

ANALYSE MULTI-ECHELLE DU COMPORTEMENT D'UN SABLE TRAITÉ SOUMIS A DES CYCLES HYDRIQUES

MULTI-SCALE ANALYSIS OF THE BEHAVIOUR OF A CEMENTED SAND EXPOSED TO WETTING AND DRYING CYCLES

Alice WASSERMANN¹, Cécile DILIBERTO², Jean-Michel MECHLING², Adel ABDALLAH³, Olivier CUISINIER³

¹ Terrasol – SETEC-Terrasol – Paris, France

² IJL - Université de Lorraine – CNRS – Nancy, France

³ LEMTA – Université de Lorraine – CNRS – Nancy, France

RÉSUMÉ – L'objectif de cet article est de mieux comprendre les processus induits par un grand nombre de cycles de séchage-humidification, tant sur le plan mécanique que physico-chimique. Cette étude montre que la diminution limitée des performances mécaniques des éprouvettes à la suite des cycles hydriques s'accompagne de modifications importantes à l'échelle microscopique.

ABSTRACT – The aim of this article is to better understand the processes induced by a large number of wetting and drying cycles, in both mechanical and physico-chemical terms. This study shows that the limited decrease in mechanical performance of the specimens following hydric cycles is however linked to significant changes on a microscopic scale.

1. Introduction

Le traitement des sols à l'aide de liants hydrauliques est une technique utilisée pour améliorer les propriétés des sols pour la construction de structures en terre telles les digues et les remblais. Plusieurs auteurs ont montré que les cycles d'humidification et de séchage peuvent altérer le comportement mécanique des sols traités. L'ampleur de la dégradation est fonction de plusieurs paramètres, tels que la densité sèche initiale du sol traité, la teneur en eau, la minéralogie et la quantité de liant. Un autre facteur important est la méthode employée pour appliquer les cycles d'humidification et de séchage dans les études de laboratoire. De nombreuses approches pour imposer des cycles de séchage-humidification ont été employées avec des durées variables pour les phases d'humidification et de séchage, diverses techniques d'humidification (telles que la remontée capillaire ou l'immersion), et différentes températures de phase de séchage (séchage à l'air ou à l'étuve). La plupart des études antérieures ont appliqué des conditions de mise en œuvre des cycles dérivées de la norme ASTM D559 (ASTM 2015), qui propose une immersion de 5 heures dans de l'eau à température ambiante, suivie de 42 heures de séchage à l'étuve à 71°C. Cependant, cette méthode peut être considérée comme agressive par rapport aux sollicitations endurées sur site par les ouvrages géotechniques puisqu'elle comprend une immersion totale des échantillons et un séchage complet sous température élevée imposée. Certains auteurs ont évalué l'impact de l'amplitude du cycle de séchage-humidification, par exemple en appliquant des techniques de contrôle de la succion. Ils ont signalé que la dégradation des performances mécaniques augmentait avec l'amplitude des cycles de séchage-humidification (par exemple Menaceur et al., 2021). L'impact du protocole d'humidification doit également être soigneusement pris en compte. L'immersion des échantillons dans l'eau peut également induire le lessivage progressif du produit de traitement au fil du temps, ce qui peut entraîner une diminution de la performance du sol à long terme. Les conditions thermiques sont également d'une importance primordiale puisque les réactions de prise du ciment sont influencées par la température. La variation

des conditions expérimentales peut également déclencher différents mécanismes d'altération associés aux cycles, conduisant à un changement de comportement significatif par rapport à ce qui pourrait se produire in situ. Certains auteurs ont également mis en évidence le rôle de la carbonatation sur le comportement à long terme des sols traités. L'ampleur de la dégradation causée par la carbonatation est fonction de la température et de l'humidité relative (Vitale et al. 2021).

Dans ce contexte, l'objectif principal de cette étude était d'analyser l'impact du protocole de séchage sur le vieillissement du sable traité au ciment exposé à des cycles d'humidification et de séchage à différentes échelles. L'analyse du comportement mécanique des échantillons a été associée à une étude de la microstructure après les cycles, et complétée par une analyse physico-chimique du sable traité au ciment.

2. Matériel et méthodes

2.1. Préparation des échantillons

Le sol sélectionné est un sable échantillonné dans l'Est de la France. Selon le système de classification français (GTR, 2023), il est classé comme un sol de type S1, et selon la classification USCS (Unified Soil Classification System), il est classé comme un sol SW. Le D_{50} est de 0,8 mm. La courbe granulométrique du sol est donnée en Figure 1. Le ciment Portland choisi pour cette étude est un CEM I 52.5 N. Ce ciment a une densité de 3.15. Le sable et le ciment ont été mélangés à la main, puis de l'eau a été ajoutée pour atteindre une teneur en eau de 7 %. Une fois le mélange homogène, il a été compacté en trois couches à l'aide d'un piston et d'une presse manuelle dans un moule en deux parties (100 mm de haut et 50 mm de large). Le poids volumique sec visé était de 17 kN.m^{-3} .

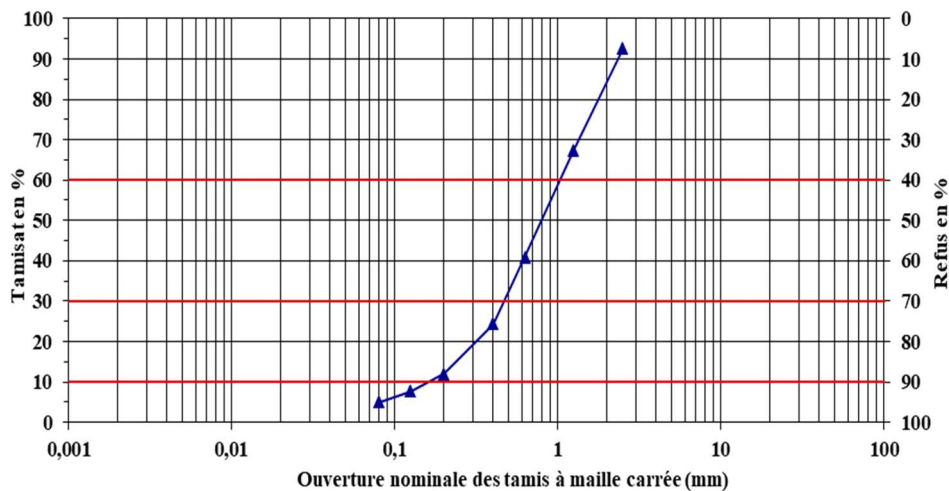


Figure 1: Courbe granulométrique du sol d'étude

2.2. Cycles de séchage-humidification

Pour évaluer l'impact de l'intensité des cycles sur le comportement mécanique, deux méthodes différentes de cycles de séchage-humidification ont été utilisées. La norme ASTM D559 (ASTM, 2015) a servi de base pour le cycle de type I. Les échantillons ont été immergés dans l'eau à température ambiante pendant 8 heures et séchés dans une étuve pendant 16 heures à $65 \text{ }^{\circ}\text{C}$. Le protocole du cycle de type II a été inspiré de la littérature (Mehenni, 2015). L'immersion dans l'eau pendant 48 heures a été utilisée pour réaliser le processus d'humidification. La phase de séchage a été réalisée dans une chambre climatique à une température de $20 \text{ }^{\circ}\text{C}$ et une humidité relative de 50 % pendant 120 heures. La principale différence entre les deux cycles est le protocole de séchage. Comparé au

cycle de type I, le cycle de type II était considéré comme moins agressif. Il a pour but d'imposer un vieillissement plus proche des conditions environnementales auxquelles un ouvrage géotechnique est censé être exposé au cours de sa durée de vie.

2.3. Essais triaxiaux

La campagne d'essais triaxiaux a été menée avec des essais consolidés drainés (CD) qui ont été réalisés sur un appareil triaxial conventionnel. Dans cet article, seuls les résultats obtenus avec une pression de confinement de 100 kPa sont présentés. La vitesse de cisaillement a été fixée à 0,1 mm/min. De plus amples détails sur le protocole expérimental sont disponibles dans Wassermann et al. (2022).

2.4. Protocole d'essais physico-chimiques

Des observations à l'échelle microscopique ont été effectuées sur des cassures fraîches de l'échantillon à l'aide d'un microscope électronique à balayage (MEB). Les images d'électrons secondaires (SE) ont été traitées à une tension d'accélération de 15 kV et à une distance de travail de 15 mm. Le MEB utilisé dans cette étude était un TESCAN® Vega3. Les échantillons ont été stockés dans un dessiccateur après les cycles ou après le temps de prise avant d'être séchés à l'étuve à 65°C. Ils ont ensuite été découpés en morceaux cubiques de 1 à 2 cm de côté et leur surface a été métallisée. Les techniques de diffraction des rayons X (DRX) et l'analyse thermogravimétrique/analyse thermique différentielle (TGA/DTA) ont été utilisées pour suivre l'altération des phases cimentaires au cours des cycles.

2.5. Programme expérimental

Les échantillons préparés avec 4 % de ciment ont été soumis à des cycles de séchage-humidification. Chaque échantillon a été dupliqué avec une éprouvette témoin qui a été fabriquée en même temps et conservée dans des caissons scellés à une température ambiante contrôlée. Alors que l'éprouvette testée a été soumise à des cycles de séchage-humidification, l'éprouvette témoin n'a été soumise à aucune sollicitation. Les essais triaxiaux ont été réalisés le même jour sur les deux échantillons après 1, 3, 6, 9, 12, 18 et 24 cycles. Pour les cycles de type I, l'ensemble de la procédure a nécessité près d'un mois d'expérimentation, alors qu'il a fallu 6 mois pour les cycles de type II. La réalisation de l'ensemble de la campagne d'essais a permis de constituer une base de données de 130 résultats d'essais. Les analyses physico-chimiques et les études microstructurales ont été effectuées sur des échantillons exposés à 24 cycles ainsi que sur un échantillon ayant fait cure dans un caisson scellé.

3. Comportement mécanique

Pour un sable traité au ciment à 4 % après une cure de 14 jours à teneur en eau constante, la contrainte déviatorique maximale q_{max} a été déterminée comme étant d'environ 1550 kPa en effectuant 4 essais triaxiaux. Cette valeur sera prise comme référence pour quantifier l'impact des cycles.

Après un cycle, q_{max} était égal à 1146 kPa et 1268 kPa pour les cycles de type-I et de type-II (Figure 2). Le premier cycle a diminué la contrainte déviatorique maximale de 26 % pour le cycle de type I et de 18 % pour le cycle de type II par rapport à l'éprouvette témoin ayant fait cure à une teneur en eau constante. Les cycles suivants ont entraîné une légère augmentation de q_{max} . Pour les deux types de cycles, on observe une augmentation de q_{max}

après les trois premiers cycles, jusqu'à 1376 kPa pour les cycles de type I et 1323 kPa pour les cycles de type II.

Pour les cycles de type I, la contrainte déviatorique maximale a ensuite diminué jusqu'au 12^{ème} cycle, atteignant une valeur de 1022 kPa. Ensuite, jusqu'au 24^{ème} cycle, la contrainte déviatorique maximale tend à se stabiliser. On note une diminution du module sécant à 50% de résistance, E_{50} , avec les cycles.

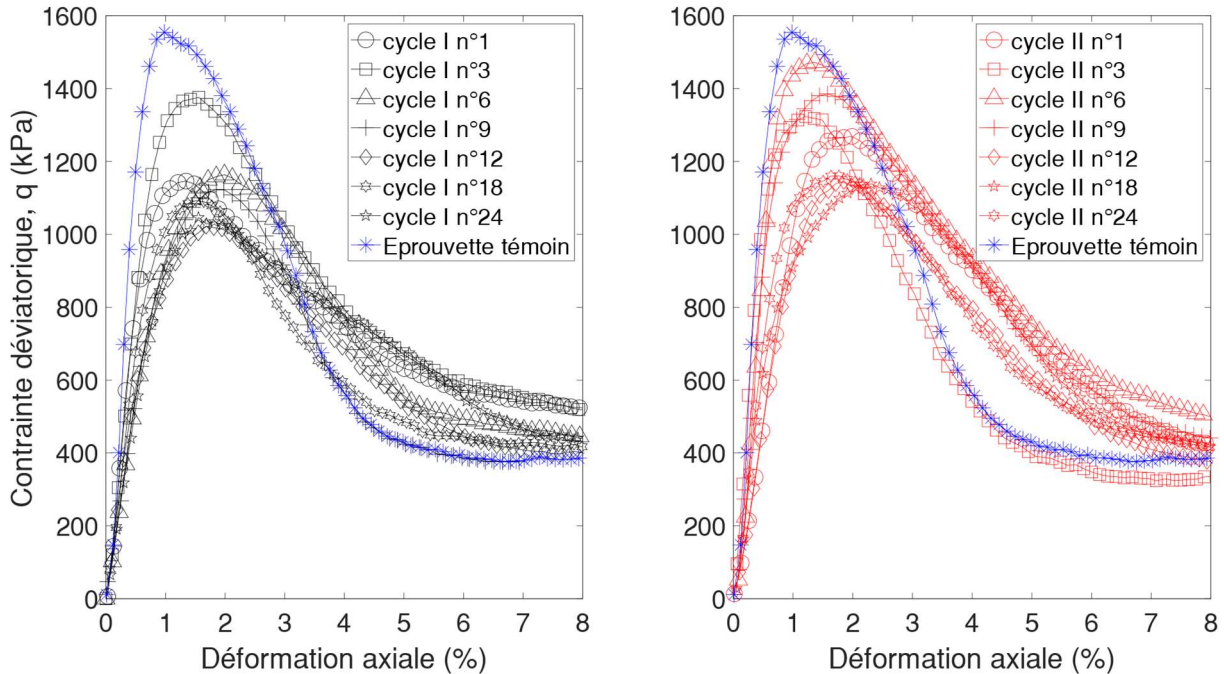


Figure 2. Influence des cycles de séchage-humidification sur le comportement en contrainte-déformation après des cycles de type I (à gauche) et type II (à droite).

En ce qui concerne les cycles de type II, le q_{max} a continué à augmenter jusqu'au 6^{ème} cycle pour atteindre une valeur de 1472 kPa. Ensuite, il a diminué jusqu'au 12^{ème} cycle pour atteindre 1145 kPa (-26% par rapport à l'éprouvette témoin). De même que pour les cycles de type I, les valeurs de la contrainte déviatorique maximale sont restées constantes jusqu'au 24^{ème} cycle (1138 kPa après 18 cycles et 1160 kPa après 24). Une comparaison des contraintes déviatoriques maximales après chaque cycle est présentée à la Figure 3.

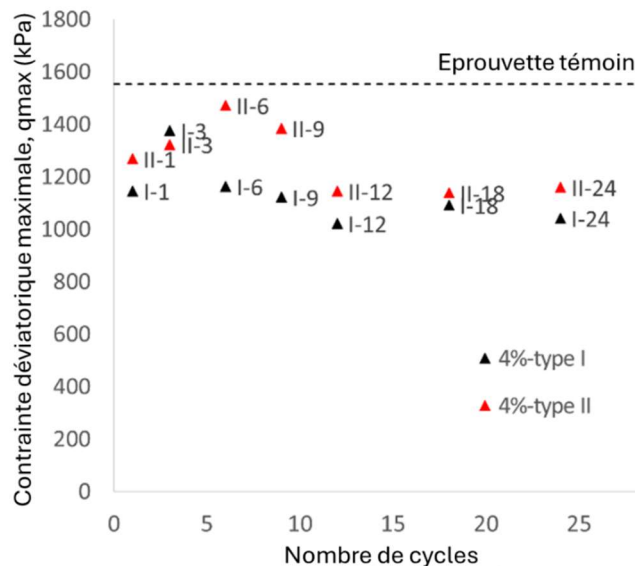


Figure 3. Influence du type et du nombre de cycles de séchage-humidification sur la contrainte déviatorique maximale.

4. Observations au MEB

Le gel cimentaire semble encapsuler de manière homogène la surface des grains de sable et créer un revêtement sur les grains (Figure 4a et b). Après 24 cycles de type I, la porosité reste ouverte avec des pores d'environ quelques dizaines de micromètres (Figure 4c et d). Au grossissement 350X, la pâte cimentaire semble encore recouvrir les grains de sable. Quelques fissures sont perceptibles sur toute la surface et sont observées dans ce qui semble être des composés secondaires. Ces fissures sont plus visibles à un grossissement de 1000X. De plus, à ce grossissement, des composés en forme d'aiguille d'environ 20 μm de long ont été détectés à l'intérieur des pores. Après 24 cycles de type II, la porosité semble plus fermée que dans les autres échantillons (Figure 4e et f). À un grossissement plus élevé, des composants en forme d'aiguille sont trouvés ; ils semblent être plus nombreux qu'après les cycles de type I et couvrent presque toute la surface des grains de quartz observés. De plus, les aiguilles semblent plus longues que 20 μm , ce qui indique qu'elles sont probablement encore en train de se développer dans les pores.

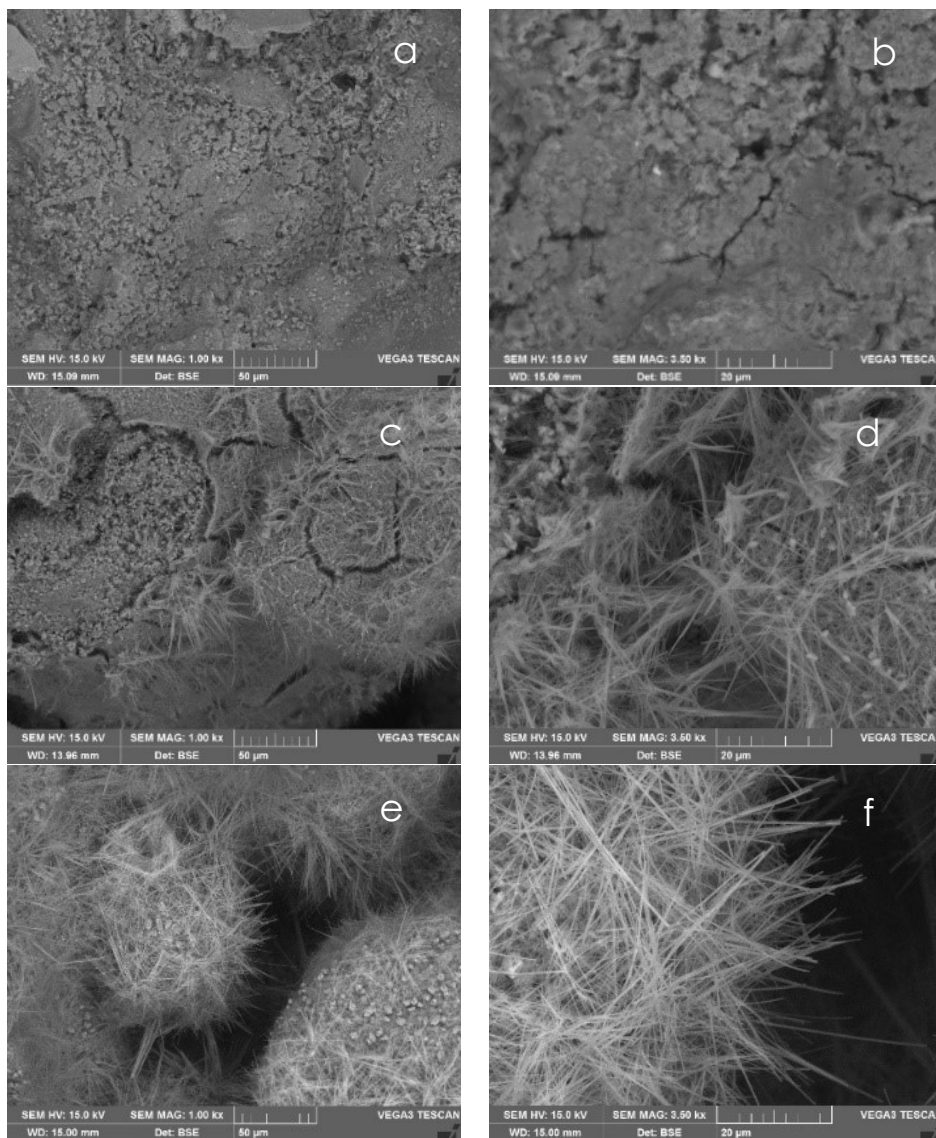


Figure 4. Microstructure des échantillons avant (a & b), après 24 cycles I (c & d) et 24 cycles II (e & f).

5. Analyses thermogravimétriques et diffraction aux rayons X

Pour l'échantillon ayant fait cure à une teneur en eau constante, on observe un pic entre 110 °C et 180 °C environ, qui correspond à la décomposition des composés cimentaires hydratés tels que l'ettringite ou le CSH, ainsi que de l'eau résiduelle (Figure 5). Il y a un pic à environ 450 °C, qui est le pic d'identification de la décomposition de la portlandite. L'ATG des échantillons après cycles (types I et II) a montré qu'il y a une perte de masse importante entre 600 °C et 800 °C, qui correspond à la perte de carbonates (CaCO₃) tels que la calcite. Dans le cas de l'échantillon après 24 cycles de type II, on observe un pic important entre 110 et 180 °C, indiquant la présence de composés cimentaires tels que l'ettringite. Ce pic est moins visible après les cycles de type I. Pour les deux échantillons après les cycles, il n'y a pas de pic à environ 450 °C. La quantité de calcite est plus élevée après les cycles de type II qu'après les cycles de type I, ce qui est en accord avec les observations DRX comme on peut le voir sur la Figure 6. Sur les spectres de diffraction aux rayons X des échantillons ayant fait cure à teneur en eau constante, les espèces identifiées sont le quartz, l'ettringite, la calcite et la portlandite. Dans les échantillons après cycles, la portlandite n'est plus identifiée et les pics de calcite sont d'intensité plus forte. Après les cycles de type II, les pics de calcite et d'ettringite sont de plus grande intensité qu'après les cycles de type I.

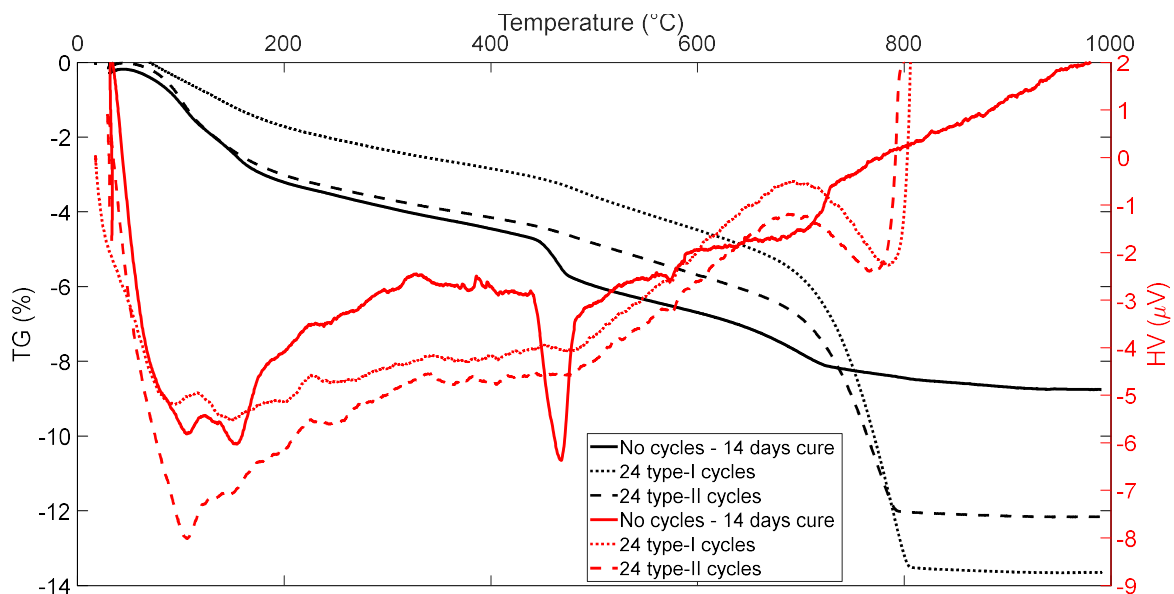
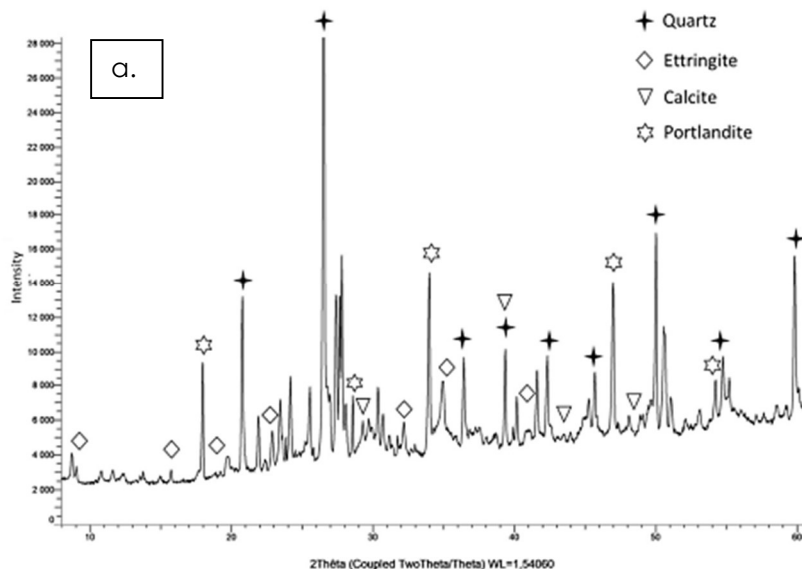


Figure 5. Courbes d'analyses thermogravimétriques après cure à teneur en eau constante et après les cycles.



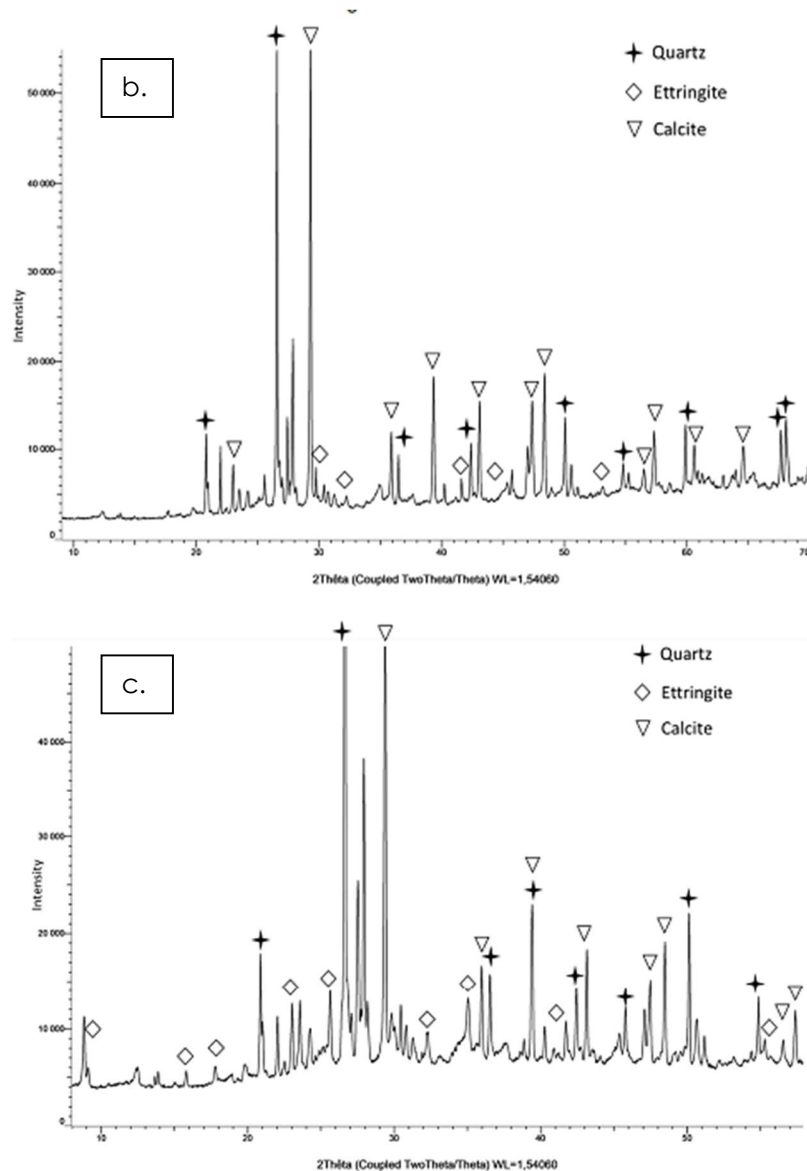


Figure 6 : Diffractogrammes pour des échantillons a. après cure à teneur en eau constante, b. après 24 cycles de type-I et c. après 24 cycles de type-II.

6. Conclusions

L'objectif de cette étude était de mieux comprendre les processus induits par un grand nombre de cycles de séchage-humidification, tant sur le plan mécanique que physico-chimique. Les résultats ont montré que les cycles induisent une dégradation limitée du comportement mécanique macroscopique des échantillons de sable après le 24^{ème} cycle. Malgré cet impact limité des cycles à l'échelle macroscopique, l'analyse physico-chimique et microstructurale a montré que les cycles avaient un fort impact sur les phases cimentaires avec deux processus majeurs associés : la carbonatation et la formation d'ettringite.

La modification des processus d'humidification et de séchage a non seulement légèrement impacté le comportement macromécanique mais aussi la microstructure en influençant les processus physico-chimiques impliqués. En effet, les liants hydrauliques sont sensibles à plusieurs conditions externes, telles que les variations de température ou d'humidité, qui pourraient favoriser des processus tels que la carbonatation. Ce phénomène a été mis en évidence dans les échantillons après les cycles de séchage-humidification.

Cette étude a démontré que les transformations minéralogiques intenses qui ont affecté les phases cimentaires n'ont eu qu'un effet limité sur le comportement mécanique

macroscopique du sol traité au ciment. Elle a également mis en évidence l'importance des conditions d'imposition des cycles. En effet, il a été démontré que le type de cycles a un impact à la fois sur le comportement mécanique et sa dégradation ainsi que sur l'étendue de la formation d'ettringite et de la carbonatation.

7. Références bibliographiques

- ASTM (2015) D559/D559M – 15: Standard Test Methods for Wetting and Drying Compacted Soil-Cement Mixtures.
- Cerema (2023) IDRRIM. Guide des terrassements des remblais et des couches de forme. Fascicule 1 - Principes Généraux
- Mehenni A (2015) Comportement hydromécanique et érosion des sols fins traités. Thèse de doctorat, Université de Lorraine, France.
- Menaceur H, Cuisinier O, Masroui F and Eslami H (2021) Impact of monotonic and cyclic suction variations on the thermal properties of a stabilized compacted silty soil. *Transportation Geotechnics* 28:100515.
- Vitale E, Deneele D and Russo G (2021) Effects of carbonation on chemo-mechanical behaviour of lime-treated soils. *Bull Eng Geol Environ* 80:2687–2700.
- Wassermann A, Abdallah A and Cuisinier O (2022) Impact of wetting and drying cycles on the mechanical behaviour of a cement-treated soil. *Transportation Geotechnics* 36.