

APPROCHE MULTI-ECHELLE DU TRAITEMENT DES ARGILES PAR LA METHODE DU DEEP SOIL MIXING.

MULTI-SCALE APPROACH OF CLAY SOIL TREATMENT BY THE DEEP MIXING METHOD

Alain LE KOUBY¹, Myriam DUC¹, Joali MARINO-PAREDES², Sonia FANELLI¹

¹ IFSTTAR, 14-20 boulevard Newton, 77447 Champs-sur-Marne - Marne-la-Vallée cedex

² Università def Perugia. Piazza dell'Università, Italie.

RÉSUMÉ – Les propriétés des argiles mélangées avec du ciment par la technique du deep soil-mixing est au cœur de cette étude. Cinq argiles ont été testées dont 2 argiles kaoliniques, 2 argiles illitiques et 1 argile montmorillonitique. Le sable de Fontainebleau mélangé au ciment est utilisé comme référence. Après l'identification géotechnique des matériaux étudiés, les résultats des tests de compression simple après un temps de cure est mis en regard des caractéristiques physico-chimiques et microstructurales (minéralogie, analyses thermiques et porosité) des matériaux pour expliquer la variation des propriétés mécaniques observée. Enfin, les résultats obtenus sont utilisés pour mieux comprendre le comportement de deux sols naturels traités par la technique du deep soil-mixing.

ABSTRACT – This study focuses on the properties of clay materials treated with cement (Deep Mixing Method). Five different types of clays were implemented (2 kaolinitic, 2 illitic and 1 montmorillonitic materials). In addition the siliceous Fontainebleau Sand was tested as a reference. After the geotechnical identification of materials, the results of unconfined compression tests after 28 days curing time were confronted to the physico-chemical and microstructural characteristics of materials (mineralogy, porosity and thermal analyzes) in order to explain the variations of the mechanical properties. Finally, the results obtained were used to better understand the behaviour of two natural soils treated with the technique of deep soil-mixing.

1. Introduction

Le Soil-Mixing est une méthode innovante qui consiste à utiliser le sol déjà en place sur le site d'un chantier pour réaliser des ouvrages géotechniques par le biais d'un mélange mécanique avec un liant, ici du ciment. Ses aspects économiques et écologiques ont rendu cette méthode attrayante. Toutefois avec l'augmentation de la demande, de nouvelles exigences concernant le matériau ont été formulées. Force est de constater que la présence d'argiles (et notamment d'argiles gonflantes) entraîne une perte de performance mécanique. Le rôle des argiles comme perturbateur de prise du ciment est depuis longtemps connue dans le domaine des bétons. Leroux et Unikowski (1980) puis Unikowski (1982) notaient un effet d'écrantage des granulats par l'argile (d'où une mauvaise liaison entre le ciment et le granulat), une compétition pour l'eau entre le ciment qui s'hydrate et les argiles gonflantes au fort pouvoir de succion, des réactions pouzzolaniques potentiellement bénéfiques associées aux argiles lors de la prise du ciment et une action des argiles sur la compacité. Depuis, peu d'étude traite finalement des problèmes d'argilosité des granulats (les granulats étant lavés et fillérisés) ou des sols argileux mélangés avec du ciment. L'étude des problèmes liés aux argiles dans les sols a cependant connu un intérêt grandissant ces dernières années dans le domaine des

terrassements mais les conclusions et observations sur des sols traités à 2% de chaux ou 5% de liants hydrauliques ne sont pas toujours directement transposables à un matériau contenant 10-20% de ciment (mis en place sans compactage). Pour mieux comprendre le comportement des sols argileux comme les deux sols naturels traitée par la méthode du soil mixing (traités notés S et MV dans cette étude), des mélanges d'argiles dont la minéralogie montrent qu'elles sont composées en majorité d'une phase argileuse pure ont été réalisées en laboratoire. Les propriétés géotechniques des argiles ont été déterminées ce qui a permis de classer les différents matériaux puis une caractérisation mécanique a été réalisée (essais de compression simple R_c). Une caractérisation à l'échelle microstructurale des échantillons après 28 jours de cure (minéralogie par diffraction de rayons X, par analyses thermiques et par porosimétrie par intrusion de mercure) permet de comparer les matériaux et de mieux comprendre les différences d'avancement de la prise hydraulique des mélanges.

2. Matériaux étudiés et programme expérimental

2.1. Origine et propriétés des matériaux argileux testés

Plusieurs matériaux argileux ont été sélectionnés pour simuler des sols argileux et montrer l'influence de la nature minéralogique du sol sur le matériau Soil-Mixing. Nous avons sélectionné la Kaolinite Armoricaine de type Sialite (Société Kaolinière Armoricaine), la Kaolinite de Provins (IMERYS, Poigny, France), l'illite Arvel (argile verte, Société Argile du Velay) ; l'illite du Puy (cette argile provient d'une carrière dans le Massif Central), la montmorillonite Arvel (argile en provenance de Turquie, société Argile du Velay). Enfin, le sable de Fontainebleau NE34 (Sifrac) a été sélectionné pour réaliser un mélange de référence et deux sols notés S et MV ont également été testés. Le Tableau 1 recense les propriétés géotechniques des différents matériaux étudiés. Il s'agit principalement d'argiles selon la classification basée sur la granulométrie.

Tableau 1. Propriétés géotechniques des différents matériaux utilisés (Paredes, 2014)

Echantillon	Densité (kg/m ³)	d _{max} (mm)	% *** < 80µm	% *** < 2 µm	VBS * (g/100g)	GTR **** Class.	w _L %	w _p %	I _p %**
Sable NE34	1648	0,6	0	0	--	--	--	--	--
Kaol. Armor	1200	0,022	100	83,7	0,84	A1	55,31	42,50	12,8
Illite Puy	1200	0,4	96	57,4	--	--	50,18	34,90	15,3
sol S	1600	5	62	//	2,41	A2	31,47	15,10	16,4
sol MV	1600	5	48	//	1,26	A1* / A2 **	32,60	13,90	18,7
Illite Arvel	1200	--	--	75	5,4	A2	56,71	30,62	26,1
Kaol. Provins	1200	0,08	100	91	6,67	A3	89,01	30,39	58,6
Montm. Arvel	1200	0,08	100	52	28	A4	118,11	44,76	73,3

*VBS Valeur au bleu de méthylène ** I_p Indice de plasticité calculé à partir des limites d'Atterberg (w_L et w_p).*** fraction granulaire obtenue par tamisage à sec et par sédimentométrie.**** GTR : guide des Terrassements Routier.

2.3. Liant

Le liant utilisé pour les mélanges est un ciment au laitier fabriqué par Calcia (usine de Rombas) contenant 85% de laitier de haut fourneau et 15% de clinker (Classification européenne : CEM III/C 32.5 N CE PM-ES NF « HRC »). Il est assez lent de prise (4 heures de prise après hydratation).

2.4. La réalisation des mélanges

La procédure est celle proposée par Guimond Barrett (2013). Le matériau est séché au préalable. La quantité de matériau pour réaliser une série d'éprouvettes est disposée dans un malaxeur à pale (Figure 1). Le ciment est ensuite ajouté sous forme de poudre (à sec) dans la proportion souhaitée, puis l'eau est introduite. Le malaxeur tourne ensuite pendant 10 min. Un couvercle empêche les projections tout en protégeant l'opérateur des lames, cependant une ouverture dans ce couvercle permet à l'opérateur d'améliorer la qualité du mélange en remuant la préparation avec une spatule. Le mélange est ensuite moulé dans des tubes cylindriques en plastique (h= 110 mm, d = 52 mm). Ils sont remplis en trois fois avec battage manuel afin d'éliminer les bulles d'air. Les éprouvettes sont ensuite conservées dans une double enveloppe hermétique (un papier imbibé d'eau est introduit entre les deux sachets plastiques afin de garantir une conservation sans perte d'eau).

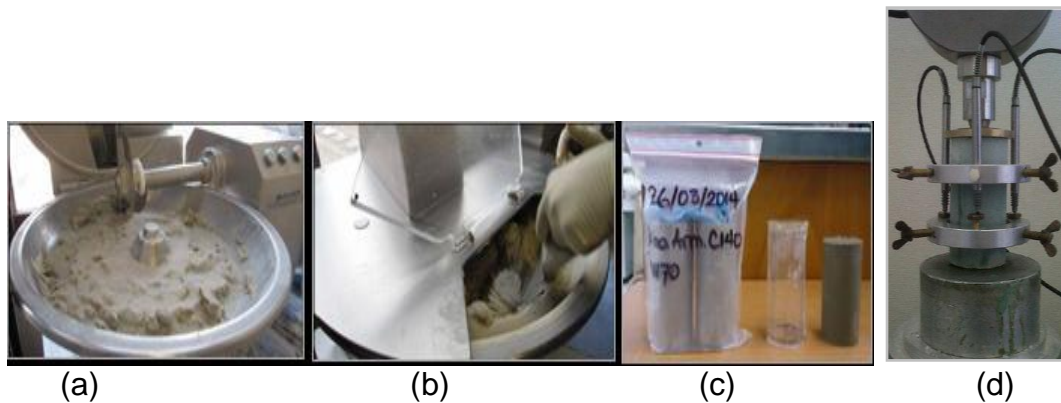


Figure 1 Procédure de mélange : (a) mélange du sol avec le ciment, (b) pendant la réalisation du mélange, (c) conditions de cure et (d) dispositif d'essai mécanique (R_c) (NF EN 13286-41)

On a réalisé des mélanges sur les matériaux argileux et les autres sols testés à différents dosages de ciment (Tableau 2 et Tableau 3). La teneur en eau est ajustée en fonction de la nature du sol et de la quantité de ciment. La masse d'eau ajoutée correspond à $m_{eau} = w_L \times (\text{masse de sol sec} + \text{masse de ciment ajoutée au mélange})$. Les temps de cure testés pour les essais macroscopiques sont de 7, 14, 28, 56, 90 alors que le temps de cure de 28 jours a été choisi pour étudier les propriétés physico-chimiques.

Tableau 2 Désignation des mélanges réalisés au laboratoire

Sols	C (kg/m ³)	w%	Référence
Sable de Fontainebleau (NE34)	210	19	FSC210W19
Kaol. Armor.	210	70	KaoAC210W70
Sol S	210	34	VO-S-C210W34
Sol MV	210	34	VO-MV-C210W34

Sols	C (kg/m ³)	w%	Référence
Kaolinite Armor.	140	70	KaoAC140W70
Illite Puy	140	70	IPuyC140W70
Illite Arvel	140	80	IArvC140W80
Kaol. Provins	140	100	KaoPC140W100

Montm. Arvel	140	130	MontAC140W130
--------------	-----	-----	---------------

2.4. Démarche expérimentale

La résistance à la compression simple R_c (Figure 1 (d)) est évaluée dans le but de caractériser la performance mécanique du matériau sol – ciment ($E_{50\text{global}}$ et $E_{50\text{local}}$ est également évaluée).

Du point de vue microstructural, les matériaux soil mixing sont lyophilisés (après temps dans l'azote liquide) après l'essai de compression simple. Réduit en poudre à 80 μm , la minéralogie a été étudiée par diffraction de rayons X (avec un D8 advance, Bruker, anode cobalt) puis comparée au matériau initial avant mélange. Des analyses thermiques (ATD/TG – analyseur de chez Netzsch) ont également été réalisées et la microstructure des échantillons a été testée par porosimétrie par intrusion de mercure (MIP – porosimètre de type Autopore IV, Micromeritics).

3. Résultats expérimentaux

3.1. Résultats mécaniques

Les résultats sur la Figure 3 montrent que la résistance à la compression augmente avec la durée de cure pour l'ensemble des échantillons comme on peut s'y attendre avec un liant hydraulique. La valeur de résistance à 28 jours (souvent prise comme référence dans le domaine des bétons) n'est toutefois pas la valeur ultime dans la majorité des cas. Pour certaines courbes la résistance a même doublé voire plus entre 28 et 90 jours (soit +105% pour IArvC140W80). La résistance à 28 jours est donc loin d'être la valeur finale atteinte en termes de performance. Par contre, il semblerait qu'au-delà de 90 jours la croissance de la résistance soit nettement plus faible.

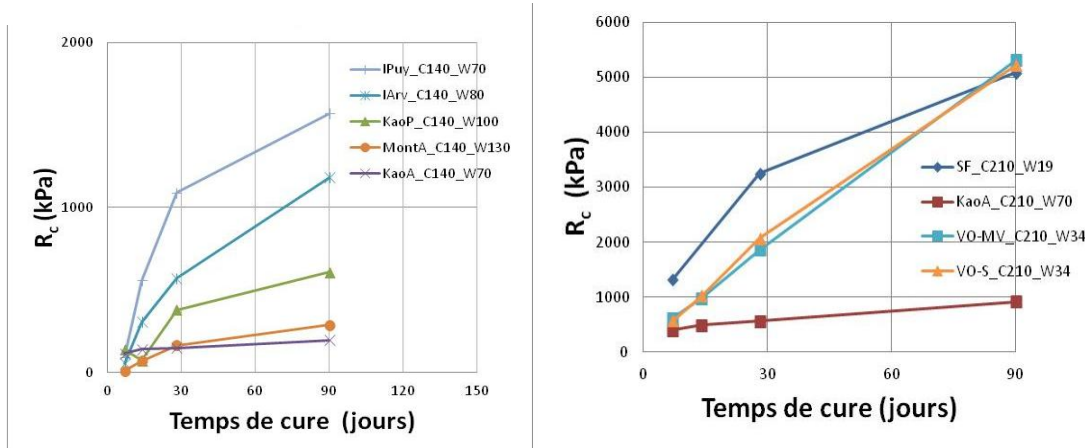


Figure 3 Résistance à la compression (a) dosage à 140 kg/m³ (b) dosage à 210 kg/m³ en fonction du temps pour les matériaux soil mixing à base d'argile.

Concernant les résistances à la compression R_c , la montmorillonite semble donner la plus faible comme on peut s'y attendre étant donné son fort pouvoir gonflant (la montmorillonite entre en compétition avec le ciment anhydre vis-à-vis de l'eau disponible). La Kaolinite de Provins semble mieux répondre au traitement des sols même si son indice de plasticité ($I_p=58,6$) se rapproche de celui d'une montmorillonite. La phase principale qui compose ce matériau est pourtant une kaolinite mise en évidence par diffraction de rayons X (Tableau 3). Les illites (Arvel et du Puy) donnent les meilleures réponses après traitement en termes de résistance mécanique. Une tendance semble apparaître globalement avec

une R_c qui diminue lorsque l' I_p augmente. Une incohérence apparaît cependant avec la Kaolinite Armoricaïne qui semble être proche de la réponse de la montmorillonite au traitement alors que son indice de plasticité est proche de celui de l'illite du Puy. Notez cependant sa limite de plasticité proche de celle de la Montmorillonite. L'indice de plasticité n'est donc pas un indicateur absolu pour prédire la prise du matériau de même que la minéralogie des sols comme le montre le comportement atypique des deux kaolinites testées. Des essais avec une teneur en ciment plus importante, soit 210 kg/m^3 (environ 8% en masse) montrent que les résistances à la compression R_c augmentent. On vérifie bien ainsi l'effet du dosage en ciment (y compris dans le cas de la Kaolinite armoricaïne). Dans ce cas, la microstructure va s'en doute jouer un rôle majeur, en passant d'un sol traité au ciment à un béton de sol (du sol dans une matrice cimentaire ou bien du ciment dans entre les particules de sol). De manière similaire, on estime que de l'argile dans un sol granulaire commence à gouverner le comportement du mélange à partir de 30% d'argile. Enfin, pour vérifier si nos résultats obtenus sur des argiles presque pures sont transposables sur les sols, nous avons caractérisé observé le comportement des sols S et MV composés majoritairement de quartz et d'illite. Les mélanges à 210 kg/m^3 présentent des R_c après 90 jours de cure qui atteignent celle du sable de Fontainebleau (Figure 3). La présence du quartz 'dilue' l'effet pathogène des illites compensé également par le taux de ciment important dans le mélange.

Tableau 3. Composition minéralogique des matériaux testés (les croix donnent une estimation de la quantité des principales phases qui composent les matériaux)

Échantillons	Quartz	Kaolinite	Illite	Montm.	Feldspaths	Calcite
Sable F	xxxxx					
Kaol. Armor.	xx	xxxxx	x			
Illite Puy	x	x	xx		x	xxx
Sol S	xxxx		xx		x	
Sol MV	xxxx		xx		x	
Illite Arvel	xx	x	xxxx			xxx
Kaol. Provins	xx	xxx				
Montm. Arvel	x	présence	présence	xxxx	présence	

3.2. Analyse physico-chimique

Nous avons cherché à l'échelle microstructurale des explications aux comportements observés lors des essais de compression. La tenue mécanique est associée au développement des CSH entre les grains de ciment. Ils se manifestent sous la forme d'un gel et possèdent une composition variable du type $(\text{CaO})_x(\text{SiO}_4)_y(\text{H}_2\text{O})_z$ avec $0.6 < x/y < 2$ et $1 < z < 4$. Les analyses minéralogiques confirment l'absence de nouvelles formes cristallines après 28 jours de cure pour chacun des matériaux (aucune trace des phases du ciment anhydre n'est également observée). Les diffractogrammes associés au matériau argileux initial et au matériau soil mixing associé sont quasiment les mêmes (une légère évolution des hauteurs de pic associées à une phase peut s'interpréter par une dissolution de cette phase en milieu fortement alcalin ce qui doit contribuer aux réactions pouzzolaniques dans le matériau soil mixing ou bien dans le cas des argiles à une évolution du degré d'orientation préférentielle des particules lors de la préparation des échantillons). Aucune phase cimentaire cristalline n'est détectée après 28 jours (y compris dans le cas de FSC210W19). Dans le cas de la kaolinite de Provins, un pic pouvant être associé à de la tobermorite (CSH cristallisé) ou bien de la calcite est potentiellement identifié mais cela reste à confirmer. Pour confirmer l'hypothèse que la quantité de CSH formé permet d'expliquer les différences de R_c , des analyses thermiques (ATD/TG) ont

été réalisées sur les échantillons après 28 jours de prise. La présence de CSH est généralement identifiée grâce à la perte de masse de l'échantillon entre 25 et 130-150°C (voir plus 200-230°C) (les échantillons ont été au préalable lyophilisés). Force est de constater que là encore les courbes thermogravimétrique (TG) caractéristiques des matériaux soil mixing sont très proches des courbes TG du matériau argileux servant à réaliser le mélange excepté pour l'échantillon FSC210W19 où une perte de masse entre 25 et 150°C de l'ordre 1% est observée en présence de ciment alors que la perte de masse est proche de 0 pour le sable de Fontainebleau pur (voir Tableau 4).

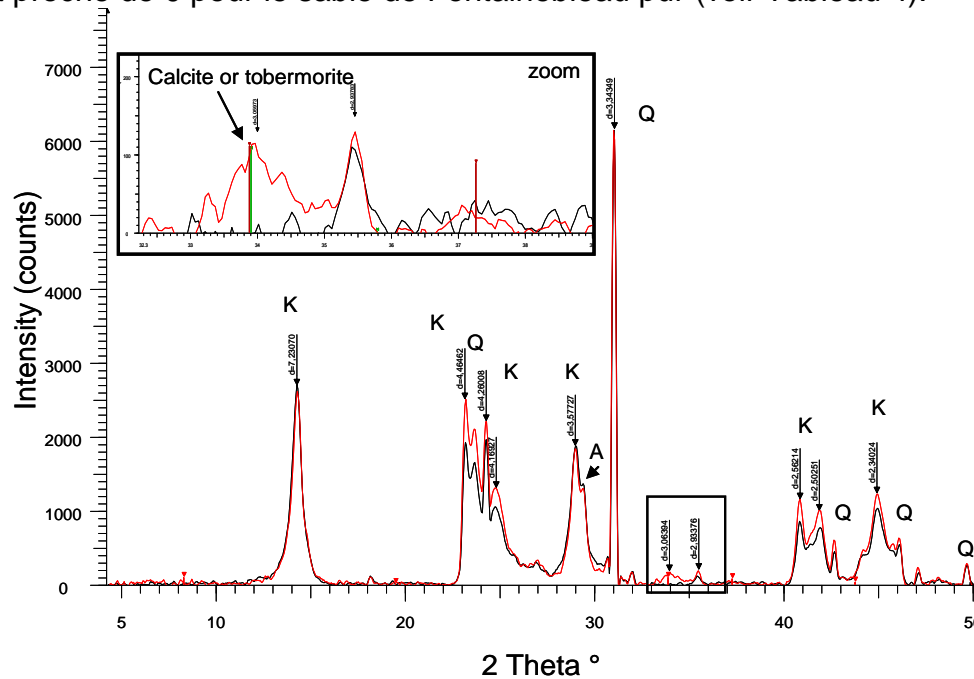


Figure 4. Diffraction de rayons X sur la kaolinite de Provins et sur l'échantillon KaoPC140W100 après 28 jours de cure. K : kaolinite, Q : quartz, A : anatase.

Les analyses thermiques entre 25 et 150°C ne sont globalement pas suffisamment précises pour dissocier l'eau contenue dans les argiles et l'eau des CSH en cours de formation, toutes deux étant libérées lors du chauffage jusqu'à 150°C. En l'absence d'argile, la compétition pour l'eau entre les argiles et le ciment anhydre n'a pas lieu (noter cependant que les teneurs en eau utilisées pour réaliser les mélanges sont en principe adaptées pour permettre l'hydratation à la fois des argiles et du ciment). Plus globalement, les analyses montrent une perte de masse entre 25-1200°C (PF) supérieure en présence de ciment (sauf en présence d'illite Arvel).

Tableau 4. Analyses thermiques et microstructurales des matériaux testés

Echantillons	Identifications géotechniques **			Vtot pores* (mL/g)	n* (%)	d* (g/mL)	Présence de pores 3-100 nm	Perte de masse 25-150°C ***	Perte de masse 25-1200°C ***	Rc (kPa) 28jours
	LL %	PL %	PI %							
FS C210 W19	--	--		0,20	32,9	2,51	++	1 (0.01)	3.51 (0.45)	3246
VO-S C210 W34	31,5	15,1	16,4	0,31	39,4	2,08	++	1.6	6.83	2069
VO-MV C210 W34	32,6	13,9	18,7	0,32	21,3	--	++	1.4	6.83	1865
KaoA C210 W70	55,3	42,	12.8	0,65	58,42	2,16	non	1.05 (0.5)	13.43 (11.82)	560
Ipuy C140 W70	50,2	34,9	15,3	0,49	54,1	2,40	+++	4.1 (3.9)	17.76 (15.78)	1089
Iarv C140 W80	56,7	30,6	26,1	0,75	64,7	2,45	++	2.7 (3.1)	13.3 (16.37)	570
KaoP C140 W100	89	30,4	58,6	0,93	67,2	2,21	+	2.4 (2.92)	17.01 (15.36)	380
MontA C140 W130	118,1	44,8	73,3	1,08	67,5	1,93	Non	7.5 (7.5)	21.26 (20.9)	164

KaoA C140 W70	55,3	42,5**	12,8	0,78	65,7	2,45	Non	0,9 (0,5)	12,85 (11,82)	147 **
---------------	------	--------	------	------	------	------	-----	-----------	---------------	--------

*PIM à 28 jours, **matériaux avant mélange, *** entre parenthèse : la valeur obtenue par analyse thermique sur le matériau sans ajout de ciment, n = porosité, d = densité apparente calculée à partir de la porosimétrie par intrusion de mercure.

La différence de PF peut également être associée à la présence des hydrates mais cette différence n'est pas directement corrélable avec l'évolution des R_c .

Finalement les mesures de porosimétrie par intrusion de mercure (Figure 5) se sont révélées intéressantes comme méthode indirecte pour détecter la présence de CSH caractérisés par une nanoporosité (observation des pores entre 3 et 100 nm (mais il faut noter que la porosité interfeuille des argiles est également présente dans cette gamme de pores)).

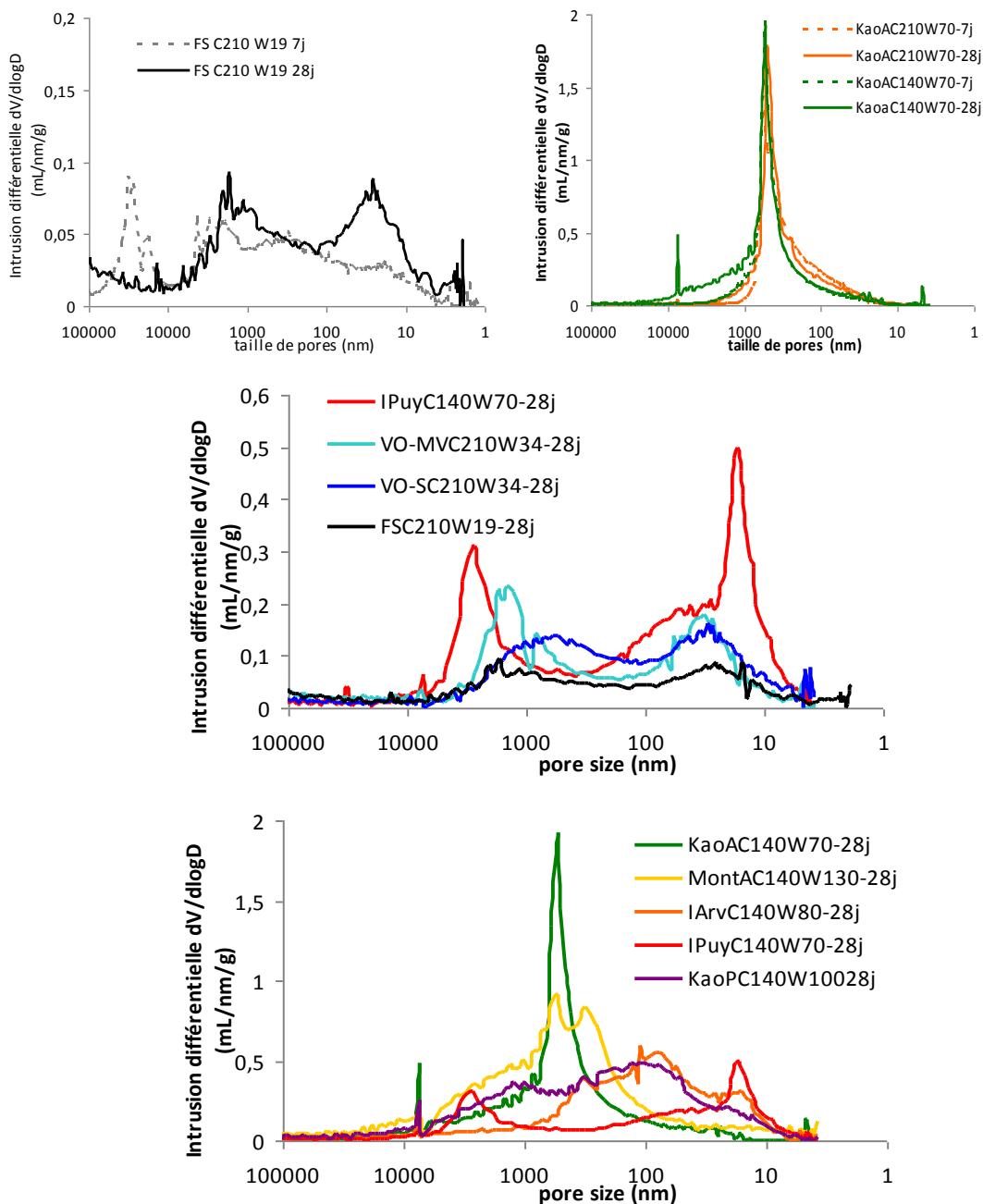


Figure 5. Courbes de porosimétrie par intrusion de mercure sur les différents matériaux testés après mélange avec le ciment.

L'évolution avec le temps de cette nanoporosité pour le sable de Fontainebleau tout comme pour les sols S et MV (composé majoritairement de quartz) est par contre attribuée au développement des CSH. Leur présence est quasi-systématique dans les mélanges qui présentent une prise effective (R_c au bout de 28 jours) alors que ces pores sont absents de la kaolinite armoricaine ou de la montmorillonite mélangés au ciment après 28 jours de cure. Une observation pour de très longues périodes de cure devrait permettre d'étayer cette hypothèse.

Enfin, si l'adsorption d'eau par les argiles entre en compétition avec le ciment lors de son hydratation, l'argile qui peut se dissoudre en milieu alcalin agit également comme un écran autour des particules cimentaires ralentissant probablement les mécanismes d'adsorption, d'hydrolyse, de dissolution ainsi que la diffusion des ions et enfin la cristallisation des phases de type CSH. Cela doit expliquer la cinétique lente observé lors de l'évolution des R_c (la prise n'étant pas stabilisée même après 90 jours voire elle ne s'effectue pas pour des teneurs en ciments plus faible de l'ordre de 70 kg/m^3). L'écrantage est sans doute également physique, empêchant le gel de CSH de coller les particules de ciment hydraté et les grains « inertes » comme le quartz du sol entre eux.

4. Conclusions et perspectives

L'approche mico-macro appliquée dans cette étude est une voie d'amélioration de la compréhension du matériau soil mixing. En particulier, cette étude a confirmé que la présence d'argile dans les sols est néfaste pour la prise hydraulique correcte du ciment. Plus l'argile est sensible (VBS grande), plus les performances mécaniques en termes de compression simple après 28 jours de cure sont faibles. Cependant les résultats sur la kaolinite armoricaine ont montré que la minéralogie seule n'explique pas tout et que d'autres paramètres à identifier impactent également la prise. Enfin, si la diffraction de rayons X ou les analyses thermiques ne semblent pas pertinentes pour mettre en évidence une évolution au cours du temps sur le matériau soil mixing, la porosimétrie mercure semble permettre de révéler une évolution des CSH via leur porosité.

5. Références bibliographiques

- AFNOR (2003). Mélanges traités et mélanges non traités aux liants hydrauliques – Partie 41 : méthode d'essai pour la détermination de la résistance à la compression des mélanges traités aux liants hydrauliques. NF EN 13286-41. Association Française de Normalisation.
- Guimond-Barrett, A., A. Pantet, P. Reiffsteck, F. Szymkiewicz & J.-F. Mosser (2011) Influence des conditions de mélange et de cure sur les caractéristiques de sols traités au ciment par soil mixing. XXIXe Rencontres Universitaires de Génie Civil AUGC 2011, Tlemcen, Algérie, 29-31 Mai 2011.
- Paredes Mariño, J. (2014) Sustainability and implementation of the Soil-Mixing material. Master Thesis, 73p.
- Leroux A. Unikowski, Z. (1980) Mise en évidence de l'influence des fines argileuses dans les granulats à béton, Bull. Liaisons des lab. Ponts et Chaussées, 110, 101-110.
- Unikowski, Z. (1982). Influence des argiles sur les propriétés des mortiers de ciment. Rapports de recherche des Laboratoires des Ponts et Chaussées.