HAL
open science

Analyse aux échelles micro et macroscopique des mécanismes de déssicsation et de gonflement des sols argileux

Tatiana Maison, Farid Laouafa, Jean-Marie Fleureau, Patrice Delalain

To cite this version:

Tatiana Maison, Farid Laouafa, Jean-Marie Fleureau, Patrice Delalain. Analyse aux échelles micro et macroscopique des mécanismes de déssicsation et de gonflement des sols argileux. 19. Congrès Français de Mécanique (CFM'09), Aug 2009, Marseille, France. pp.NC. ineris-00973344

HAL Id: ineris-00973344

https://ineris.hal.science/ineris-00973344

Submitted on 4 Apr 2014

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Analyse aux échelles micro et macroscopique des mécanismes de dessiccation et de gonflement des sols argileux

T. MAISON[a,b], F. LAOUAFA[a], J.M. FLEUREAU[b], P. DELALAIN[a]

a. *INERIS – Parc Technologique ALATA, BP 2, 60550 Verneuil-en-Halatte, France.*
b. Laboratoire MSSMat, UMR CNRS 8579, Ecole Centrale Paris, Grande Voie des Vignes, 92295 Châtenay-Malabry cedex

Résumé :

L'analyse des mécanismes physico-chimiques à l'échelle locale ou microscopique lors du retrait et du gonflement des matériaux argileux est une étape indispensable pour la compréhension et la caractérisation de la sensibilité de certains sols ainsi que leur prédisposition vis-à-vis des phénomènes de retrait et de gonflement. Afin de mieux comprendre ces mécanismes, des analyses expérimentales sont menées à différentes échelles, mais principalement à une échelle microscopique en utilisant un Microscope Electronique à Balayage Environnemental (MEBE). Ce dernier permet l'analyse de certains aspects du comportement ou les propriétés physiques de différents « échantillons » d'argiles soumis à des conditions d'hygrométrie contrôlées. Dans cette étude, deux argiles naturelles, la montmorillonite grecque, homogène, et l'argile verte de Romainville, hétérogène, sont analysées sous forme de poudre. Ces deux argiles sont soumises à des cycles d'humidification/séchage dans la chambre du MEBE. L'argile homogène présente un gonflement important et une déstructuration totale suite à l'humidification et la saturation de la poudre en eau. L'argile hétérogène est étudiée dans le cadre de rapports entre échelles spatiales (microscopiques et macroscopiques). On observe que le taux de gonflement mesuré à l'échelle microscopique (MEBE) est du même ordre de grandeur que celui mesuré à l'échelle macroscopique (essais de gonflement libre à l'oedomètre).

Abstract :

Analysis of the physico-chemical mechanisms at the local or microscopic level during the shrinkage or the swelling of clayey materials is an essential step for the understanding and the characterisation of the sensitivity of soils towards such phenomena (shrinkage and swelling). In order to better understand such mechanisms, experimental analyses are yet performed at different scales, but mainly at a microscopic level using an Environmental Scanning Electron Microscope (ESEM). This apparatus allows the analysis of some features of the behaviour or physical properties of various clay "samples" subjected to controllable hygrometry conditions. In this research, two natural clays, Greek montmorillonite, homogeneous, and Romainville clay, heterogeneous, are analysed in a powder state. These two clays are submitted to wetting/drying cycles in the ESEM chamber. Homogeneous clay has a large swelling and a full destructuration due to wetting and saturation of the powder in water. The heterogeneous clay is studied in the context of relations between spatial scales (microscopic and macroscopic). We observed that the rate of swelling measured at the microscopic level (ESEM) is of the same order of magnitude as that measured at the macroscopic scale (oedometer free swelling tests).

Mots clefs : argiles, retrait, gonflement, MEBE, rhéologie

1 Introduction

Le réchauffement climatique, reconnu par une grande partie de la communauté scientifique, induit des périodes de sécheresse dans les régions tempérées ou équatoriales. Par exemple, depuis plusieurs années, la sécheresse a induit de grandes modifications dans les sols argileux. Ces sols, en général très sensibles à l'hygrométrie, ont la particularité de se dilater (gonflement) ou de se contracter (retrait) selon l'évolution de leur teneur en eau. Celle-ci dépend, entre autres, de la pluviométrie, de l'hygrométrie et de la température [1]. Ces phénomènes de retrait/gonflement ont deux conséquences majeures : la modification des propriétés

physiques du sol et des déformations des sols induisant un déplacement différentiel pouvant causer des dommages aux structures. Notons que le terme argile, dans cet article, est utilisé uniquement pour décrire des minéraux argileux ou la fraction argileuse du sol.

La principale caractéristique de ces sols est qu'ils contiennent de l'argile, qui peut présenter de nombreuses formes microstructurales (smectite, illite, kaolinite, ...). Les minéraux argileux ont des propriétés physiques différentes, en fonction par exemple de l'agencement des feuillets [1]. Certaines propriétés peuvent être communes à la majeure partie des argiles : faible perméabilité (10^{-9} à 10^{-12} m/s), porosité élevée (30-40 %), sensibilité à l'hydratation ou la déshydratation et à la chimie de son environnement (composition de l'eau interstitielle par exemple).

Un critère de discrimination à différentes échelles géométriques, entre sols argileux gonflants et non gonflants, est encore difficile à établir. A notre connaissance, il n'existe pas de tel critère universel. En outre, la connaissance des liens entre les comportements à l'échelle micro et le comportement de la macrostructure est toujours d'actualité. A petite échelle (<100 µm), la minéralogie peut être précisément définie. Cependant, le sol est hétérogène, quelle que soit l'échelle considérée. Cela implique une description physique difficile du comportement de l'échantillon de sol, et donc du sol lui-même (in situ). Cette hétérogénéité est principalement due à la présence de différentes tailles de pores, de certains éléments comme les carbonates, quartz, feldspath, micas... Elle peut aussi être causée par l'histoire géologique du sol : un sol sédimentaire aura une structure tabulaire et régulière, alors qu'un sol détritique aura une structure lenticulaire et irrégulière, par exemple.

Le taux d'absorption d'eau dépend fortement de la teneur en argile et de sa nature [1]. Rappelons que le taux d'absorption définit la capacité des minéraux argileux à incorporer des molécules d'eau dans leur structure (gramme d'eau par gramme d'argile sèche). Elle est à ne pas confondre avec l'adsorption, qui est l'ajout de molécules d'eau sur la surface du grain [2]. Le taux d'absorption est lié à la surface spécifique (superficie totale par unité de poids accessible à des atomes et des molécules). Un minéral peut contenir de l'eau adsorbée sans capacité de gonflement, en raison de sa surface spécifique. Par exemple, les smectites ont une surface spécifique d'environ 800 m²/g, alors que les kaolinites ont une surface spécifique d'environ 15 m²/g [3]. Ces caractéristiques intrinsèques déterminent la capacité d'adsorption de l'eau et elle est l'un des paramètres qui contribue à faciliter le gonflement. Si le sol ne contient que des smectites dans sa partie argileuse, il peut développer un gonflement, même si le taux de gonflement (rapport entre le déplacement maximal et la hauteur initiale de l'éprouvette) du sol est faible. S'il contient des kaolinites ou des illites, le gonflement sera très faible ou non significatif.

Une autre variable difficile à définir est l'écoulement de l'eau au cours de l'hydratation, en particulier dans un milieu poreux, tel que l'argile. Ce problème est particulièrement présent dans les milieux poreux non saturés, comme les sols [4]. Les argiles sont composées de structures (les feuillets, qui forment des particules ou des grains ; qui, eux-mêmes, forment des agrégats) de différentes tailles et l'eau peut circuler entre elles et dans chacune d'elles. Deux « types » d'eau peuvent coexister dans l'argile : l'eau liée et l'eau libre. L'eau liée est définie comme étant l'eau adhérant à la surface des particules par des forces d'attraction moléculaires (van der Waals, électrostatiques). Ces forces diminuent lorsque la distance entre les molécules d'eau et la particule augmente. La distance maximale envisagée pour l'eau liée est de 0,5 µm [5]. Au-delà de cette distance, l'eau n'est plus concernée par l'attraction des particules : il s'agit de l'eau libre. Contrairement à l'eau liée, l'eau libre peut circuler sous l'effet de gradients de pression et est facilement mobilisable [5]. Ces différentes échelles de structures induisent différentes échelles de porosité. Le volume interfoliaire a une taille variant de l'Angstrom à des dizaines d'Angstrom. La microporosité concerne des pores de diamètre de moins de 2 nm. La mesoporosité concerne des pores de diamètre entre 2 et 50 nm. La macroporosité concerne des pores de diamètre de plus de 50 nm [2].

Lorsque l'on considère le phénomène de gonflement, il est assez difficile de connaître avec précision quelle partie du changement de volume est liée au gonflement des particules et laquelle est liée au réarrangement des agrégats (contribution simultanée de ces deux mécanismes). L'hétérogénéité a sans aucun doute un grand impact dans la cinétique de gonflement. Si des interstratifiés illite/smectite sont présents dans un sol contenant principalement de la kaolinite, ils provoquent un gonflement dû à la présence des smectites. Si des carbonates sont présents dans la composition d'un sol contenant principalement des smectites, le gonflement peut être réduit ou même empêché par la cimentation des carbonates [6].

Des travaux expérimentaux ont été effectués, d'abord sur une argile naturelle homogène : la montmorillonite grecque. Par son homogénéité et sa caractérisation physico-chimique effectuée en laboratoire [7] [8], cette

argile est considérée comme "modèle" dans cet article. Elle est analysée sous forme de poudre (particules « discrètes »). Des essais expérimentaux sont également réalisés sur une argile naturelle hétérogène : l'argile verte de Romainville. Elle contient des interstratifiés illite/smectite et des carbonates qui induisent un comportement gonflant complexe.

Après la présentation de ces deux argiles (limites d'Atterberg, expériences de gonflement...), nous analysons le comportement de poudres d'argile (ici, poudre signifie des grains d'une taille maximale de 50 µm), soumises à diverses hygrométries et cycles d'hydratation/déshydratation. Le comportement de la microstructure est étudié par observation microscopique avec un MEBE (Microscope Electronique à Balayage Environnemental).

La montmorillonite grecque est analysée pour la cinétique de son gonflement ; tandis que l'argile verte de Romainville est étudiée pour les liens entre les échelles microscopiques et macroscopiques. Pour éviter toute confusion dans notre étude, l'échelle microscopique est considérée comme étant de l'ordre du micron, l'échelle mésoscopique de l'ordre du millimètre et l'échelle macroscopique de l'ordre du centimètre.

2 Description des argiles

La montmorillonite grecque provient de l'île de Milos, située dans l'archipel des Cyclades, et a une origine sédimentaire. Comme son nom l'indique, elle est principalement composée de smectite calcique, espèce argileuse gonflante. Les principales caractéristiques de cette argile sont indiquées dans le Tableau 1.

Limite de liquidité, w_L, %	Limite de plasticité, w_P, %	Indice de plasticité, I_p	Surface spécifique, m²/g	CEC, meq/100 g	Teneur en eau initiale (%)
170	60	110	61.76	104.4	-

Tableau 1 : Caractérisation géotechnique de la montmorillonite grecque (d'après [7] [9])

L'argile verte de Romainville provient de l'Est de Paris (France), et a également une origine sédimentaire. Les espèces argileuses en présence sont la kaolinite, l'illite, des interstratifiés illite/smectite et elle contient également des carbonates, du quartz et du feldspath. Le caractère hétérogène de cette argile se retrouve également à l'échelle microscopique. Cette argile est caractérisée par Audiguier [10] et Makki [11] (Tableau 2). Des essais de gonflement libre à l'oedomètre ont été effectués sur des échantillons remaniés à la limite de liquidité et ramenés à la teneur en eau initiale. Le taux de gonflement libre moyen (rapport entre le déplacement maximal et la hauteur initiale de l'éprouvette) mesuré lors de ces essais sur échantillons remaniés est de 25 % [10].

Limite de liquidité, w_L, %	Limite de plasticité, w_P, %	Indice de plasticité, I_p	Surface spécifique, m²/g	CEC, meq/100 g	Teneur en eau initiale (%)
75	40	35	195	39.5	32

Tableau 2 : Caractérisation géotechnique de l'argile verte de Romainville (d'après [10] [11])

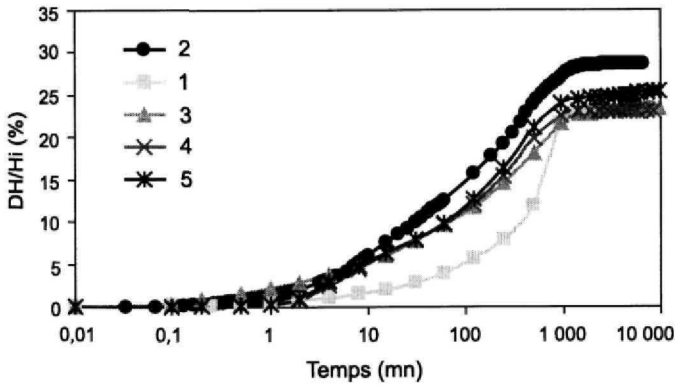

FIG. 1 : Essais de gonflement libre à l'oedomètre sur des échantillons remaniés d'argile verte de Romainville avec cinq cycles (d'après [10]).

3 Procédure expérimentale

3.1 Microscope Electronique à Balayage Environnemental (MEBE)

Le MEBE est un microscope électronique qui permet des observations d'échantillons dans des conditions environnementales contrôlées (température, pression et hygrométrie). La particularité du MEBE est de présenter un système de pompage différentiel qui sépare la chambre (localisation de l'échantillon) de la colonne (où le faisceau d'électrons passe). La colonne est soumise à un vide élevé (10^{-5} Torr) (1 Torr = 133 Pa), alors que règne à l'intérieur de la chambre un vide de quelques Torr (0,1 à 20 Torr). Le gaz utilisé pour l'ionisation et pour fluide d'hydratation au cours de nos expériences est la vapeur d'eau.

Le mode "environnemental" permet l'observation de l'échantillon sans préparation préalable, comme la métallisation à l'or ou au carbone par exemple (utilisée principalement en mode classique). La structure de l'échantillon et la teneur en eau naturelle sont protégées. Par effet Peltier, il est possible d'imposer la température ou la pression dans la chambre d'observation, ce qui rend possible des analyses sous hygrométrie contrôlée. Les expériences réalisées (humidification, séchage) peuvent être monotones, avec ou sans paliers, mais aussi cycliques. Des travaux ont déjà été effectués sur des argiles avec un MEBE [2] [13].

3.2 Particules argileuses

La montmorillonite grecque se présente sous forme de poudre et est soumise à un cycle d'humidification-séchage. Dans le MEBE, la poudre est mise sur un scotch double face carbone, et ce pour deux raisons : (i) pour éviter le déplacement des particules lors de l'hydratation, (ii) pour connecter la surface à la terre pour éviter la surcharge d'électrons sur l'échantillon. La température est maintenue constante à 10°C et la pression est modifiée en vue d'obtenir l'hygrométrie imposée. L'hygrométrie initiale est de 40 %. La poudre d'argile est humidifiée jusqu'à 90 % (en 20 à 40 minutes) : les gouttelettes d'eau apparaissent, jusqu'à saturation complète de la surface du scotch. La poudre est ensuite immergée pendant 24 heures. Le processus de séchage revient aux conditions de l'état initial (40 % d'hygrométrie, en moins de 5 minutes).

L'argile verte de Romainville est extraite in situ sous forme de bloc (dimensions de 60 cm x 40 cm). Afin de comparer le gonflement de cette argile aux échelles microscopiques et macroscopiques à l'état remanié, quelques échantillons d'argile verte de Romainville ont été broyés et tamisés (63 µm). La poudre est alors analysée de la même manière que la montmorillonite grecque dans le MEBE.

4 Analyse expérimentale

4.1 Résultats expérimentaux

La montmorillonite grecque présente trois étapes dans le cycle d'humidification-séchage (FIG. 2). Entre les étapes A et B, l'hydratation de la poudre génère un gonflement, puis la saturation complète de l'environnement de l'échantillon (B). Cette étape prend environ 40 minutes entre l'état initial et la saturation complète en eau de l'environnement. Entre les étapes B et C, la déshydratation de la poudre provoque un retrait et nous observons une "déstructuration" complète. Cette étape est effectuée en 2 minutes entre le début de la déshydratation (diminution de la pression) et la disparition complète de l'eau. Le gonflement mesuré sur les gros ensembles d'agrégats est de l'ordre de 33 %.

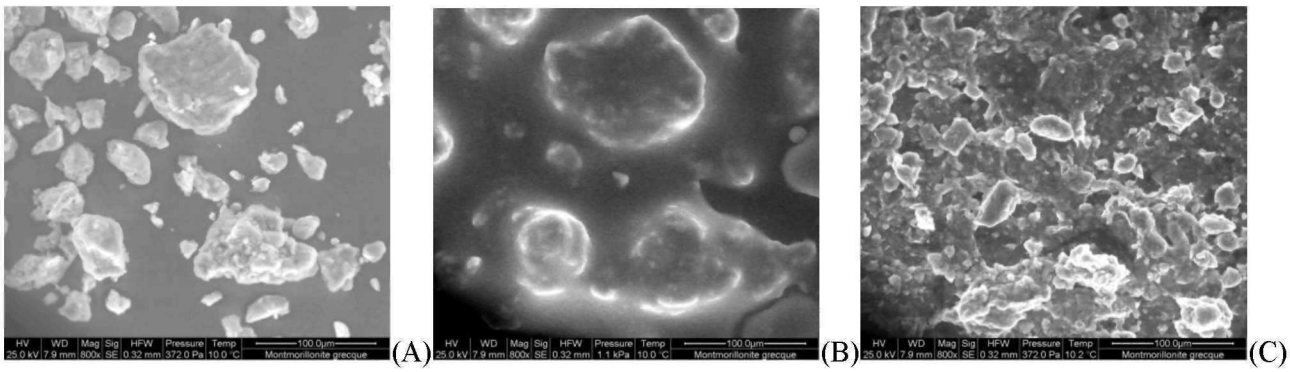

FIG. 2 : Images MEBE de la montmorillonite grecque sous forme de poudre (grandissement : 800) ; A) état initial ; B) avant saturation complète ; C) après séchage.

L'argile verte de Romainville ne présente pas de fait marquant entre les différentes étapes dans le cycle d'humidification-séchage car l'échantillon ne présente pas de gonflement significatif d'un point de vue visuel et de déstructuration complète après saturation. Nous ne nous baserons donc pas sur cette argile pour l'observation de la cinétique du gonflement. Cependant, une comparaison entre les gonflements mesurés à l'échelle microscopique et à l'échelle macroscopique peut être effectuée. En effet, le gonflement mesuré à l'échelle microscopique (MEBE) est de 24.5 %. Ce résultat est du même ordre de grandeur que celui mesuré à l'échelle macroscopique (25 %). La FIG. 3 montre les éléments chimiques présents en un point d'un gros ensemble d'agrégats. Le matériau est composé d'argiles (kaolinite et illite), mais aussi de carbonates avec la présence de calcium (Ca) et de carbone (C).

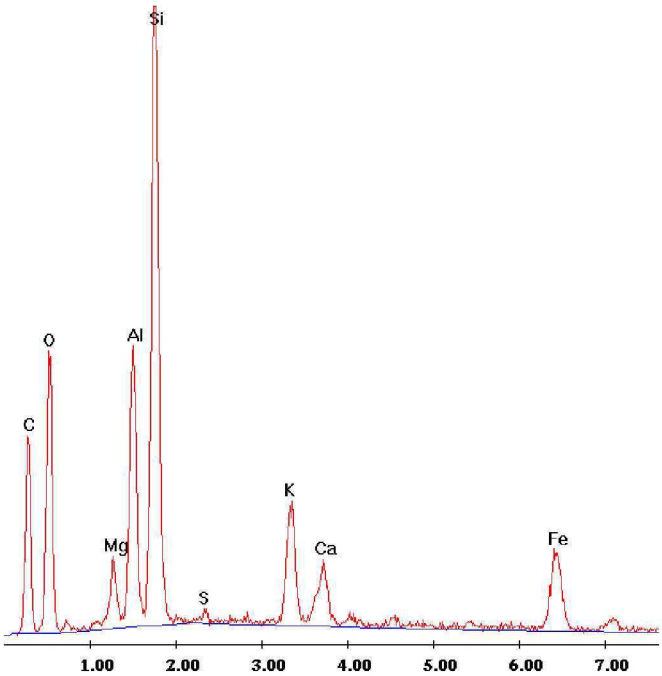

FIG. 3: Exemple de cartographie chimique à un point donné d'un ensemble d'agrégats d'argile verte de Romainville.

4.2 Discussion

Les observations réalisées sur la montmorillonite grecque montrent que le comportement lors de l'hydratation/déshydratation est caractéristique d'une argile gonflante. Le gonflement a été calculé en considérant deux distances perpendiculaires, prises à des points particuliers de l'échantillon. La déformation relative des deux longueurs (ε_1, ε_2) peut être mesurée et dans la troisième dimension la déformation est calculée en considérant la déformation isotrope. La montmorillonite grecque présente un fort gonflement (33 %). Le gonflement peut se développer librement dans la montmorillonite grecque grâce aux smectites. De plus, la cinétique du gonflement se présente en deux temps : la poudre de montmorillonite grecque absorbe l'eau d'abord, entraînant un gonflement, et dans un deuxième temps, l'eau ne peut plus pénétrer dans la poudre et la saturation de l'environnement se produit. Elle montre également, après un cycle d'hydratation/déshydratation, une déstructuration complète de sa poudre. L'état du matériau passe de masses discrètes à un état proche de la "matrice" argileuse. Cette déstructuration n'est pas observée sur l'argile verte de Romainville. Ce phénomène est peut-être provoqué par l'absorption de l'eau par la poudre. Les smectites présentent un fort taux d'absorption et peuvent absorber une grande quantité d'eau. La pression interstitielle peut augmenter dans l'ensemble d'agrégats jusqu'à une certaine contrainte sur les parois causant la rupture des liaisons des agrégats.

L'argile verte de Romainville présente un gonflement un peu plus faible (24,5 %) que celui de la montmorillonite grecque. Le spectre chimique montre que l'ensemble d'agrégats est composé d'argiles (kaolinite et illite), mais aussi de carbonates avec la présence de calcium (Ca) et de carbone (C). La minéralogie détectée à l'échelle microscopique est donc identique à celle caractérisée à l'échelle macroscopique. L'hétérogénéité à l'échelle macroscopique se retrouve donc à l'échelle microscopique. De plus, le gonflement peut être réduit en raison de deux paramètres : (i) la présence de kaolinite et d'illite, qui

sont des espèces argileuses non gonflantes, peut empêcher le gonflement, (ii) les carbonates sont connus pour constituer une cimentation, et donc pour réduire également le gonflement. Le potentiel de gonflement mesuré sur la poudre d'argile verte de Romainville (24,5%) est du même ordre de grandeur que celui mesuré lors des essais de gonflement libre à l'oedomètre à l'échelle macroscopique (25%, [10]). Ainsi, le gros ensemble d'agrégats observé à une échelle microscopique, qui compose des échantillons à l'échelle macroscopique, présente un potentiel de gonflement similaire. La structure de l'argile verte de Romainville peut présenter une homogénéité entre le comportement à l'échelle microscopique et le comportement à l'échelle macroscopique. Dans ce cas, le gonflement à l'échelle microscopique semble être représentatif du gonflement à l'échelle macroscopique.

5 Conclusions

Plusieurs cycles d'hydratation/déshydratation ont été effectués dans un Microscope Electronique à Balayage Environnemental afin d'analyser les comportements de gonflement de deux argiles gonflantes dans une hygrométrie contrôlée. De ces observations, nous avons montré que la composition du sol influence la réponse du gonflement à l'hydratation. La présence de composants gonflants (smectites par exemple) semble favoriser le processus de gonflement. La composition du sol influence aussi la cinétique de gonflement. Les composants gonflants engendrent une adsorption d'eau importante et une lente saturation de l'environnement. Une relation entre l'échelle microscopique et l'échelle macroscopique a été observée sur la poudre d'argile verte de Romainville. Le potentiel de gonflement mesuré à ces deux échelles est du même ordre de grandeur, mettant en évidence une « homogénéité » entre ces différentes échelles. Dans la succession des échelles, allant des feuillets à l'échelle macroscopique, l'ensemble d'agrégats semble être représentatif du comportement gonflant de l'échantillon. L'extrapolation à partir du comportement microscopique au comportement macroscopique peut être envisagée pour la première fois, avec cette argile au moins.

References

[1] Tessier D., Blaise F., Coquet Y., Courbet C., Priem J., Lemaire Y. and Trillaud S. Analyse comparative de politiques de prévention du risque de "sécheresse géotechnique" - Modélisation et visualisation du phénomène. Versailles, INRA, 2006.

[2] Montes-H. G. Etude expérimentale de la sorption d'eau et du gonflement des argiles par microscopie à balayage environnementale (ESEM) et l'analyse digitale d'images. PhD, Ecole et observatoire des sciences de la terre, Strasbourg, 2002.

[3] Eslinger E. & Peaver D. Clay minerals for petroleum geologists and engineers. SEPM Short course 22, Soc. Economic paleontologists and mineralogists, Tulsa, USA, 1988.

[4] Fleureau J.M. & Coussy O. Mécanique des sols non saturés. Paris : Hermès-Lavoisier, 2002.

[5] Gaombalet J. Le gonflement des argiles et ses effets sur les ouvrages souterrains de stockage. PhD, Ecole Polytechnique, France, 2004.

[6] Bauer-Plaindoux C., Tessier D. and Ghoreychi M. Propriétés mécaniques des roches argileuses carbonatées : importance de la relation calcite-argile. C.R.A.S., 321, 231-237, 1998.

[7] Fleureau J.M., Soemitro R. and Taibi S. Behaviour of an expansive clay related to suction. Proc 7th International Conference on Expansive Soils, Dallas, Août, 1, 173-178, 1992.

[8] Souli H., Fleureau J.M., Trabelsi-Ayadi M. and Kbir-Ariguib N. Etude hydromécanique et physico-chimique d'une montmorillonite pour barrière anti-pollution. JNGGI Lille 2004, 175-182, 2004.

[9] Christidis G.E., Scott P.W. and Dunham A.C. Acid activation and bleaching capacity of bentonites from the islands of Milos and Chios, Aegean, Greece. Applied Clay Science, 12, 329-347, 1997.

[10] Audiguier M., Geremew Z., Laribi S. and Cojean R. Caractérisation au laboratoire de la sensibilité au retrait-gonflement des sols argileux. Revue Française de Géotechnique, 120-121, 67-82, 2007.

[11] Makki L., Duc M., Droniuc N., Reiffsteck P., Maloula A. and Magnan J.P. Essai de retrait pour une meilleure classification de la sensibilité des sols à la sécheresse. SEC2008, Paris, France, September 1-3, 2008, 257-264. Editions du LCPC. 2008.

[12] Audiguier M., Geremew Z. and Cojean R. Relations entre les microstructures de deux sols argileux de la région parisienne et leur sensibilité au retrait-gonflement. SEC2008, Paris, France, September 1-3, 2008, 235-243. Editions du LCPC. 2008.

[13] Lloret A., Romero E. and Villar M.V. FEBEX II Project: Final report on thermo-hydro-mechanical laboratory tests. Madrid, ENRESA, 2004.