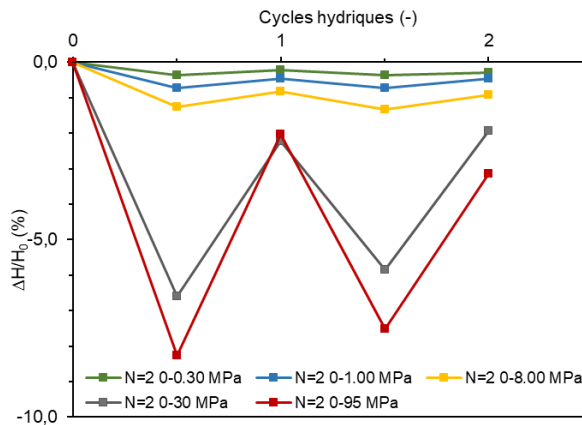


Figure 1. Variations de hauteur obtenues au cours des cycles hydriques pour différentes amplitudes de succions appliquées.

Suite à l'imposition des cycles hydriques, des essais œdométriques ont été effectués afin de déterminer l'évolution de la compressibilité des éprouvettes. L'évolution de la limite d'élasticité en fonction de la succion maximale appliquée au cours des cycles hydriques est présentée en Figure 2. Ces résultats ont été comparés à la limite d'élasticité obtenue sur le sol non exposé aux cycles hydriques. Il est à noter que plus la succion appliquée pendant la phase de séchage est élevée, plus la dégradation du comportement mécanique est importante. Jusqu'à une succion appliquée de 8,00 MPa, la limite d'élasticité du matériau est encore significativement impactée par le traitement à la chaux, ce qui se reflète par des valeurs proches de 1000 kPa. Au-delà de 8,00 MPa, l'effet du traitement à la chaux est fortement atténué, avec des valeurs de limite d'élasticité inférieures à 100 kPa pour 30 MPa et 95 MPa.

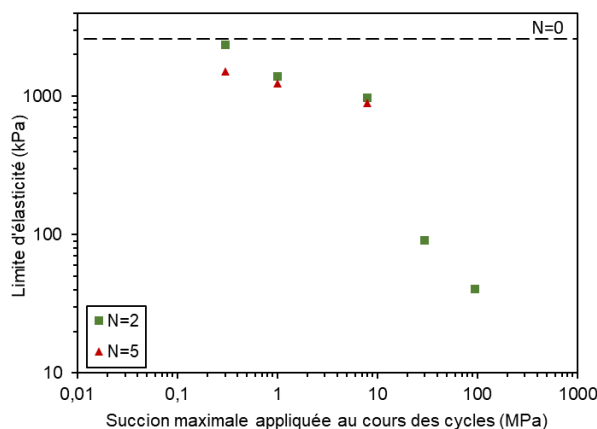


Figure 2. Évolution de la limite d'élasticité en fonction de la succion maximale appliquée au cours des cycles hydriques.

L'évolution de la composition chimique du matériau a ensuite été évaluée par l'intermédiaire de la mesure du pH et de la quantité de calcium exprimée sous forme d'oxyde

(obtenue à partir des FRX) en fonction de l'amplitude de succion appliquée (Figure 3). Le pH de l'éprouvette en sol traité non exposée aux variations hydriques était de 11,20 (Figure 3a), et la quantité de calcium de 8,9 % (Figure 3b). Pour chaque éprouvette testée après 2 cycles hydriques, le pH du sol était assez constant avec des valeurs entre 11,15 et 11,18, valeurs proches des résultats obtenus sur l'éprouvette non exposée aux variations hydriques. La composition chimique du sol n'a également pas clairement évolué, car les variations de calcium sont inférieures à 1 %. Ainsi, ces résultats ont montré que la composition du sol n'a pas évolué pendant l'exposition aux cycles hydriques.

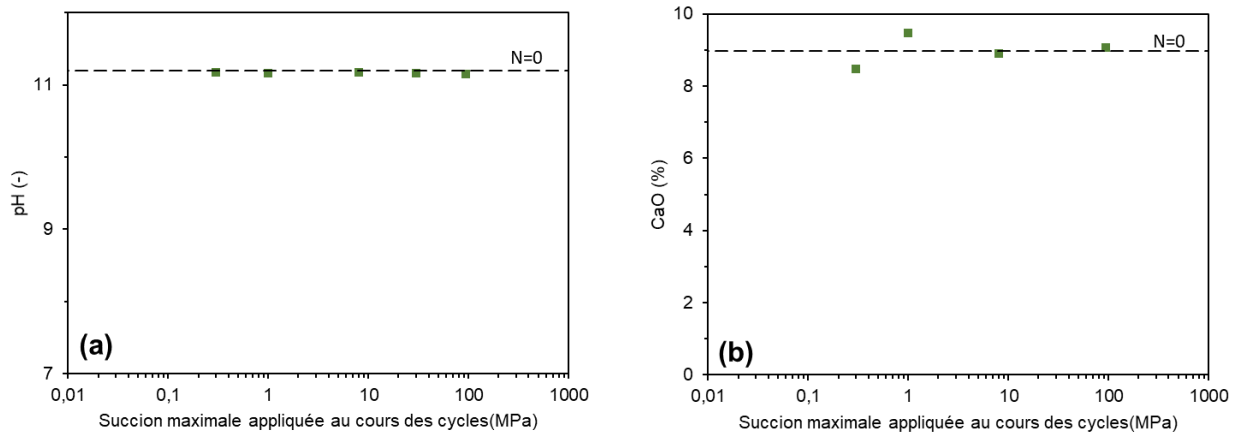


Figure 3. Évolution du pH (a) et de la quantité de calcium (b) exprimée sous forme d'oxide en fonction de la succion maximale appliquée au cours des cycles hydriques.

Des observations au MEB ont été effectuées sur les éprouvettes exposées à différentes amplitudes de séchage au cours des cycles hydriques (Figure 4). Les observations faites sur les éprouvettes exposées à une succion de 0,30 MPa (Figure 4b) ont montré peu de différences avec les observations faites sur le sol traité non altéré (Figure 4a). Le revêtement des particules argileuses, assimilable à la formation d'hydrates au cours des réactions pouzzolaniques, est visible et aucune évolution significative de la structure du matériau n'a pu être observée. En revanche, des fissures longitudinales d'environ 1 μm de large ont pu être observées sur les éprouvettes exposés à une succion de 1,00 MPa (Figure 4c). La formation de macro-pores au cours du séchage était d'autant plus visible à une succion appliquée de 8,00 MPa, même si les composés C-S-H étaient toujours présents sur les agrégats de sol (Figure 4d). À 30 MPa et 95 MPa, des macro-fissures pouvaient également être observées (Figure 4e et Figure 4f), ainsi que l'individualisation de particules d'argile séparées par des pores inférieurs à 1 μm . Ainsi, une dégradation significative de la microstructure a été mise en évidence avec la formation de macropores après les cycles lorsque la succion maximale appliquée pendant le cycle était supérieure à 1 MPa. Au-delà d'une succion appliquée de 8,00 MPa, les cycles ont induit une altération supplémentaire de la microstructure qui a conduit à la formation de microfissures.

4. Discussion

L'objectif de cette section est de déterminer le lien entre l'amplitude des cycles d'humidification et de séchage, et la dégradation de la compressibilité.

Un point clé à considérer dans le cas des sols traités à la chaux est l'impact des cycles hydriques sur les propriétés physico-chimiques du sol. Les résultats obtenus au cours de cette étude ont montré que la quantité de calcium des échantillons est resté constante tout au long des cycles. De plus, la faible évolution du pH au cours des cycles semble indiquer qu'il n'y a pas eu de formation de calcite dans le sol au cours des phases de séchage du matériau. Ainsi, l'impact des processus physico-chimiques tels que la carbonatation ou le

lessivage dans la dégradation mécanique observée après les cycles hydriques ne semble pas être significatif.

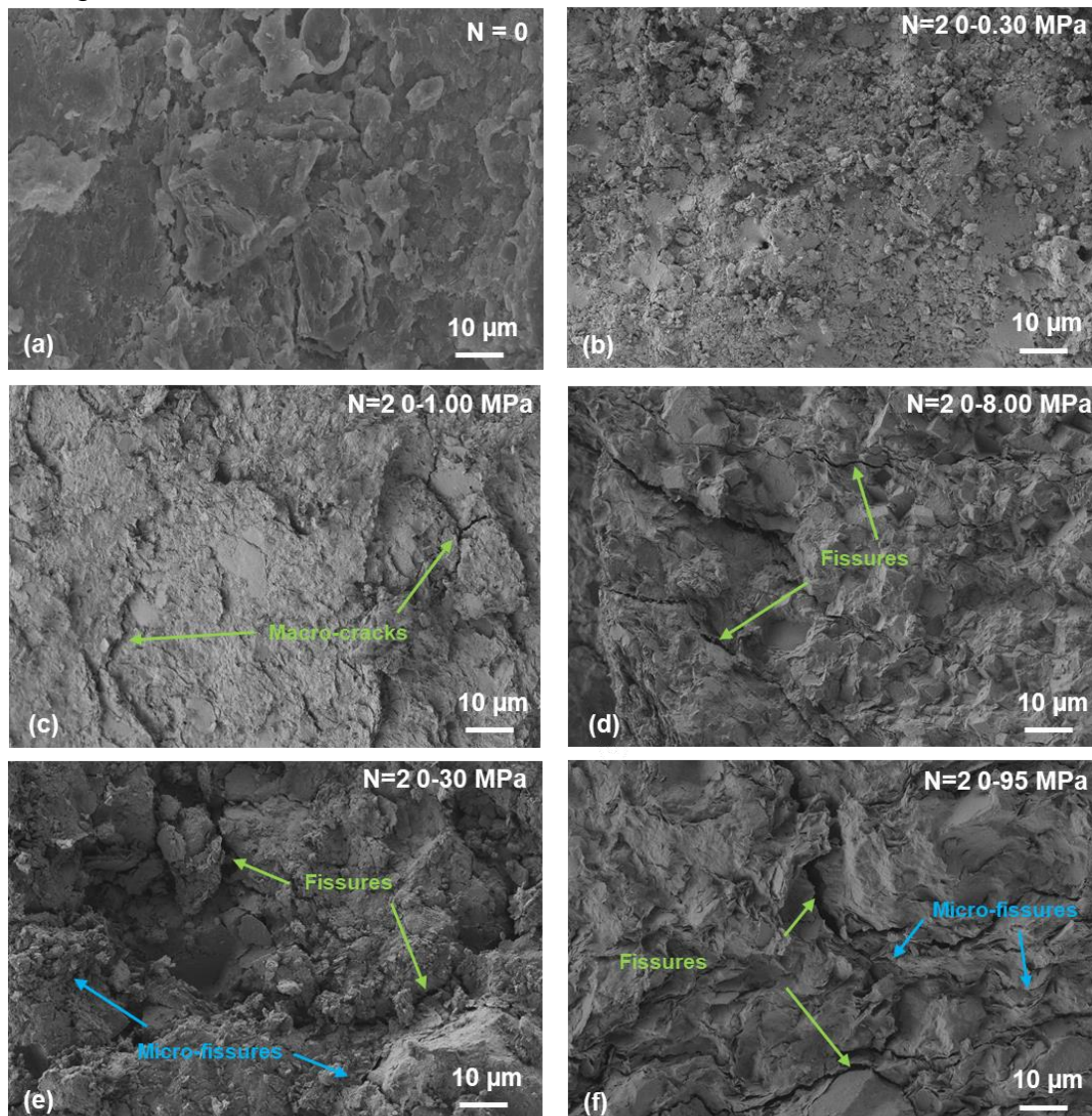


Figure 4. Images MEB des éprouvettes exposées à des cycles de différentes amplitudes de succion.

Pour mieux analyser le rôle de l'amplitude de succion sur la génération de fissures, la courbe de rétention d'eau du sol traité avant d'être exposé aux cycles a été déterminée. La méthode osmotique présentée précédemment a été choisie pour des valeurs de succion entre 0,01 et 8,00 MPa. Pour des gammes de succion plus élevées, la méthode des solutions salines a été choisie (Stoltz et al., 2012). Les résultats ont montré que le point d'entrée d'air du sol traité était voisin de 8,0 MPa. La courbe de rétention permet de quantifier les variations de teneurs en eau associées aux cycles hydriques imposés. Ainsi, lorsque la succion appliquée était inférieure à la valeur d'entrée d'air du sol, la teneur en eau variait entre 33 et 37 %. Au-delà, la teneur en eau imposée pendant la phase de séchage pouvait passer de 37 à moins de 10 %. Les variations de teneurs en eau se produisant au cours des cycles hydriques étaient donc fortement liées aux amplitudes de succions appliquées, ce qui a induit un réarrangement complet de la structure où à la fois la micro- et la macro-porosité étaient modifiées. Ainsi, la désaturation des micro-pores et des macro-pores a conduit à un retrait significatif du matériau, et à une altération significative de la compressibilité du matériau. Ces résultats semblent indiquer qu'une succion dépassant le point d'entrée d'air entraînerait la formation de microfissures et

changerait complètement la réponse hydromécanique du sol traité. Ainsi, le point d'entrée d'air semble être un paramètre clé pour expliquer l'étendue de l'altération de la microstructure et du comportement hydromécanique associée aux cycles hydriques.

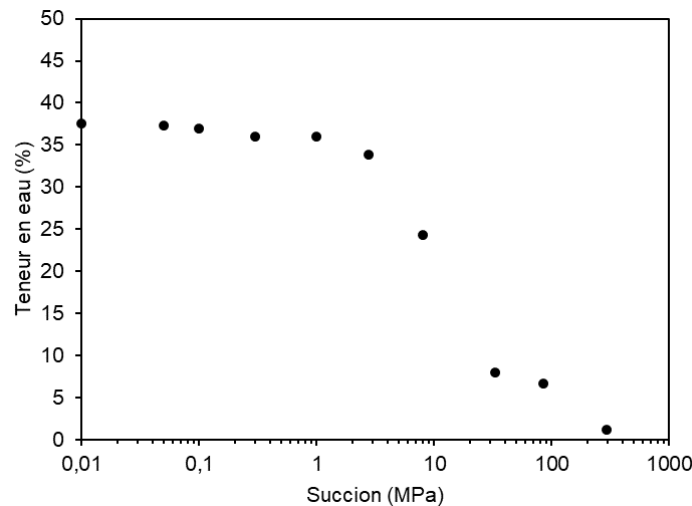


Figure 5. Courbe de rétention du matériau traité non exposé aux cycles hydriques.

5. Conclusion

L'objectif principal de cette étude était d'analyser l'impact de l'amplitude des cycles d'humidification et de séchage sur le comportement d'échantillons traités à 4 % de chaux, et de comprendre les mécanismes de dégradation associés. Des éprouvettes ont été exposés à plusieurs cycles d'humidification et de séchage dont l'amplitude a été contrôlée à l'aide de méthodes d'imposition de la succion. La succion maximale appliquée au cours des cycles variait de 0,30 MPa à 95 MPa. La variation de hauteur a été mesurée au cours des cycles, et la compressibilité du sol a été déterminée par l'intermédiaire d'essais œdométriques. Les modifications structurales à l'échelle microscopique ont été observées au MEB, tandis que les propriétés physico-chimiques ont été évaluées par l'intermédiaire d'essais FRX et de mesure de pH.

L'étude a montré que la compressibilité du matériau traité pouvait être significativement altéré par les périodes d'humidification et de séchage. L'altération du matériau a pu être expliquée par la formation de fissures lors du séchage, sans modifications significatives des propriétés physico-chimiques. Le nombre et l'intensité des fissures dans le matériau traité étaient favorisés par l'augmentation de la succion maximale appliquée. Les résultats ont également montré que si la succion maximale appliquée pendant les cycles était supérieure au point d'entrée d'air du sol, alors une réorganisation complète de la microstructure pouvait être observée, ce qui entraînait la perte totale des effets bénéfiques du traitement. Cette étude contribue ainsi de manière significative à la compréhension des mécanismes de dégradation induits par des cycles hydriques sur les sols traités à la chaux. Des études supplémentaires sont essentielles pour affiner ces recommandations et améliorer la durabilité des structures en sol traité.

6. Remerciements

Ce travail a été réalisé en partie dans le cadre du projet MSCA-RISE GEORES financé par le programme de recherche et d'innovation Horizon 2020 de l'Union européenne à travers l'accord de subvention n°778120.

7. Bibliographie

- ASTM D559-03, 1995. Standard Tests Methods for Wetting and Drying Compacted Soil-Cement Mixtures.
- Bell, F.G., 1996. Lime stabilization of clay minerals and soils. *Engineering Geology* 42, 223–237. [https://doi.org/10.1016/0013-7952\(96\)00028-2](https://doi.org/10.1016/0013-7952(96)00028-2)
- Bicalho, K.V., Boussafir, Y., Cui, Y.-J., 2018. Performance of an instrumented embankment constructed with lime-treated silty clay during four-years in the Northeast of France. *Transportation Geotechnics* 17, 100–116. <https://doi.org/10.1016/j.trgeo.2018.09.009>
- Chabrat, N., Cuisinier, O., Khatib, M., Masrouri, F., 2022. Impact des conditions environnementales sur le comportement hydromécanique à long terme de sols traités, JNGG 2022, Nov 2022, Lyon, France 9.
- Chabrat, N., Cuisinier, O., Masrouri, F., 2023. In Situ Alteration of the Hydro-Mechanical Behaviour of a Compacted Stabilised Expansive Soil. *Geotechnics* 3, 921–936. <https://doi.org/10.3390/geotechnics3030049>
- Chittoori, B.C.S., Puppala, A.J., Pedarla, A., 2018. Addressing Clay Mineralogy Effects on Performance of Chemically Stabilized Expansive Soils Subjected to Seasonal Wetting and Drying. *J. Geotech. Geoenviron. Eng.* 144, 04017097. [https://doi.org/10.1061/\(ASCE\)GT.1943-5606.0001796](https://doi.org/10.1061/(ASCE)GT.1943-5606.0001796)
- Cuisinier, O., Laloui, L., 2004. Fabric evolution during hydromechanical loading of a compacted silt. *Int. J. Numer. Anal. Meth. Geomech.* 28, 483–499. <https://doi.org/10.1002/nag.348>
- Froumentin, 2012. TerDOUEST National Project ANR-07-PCGU-006-10. Cete Normandie Centre France.
- Gowthaman, S., Nakashima, K., Kawasaki, S., 2022. Effect of wetting and drying cycles on the durability of bio-cemented soil of expressway slope. *Int. J. Environ. Sci. Technol.* 19, 2309–2322. <https://doi.org/10.1007/s13762-021-03306-1>
- Khattab, S.A., Al-Mukhtar, M., Fleureau, J.-M., 2007. Long-Term Stability Characteristics of a Lime-Treated Plastic Soil. *Journal of Materials in Civil Engineering* 19, 358–366. [https://doi.org/10.1061/\(ASCE\)0899-1561\(2007\)19:4\(358\)](https://doi.org/10.1061/(ASCE)0899-1561(2007)19:4(358))
- Le Runigo, B., Ferber, V., Cui, Y.J., Cuisinier, O., Deneele, D., 2011. Performance of lime-treated silty soil under long-term hydraulic conditions. *Engineering Geology* 118, 20–28. <https://doi.org/10.1016/j.enggeo.2010.12.002>
- Nalbantoglu, Z., Tuncer, E.R., 2011. Compressibility and hydraulic conductivity of a chemically treated expansive clay. *Canadian Geotechnical Journal.* <https://doi.org/10.1139/t00-076>
- Roy, S., Rajesh, S., 2020. The coupled effect of suction and net stress on the air permeability of compacted soils. *Géotechnique Letters.* <https://doi.org/10.1680/jgele.19.00056>
- Stoltz, G., Cuisinier, O., Masrouri, F., 2014. Weathering of a lime-treated clayey soil by drying and wetting cycles. *Engineering Geology* 181, 281–289. <https://doi.org/10.1016/j.enggeo.2014.08.013>
- Stoltz, G., Cuisinier, O., Masrouri, F., 2012. Multi-scale analysis of the swelling and shrinkage of a lime-treated expansive clayey soil. *Applied Clay Science* 61, 44–51. <https://doi.org/10.1016/j.clay.2012.04.001>
- Vitale, E., Deneele, D., Russo, G., 2021. Effects of carbonation on chemo-mechanical behaviour of lime-treated soils. *Bull Eng Geol Environ* 80, 2687–2700. <https://doi.org/10.1007/s10064-020-02042-z>
- Wassermann, A., Abdallah, A., Cuisinier, O., 2022. Impact of wetting and drying cycles on the mechanical behaviour of a cement-treated soil. *Transportation Geotechnics* 36, 100804. <https://doi.org/10.1016/j.trgeo.2022.100804>