

ETUDE DE LA CARBONATATION D'UN SOL LIMONEUX TRAITÉ À LA CHAUX APRES 1 AN D'EXPOSITION À L'AIR

STUDY OF CARBONATION IN LIME-TREATED SILTY SOIL AFTER 1 YEAR'S EXPOSURE TO AIR

Lucile SAUSSAYE¹, Andry RAZAKAMANANTSOA², Dimitri DENELEE², Geetanjali DAS³

¹ Cerema, équipe de recherche ENDSUM, Blois, France

² Université Gustave Eiffel, GERS/GIE, Bouguenais, France

³ University College of Dublin, School of Civil Engineering, Ireland

RESUME – L'effet de la carbonatation est étudié sur un remblai en sol limoneux traité à la chaux, exposé à l'air pendant 1 an. La carbonatation du limon traité à la chaux s'est produite sur des échantillons prélevés jusqu'à 4,2 cm de profondeur. Le processus provoque l'apparition de macropores de diamètre 20 000-100 000 Å, au détriment des mésopores développés grâce au traitement à la chaux.

ABSTRACT – The effect of carbonation on a one-year atmospherically exposed lime-treated silty soil embankment is investigated. The carbonation is found to have occurred on specimens sampled up to 4.2 cm depth. The mechanism is found to increase macropores of diameter 20000–100000 Å, at the expense of the mesopores developed by lime treatment.

1. Introduction

Le traitement du sol à la chaux est actuellement une pratique employée pour améliorer les propriétés du sol. Il a été démontré qu'un sol traité à la chaux pouvait présenter une amélioration significative de l'ouvrabilité et de la résistance par rapport au sol naturel (Akula et al., 2020 ; Arandigoyen et al., 2006 ; Bandipally et al., 2018 ; Das et al., 2020, 2021, 2022 ; Little, 1995 ; Diamond et al., 1965 ; Padmaraj et Arnepalli, 2021), propriétés nécessaires à la réalisation des ouvrages. A court terme, la chaux améliore la maniabilité du sol, en s'hydratant au contact de l'eau du sol et en modifiant sa texture. A long terme, les réactions pouzzolaniques produisent des liaisons chimiques renforçant la structure du sol et améliorant ses performances hydromécaniques (Akula et al., 2020 ; Das et al., 2020, 2021, 2022).

Pour répondre à la question de la durabilité du traitement des sols à la chaux, certains auteurs se sont intéressés à des ouvrages exposés plusieurs années à leur environnement (donc à des échanges sol-atmosphère). Akula et al. (2020) ont présenté les performances du canal Friant-Kern en Californie, dont les talus, initialement constitués d'argiles plastiques sensibles à l'érosion, ont été traités avec 4% de chaux vive. 40 ans après la construction, il a été constaté une augmentation de la résistance mécanique de l'argile traitée à la chaux, une réduction de son potentiel de gonflement et une augmentation de sa résistance à l'érosion, soit une bonne stabilité géomécanique. Das et al. (2020) ont travaillé sur un remblai expérimental en limon traité avec 2,5% de chaux vive, exposé pendant 7 ans à l'environnement. Les échantillons prélevés dans le remblai ont montré une résistance à la compression simple moyenne d'environ 3,3 MPa, liée au développement de composés cimentaires à long terme, par réactions pouzzolaniques.

Cependant, l'exposition des ouvrages en sol traité à la chaux à leur environnement entraîne une carbonatation. La carbonatation est définie comme une réaction dans laquelle le CO₂ de l'air se diffuse à travers le sol traité à la chaux et des composés cimentaires, se dissout dans l'eau interstitielle, réagit avec le Ca²⁺ dissous et produit des carbonates de calcium (CaCO₃) (Arandigoyen et al., 2020 ; Bandipally et al., 2018 ; Padmaraj et Arnepalli, 2021 ; Deneele et al., 2021). La précipitation du carbonate de calcium consomme la chaux disponible pour les réactions pouzzolaniques. Les composés pouzzolaniques ne participent

alors que faiblement à l'augmentation des performances mécaniques du sol traité à la chaux à long terme (Deneele et al., 2021). La profondeur de carbonatation est marquée par plusieurs facteurs tels que la température, l'humidité relative (HR), la concentration en CO₂ (Xu et al., 2020), le type de sol et la minéralogie (Bandipally et al., 2018 ; Deneele et al., 2021), la quantité de liant et le temps de cure (Deneele et al., 2021).

Deneele et al. (2021) ont démontré que l'évolution de la profondeur de carbonatation était influencée par le dosage en chaux ajouté au sol. Après 28 jours de carbonatation, un sol traité avec 2% de chaux a une profondeur de carbonatation environ deux fois plus élevée que le même sol traité avec 5% de chaux. Ils ont également évalué l'impact de la carbonatation sur l'évolution de la résistance à la compression simple d'éprouvettes de sol traité à la chaux soumises à une carbonatation accélérée ou non. Ils ont montré que les éprouvettes, lorsqu'elles sont exposées à la carbonatation, voient leur résistance augmenter en présence de carbonates de calcium (CaCO₃), qui contribue à la rigidification du sol.

Netterberg et Paige-Green (1984) ont souligné l'importance de protéger une couche de sol traité à la chaux peu après la construction afin d'éviter sa carbonatation. Ils ont signalé l'effet néfaste de la carbonatation sur la tenue de la couche à long terme, qui peut réduire la durée de vie de l'ensemble de l'ouvrage (infrastructure routière). Bagonza et al. (1987) ont mis en évidence une réduction de 45 à 70% de la résistance mécanique d'un sol traité à la chaux carbonaté à 7 ans.

Toutefois, les observations à l'échelle d'un ouvrage construit en sol traité à la chaux, exposé au CO₂ atmosphérique, restent limitées. La plupart des études en laboratoire impliquent l'utilisation d'une teneur en CO₂ variant de 5 à 20%, ce qui est beaucoup plus élevé que le CO₂ atmosphérique ($\approx 0,03\%$) auquel un sol traité à la chaux in situ est exposé. Une différence significative entre l'évolution de la résistance mécanique des échantillons de sol traité à la chaux carbonatés par exposition à l'air (atmosphère) et ceux carbonatés dans des conditions de laboratoire contrôlées a été rapportée par Deneele et al. (2021). Il est donc essentiel d'étudier le phénomène de carbonatation in situ, sur un ouvrage en sol traité à la chaux soumis à des contraintes atmosphériques.

Dans ce contexte, la présente étude vise à étudier l'évolution de la profondeur de carbonatation dans un remblai expérimental en limon traité à la chaux, qui a été exposé au CO₂ atmosphérique pendant une période de plus d'un an. L'étude est réalisée sur des échantillons prélevés à différentes profondeurs perpendiculairement à la surface du talus du remblai. La première partie de l'étude explique la méthode d'échantillonnage. Ensuite, des analyses chimiques et microstructurales ont été effectuées sur les échantillons afin d'étudier l'effet de la carbonatation. Enfin, l'effet de la carbonatation sur le sol traité est discuté.

2. Remblai étudié, échantillons et méthodes

2.1. Matériaux constitutifs du remblai

Cette étude porte sur des échantillons prélevés sur le remblai en limon traité avec 2,5% de chaux vive présenté par Das et al. (2020). Le remblai a été construit dans le cadre du projet DOFEAS (Digues et Ouvrages Fluviaux : Erosion, Affouillement, Séisme), sur le site du Centre d'Expérimentation et de Recherche du Cerema de Rouen, en 2011, en utilisant un limon provenant de Marche-Les-Dames, en Belgique. Les principales propriétés géotechniques et hydrauliques du limon et du limon traité à la chaux entre la construction du remblai et 1 an après la construction, les informations concernant la construction du remblai et le climat environnant ont été présentés par Makki-Szymkiewicz et al. (2015).

2.2. Échantillons prélevés sur le remblai

Le remblai étudié a été exposé à son environnement pendant 7 ans. Après 7 ans, des échantillons ont été prélevés à différentes profondeurs, de la surface du talus vers le cœur du remblai, et des essais de caractérisation physico-chimique, mécanique et microstructurale ont été réalisés. Les résultats de ces essais sont rapportés par Das et al. (2020).

Das et al. (2020) ont démontré que les échantillons de limon traité avec 2,5% de chaux vive prélevés dans la couche superficielle du remblai, c'est-à-dire une couche allant jusqu'à 12 cm de profondeur perpendiculairement à la surface du talus, présentaient une baisse de pH et de la teneur en eau en raison des interactions sol-atmosphère. Après cette première phase de prélèvement sur une profondeur d'une quinzaine de centimètres, la couche superficielle a été retirée. Des échantillons de limon traité à la chaux compactés ont été prélevés dans le cœur du remblai. Ces échantillons ont un pH compris entre 11,1 et 11,7. L'analyse au microscope électronique à balayage a révélé la présence de composés cimentaires, ce qui prouve la persistance de l'effet de la chaux dans le remblai.

Après le retrait de la couche superficielle, le cœur du remblai a été exposé à l'atmosphère pendant une année supplémentaire, afin d'étudier l'effet de l'interaction du cœur du remblai avec l'atmosphère (Figure 1). À partir de la surface du talus du remblai exposée à l'atmosphère pendant un an, une nouvelle série d'échantillons a été prélevée perpendiculairement à la surface du talus, à différentes profondeurs, jusqu'à 12-13 cm de profondeur. Les échantillons ont été prélevés manuellement, un processus fastidieux, le limon traité à la chaux devenant trop résistant pour être cassé.

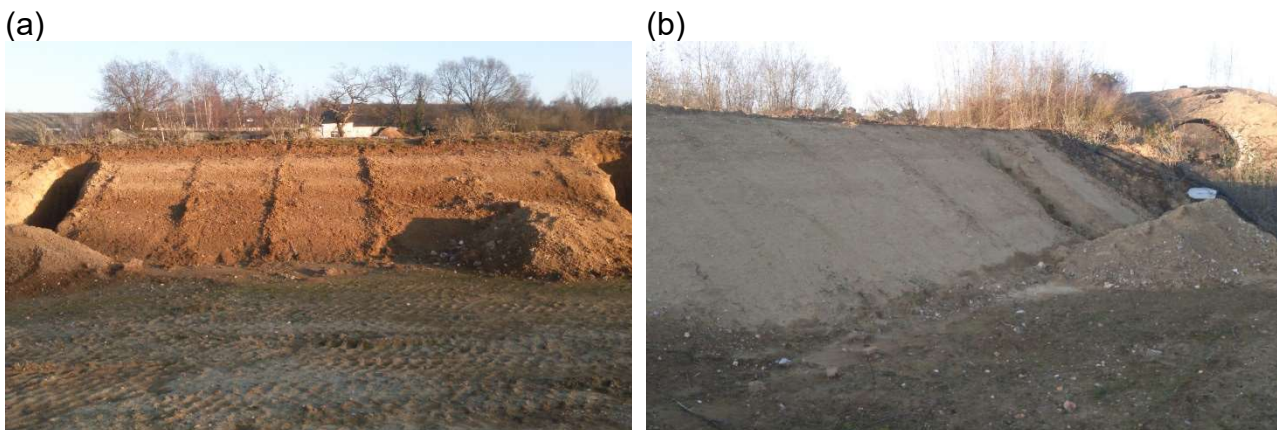


Figure 1. Vue du remblai dont la couche superficielle a été retirée : (a) talus sud et (b) talus nord

La Figure 2 présente le plan de prélèvement des échantillons à différentes profondeurs par rapport à la surface des talus nord et sud du remblai. Au total, 31 échantillons remaniés ont été prélevés dans les 4 tranchées, T1, T2, T3 et T4. La désignation et l'emplacement des tranchées est similaire à ceux de l'étude précédente, présentée par Das et al. (2020). Les échantillons ont ensuite été soigneusement emballés et transportés au laboratoire pour y être analysés.

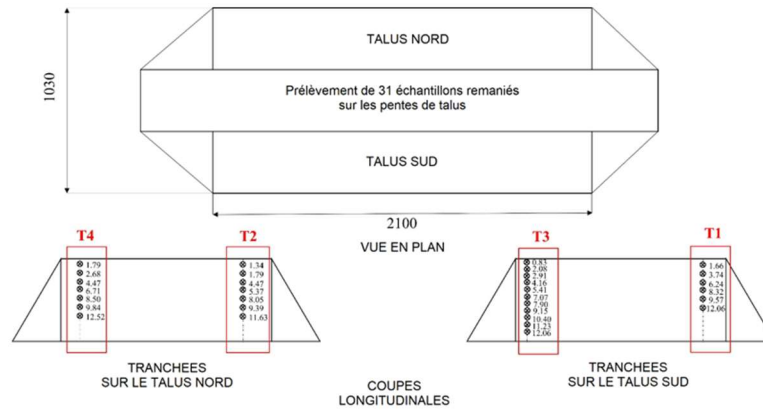


Figure 2. Schéma présentant la vue de dessus et la coupe longitudinale du remblai et le prélèvement des échantillons dans les tranchées T1, T2, T3, et T4 à différentes profondeurs, perpendiculairement à la surface des talus (toutes les unités sont exprimées en cm)

2.3. Préparation des échantillons et essais en laboratoire

Les 31 échantillons sont soumis à des mesures de pH conformément à la norme ASTM D4972-19 (2019).

Ensuite, une sélection minutieuse des échantillons est effectuée pour réaliser les analyses microstructurales : analyse thermogravimétrique (ATG), porosimétrie par intrusion de mercure (PIM) et analyse Brunauer-Emmett-Teller (BET). Tous les échantillons ont été préalablement lyophilisés. L'ATG est réalisée pour détecter la présence et l'évolution de la teneur en carbonates par perte de masse enregistrée à une température comprise entre 650 et 800°C. La PIM et le BET sont réalisés pour analyser la structure des pores des échantillons lyophilisés. Les deux méthodes permettent de distinguer l'évolution des macropores et des mésopores dans le limon traité à la chaux, selon Das et al. (2020). Ainsi, ces deux techniques ont été également employées dans la présente étude pour analyser l'effet de la carbonatation sur les différentes gammes de pores.

Le Tableau 1 synthétise le programme expérimental de l'étude, en indiquant les différents types d'essais réalisés et les nombres d'échantillons testés.

Tableau 1. Programme expérimental

Essai	Nombre d'échantillons	Référence des échantillons
pH	31	T1, T2, T3, T4
ATG	5	T1 (1,66 cm par rapport à la surface du talus) T4 (1,79 cm) T4 (4,47 cm) T3 (5,41 cm) T1 (8,32 cm)
PIM	5	
BET	5	

3. Résultats et discussions

3.1. pH du limon traité à la chaux à différentes profondeurs

La Figure 3 présente le pH mesuré pour les 31 échantillons de limon traité à la chaux, prélevés à différentes profondeurs par rapport à la surface du talus du remblai, dans les différentes tranchées. Le pH moyen du limon était d'environ 8,5, selon Das et al. (2020).

Certaines études montrent que le traitement à la chaux augmente le pH du sol au-dessus de 12 (Little, 1995 ; Diamond et al., 1965) et Xu et al. (2020) indiquent que la carbonatation du sol traité à la chaux abaisse le pH du sol en dessous de 9. La Figure 3 montre qu'environ 10 échantillons prélevés à des profondeurs allant de 0 à 4,2 cm perpendiculairement à la surface présentent des valeurs de pH inférieures à 9. Les autres échantillons, prélevés à une profondeur supérieure à 4,2 cm, présentent un pH supérieur à 9.

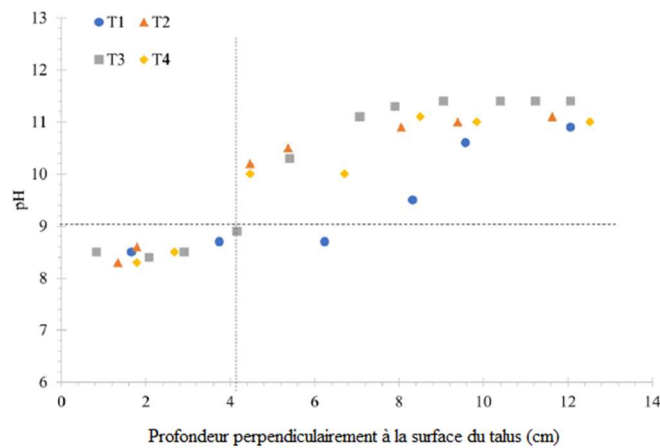


Figure 3. pH des échantillons de limon traité à la chaux prélevés à différentes profondeurs

3.2. Analyse thermogravimétrique du limon traité à la chaux à différentes profondeurs

Les valeurs de pH inférieures à 9 laissent présager la présence de carbonates. Afin de le confirmer, l'analyse thermogravimétrique (ATG) de certains échantillons est effectuée. Les résultats sont présentés à la Figure 4, pour un échantillon de limon non traité (Figure 4a) et 5 échantillons de limon traité avec 2,5% de chaux vive (Figure 4b à Figure 4f). La sélection des échantillons de limon traité à la chaux a été faite de manière à ce que 2 des échantillons présentent un pH inférieur à 9 (Figure 4b et Figure 4c) et que les autres échantillons présentent un pH supérieur à 9 (Figure 4d à Figure 4f), afin de mettre en évidence la présence de carbonates.

En comparant la Figure 4b et la Figure 4c avec la Figure 4a, une perte de masse de 0,85 et 1,10% est observée sur la plage de température 650-800°C dans les échantillons T1 (1,66 cm) et T4 (1,79 cm). Cela indique la présence de carbonates dans ces échantillons, ce qui est cohérent avec ce qui a été observé par Vitale et al. (2021).

Cette perte de masse n'est pas observée pour les échantillons prélevés à 4,47, 5,41 et 8,32 cm de profondeur par rapport à la surface du talus (Figure 4d à Figure 4f). L'ATG de ces échantillons est similaire à celle du limon non traité (Figure 4a).

Ainsi, la Figure 3 et la Figure 4 permettent de conclure que la carbonatation du limon traité à la chaux s'est produite jusqu'à une profondeur d'environ 4,2 cm, perpendiculairement à la surface du talus, sur une période d'exposition atmosphérique d'un an.

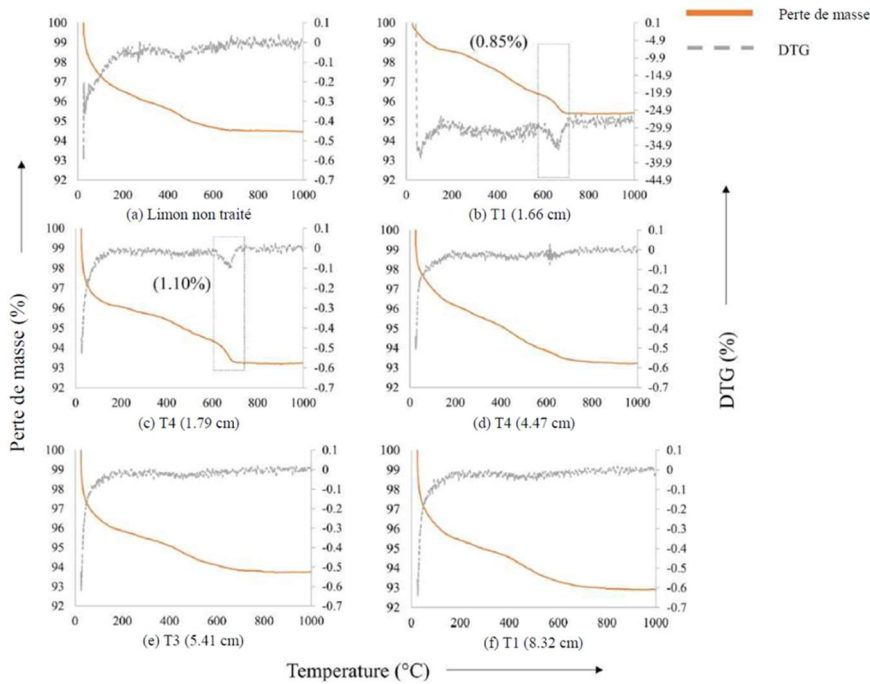


Figure 4. Évaluation comparative de l'ATG entre les échantillons (a) de limon non traité et (b-f) de limon traité avec 2,5% de chaux vive prélevés à différentes profondeurs (b-f)

3.3. Distribution de la taille des pores du limon traité à différentes profondeurs

La Figure 5a et la Figure 5b présentent l'analyse de la distribution des pores des 5 échantillons effectuée par PIM et par la méthode Barrett, Joyner et Halenda (BJH) respectivement. Les deux figures intègrent également l'analyse de la distribution des pores du limon non traité compacté et celle d'un échantillon de limon traité à la chaux prélevé à 15 cm sous la surface du talus, réalisées précédemment par Das et al. (2020), pour comparaison.

En comparant la Figure 5a et la Figure 5b, il est possible de voir que la PIM met en évidence la distribution des macropores, tandis que la méthode BJH met en évidence la distribution des mésopores.

La Figure 5a indique la présence de pics bimodaux pour des macropores de l'ordre de 10 000 et 60 000 Å pour le limon non traité. Pour les échantillons de limon traité à la chaux non carbonatée, c'est-à-dire T4 (4,47 cm), T3 (5,41 cm) et T1 (8,32 cm), aucun pic correspondant aux macropores n'est détecté. Cette même observation est faite pour l'échantillon de limon traité à la chaux T2-2 (15 cm), étudié précédemment. L'intensité du pic correspondant aux mésopores est maximale dans cet échantillon, suivie par les échantillons de limon traité à la chaux non carbonatés. Cette évolution est liée au développement des composés cimentaires au cours des réactions pouzzolaniques qui se produisent en le sol et la chaux vive (Das et al., 2020, 2021, 2022 ; Little, 1995 ; Diamond et al., 1965).

Pour les échantillons de limon traité à la chaux carbonatés, T1 (1,66 cm) et T4 (1,70 cm), de pics sont observés dans la gamme de macropores, entre 20 000 et 100 000 Å. Ces macropores sont plus grands que ceux observés dans les autres échantillons. En revanche, la présence de mésopores est quasiment négligeable et similaire à celle observée pour l'échantillon de limon non traité.

La présence de larges macropores dans les échantillons de limon traité à la chaux carbonatés peut être attribuée au développement de CaCO_3 , conséquence de la carbonatation, selon de précédentes études (Arandigoyen et al., 2006 ; Padmaraj et Arnepalli, 2021 ; Makki-Szymkiewicz, 2015). Au cours de la phase initiale d'exposition atmosphérique du remblai en limon traité avec 2,5% de chaux vive, la transformation de la

chaux libre en calcite a pu se produire en surface. Le volume molaire du CaCO_3 étant supérieur à celui de la portlandite $\text{Ca}(\text{OH})_2$ (Padmaraj et Arnepalli, 2021 ; Vitale et al., 2021), cela a pu provoquer des tensions entre les particules du sol traité à la chaux et induire des fissures (Padmaraj et Arnepalli, 2021). Cela explique le développement de macropores dans les échantillons de limon traité à la chaux carbonatés, plus important encore que dans l'échantillon de limon non traité. L'absence de mésopores dans les échantillons de limon traité à la chaux carbonatés peut également être attribuée à la transformation des composés cimentaires en calcite, créant des pores de plus grand diamètre, tel que cela a été constaté par Deneele et al. (2021).

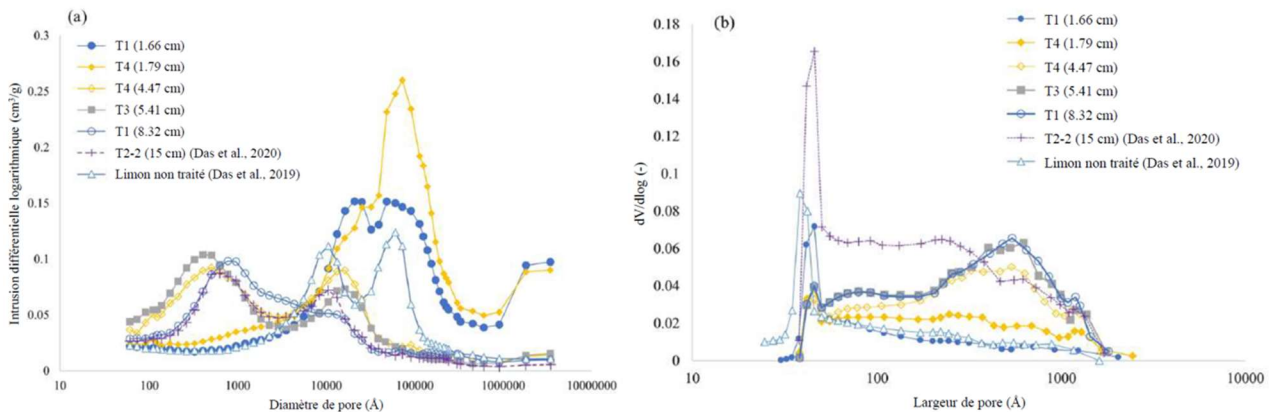


Figure 5. Distribution de la taille des pores analysée (a) par PIM et (b) par la méthode BJH pour des échantillons de limon non traité et traité à la chaux prélevés à différentes profondeurs

4. Conclusions

La présente étude a permis d'analyser l'effet d'un an d'exposition atmosphérique sur l'évolution chimique et de la distribution des pores d'un remblai en limon traité avec 2,5% de chaux vive. Les conclusions de cette étude sont les suivantes :

1. Une année d'exposition atmosphérique induit la carbonatation du remblai jusqu'à environ 4,2 cm de profondeur perpendiculairement à la surface des talus. La baisse du pH sous une valeur de 9 et la perte de masse pour une gamme température comprise entre 650 et 800°C lors de l'analyse thermogravimétrique ont confirmé la carbonatation du limon traité à la chaux. La profondeur de carbonatation a été estimée à 12 cm après 7 ans d'exposition atmosphérique, ce qui indiquerait que la progression du front de carbonatation en profondeur au cours du temps tend à diminuer.

2. La carbonatation du limon traité à la chaux génère le développement de macropores dans une gamme de pores comprise entre 20 000 et 100 000 Å, soit des tailles de pores supérieures à celles du limon non traité. Les mésopores développés dans les échantillons de limon traité à la chaux non carbonatés ne sont pas présents dans les échantillons carbonatés. L'influence de cette évolution microstructurale doit désormais être évaluée en termes de comportement thermohydromécanique du sol traité à la chaux, carbonaté ou non, et de l'ouvrage, désormais hétérogène, dans un contexte d'évolution des sollicitations atmosphériques liée au changement climatique.

5. Remerciements

Ce travail a été soutenu financièrement par l'Association Nationale de la Recherche et de la Technologie, par la subvention N°2018/0219, et Lhoist Europe du Sud, par la subvention N°RP2-E18114. Les auteurs remercient l'équipe de recherche de Lhoist Belgique et les

équipes du Cerema, Centre d'Expérimentation et de Recherche à Rouen et Agence de Blois, pour leur aide précieuse pour l'échantillonnage sur le terrain et la réalisation des essais en laboratoire et leur assistance technique.

6. Références bibliographiques

- Akula P., Hariharan N., Little D.N., Lesueur D., Herrier G. (2020). Evaluating the long-term durability of lime treatment in hydraulic structures: case study on the Friant-Kern Canal. *Transp. Res. Rec.*, 0361198120919404 <https://doi.org/10.1177%2F0361198120919404>
- Arandigoyen M., Bicer-Simsir B., Alvarez J.I., Lange D.A. (2006). Variation of microstructure with carbonation in lime and blended pastes, *Appl. Surf. Sci.* 252 7562–7571, <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2005.09.007>
- ASTM, D4972–19 (2019). Standard Test Methods for pH of Soils. West Conshohocken, PA
- Bagonza S., Peete J.M., Newill D., Freer-Hewish R. (1987). Carbonation of stabilised soil-cement and soil-lime mixtures—developing countries: highway construction. Proc. of seminar held at the PTRC transport & planning summer annual meeting, Bath Univ. England, 7-11 September 1987, Volume P295. Publication of: PTRC Education & Research Services Limited
- Bandipally S., Cherian C., Arnepalli D.N. (2018). Characterization of lime-treated bentonite using thermogravimetric analysis for assessing its short-term strength behaviour, *Indian Geotech. J.* 48 (2018) 393–404, <https://doi.org/10.1007/s40098-018-0305-7>
- Das G., Razakamanantsoa A., Herrier G., Saussaye L., Lesueur D., Deneele D. (2020). Evaluation of the long-term effect of lime treatment on a silty soil embankment after seven years of atmospheric exposure: mechanical, physicochemical, and microstructural studies, *Eng. Geol.* 281, 105986, <https://doi.org/10.1016/j.enggeo.2020.105986>
- Das G., Razakamanantsoa A., Herrier G., Deneele D. (2021). Compressive strength and microstructure evolution of lime-treated silty soil subjected to kneading action, *Transp. Geotech.* 29, 100568, <https://doi.org/10.1016/j.trgeo.2021.100568>
- Das G., Razakamanantsoa A., Herrier G., Deneele D. (2022). Influence of pore fluid-soil structure interactions on compacted lime-treated silty soil, *Eng. Geol.*, <https://doi.org/10.1016/j.enggeo.2021.106496>
- Deneele D., Dony A., Colin J., Herrier G., Lesueur D. (2021). The carbonation of a lime-treated soil: experimental approach, *Mater. Struct.* 54 (1): 1–12, <https://doi.org/10.1617/s11527-021-01617-w>
- Diamond S., Kinter E.B. (1965). Mechanisms of soil-lime stabilization, *Highw. Res. Rec.* 92: 83–102.
- Little D.N. (1995). Stabilization of pavement subgrades and base courses with lime
- Makki-Szymkiewicz L., Hibouche A., Taibi S., Herrier G., Lesueur D., Fleureau J.-M. (2015). Evolution of the properties of lime-treated silty soil in a small experimental embankment, *Eng. Geol.* 191: 8–22, <https://doi.org/10.1016/j.enggeo.2015.03.008>
- Netterberg F., Paige-Green P. (1984). Carbonation of lime and cement stabilized layers in road construction
- Padmaraj D., Arnepalli D.N. (2021). Durability of cementitious phases in lime stabilization: a critical review, *Probl. Soils Geoenviron. Concerns* 88 : 483–491, https://doi.org/10.1007/978-981-15-6237-2_40
- Vitale E., Deneele D., Russo G. (2021). Effects of carbonation on chemo-mechanical behaviour of lime-treated soils, *Bull. Eng. Geol. Environ.* 80 (3): 2687–2700, <https://doi.org/10.1007/s10064-020-02042-z>
- Xu L., Zha F., Liu C., Kang B., Liu J., Yu C. (2020). Experimental investigation on carbonation behavior in lime-stabilized expansive soil, *Adv. Civ. Eng.* <https://doi.org/10.1155/2020/7865469>