HAL
open science

# Analyse au niveau microscopique du comportement hydrique d'agrégats argileux

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

## To cite this version:

Tatiana Maison, Farid Laouafa, Jean-Marie Fleureau, Patrice Delalain. Analyse au niveau microscopique du comportement hydrique d'agrégats argileux. 5. Journées Nationales de Géotechnique et de Géologie de l'ingénieur "Infrastructures, développement durable et énergie" (JNGG 2010), Jul 2010, Grenoble, France. pp.295-302. ineris-00973580

**HAL Id: ineris-00973580**

**https://ineris.hal.science/ineris-00973580v1**

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 AU NIVEAU MICROSCOPIQUE DU COMPORTEMENT HYDRIQUE D'AGREGATS ARGILEUX

## *MICROSCOPIC ANALYSIS OF HYDRIC BEHAVIOUR IN CLAY AGGREGATES*

Tatiana MAISON[1, 2], Farid LAOUAFA[1], Jean-Marie FLEUREAU[2], Patrice DELALAIN[1]
*1 INERIS Verneuil-en-Halatte, France.*
*2 Laboratoire MSSMat, Ecole Centrale Paris, Châtenay-Malabry, France.*

**RÉSUMÉ** – L'article présente des analyses menées à l'échelle « microscopique » sur l'argile verte de Romainville, dans son état naturel. Elles ont été réalisées dans un Microscope Electronique à Balayage Environnemental (MEBE). Des cycles d'humidification-séchage ont été imposés, par paliers d'une durée suffisamment longue pour que l'équilibre hydrique soit atteint. Les premières observations montrent une cinétique constituée de deux phases successives et des déformations surfaciques plus importantes aux fortes humidités relatives.

**ABSTRACT** – The paper presents analyses performed in a microscopic level on Romainville clay. They were performed with an Environmental Scanning Electron Microscope (ESEM) by imposing wetting-drying cycles with long enough duration steps to reach hydric equilibrium state. The first observations show a kinetic constituted by two successive phases and more important surface strain at high values of relative humidity.

## 1. Introduction

Le réchauffement climatique, reconnu par une grande partie de la communauté scientifique, peut induire des périodes de sécheresse dans les régions tempérées à équatoriales. Cette sécheresse a engendré ces dernières années des conséquences de grande ampleur sur les sols argileux. Ces sols ont la particularité de se dilater (gonflement) et se contracter (retrait) selon l'évolution de la teneur en eau, dépendante, entre autres, de la pluviométrie, de l'hygrométrie et de la température. Ces phénomènes de retrait/gonflement se traduisent par deux conséquences majeures : la modification des propriétés physiques du sol et des déformations induisant des tassements différentiels sur les structures.

L'amélioration de la connaissance des mécanismes physico-chimiques mis en jeu à l'échelle locale lors du retrait et du gonflement des matériaux argileux est une étape incontournable pour la caractérisation de la sensibilité de ces sols et de leur prédisposition vis-à-vis du phénomène de retrait/gonflement.

Dans ce cadre, des travaux sont menés sur une argile naturelle hétérogène : l'argile verte de Romainville. Cette dernière a été prélevée in-situ sur un site affecté par la sécheresse et présentant un comportement sensible au retrait et au gonflement. Cette argile a été caractérisée par des essais classiques en laboratoire (porosimétrie à mercure, diffraction des rayons X…). A l'échelle « microscopique », elle est étudiée sous forme de poudre de granulométrie variant de 63 µm à 125 µm. La poudre a été observée et étudiée à l'aide d'un Microscope Electronique à Balayage Environnemental (MEBE). Des cycles d'humidification/ séchage dans une atmosphère à humidité contrôlée ont été appliqués. On analyse le gonflement et le retrait des agrégats et l'influence de la teneur en eau sur leur comportement,

notamment la déformation surfacique en fonction de la teneur en eau, le transport des composés chimiques, etc. L'intérêt de ces essais est de proposer une alternative aux essais classiques de gonflement à l'oedomètre, nécessitant une attente importante afin que l'eau pénètre dans la masse de l'échantillon jusqu'à stabilisation de la déformation. La perméabilité, très faible, et le volume important de l'échantillon rendent habituellement cette opération longue (plusieurs jours). Dans le MEBE, la quantité d'argile testée est très faible et l'équilibre hydrique au sein de l'échantillon est atteint très rapidement (de l'ordre d'une heure) pour chaque palier hydrique. La courbe de retrait-gonflement peut ainsi être construite rapidement.

## 2. L'argile verte de Romainville

L'argile verte de Romainville provient de l'Est de Paris (France), et présente 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 a été caractérisée par Audiguier (Audiguier et al., 2007) et Makki (Makki et al., 2008) (Tableau I). 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 % (Audiguier et al., 2007) (Figure 1).

Tableau I: Caractérisation géotechnique de l'argile verte de Romainville (d'après Audiguier et al., 2007 et Makki et al., 2008)

| 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 |

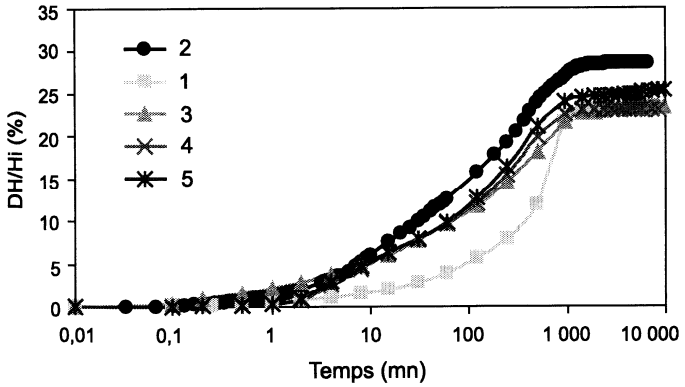


Figure 1: Essais de gonflement libre à l'oedomètre sur des échantillons remaniés d'argile verte de Romainville avec cinq cycles (Audiguier et al., 2007).

## 3. Analyse du retrait/gonflement au Microscope Electronique à Balayage Environnemental (MEBE)

### *3.1. Présentation du MEBE*

Le Microscope Electronique à Balayage Environnemental (MEBE) permet d'observer des échantillons dans des conditions environnementales (température, pression, hygrométrie) contrôlées. La particularité du MEBE est d'avoir un système de pompage différentiel qui sépare la chambre (lieu de positionnement de l'échantillon) de la colonne (par où passe le faisceau d'électrons). Ainsi la colonne est soumise à un vide élevé ($10^{-5}$ Torr[1]), alors que dans la chambre règne une pression de quelques Torr (0.1 à 20 Torr). Le gaz utilisé lors de nos expériences est la vapeur d'eau, qui joue à la fois le rôle de gaz d'ionisation (Figure 2) pour la formation de l'image et de fluide d'hydratation de l'échantillon.

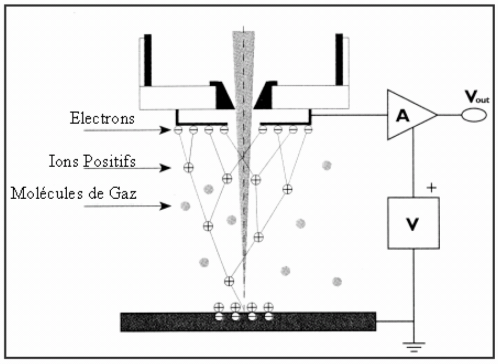


Figure 2: Représentation schématique de l'ionisation d'un gaz dans la chambre du MEBE (Montes-H., 2002)

Le mode « environnemental » permet l'observation des échantillons sans aucune préparation préalable (comme par exemple la métallisation à l'or ou au carbone, indispensables en mode classique) et ainsi de préserver la structure des échantillons et leur teneur naturelle en eau. Par effet Peltier, il est possible d'imposer une température et, par l'intermédiaire du contrôle de la pression dans la chambre d'observation, d'effectuer des analyses sous hygrométrie contrôlée. Le MEBE ne permet toutefois que des observations microscopiques de surface. Les essais réalisés peuvent être monotones (hydratation, séchage) avec ou sans palier, mais également cycliques.

### *3.2. Protocole expérimental*

Le protocole expérimental réalisé lors de l'analyse de ces agrégats consiste à appliquer graduellement des degrés d'humidité relative avec des paliers de temps d'équilibre régulier (de 10 à 60 minutes selon le type de sol argileux), afin de laisser suffisamment de temps pour que les processus d'hydratation et de déshydratation atteignent un état d'équilibre au sein des agrégats argileux. Le taux d'humidification est ainsi plus lent et régulier et semble plus proche des conditions in situ. Le protocole expérimental comporte deux phases: pendant la première, les paliers de temps sont appliqués pour différents incréments d'humidité relative (HR) (incréments de 10 % d'HR jusqu'à 85 % d'HR). Dans la seconde phase, les paliers de temps sont appliqués pour différents incréments de pression (incréments de 10 Pa, 5 Pa et 1 Pa) (Figure 3). Avec un tel protocole, une bonne précision dans l'hydratation des agrégats argileux et dans les mesures de gonflement aux fortes humidités relatives, peut être obtenue. L'immersion de la zone d'observation est retardée grâce au taux

[1] 1 Torr = $1{,}3332.10^2$ Pa

d'hydratation modéré, rendant ainsi possible l'analyse des images acquises lors de l'essai.

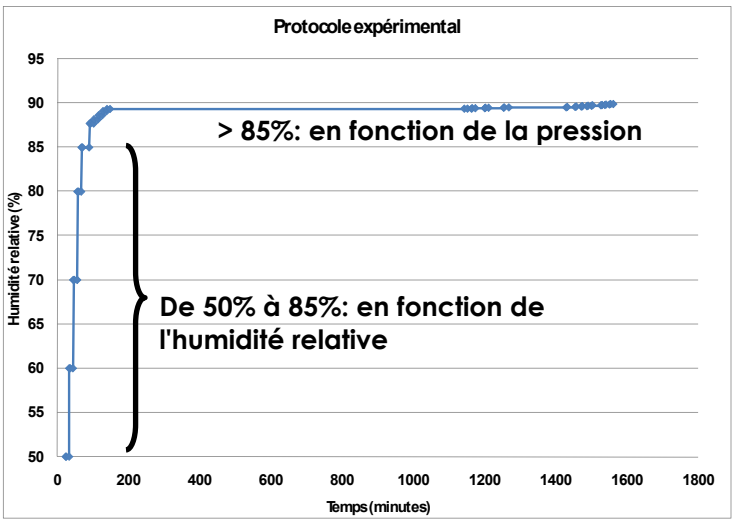


Figure 3: Humidité relative en fonction du temps: protocole expérimental utilisé pour l'argile verte de Romainville.

L'argile verte de Romainville est analysée sous forme de poudre et soumise à un cycle d'humidification-séchage. Afin d'effectuer des observations au MEBE, la poudre est déposée sur un scotch double face carbone, pour deux raisons : (i) pour éviter le déplacement des agrégats pendant l'humidification ; (ii) pour relier la surface d'observation à la masse et éviter la surcharge d'électrons sur l'échantillon qui pourrait perturber l'observation. La température est maintenue constante à 18°C et la pression est contrôlée pour obtenir l'humidité relative désirée. L'hygrométrie initiale dans la chambre du MEBE est d'environ 50 %. Le cycle d'humidification-séchage est appliqué sur l'ensemble de l'échantillon mais seule une zone est observée.

L'évolution de la surface apparente des agrégats argileux est suivie en temps réel. La déformation surfacique induite par le retrait et le gonflement est déduite de l'analyse des images acquises (de 1500 à 2000 photos en moyenne) avec le logiciel Scandium. Le terme « déformation surfacique » est utilisé pour définir le changement relatif de surface des agrégats au temps $t_i$ par rapport à l'état initial (Figure 4) :

$$\varepsilon_s = \frac{S_i - S_0}{S_0} = \frac{\Delta S}{S_0} \qquad (1)$$

où $S_i$ = déformation surfacique au temps $t_i$; $S_0$ = surface initiale de l'agrégat.

La déformation volumique $\varepsilon_v$ est égale à:

$$\varepsilon_v = \alpha \varepsilon_s \qquad (2)$$

Où $\alpha > 1$ est fonction du degré d'isotropie ou d'anisotropie du gonflement ou du retrait.

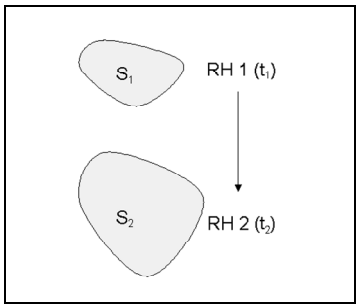


Figure 4: Définition de la déformation sur la base des paramètres du temps, de la surface et de l'humidité relative des agrégats argileux

## 4. Analyse expérimentale

### *4.1. Résultats*

La taille moyenne des agrégats observés est d'environ 50 µm. Les Figures 5 et 6 présentent respectivement les observations au MEBE et les mesures de l'évolution de la déformation surfacique en fonction de la succion. Entre les états A et B, l'hydratation de la poudre induit un gonflement jusqu'à la saturation complète de la zone d'observation (B). Entre les états B' et C, la déshydratation de la poudre induit un retrait. La saturation complète de la zone d'observation est précédée de la formation d'une pellicule d'eau autour des agrégats. Cette pellicule d'eau, dans le cas de l'argile verte de Romainville, persiste pendant plusieurs paliers de séchage, alors que ce n'est pas le cas pour d'autres argiles (Maison et al., 2008). L'agrégat continue donc à gonfler alors que le séchage a débuté (états B et B'). De plus, les limites de l'agrégat ne sont plus visibles sous la pellicule d'eau. Cela engendre une surestimation de la surface, qui explique l'écart entre la fin « théorique » du gonflement (état B) et le début « théorique » du séchage (état B'). Cependant, lorsque la pellicule d'eau s'est retirée, le chemin du séchage est similaire à celui du gonflement, présentant une très faible hystérésis.

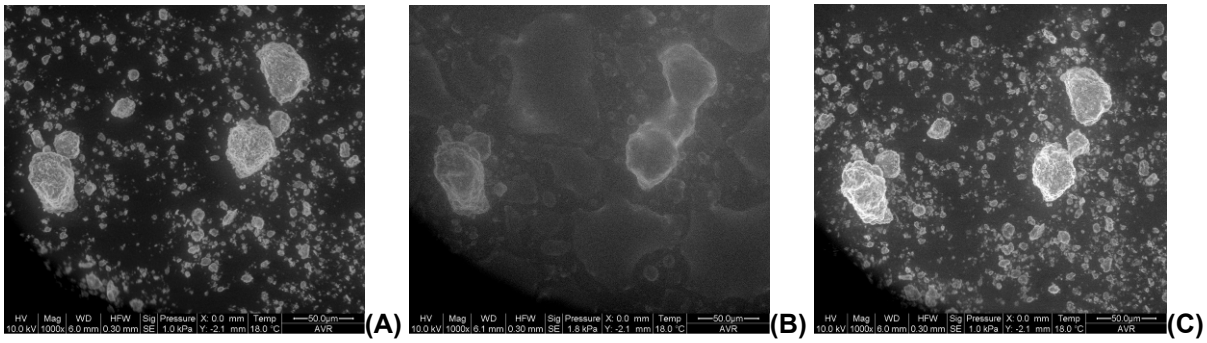


Figure 5: Evolution des agrégats d'argile verte de Romainville en fonction de l'humidité relative. Trois étapes du cycle d'humidification-séchage sont présentées : A) état initial ; B) avant la saturation totale ; C) après le séchage (Images MEBE, grandissement : 1000, échelle : 50 µm).

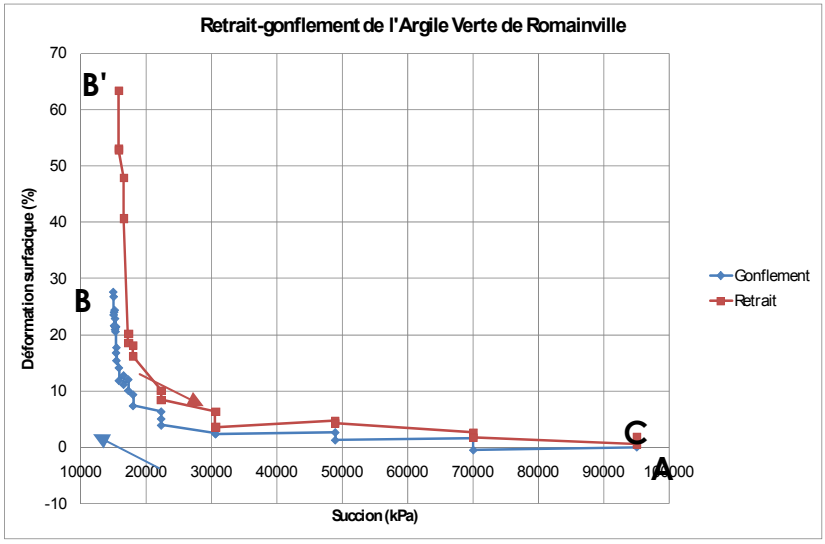


Figure 6: Déformation surfacique d'agrégats d'argile verte de Romainville en fonction de la succion. Le chemin A-B représente le gonflement ; le chemin B'-C représente le retrait.

L'évolution du gonflement et du retrait peut être décomposée en deux phases (Figure 6). A chaque changement d'humidité relative, la première phase est caractérisée par une discontinuité (saut) de la déformation surfacique ($\varepsilon_s$), suivie par une faible déformation avec le temps. La déformation surfacique maximale de gonflement est de 27 %. La déformation évolue modérément entre 95,1 MPa de succion (50 % d'HR[2]) et 30,6 MPa (80 % d'HR), puis plus fortement entre 30,6 MPa (80 % d'HR) et 14,4 MPa (90 % d'HR). En effet, 75 % à 85 % de la déformation se produit entre 30,6 MPa et 14,4 MPa. Une analyse plus fine aux faibles succions montre qu'une moyenne de 40 % de la déformation se produit entre 15,3 MPa et 14,4 MPa. Cela confirme l'importance des faibles succions dans le comportement de retrait-gonflement des argiles.

La cinétique de gonflement des agrégats d'argile verte de Romainville est présentée sur la Figure 7, pour trois humidités relatives, matérialisant ainsi le comportement des agrégats pour les trois paliers, indépendamment les uns des autres. Seul le palier 89,1 % d'HR, n'est représenté que sur 10 minutes, l'immersion de la zone d'observation ayant altéré les images des minutes suivantes. En revanche, les deux autres paliers sont représentés entièrement (soit 30 minutes). On estime alors que la déformation surfacique représente 90 % de la déformation surfacique maximale. Les courbes de cinétique présentent une évolution parallèle entre elles, dénotant une cinétique similaire quelle que soit l'humidité concernée. La cinétique de gonflement présente quatre phases :

- Une première phase, durant 3 minutes, où la déformation augmente brusquement, constituant un saut (une discontinuité) dans son évolution. Les courbes à 60 % et 85 % d'HR y présentent une évolution confondue, seule la courbe à 89,1 % d'HR se différencie, montrant l'importance des fortes humidités relatives.
- Une deuxième phase, entre 3 et 8 minutes, où la déformation augmente plus modérément, avec une tendance linéaire avec le temps. Lors de cette phase, la courbe à 85 % d'HR se différencie de la courbe à 60 % d'HR, prenant une part active dans la troisième phase.

[2] HR: Humidité Relative (%)

- Une troisième phase, entre 8 et 10 minutes, où la déformation surfacique reprend avec une pente similaire à la première phase. La courbe à 60 % d'HR se différencie des deux autres.
- Une quatrième phase, entre 10 et 30 minutes, où la déformation se stabilise.

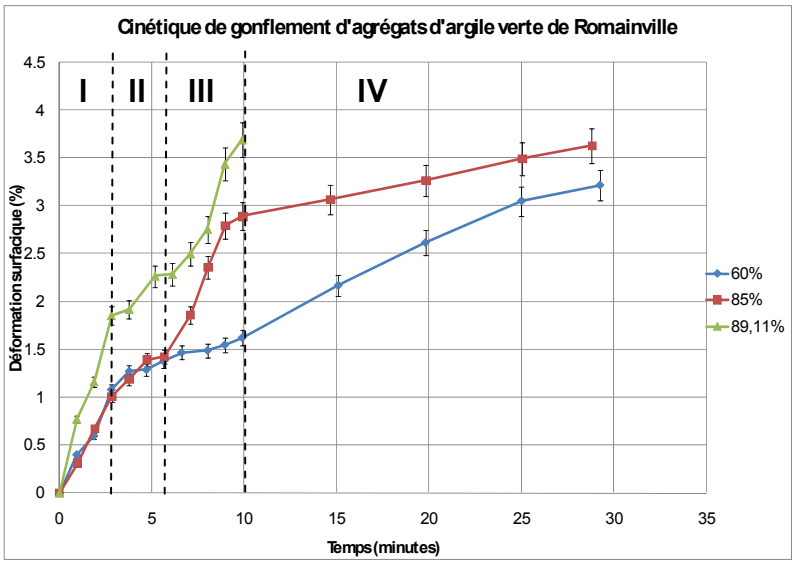


Figure 7: Cinétique de gonflement d'agrégats d'argile verte de Romainville.

### *4.2. Discussion*

L'argile verte de Romainville présente plusieurs caractéristiques dans son comportement de retrait-gonflement. La première est la présence et la persistance de la pellicule d'eau alors que le séchage a débuté. Cette pellicule d'eau étant très épaisse, sa suppression peut prendre du temps et/ou nécessiter une succion suffisante. Une telle épaisseur est due à l'hétérogénéité naturelle de l'argile verte de Romainville. Cette hétérogénéité induit des différences d'absorption à la surface et à l'intérieur de l'agrégat. Une première phase d'absorption se produit à la surface puis l'eau pénètre difficilement à l'intérieur à cause de la présence de minéraux non gonflants de type carbonates par exemple. De plus, l'argile verte de Romainville présente une surface spécifique (195 m²/g) qui n'est peut-être pas suffisante pour absorber l'eau présente à la surface de l'agrégat, induisant la formation de cette pellicule. Cependant, malgré l'hétérogénéité de cette argile, les chemins de gonflement et de retrait sont similaires : la déformation surfacique est donc « réversible », quel que soit le chemin emprunté.

La deuxième caractéristique est l'évolution du retrait et du gonflement en quatre phases successives. Cette répartition en quatre phases de la cinétique peut s'expliquer par l'hétérogénéité qui caractérise cette argile. En effet, elle est constituée d'espèces gonflantes, telles que les interstratifiés illite/smectite, mais aussi d'espèces non gonflantes, telles que les carbonates ou la kaolinite. Les agrégats et les particules qui les constituent sont hétérogènes. L'absorption d'eau est donc plus difficile ; l'eau doit traverser des milieux et des pores hétérogènes qui la freinent voire la bloquent dans son parcours. L'absorption d'eau doit se faire de manière concentrique, de l'extérieur vers l'intérieur de l'agrégat. La première phase traduit le gonflement de la périphérie de l'agrégat. Durant la deuxième phase, une première interprétation est que l'eau pénètre difficilement à l'intérieur de l'agrégat, induisant un gonflement modéré. Puis, lorsqu'elle

atteint le centre de l'agrégat, elle libère des pores en périphérie, laissant la place à de nouvelles molécules d'eau. La troisième phase débute alors, avec la reprise de la déformation. Lorsque l'eau a été entièrement absorbée, la déformation se stabilise.

Une troisième caractéristique concerne la déformation surfacique maximale de gonflement. Au cours des essais au MEBE, on peut remarquer que la déformation surfacique mesurée (27 %) représente environ 90 % de la déformation surfacique maximale qui serait alors de 30 %. Cette valeur est cohérente avec celle mesurée lors d'essais de gonflement libre à l'œdomètre (Audiguier et al., 2007) (Figure 1), dans le sens où la déformation surfacique est supérieure à la déformation axiale (volumique) de l'essai oedométrique. La différence est naturellement fonction du coefficient de Poisson ($\nu$) (si l'on se place dans l'hypothèse d'isotropie et d'élasticité linéaire). Plusieurs analyses au MEBE montrent que les mesures microscopiques, menées sur de la poudre d'argile et en quelques jours, sont relativement proches des mesures macroscopiques, effectuées sur des échantillons macroscopiques pendant plusieurs mois. Soulignons que la durée d'un essai au MEBE est de l'ordre du jour (Maison et al., 2009).

## 5. Conclusions

Un cycle d'humidification-séchage a été mené à l'échelle microscopique dans un MEBE afin d'étudier une argile gonflante naturellement hétérogène, l'argile verte de Romainville. Les analyses montrent une cinétique qui semble comporter quatre phases successives relativement distinctes. On note que la majeure partie de la déformation se produit pour les fortes humidités relatives (plus de 85 %), que ce soit en phase de gonflement ou de retrait. La déformation surfacique maximale mesurée sur des agrégats de 50 µm de diamètre lors du gonflement est de 27 %. Cette valeur est sensiblement identique à celle mesurée lors d'essais de gonflement libre à l'œdomètre (échantillons de 10 cm de côté), ce qui dénote une certaine analogie du comportement hydrique entre les deux échelles microscopiques et macroscopiques. Ces deux points montrent que les essais microscopiques, menées sur de la poudre durant deux jours, donnent des résultats similaires à des essais macroscopiques, menées sur des échantillons de taille plus classique pendant deux à trois mois. En termes de perspectives, ces essais seront menés sur d'autres argiles gonflantes naturelles. L'extrapolation du comportement microscopique au comportement macroscopique peut être envisagée par le développement de méthodes simples pour estimer le retrait-gonflement d'un massif de sol.

## 6. Références bibliographiques


Audiguier M., Geremew Z., Laribi S., Cojean R. (2007) Caractérisation au laboratoire de la sensibilité au retrait-gonflement des sols argileux. *Rev. franç. Géotec*. 120-121, 67-82.

Maison T., Laouafa F., Fleureau J.M. (2008) Analyse microscopique des mécanismes de dessiccation et de gonflement des sols argileux. Thorel L., Soubra A.H., Dano C., Hicher P.Y., Garnier J., Riou Y. (Eds.). Insertion des grands ouvrages dans leur environnement : actes des journées nationales de géotechnique et de géologie de l'ingénieur (JNGG 2008), 18-20 juin 2008, Nantes. Paris : LCPC, 2008, pp. 555-562.

Maison T., Laouafa F., Fleureau J.M., Delalain P. (2009) Analyse aux échelles micro et macroscopique des mécanismes de dessiccation et de gonflement des sols argileux. Proc. 19e Congrès Français de Mécanique (CFM'09), Marseille.

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

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