

ÉCOLE DOCTORALE SCIENCES ET TECHNOLOGIES

Centre de Recherche sur la Matière Divisée

THÈSE présentée par :
LASLEDJ Abdelmadjid

Soutenue : **3 Décembre 2009**

pour obtenir le grade de : **Docteur de l'université d'Orléans**

Discipline : Génie Civil

**Traitement des sols argileux à la chaux :
processus physico-chimique et propriétés
géotechniques**

THÈSE dirigée par :

Muzahim AL-MUKHTAR Professeur, Université d'Orléans

RAPPORTEURS :

Farimah MASROURI Professeur, Université de Nancy
Anne PANTET Professeur, Université du Havre

JURY

Marie-Louise SABOUNGI	Professeur, Université d'Orléans, Président du jury
Muzahim AL-MUKHTAR	Professeur, Université d'Orléans
Anne PANTET	Professeur, Université du Havre
Yasmina BOUSSAFIR	Ingénieur, Laboratoire central des ponts et chaussées, Paris

Tables des matières

Introduction	3
I. Caractérisation des matériaux de l'étude et méthodes expérimentales	9
1.1. Caractérisation des matériaux de l'étude	9
1.1.1. Le sol argileux Impersol	9
1.1.2. Sol argileux appelé KPsol	17
1.1.3. Sol argileux appelé argile verte	19
1.1.4. Sol argileux appelé argile A34	20
1.1.5. Sol argileux appelé argile M	22
1.1.6. La chaux	23
1.1.7. Analyse chimique des sols argileux étudiés	25
1.2. Méthodes expérimentales	27
1.2.1. Mode de préparation des échantillons chaux-sol argileux	27
1.2.2. Mode de réalisation de différents tests	28
1.3. Discussion et conclusion	35
II. Processus physico-chimiques des réactions chaux-Impersol à température ambiante (20°C)	39
2.1. Synthèse bibliographique sur les interactions chaux-sols argileux en présence d'eau	39
2.1.1. Rappel sur la minéralogie des sols argileux	40
2.1.2. Etapes des réactions chaux-sols argileux	42
2.1.3. Résultats d'études au niveau microscopique chaux-argile	46
2.2. Réactions chaux-Impersol à court terme température ambiante ($\approx 20^{\circ}\text{C}$) : échange cationique et consommation en chaux	54
2.2.1. pH des mélanges chaux-Impersol	54
2.2.2. Plasticité de l'Impersol avec le traitement	55
2.2.3. Pression de gonflement et consommation de chaux	56
2.2.4. Changement minéralogique et consommation de chaux	57
2.2.5. Discussion	58

2.3. Réactions chaux–Impersol à long terme à température ambiante ($\approx 20^{\circ}\text{C}$) : réaction pouzzolanique	59
2.3.1. Evolution de la consommation de la chaux	59
2.3.2. Evolution de pH des mélanges chaux–Impersol.....	60
2.3.3. Evolution de la conductivité électrique des mélanges chaux–Impersol	61
2.4. Evolution de la minéralogie de l’Impersol traité à température ambiante.....	63
2.4.1. Suivi des changements minéralogiques par diffraction des rayons X	63
2.4.1. Suivi des changements minéralogiques par analyse thermogravimétrique	82
2.5. Conclusion	115

III. Processus physico-chimiques de la réaction chaux–Impersol à

température élevée (50°C)	119
3.1. Réactions chaux - Impersol à long terme à température élevée (50°C)	119
3.1.1. Evolution de la consommation de la chaux	119
3.1.2. Effet de la température de maturation (20 et 50°C) sur l’évolution de la consommation de chaux	120
3.1.3. Evolution de pH des mélanges chaux–Impersol.....	122
3.1.4. Effet de la température de maturation (20 et 50°C) sur l’évolution du pH des mélanges	123
3.1.5. Evolution de la conductivité électrique des mélanges chaux–Impersol chaux–Impersol	124
3.1.6. Effet de la température de maturation (20 et 50°C) sur l’évolution du pH des mélanges	125
3.2. Evolution de la minéralogie de l’Impersol traité à 50°C	127
3.2.1. Suivi des changements minéralogiques par diffraction des rayons X	127
3.2.2. Comparaison des résultats de diffraction des rayons X obtenus à 20°C et à 50°C	144
3.2.3. Suivi des changements minéralogiques par analyse thermogravimétrie	147
3.2.4. Comparaison des résultats d’analyse thermogravimétrie obtenus à 20°C et à 50°C ..	168
3.3. Conclusion	175

IV. Texture et microstructure de l'Impersol traité à la chaux179

4.1. Etude de l'Impersol brut traité à la chaux par microscopie électronique à balayage	179
4.2. Etude de l'Impersol purifié traité à la chaux	183
4.2.1. Investigation de la minéralogie par	183
4.2.2. Investigation de la morphologie et des nouveaux hydrates par microscopie électronique à transmission	191
4.3. Conclusion	212

V. Processus physico-chimiques de la réaction chaux–sols argileux215

5.1. Evolution de la consommation de la chaux dans les sols étudiés avec la maturation	216
5.1.1. Consommation initiale en chaux	216
5.1.2. Consommation de chaux avec le temps de maturation à 20°C et à 50°C	217
5.2. Evolution de pH des mélanges chaux–sol avec la maturation à 20°C et 50°C	220
5.3. Evolution de la conductivité électrique des mélanges chaux–sol avec la maturation à 20°C et 50°C	223
5.4. Evolution de la minéralogie des sols argileux traités à la chaux	226
5.4.1. Changements minéralogiques observés par diffraction des rayons X	226
5.4.1.1. KPsol	226
5.4.1.2. Argile verte	229
5.4.1.2. Argile A34	230
5.4.1.4. Argile M	231
5.4.2. Changements minéralogiques observés par analyse thermogravimétrique	235
5.4.2.1. KPsol	235
5.4.2.2. Argile verte	241
5.4.2.2. Argile A34	247
5.4.2.4. Argile M	252
5.5. Discussion et conclusion	257

VI. Propriétés géotechniques de l'Impersol traité à la chaux	263
6.1. Synthèse bibliographique de l'effet de la chaux sur les propriétés des sols argileux traités à court et à long terme	263
6.2. Propriétés de l'Impersol traité à la chaux	281
6.2.1. Effet de la chaux sur la consistance	281
6.2.2. Effet de la chaux sur la surface spécifique	282
6.2.3. Effet de la chaux sur la capacité d'échange cationique	285
6.2.4. Effet de la chaux sur la capacité d'absorption d'eau	287
6.2.5. Effet de la chaux sur les propriétés de gonflement (potentiel et pression de gonflement)	289
6.2.6. Effet de la chaux sur la perméabilité	290
6.2.7. Effet de la chaux sur le retrait linéaire (courbes de dessiccation, facteur et potentiel de retrait)	293
6.2.8. Effet de la chaux sur la compressibilité à partir des essais œdométriques	302
6.2.9. Effet de la chaux sur la résistance mécanique	308
6.2.10. Effet de la chaux sur la vitesse de son	316
6.2.11. Etude de la durabilité du traitement à la chaux lors des cycles de variation de l'humidité relative entre 20% et 98%	319
6.3. Conclusion	326
Conclusion générale	333
Références bibliographiques	341
Liste des tableaux et figures	347
Annexes	357

Notation

w (%) : Teneur en eau

w_{opt} (%) : Teneur en eau à l'Optimum de Proctor Normal

OPN : Optimum de Proctor Normal

γ_d (kN/m³): Poids volumique sec

W_L (%) : Limite de liquidité

W_P (%) : Limite de plasticité

IP (%) : Indice de plasticité

P_g (kPa) : Pression de gonflement

C_c : Indice de compression

C_s : Indice d'expansion (rebond, gonflement)

E_{oed} (kPa) : Module oedométrique

ΔV (%) : Variation volumique

ΔH (%) : Variation longitudinale

CEC (meq/100g de sol) : Capacité d'échange cationique

CE (mS/cm) : conductivité électrique

HR (%) : Humidité relative

MEB: Microscope __lectronique à Balayage

MET: Microscope __lectronique à Transmission

EDX : Spectroscopie de l'énergie des rayons X diffusés (Energy Dispersif X-ray)

DE: Diffraction __lectronique

[Ca] : Proportion atomique en calcium

Si/Al : Rapport des proportions atomiques silicium sur aluminium

DRX : Diffraction des Rayons X

CAH : Hydrate d'Aluminate de Calcium

CSAH : Hydrate d'Alumino-Silicate de Calcium

CSH : Hydrate de Silicate de Calcium

ATG : Analyse ThermoGravimétrique

ATD : Analyse ThermoDifférentielle (°C/min)

TG : Courbe de perte de masse relative (%) - (ThermoGravimetric curve)

DTG : Courbe dérivée de la perte de masse relative (%/min) - (Derivative ThermoGravimetric curve)

Δ TG (%) : Différence des pertes de masse relatives TG

M : Masse

Δ M : Variation de la masse

$M(T=105^{\circ}\text{C}) = M(T_0)$: Masse d'échantillon à la température de $105^{\circ}\text{C} = T_0$

T ($^{\circ}\text{C}$) : Température

T_i ($^{\circ}\text{C}$) : Température initiale de la décomposition d'un minéral

T_f ($^{\circ}\text{C}$) : Température finale de la décomposition d'un minéral

C : Chaux

I : Impersol

I+C : Impersol + chaux

MCI : Mélange chaux-Impersol

E_a : Energie d'activation d'une réaction

V : Vitesse

Introduction et problématique

Introduction et problématique

Le traitement à la chaux des sols argileux est une pratique courante et ancienne reconnue dans le monde entier, lors des travaux de génie civil, notamment les travaux routiers (remblais, couches de forme, ou d'assises autoroutiers, routiers, ferroviaires,...etc.). En effet, le traitement limite les dégradations dues au gonflement ou à des caractéristiques mécaniques insuffisantes des sols argileux sensibles à l'eau. De plus, élargir les possibilités de réemploi des matériaux du site grâce au traitement des sols est une exigence du développement durable afin de limiter les dépôts de matériaux, leurs emprunts et l'énergie de transport associée.

Techniquement, l'empirisme et le retour d'expériences accumulées sont à la base de la pratique du traitement à la chaux. Les études concernent souvent un type de sol particulier (sols argileux faiblement plastiques ou gonflants) pour une utilisation immédiate et donc ne sont étudiées que les aspects géotechniques du comportement des sols traités.

Scientifiquement, très peu de travaux ont cherché à caractériser explicitement les couplages entre les processus physico-chimiques et le comportement géotechnique des sols. Les connaissances fondamentales concernant les interactions chaux–argile et les modifications minéralogique, texturale et structurale induites par la chaux sur les sols argileux sont encore limitées. Ces données sont primordiales pour améliorer notre compréhension des interactions liant–minéral et pour interpréter les performances immédiates et finales des sols traités à la chaux.

Deux concepts sont identifiés lors du traitement des sols argileux à la chaux, à savoir la modification et la stabilisation. La modification est une amélioration à court terme qui peut être obtenue par l'ajout d'une quantité relativement réduite de chaux permettant de diminuer notamment et immédiatement la teneur en eau et la plasticité des sols. La stabilisation requiert l'utilisation d'une plus grande quantité de chaux et se traduit par une amélioration à long terme et durable des caractéristiques hydromécaniques du sol traité.

Les changements des propriétés des sols traités sont dus à des réactions chimiques (échange cationique et activité pouzzolanique) entre la chaux et les minéraux argileux des sols. Ces minéraux sont attaqués et consommés pour former de nouveaux hydrates. L'ampleur et la cinétique des réactions dépendent des caractéristiques physico-chimiques des minéraux argileux et des conditions environnementales.

Les objectifs des travaux de recherche engagés dans cette thèse sont doubles : d'une part, déterminer le comportement géotechnique et l'efficacité du traitement à la chaux pour divers sols argileux et d'autre part, suivre les processus physico-chimiques de la réaction chaux–minéral argileux à court terme et à long terme.

Un sol argileux de type smectite sodique, très fortement plastique et gonflant appelé Impersol, est au centre de cette étude. Les modifications du comportement et des propriétés hydromécaniques de l'Impersol permettront de déterminer les limites du traitement des minéraux argileux à la chaux et de juger de l'efficacité du traitement à court terme et à long terme. Des investigations texturale et minéralogique à l'échelle microscopique (diffraction des rayons X, analyse thermogravimétrique, microscopie électronique à balayage et à transmission) sont utilisées pour suivre le processus physico-chimique des réactions chaux–Impersol.

Dans l'objectif de comparer et d'élargir le spectre de cette étude et pour mieux comprendre les réactions chaux–argiles, quatre autres sols argileux de composition minéralogique différente sont sélectionnés et leurs réactions à court et à moyen terme sont analysées.

La présentation des travaux de recherche réalisés s'organise en six chapitres:

Le premier chapitre présente la caractérisation des matériaux de l'étude et les protocoles expérimentaux des expériences effectuées. Les caractéristiques géotechniques et les propriétés physico-chimiques de l'Impersol à l'état brut et purifié sont détaillées. Les propriétés des quatre autres sols argileux sont déterminées, notamment leur minéralogie et leur composition chimique. Les protocoles expérimentaux employés s'appuient sur des normes connues et identifiées ou sur l'expérience acquise dans les laboratoires des recherches.

Le deuxième et le troisième chapitre sont consacrés au processus des réactions chaux–Impersol à température ambiante et à température élevée. Une synthèse bibliographique décrit les étapes des réactions chaux–argile et les conséquences à l'échelle microscopique. Le processus physico-chimique des réactions chaux–argile (les pourcentages de chaux ajoutée varient entre 2% et 20%) à des températures de maturation de 20°C et à 50°C est décrit et analysé à court et à long terme. Une température élevée de 50°C est appliquée lors de la maturation dans l'objectif d'accélérer les réactions et donc de pouvoir observer plus rapidement les changements induits par le traitement. Le suivi du processus est

assuré grâce aux mesures de l'échange cationique, de la consommation en chaux, du pH et de la conductivité électrique. Les modifications minéralogiques de l'Impersol traité sont déterminées par DRX et par ATG. La cinétique des réactions, ainsi que la quantité de chaux ajoutée et consommée, sont suivies en fonction de la température de maturation. Une comparaison de la maturation à 20°C et 50°C de l'Impersol est réalisée en termes de changements des propriétés physico-chimiques et minéralogiques, ainsi que de consommation en chaux.

Le quatrième chapitre expose les conséquences du traitement à la chaux de l'Impersol au niveau de la texture et de la micro-structure. L'étude par microscopie électronique à balayage (MEB) est réalisée sur des échantillons bruts d'Impersol, à la fois traité et non traité. L'étude par microscopie électronique à transmission (MET), par contre, est réalisée sur des échantillons préalablement purifiés, à la fois traités et non traités.

Le cinquième chapitre décrit les réactions chaux–argile pour quatre sols ayant des compositions minéralogiques représentant les principaux types d'argile. Les données expérimentales, notamment la consommation de chaux avec la maturation des différents sols traités, sont comparées avec celles de l'Impersol traité. Les modifications induites par le traitement à la chaux dans les compositions minéralogiques des divers sols argileux sont suivies par DRX et ATG.

Le sixième chapitre présente les modifications des propriétés géotechniques de l'Impersol induites par le traitement à la chaux en fonction des conditions de maturation (quantité de chaux ajoutée et température). La démarche tente d'identifier le pourcentage optimal de la chaux à ajouter à l'Impersol. Les résultats obtenus à l'échelle macroscopique sont interprétés à la lumière des observations et des données micro-texturales, minéralogiques, microstructurales et chimiques.

Une synthèse des résultats expérimentaux obtenus dans le cadre de cette thèse est présentée dans la conclusion générale. L'efficacité du traitement, la consommation de chaux à court terme et à long terme, les processus physico-chimiques impliqués dans les réactions et l'effet des paramètres liés aux minéraux argileux présents et aux conditions environnementales de maturation y sont discutés. Ce mémoire de thèse se termine sur des propositions de perspectives de recherche.

Chapitre I

Caractérisation des matériaux de l'étude et méthodes expérimentales

1. Caractérisation des matériaux de l'étude et méthodes expérimentales

Le principal matériau argileux étudié dans cette thèse est une bentonite appelée commercialement Impersol. C'est une argile sodique servant à étanchéifier les fonds des bassins et donc fortement plastique et gonflante. Ce sol est ainsi l'un des matériaux les moins aptes à être traités à la chaux. Le choix de ce matériau pour cette étude est motivé par le fait que les sols argileux naturels sont moins plastiques que l'Impersol, et donc si le traitement est efficace pour l'Impersol, il le sera pour tous les sols argileux naturels. De plus, les études des propriétés hydromécaniques et géotechniques nécessitent des quantités importantes de matériaux et pour bien comprendre les effets des interactions argile–chaux, il est recommandé de travailler sur des argiles purifiées (exemptes d'impuretés). L'Impersol est une argile sodique qui peut donc être « facilement » purifiée par sédimentation.

D'autres sols argileux ont également été étudiés et leurs réactions avec la chaux ont été comparées avec celle de l'Impersol :

- Un sol argileux composé majoritairement de kaolinite blanche appelée KPsol
- Un sol argileux composé majoritairement d'Illite appelée argile verte
- Un sol argileux composé majoritairement de montmorillonite appelée argile M
- Un sol argileux composé majoritairement de smectite–Illite appelée argile A34 (sol utilisé dans les travaux de l'autoroute A34 à côté de Rethel).

Sont présentés dans ce chapitre les caractéristiques de l'Impersol, ainsi que les compositions minéralogiques et chimiques des autres argiles utilisées. Toutes les analyses ont été réalisées avec des matériaux argileux réduits en poudre de granulométrie inférieure ou égale à 100µm. Les caractéristiques de la chaux employée dans le traitement des sols sont également présentées.

1.1. Caractérisation des matériaux de l'étude

1.1.1. Le sol argileux Impersol

1.1.1.1. Impersol brut : caractérisations structurales et géotechniques

Le diffractogramme des rayons X de l'Impersol brut séché à 105°C est présenté sur la figure 1.1. L'analyse de ce diffractogramme montre les réflexions des minéraux argileux : smectite (S), kaolinite (K) et des minéraux non argileux : quartz (Q), goethite (G), calcite (C)

et anatase (An). Les argiles présentes dans l'Impersol sont très peu organisées (peu de feuillets assemblés, intercalation smectite-kaolinite et particules désorientées). Une analyse chimique élémentaire est réalisée sur trois échantillons de l'Impersol brut séché à 105°C (tableau 1.3).

La figure 1.2 présente, pour l'Impersol brut, la courbe thermogravimétrique (TG) et sa dérivée (DTG) pour $T \geq 105^\circ\text{C}$. On observe sur la courbe DTG l'apparition de trois pics et deux bandes endothermiques. La première bande, très large entre 105 et 350°C, correspond à un départ continu d'eau liée aux cations interlamellaires et/ou d'eau piégée dans l'espace interlamellaire des smectites. Le premier pic, situé entre 260°C et 320°C, correspond à la déshydratation de la goethite (transformation de la goethite en hématite). Le pic entre 350 et 520°C et la bande de 500 à 650°C sont dus à la déshydroxylation des minéraux argileux (départ de l'eau structurale de la kaolinite - premier pic et de la smectite - deuxième bande). Le dernier pic situé entre 630°C-730°C est lié à la dissociation de la calcite.

L'Impersol est un sol argileux de type smectite, di-octaédrique, sodique et très plastique, commercialisé par la Société Française des Bentonites et Dérivés. La composition minéralogique de ce sol argileux, déterminée par diffraction des rayons X et par analyse thermique, est constituée de 86% d'éléments argileux répartis en 48% de smectite sodique à grande capacité d'échange cationique (CEC= 100 meq/100g de sol) et 38% de kaolinite. L'Impersol contient également 14% d'impuretés (minéraux non argileux) réparties en 6,4% de goethite, 3,4% de calcite, 3,2% de quartz et 1% d'anatase.

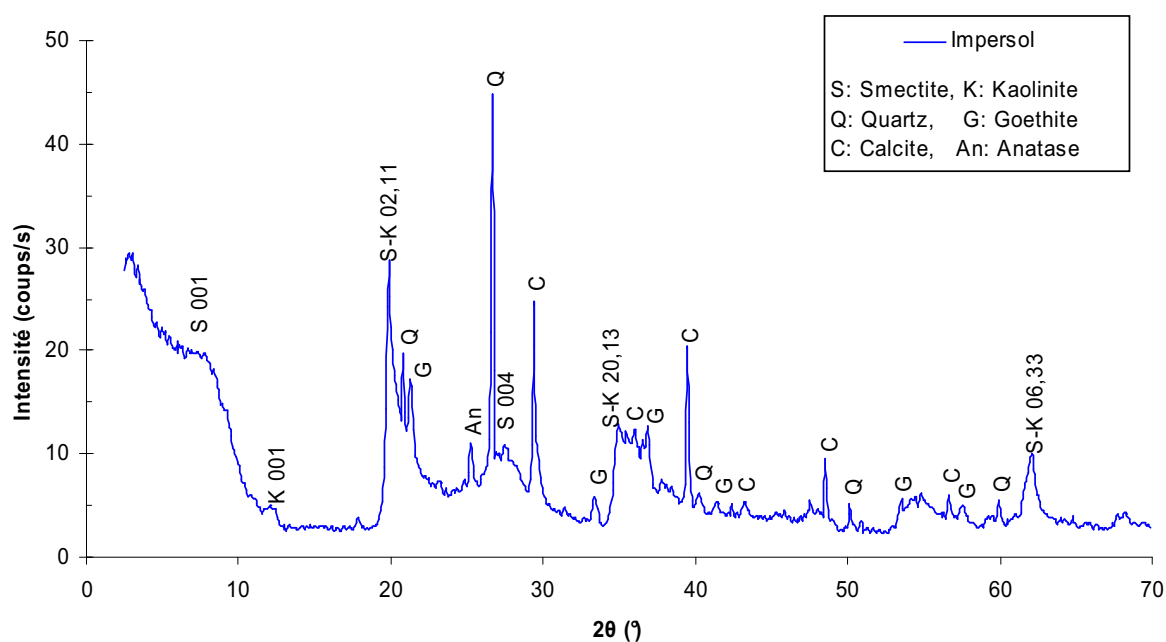


Figure 1.1 : Spectre de diffraction X de l'Impersol brut séché à 105°C

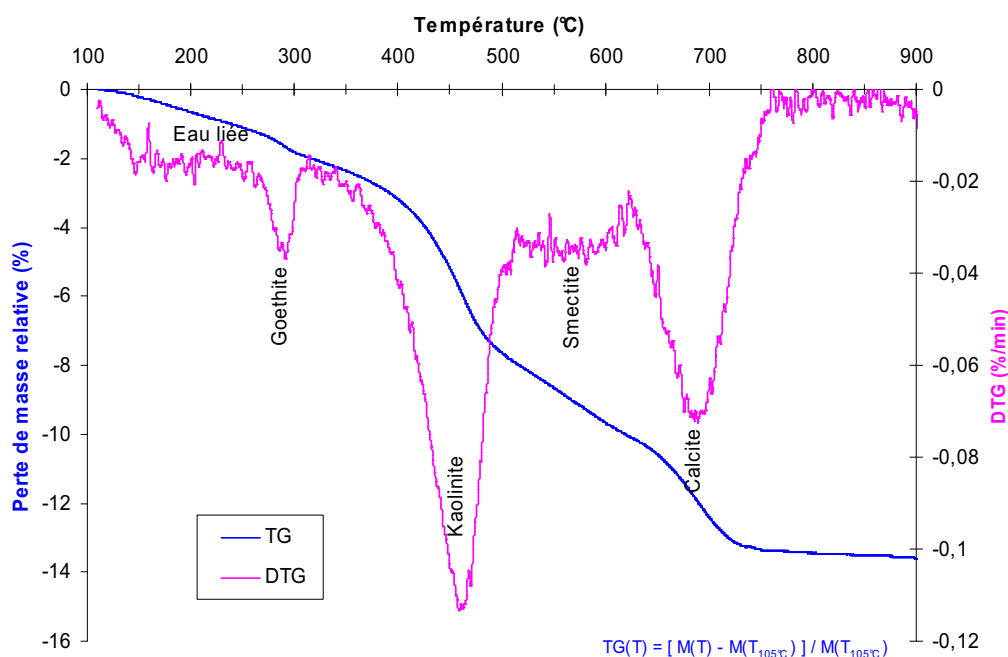


Figure 1.2 : Courbe thermogravimétrique (TG) et sa dérivée (DTG) de l'Impersol brut

- **Caractéristiques mécaniques, physico-chimiques et hydromécaniques de l'Impersol brut**

Les caractéristiques géotechniques, mécaniques et hydromécaniques de ce sol argileux sont regroupées dans le tableau 1.1.

Tableau 1.1 : Propriétés géotechniques, mécaniques et hydromécaniques de l'Impersol brut

Propriété	Valeur
Limite de liquidité (%)	225
Limite de plasticité (%)	55
Indice de plasticité (%)	170
Valeur au bleu de méthylène VBS (g/100g de sol)	38
pH	10,6
CEC (meq/100g de sol)	100
Potentiel de gonflement (%)	329
Pression de gonflement (kPa)	1060
Résistance à la compression simple (kPa)	210
Module de Young (MPa)	41
Indice de compressibilité	0,39
Potentiel de retrait (%)	14

L'Impersol est un sol très plastique ($IP = 170\%$), très expansif avec une pression de gonflement de 1060 kPa et un potentiel de gonflement très élevé de l'ordre de 320%. Ce caractère de gonflement s'explique par la grande capacité de cette argile (50% de smectite-Na) à absorber de l'eau. Selon la classification du GTR (Guide Technique Réalisation des remblais et des couches de formes, LCPC), l'Impersol appartient à la classe A4. Ce type de sol ne peut en aucun cas être utilisé dans les travaux de Génie Civil sans un traitement adéquat. En effet, ses caractéristiques mécaniques sont très faibles : une résistance mécanique de 210 kPa, un module de Young de 41 MPa, une limite de retrait et un indice de compressibilité importants de 14% et 0,39 respectivement.

• Courbe de compactage de l'Impersol brut

La courbe de compactage de l'Impersol brut présentée dans la figure 1.3 a été déterminée par compression statique en reproduisant l'énergie de compactage Proctor normale. On observe sur la figure que le poids volumique sec γ_d d'Impersol dans le moule Proctor augmente avec l'augmentation de la teneur en eau du mélange jusqu'à d'environ 40% d'eau (γ_d atteint l'asymptote) puis diminue continuellement avec l'ajout d'eau au-delà de 40%. L'optimum Proctor normal (OPN sur la figure 1.3) est caractérisé par un poids volumique sec maximal $\gamma_d = 11,87 \text{ kN/m}^3$ et une teneur en eau optimale $W_{opt} = 40,5\%$.

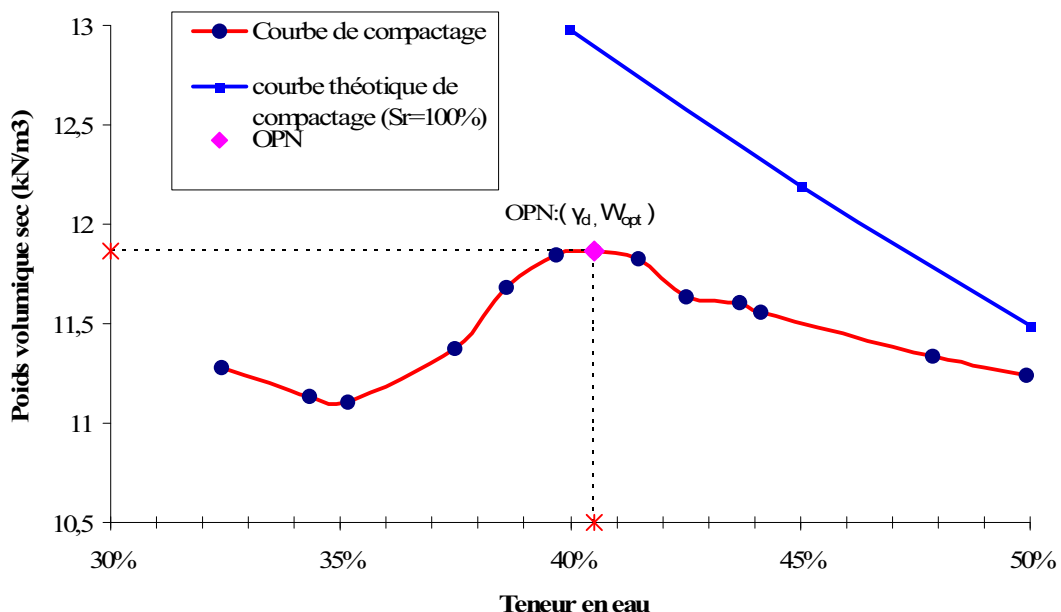


Figure 1.3 : Courbe de compactage de l'Impersol brut déterminée par compression statique reproduisant l'énergie de compactage Proctor normale

Tous les échantillons – à la fois non traités et traités - sont compactés à l'optimum Proctor normal (OPN) de l'Impersol non traité afin de pouvoir comparer l'effet du traitement à la chaux sur des échantillons ayant des états hydromécaniques initiaux identiques.

1.1.1.2. Impersol purifié : caractérisations structurales et texturales

L'Impersol préparé pour cette étude est purifié afin de retirer le maximum d'impuretés et ainsi faciliter l'interprétation des clichés de MET et les analyses de DRX et d'ATG.

La figure 1.4 présente les spectres de diffraction X de l'Impersol purifié et brut, séché à 105°C. On observe sur le diffractogramme les réflexions des minéraux argileux : smectite (S), kaolinite (K). La première réflexion (K001) de la kaolinite est plus intense que celle observée sur le diffractogramme de l'Impersol brut. Ceci s'explique par l'orientation préférentielle des feuillets d'argiles sous l'effet de la sédimentation et par une augmentation de la proportion de kaolinite dans l'échantillon purifié. L'Impersol purifié et l'Impersol brut sont très peu organisés (peu de feuillets assemblés, intercalation smectite - kaolinite et particules désorientées). En plus des pics attribués à la kaolinite et à la smectite, les réflexions des impuretés telles que la goethite et l'anatase sont également observées sur le diffractogramme. Ceci montre que les impuretés (goethite et anatase) ne sont pas retirées lors de la purification. Enfin, on observe également sur ce diffractogramme des pics principaux de très faible intensité correspondant au quartz et à la calcite. Ce qui montre que la quasi totalité de ces impuretés est retirée lors de la purification.

La figure 1.5 présente les courbes thermogravimétriques (TG) et leurs dérivées (DTG) pour $T \geq 105^\circ\text{C}$ de l'échantillon d'Impersol purifié et brut. On constate que les courbes DTG et TG des deux échantillons sont presque confondues jusqu'à une température de chauffage de 600°C avec une légère diminution de la perte de masse, entre 100°C et 400°C, observée sur la courbe TG de l'échantillon purifié, qui est peut être attribuée à la diminution de l'eau liée se trouvant dans l'espace interlamellaire des smectites après la purification. Par la suite, l'échantillon brut présente une perte de masse avec la température due à la dissociation de la calcite (impureté) dans l'échantillon testé. Cette calcite est retirée complètement par la purification. Le premier pic, situé entre 260 et 320°C, correspond à la déshydratation de la goethite non retirée par la purification et qui a été détecté par DRX. Le pic entre 350 et 520°C et la bande de 500 à 650°C sont dus à la déshydroxylation des minéraux argileux (eau structurale de la kaolinite puis la smectite). De plus, le pic endothermique lié à la dissociation

de la calcite, observé entre 650 et 750°C sur la courbe DTG de l'échantillon brut, a quasiment disparu dans l'échantillon purifié.

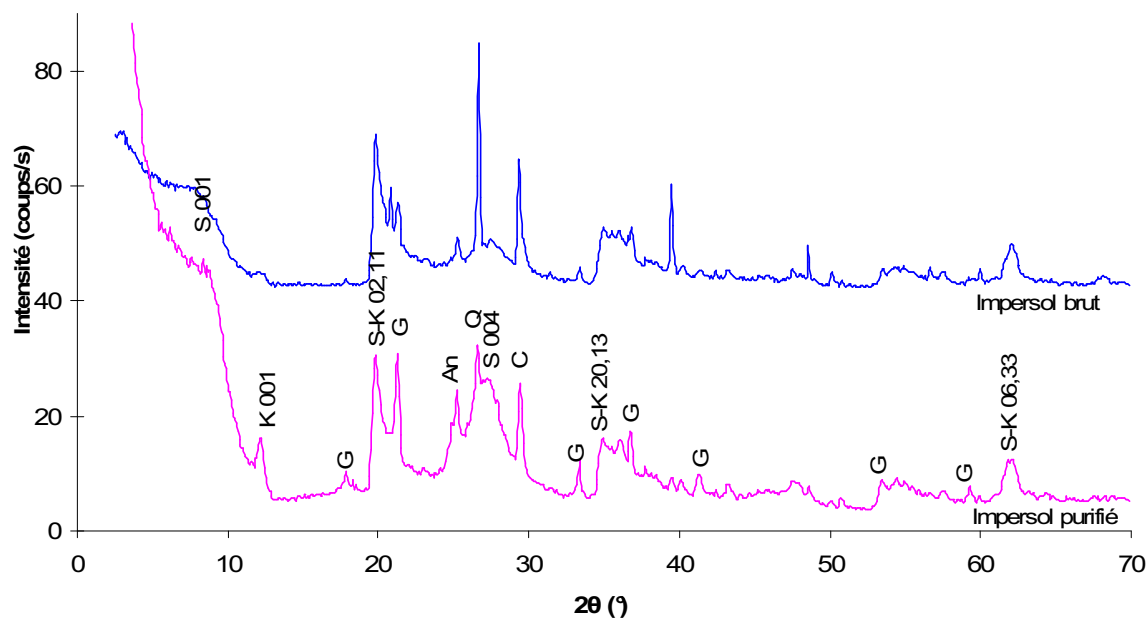


Figure 1.4 : Spectre de diffraction X de l'Impersol brut et purifié séché à 105°C

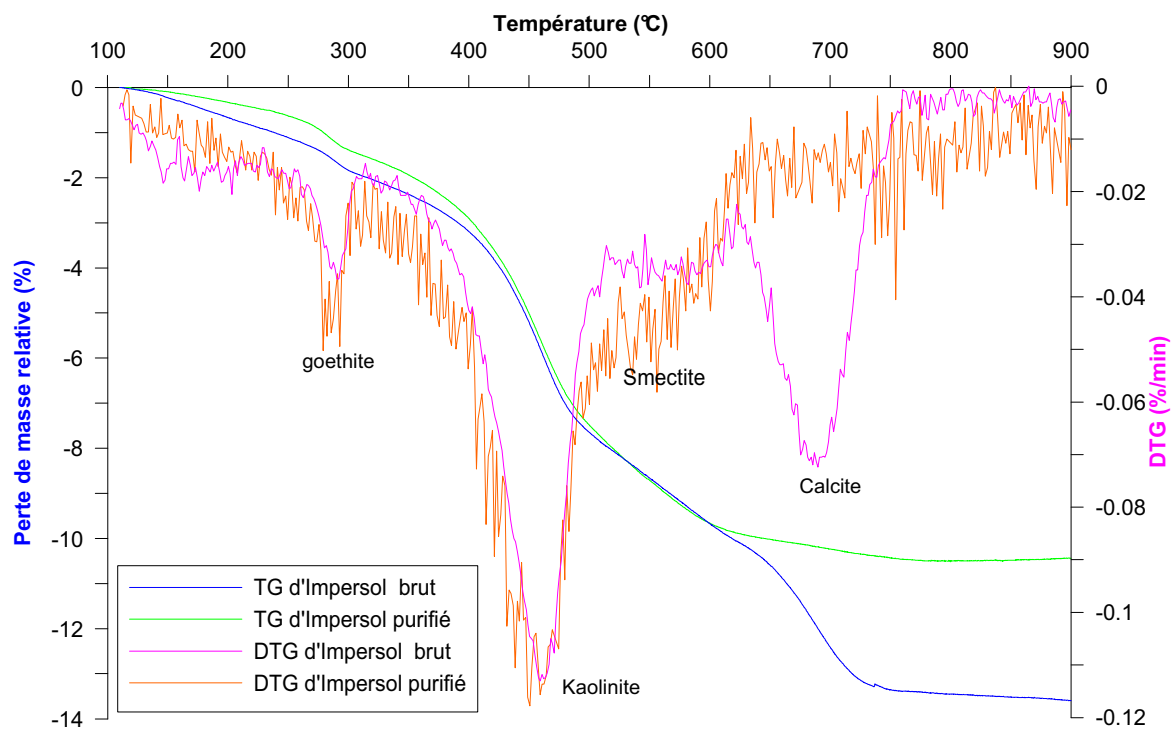


Figure 1.5 : Courbes thermogravimétriques (TG) et leurs dérivées (DTG) de l'Impersol brut et purifié

La composition minéralogique de l'Impersol purifié est constituée de 92% éléments argileux repartie en 43% de kaolinite et 49% de smectite. Elle contient 8% d'impuretés reparties en 6,8% de goethite, 0,2% de calcite et 1% pour l'anatase. La comparaison de la composition de l'argile purifiée avec celle de l'argile brute montre que les proportions des minéraux argileux sont légèrement plus importantes : +5% pour la kaolinite et +1% pour la smectite. De plus, les taux de quartz et la calcite sont négligeables après purification de l'Impersol.

• Etude par microscopie électronique à transmission (MET) de l'Impersol purifié

Dans cette étude, les observations au MET (grossissement de l'ordre de 105) sont réalisées sur des échantillons purifiés et compactés d'Impersol non traité. La méthode de préparation des échantillons est présentée dans le chapitre I (Protocole expérimental). Lors des observations d'un échantillon, des micro-analyses chimiques par Spectroscopie par Dispersion d'Energie (ou spectroscopie de l'énergie des rayons X diffusés - Energy Dispersif X-rays) et des diffractions électroniques (DE) peuvent être effectuées sur des zones sélectionnées de l'image ; (l'EDX ne permet de doser que les éléments ayant un numéro atomique supérieur à celui du sodium). Ces deux méthodes d'analyse permettent d'identifier les matériaux observés dans les zones sélectionnées et signalées par des cercles sur les images de MET. L'aire analysée dans les images MET a généralement un diamètre de l'ordre de 250nm et une profondeur de l'ordre de la dizaine de nanomètre.

L'Impersol est un mélange, et compte tenu de la taille des échantillons étudiés, les images obtenues et les zones analysées permettent d'observer les divers composants séparés ou superposés de l'Impersol.

La figure 1.6 donne deux images de l'Impersol purifié non traité avec deux grossissements différents (barre d'échelle de 200nm pour l'image 1.6-a et de 20nm pour l'image 1.6-b. Ce que l'on observe peut s'interpréter :

- pour les parties claires : il s'agit de feuillets argileux de smectites, larges, lisses, déposés sur la couche de carbone du support, avec quelques superpositions de cristaux plus petits ayant des faciès anguleux semblables à ceux des feuillets de kaolinite.

- pour les lignes sombres : il s'agit de bordures des feuillets de smectite. Comme le montre la deuxième image ayant une échelle amplifiée, où l'on observe des lignes parallèles, équidistantes, longues de plusieurs dizaines de nanomètres, séparées d'une distance de l'ordre du nanomètre soit la vision de coupe (ou de profil) de quelques feuillets de smectites.

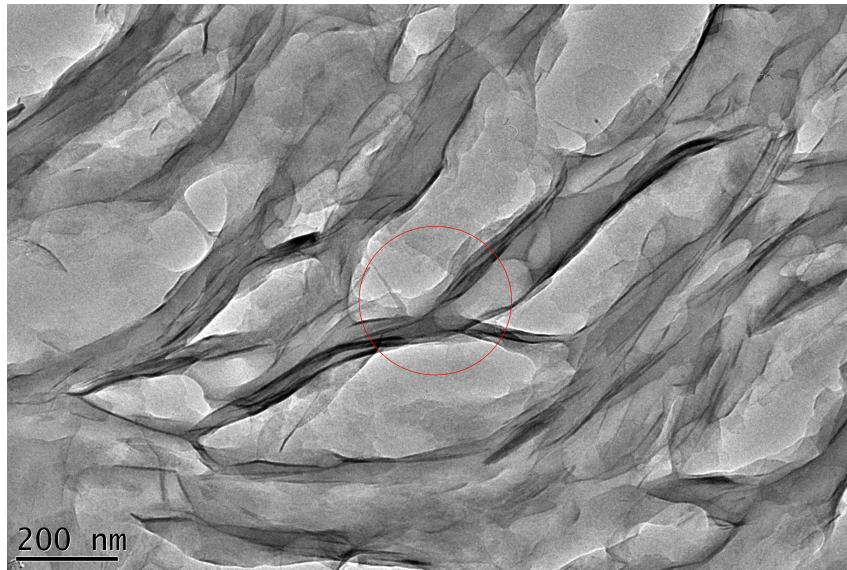


Image 1.6–a (zone 1)

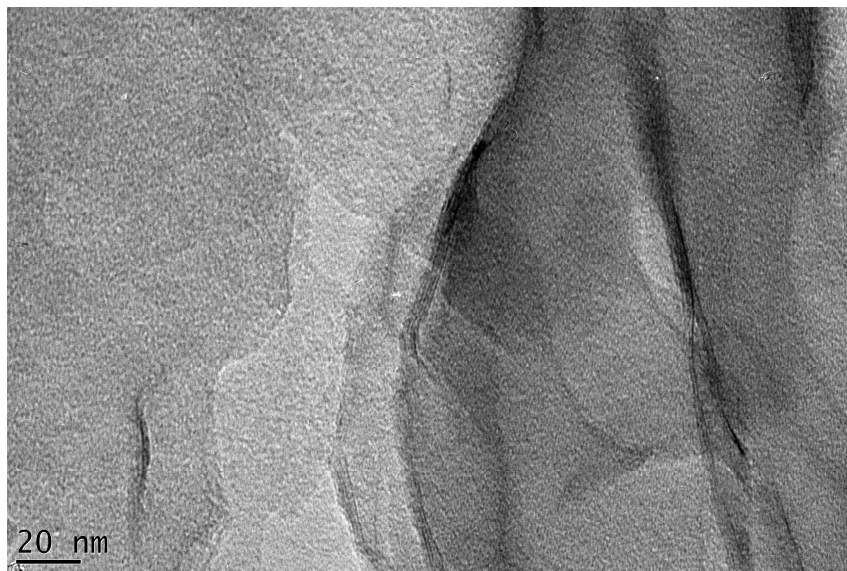


Image 1.6–b

Figure 1.6 : Images 1.6–a et 1.6–b de MET de l’Impersol purifié non traité

Une analyse chimique (EDX) a été effectuée sur la zone 1 de l’image 1.6-a (tableau 1.2). On constate que :

- 1) Le rapport Si/Al est égal à 1,7, il est intermédiaire entre 2 pour une smectite et 1 pour une kaolinite. Ce rapport correspond à un mélange smectite–kaolinite avec une forte proportion de smectite (70/30).
- 2) La proportion de calcium ($\approx 2\%$) correspond à la calcite qui reste dans l’Impersol, comme le montre le diffractogramme des rayons X et la courbe thermogravimétrique de l’Impersol purifié (la calcite n’est pas parfaitement retirée par la méthode de purification utilisée).

3) La proportion de fer ($\approx 3\%$) peut être attribuée à la goethite (la purification ne la retire pas) et à une possible substitution $\text{Fe}^{2+}/\text{Al}^{3+}$ dans la couche tétraédrique de la smectite.

4) La proportion de magnésium ($\approx 1,5\%$) peut être attribuée aux cations en substitution des smectites.

Tableau 1.2 : Proportions atomiques des différents éléments présents dans la zone sélectionnée de l'image 1.6–a

Éléments	Zone 1
Al	34,4
Si	59,1
Ca	2,2
Fe	2,9
Mg	1,4
Total	100
Si / Al	1,7

1.1.2. Sol argileux appelé KPsol

Cette argile de couleur blanche, dont le pH est égal à 6, a été caractérisée par DRX et ATG. On observe sur le diffractogramme X (figure 1.7) du KPsol séché à 105°C les réflexions des minéraux argileux : kaolinite (K) et illite (Il) et des réflexions attribuées au quartz. L'analyse de ce diffractogramme montre la présence de nombreuses et intenses raies 00 ℓ de la kaolinite et de l'illite. Ceci indique que cette argile est bien organisée (nombreux feuillets assemblés et forte orientation des particules selon leurs plans ab) contrairement à l'Impersol.

La figure 1.8 présente les courbes TG et DTG ($T \geq 105^\circ\text{C}$) du KPsol. On observe sur la courbe DTG, la présence d'un large pic endothermique à 500°C dû à la déshydroxylation de la kaolinite. La dissymétrie dans le pic de la kaolinite vers les hautes températures peut être attribuée à la déshydroxylation de l'illite. La courbe TG de cet échantillon indique une grosse perte de masse liée à la déshydratation de la kaolinite et une petite perte de masse au-delà de 650°C due à la déshydratation de l'illite.

Finalement, ce KPsol est relativement pur, bien cristallisé et constitué en majorité ($\approx 93\%$) d'éléments argileux (83% de kaolinite, et 10% d'illite) et 7% de quartz.

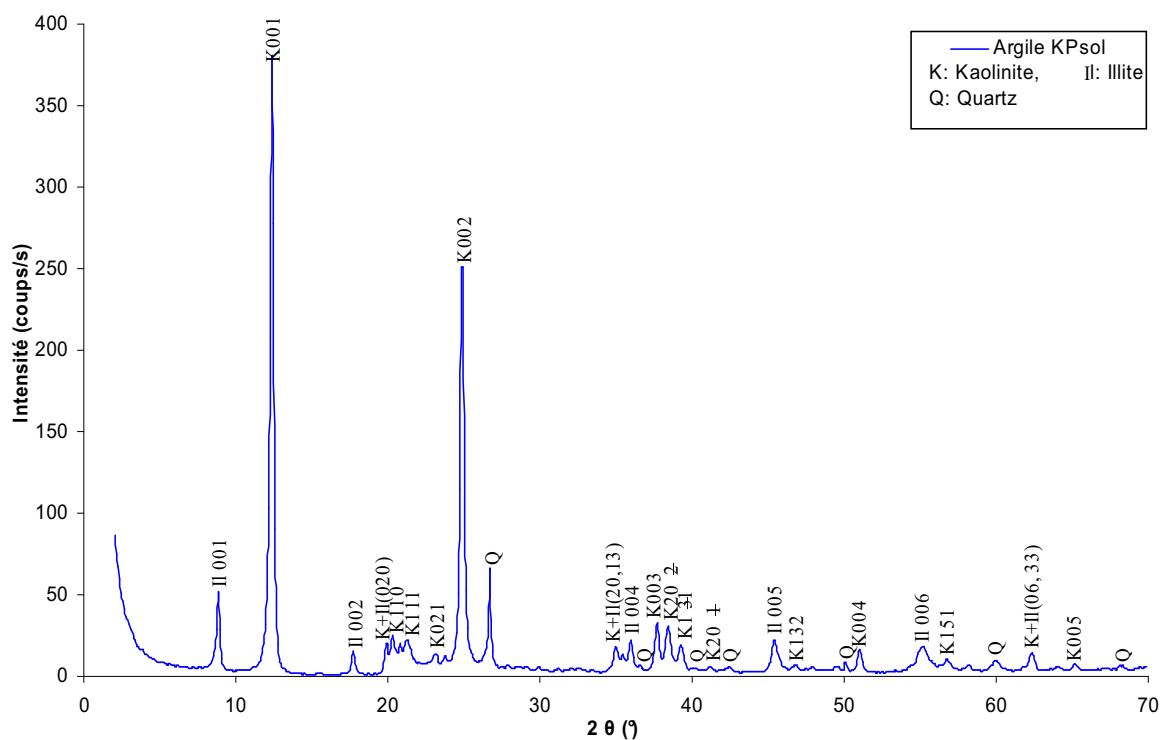


Figure 1.7 : Spectre de diffraction X du KPsol

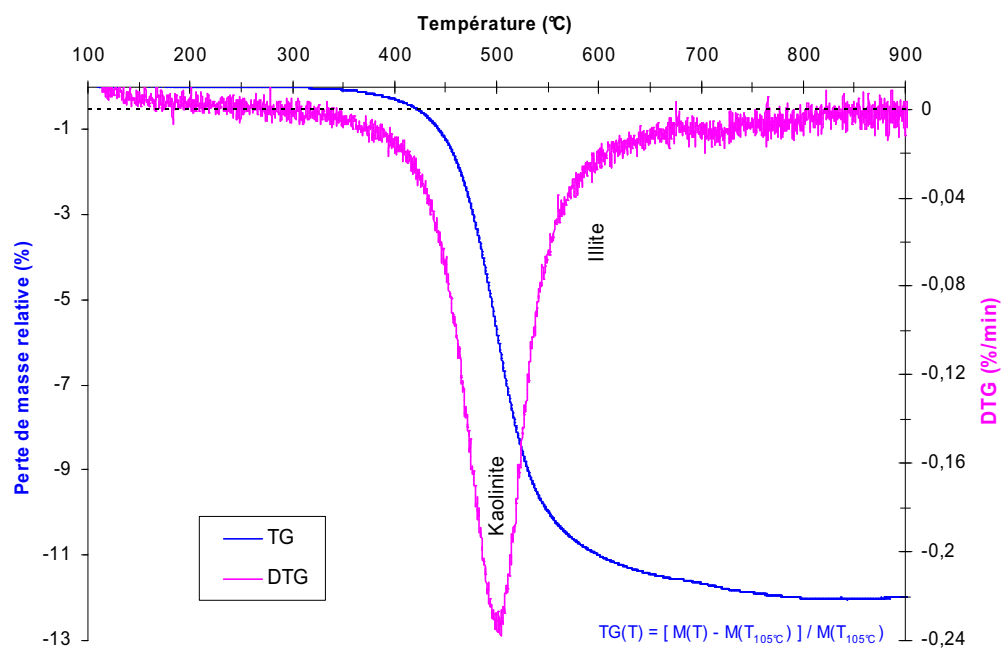


Figure 1.8 : Courbe thermogravimétrique (TG) et sa dérivée (DTG) du KPsol

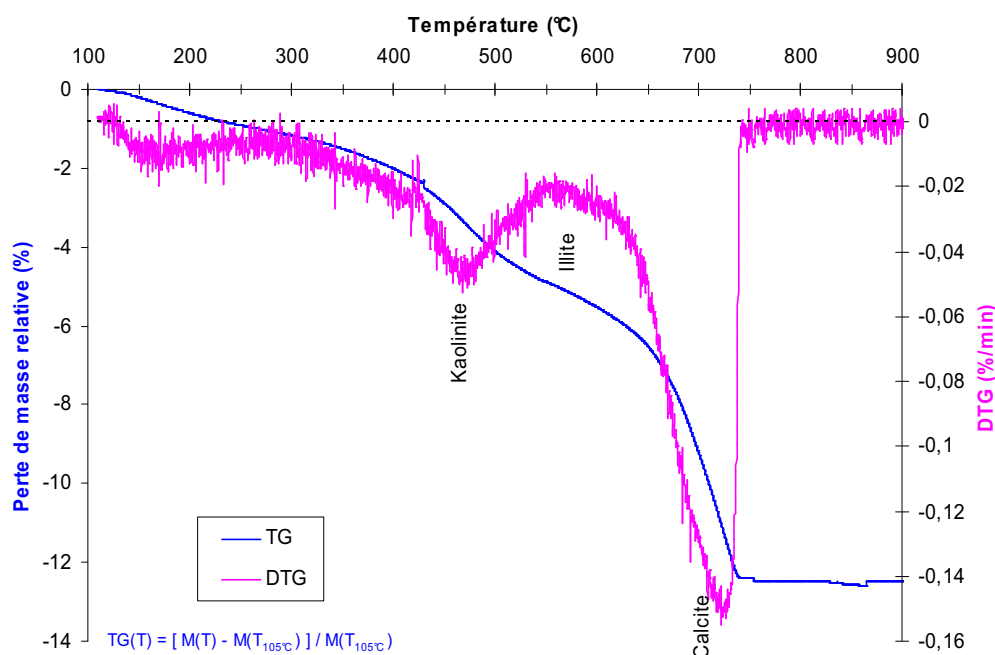


Figure 1.10 : Courbe thermogravimétrique (TG) et sa dérivée (DTG) de l'argile verte

1.1.4. Sol argileux appelé argile A34

Cette argile est utilisée en corps de remblai dans le cadre du projet de l'autoroute A34. C'est une argile très plastique et très expansive avec une pression de gonflement de 370 kPa et un potentiel de gonflement élevé de l'ordre de 65%.

On observe sur le diffractogramme des rayons X (figure 1.11) des pics caractéristiques de minéraux argileux : smectite di-octaédrique (S) et illite (II). La structure de ces éléments argileux est très peu (mal) organisée, comme pour l'Impersol et pour l'argile verte (peu de feuillets assemblés et particules désorientées). On constate aussi sur le diffractogramme la présence des réflexions des minéraux non argileux (Impuretés) : calcite (C), quartz (Q) et anatase (An). Enfin, on n'observe pas de pics pouvant être attribués à la kaolinite sur ce diffractogramme.

La figure 1.12 présente la courbe thermogravimétrique (TG) et sa dérivée (DTG) pour $T \geq 105^\circ\text{C}$ de l'argile A34. On observe sur la courbe DTG deux pics et une bande endothermique. La première bande large entre 105 et 300°C correspond à un départ continu d'eau de l'espace interlamellaire des smectites. Le premier pic (assez large), situé entre 320°C et 650°C, est dû à la déshydroxylation continue des minéraux argileux (départ de l'eau structurale de la kaolinite, illite et smectite). Par contre, on observe sur la courbe TG qu'il y a deux pentes différentes dans cette zone de température. Ceci peut être attribué à la

déshydratation des deux minéraux différents : la kaolinite en première phase et la smectite et l'illite. Le dernier pic situé entre 650°C–750°C est lié à la dissociation de la calcite. L'apparition d'une légère perte de masse liée à la déshydratation de la kaolinite montre que cette argile contient une quantité relativement faible de kaolinite libre (non observée par DRX).

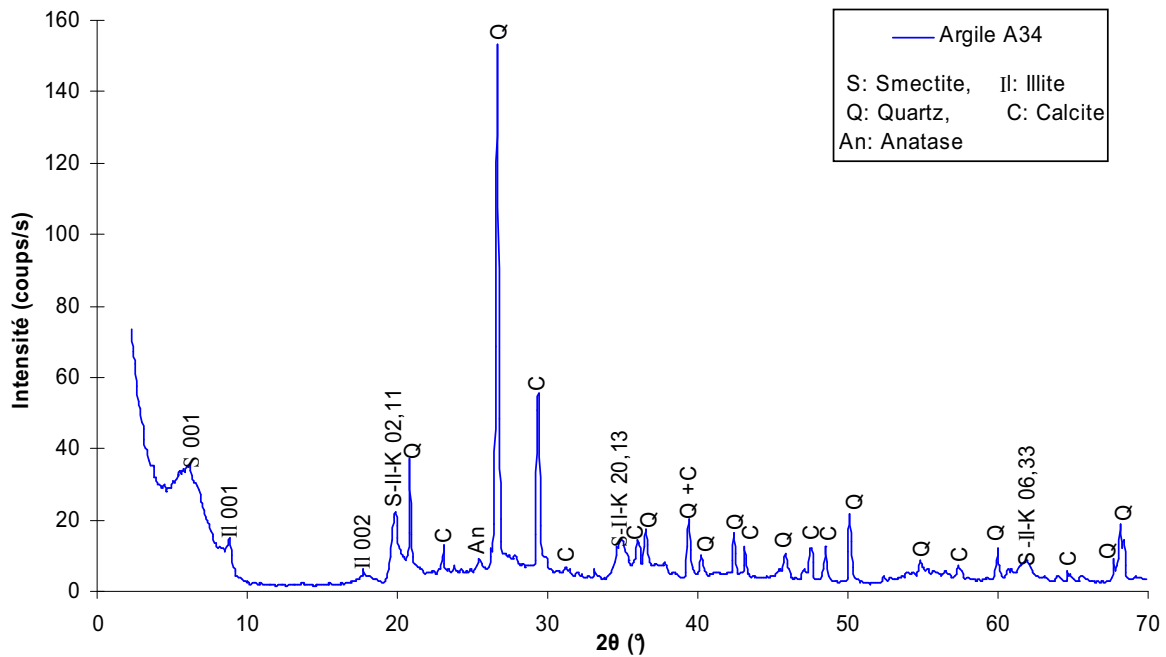


Figure 1.11 : Spectre de diffraction X de l'argile A34, séchée à 105°C

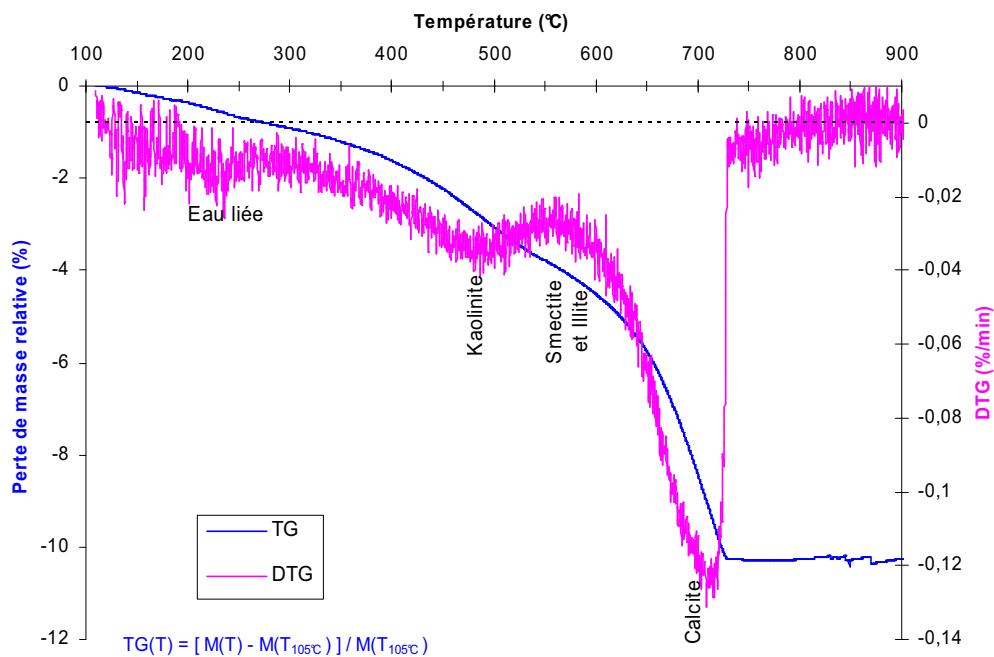


Figure 1.12 : Courbe thermogravimétrique (TG) et sa dérivée (DTG) de l'argile A34

L'argile A34 est donc constituée de 78% d'éléments argileux : 78% de smectite et d'illite (ce sol contenant très peu de kaolinite). Elle contient également 22% d'impuretés (minéraux non argileux) : 10,3% de calcite, 10,6% de quartz et 0,9% d'anatase. La composition chimique de l'argile A34 est présentée dans le tableau 1.3.

1.1.5. Sol argileux appelé argile M

Une argile dont la composition minéralogique est majoritairement montmorillonite a également été testée. Le diffractogramme des rayons X (figure 1.13) montre des réflexions très intenses attribuées à la présence de la montmorillonite dans cette argile. Des pics caractéristiques de l'illite et de la kaolinite sont observés mais avec une très faible intensité. Les pics attribués aux impuretés (calcite et quartz) sont également présents sur le diffractogramme avec de faible intensité.

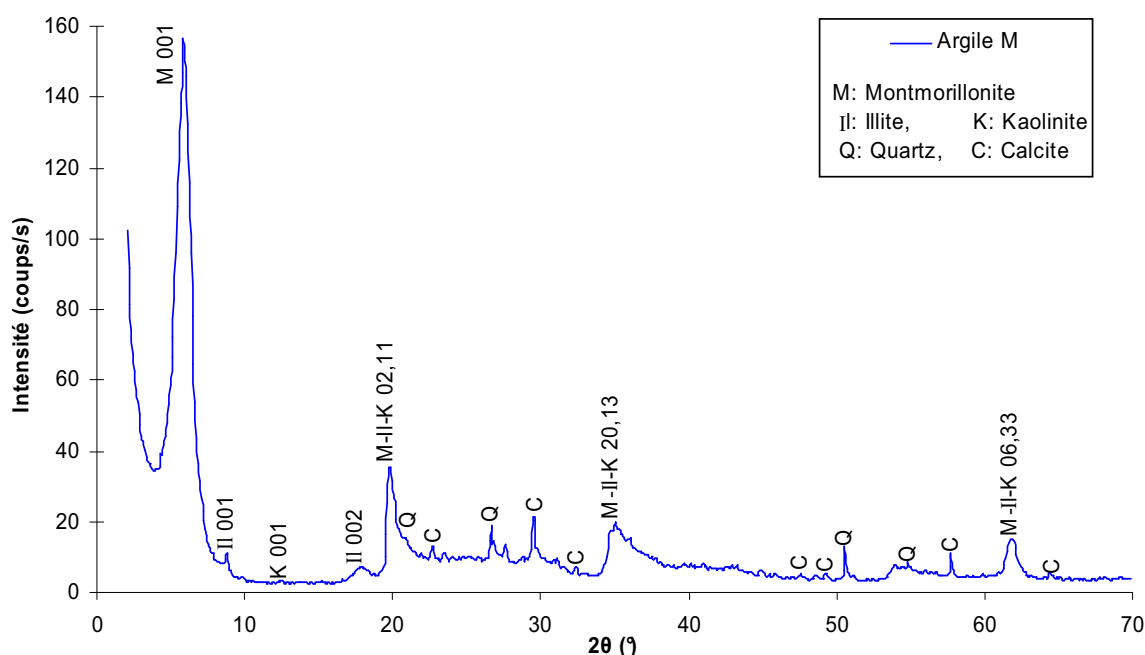


Figure 1.13 : Spectre de diffraction X de l'argile M séchée à 105°C

La figure 1.14 présente la courbe thermogravimétrique (TG) et sa dérivée (DTG) pour $T \geq 105^\circ\text{C}$ de l'argile montmorillonite brute. On observe sur la courbe DTG quatre pics et une bande endothermique. Le premier pic situé entre 105°C et 220°C correspond à un départ d'eau de l'espace interlamellaire des montmorillonites. Le pic est suivi par une bande endothermique jusqu'à 320°C pouvant être attribuée au départ d'eau liée aux cations

interlamellaires. Le pic situé entre 320 et 550°C est dû à la déshydroxylation de la kaolinite. Le troisième pic situé entre 500 et 680°C est dû à la déshydroxylation de la montmorillonite et de l'illite. Le dernier pic situé entre 650°C-720°C est lié à la dissociation de la calcite.

Finalement, la composition minéralogique de cette argile est constituée en majorité ($\approx 97\%$) par des éléments argileux : 10% de kaolinite et 87% de montmorillonite avec un peu d'illite. Les impuretés sont très faibles dans cette argile : 2,9% répartie en 0,8 de quartz et de 2,1% de calcite. La composition chimique de cette argile est donnée dans le tableau 1.3.

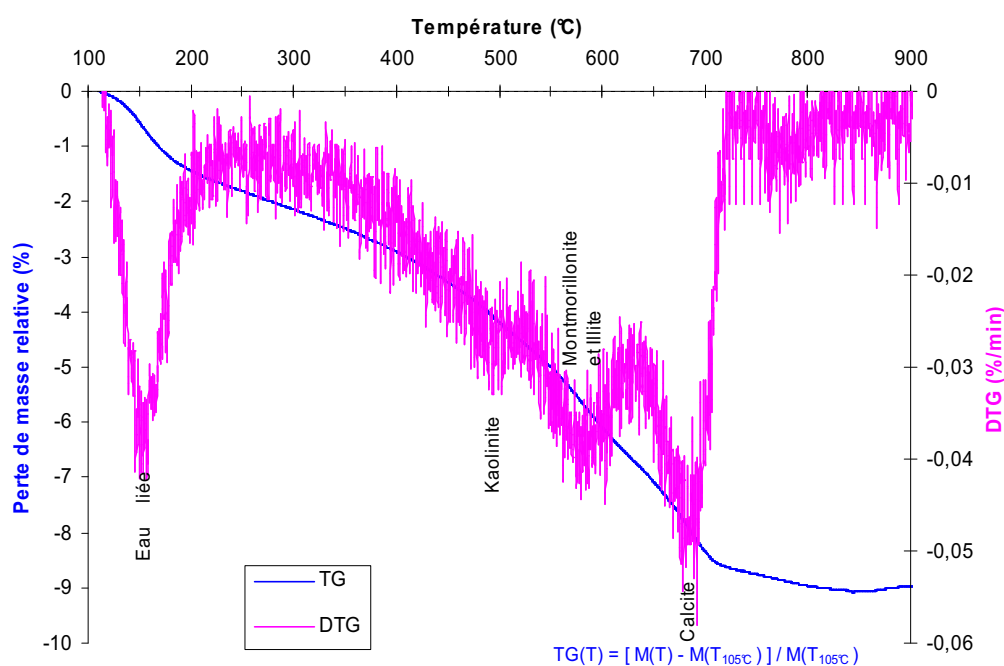


Figure 1.14 : Courbe thermogravimétrique (TG) et sa dérivée (DTG) de l'argile M

1.1.6. La chaux

La chaux hydratée utilisée pour le traitement provient de l'entreprise Française Calcia. Elle est sous forme de poudre passant entièrement au tamis de 80 μm .

L'analyse des rayons X (figure 1.15) effectuée sur la chaux séchée à 105°C montre des réflexions de la chaux hydratée et des réflexions supplémentaires de la calcite (C). La calcite est la seule impureté dans la composition minéralogique de la chaux. La figure 1.16 présente la courbe thermogravimétrique (TG) et sa dérivée (DTG) pour $T \geq 105^\circ\text{C}$ de la chaux séchée à 105°C. On observe sur la courbe DTG deux pics endothermiques. Le premier pic situé entre 330°C et 460°C, correspond à la déshydratation de la chaux. Le deuxième pic situé entre 575°C et 680°C est lié à la dissociation ou à la décarbonatation de la calcite. Ces pertes de

masse permettent de calculer la composition minéralogique de la chaux. Les résultats montrent que cette chaux contient 94% de Ca(OH)_2 et 6% de calcite.

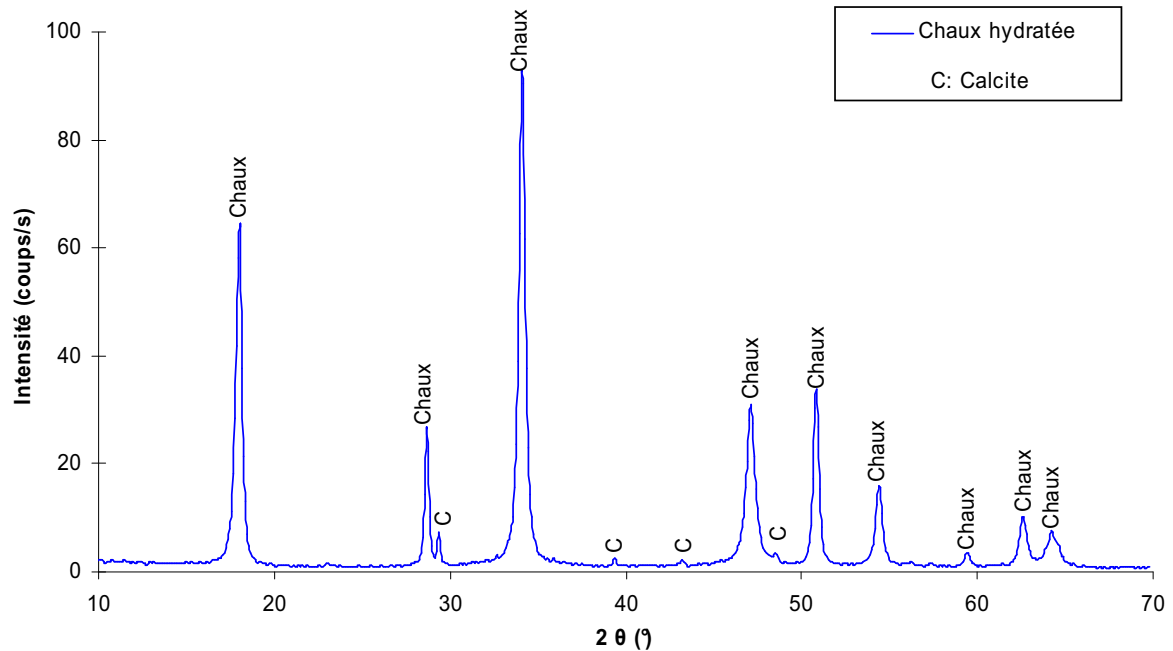


Figure 1.15 : Spectre de diffraction X de la chaux hydratée séchée à 105°C

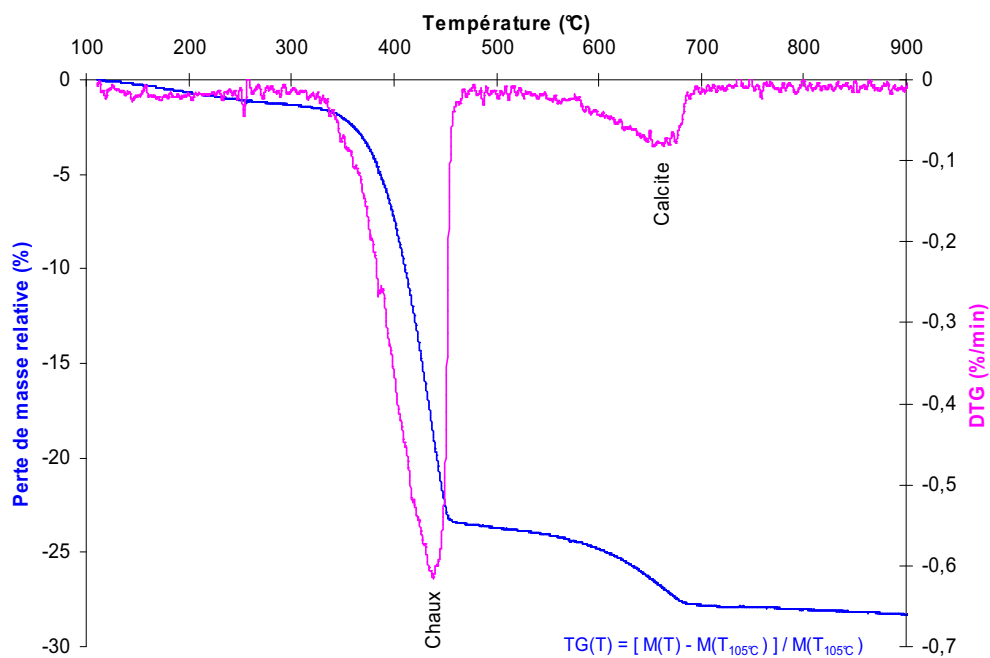


Figure 1.16 : Courbe thermogravimétrique (TG) et sa dérivée (DTG) de la chaux hydratée

1.1.7. Analyse chimique des sols argileux étudiés

Le tableau 1.3 regroupe les résultats des analyses chimiques effectuées sur les cinq sols argileux testés dans cette étude. L'analyse des résultats quantifie les éléments observés ou supposés qualitativement par DRX ou ATG. Ainsi :

- L'Impersol contient 2,5% de Na_2O , ce qui démontre son caractère sodique (smectite–Na) et explique sa grande capacité d'absorption d'eau et sa forte capacité de gonflement.
- La teneur en CaO est très élevée dans l'argile verte et l'A34, moyenne dans l'argile M et l'Impersol, et négligeable dans le KPsol. Pour l'argile verte (illite – kaolinite), l'espace interfoliaire de l'illite semble être saturé en potassium et donc la quantité de calcium est attribuée à la quantité importante de calcite (13%) présente dans ce sol. Pour l'argile A34, l'argile M et l'Impersol, la quantité de calcium est attribuée aux quantités de calcite et probablement aux cations de calcium interlamellaires des smectites et montmorillonites (les deux argiles A34 et argile M sont plutôt calciques). Le KPsol est constitué majoritairement de kaolinite et ne contient pas de calcite ; ceci explique l'absence de CaO dans sa composition chimique.
- La présence de potassium (K_2O) dans la composition de l'argile verte, l'A34 et l'argile M est attribuée à l'illite (l'espace inter-foliaire de l'illite semble être saturé en potassium). Le sol qui contient d'importante quantité d'illite, comme dans le cas l'argile verte qui contient 55% d'illite, a une proportion élevée en potassium ou oxyde de potasse. La très faible proportion de potassium (K_2O) dans l'Impersol montre la très faible part de l'illite dans ce sol. On peut estimer approximativement la proportion d'illite à partir de la proportion de K_2O dans les différents sols argileux par rapport à la proportion d'illite et d'oxyde de potassium dans l'argile verte : environ 40% d'illite dans l'argile A34, 15% dans l'argile M et 3% dans l'Impersol.
- Pour l'argile A34 et l'argile M, les proportions moyennes de fer dans la composition chimique sont attribuées aux cations de fer en substitution des smectites. Pour l'Impersol, la quantité importante de fer est due à la présence de goethite et des cations de fer en substitution des smectites. Le KPsol contient très peu de fer.
- Les rapports pondéraux de Si/Al sont importants pour l'argile verte, l'A34 et l'argile M (entre 2,3 et 2,7). Ces rapports signifient que ces argiles sont de type TOT (smectite, montmorillonite et illite). Pour le KPsol, le rapport Si/Al est égal à 1, ce qui correspond à

une kaolinite. Pour l'Impersol, ce rapport $\approx 1,7$ correspond à un mélange smectite–kaolinite.

- Les valeurs de la conductivité électrique varient entre 2 – 3 milliSiemens/cm. Elles sont attribuées aux cations inter-lamellaires d'argiles.
- On constate que l'argile verte, l'A34 et l'argile M ont des valeurs de pH entre 7 et 8 (neutre ou légèrement alcalin) plus fortes que celle de la kaolinite (environ 6 et donc peu acide). Pour les autres argiles, les valeurs de pH sont attribuées à la réactivité des surfaces des minéraux argileux envers les molécules d'eau (groupes superficiels de bordure X–OH, avec X= Si ou Al) (Konan et al, 2006). Le pH de l'Impersol de l'ordre de 10,6 (basique) est attribué à la présence de sodium dans l'espace inter-foliaire des smectites et aux interactions des feuillets argileux avec l'eau.

Tableau 1.3 : Composition chimique, pH et conductivité électrique (CE) des sols argileux testés

Elément en %	Argile Impersol	Argile KPsol	Argile Verte	Argile A34	Argile M
Si ₂ O	46,0	48,0	49,7	55,0	55,8
Al ₂ O ₃	23,3	36,5	15,8	15,5	18,0
Fe ₂ O ₃	7,6	0,9	6,0	5,4	4,4
MnO	0,1	trace	0,1	0,0	0,0
MgO	1,4	0,2	2,5	2,1	5,9
CaO	4,4	0,2	8,9	8,9	3,4
Na ₂ O	2,5	0,1	0,1	0,2	0,1
K ₂ O	0,2	1,4	3,9	2,9	1,2
TiO ₂	1,0	0,2	0,8	0,8	0,4
P ₂ O ₅	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0
Perte au feu	12,3	12,5	12,0	9,2	10,4
Si/Al	1,7	1,0	2,3	2,6	2,7
pH	10,6	6	7,4	7,9	8,1
CE, (ms/cm)	2,7	/	1,9	2,3	2,3

1.2. Méthodes expérimentales

1.2.1. Mode de préparation des échantillons chaux – sol argileux

1.2.1.1. Préparation des mélanges chaux – sol argileux

Les échantillons de l'Impersol sont traités par la substitution de différents pourcentages de chaux : de 2 à 20% en poids sec du sol (méthode de remplacement massique d'une quantité de sol par la chaux). Les échantillons d'Impersol non traités et traités sont préparés avec une teneur en eau optimale ($w = 40,5\%$) et compactés à la densité sèche maximale ($\gamma_d = 11,87 \text{ kN/m}^3$). Les valeurs de w et de γ_d correspondent à l'optimum de compactage Proctor normal (OPN) de ce sol argileux non traité.

Le sol et les différents quantités de chaux, séchés à l'étuve pendant 24 heures à 105°C , ont été mélangés manuellement à l'état sec jusqu'à obtenir une uniformité de couleur du mélange sol-chaux, puis l'eau distillée a été ajoutée jusqu'à atteindre 40,5%. Les mélanges sol - chaux - eau ont été soigneusement mixés et pétris manuellement jusqu'à ce que le mélange soit devenu homogène. Pour les échantillons d'Impersol non traité, le sol est mélangé directement avec la quantité d'eau désirée. Ensuite, les mélanges ont été conservés dans des sacs en plastique hermétiques et stockés à température ambiante pendant 24 heures pour le sol non traité et 1,5 heure pour les échantillons de sol traité. Ces dispositions garantissent l'homogénéité de la teneur en eau dans le mélange.

1.2.1.2. Confection et conservation des échantillons chaux - Impersol

Pour obtenir la densité désirée, le mélange a été compacté par compression statique à l'aide d'une presse hydraulique (INSTRON série 4400) avec une vitesse de chargement appliquée de 1 mm/min. Les échantillons compactés ont été maintenus environ 30 à 60 minutes sous la presse (en compression) pour assurer la dissipation de la surpression.

Les spécimens compactés pour les différents tests réalisés (compression simple, vitesse de propagation du son, retrait linéaire et cycles séchage-saturation) ont été immédiatement scellés dans un film plastique et ensuite trempés dans la paraffine liquide. Ceci pour réduire au minimum la perte d'humidité et la carbonatation de la chaux pendant la maturation. Toutefois, les échantillons préparés pour des tests à effectuer après une maturation à 50°C ont été couverts par une double couche de paraffine pour éviter la perte d'eau. La maturation à 20°C est assurée dans une chambre à température contrôlée et la maturation à 50°C est assurée dans une étuve.

Pour les tests de gonflement et de compressibilité à l'œdomètre, une pièce métallique spécifique a été installée sur les échantillons compactés dans le moule afin de maintenir la hauteur constante durant la période de mûrissement. Les circuits d'eau sont fermés et l'ensemble est placé ensuite dans un sac isotherme fermé et installé dans une chambre à température ambiante de 20°C.

1.2.2. Mode de réalisation de différents tests

1.2.2.1. Les limites d'Atterberg

Les limites d'Atterberg (limite de plasticité et de liquidité) ont été déterminées pour l'Impersol non traité et traité à différentes intervalles du temps pendant le premier mois avec plusieurs pourcentages de chaux (0 – 20%) selon les normes NF P94-051 et NF P 94-052-1.

1.2.2.2. La surface spécifique

Les surfaces spécifiques de sol argileux (Impersol) traités et non traités ont été déterminées par l'essai au bleu méthylène (méthode de la tache) selon la norme NF P94-068. La préparation des échantillons consiste à confectionner des mélanges chaux - sol avec 0,5g de sol sec et plusieurs quantités de chaux (de 0 à 20%) mixés avec l'eau distillée dans des bouteilles en verre. Les échantillons préparés (trois par test) sont conservés à 20 et 50°C durant différents temps de maturation (1,5 heures jusqu'à 3 mois).

1.2.2.3. La résistance à la compression simple et la mesure de vitesse du son

L'évolution de la résistance de compression simple et de la vitesse du son sont étudiées en fonction de la quantité de chaux ajoutée (2, 4, 6, 8, 10 et 20%), du temps de maturation (1, 3, 7, 28, 45 jours, 3, 6 et 12 mois) et de la température de maturation (20 et 50°C). Les dimensions des échantillons testés (trois par test) sont : 50mm de diamètre et 100mm de hauteur. La résistance à la compression statique a été déterminée à l'aide d'une presse hydraulique (INSTRON 4485) avec une vitesse de chargement de 0,1 mm/min. L'appareil Pundit plus a été utilisé pour déterminer la vitesse du son (mesures du temps de propagation d'ultrasons) selon les normes NF P18-418, NF P18-556 et EN 13296. L'estimation de l'erreur est respectivement 25 kPa et 10MPa sur la résistance à la compression simple et le module de Young, alors que cette estimation est d'environ 5 m/s sur la vitesse de propagation de son.

1.2.2.4. La compressibilité

Des essais de compressibilité unidimensionnelle à l'œdomètre ont été effectués sur des échantillons de sol non traités et traités, de 65mm de diamètre et de 10mm de hauteur. Les tests sur le matériau traité sont réalisés en employant trois pourcentages de chaux (4, 6 et 10% de chaux) et après 7, 28 et 90 jours de maturation à température ambiante. Pour déterminer les courbes œdométriques, six paliers de chargement entre 100 et 1900 kPa et un seul palier de déchargement (1900 à 100 kPa) ont été appliqués. Pour chaque palier, l'échantillon reste sous la contrainte pendant 24 heures.

1.2.2.5. La pression et l'amplitude de gonflement

Les mesures de l'amplitude et de la pression de gonflement sont effectuées sur des échantillons de sol non traité et traité de 65mm de diamètre et de 10mm d'hauteur en utilisant la méthode du gonflement libre. Pour le sol traité, les échantillons sont stabilisés par l'ajout de différents pourcentages de chaux (4, 6 et 10% en poids sec du sol) et après différents temps de maturation à température ambiante (1,5 heure, 3, 7 et 28 jours). Les mesures du potentiel de gonflement sont réalisées avec un dispositif développé au CRMD (Khattab, 2002 – figure 1-17). Le potentiel de gonflement a été obtenu par mesure du déplacement axial provoqué par la saturation de l'échantillon sous une pression constante du piston (2,3 kPa) à l'aide d'un comparateur de précision de 0,01 mm. Après la stabilisation du gonflement, l'échantillon est placé sous la presse (Instron 4485) et soumis à un chargement statique à une faible vitesse (0,001mm/min) jusqu'à atteindre de l'hauteur initiale avant la saturation. La contrainte finale imposée pour ramener l'échantillon à son volume initial correspond à la pression de gonflement de l'échantillon testé.

1.2.2.6. Les propriétés de retrait linéaire

La détermination du potentiel de retrait linéaire LR ($\Delta h/H_0$) et du facteur de retrait RI (la valeur absolue de la pente du segment de la courbe reliant le retrait linéaire à la teneur en eau) correspondant à un comportement de matériau quasi saturé ($LR/\Delta w$) est obtenue sur des échantillons de 40mm de diamètre et de 20mm de hauteur (XP P94-060-2) du sol non traité et traité (trois par test) après 7, 28, 90 jours, 6 et 12 mois de maturation à température de 20°C et

50°C. L'estimation de l'erreur est d'environ 0,2% sur le potentiel de retrait et de 0,01 sur le facteur de retrait.

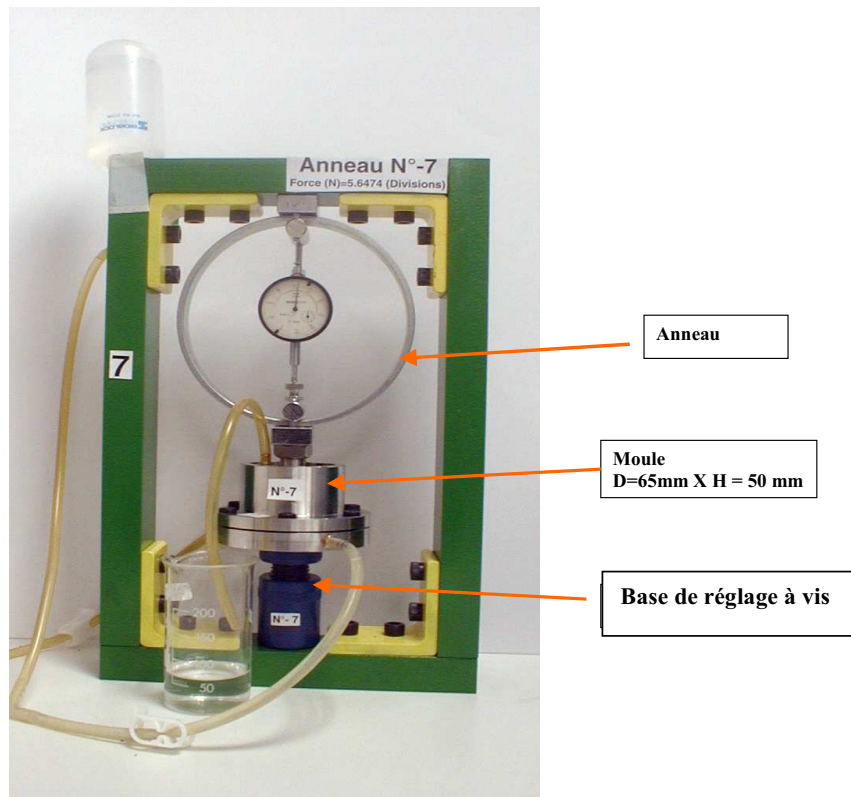


Figure 1.17 : Dispositif utilisé pour la mesure de la pression de gonflement (méthode de gonflement constant)

1.2.2.7. Courbe de rétention d'eau

La courbe de rétention d'eau est obtenue par la méthode des solutions salines ($2,7\text{MPa} \leq \text{succion} \leq 1000\text{ MPa}$) et osmotique ($\text{PEG} : 0,01\text{ MPa} \leq \text{succion} \leq 2,7\text{ MPa}$) (Beck : 2006). Les essais ont été réalisés sur des quantités prélevées aux échantillons compactés non traités et traités avec plusieurs pourcentages de chaux (4, 6, 10 et 20%).

1.2.2.8. La perméabilité à l'eau

Des échantillons non traités et traités de 65mm de diamètre et de 10mm de hauteur ont été confectionnés pour les mesures de la conductivité hydraulique en utilisant un perméamètre à charge variable. Les échantillons sont maintenus dans le moule œdométrique avec une pièce métallique afin d'empêcher la variation axiale (hauteur) des échantillons pendant la circulation d'eau.

1.2.2.9. Mesure du pH et de la conductivité électrique des mélanges chaux–sol

Les mesures du pH et de la conductivité électrique permettent de suivre la progression de la réaction pouzzolanique des différents mélanges chaux–sols (Impersol, KPsol, argile M, argile verte et A34).

La méthode de Eades et Grim (1966) a été utilisée pour évaluer le pH et la conductivité électrique du sol. Cette méthode consiste à préparer des mélanges de 20g de sol sec dispersé dans 100 mL d'eau distillée et plusieurs quantités de chaux (0 à 20%). Chaque mélange est versé dans une éprouvette en verre et régulièrement agité. Les éprouvettes fermées ont été stockées dans deux ambiances différentes pour leur maturation : 20°C et 50°C. Le pH et la conductivité électrique des mélanges ont été mesurés instantanément (après 1,5 heures) puis après 1, 3, 7, 28, 45 et 90 jours de mûrissement. A chaque mesure, le pH–mètre a été calibré avec une solution standard de pH= 10 et l'estimation de l'erreur standard est d'environ 2,5%.

1.2.2.10. Détermination de la chaux libre "la chaux n'ayant pas réagi avec l'argile"

Des essais de dosage de la chaux libre par absorption atomique sont réalisés sur les différents sols étudiés avec différents pourcentages en chaux (Impersol, KPsol, argile M, argile verte et A34).

La chaux libre dans les différents mélanges de sol et de chaux a été déterminée par la mesure de la concentration en calcium en utilisant le spectromètre Hitachi Z-8100 Polarized Zeeman.

La préparation des solutions chaux – sol est réalisée avec 0,5 g de sol sec mélangé avec plusieurs quantités de chaux allant de 2 à 20% en poids de sol sec et dispersés dans 40 mL d'eau distillée. Le mélange est versé dans une éprouvette en verre, hermétiquement fermée pour éviter la carbonatation de la chaux, et agité mécaniquement. Après 1, 7, 28 et 90 jours de temps de mûrissement à 20°C et à 50°C, les solutions ont été extraites et la concentration de calcium a été mesurée.

1.2.2.11. Test de durabilité, cycles de variation de l'humidité relative

Les tests de durabilité sont effectués sur des échantillons compactés du sol non traité et traité (trois par test) de 40mm de diamètre et de 20mm de hauteur. Les tests de durabilité consistent à appliquer des cycles de variation de l'humidité dans une enceinte à température et

humidité contrôlées. Après un temps de maturation à 20 et 50°C de 28 jours, les échantillons traités avec les différents pourcentages de chaux (4, 6, 10 et 20%) sont équilibrés dans l'enceinte climatique à 98% d'humidité avant de commencer les cycles 98% - 20% - 98% d'humidité. L'application des cycles consiste à imposer dans l'enceinte une variation de l'humidité de 98% à 20% pendant 24 heures puis à appliquer un palier de 24 heures d'humidité de 20%. Ensuite, on impose une augmentation de l'humidité de 20% à 98% pendant 24 heures et avec un palier de 24 heures à 98% (schéma ci-après – figure 1.18). La température dans l'enceinte climatique est maintenue constante à 20°C pour tous les cycles. L'estimation de l'erreur est d'environ 0,5% et 0,25% sur les variations volumiques et longitudinales respectivement.

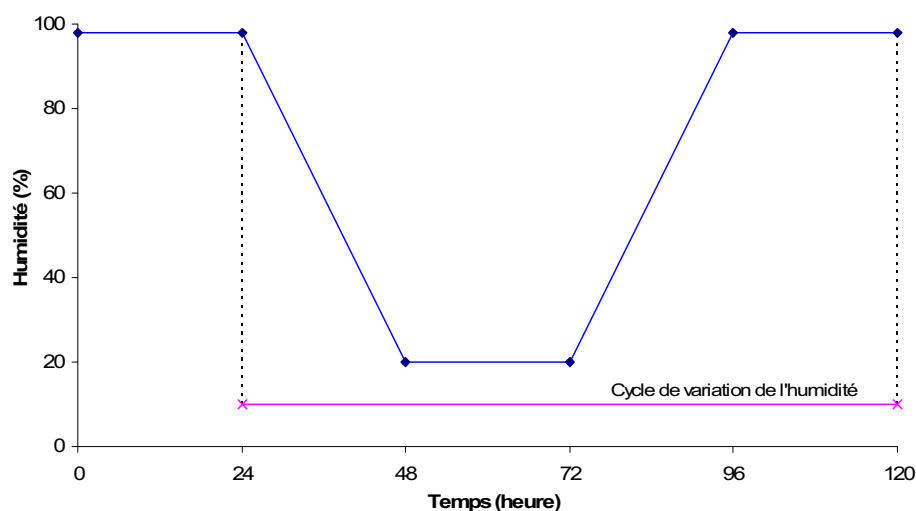


Figure 1.18 : Schéma descriptif du mode de fonctionnement des cycles d'humidité relative

1.2.2.12. Caractérisation minéralogique

L'étude minéralogique comporte une détermination de la composition minéralogique des matériaux de l'étude (différents sols argileux et chaux étudiés) et un suivi de l'évolution de la minéralogie des sols argileux avec le traitement à la chaux. Cette étude est réalisée grâce à la diffraction des rayons X et à l'analyse thermogravimétrique.

Les échantillons d'Impersol - bruts et purifiés, non traités et traités à la chaux (0 – 20%) -sont initialement préparés à l'optimum de compactage Proctor normal (OPN) du sol argileux non traité ($w = 40,5\%$ et $\gamma_d = 11,87 \text{ kN/m}^3$).

Les échantillons de l'argile A34 non traitée et traitée à la chaux (10%) sont initialement préparés à l'optimum de compactage Proctor normal (OPN) du sol argileux traité ($w = 30\%$ et $\gamma_d = 13,5 \text{ kN/m}^3$).

Les échantillons de KPsol et de l'argile verte non traités et traités à la chaux (10%) sont initialement préparés à une teneur en eau $w = 20\%$ et compactés à une densité sèche maximale $\gamma_d = 12 \text{ kN/m}^3$.

Les échantillons d'argile M non traitée et traitée avec 10% de chaux sont initialement préparés à $w = 30\%$ et compactés à une densité sèche maximale $\gamma_d = 13 \text{ kN/m}^3$.

a)- La diffraction des rayons X

Les quantités prélevées aux échantillons non traités et traités et à la chaux sont séchés pendant 4 heures dans une étuve à 50°C , broyés à sec, puis tamisés à $100\mu\text{m}$. La Diffraction des rayons X est réalisée sur des poudres désorientées (la poudre du matériau est déposée sur le porte-échantillon et arasée), en utilisant la raie $K\alpha$ du cuivre, raie filtrée à l'aide d'un monochromateur. Les diagrammes sont enregistrés sur un diffractomètre $\theta-2\theta$ PHILIPS PW3020.

b)- Les analyses thermogravimétriques

Les quantités prélevées sont au préalable séchées dans un dessiccateur avec une succion imposée supérieure à 1000 MPa (P_2O_5) jusqu'à la stabilisation de la masse de l'échantillon. Les analyses thermogravimétriques sont réalisées à l'aide de l'appareil Setaram TGA 92. La vitesse de chauffe est de $1,7^\circ\text{C}/\text{min}$ sous un flux d'argon. La température varie de 20°C jusqu'à une température finale de 900°C , avec un palier de 2 heures à 105°C . Ce palier à 105°C permet d'obtenir une masse pratiquement constante dans le temps à cette température, masse qui servira de masse de référence dans le calcul et l'analyse des résultats obtenus.

c)- Détermination de la composition minéralogique des sols argileux

La composition minéralogique de chaque sol argileux a été déterminée à partir des résultats des diffractions des rayons X (DRX) et des analyses thermogravimétriques. Pour procéder à cette étude, on a suivi les étapes suivantes :

- Identification des principaux minéraux grâce à l'analyse qualitative des données des DRX sur des poudres tamisées à $100 \mu\text{m}$.

- Détermination quantitative du quartz et de la calcite (impuretés) à partir des DRX:

Dans cette étape, on a comparé l'intensité du pic principal du quartz à $2\theta = 26,65^\circ$ (ou la calcite à $2\theta = 29,33^\circ$) sur le diffractogramme d'un échantillon du sol (100% sol) avec l'intensité du même minéral (quartz ou calcite) d'un échantillon composé de 90% de sol et de 10% de quartz propre (ou de la calcite propre) (Annexe 1). A noter que les quantités de sols et des ajouts (quartz et calcite) sont initialement séchées pendant 24 heures à 105°C . Le mélange (10% quartz (ou calcite) et 90% sol argileux) est effectué à l'état sec.

- Quantification des composants minéraux par analyse thermogravimétriques :

Sur la courbe de perte de masse relative TG de sol étudié, on calcule la perte de masse relative associée à la décomposition ou déshydratation de la quantité d'élément constituant le sol. La différence de température $[t_i - t_f]$ correspond à une perte de masse déterminée par la pente de la courbe TG. On calcule par la suite la proportion d'éléments à partir des pertes de masse relatives théoriques des différents minéraux constituant les sols argileux (tableau 1.4).

Tableau 1.4 : Pertes de masse relative théoriques associées aux décompositions des différents minéraux dans les sols argileux

Minéral	Kaolinite	Smectite	Illite	Chaux	Calcite	Goethite
Perte de masse relative (%)	14	4,7	4,5	24,3	44	20,25

La perte de masse relative de la smectite est calculée sans l'eau inter-lamellaire

1.2.2.13. Observations au microscope électronique de transmission « MET »

Les observations microscopiques ont été effectuées sur des quantités prélevées aux échantillons compactés d'Impersol purifié traité et non traité. Les échantillons d'Impersol purifié non traité et traité avec 6, 10 et 20% de chaux après 6 mois de maturation à 20 et 50°C sont confectionnés à l'optimum de compactage Proctor normal (OPN) de l'Impersol brut non traité ($w = 40,5\%$ et $\gamma_d = 11,87 \text{ kN/m}^3$).

La préparation consiste tout d'abord à disperser dans l'eau le matériau prélevé (Impersol). L'ensemble est passé aux ultrasons pendant quelques minutes afin d'assurer la dispersion de la solution. Une goutte de la solution (ou suspension) est déposée sur une grille de cuivre recouverte d'un film de carbone. Le microscope utilisé est un Philips CM20 qui fonctionne à 200kV.

1.2.2.14.Observations au microscope électronique à balayage « MEB »

Les observations microscopiques sont réalisées grâce à un MEB environnemental (Philips XL 40 ESEM) sur des échantillons compactés d'Impersol brut, non traité et traité avec 8 et 20% de chaux après 6 mois de maturation à 20°C.

Des fractions centimétriques des échantillons confectionnés sont déposées sur le porte-échantillon. Elles sont introduites dans la chambre du MEB et soumises à un vide faible "low vacuum" permettant d'avoir des images correctes à l'agrandissement. Malheureusement, les échantillons contiennent une teneur en eau assez élevée ce qui entraîne sous le vide imposé la désaturation et provoque la fissuration des fractions testées.

1.2.2.15.Protocole de purification de l'Impersol

Le protocole de purification décrit ci-après a été uniquement appliqué sur l'Impersol. En effet, l'Impersol contient des impuretés à l'état naturel (calcite, quartz, goethite et anatase).

La méthode de purification par sédimentation a été employée pour cette argile sodique. Une quantité relativement importante (environ 2 kg) d'Impersol, initialement tamisé à 100 µm, est mélangée avec un large excès d'eau à l'aide d'un mixeur. La boue ainsi formée est dispersée dans des grands containers et laissée à sédimenter.

Après la sédimentation de la suspension, on distingue deux couches : une couche inférieure (couleur marron-rouge) composée principalement du quartz et de calcite et une couche supérieure dite purifiée composée majoritairement d'argile (couleur jaune).

Cette procédure est répétée plusieurs fois afin d'assurer une élimination maximale des impuretés. La suspension récupérée est centrifugée puis séchée à l'étuve à 105°C.

L'argile purifiée ainsi récupérée est alors broyée puis tamisée à 100 µm. Malheureusement, Cette procédure de purification par sédimentation ne permet pas de retirer complètement l'anatase, la calcite et la goethite comme cela a été observé par DRX et ATG.

1.3. Conclusion

Dans ce travail de recherche, on a sélectionné cinq sols argileux naturels afin d'étudier les réactions chaux-argiles. Les diverses familles argileuses tels que la smectite, la kaolinite et l'illite sont présentes dans les sols étudiés. L'Impersol est clairement identifié comme un sol argileux de type sodique ayant un comportement mécanique très médiocre (forte plasticité, faible résistance mécanique et très fort gonflement). Les caractérisations montrent que les

compositions minéralogiques sont variées et suggèrent des réactions différentes entre les minéraux argileux des sols testés et la chaux. Il reste à déterminer le dosage optimal en chaux (à court terme et à long terme) permettant d'améliorer le comportement des sols traités, à rechercher les nouveaux hydrates calciques générés par le traitement à la chaux ainsi que les modifications résultantes des propriétés minéralogiques.

Enfin, on remarque également que ces sols argileux ne contiennent pas (ou très peu) d'éléments perturbateurs au traitement tels que le soufre, les composés azotés, le phosphate ou encore la matière organique.

Chapitre II

Processus physico-chimique des réactions chaux – Impersol à température ambiante (20°C)

2. Processus physico-chimique des réactions chaux – Impersol à température ambiante (20°C)

Le but de l'étude présentée dans ce chapitre est le suivi de la progression des réactions impliquées entre la chaux ajoutée et l'Impersol à court terme (échange cationique) et à long terme (réaction pouzzolanique) lors de la maturation à température ambiante ($\approx 20^\circ\text{C}$). Le suivi est assuré grâce à l'évolution de la consommation en chaux, le pH et la conductivité électrique avec le temps de maturation. Deux techniques de caractérisation des matériaux (diffraction des rayons X et analyse thermogravimétrique) ont été utilisées pour investiguer les changements minéralogiques provoqués par le traitement de l'Impersol à la chaux.

2.1. Synthèse bibliographique sur les interactions chaux - sol argileux en présence d'eau

L'incorporation de la chaux dans les sols argileux humides provoque le développement des réactions successives et complémentaires :

- des actions, dites immédiates, engendrées par l'échange cationique et la floculation – agglomération. Ces réactions sont provoquées par l'ajout d'une faible quantité de chaux.
- des actions, dites à long terme, engendrés par la réaction pouzzolanique qui nécessite l'ajout d'une quantité assez importante de chaux. Ces actions se poursuivent durant plusieurs mois, voire plusieurs années après le traitement.

De nombreuses études ont été effectuées sur les sols traités à la chaux mais la majorité des études a concerné des sols bien identifiés pour des applications spécifiques et souvent immédiates (notamment des travaux des terrassements routiers). La problématique des mécanismes des réactions chaux–argile et la validité des résultats obtenus sur d'autres types de sols n'étaient que rarement recherchée. Dans la suite de cette étude bibliographique, on présentera un bilan synthétique des recherches qui se sont intéressées aux mécanismes des réactions chaux–argile et aux modifications apportées aux propriétés du sol et à leur durabilité en fonction du temps et des conditions climatiques.

2.1.1. Rappel sur la minéralogie des sols argileux

Les sols argileux sont des matériaux complexes qui contiennent à la fois une phase solide, une phase liquide et une phase gazeuse. Ils sont constitués de particules regroupées en agrégats. Généralement, les minéraux rencontrés sont le quartz, les minéraux argileux, les feldspaths (potassiques et plagioclases), les micas, les carbonates (calcite et dolomite) et hydroxydes métalliques dont l'hématite et la goethite. Ces minéraux se présentent généralement dans les sols sous la forme :

- de grains polygonaux plus ou moins réguliers dont la taille se situe entre quelques microns et quelques millimètres ;
- de lamelles pour les argiles dont la plus grande dimension ne dépasse pas quelques microns ;
- d'agrégats correspondant à des fragments de roches. Leurs formes résultent de la morphologie des minéraux qui les constitue.

Les propriétés physiques et mécaniques du sol dépendent de la nature des assemblages minéraux. Ainsi les minéraux granulaires (quartz, carbonates) n'ont pas de cohésion propre. Seules les argiles présentent une cohésion, qui résulte d'interactions spécifiques entre elles et avec l'eau.

L'étude des sols argileux intéresse plusieurs disciplines. Pour le domaine du génie civil (constructions et travaux routiers), le sol est valorisé comme un matériau de construction. L'étude géotechnique d'un sol argileux comporte une identification de la minéralogie et une détermination des caractéristiques mécaniques, hydriques et hydromécaniques du sol traité. Dans les travaux du traitement des sols argileux, l'étude de la minéralogie, principalement les minéraux argileux, est nécessaire pour comprendre les différentes interactions avec les agents chimiques du traitement.

• Les argiles

Les argiles sont des phyllosilicates hydratés formés par l'association de feuillets élémentaires qui s'accrochent entre eux pour former des éléments. Ces derniers se rassemblent par des dispositions face-face ou/et face-bord pour former des particules argileuses. L'espace entre deux feuillets argileux est appelé espace interfoliaire ou interlamellaire. Les feuillets (unités) élémentaires des phyllosilicates sont :

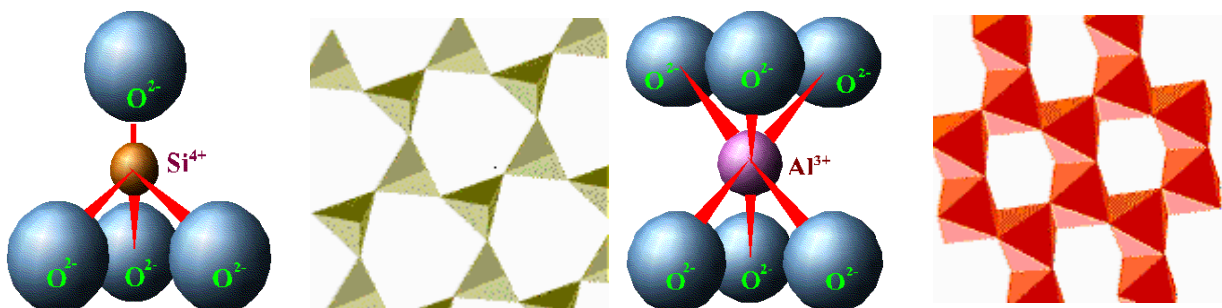
- 1) le tétraèdre, de formule générale SiO_4 , composé de quatre atomes d'oxygène enserrant un atome de silicium. Ces tétraèdres se combinent entre eux pour former des couches tétraédriques (figure 2.1-a).

2) l'octaèdre, de formule générale Al_2O_6 , formé de six groupements hydroxyles enserrant deux atomes d'aluminium. Ces octaèdres se combinent entre eux pour former des couches octaédriques (figure 2.1-b).

C'est l'association de couches tétraédriques (T) et de couches octaédriques (O) qui constitue le motif du réseau cristallin de chaque argile. Il est possible que des substitutions isomorphes aient lieu au sein des tétraèdres (le silicium Si^{4+} peut être remplacé par l'aluminium Al^{3+} ou du fer Fe^{3+}) et des octaèdres (l'aluminium Al^{3+} peut être remplacé par le magnésium Mg^{2+} ou du fer Fe^{2+}).

En général, en mécanique des sols, trois grandes types argiles sont identifiés: la kaolinite, la smectite et l'illite. Le feuillet élémentaire de la kaolinite comporte une couche tétraédrique surmontée d'une couche octaédrique (figure 2.2-a). Son épaisseur est de 7Å. Chaque feuillet est relié à un autre feuillet par l'intermédiaire des liaisons de type hydrogène ce qui peuvent être qualifiés par des liaisons fortes. La propriété de cette liaison est d'induire une cohésion au cristal tout en laissant la possibilité de clivage des différents feuillets. Les argiles de cette famille sont nommées argiles T-O.

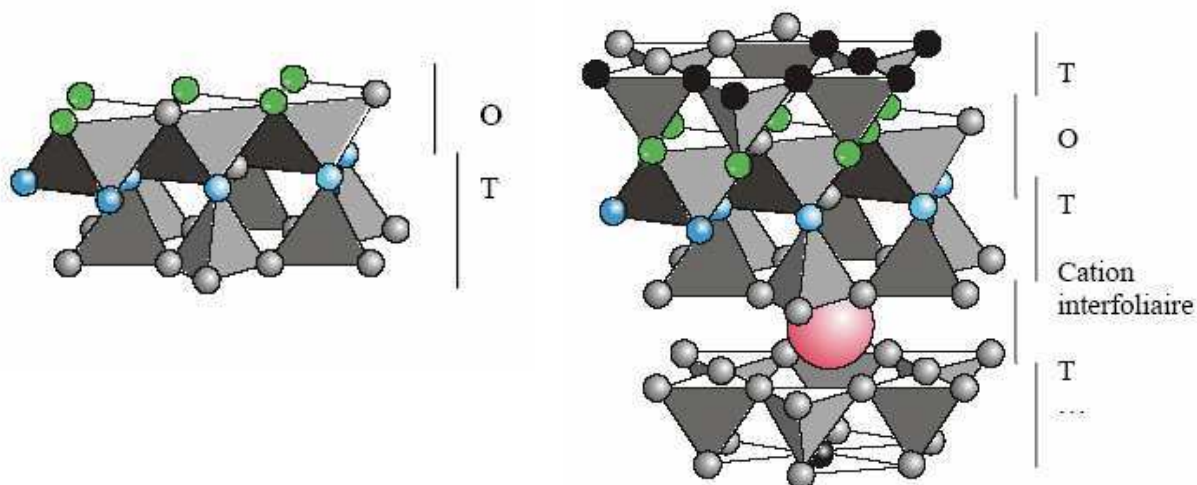
Le deuxième groupe d'argiles est celui de la smectite. Le feuillet de la smectite est composé de trois couches : une couche octaédrique encadrée par deux couches de tétraèdres (figure 2.2-b). L'épaisseur du feuillet est de 10Å. Il n'existe pas de liaison hydrogène entre deux feuillets élémentaires ni de cation interlamellaire capable de maintenir fortement les feuillets entre eux. L'argile de cette famille dites argiles T-O-T. Le troisième groupe est celui de l'illite. Cette argile est de famille T-O-T dont les feuillets formés à trois couches. Les liaisons entre deux feuillets se font par des ions potassium énergiquement fixés.



2.1-a : Tétraèdre et couche tétraédrique

2.1-b : Octaèdre et couche octaédrique

Schéma représentatif des feuillets élémentaires des phyllosilicates



2.2–a : Structure du feuillet de la kaolinite : une couche de tétraèdres SiO_4 (T) surmontée par une couche d'octaèdres Al_2O_6 (O)

2.2–b : Structure du feuillet de l'illite, de la Smectite et de la vermiculite : deux couches de tétraèdres SiO_4 (T) encadrant une couche d'octaèdres Al_2O_6 (O), le cation interfoliaire liant deux feuillets consécutifs

Figure 2.2 : Structure cristallographique des argiles T–O et T–O–T

2.1.2. Etapes des réactions chaux - sol argileux

Le mécanisme du traitement des sols avec la chaux est basé sur plusieurs réactions.

2.1.2.1. Echange cationique

Dans le sol argileux, les argiles ainsi que les matières organiques ont la propriété de pouvoir échanger une partie de leurs cations constitutifs « échangeables » ou « adsorbés à la surface » et de fixer l'ion calcium. Pour les argiles, cette réaction dépend de :

- l'aptitude des argiles à échanger ces cations inter-lamellaires (nature de l'argile) distingué par la capacité d'échange cationique CEC. Cette capacité est variable selon le type d'argile : pour la Kaolinite la CEC est entre 0,05 et 0,1 meq/g, pour l'illite la CEC est entre 0,2 et 0,5 meq/g et pour la montmorillonite la CEC est de l'ordre de 1 meq/g. Les faibles valeurs de CEC signifient que l'argile ne fixe les cations que sur les zones latérales des feuillets alors que dans les montmorillonites les cations sont captés sur leurs faces externes et internes (Cabane ; 2004).
- la nature du cation compensateur. En effet, la capacité des argiles à libérer (ou changer) leurs cations dépend de la valence et de la masse atomique du cation présent dans la solution, selon l'ordre croissant suivant : $\text{Li}^+ < \text{Na}^+ < \text{H}^+ < \text{K}^+ < \text{Mg}^{2+} < \text{Ca}^{2+} < \text{Al}^{+3}$

La capacité d'échange cationique correspond aux échanges :

- des cations inter-foliaires. Ces échanges concernent plus particulièrement les argiles TOT (smectite, vermiculite, ...). La substitution des cations inter-foliaires est d'autant plus facile que les cations ont une charge plus faible et sont de petite taille (Diamond et Kinter : 1965, Eades et Grim : 1966), Cabrera et Nwakanma : 1979, Locat et al : 1996, Khattab : 2002, Cabane : 2004).
- des cations de bordure. Sur les bordures d'un cristal, les charges ne sont plus équilibrées. Il apparaît alors des liaisons Si-OH et Al-OH. Ces liaisons sont déstabilisées en milieu basique et constituent alors une source supplémentaire de sites de fixation pour les cations de calcium (Cabane : 2004).

Lorsque la chaux est ajoutée aux sols argileux, en présence de l'eau, l'échange cationique commence à avoir lieu immédiatement après le mélange. En effet, la dissolution de la chaux dans un sol argileux hydraté libère des cations du calcium Ca^{2+} et des hydroxyles $(\text{OH})^-$. Les cations de calcium sont instantanément absorbés et intercalés dans l'espace inter-foliaire de l'argile (structure TOT) et remplacent les différents cations inter-foliaires existants. Cette échange induit des forces attractives entre les feuillets d'argile et réduit la double couche d'eau diffuse (Arabi et Wild : 1989). Cela mène à un changement de la structure des feuillets argileux et entraîne des modifications immédiates des propriétés des sols traités. Cette réaction instantanée se poursuit avec l'addition de la chaux jusqu'à la saturation complète des argiles en calcium. La quantité de calcium (et donc de chaux) nécessaire pour aboutir la saturation parfaite est fonction de la nature des argiles et du cation existant dans l'espace inter-foliaire. Les auteurs parlent de la notion « lime fixation point, Lime Consommation Optimale et Initial Lime Consommation » pour désigner la nécessité d'adapter la proportion de chaux en fonction de la teneur en argile (Hill et Davidsan : 1960, Clara et Handy : 1963, Eades et Grim : 1966, Locat et al : 1990, McCalister et Petry : 1992, Bel : 1996). Plusieurs méthodes ont été développées pour déterminer cette quantité réduite de chaux, basées sur les modifications apportées à court terme aux propriétés des sols traités tels que la plasticité, le pH, le gonflement et la viscosité. Bell (1996) a indiqué que la quantité optimale qui correspond à une modification « optimale » des propriétés des sols à court terme se situe entre 1 à 3% de chaux vive. McCalister et Petry (1992) ont montré que la quantité de chaux qui correspond à l'échange cationique est de 3% pour un sol argileux provenant des États-Unis contenant de la montmorillonite et de la kaolinite.

2.1.2.2. Flocculation - Agglomération

En conséquence de l'échange cationique, l'intercalation des cations de calcium entre les feuilles argileux modifie la densité de la charge électrique superficielle dans les particules d'argiles et donc la structure de la double couche d'eau dont l'extension diminue (Diamond et Kinter : 1965, Bel : 1996, Khattab : 2002, Cabane : 2004). La charge négative portée en surface des particules d'argiles et l'intensité des forces de répulsion sont réduites ; ceci conduit les particules d'argiles à se rapprocher les unes aux autres pour former des floccs {Locat et al : 1990, Locat et al : 1996}. On observe alors une diminution du volume apparent des particules et une contraction du sol. Les floccs formés sont insensibles au lavage (McCalister et Petry : 1992), mais deviennent plus stables avec le temps. Cette flocculation - agglomération change la texture de l'argile et améliore la consistance des sols argileux traités.

2.1.2.3. Réaction pouzzolanique

Une fois que l'affinité de sol est satisfaite par les cations Ca^{2+} , une autre réaction, appelée réaction pouzzolanique, se déclenche entre la chaux et les couches tétraédrique et octaédrique des feuillets argileux et le calcium, en particulier sur les bords des particules d'argile. A noter que les cations de calcium fixés dans l'espace interfoliaire de la fraction argileuse ne participent pas à la réaction pouzzolanique (Hill et Davidsan : 1960, Clara et Handy : 1963, Bel : 1996).

En effet, la dissolution de la chaux dans l'eau du sol (libération des cations Ca^{2+} et anions OH^-) permet la saturation de la solution en calcium avec une élévation de pH. En milieu basique et saturé en cation de calcium, les argiles sont attaquées. En conséquence, elles libèrent l'alumine et la silice qui réagissent avec le calcium en présence d'eau et les hydroxyles provenant de la chaux pour former des hydrates calciques similaires à ceux des ciments ; hydrate de silicate calcique (CSH), hydrate d'aluminate calcique (CAH) et hydrate alumino-silicate calcique (CASH) {Eades et Grim (1960), Clara et Handy (1963), Diamond et Kinter (1965), Ormsby et Kinter (1973), Cabrera et Nwakenma (1979), Arabi et Wild (1986), Wild et al. (1986), Basma et Tancer (1990), Locat et al. (1990), Bell (1996), Locat et al. (1996), Rajasekaran et Rao (1997), Khattab (2002)}. Ces hydrates tapissent la surface des particules du sol et en cristallisant, agissent comme des liens entre les particules du sol. Cette réaction consomme donc les argiles et aboutit à la formation de nouveaux minéraux aux propriétés liantes. Les différentes argiles (kaolinite, illite et smectite) ne réagissent ni avec la

même cinétique ni de la même « manière » avec la chaux (Eades et Grim : 1960, le Roux : 1969).

Cette réaction est conditionnée par la saturation initiale de la solution (eau de mélange) en chaux (Clara et Handy : 1963, Eades et Grim : 1966, Bel : 1996, Locat et al : 1996). Un test basé sur la mesure du pH permet d'évaluer la teneur en chaux nécessaire pour que ces réactions puissent avoir lieu. Le seuil de pH correspondant à la saturation de solution en chaux est environ 12,4 (Eades et Grim : 1966). La solubilité de l'aluminate octaédrique et du silicate tétraédrique des minéraux argileux est très élevée à cette valeur. La quantité de chaux permettant d'obtenir cette valeur de pH est connue sous le nom de "lime fixation point". De plus, la quantité de chaux ajoutée au traitement doit être adaptée à la teneur des argiles dans le sol (Cabane : 2004).

Cette réaction pouzzolanique a une cinétique lente qui nécessite, à température ordinaire, plusieurs mois avant que ses effets puissent être appréciés (Arabi et Wild : 1989, GTS : 2000, Rao et Shivananda : 2005-b). Cependant, la cinétique dépend de plusieurs facteurs dont la température de maturation et la teneur en eau des sols traités. En dessous de 5°C, la cinétique est ralentie alors qu'elle s'accélère avec l'augmentation de la température (Arabi et Wild : 1986, Bel : 1996, GTS : 2000, Beordman et al : 2001, Rao et Shivananda : 2005-b, Cabane : 2004). Une humidité relativement importante favorise la réaction pouzzolanique par la mobilité des ions et la formation des minéraux uniforme dans une surface plus ou moins étendue autour des gains de chaux (Locat et al : 1990, Bel : 1996).

La quantité de chaux permettant d'obtenir une amélioration optimale des propriétés hydromécaniques et une durabilité des propriétés recherchées avec le temps est appelée "lime stabilisation optimale" (Ormsby et Kinter : 1973, Locat et al : 1990, 1997, Bel : 1996).

2.1.2.4. Carbonatation

La carbonatation (formation de la calcite) de la chaux est une conséquence de la réaction produite entre la chaux et le CO₂ de l'air. Cette réaction pourrait avoir lieu pendant la maturation des sols traités. Cependant, elle n'est pas recherchée lors du traitement des sols. Dans le cas du développement de cette réaction, les cristaux de calcite ainsi formés ont une propriété liante très médiocre et perturbent la stabilisation des sols car leur développement inhibe la réaction pouzzolanique (Diamond et Kinter : 1965, Khattab : 2002, Cabane : 2004). Ainsi, cette réaction provoque une réduction de la résistance finale à cause de la consommation d'une partie de la chaux disponible pour la réaction pouzzolanique. Bien que

la calcite formée peut renforcer légèrement le sol pendant la première période, cette réaction ne peut pas être considérée comme une amélioration à long terme (Goldberg et Klein : 1952).

2.1.3. Résultats au niveau microscopique chaux – argile

Les réactions chaux- argiles sont largement étudiées par de nombreux chercheurs et les produits des réactions (hydrates calciques) ont été également déterminés par différentes méthodes expérimentales (diffraction des rayons X, analyse thermique et observations microscopiques).

À partir de l'ensemble des réactions immédiates entre la chaux et l'argile, Cabane (2004) a proposé un schéma microstructural correspondant à la floculation des argiles et donc à la formation de “grumeaux” ou flocs dans le sol traité (figure 2.3). Les fragments de sols traités constituent des grumeaux de taille millimétrique voire plus dû à un réarrangement des particules du sol ainsi que l'évaporation d'une partie de l'eau interstitielle entraînant la contraction des grumeaux.

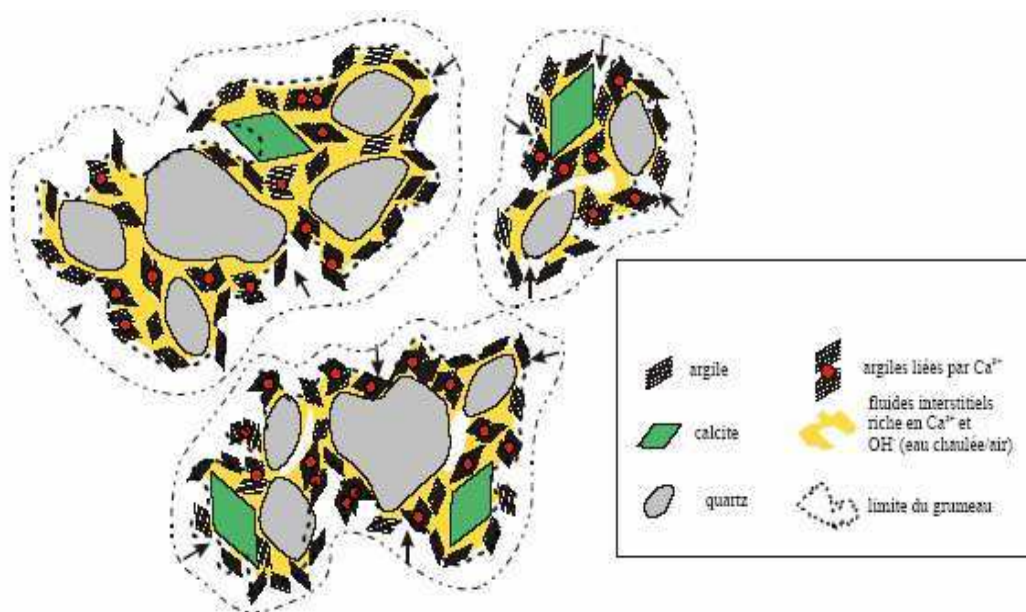


Figure 2.3 : Schéma du mécanisme de réaction argile–chaux à court terme. *Cabane (2004)*

Après l'échange cationique, la chaux provoque une attaque chimique des particules d'argile qui se propage de la périphérie (bords des particules) vers le cœur. Cette attaque s'accompagne du développement de nouveaux minéraux formant une cimentation liant les particules. Ces minéraux sont initialement sous forme de gel (Ingles : 1970) et se cristallisent très lentement. La dispersion des cations de calcium libérés par la chaux est occasionnée par

la présence de l'eau interstitielle. L'importance de la teneur en eau favorise la formation de cette cimentation au sein d'une zone plus ou moins étendue autour des grains d'argile. Le Roux (1969), Ingles (1970) et Locat et al (1990) ont schématisé le mécanisme (processus) de cimentation des particules (formation des hydrates sur les bords des particules argileuses) à l'issue de la réaction pouzzolanique entre la chaux avec les argiles (figure 2.4).

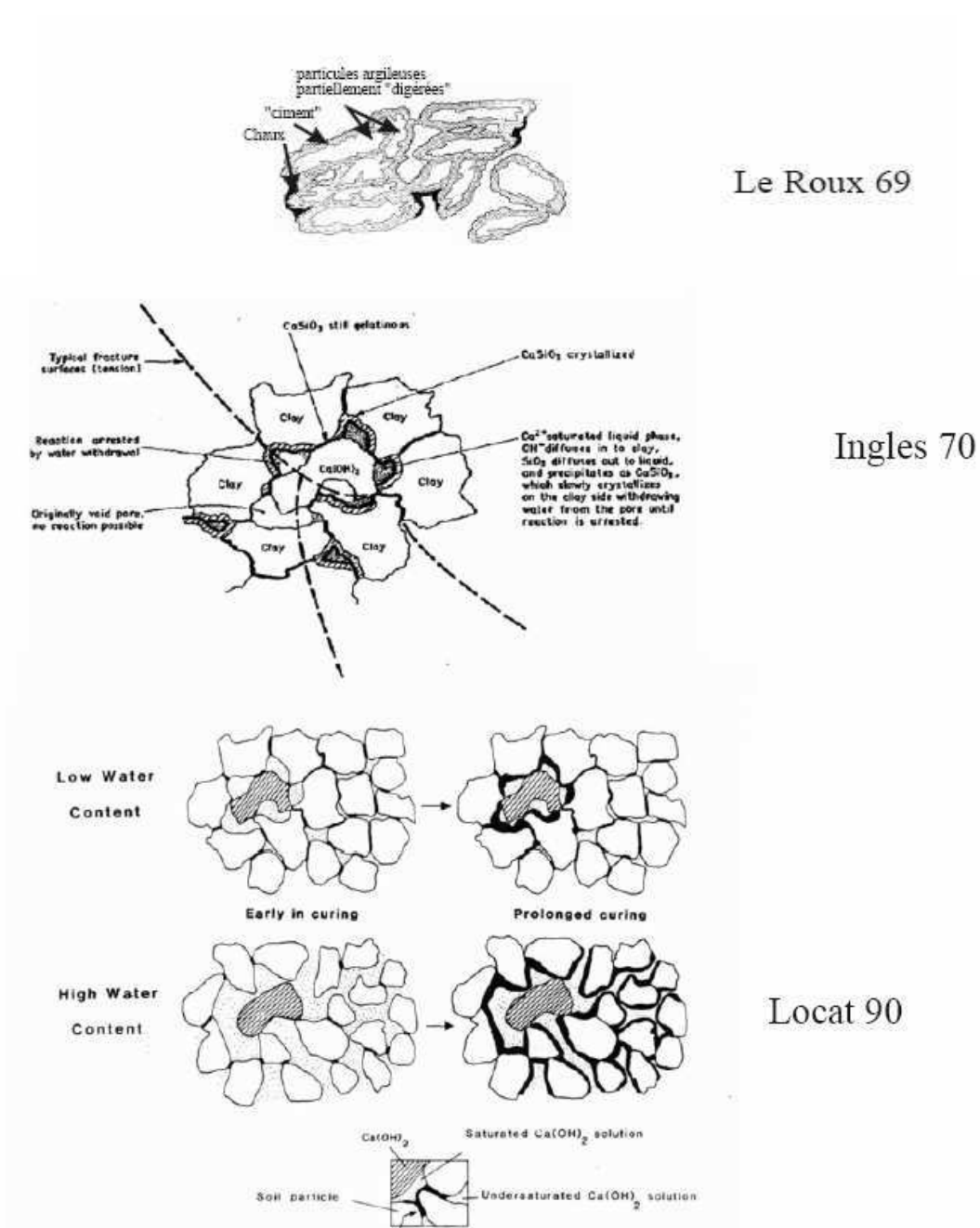


Figure 2.4 : Schéma du mécanisme de réaction chaux–argile à long terme. *Le Roux (1969), Ingles (1972) et Locat et al (1990)*

Eades et Grim (1960) ont étudié la réaction chaux - argiles par diffraction des rayons X et par analyse thermo-différentielle (ATD) pour différents types d'argiles (kaolinite, illite, bentonite et Grundite) traitées avec plusieurs pourcentages de chaux (2 à 20%) et compactées à l'optimum Proctor, le mûrissement étant fait à 60°C pendant 3, 6, 30 jours. Les résultats de la DRX des trois argiles traitées (figure 2.5) montrent que toutes les argiles réagissent avec la chaux mais avec une cinétique et une manière différentes. A l'issue de la réaction pouzzolanique, on détecte par DRX et par la présence de pics endothermiques sur les courbes DTA la formation des hydrates calciques dans les trois argiles. Pour un même dosage en chaux et un même temps de mûrissement, on observe que les pics de la smectite disparaissent quasiment, mais pas ceux de la kaolinite et de l'illite.

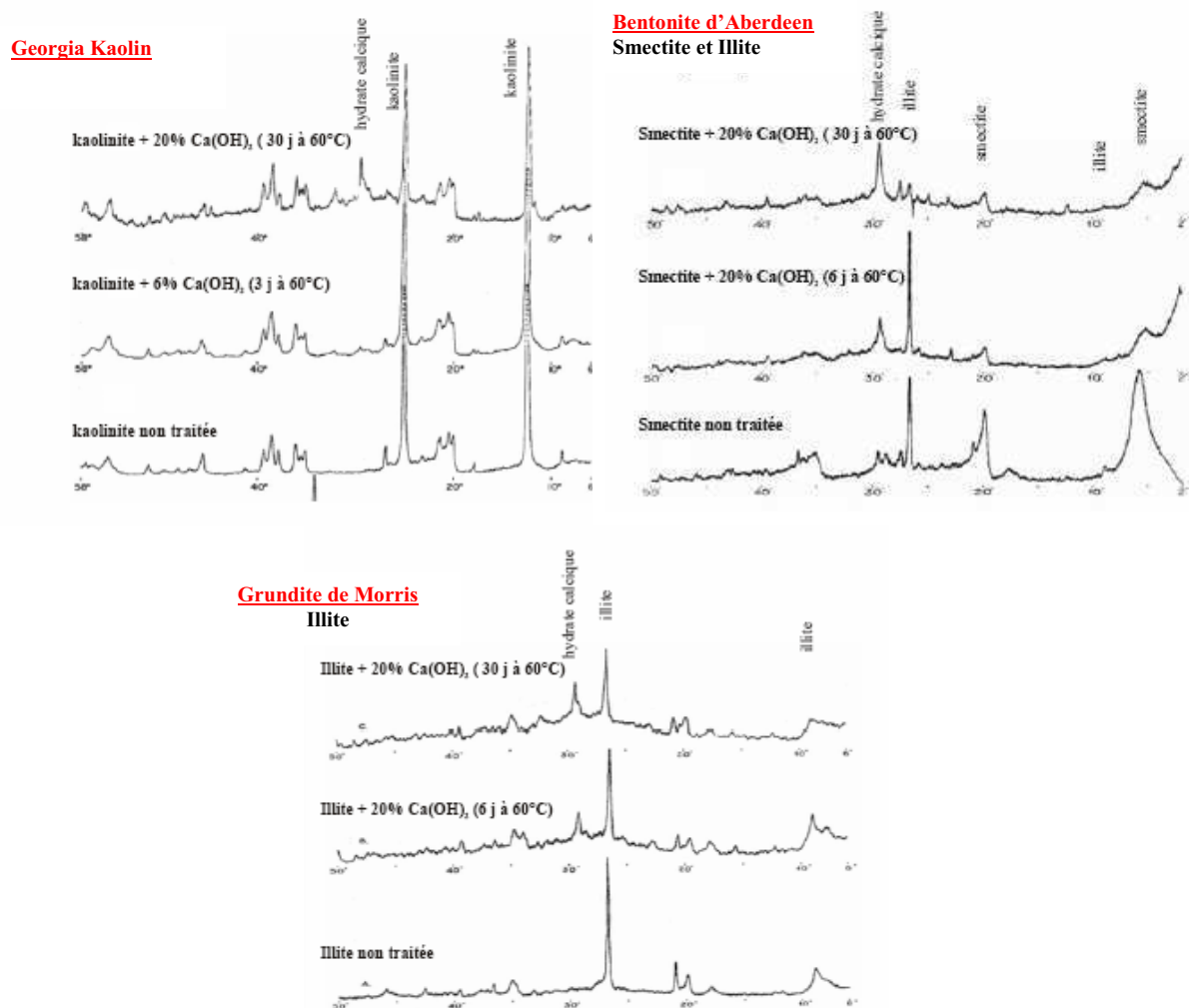


Figure 2.5 : Diffractogrammes des rayons X des échantillons d'argile non traitée et traitée avec 20% de chaux hydratée après différents temps de maturation à 60°C. *Eades et Grim (1960)*

Hill et Davidson (1961) ont examiné le produit de réaction chaux – montmorillonite à long terme à température ambiante et ont identifié un C_4AH_{13} . Glenn et Handy (1963) ont détecté des réflexions du CSH et CAH dans la kaolinite traitée à la chaux. De même, les produits hydrate d'aluminate calcique et CSH apparaissent dans la montmorillonite traitée à la chaux. L'analyse de la DRX effectuée par Ormsby et Kinter (1973) sur des échantillons de montmorillonites traitées, compactées à l'OPN et après 3 jours de mûrissement à une température de 60°C, a montré l'apparition de nouveaux pics correspondant à un hydrate CAH et une diminution de l'intensité des réflexions de la montmorillonite (conséquence de la consommation de la montmorillonite suite à la réaction pouzzolanique). Les observations au MEB d'un échantillon traité avec 10% de chaux après 2 jours de mûrissement à 60°C (figure 2.6) indiquent l'uniformité de la distribution d'un gel sur toutes les surfaces des particules d'argile traitée (présence des cations de calcium sur toute la surface étudiée).

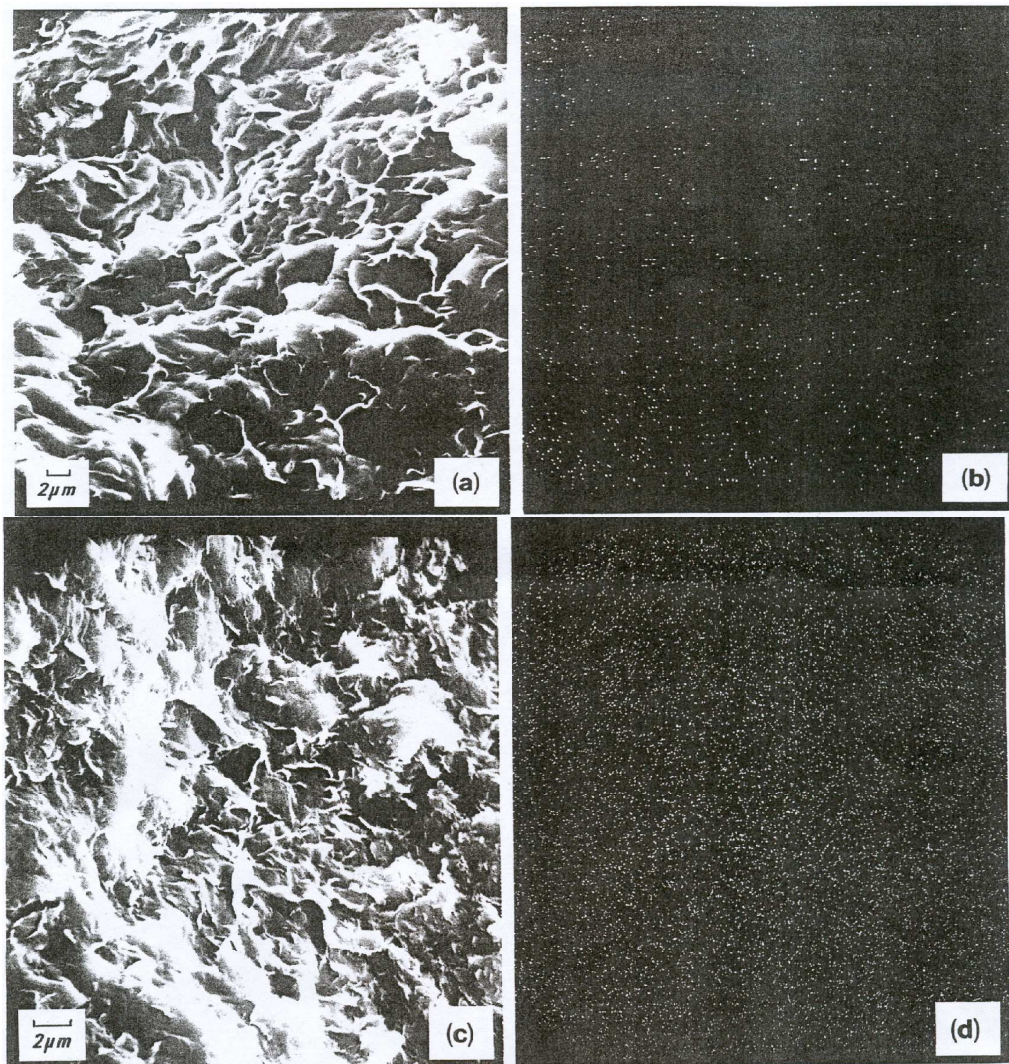


Figure 2.6 : Photos MEB et analyse chimique d'un échantillon de montmorillonite non traitée (a, b) et traitée à 10% chaux (c, d) après 3 jours à 120°F. Ormsby et Kinter (1973)

Cabrera et Nwakanma (1979) ont montré que la quasi-totalité de la chaux ajoutée (6%) aux dix-neuf sols tropicaux (Brésil) a été consommée après 28 jours de maturation à 25°C. Ainsi, les observations microscopiques indiquent la distribution uniforme du gel CSH aplati sur toutes les surfaces des particules de sol. Ces résultats mènent les auteurs à conclure que la réaction pouzzolanique formant le CSH nécessite un temps assez important afin que les processus de cristallisation de cet hydrate puissent être complets. Arabi et Wild (1986) ont réalisé des analyses thermogravimétriques (ATG) sur un sol constitué majoritairement d'illite et traité avec la chaux (6, 10 et 14%) après 24 semaines de maturation à 50°C. Les résultats d'ATG montrent l'augmentation de la perte de masse entre 100°C et 300°C sur les courbes DTG des échantillons traités. Ceci pourrait être dû à la déshydratation d'un hydrate CSAH avec éventuellement un départ d'eau liée.

Des photos MEB, Arabi et Wild (1989) ont montré sur un échantillon de même sol traité contenant majoritairement de l'illite (Dévonien rouge) avec 10% de chaux et après deux ans de maturation à 75°C (figure 2.7) la présence de traces de calcite et de matières non cristallisées « amorphe ». De plus, par DRX, un hydrate CSAH amorphe a été détecté sur ce même échantillon avec plusieurs pourcentages d'alumine amorphe ($\text{Ca}_{2,25}\text{Al}_{0,98}\text{Si}_{6,17}$).

Locat et al (1990) ont étudié par MEB (figure 2.8) les différents effets des interactions entre la chaux et un sol argileux de Buckingham ayant une forte teneur en eau proche de la limite de liquidité ($w = 48\%$). Ils constatent (photos B et C) un changement important sur la texture de l'argile traitée avec 2% de chaux : un assemblage des grands floccs avec une porosité importante. Sur les échantillons traités avec un dosage important de chaux, on constate la formation successive de deux minéraux avec le temps de mûrissement : CSAH après 10 jours (photo D) et CSH après 100 jours de maturation (photos E et F).

Bell (1996) a signalé la formation d'un hydrate de silicate calcique sous la forme CSHI (tobermorite) et hydrate d'aluminate calcique sous la forme C_4AH_{13} , CAH_{10} et CAH_{11} dans la kaolinite traitée à la chaux. Locat et al (1996) ont confirmé les résultats précédents (figure 2.9) sur une autre argile de Louisville traitée avec 2 et 10% de chaux à température ambiante et à des teneurs en eau importante (122% à 350%). Avec une faible quantité de chaux (2%), la floculation (photo b) provoque la création d'agrégats en taille de 1–5 μm (plus grand que la taille des particules du sol à l'état initial $< 0,5 \mu\text{m}$). L'hydrate silicate calcique CSH est présent dans l'échantillon traité avec 10% chaux (photos c et d sur la figure 2.9). Enfin, on observe globalement une augmentation de la porosité (photo e et f sur la figure 2.9).

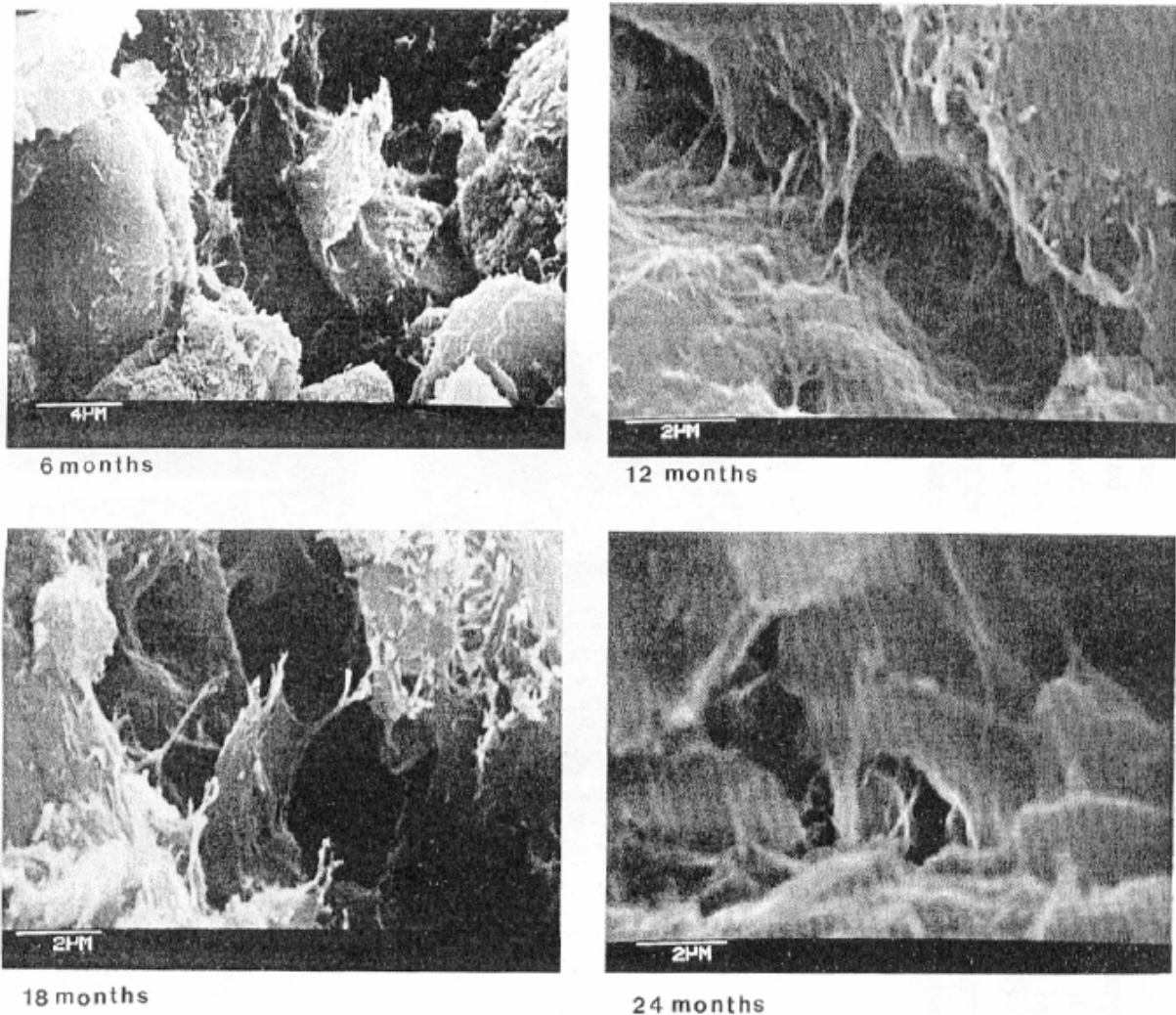


Figure 2.7 : Photos MEB des échantillons d'un sol argileux Dévonien rouge traité avec 10% de chaux après 6, 12, 18 et 24 mois de maturation à 75°C. *Arabi et Wild (1989)*

Rajasekaran et Rao (1996,1997) ont analysé par DRX les différents hydrates CSH et CSAH formés lors du traitement (colonne de chaux et injection de lait de chaux) d'une argile marine. Dans le tableau 2.1, sont indiqués les différents produits de cimentation (issue de la réaction pouzzolanique) après 45 jours de maturation.

Khattab (2002) a étudié les réactions chaux – sol argileux (FoCa) grâce au microscope électronique de transmission (MET). Les résultats de la diffraction électronique d'échantillon traité (figure 2.10) montrent la présence d'une forte raie à 0,294 nm, alors que le cliché de diffraction électronique d'échantillon non traité indique l'apparition des anneaux caractéristique des raies d'argiles. Cette raie forme un halo uniforme de largeur moyenne correspondant à un pseudo tobermorite désorientée. Ceci correspond la formation d'un hydrate CASH (pseudo- tobermorite) sur la photo de l'échantillon traité.

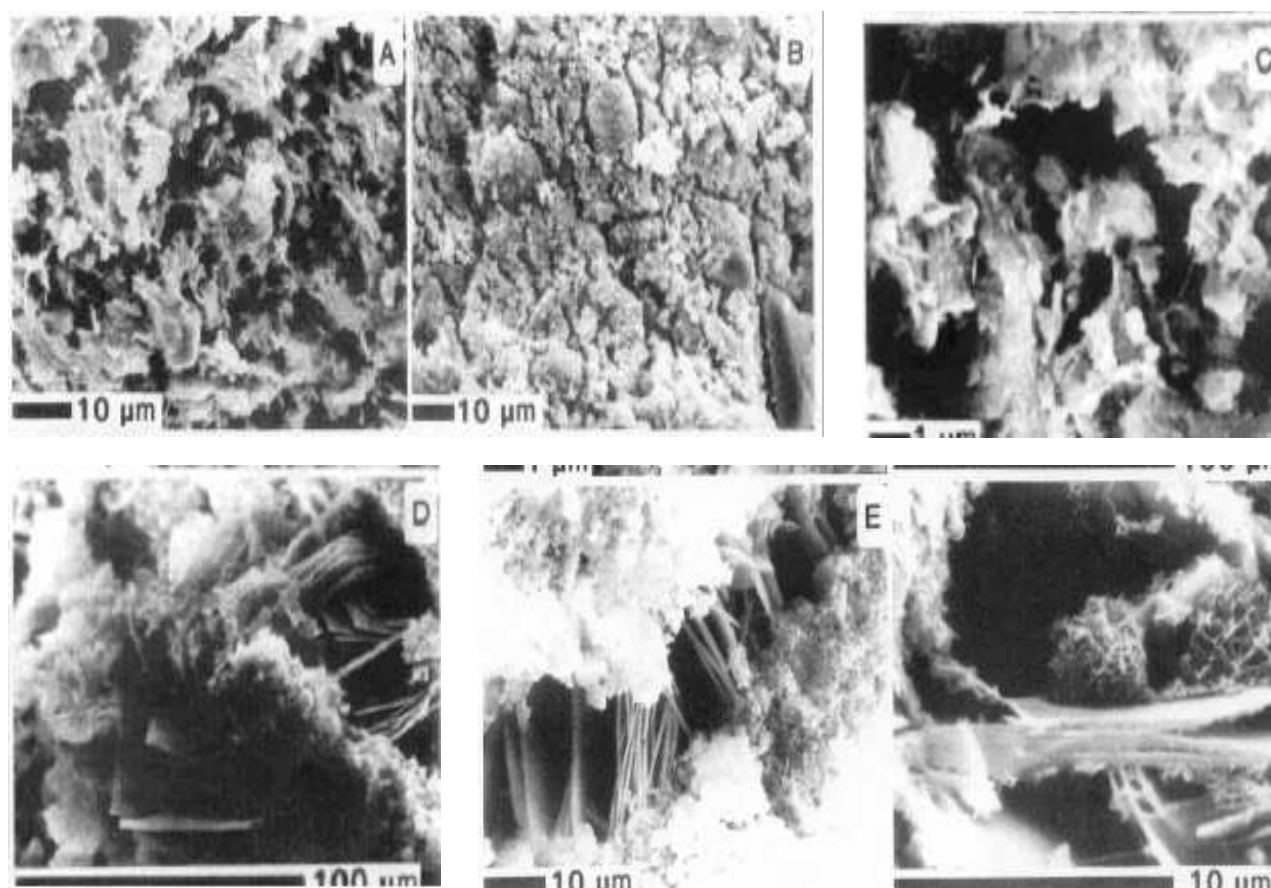


Figure 2.8 : Photos MEB des échantillons d'argile de Birmingham non traitée (A), traitée avec 2% de chaux (B et C) et traitée avec 10% après 10 jours (D) et après 100 jours (E et F). *Locat et al (1990)*

Tableau 2.1 : Produits de cimentation (hydrates) formés lors du traitement à la chaux de deux sols argileux marins. Rajasekaran et Rao (1997)

Table 2. Reaction products formed/modified in different lime treated soil systems					
S.No	Type of treatment	Soil 1		Soil 2	
		Basal spacing, d (Å)	Product formed	Basal spacing, d (Å)	Product formed
1.	Lime	1.99	CSH(I)	1.99	CSH(I)
		2.10	CA	2.10	CA
		3.92	CAH	—	—
		4.22	CASH	4.22	CASH
2.	Lime with sodium hydroxide	1.99	CSH(I)	1.99	CSH(I)
		2.10	CA	2.10	CA
		2.81	CSH(I)	—	—
		3.65	CAH	—	—
		4.22	CASH	4.22	CASH

CA-calcium aluminate, CAH-calcium aluminate hydrate, CSH-calcium silicate hydrate, CASH-calcium aluminate silicate hydrate.

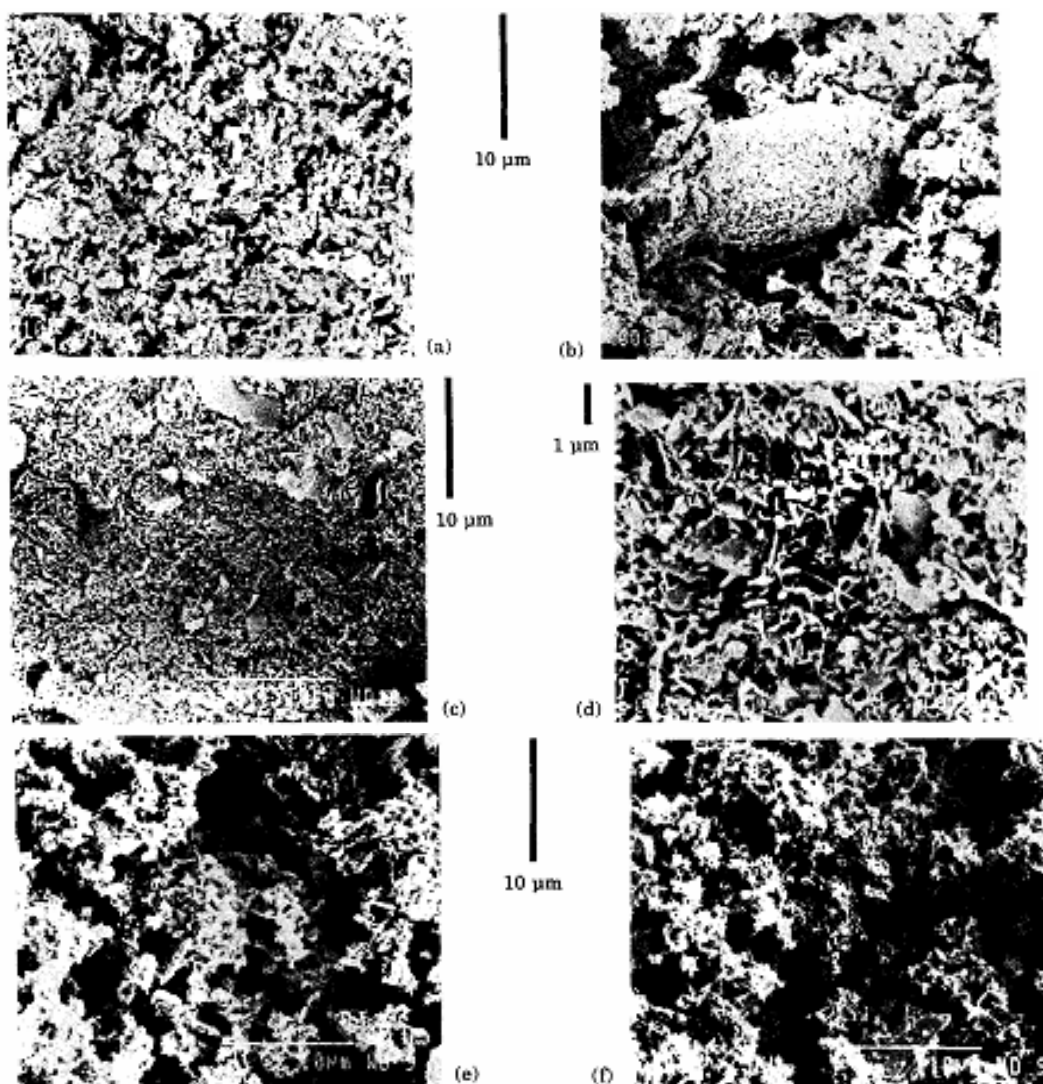


Figure 2.9 : Photos MEB des échantillons d'argile de Québec non traitée (a), échantillon traité avec 2% chaux et compacté (b), échantillon traité avec 10%, compacté à l'OPN avec une teneur en eau de $w=122\%$ et après 80 jours de maturation (c, d), échantillon traité avec 10% de chaux préparé par sédimentation ($w=350\%$) après 100 jours de maturation (e, f). *Locat et al : 1996*

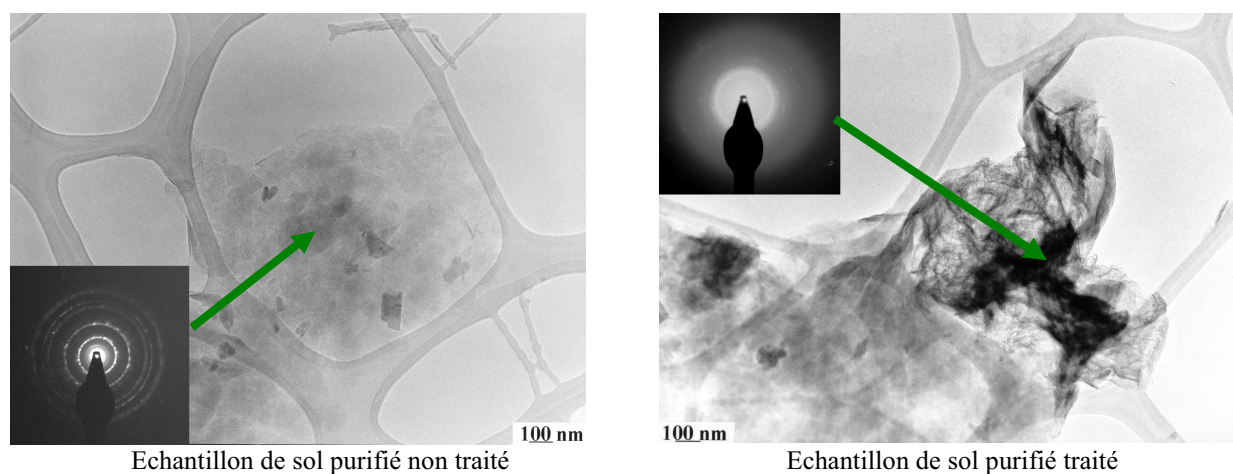


Figure 2.10 : Observations MET des échantillons de FoCa non traitée et traitée avec 10% de chaux après 1 mois de maturation à 20°C . *Khatab (2002)*

2.2. Réactions chaux – Impersol à court terme à température ambiante ($\approx 20^\circ\text{C}$) : échange cationique et consommation en chaux

La consommation initiale en chaux donne une indication de la quantité minimale en chaux qui doit être ajoutée au sol pour l'échange cationique (la saturation des particules de la smectite initialement sodique par le calcium) et ceci induit, par conséquent, un changement significatif des propriétés du sol traité à court terme. Dans la littérature, plusieurs méthodes ont été proposées pour l'estimation de cette quantité « optimale » en chaux en se basant sur les changements dans la plasticité, le pH, le gonflement ou la viscosité de sol traités (Clara et Handy : 1963, Diamond et Kinter : 1965, Eades et Grim : 1966).

Dans cette étude, l'estimation de la quantité optimale de chaux ajoutée à court terme s'appuie sur les propriétés citées précédemment (géotechniques et pH) mais aussi sur les analyses du changement minéralogique observé par diffractions des rayons X.

2.2.1. pH des mélanges chaux - Impersol

La figure 2.11 présente les mesures du pH des mélanges chaux–Impersol réalisées après les premières heures.

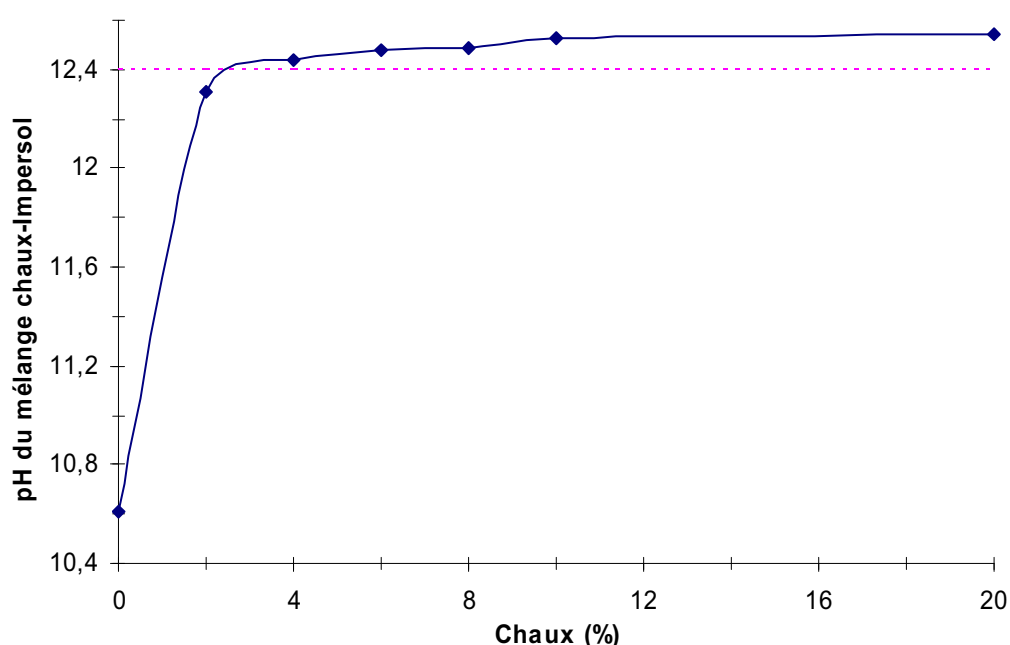


Figure 2.11 : Variation instantanée du pH des mélanges chaux–Impersol

Le pH naturel de ce sol argileux sodique est de 10,6. Avec seulement 2% de chaux, le pH du mélange augmente très fortement pour atteindre 12,3 et se stabilise autour de 12,4 à

12,5 avec des pourcentages de chaux allant de 4% à 20%. Eades et Grim (1966) soulignent qu'un pH de 12,4 est suffisant pour activer la réaction pouzzolanique ; en effet, cette valeur de pH (12,4) correspond à une solution saturée en chaux. Ainsi, d'après le pH mesuré, il semble que 4% de chaux est nécessaire pour assurer les réactions instantanées et donc les changements des propriétés à court terme de l'Impersol.

2.2.2. Plasticité de l'Impersol avec le traitement

La figure 2.12 donne l'évolution de l'indice de plasticité «IP» en fonction du pourcentage de chaux pour deux temps de maturation : 1 jour et 28 jours.

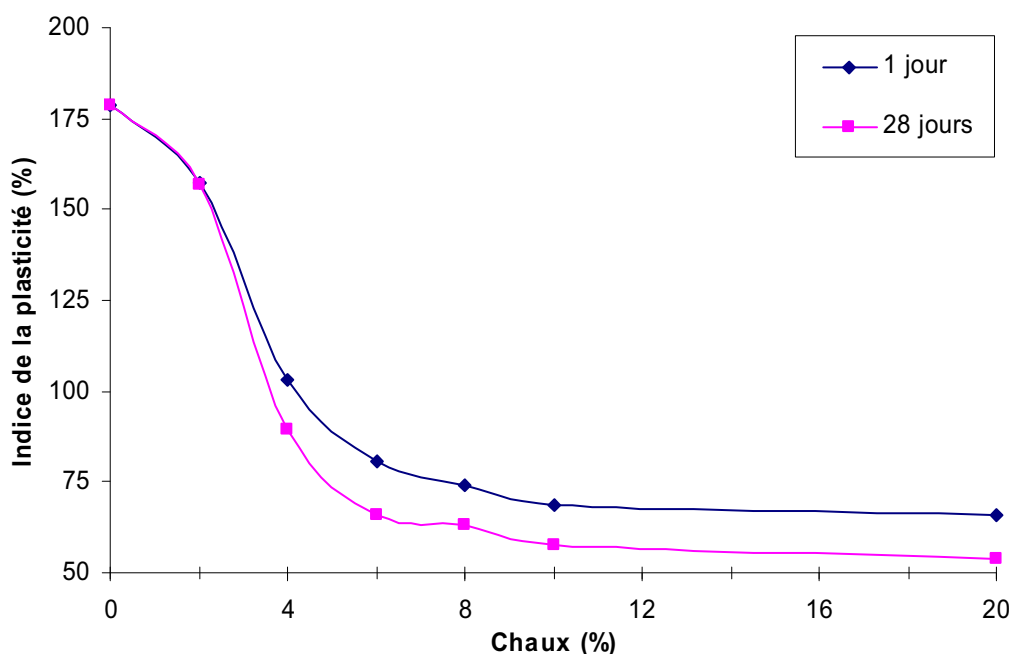


Figure 2.12 : Evolution de la consistance de l'Impersol avec le temps et les quantités de chaux

On observe que l'indice de plasticité «IP» diminue fortement avec la quantité de chaux ajoutée jusqu'à 6% puis diminue plus faiblement avant de se stabiliser pour des pourcentages plus élevés. De plus, le temps de maturation du sol traité a peu d'effet sur les variations de « IP ». Ainsi, la consistance de l'Impersol non traité, caractérisée par une forte plasticité (IP = 180%), subie une diminution forte pour atteindre un IP d'un sol ayant une plasticité moyenne (IP = 75%) avec 6% de chaux. La réduction de la plasticité pourrait être attribuée à la réaction de floculation à cause de la présence de Ca^{++} et OH^- qui jouent un rôle important en diminuant l'épaisseur de la double couche. La diminution de l'indice de plasticité IP est la conséquence

de la forte diminution de la limite de liquidité et de l'augmentation mesurée de la limite de plasticité ($IP = WL - WP$).

D'après ces résultats et selon les critères de Hill et Davidson (1960) et Eades et Grim (1966), 6% de chaux peut désigner la quantité nécessaire aux réactions à court terme.

2.2.3. Pression de gonflement et consommation de chaux

Le tableau 2.2 donne les valeurs de pression de gonflement et le pourcentage de chaux consommée (C_c) durant les premiers 28 jours de maturation à température ambiante (20°C) pour 4, 6 et 10% de chaux ajoutée au sol.

On observe que plus on ajoute de la chaux, plus la chaux est consommée rapidement et moins est forte la pression de gonflement mesurée. La diminution du gonflement est attribuée à la diminution de la capacité d'absorption d'eau de l'Impersol suite à l'échange cationique (smectite sodique par une smectite calcique). Le pourcentage de chaux qui éliminerait le gonflement correspond donc à la quantité optimale : 6% semble être le pourcentage recherché pour l'Impersol.

On observe clairement qu'avec l'ajout de 10% de chaux, la pression de gonflement est pratiquement nulle dès le premier jour et que la consommation en chaux se situe entre 5,1 et 5,7%.

Un taux de consommation moyenne de 5,5% est observé à 28 jours de maturation lorsqu'on ajoute 6% de chaux et lorsqu'on la pression de gonflement devient nulle.

Ainsi, l'analyse des résultats de la pression de gonflement et de la consommation en chaux montre que :

- l'excès en chaux permet la saturation rapide des particules de l'Impersol et réduit fortement le gonflement des échantillons traités.
- un taux de 5,5% de chaux ajoutée à l'Impersol semble suffisant et nécessaire pour assurer l'élimination du gonflement de l'Impersol dans un délai raisonnable (≤ 28 jours).

Enfin, l'augmentation de la consommation de chaux au-delà de 5,5% provoque la réaction pouzzolanique. En revanche, lorsque la quantité de chaux ajoutée est faible (exemple 4%), l'échange cationique n'est pas complet et la pression de gonflement n'est pas totalement éliminée.

Tableau 2.2 : Pression de gonflement (Pg) des échantillons d'Impersol traité et quantités de chaux ajoutée et chaux consommée (Cc) durant les 28 premiers jours de maturation à 20°C

Paramètres	Pression de gonflement Pg (KPa)			Chaux consommée Cc (%)		
Temps (jour) Chaux ajoutée %	1 j	7 j	28 j	1 j	7 j	28 j
0	1060			/		
4	293	196	142	3,6	3,8	3,9
6	106	33	6	4,7	5,2	5,5
10	9	0	0	5,1	5,7	7,2

2.2.4. Changement minéralogique et consommation de chaux

La consommation en chaux et les changements minéralogiques de l'Impersol à court terme ont été étudiés par diffractions des rayons X (DRX). Les résultats de la DRX des échantillons traités (6, 8, 10 et 20%) et non traités sont présentés sur la figure 2.13. La quantité de chaux consommée pour les réactions instantanées est estimée à partir des pics de la chaux libre (non réagie) sur les diffractogrammes.

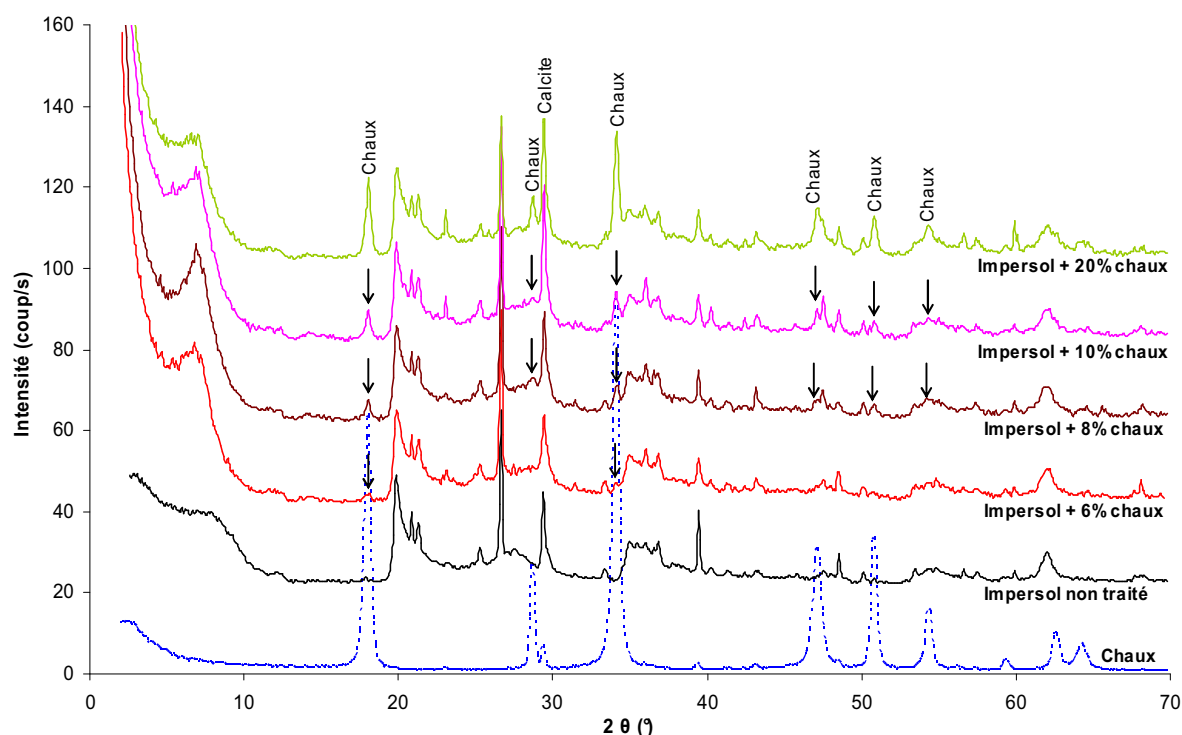


Figure 2.13 : Diffractogrammes des rayons X des échantillons de la chaux, de l'Impersol et des échantillons traités avec 6, 8, 10 et 20% de la chaux après 1 jour de mûrissement à 20°C

On observe des réflexions caractéristiques de la chaux pour des dosages $> 6\%$. L'intensité caractéristique des réflexions de la chaux augmente avec l'augmentation de la quantité en chaux employée : ceci due à la présence de la chaux libre ayant non réagi.

Cependant, les deux pic principaux de la chaux à $2\theta = 18,0^\circ$ (pic 1) et $34,1^\circ$ (pic 2) sont également présents mais avec une faible intensité sur le diffractogramme de l'échantillon traité à 6%. Ceci montre que la totalité des 6% de chaux ajoutée n'est consommée que pour les réactions à court terme.

Les intensités des deux pics principaux de la chaux ($2\theta = 18^\circ$ et $2\theta = 34,1^\circ$ sur la figure 2.13) sont utilisées afin d'estimer la quantité relative de la chaux consommée à court terme. La relation entre l'intensité des deux pics de la chaux et la chaux ajoutée, est linéaire comme montre la figure 2.14. Il est ainsi possible d'estimer la quantité de chaux (consommée) nécessaire pour la réaction d'échange cationique ($y = 0$ dans les deux équations de la figure 2.14) : ce pourcentage est de 4,6 et 4,8% respectivement.

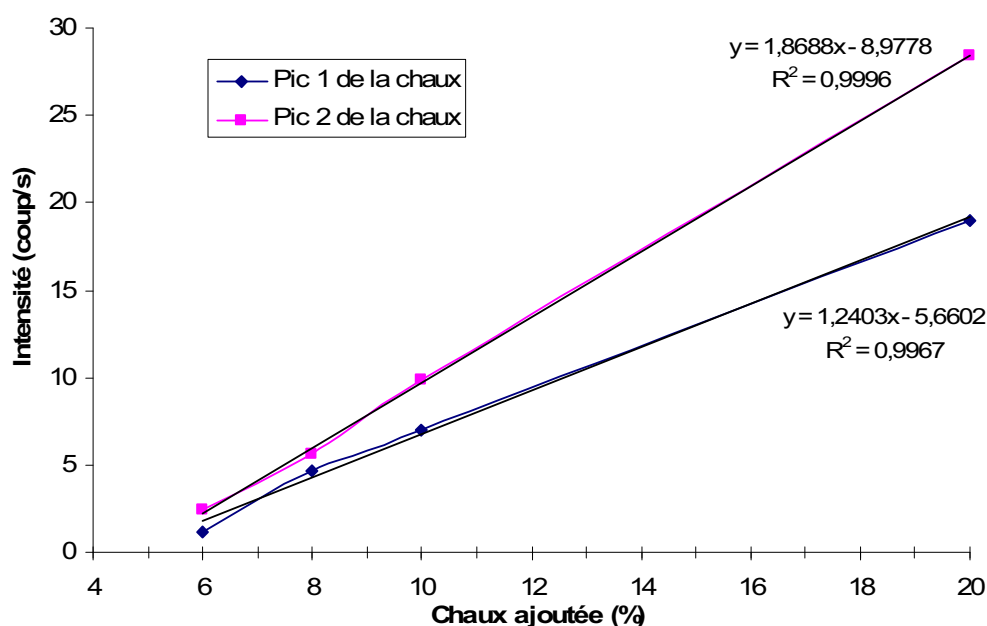


Figure 2.14 : Intensités caractéristiques de deux pics principaux de la chaux non réagie (libre) dans les échantillons d'Impersol traités après 1 jour de maturation à 20°C

2.2.5. Discussion sur la quantité optimale pour une réaction chaux–Impersol à court terme

Le bilan des résultats obtenus à partir des différentes méthodes montre que :

- 1) Un minimum de 4% de chaux est nécessaire pour activer la réaction pouzzolanique selon des mesures de pH (Eades et Grim : 1966).

- 2) La concentration de chaux non réagie évaluée par la diffraction des rayons X indique que en moyenne 4,7% de chaux est nécessaire pour l'échange cationique.
- 3) En se basant sur l'amélioration immédiate apportée à la plasticité de l'Impersol traité, un pourcentage de chaux allant jusqu'à 6% de chaux semble nécessaire.
- 4) La pression de gonflement est pratiquement éliminée avec une consommation moyenne de chaux d'environ 5,5%.

Ainsi, on peut estimer la valeur optimale de chaux pour assurer l'amélioration des propriétés à court terme pour ce sol argileux extrêmement gonflant, l'Impersol entre 5 et 6%.

2.3. Réactions chaux–Impersol à long terme à température ambiante ($\approx 20^{\circ}\text{C}$) : réaction pouzzolanique

2.3.1. Evolution de la consommation de la chaux

La figure 2.15 donne l'évolution de la consommation de la chaux en fonction du pourcentage de chaux ajoutée (4% à 20%) et le temps de maturation à température ambiante. On observe que :

- pour le faible % de chaux ajoutée (4%), toute la chaux est instantanément consommée.
- pour tous les autres taux de chaux ajoutées, après trois jours de maturation, la chaux consommée est pratiquement identique (5 – 5,5%). Au-delà, la chaux consommée augmente avec le temps et notamment avec la chaux ajoutée.

La consommation de chaux à court terme est attribuée à l'échange cationique. Il semble qu'environ 5,5% de chaux représente la quantité maximale consommée à court terme. La cinétique de l'échange cationique (remplacement de Na^+ par Ca^{2+}) est plus rapide lorsqu'un excès de chaux est ajouté à l'Impersol.

Avec le temps de maturation, on constate que la consommation en chaux augmente. Plus le pourcentage de chaux ajoutée est élevée ($>6\%$), plus la cinétique de consommation en chaux est importante. Après 28 jours de maturation, les taux de consommation augmentent à 6,7, 7,5 et 12,6% avec 8, 10 et 20% de chaux ajoutée. Enfin, la consommation atteint 7,5, 9,6 et 18,2% pour l'addition de 8, 10 et 20% de chaux après 90 jours. La cinétique de l'évolution de la consommation traduit le développement de la réaction pouzzolanique. Cette dernière

dépend de la nature des minéraux argileux, de la température de mûrissement et de la quantité de chaux disponible.

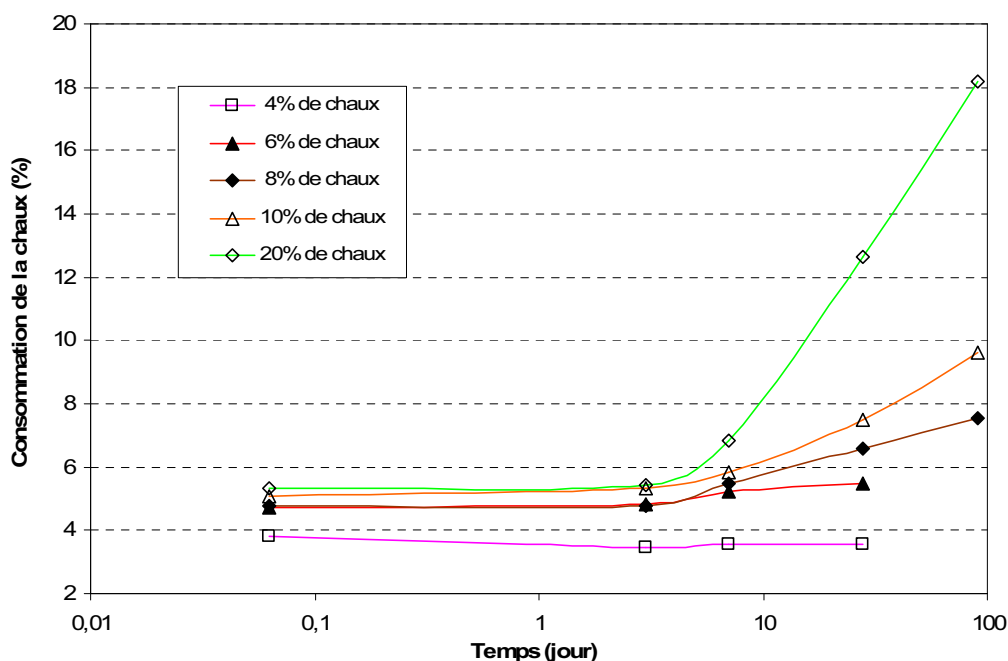


Figure 2.15 : Evolution de la consommation de la chaux à 20°C en fonction de la quantité de chaux ajoutée et du temps de maturation

2.3.2. Evolution de pH des mélanges chaux–Impersol (MCI)

La figure 2.16 présente les variations de pH des mélanges chaux–Impersol (MCI) avec le temps de maturation à 20°C pour différents pourcentages de chaux ajoutée (2% – 20%).

Les résultats obtenus après les premières heures montrent que le pH du mélange (MCI) augmente de 10,6 (pH de l'Impersol non traité) à 12,3 et 12,4 avec l'addition des 2 et 4% de chaux respectivement. Pour des pourcentages de chaux plus élevées, le pH du MCI est d'environ 12,4 à 12,5. Ces valeurs de pH correspondent à celle d'une solution saturée en chaux (pH= 12,4). En effet, la mesure du pH d'une solution correspond à la mesure de la concentration en hydroxyles OH^- dans cette solution. La chaux se précipite dès que la solution de MCI est saturée en chaux et l'ajout de plus de chaux ne change pas la concentration des hydroxyles OH^- dans la solution (suspension).

Avec la maturation, on constate que le pH du MCI contenant 2% et 4% de chaux diminue très légèrement avec le temps. Au contraire, le pH du MCI ayant des quantités plus élevées en chaux (6–20%) diminue sensiblement avec le temps de maturation au-delà de la première semaine. La diminution du pH des mélanges chaux–Impersol avec le temps de

maturation s'explique par la diminution de la concentration (quantité) des hydroxyles dans la suspension due à la consommation de ces hydroxyles pour les réactions de la chaux avec l'argile. L'échange cationique n'affecte que la concentration de calcium dans la solution. Donc, la réaction pouzzolanique est le responsable de la consommation des hydroxyles avec le calcium de la chaux pour former des nouveaux hydrates avec les minéraux argileux.

Il convient de noter que les pH des MCI après 90 jours sont supérieurs à celui de l'Impersol non traité, ce que montre que la concentration des ions OH^- dans les échantillons traités est supérieure à celle dans l'Impersol non traité (la totalité des hydroxyles apportés par la dissolution de la chaux n'est pas utilisée pour la réaction pouzzolanique).

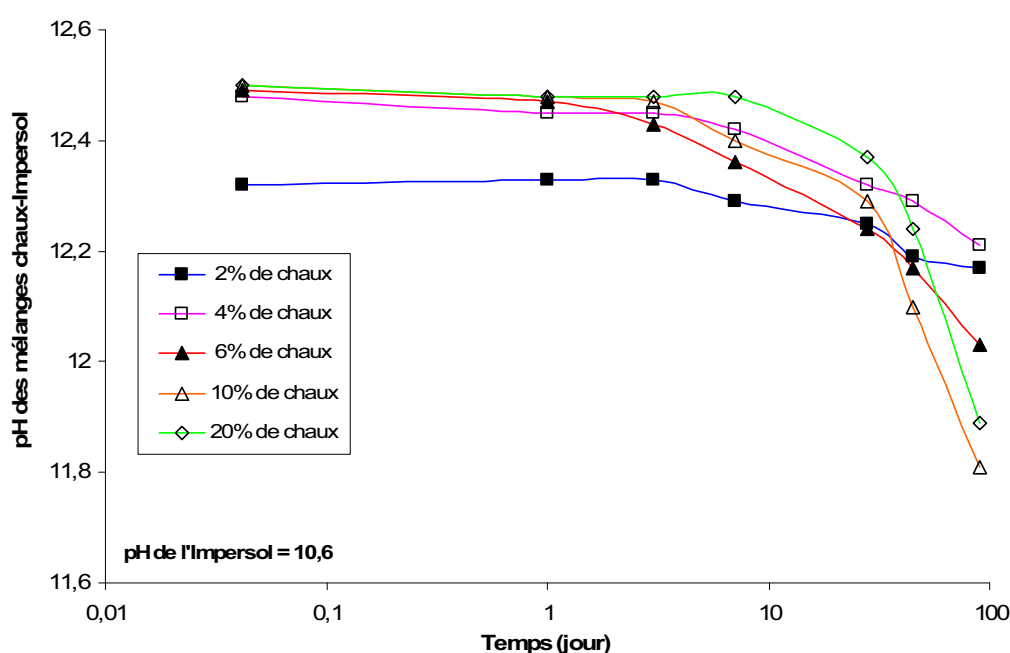


Figure 2.16 : Variation du pH des mélanges chaux–Impersol (MCI) avec le temps de maturation à 20°C pour différents pourcentages de chaux employées

2.3.3. Evolution de la conductivité électrique (CE) des mélanges chaux–Impersol (MCI)

La figure 2.17 présente la conductivité électrique des mélanges chaux–Impersol (MCI) en fonction du temps de maturation pour différents pourcentages de chaux ajoutée (2–20%).

La CE de l'Impersol non traité est de 2,7 milliSiemens/cm. Dès l'addition de la chaux la conductivité électrique (CE) augmente. Avec 2% de chaux, le CE du MCI atteint 7,7 milliSiemens/cm et augmente à 10,4 – 11,4 milliSiemens/cm avec l'addition de 4% à 20% de chaux. En effet, la conductivité électrique est liée aux cations Na^+ , Ca^{2+} et OH^- . La dissolution de la chaux génère des ions $[\text{Ca}^{2+}$ et $\text{OH}^-]$ et l'Impersol fixe le calcium et libère ses cations

inter-lamellaires $[\text{Na}^+]$ par l'échange cationique. Cette réaction explique donc les variations de la CE à court terme. Ainsi, avec 4% de chaux ajoutée, on se rapproche de la saturation et on atteint presque la valeur maximale de la CE. L'augmentation de la CE avec la chaux (> 4%) peut être expliquée par la consommation de la chaux afin d'obtenir une saturation parfaite des particules d'Impersol. Ceci augmente la dissolution de la chaux et élève la concentration en hydroxyles dans la solution.

Avec le temps de maturation, la conductivité électrique (CE) des mélanges chaux - sol (MCI) subie une diminution importante durant les premiers jours puis une réduction contenue par la suite (3 mois) pour les échantillons traités à 10% et 20% de chaux. En revanche, l'évolution de la conductivité pour les échantillons traités avec 2, 4 et 6% est beaucoup plus faible à partir de 28 jours de maturation. Ce comportement peut être attribué à l'échange cationique lors des premiers jours et à la réduction de la concentration de Ca^{2+} dans la suspension chaux–Impersol liée au développement de la réaction pouzzolanique notamment pour des ajouts de chaux $\geq 6\%$.

Enfin, la valeur de la conductivité électrique de tous les mélanges chaux - Impersol (MCI) tend à 5 milliSiemens/cm après 90 jours de maturation, ce qui est supérieur à la valeur de l'Impersol non traité (2,7 milliSiemens/cm). La CE de 5 milliSiemens/cm correspond à la mesure obtenue pour une argile smectite calcique ; ce qu'est devenue l'Impersol après l'échange cationique.

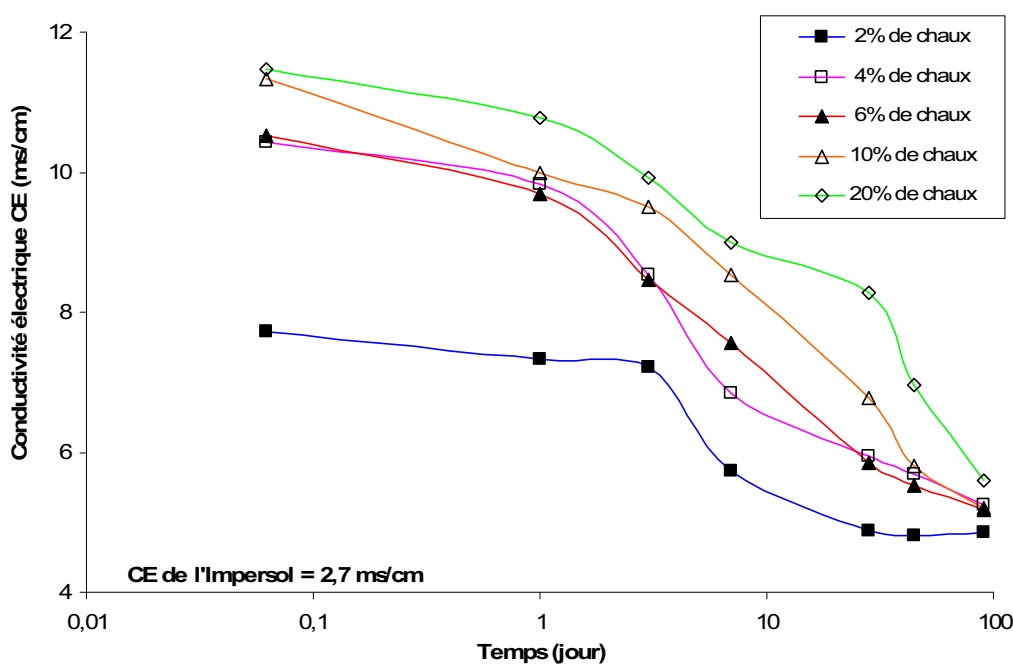


Figure 2.17 : La conductivité électrique (CE) des mélanges chaux–Impersol (MCI) avec le temps de maturation pour une température de 20°C

2.4. Evolution de la minéralogie de l'Impersol traité à température ambiante

L'évolution de la minéralogie de l'Impersol brut traité a été étudiée par la diffraction des rayons X et l'analyse thermogravimétrique (ATG). Cette étude est réalisée sur des échantillons d'Impersol compactés non traité et traité avec plusieurs pourcentages de chaux allant de 2% à 20%, et analysés après différents temps de maturation (de 7 jours à 12 mois) à 20°C et 50°C. La méthode de préparation des échantillons pour la DRX et l'ATG est décrite dans le protocole expérimental.

L'utilisation de plusieurs pourcentages de chaux permet de déterminer les interactions produites entre la chaux et les minéraux argileux (formation des hydrates calciques et de calcite, consommation d'argiles et de chaux). Le choix de différents temps de maturation permet d'étudier l'évolution de la minéralogie provoquée par le traitement.

Pour étudier l'effet de la chaux et de la durée de maturation sur la minéralogie de l'Impersol traité, tous les résultats de diffraction sont comparés avec ceux de l'Impersol non traité. L'intensité du fond continue (ligne de base) sera utilisée comme référence pour comparer les divers diffractogrammes qui ont été enregistrés dans les mêmes conditions.

On commencera par présenter les résultats de l'Impersol traité avec le plus fort dosage de chaux (20%). Ce dosage doit permettre d'étudier l'évolution de la réaction chaux–argiles et d'identifier plus facilement les modifications importantes apportées à l'Impersol traité (apparition de nouvelles phases, destruction partielle des minéraux argileux) en fonction de la durée de maturation. On présentera ensuite les résultats des échantillons traités avec les autres dosages. Le bilan final des résultats obtenus montrera l'influence de la durée de maturation et du pourcentage de chaux ajoutée sur la formation des hydrates calciques, de la consommation de chaux et de la destruction des feuillets argileux.

2.4.1. Suivi des changements minéralogiques par diffraction des rayons X

2.4.1.1. Impersol traité avec 20% de chaux

La figure 2.18 présente les diffractogrammes X de l'Impersol non traité et traités avec 20% de chaux pour plusieurs temps de maturation (7, 28, 45 jours, 3, 6 et 12 mois) à 20°C.

On remarque premièrement que la position de la première réflexion de la smectite S(001) apparaît, sur les diffractogrammes des échantillons traités, décalée vers les petits angles 2θ ; la distance basale d_{001} (c'est-à-dire l'épaisseur d'un feuillet) de la smectite calcique, de l'ordre de 1,25 nm (présence d'une couche d'eau dans l'espace inter-foliaire), est supérieure à celle de la smectite sodique de l'Impersol non traité (1,15nm). Ceci est lié à la

taille du groupement formé par le cation interlamellaire et les molécules d'eau qui lui sont liées dans l'espace interfoliaire des smectites. On observe l'apparition de nouvelles réflexions à $2\theta = 11,6^\circ$ et $23,6^\circ$ (0,76 nm et 0,367 nm) sur tous les diffractogrammes des échantillons traités de 7 jours à 1 an. Les intensités de ces réflexions augmentent avec le temps de maturation progressivement de 7 jours jusqu'à 6 mois puis légèrement au-delà de 6 mois. Deux autres réflexions apparaissent avec des intensités faibles à $2\theta = 31,3^\circ$ et $55,3^\circ$ (0,286 nm et 0,166 nm) pour des temps de maturation supérieurs à 45 jours ; elles restent pratiquement constantes pour 3, 6 et 12 mois. Ces quatre réflexions correspondent à une nouvelle phase : un Hydrate d'Aluminate de Calcium (CAH) de la forme $\text{Ca}_3\text{Al}_2\text{O}_6 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ (02-0083, J.C.P.D.S). Ce nouveau corps est formé par la réaction pouzzolanique entre la chaux et les minéraux argileux. Les résultats de la DRX démontrent que la réaction pouzzolanique commence déjà à court terme, pendant les sept premiers jours, avec ce pourcentage de chaux et continue progressivement sur une longue période (6 mois) avec cette température de maturation. La quantité d'hydrate formé augmente avec le temps de maturation jusqu'à 6 mois (augmentation de l'intensité des pics de CAH).

La chaux apportée pour le traitement permet deux réactions : 1) l'échange cationique : passage d'une smectite sodique à une smectite calcique ; c'est une réaction d'échange $\text{Na}^+/\text{Ca}^{2+}$, très rapide, réalisée au cours de l'opération de mixage chaux–argile qui dure environ 1,5h ; 2) la réaction pouzzolanique : formation d'hydrate calcique, réaction très lente. Il reste environ 15% de chaux, après 1,5h de maturation, disponible pour la réaction pouzzolanique.

L'augmentation légère de l'intensité de ces réflexions avec le temps au-delà de 6 mois pourrait être due :

- soit à la consommation de la totalité du calcium apporté par les 20% de chaux (fin de la réaction produisant le CAH).
- soit à l'existence d'autres réactions concurrentes développées simultanément qui participent à la consommation de chaux disponible et en conséquence limite la première réaction produisant le CAH.

Sur les diffractogrammes des échantillons d'Impersol traités pour une durée de maturation supérieure ou égale à 90 jours, on observe un élargissement relativement faible (un épaulement) du pic principal de la calcite à $2\theta = 29,45^\circ$ (0,3035nm). Cet élargissement peut

correspondre au pic d'un nouvel hydrate formé par la réaction pouzzolanique. L'analyse des diffractogrammes des échantillons traités à 50°C (paragraphe 3.2.1—chapitre 3) montre que cet épaulement est l'une des réflexions ($d = 0,309$ nm) d'un Hydrate de Silicate et Aluminate de Calcium (CSAH de la forme $\text{Ca}_3\text{Al}_2\text{SiO}_4(\text{OH})_8$ (38-0368 et 32-0151, JCPDS).

Les réflexions de la chaux (chaux n'ayant pas réagi, dite chaux libre) sont également présentes sur les diffractogrammes des échantillons traités après 7, 28 et 45 jours. Les intensités des pics caractéristiques de la chaux diminuent avec le temps de maturation et disparaissent après 45 jours. Cette décroissance de l'intensité est due à la consommation progressive de la chaux ajoutée par la réaction pouzzolanique. Cette consommation de la chaux se traduit par la lente formation d'un hydrate CAH. L'absence des réflexions de la chaux à 90 jours confirme la consommation complète des 20% de chaux observée par analyse chimique (paragraphe 2.3.1).

Les diffractogrammes montrent également une diminution de l'intensité des réflexions caractéristiques des feuillets argileux [S-K (02,11), (20,13) et (33,06)] après une longue période de maturation (≥ 90 jours), ce qui implique un début de destruction des feuillets argileux.

On observe sur ces diffractogrammes une faible augmentation de l'intensité des pics de la calcite, résultant d'un apport de calcite (impureté de la chaux ajoutée) et éventuellement d'une carbonatation partielle de la chaux par le CO_2 de l'air pendant la préparation.

2.4.1.2. Impersol traité avec 10% de chaux

Les diffractogrammes de la figure 2.19 sont ceux de l'Impersol traité avec 10% de chaux après différents temps de maturation.

On observe, comme pour les échantillons traités avec 20% de chaux :

- la présence des deux réflexions principales, à $2\theta = 11,6^\circ$ et $23,6^\circ$ ($d = 0,76$ nm et $0,367$ nm) du même hydrate calcique (CAH) à partir de 7 jours de maturation. La quantité de CAH formé croît avec le temps jusqu'à 45 jours puis reste approximativement constante au-delà de cette période. La quantité de CAH reste très inférieure à la quantité produite avec 20% de chaux; ce qui est attribuable à la forte diminution du calcium disponible pour la formation du CAH, après l'échange cationique (5% disponible pour l'addition de 10% de chaux et 15% pour l'addition de 20%).

- un élargissement du pic principal de la calcite sur les diffractogrammes des échantillons ayant une durée de maturation importante (≥ 28 jours). Cet épaulement est attribué à un autre

hydrate calcique formé par la réaction pouzzolanique après une grande durée de maturation (CSAH).

- la disparition plus rapide des réflexions caractéristiques de la chaux (après 28 jours). Les 10% de chaux sont consommées pendant le premier mois de maturation.
- une diminution de l'intensité des réflexions caractéristiques des feuillets argileux, ce qui implique une destruction partielle des feuillets argileux.
- une faible augmentation de l'intensité des réflexions de la calcite, soit un très léger apport de calcite par le traitement

2.4.1.3. Impersol traité avec 8% de chaux

Les diffractogrammes de la figure 2.20 sont ceux de l'Impersol traité avec 8% de chaux après différents temps de maturation.

On observe, comme pour les échantillons traités avec 20% et 10% de chaux :

- la présence des réflexions principales, à $2\theta = 11,6^\circ$ et $23,6^\circ$, du même hydrate calcique (CAH) à partir des 28 premiers jours de maturation, alors que la première réflexion est la seule présente après 7 jours. La quantité de CAH formé croît avec le temps jusqu'à environ 90 jours puis reste constante. La quantité de CAH formé est très inférieure à la quantité produite avec 20% de chaux; ce qui est attribuable à la faible quantité de calcium disponible pour la formation du CAH (3% / 15%).
- un élargissement du pic de la calcite sur les diffractogrammes des échantillons ayant une durée de maturation importante (≥ 90 jours), attribuable à un hydrate calcique CSAH.
- la disparition très rapide des réflexions caractéristiques de la chaux (après 7 jours). La totalité des 8% de chaux ajoutée est consommée dans la première semaine de maturation.
- une diminution très faible de l'intensité des réflexions caractéristiques des feuillets argileux.
- une faible augmentation de l'intensité des réflexions de la calcite.

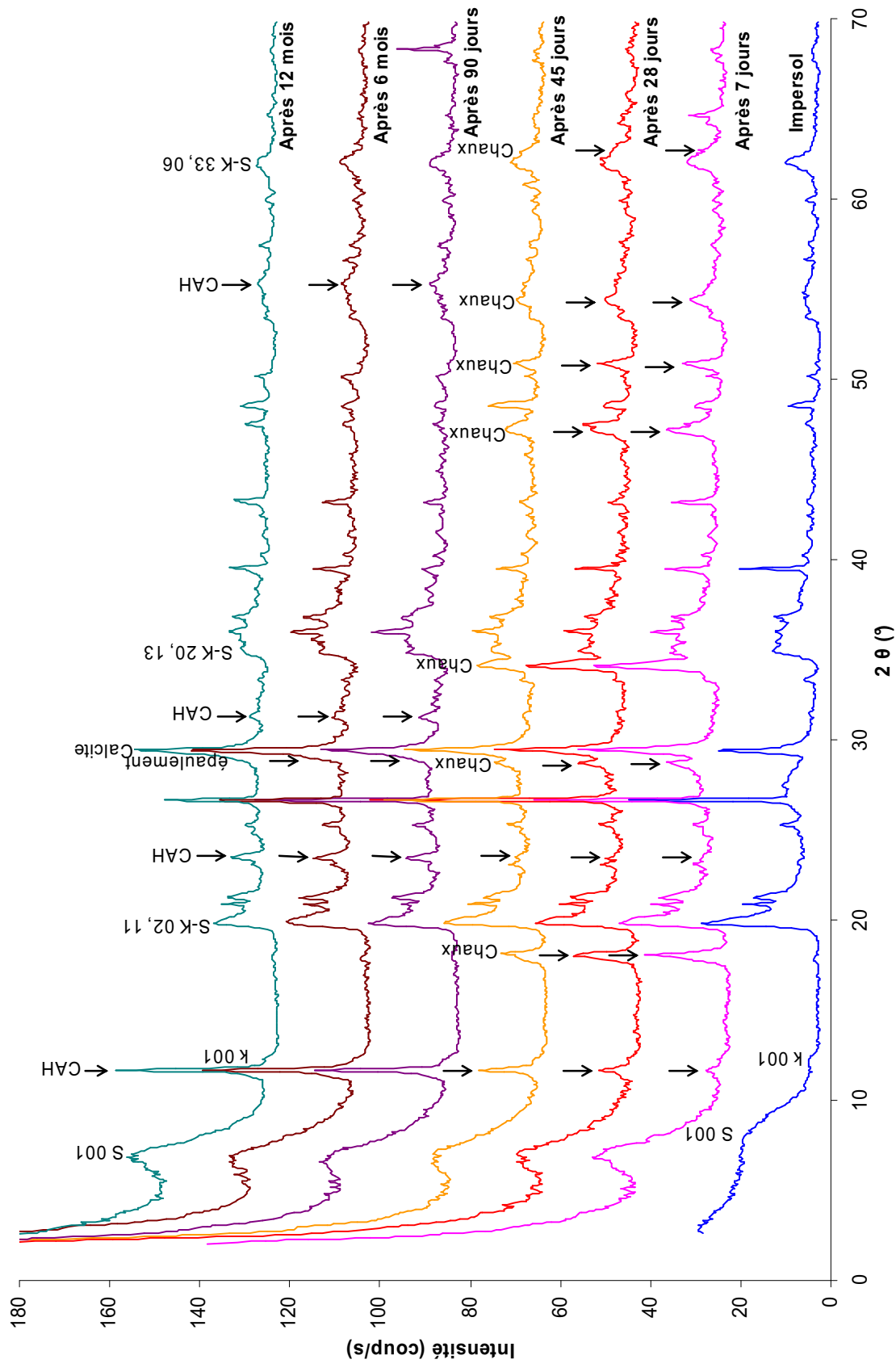


Figure 2.18 : Diffractogrammes des rayons X de l'Impersol non traité et traité avec 20% de chaux après 7, 28, 45, 90 jours, 6 et 12 mois de maturation à 20°C

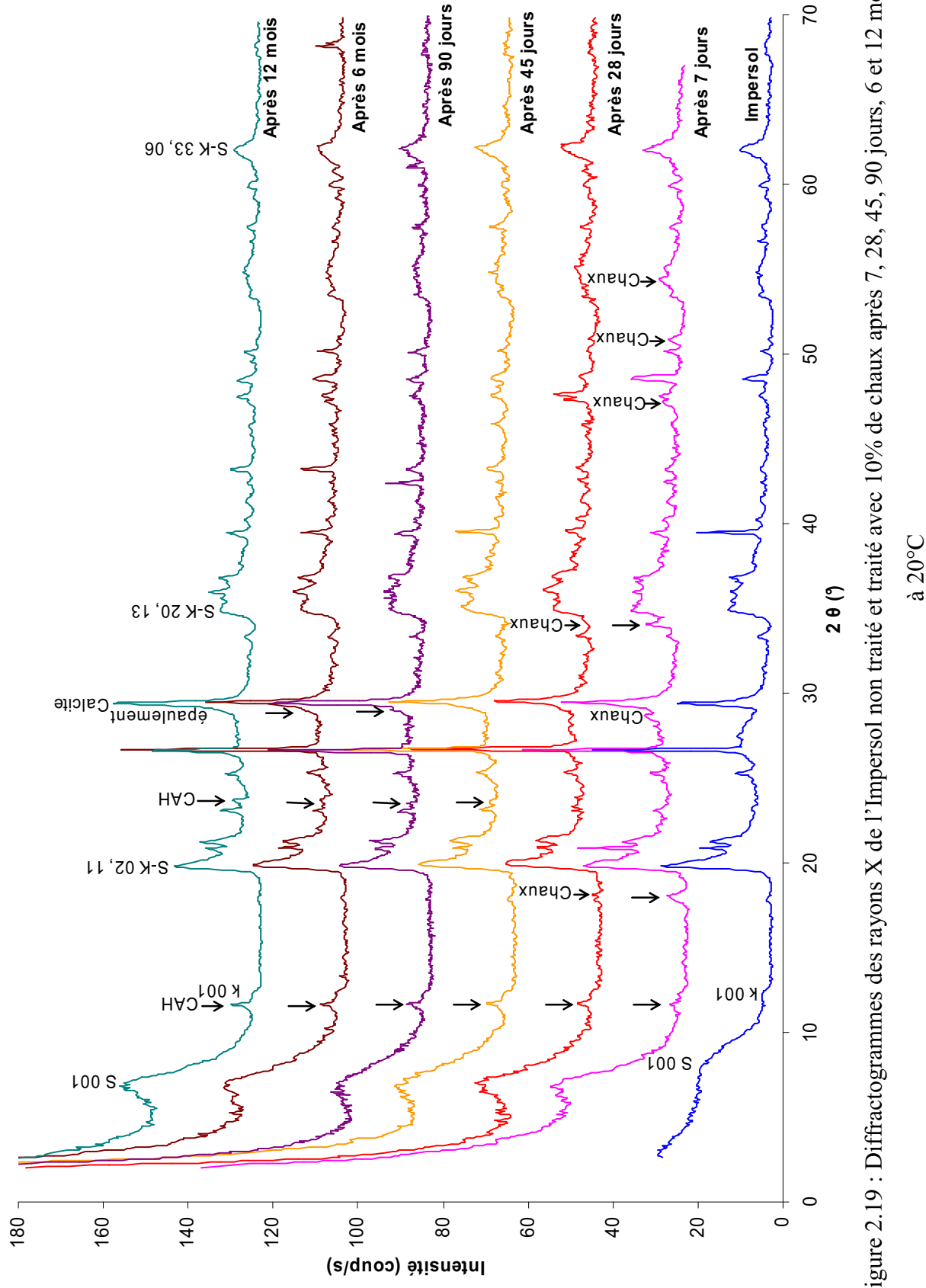


Figure 2.19 : Diffractogrammes des rayons X de l'Impersol non traité et traité avec 10% de chaux après 7, 28, 45, 90 jours, 6 et 12 mois de maturation à 20°C

2.4.1.4. Impersol traité avec 6% de chaux

Les diffractogrammes de la figure 2.21 sont ceux de l'Impersol traité avec 6% de chaux. On n'observe pas les réflexions de la chaux, ni aucune nouvelle réflexion (CAH ou ...). Les conditions du milieu ($\text{pH} = 12,4$ et présence de Ca^{2+}) pourraient à priori induire la réaction pouzzolanique mais une faible quantité d'hydrate formé serait difficilement détectable par DRX.

2.4.1.5. Impersol traité avec 2 et 4 % de chaux

Les diffractogrammes de la figure 2.22 sont ceux de l'Impersol traité avec 2% et 4% de chaux. On n'observe pas, comme pour les échantillons traités avec 6% de chaux, les réflexions de la chaux, ni aucune nouvelle réflexion (CAH ou CSAH). Ces quantités réduites en chaux sont consommées entièrement par l'échange cationique. Les conditions du milieu ($\text{pH} = 12,4$ et présence de Ca^{2+}) - si les cations interlamellaires étaient disponibles - pourraient à priori induire la réaction pouzzolanique, mais la production d'une très faible quantité d'hydrate serait très difficilement détectable par DRX.

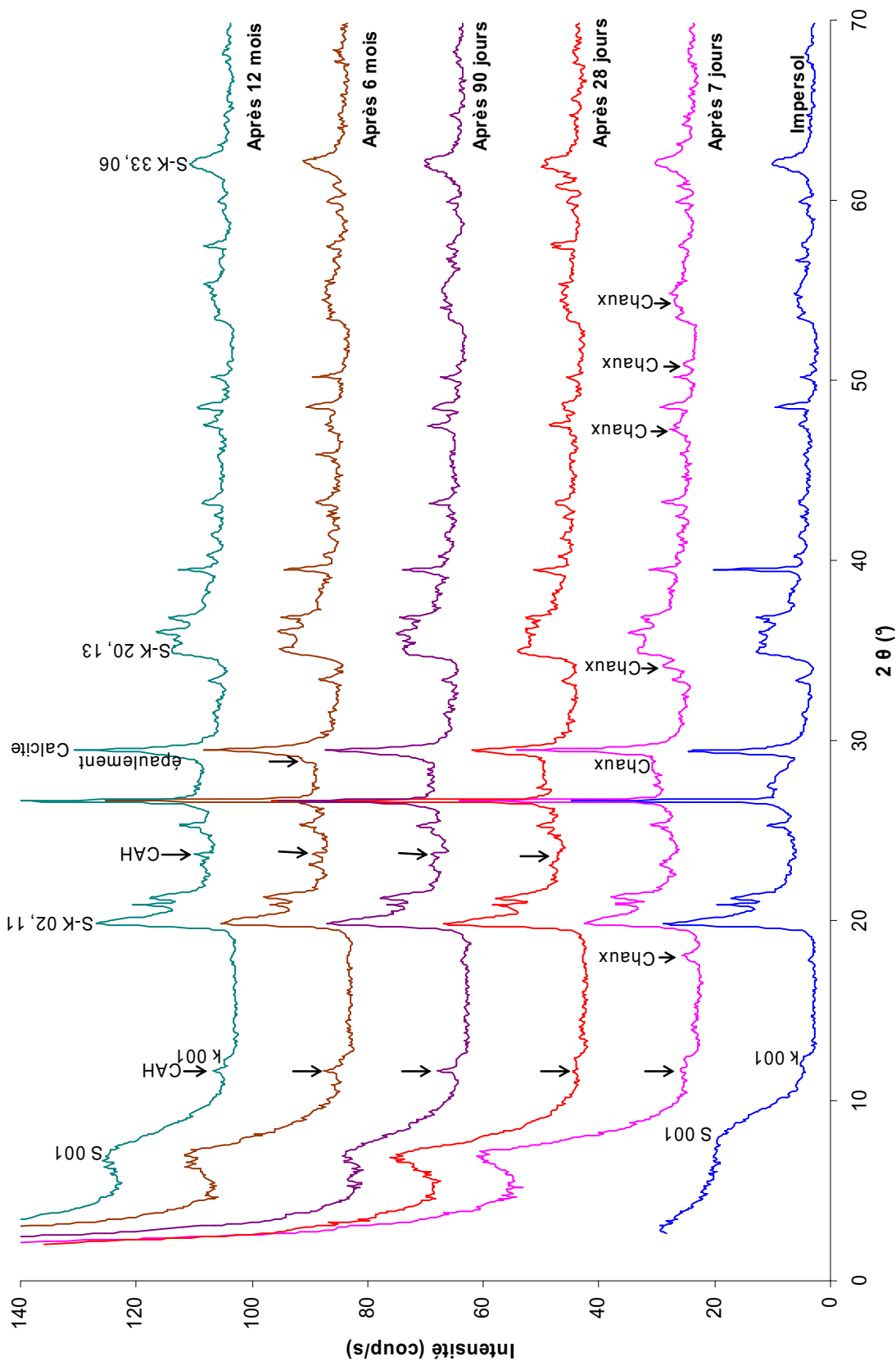


Figure 2.20 : Diffractogrammes des rayons X de l'Impersol non traité et traité avec 8% de chaux après 7, 28 jours, 3, 6 et 12 mois de maturation à 20°C

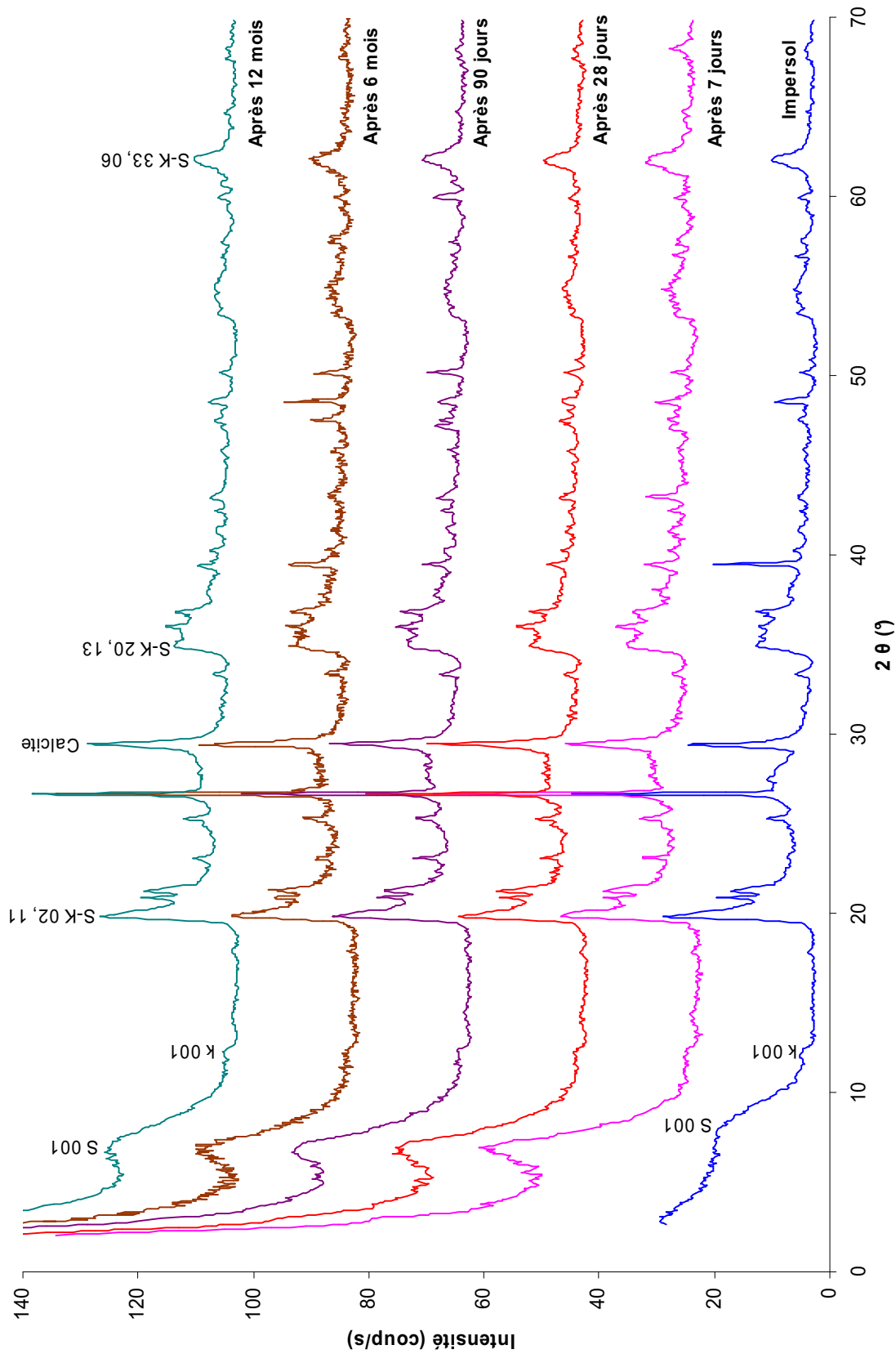


Figure 2.21 : Diffractogrammes des rayons X des échantillons de l'Impersol non traité et traité avec 6% de chaux après 7, 28, 90 jours, 6 et 12 mois de maturation à 20°C

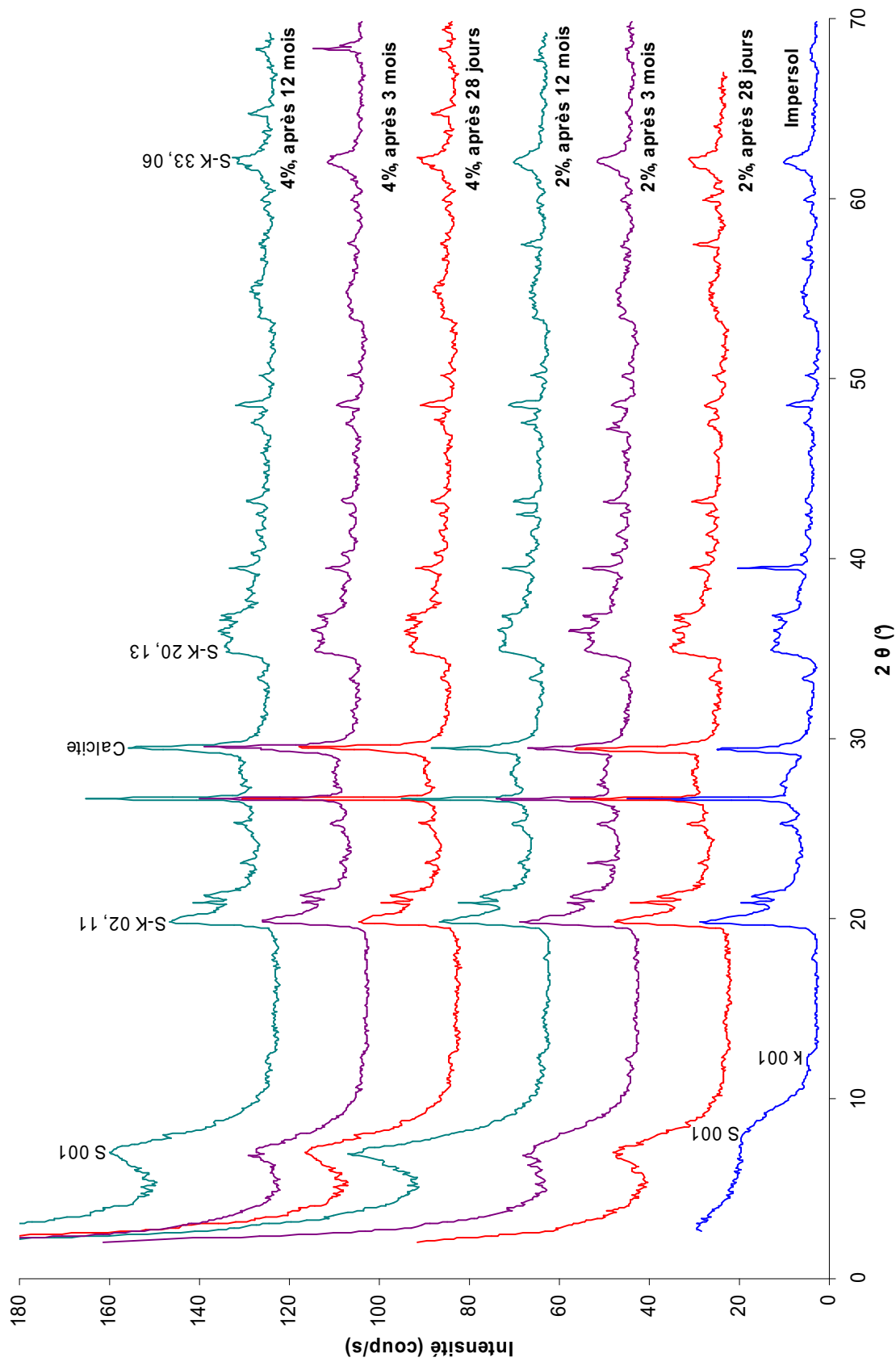


Figure 2.22 : Diffractogrammes des rayons X des échantillons de l'Impersol non traité et traité avec 2 et 4% de chaux après 28, 3 et 12 mois de maturation à 20°C

2.4.1.6. Analyse et discussion

L'analyse de l'ensemble des diffractogrammes des échantillons traités permet de suivre : la formation de l'hydrate calcique (CAH), la destruction des feuillets des argiles et la consommation de la chaux en fonction des pourcentages de chaux ajoutée et de la durée de maturation.

A) Evolution de la formation de CAH avec la durée de maturation (pour différents pourcentages de chaux ajoutée)

Pour étudier l'évolution de la formation du CAH avec le temps, et par conséquent la réactivité pouzzolanique, on utilise l'intensité de la 1ère réflexion du CAH (réflexion la plus intense présente sur tous les diffractogrammes). L'intensité sera considérée comme proportionnelle à la quantité du CAH formé. L'évolution de l'intensité de la réflexion du CAH à $2\theta = 11,6^\circ$ ($d = 0,76\text{nm}$) avec le temps, pour les différents pourcentages de la chaux ajoutés (6–20%) est présentée sur la figure 2.23.

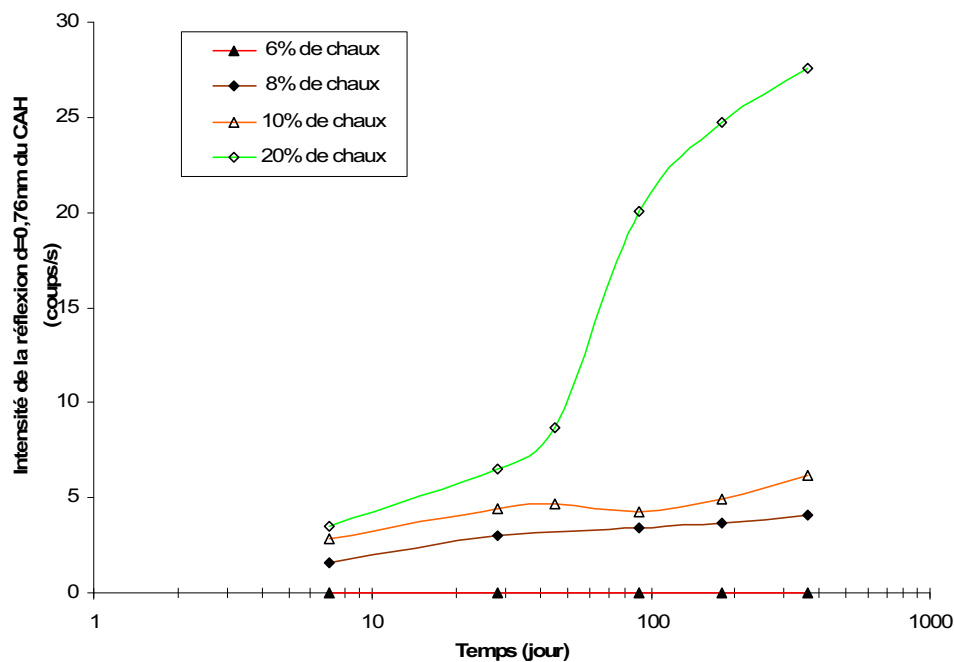


Figure 2.23 : Evolution de l'intensité de la réflexion du CAH ($d = 0,76\text{nm}$) avec le temps de maturation et la quantité de la chaux ajoutée à 20°C

Les résultats indiquent que l'intensité et par conséquent la quantité du CAH augmente progressivement avec le temps de maturation; notamment dans l'échantillon traité avec 20% de chaux, elle continue à augmenter à long terme (jusqu'à 1 an). Ces résultats montrent que la

quantité produite de CAH croît avec le dosage en chaux. Entre 7 et 28 jours, la vitesse de la réaction pouzzolanique, représentée par la variation de l'intensité du CAH par jour, est 1,5 et 6 fois plus rapide lorsque la quantité de chaux ajoutée augmente de 8% à 10% et 20%, respectivement.

B) Evolution de la destruction des feuillets argileux avec la durée de maturation (addition de 20% de chaux)

Pour étudier l'effet de l'attaque de la chaux sur les particules argileuses, on a étudié l'évolution (la diminution) avec le temps de l'intensité des deux réflexions $\{h,k\}$ des échantillons traités S-K (02,11) et (06,33), à $2\theta = 19,85^\circ$ et $62,05^\circ$. Les réflexions $\{h,k\}$ de tous les phyllosilicates (smectite, kaolinite, ...) sont pratiquement aux mêmes positions, leurs feuillets ayant des paramètres (a, b) très proches. Les réflexions $\{h,k\}$ de deux argiles (comme la smectite et la kaolinite) ne sont pas séparables, on ne peut donc pas évaluer la diminution due à une argile. Pour cette étude, on a sélectionné les échantillons traités avec 20% de chaux; parce que l'attaque de la chaux est plus importante et appréciable avec une grande quantité de chaux. L'évolution de l'intensité des réflexions $\{h,k\}$ donne une indication relative sur la cinétique de destruction des feuillets argileux ; étape nécessaire de la réaction pouzzolanique pour former des hydrates calciques en supposant que la réaction pouzzolanique s'effectue par 1) l'ouverture des feuillets argileux par une attaque basique par les hydroxyles de la chaux, 2) la formation d'hydrates calciques – liaison des anions : tétraèdres $(SiO_4)^{4-}$ ou des octaèdres $[Al(O,OH)_6]^{3-}$ par les cations Ca^{2+} .

La figure 2.24 donne l'évolution de l'intensité des deux réflexions avec la durée de maturation.

On observe sur la figure une diminution progressive de l'intensité des deux réflexions avec le temps qui continue même après 6 mois. Cette diminution reste importante à long terme parce que cette réaction évolue lentement à $20^\circ C$ et ainsi la consommation des minéraux argileux augmente graduellement dans le temps.

C) Evolution de la consommation en chaux avec la durée de maturation (6, 8, 10 & 20%)

L'analyse par la diffraction des rayons X des échantillons traités montre que la chaux est présente seulement au début de la réaction (après 7 jours pour le 1er temps d'évaluation) et pour des pourcentages de chaux supérieurs à 6%. Cependant, pour un dosage de 6%, la DRX montre la présence d'une faible quantité de chaux après 1 jour (Figure 2.13 et 2.14—paragraphe 2.2.4).

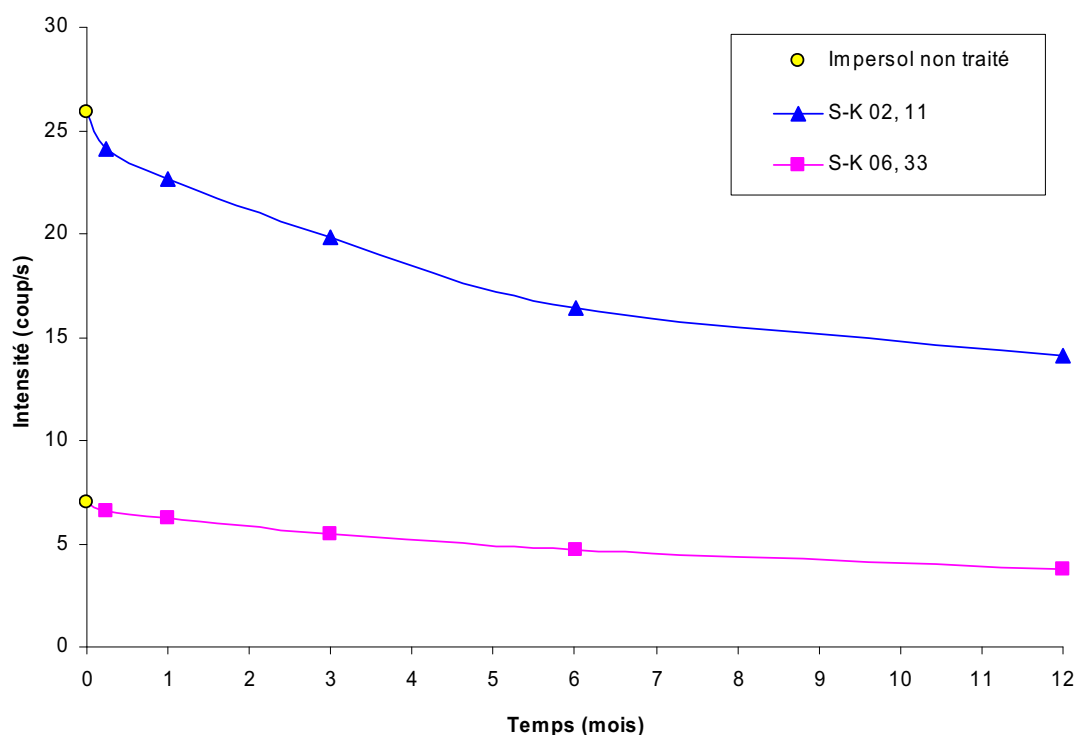


Figure 2.24 : Evolution de l'intensité des réflexions S-K (02,11) et S-K (06,33) des argiles de l'Impersol traité avec 20% de la chaux

La figure 2.25 illustre l'évolution de l'intensité du pic principal de la chaux à $2\theta = 34,15^\circ$ avec le temps de maturation pour les pourcentages de chaux de 8% à 20%. Les intensités à $t = 0$ pour toutes les proportions de chaux correspondent aux intensités du pic principal de la chaux d'un mélange formé par : $x\%$ chaux + $(1-x\%)$ Impersol, mélange supposé sans interaction en absence d'eau. L'intensité du mélange à $x = 10\%$ est mesurée; les intensités pour $x = 8\%$ et 20% sont calculées en les estimant proportionnelles à la concentration x .

On constate sur la figure 2.25 que, pour les trois pourcentages de chaux ajoutée, la diminution de l'intensité du pic de la chaux et en conséquence la consommation en chaux, est :

- avant 7 jours, très rapide. La chaux est consommée très rapidement par échange cationique (consommation d'environ 5% de chaux).
- après 7 jours, lente. La vitesse de diminution de l'intensité est pratiquement constante jusqu'à la disparition de la chaux et elle est du même ordre de grandeur pour les trois dosages.

La chaux consommée est utilisée pour former des hydrates calciques par réaction pouzzolanique. Cette cinétique constante de diminution de l'intensité des réflexions de la

chaux est liée à la cinétique de la réaction pouzzolanique. Une grande quantité de chaux permet d'augmenter la quantité d'hydrates formés et accélère la cinétique. La vitesse de diminution de l'intensité est multipliée par 1,3 lorsque le dosage de la chaux augmente de 8% à 10% et par 1,6 lorsque le dosage de la chaux augmente de 10% à 20%.

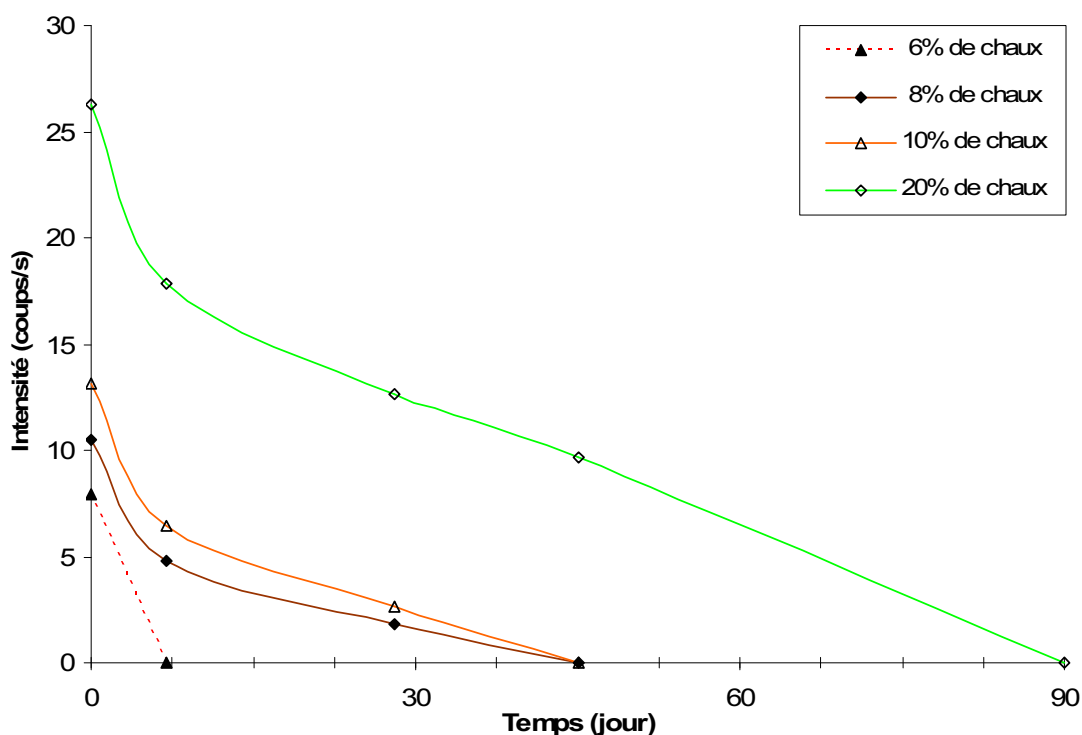


Figure 2.25 : Evolution de l'intensité du pic principal de la chaux, à $2\theta = 34,15^\circ$ avec le temps dans les échantillons traités avec 8, 10 et 20% de chaux

Le tableau 2.3 donne les proportions de chaux consommée pour ces pourcentages de chaux ajoutée (6–20%) en fonction du temps de maturation. La quantité de chaux est calculée à partir de l'intensité du pic principal de la chaux, à $2\theta = 34,15^\circ$ sur les diffractogrammes (figures 2.18, 2.19, 2.20 et 2.21) et à partir de l'intensité du pic principal de la chaux du diffractogramme du mélange à sec (supposé sans réaction) de 10% chaux + 90% Impersol. Le rapport de ces deux intensités est égal au rapport des quantités de chaux non consommée après un temps de maturation et initiale; c'est la proportion de chaux non consommée. Il convient de noter que la quantité maximale en chaux pouvant réagir avec ce sol, lorsqu'on ajoute $x\%$ de chaux, est de $0,94 x\%$ car la chaux employée contient 6% de calcite.

La comparaison de ces résultats avec les résultats de consommation en chaux donnés par l'analyse chimique montre que les quantités de chaux consommée mesurées par les deux méthodes sont très proches.

La vitesse de consommation de la chaux pour la réaction pouzzolanique est calculée dans les 7 premiers jours ; elle est de l'ordre de 0,095; 0,10 et 0,17 % de chaux / jour pour les dosages en chaux ajoutée de 8, 10 et 20%, respectivement.

Tableau 2.3 : Quantités de chaux (%) consommée avec le temps de maturation à 20°C, pour l'addition de 8, 10 et 20% de chaux

Temps (en jour)	6%	8%	10%	20%
7	5,6	4,7	5,4	7,0
28	5,6	6,7	7,5	10,7
45		7,5	9,4	12,7
90				18,8

D) Evolution de la formation de CAH avec le pourcentage de chaux ajoutée (1an de maturation)

La relation entre l'intensité de la réflexion du CAH (à $d = 0,76$ nm) mesurée sur les diffractogrammes des échantillons traités avec 6–20% de chaux après 1 année de maturation et la quantité de chaux ajoutée est illustrée sur la figure 2.26. Cette relation est pratiquement linéaire, statistiquement significative avec un coefficient de corrélation proche de 0,995. Cette relation démontre que la quantité de CAH produite par la réaction pouzzolanique est liée principalement à la quantité de chaux ajoutée. Elle confirme que le CAH est produit avec des dosages en chaux supérieurs à 6%.

E) Evolution de la destruction des feuillets argileux avec le pourcentage de chaux ajoutée

La figure 2.27 donne la relation entre la moyenne des deux réductions d'intensité, des réflexions $\{h,k\}$ de l'argile S–K (02,11) et (06,33), provoquées par le traitement après 1 an de maturation avec la proportion de chaux ajoutée (de 6% à 20%). La réduction de l'intensité est le rapport calculé entre les intensités des réflexions $\{h,k\}$ et l'intensité des mêmes réflexions du mélange chaux–Impersol. Cette intensité de référence est celle mesurée après 7 jours de maturation pour chaque pourcentage de chaux (pour cette courte durée et à 20°C, l'effet de la chaux est supposé très limité). Les réductions sur les deux réflexions sont approximativement égales pour chaque pourcentage de chaux.

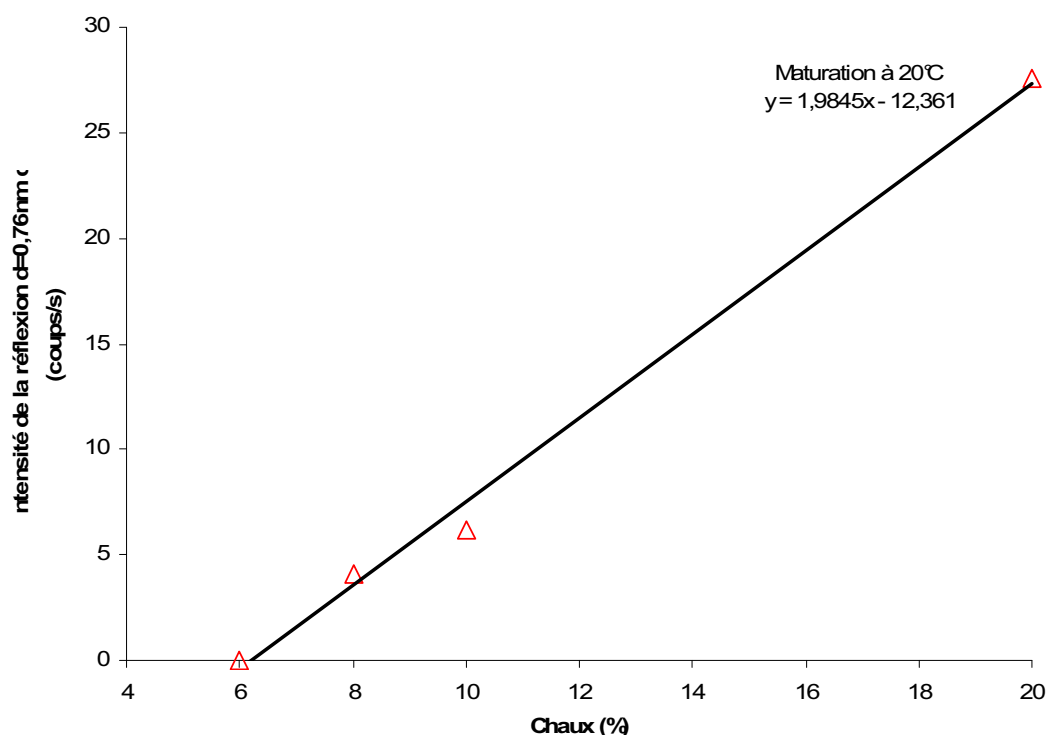


Figure 2.26 : Relation entre l'intensité de la réflexion du CAH à $d = 0,76\text{nm}$, mesurée après 1 année de maturation à 20°C et la proportion de chaux ajoutée

On constate que la réduction de l'intensité, est faible (1%) pour le faible dosage en chaux (6%) et augmente fortement notamment pour le fort dosage en chaux (20%); ceci montre que l'attaque par la chaux et par conséquent la destruction des feuillets argileux augmente avec la quantité de chaux ajoutée. Cette relation est approximativement linéaire : la destruction des feuillets argileux par la chaux est proportionnelle à la quantité de chaux disponible.

Cette courbe coupe l'axe des abscisses à 5,6% de chaux; l'addition d'une proportion de chaux inférieure à 5,6% ne doit pas affecter de façon appréciable les feuillets argileux à température ambiante. De plus, cette relation montre que l'addition d'une proportion pondérale de chaux, $\Delta c(\%)$ produit la destruction d'une proportion de feuillets $\Delta f(\%)$ plus importante ≈ 2 à $3\Delta c(\%)$. Les résultats montrent que la réaction pouzzolanique majeure à 20°C entre l'Impersol et la chaux produit un hydrate d'aluminate calcique (CAH).

La comparaison des résultats en fonction de l'addition de chaux montre que la destruction des feuillets argileux et la formation de l'hydrate calcique (deux produits de la réaction pouzzolanique) ont la même évolution linéaire; les effets sont d'autant plus importants que la quantité de chaux ajoutée est grande.

La comparaison des résultats en fonction du temps de réaction (maturation ou mûrissement) montre que la consommation de chaux est rapidement totale en deux étapes (échange cationique rapide et réaction pouzzolanique lente); que la destruction des feuillets argileux et la formation de l'hydrate calcique (CAH) progresse lentement, la vitesse de ces processus augmentant avec la quantité de chaux.

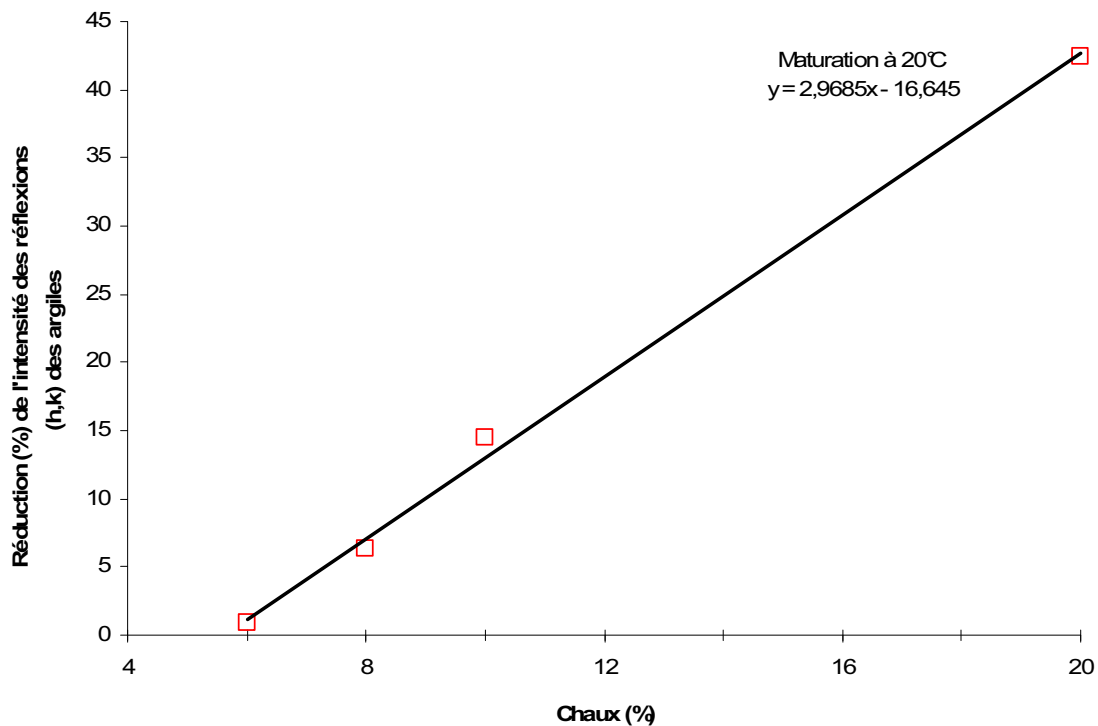


Figure 2.27 : Evolution de la réduction de l'Intensité des réflexions {h,k} des minéraux argileux après 1 an de maturation à 20°C, avec le dosage en chaux ajoutée

2.4.1.7. Bilan des résultats obtenus par DRX

• Réaction pouzzolanique pour l'Impersols traités à 20°C

La figure 2.28 présente tous les diffractogrammes des échantillons d'Impersol traité après 1 an de maturation (cette durée assure le développement complet de la réaction pouzzolanique).

La réaction pouzzolanique entre la chaux et les minéraux argileux composant l'Impersol évolue graduellement avec le temps et produit un Hydrate d'Aluminate Calcique (CAH). Cet hydrate est cristallisé (quatre réflexions observables) et il apparaît avec les dosages en chaux ajoutée supérieurs à 6%. La formation de ce nouveau corps est relativement

rapide, il commence à se former dans les 7 premiers jours. Cependant, une autre réaction concurrente, simultanée avec la première réaction se développe après une plus longue durée. Cette réaction induit la formation d'un Hydrate de Silico-Aluminate Calcique (CSAH) qui apparaît beaucoup plus clairement lorsque la température de maturation est plus élevée - 50°C (paragraphe : 3.2.1–chapitre 3).

L'activité pouzzolanique à 20°C (consommation de chaux et formation d'hydrates calciques de la forme CAH ou CSAH) croît progressivement avec le temps, elle est fonction croissante de la quantité de chaux ajoutée qui augmente : 1) la quantité en chaux disponible pour la réaction pouzzolanique, 2) la surface d'interaction entre la chaux et les particules argileuses. En conséquence, la quantité d'hydrates formés, la chaux consommée et la destruction des feuillets argileux augmentent avec le pourcentage de chaux ajoutée et le temps de mûrissement. Pour les faibles dosages en chaux (2–6%), il est probable que le développement de la réaction pouzzolanique soit limité et produise des hydrates en quantité assez réduite ; néanmoins, le milieu est saturé en chaux à partir de 4% et le pH basique du milieu favorise l'attaque par la chaux des feuillets argileux.

Un fort dosage de chaux permet d'augmenter l'activité de la réaction pouzzolanique: augmentation de la surface d'interaction entre la chaux et les minéraux argileux ; accroissement de la vitesse de formation et des quantités d'hydrates produits. Les résultats de la DRX indiquent que l'effet d'un fort dosage de la chaux est appréciable dès les premiers jours. La première réflexion de CAH est présente sur les diffractogrammes des échantillons traités ; son intensité augmente avec la chaux de 8% à 20% après 7 jours.

Ces nouvelles phases (CAH et CSAH) sont probablement responsables des améliorations des propriétés de l'Impersol traité notamment des propriétés mécaniques. Les échantillons traités par des quantités élevées en chaux montrent une augmentation significative de la rigidité.

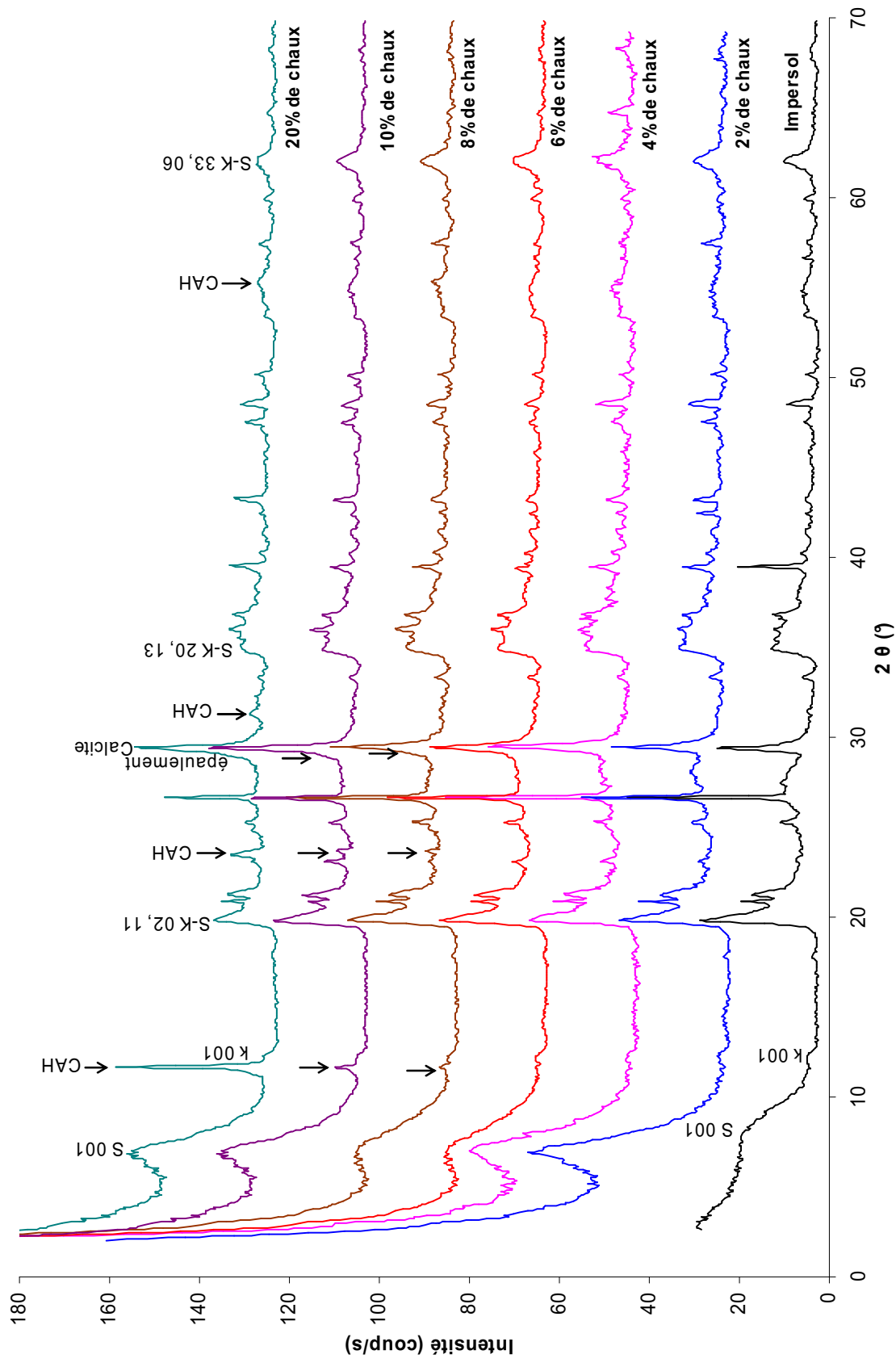


Figure 2.28 : Diffractogrammes des rayons X des échantillons d'Impersol non traité et traité après 1 an de maturation à 20°C, avec différents pourcentages de chaux ajoutée

2.4.2. Suivi des changements minéralogiques par analyse thermogravimétrique (ATG)

Pour tous les échantillons d'Impersol traités avec x% de chaux et pour tous les différents temps de maturation sélectionnés, on présentera les courbes thermogravimétriques TG(T) obtenues et leurs dérivées DTG(T). La perte de masse relative est définie par $TG(T) = [M(T) - M(T_0)] / M(T_0)$ avec $T_0 = 105^\circ\text{C}$. Sur la courbe TG, on peut estimer les pertes de masses liées à la décomposition des différents composants du sol. La courbe DTG (dérivée de la courbe TG) facilite l'interprétation de la courbe TG ; elle permet d'observer plus facilement les différentes transformations et décompositions des constituants du sol et permet de déterminer l'intervalle de température $[T_i, T_f]$ dans lequel se produit une transformation donnée. La perte de masse associée à une transformation sera estimée à partir de son intervalle de température.

Par commodité, la masse de référence a été choisie égale à la masse à 105°C . En toute rigueur, la composition minéralogique des divers échantillons (bien que très proche) n'est pas identique ce qui implique une masse de référence légèrement différente selon l'échantillon.

Nous avons fait l'hypothèse que tous les échantillons avaient une composition voisine, que les variations minéralogiques apportées par le traitement étaient faibles. On considère donc que la masse à 105°C est la même pour tous les échantillons.

La masse des résidus entre 800°C et 1000°C des divers échantillons ne contient théoriquement que les oxydes (non volatils) du mélange initial, tous les échantillons ont alors la même composition. Cette masse peut servir de référence mais son utilisation est délicate (il n'y a pas stabilisation de la masse entre 800°C et 1000°C).

Nous utiliserons $\Delta M / M_0 = \sum_i \Delta M_i / M_0 = \sum_i C_i \cdot (\Delta M_i / M_i)$ ou $TG = \sum_i C_i \cdot TG_i$

Pour tous les échantillons d'Impersol traités, on présentera les courbes thermogravimétriques TG(T) obtenues et leurs dérivées DTG(T), avec des courbes correspondantes aux trois échantillons théoriques constitués :

- de $(1-x)\%$ d'Impersol non traité et x% d'un composant inerte thermiquement (échantillon I).
- de x% de chaux et $(1-x)\%$ d'un composant inerte thermiquement (échantillon C).
- d'un mélange sans interaction de $(1-x)\%$ d'Impersol et x % de chaux (échantillon I+C).

Ces courbes facilitent la comparaison des pertes de masse relatives d'échantillons ayant, avant traitement, la même proportion d'Impersol.

Les pertes de masse relatives des trois échantillons théoriques sont exprimées comme suit :

- TG (échantillon I) = $(1-x)\%$ TG(T) de l'Impersol (TG expérimentale pour 100% d'Impersol)
- TG (échantillon C) = $x\%$ TG(T) de chaux (TG expérimentale pour 100% de chaux)
- TG (échantillon I+C) = $(1-x)\%$ TG(T) de l'Impersol + $x\%$ TG(T)

On détermine la différence de perte de masse relative $\Delta TG(T)$ avec la différence entre la perte de masse relative TG(T) d'un échantillon traité avec $x\%$ de chaux et la perte de masse relative TG(T) théorique de l'échantillon (I), c'est-à-dire $(1-x)\%$ de la perte de masse relative de l'Impersol. $\Delta TG(T)$ permet par exemple de quantifier la perte de masse associée aux hydrates formés.

2.4.2.1. Impersol traité avec 20% de chaux

2.4.2.1.1 Interprétation des courbes thermogravimétriques (TG et DTG) des échantillons traités

Les figures 2.29–a et 2.29–b présentent, pour $T \geq 105^\circ\text{C}$, les courbes TG(T) de pertes de masse relatives (figure 2.29–a) et leurs dérivées DTG(T) (figure 2.29–b) : les échantillons d'Impersol traités avec 20% de chaux et analysés après 1, 3, 6 et 12 mois de maturation à 20°C et les trois échantillons théoriques (I, C et I+C) correspondants à 20% de chaux.

- **Impersol non traité**

On observe sur la courbe DTG du sol non traité (courbe I en vert de la figure 2.29–b) : trois pics et deux bandes. La première bande très large entre 100°C et 400°C correspond à un départ continu d'eau liée aux cations interlamellaires ou d'eau piégée dans l'espace interlamellaire des smectites. Le premier pic situé entre 260°C et 320°C , correspond à la déshydratation de la goethite (transformation de la goethite en hématite). Le pic entre 350°C et 520°C et la bande de 500°C à 650°C sont dus à la déshydroxylation des minéraux argileux (départ de l'eau structurale de la kaolinite pour le pic et de la smectite pour la bande). Le dernier pic situé entre 630°C et 730°C est lié à la décarbonatation de la calcite (paragraphe 1.1.1.1 – chapitre 1).

- **Impersol traité**

Les courbes TG des échantillons traités et les courbes des échantillons théoriques ne sont pas superposées ; ceci montre qu'il y a interaction entre la chaux et les argiles de l'Impersol. Ces interactions entraînent des modifications de la composition minéralogique des échantillons traités. Sur les courbes DTG des échantillons, on peut identifier ces modifications. Ce sont :

- a) Apparition d'une première perte de masse entre 105°C et 260°C

Sur les courbes DTG des échantillons traités de 3 à 12 mois, on observe l'apparition de deux petits pics endothermiques entre 105°C et 260°C. La perte de masse due à ces pics, et en conséquence la perte de masse cumulative, courbe TG(T), augmente avec le temps de maturation de 3 à 6 mois et reste presque constante entre 6 et 12 mois. Ces pics sont attribuables 1) à la déshydratation de l'une des nouvelles phases ; deux hydrates de calcium (CAH et CSAH) formés par la réaction pouzzolanique sont détectés par la DRX, 2) éventuellement à un départ supplémentaire d'eau liée aux feuillets attaqués ou d'eau piégée entre 2 feuillets à la suite du traitement.

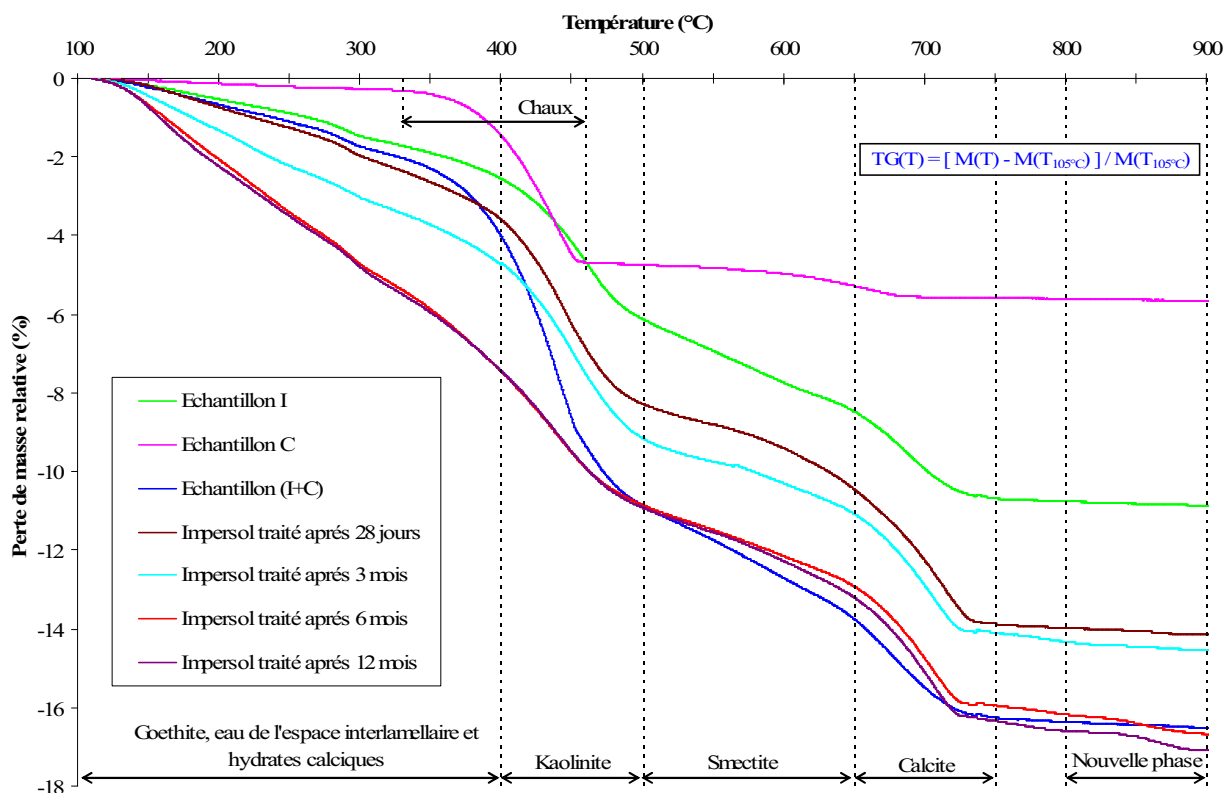


Figure 2.29-a : Courbes TG(T) : échantillons d'Impersol traités avec 20% de chaux et analysés après 1, 3, 6 et 12 mois de maturation à 20°C et les trois échantillons théoriques (I, C et I+C) correspondants à 20% de chaux

L'augmentation de la perte de masse en fonction du temps de maturation est attribuable à l'augmentation des quantités d'hydrates formés ou/et d'eau liée ou piégée des argiles attaquées ou cimentées par le traitement. Cependant, ces deux pics ne sont pas présents sur la courbe DTG de l'échantillon traité après 28 jours (courbe marron sur la figure 2.29-b) ; par contre la courbe TG de cet échantillon traité montre une légère augmentation de la perte de masse (entre 105°C et 250°C) par rapport à la perte de masse de l'échantillon non traité (la courbe TG théorique représente l'échantillon non traité - courbe I en vert - ayant la même proportion initiale d'Impersol). Ceci confirme que ces nouveaux pics sont liés à la déshydratation des nouveaux minéraux, formés lentement et progressivement au cours du temps par la réaction pouzzolanique (figures 2.31 et 2.32).

On peut mentionner que le pic lié à la déshydratation de la goethite entre 260°C et 320°C, reste stable (position et aire) pour tous les échantillons traités ou non traités. La goethite n'est donc pas affectée par le traitement.

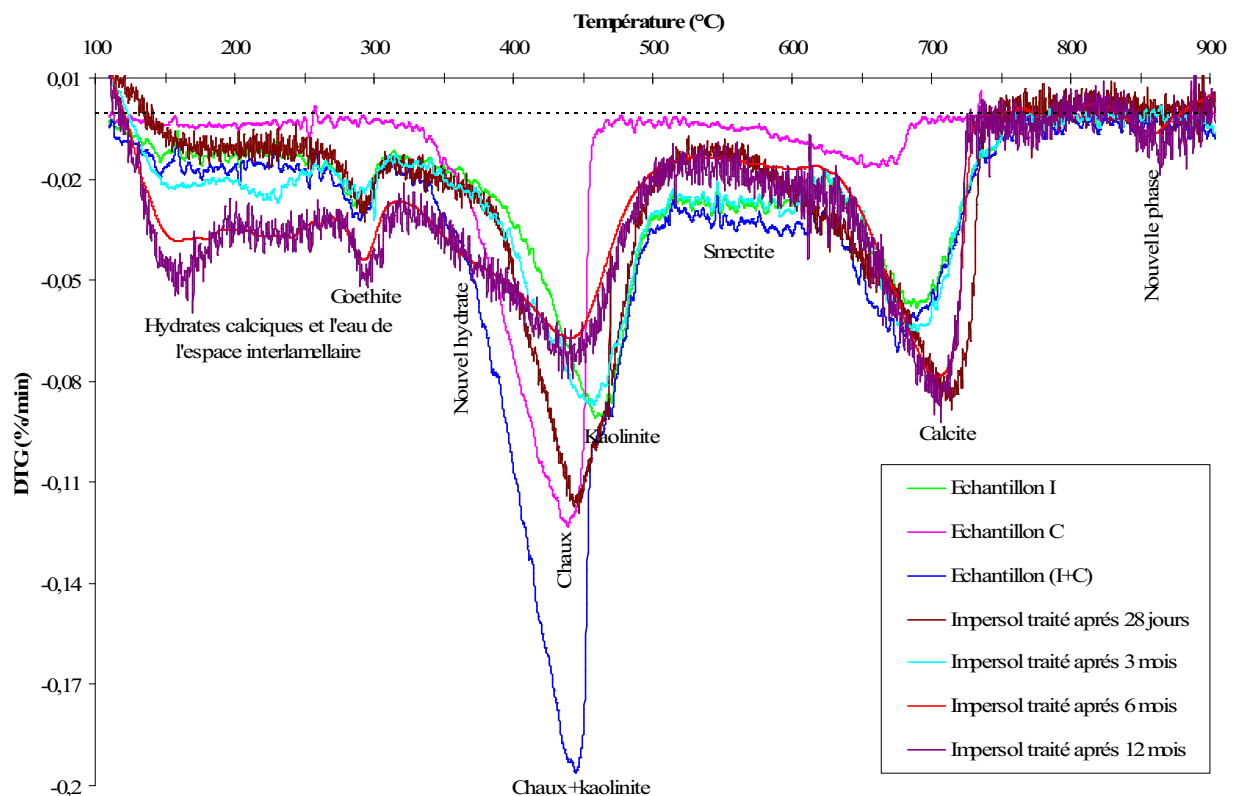


Figure 2.29-b : Courbes DTG(T) : échantillons d'Impersol traités avec 20% de chaux et analysés après 1, 3, 6 et 12 mois de maturation à 20°C; les trois échantillons théoriques (I, C et I+C) correspondants à 20% de chaux

b) Déshydratation de la chaux n'ayant pas réagi entre 330°C et 460°C

Après 28 jours de maturation, la courbe dérivée DTG(T) de l'échantillon traité (courbe en marron sur la figure 2.29–b) montre un pic entre 350°C et 500°C. Ce pic correspond à la superposition des pics de déshydratation de la chaux entre 330°C et 460°C avec le pic de déshydroxylation de la kaolinite entre 350/400°C et 500°C; comme le montrent les courbes de l'Impersol (courbe I en vert) et de la chaux (courbe C en rose).

La courbe théorique du mélange sans réaction (courbe I+C en bleu) est la somme des contributions de l'Impersol (courbe I en vert) et de la chaux (courbe C en rose). Les courbes I et I+C sont superposées dans l'intervalle de températures de 450/460°C à 500°C où la kaolinite contribue seule à la perte de masse ; il en est de même pour la courbe expérimentale (28 jours–courbe en marron) entre 450/460°C et 485/500°C. L'écart entre la courbe I+C et la courbe expérimentale entre 330°C et 450/460°C montre que la perte relative de masse dans cet intervalle de température est due à la chaux n'ayant pas réagi ; de même, l'écart entre les courbes I+C et I entre 330°C et 450/460°C est liée à la chaux ajoutée. La perte relative de masse résultante de la déshydratation de la chaux est obtenue à partir des courbes TG(T) de l'échantillon I et de l'Impersol traité après 28 jours. La différence de perte de masse entre ces 2 courbes entre 330°C et 460°C est d'environ 1,7% (figure 2.32 et tableau 2.4). Pour cette courte durée (28 jours) et à 20°C, la formation d'hydrates notamment le CSAH est très limitée (paragraphe 2.4.1.1). Cela représente la consommation d'une proportion pondérale de chaux d'environ 7%. Le pic de la chaux disparaît complètement de la courbes DTG(T) de l'échantillon traité pendant 3 mois ; ceci montre que la totalité de la chaux ajoutée est consommée dans les 3 premiers mois de maturation.

c) Apparition d'une deuxième perte de masse entre 300°C et 400/450°C

On observe, en comparant les courbes DTG des échantillons traités pendant 3, 6 et 12 mois, sur le pic de la kaolinite, l'apparition après 6 mois de traitement d'une dissymétrie importante aux faibles températures (entre 320°C et 410°C) et d'un déplacement du sommet du pic vers les basses températures (de 460°C à 430°C). Ces modifications montrent la présence d'une perte de masse, à basses températures, qui empiète sur la perte de masse de la déshydroxylation de la kaolinite. Cette dissymétrie et ce déplacement ne sont pas présents sur la courbe DTG après 3 mois de maturation, ce qui confirme que cette perte de masse supplémentaire n'est pas due à la déshydratation de la chaux. Donc, cette perte de masse peut être attribuée à la déshydratation d'un nouveau minéral produit par la réaction pouzzolanique. Ce minéral peut correspondre à l'hydrate calcique, CSAH, qui est détecté par la diffraction des

rayons X, si la durée de maturation est importante (paragraphe 2.4.1.1). De plus, cette dissymétrie du pic de kaolinite est pratiquement identique dans les deux échantillons traités après 6 et 12 mois; ceci montre que la réaction produisant cet hydrate est complète après 6 mois de maturation.

Les courbes TG des Impersol traités comme des Impersol non traités présentent une perte de masse continue et croissante jusqu'à 400/450°C. Cette perte est plus importante après le traitement, elle croît avec le temps de traitement de 28 jours à 6 mois et reste approximativement constante après 6 mois. Au-delà de 6 mois, les courbes TG et DTG des deux échantillons traités sont presque confondues, à l'exception d'une augmentation de la perte de masse du premier pic vers 160°C après 12 mois, ce qui indique qu'après 6 mois de maturation à 20°C, la composition minéralogique ne varie plus, et que la totalité des nouveaux minéraux est formée.

d) Déshydroxylation des minéraux argileux entre 350°C et 650°C

On constate (figures 2.29-a et 2.29-b) que la perte de masse due à la déshydroxylation de la kaolinite (entre 350°C et 500°C) et de la smectite (entre 500°C et 650°C) est moins importante dans les échantillons traités après 6 et 12 mois (courbes en rouge-6 mois et en mauve-12 mois) que dans la courbe théorique de ce sol non traité (courbe I en vert). Ceci est attribuable à un début de destruction des feuillets d'argile, conséquence du traitement. Toutefois, cette diminution de la perte de masse est relativement faible, et apparaît au delà de 3 mois de maturation, comme le montrent les courbes DTG de l'Impersol non traité (verte) et de l'Impersol traité pendant 3 mois (bleu clair) qui sont pratiquement confondues.

e) Décarbonatation de la calcite entre 650°C et 750°C

Sur les courbes DTG(T) des échantillons traités après un temps de maturation de 1,6 et 12 mois, on observe un déplacement vers les hautes températures du pic de décarbonatation de la calcite, et une légère augmentation de la vitesse de perte de masse. L'augmentation de la vitesse de perte de masse est éventuellement due à la carbonatation partielle de la chaux par le gaz carbonique de l'air pendant la préparation.

f) Apparition d'une troisième perte de masse entre 800°C et 900°C

On observe sur les courbes DTG et TG des échantillons traités après 6 et 12 mois la présence une autre perte de masse, très faible, constante, entre 800°C et 900°C. Cette perte de masse correspond à un pic exothermique de la courbe thermo-différentielle TD (Fig. 2.30).

Selon Diamond et Kinter (1965), ce pic exothermique correspond à la déshydratation d'un hydrate de silicate calcique CSH ayant une faible teneur en calcium. Il est donc possible que ce nouvel hydrate soit formé par la réaction pouzzolanique après 6 mois de maturation.

2.4.2.1.2 Interprétation des courbes thermo-différentielles de l'échantillon traité et non traité

La figure 2.30 présente, pour $T \geq 105^\circ\text{C}$, la courbe thermo-différentielle TD(T) de l'échantillon d'Impersol traité avec 20% de chaux après 6 mois de maturation à 20°C , et de l'échantillon théorique (I). La différence de température (ΔT) entre l'échantillon et le témoin est définie par $\Delta T = T_{\text{échantillon}} - T_{\text{témoin}}$.

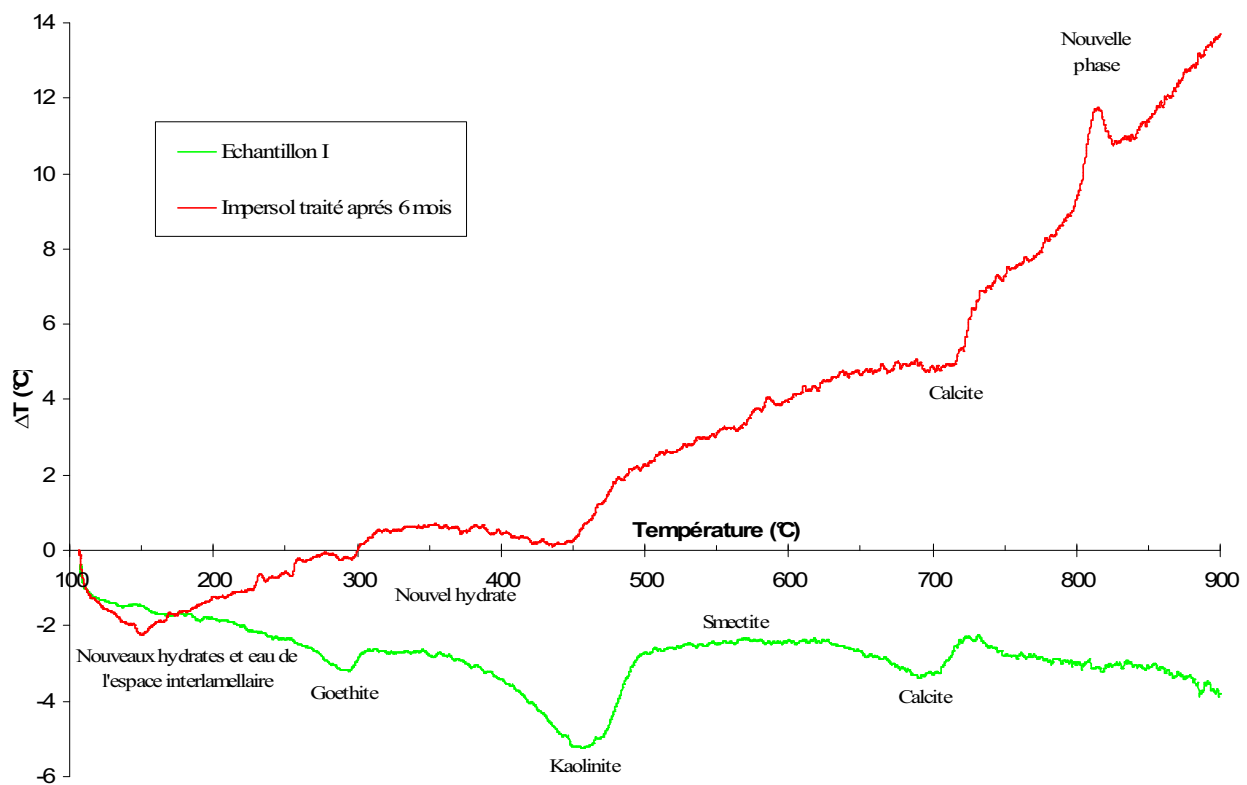


Figure 2.30 : Courbes TD(T) des pertes de chaleur d'un échantillon d'Impersol traité avec 20% de chaux et analysé après 6 mois de maturation à 20°C , et de l'échantillon théorique (I) constitué de 80% d'Impersol non traité et 20% d'un composant inerte thermiquement

- **Courbe TD de l'échantillon non traité**

Sur la courbe TD(T) de l'échantillon non traité, on observe trois pics et une bande endothermiques. Le premier pic situé entre $260/280^\circ\text{C}$ et 320°C , correspond à l'énergie

consommée pour la déshydratation de la goethite (transformation de la goethite en hématite). Le pic entre 350/400°C et 520°C et la bande de 500°C à 650°C sont dus à l'énergie consommée pour la déshydroxylation des minéraux argileux. Le dernier pic situé entre 630°C et 730°C est lié à la dissociation de la calcite qui consomme aussi de l'énergie thermique.

- **Courbe TD de l'échantillon traité**

Sur la courbe TD(T) de l'échantillon traité, on observe également la diminution de l'énergie consommée pour la déshydroxylation des minéraux argileux (kaolinite et smectite) ; ceci est également dû à la diminution de la proportion de ces minéraux dans l'échantillon traité. On remarque la présence d'un pic exothermique vers 800–850°C sur cette courbe (libération de chaleur associée à une réaction de transformation). Ce pic exothermique correspond à une perte de masse sur la courbe TG de cet échantillon (Fig. 2.29–a). Donc, ce pic, qui n'est pas présent dans l'échantillon non traité, indique une dissociation d'un nouveau corps selon une réaction exothermique.

2.4.2.1.3 Identification des hydrates : CAH et CSAH

Les résultats d'analyse thermogravimétrique montrent la présence de deux pertes de masse différentes entre 105°C et 400/450°C, qui peuvent être attribuées à la déshydratation de deux hydrates calciques CAH et CSAH. Pour identifier l'hydrate correspondant à chaque perte de masse pour l'Impersol traité avec 20% de chaux et après 1 an de maturation à 20°C, on a enregistré le spectre de diffraction X de trois échantillons : un échantillon toujours resté à 20°C; un échantillon chauffé à 150°C pendant 1 heure, et un dernier échantillon chauffé à 240°C pendant 1 heure, avant l'enregistrement du diffractogramme (Fig. 2.31). On a sélectionné ces deux températures de chauffe, car 150°C correspond au sommet et 240°C à la fin de ce premier pic (105°C – 250°C) (Fig. 2.29–b).

Sur le diffractogramme de l'échantillon traité resté à 20°C, on remarque l'apparition de trois réflexions à $2\theta = 11,6, 23,6$ et $31,3^\circ$, correspondant à l'hydrate calcique (CAH). De plus, on observe un élargissement considérable (un épaulement) du pic principal de la calcite à $2\theta = 29,45^\circ$. Cet élargissement est l'une des réflexions d'un hydrate calcique (CSAH), identifié par la DRX (paragraphe 2.4.1.1).

Sur le diffractogramme de l'échantillon traité qui a été séché à 150°C pendant 1 heure, on remarque la présence des trois réflexions de CAH et l'épaulement du pic principal de la calcite. Cependant, l'intensité des réflexions du CAH diminue, mais, le chauffage de l'échantillon à 150°C n'affecte pas l'allure de l'épaulement. Cette diminution de l'intensité

des réflexions du CAH de l'échantillon séché à 150°C et donc de la quantité d'hydrate, pourrait être une conséquence du début de la décomposition de cet hydrate.

Sur le diffractogramme de l'échantillon traité séché à 240°C, on constate la disparition des trois réflexions du CAH et le maintien de l'élargissement du pic de la calcite. L'absence des réflexions du CAH montre que cet hydrate disparaît complètement avant 240°C. La présence de la réflexion du CSAH avec la même intensité à 150°C et 240°C démontre que le CSAH existe au delà de 240°C.

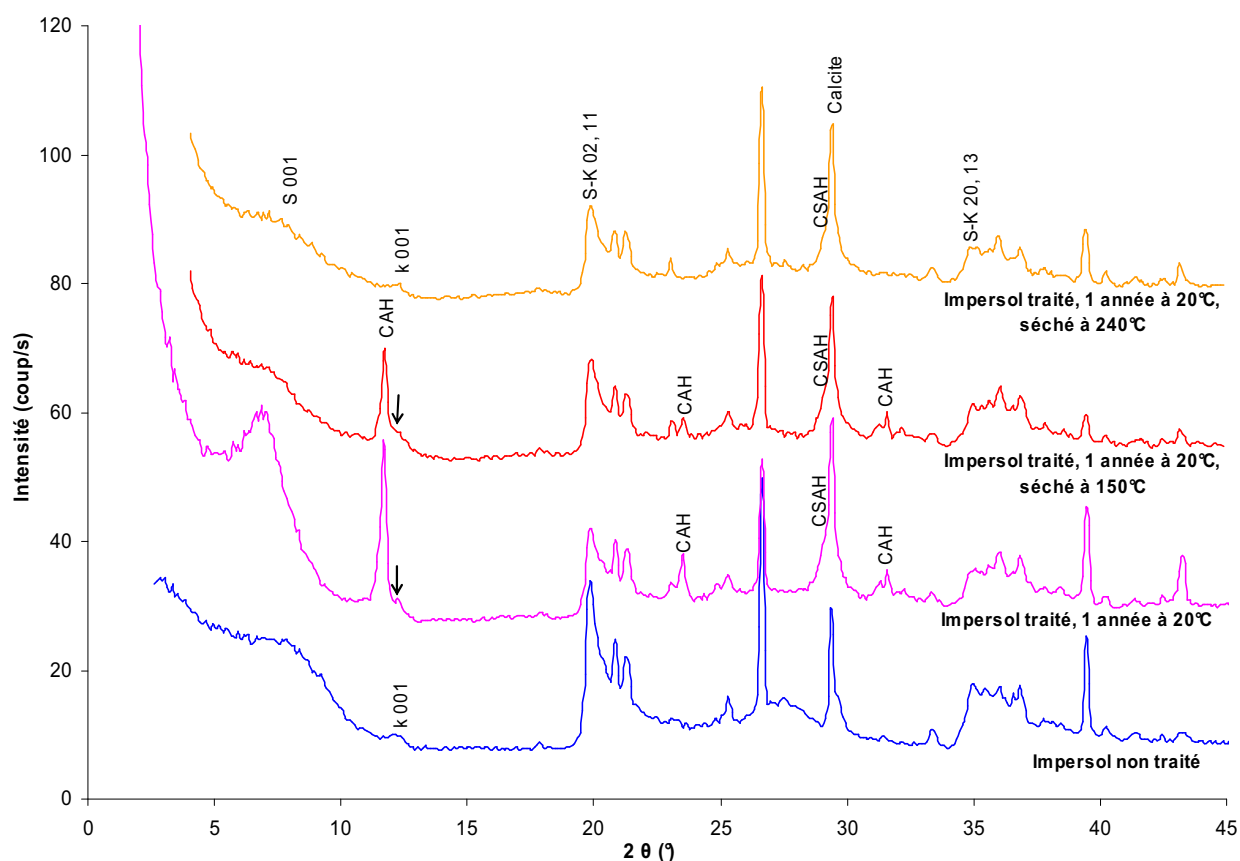


Figure 2.31 : Diffractogrammes de rayons X de l'Impersol non traité et des Impersol traités avec 20% de chaux et analysés après 12 mois à 20°C (un échantillon sans séchage, un échantillon avec 1h de séchage à 150°C et un échantillon avec 1h de séchage à 240°C)

On observe également la diminution des réflexions caractéristiques (02,11) et (20,13) des feuillets argileux dans les échantillons traités par rapport à l'échantillon non traité, ce qui est une conséquence du traitement. De plus, l'intensité de ces réflexions {hk} n'est pas affectée par le séchage à 150°C et 240°C; le chauffage n'a donc pas d'action sur les plans (a, b) des feuillets argileux. Cependant, l'intensité de la réflexion 001 de la smectite diminue avec le chauffage à 150°C ou 240°C, par rapport à celle observée avant séchage ; le chauffage

effectué, à 150°C et 240°C, produit une déshydratation de la smectite, la distance d001 passe de 1,25 à 1,0nm, puis la smectite se réhydrate avant l'enregistrement du diffractogramme mais partiellement. L'augmentation d'intensité des réflexions de la calcite est également observée sur les diffractogrammes des échantillons traités ; ceci est une conséquence de l'augmentation de la proportion de calcite dans les échantillons traités.

Par conséquent, la combinaison de ces résultats de DRX (Fig. 2.31) et d'ATG (Fig. 2.29–b), avec la différence observée des pertes de masse $\Delta TG(T)$ (Fig. 2.32) des échantillons traités et non traités, démontre que la première perte de masse (entre 105°C et 250°C) correspond à la déshydratation de CAH et que la deuxième perte de masse (entre 300°C et 400/450°C) est attribuable à la déshydratation du CSAH.

2.4.2.1.4 Comparaison des pertes de masse de l'Impersol traité et non traité

La figure 2.29–a, courbes TG(T), permet de comparer des échantillons non traités (courbes I et I+C) et traités ayant initialement la même proportion d'argile (80% de la masse totale). Cette comparaison permet d'estimer les pertes de masse relatives dues : au départ de l'eau de l'espace interlamellaire des smectites, à la déshydratation des hydrates calciques formés par la réaction pouzzolanique, à la déshydratation de la chaux n'ayant pas réagi, à la décarbonatation de la calcite et à la déshydroxylation des argiles de l'Impersol. La comparaison des pertes de masse relatives liées à la déshydroxylation, avant et après traitement, permet de déduire la proportion d'argiles détruites par le traitement.

Les pertes de masse relatives sont estimées pour les intervalles de température associés aux transformations observées sur les figures 2.29–a, 2.29–b et 2.32. Ces transformations ont parfois des domaines communs, c'est le cas pour : chaux et kaolinite, smectite et calcite, hydrates, eau liée ou piégée des argiles et kaolinite, kaolinite et smectite.

- a) *Evolution de la perte de masse entre 105°C et 500°C de l'Impersol traité, par rapport à celle de l'Impersol non traité, en fonction du temps de maturation {déshydratation des hydrates calciques, $\Delta TG(T)$ }*

On notera $\Delta TG(T)$, la différence des pertes de masse relatives TG(T) entre Impersol traité et non traité, pour deux échantillons ayant la même proportion d'Impersol avant traitement. En éliminant les pertes de masse des parties non affectées par le traitement, comme le départ de l'eau interlamellaire des argiles non attaquées et la déshydratation de la

goethite, $\Delta TG(T)$ permet de quantifier les effets du traitement, comme la perte de masse associée aux hydrates formés.

La figure 2.32 présente en fonction de la température (entre 105°C et 500°C), la différence de perte de masse relative $\Delta TG(T)$ entre la perte de masse relative $TG(T)$ de l'Impersol traité avec 20% de chaux et analysé après 28 jours, 3, 6 et 12 mois à 20°C, et la perte de masse relative $TG(T)$ de l'échantillon (I).

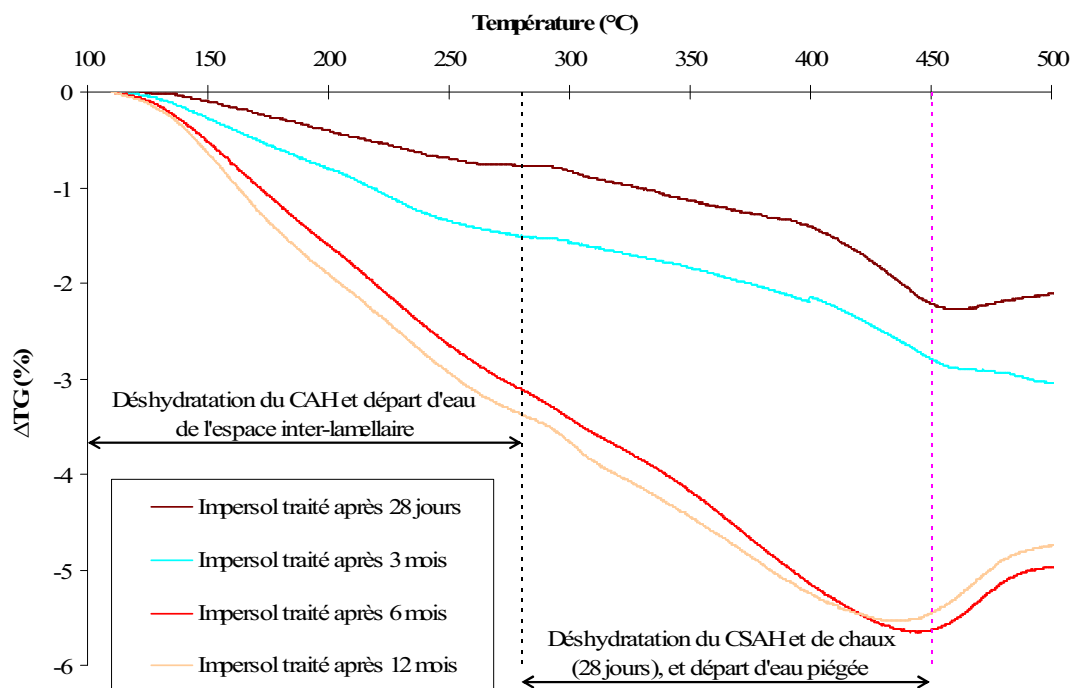


Figure 2.32 : Différences des pertes de masse relatives $\Delta TG(T)$ entre l'Impersol traité avec 20% de chaux et analysé après 28 jours, 3, 6 et 12 mois de maturation à 20°C, et la perte de masse relative de l'échantillon (I), contenant 80% Impersol et 20% d'un corps inerte thermiquement, en fonction de la température

On remarque que $\Delta TG(T)$ augmente avec la température jusqu'à 450°C, mais avec deux vitesses de pertes de masse différentes avant et après 260°C. ΔTG se stabilise vers 250–280°C pour 1 et 3 mois de maturation ; cette température correspond à la fin de la déshydratation du CAH formé. Ensuite, ΔTG augmente avec une vitesse plus faible et passe par un maximum vers 450°C. Cette deuxième perte de masse est attribuable, pour l'échantillon traité après 28 jours, à la déshydratation de la chaux n'ayant pas réagi (rupture de pente à 400°C sur la courbe ΔTG correspond à 28 jours), et pour les échantillons traités pendant 3, 6 et 12 mois, à la déshydratation du CSAH produit par la réaction pouzzolanique pour de longues durées de maturation. La différence de perte de masse ΔTG , et en

conséquence la quantité d'hydrates formés, augmente avec le temps de maturation, jusqu'à 6 mois. L'augmentation du temps de maturation au-delà de 6 mois n'a pas d'effet sur ΔTG ce qui montre que la totalité de la réaction pouzzolanique se développe dans les premiers 6 mois. La différence de perte de masse relative $\Delta TG(T)$ entre l'Impersol traité et l'Impersol non traité, pour des échantillons ayant avant traitement, la même proportion d'Impersol (80%) est égale, à 450°C et selon la durée de maturation, à 2,7% pour 3 mois et à 5,2% pour 6 ou 12 mois de maturation.

La diminution de la différence de perte de masse après 450°C est liée à la diminution de la déshydroxylation de la kaolinite dans les échantillons traités, une partie de la kaolinite étant détruite ou endommagée par le traitement.

b) *Bilan des pertes de masse des composants de l'Impersol traité et non traité*

La comparaison des pertes de masse des composants des échantillons traités et non traités permet de quantifier l'effet du traitement et de suivre l'évolution d'un composant en fonction de la durée du traitement.

Le tableau 2.4 regroupe les pertes de masse relatives - en pour cent de la masse de référence $M(T_0 = 105^\circ C)$ - des diverses composantes de l'Impersol traité durant 1 an de maturation à 20°C, et des échantillons théoriques (I, C et I+C) correspondants à ce dosage en chaux. La comparaison des pertes de masse avec et sans interaction argile-chaux montre que :

- la perte de masse totale de tous les échantillons traités est supérieure à celle de l'échantillon (I) non traité ; ceci est lié aux hydrates formés par la réaction pouzzolanique, à la présence de chaux libre avant 28 jours et de calcite apportée avec la chaux.
- la perte de masse totale dans les échantillons traités à long terme (6 et 12 mois) est du même ordre que celle du mélange (I+C). Ceci montre que la perte de masse due à la déshydratation des différents hydrates produits par la réaction pouzzolanique est du même ordre que les pertes de masse dues à la déshydratation de 20% de chaux et à la déshydroxylation de la kaolinite et la smectite endommagées.
- les différentes pertes des échantillons traités et non traités se compensent, cependant la répartition des pertes de masse est très différente, en particulier entre 105°C et 500°C.
- la perte de masse des échantillons traités entre 105°C et 400°C, due en partie à la déshydratation des nouveaux hydrates, augmente graduellement avec le temps de maturation de 1 à 6 mois, puis reste presque constante au-delà de 6 mois. La formation des hydrates calciques commence dès le premier mois et est complète après 6 mois.

- la perte de masse par déshydroxylation de l'argile diminue, et en conséquence la proportion d'argile est moins importante dans l'Impersol traité. Pour la kaolinite cette diminution est de l'ordre de 17% et pour la smectite de 12%. Cette diminution est relativement plus rapide pour la smectite (après 28 jours) que pour la kaolinite (après 3 mois).
- après 28 jours de maturation, la quantité de chaux n'ayant pas réagi est d'environ 8%, ce qui indique une consommation de 12% des 20% de chaux ajoutée. Cette valeur est proche des valeurs mesurées par la diffraction des rayons X (10,7%) et par l'absorption atomique (12,6%).
- l'augmentation de la perte de masse de la calcite est légère, de l'ordre de 0,5%.
- la perte de masse développée entre 800°C et 900°C, varie de 0,2% à 0,5%.

Tableau 2.4 : Pertes de masse relatives (en % de la masse de référence : $M(T_0 = 105^\circ\text{C})$) des divers composants de l'Impersol traité avec 20% de chaux pendant 1 an de maturation à 20°C et des trois échantillons théoriques (I, C et I+C) correspondants à ce dosage en chaux

Perte de masse relative, en % de $M(T_0)$ due à	Eau inter - lamellaire & goethite	Hydrates formés	Chaux	Kaolinite (b)	Smectite	Calcite	Nouvelle phase	Perte de masse totale
Echantillon	105 – 400/450°C		330 – 460°C	400 – 500°C	500 – 650°C	650 – 750°C	800 – 900°C	105 – 900°C
80% Impersol (I)	1,9			4,2	2,5	2,3		10,9
20% de chaux (C)	0,0		5,0			0,7		5,7
Mélange (I+C)	1,9		5,0	4,2	2,5	2,8		16,4
Impersol traité après 28 jours	2,7		1,7	4,2	2,4	3,2	0,0	14,2
Impersol traité après 3 mois	4,9		0,0	4,0	2,2	3,2	0,0	14,3
Impersol traité après 6 mois	7,3		0,0	3,6	2,1	3,2	0,5	16,7
Impersol traité après 12 mois	7,4		0,0	3,5	2,2	3,4	0,5	17,0

(a) : la perte de masse entre 105 et 400/450°C = ΔTG (à 400/450°C) + la perte de masse d'échantillon I (eau interlamellaire et goethite) – la perte de masse de la chaux.

(b) : la perte de masse relative de la kaolinite = $\Delta m(\%)$ à 500°C sur la courbe TG – les pertes de masse dues à l'eau interlamellaire, la goethite, les hydrates calciques et la chaux, entre 105 et 400/450°C

2.4.2.2. Impersol traité avec 10% de chaux

2.4.2.2.1 Interprétation des courbes thermogravimétriques (TG et DTG) des échantillons traités

Les figures 2.33–a et 2.33–b présentent, pour $T \geq 105^\circ\text{C}$, les courbes TG(T) des pertes de masse relatives (Fig. 2.33-a) et leurs dérivées DTG(T) (Fig. 2.33–b) pour les échantillons d'Impersol traités avec 10% de chaux et analysés après 1, 3, 6 et 12 mois de maturation à 20°C , et pour les trois échantillons théoriques (I, C et I+C) correspondants à ce dosage.

Comme pour les échantillons traités avec 20% de chaux, les courbes TG(T) des échantillons traités avec 10% de chaux et celles des échantillons de référence (I et I+C) ne sont pas superposables. Les courbes des échantillons non traité et traités divergent progressivement avec l'augmentation du temps de maturation. Ceci est attribuable aux modifications minéralogiques provoquées par le traitement (présence d'hydrates calciques dans les échantillons traités). De plus, on constate que les courbes TG des échantillons traités après 6 et 12 mois sont presque confondues ce qui indique des compositions minéralogiques très voisines pour ces deux échantillons et la fin des réactions chaux–argiles.

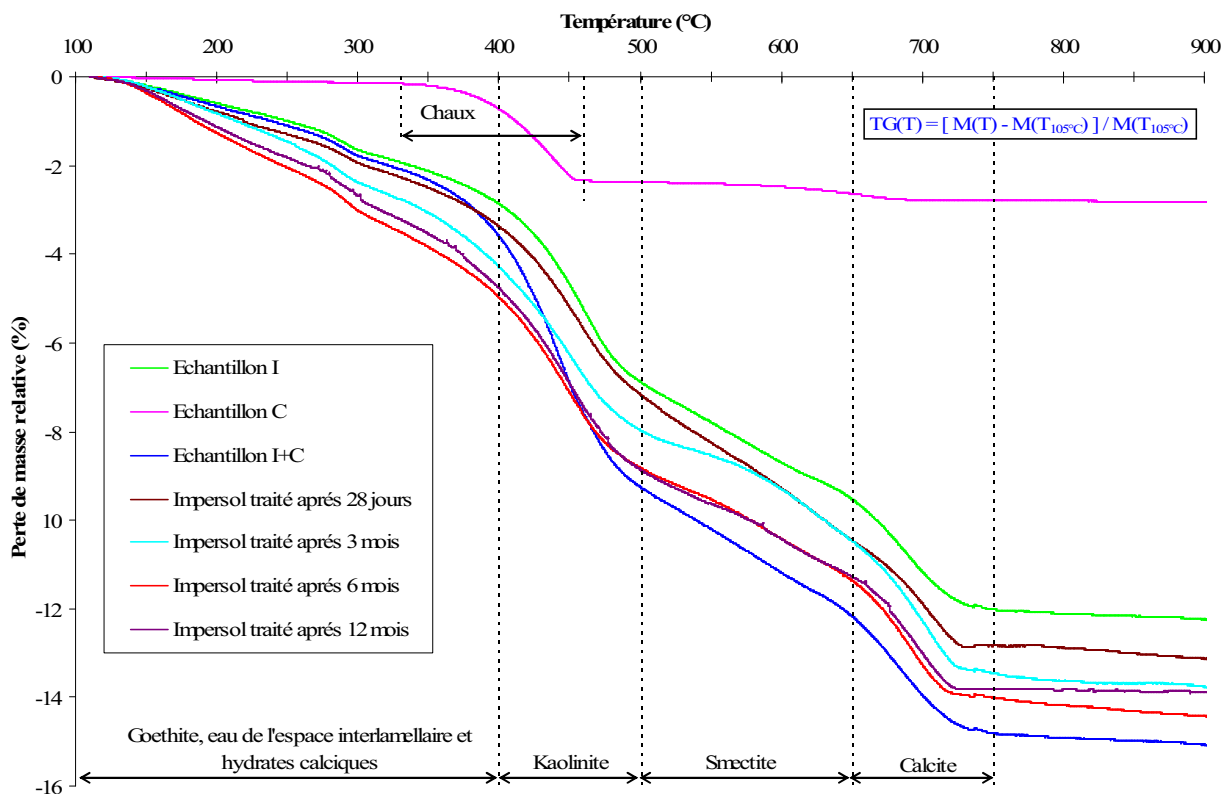


Figure 2.33–a : Courbes TG(T) des échantillons d'Impersol traités avec 10% de chaux et analysés après 1, 3, 6 et 12 mois de maturation à 20°C , et des trois échantillons théoriques I, C et I+C correspondants à ce dosage

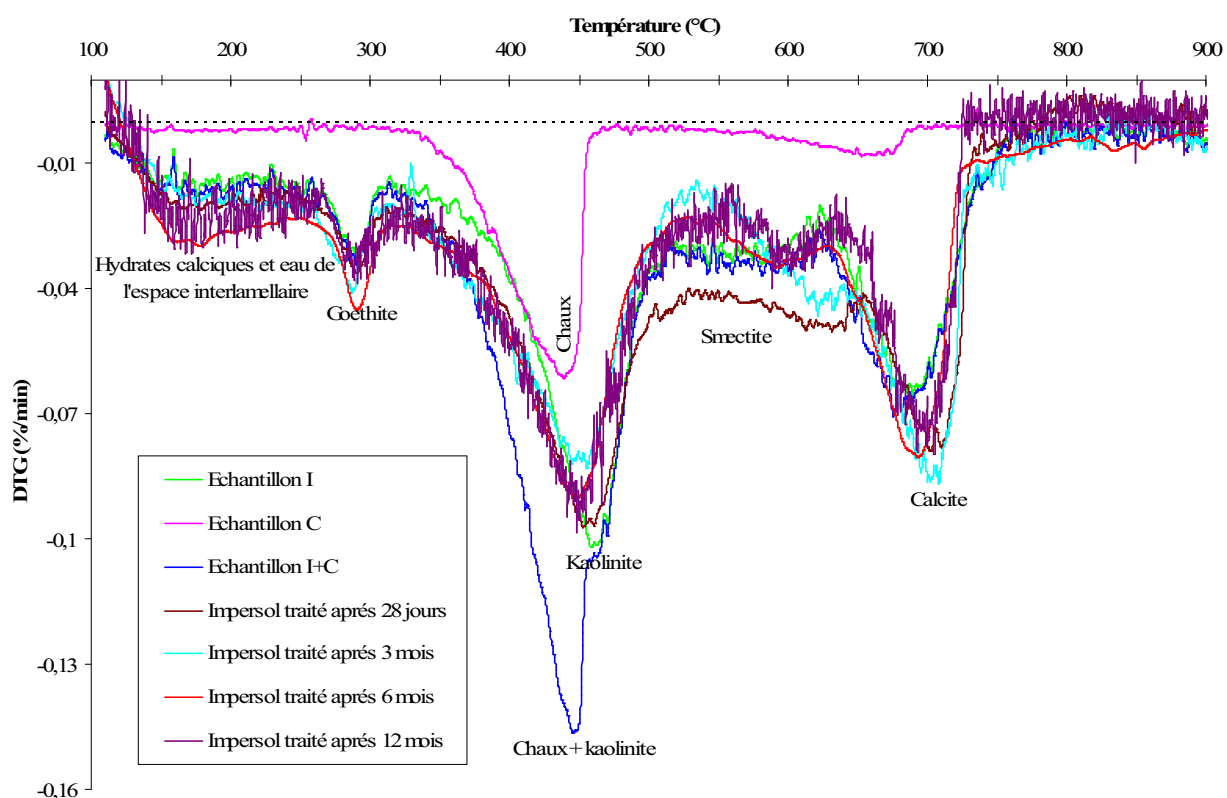


Figure 2.33–b : Courbes DTG(T) des échantillons d'Impersol traités avec 10% de chaux et analysés après 1, 3, 6 et 12 mois de maturation à 20°C, et des trois échantillons I, C et I+C correspondants à ce dosage

La comparaison des courbes DTG(T) des échantillons traités avec les courbes de référence (échantillons non traités I et I+C) montre des caractéristiques analogues au traitement à 20% de chaux.

Pour tous les échantillons traités ou non traités :

- une large bande correspondant au départ continu de l'eau de l'espace interlamellaire.
- le pic de la goethite entre 260°C et 300°C.

Pour les échantillons traités :

- un seul pic présent entre 105°C et 250°C, attribuable à la déshydratation du CAH produit.
- une légère augmentation de la perte de masse entre 300°C et 400/450°C (dissymétrie du pic de kaolinite vers les basses températures) attribuable à la déshydratation du CSAH.
- le pic de déshydratation de la chaux n'est présent sur aucune courbe : soit les échantillons ne contiennent plus de chaux (la consommation des 10% de chaux est alors complète en 28 jours) ; soit la quantité de chaux restante après 28 jours est non observable

sur la courbe DTG(T) (trop faible pour produire une modification perceptible du pic de déshydroxylation de la kaolinite qui empiète sur celui de la déshydratation de la chaux).

- une légère augmentation de la proportion de calcite.
- l'absence de perte de masse correspond au pic vers 850°C : ce dosage en chaux ne favorise pas la formation de la nouvelle phase, probablement le CSH.

En conséquence, les courbes TG(T) des Impersols traités comme de l'Impersol non traité présentent une perte de masse continue et croissante jusqu'à 400/450°C, mais plus importante après le traitement à la chaux, croissante avec le temps de traitement jusqu'à 6 mois, puis constante au-delà. Ce comportement est similaire à celui observé pour les échantillons traités avec 20% de chaux, mais avec des quantités bien moindres d'hydrates formés.

2.4.2.2.2 Comparaison des pertes de masse de l'Impersol traité et non traité

Comme pour les échantillons traités avec 20% de chaux, la comparaison des courbes TG(T) des échantillons traités avec les courbes TG(T) théoriques de référence (I et I+C) permet de montrer les effets du traitement obtenus avec ce dosage en chaux.

a) *Evolution des pertes de masse entre 105°C et 450°C de l'Impersol traité en fonction du temps de maturation {déshydratation des hydrates calciques - $\Delta TG(T)$ }*

La figure 2.34 présente, en fonction de la température (entre 105°C et 500°C), la différence des pertes de masse relatives $\Delta TG(T)$ entre la perte de masse relative de l'Impersol traité avec 10% de chaux à 20°C et analysé après 28 jours, 3, 6 et 12 mois et la perte de masse relative de l'échantillon (I) contenant 90% d'Impersol + 10% de corps inertes.

Comme pour les échantillons traités avec 20% de chaux (figures 2.32 et 2.34) :

- $\Delta TG(T)$ augmente avec la température jusqu'à 450°C, avec deux vitesses de pertes de masse légèrement différentes avant et après 260/280°C.
- $\Delta TG(T)$ passe par un maximum vers 450°C et diminue ensuite.
- $\Delta TG(T)$ augmente avec le temps de maturation jusqu'à 6 mois.
- $\Delta TG(T)$ est, à 450°C, plus faible pour des échantillons traités avec 10% de chaux ; $\Delta TG(450^\circ\text{C}) \approx 2\%$ après 3 mois et $\approx 3\%$ après 6 ou 12 mois.
- après 28 jours de maturation, entre 300°C et 450°C, $\Delta TG(T)$ est attribuée principalement à la déshydratation de la chaux n'ayant pas réagi pour cette courte durée et à basse

température ; la formation d'hydrates notamment le CSAH est très limité (paragraphe 2.4.1.2).

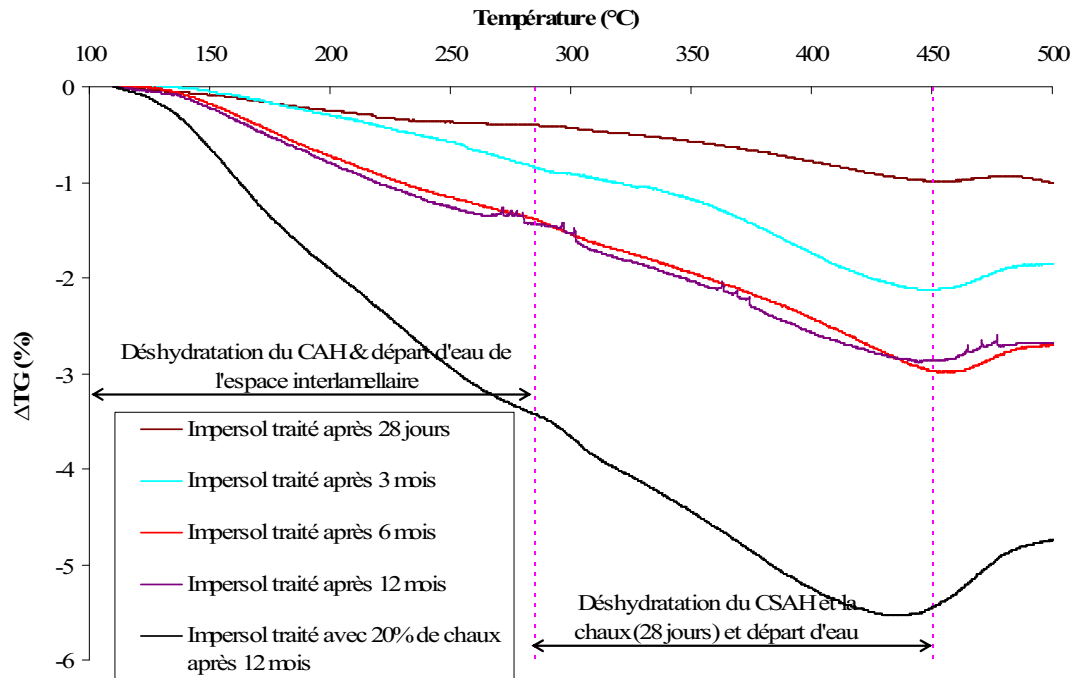


Figure 2.34 : Différences des pertes de masse relatives $\Delta TG(T)$ entre les Impersol traités avec 10% de chaux et analysés après 28 jours, 3, 6 et 12 mois de maturation à 20°C, et la perte de masse relative de l'échantillon (I) en fonction de la température (entre 105°C et 500°C)

L'interprétation proposée de ces résultats est identique :

- formation en plus faible quantité d'hydrates calciques (CAH et CSAH).
- déshydratation de CAH avant 260°C et déshydratation de CSAH après 300°C.
- la réaction pouzzolanique est développée au bout de 6 mois.
- après 450°C, destruction partielle des feuillets de kaolinite par le traitement.

b) Bilan des pertes de masse de l'Impersol traité et non traité

Le tableau 2.5 regroupe les pertes de masse relatives - en pour cent de la masse de référence $M(T_0 = 105^\circ\text{C})$ - des diverses composants de l'Impersol traité avec 10% de chaux durant 1 an de maturation à 20°C et des trois échantillons théoriques de référence (I, C et I+C) correspondants.

Tableau 2.5 : Pertes de masse relatives (en % de la masse de référence : $M(T_0 = 105^\circ\text{C})$) des divers composants : l'Impersol traité avec 10% de chaux pendant 1 an de maturation à 20°C et les trois échantillons théoriques I, C et I+C correspondants à ce dosage

Perte de masse relative, en % de M(T ₀) due à	Eau inter - lamellaire & goethite	Hydrates formés	Chaux	Kaolinite	Smectite	Calcite	Perte de masse totale
Echantillon	105 – 400/450°C		330 – 460°C	400 – 500°C	500 – 650°C	650 – 750°C	105 – 900°C
90% Impersol (I)	2,1			4,8	2,9	2,3	12,1
10% chaux (C)	0,0		2,5			0,5	3,0
Mélange I+C	2,1		2,5	4,8	2,9	2,8	15,1
Impersol traité après 28 jours	2,5		0,5	4,2	3,0	2,7	13,0
Impersol traité après 3 mois	4,2		0,0	3,8	2,7	2,9	13,8
Impersol traité après 6 mois	5,1		0,0	3,8	2,6	2,9	14,4
Impersol traité après 12 mois	5,1		0,0	3,8	2,4	2,6	13,9

La comparaison des pertes de masses avec et sans interaction argile–chaux montre que :

- la perte de masse totale de tous les échantillons traités est supérieure à celle de l'échantillon non traité (I) ; ceci est lié, dans ces échantillons traités, à la déshydratation des nouveaux hydrates formés à l'issue de la réaction pouzzolanique et à la décarbonatation de la calcite apportée avec la chaux.
- la perte de masse totale dans les échantillons traités à long terme (6 et 12 mois) est inférieure à celle de l'échantillon (I+C). Les pertes de masse dues à la déshydratation des différents hydrates formés sont du même ordre que les pertes de masse dues à la déshydratation de 10% de chaux et à la déshydroxylation de la kaolinite et la smectite endommagées par le traitement.
- la perte de masse entre 105 et 400/450°C dans l'Impersol traité augmente graduellement avec le temps de maturation de 1 à 6 mois puis reste approximativement constante au-delà de 6 mois. La perte de masse à 400/450°C, passe de 2,1% pour l'Impersol brut à 5% dans l'Impersol traité après 6 mois de maturation. Cette augmentation de 3% apportée par le

traitement est attribuée à la formation d'hydrates calciques et éventuellement à de l'eau piégée dans l'espace interlamellaire. Ces pertes de masses sont moins importantes que celles obtenues avec l'addition de 20% de chaux ; ceci est dû à la quantité d'hydrate formé, une plus grande quantité de chaux produisant plus d'hydrate.

- la diminution de la déshydroxylation des argiles, et par conséquent la proportion d'argile détruite, augmente avec le temps de maturation au-delà de 28 jours. Après 12 mois de maturation, la proportion de kaolinite et de smectite attaquées est d'environ 20% et 15%.
- après 28 jours de maturation, la quantité de chaux ayant réagi est d'environ 8% pour 10% de chaux ajoutée. Cette valeur est proche des valeurs mesurées par la diffraction des rayons X (7,6%) et par l'absorption atomique (7,5%).
- une augmentation assez réduite de la décarbonatation de la calcite est observée dans ces échantillons traités, par rapport au mélange sans interaction {I+C} (la carbonatation de la chaux est limitée pendant la maturation).

2.4.2.3. Impersol traité avec 8% de chaux

2.4.2.3.1 Interprétation des courbes thermogravimétriques (TG et DTG) des échantillons traités

Les figures 2.35–a et 2.35–b présentent, pour $T \geq 105^{\circ}\text{C}$, les courbes TG(T) de pertes de masse relatives (Fig. 2.35–a) et leurs dérivées DTG(T) (Fig. 2.35–b) pour l'échantillon d'Impersol traité à 8% de chaux et analysé après 1 an de maturation à 20°C , et les trois échantillons théoriques de référence (I, C et I+C) correspondants à ce dosage.

La courbe TG(T) de l'échantillon traité et les courbes de référence (I et I+C) montrent des modifications minéralogiques. Ces courbes montrent une perte de masse continue et croissante jusqu'à $400/450^{\circ}\text{C}$, mais plus importante après le traitement à la chaux.

La comparaison des courbes DTG(T) de l'Impersol traité et des références (I et I+C) indique sur l'Impersol traité :

- l'apparition d'un pic entre 105°C et 250°C , attribuable à la déshydratation de CAH.
- une augmentation de la perte de masse entre 300°C et 400°C et une dissymétrie du pic de déshydratation de la kaolinite, attribuable à la formation de CSAH.
- aucune perte de masse mesurable liée à la déshydratation de la chaux.
- pas de perte de masse correspondant au pic vers 850°C .
- une diminution des pertes de déshydroxylation de la kaolinite et de la smectite.
- pas d'augmentation du pic de la calcite.

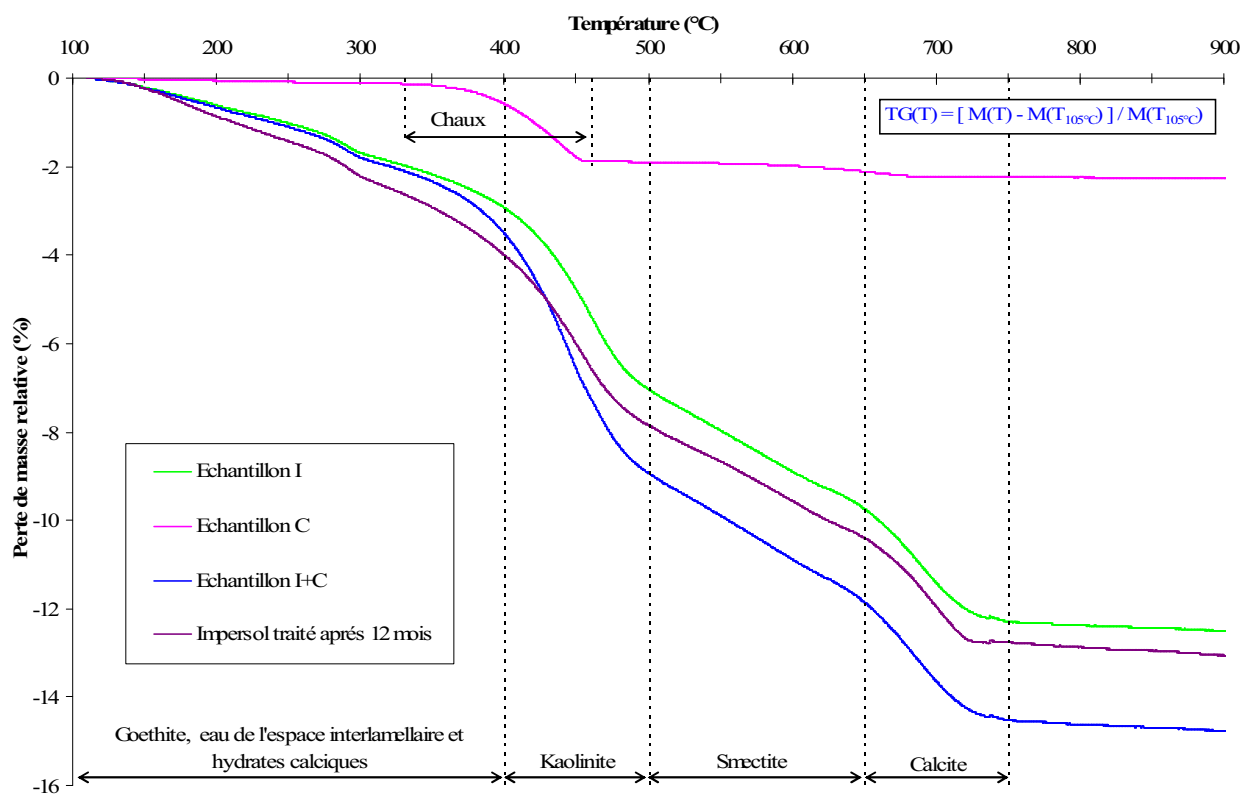


Figure 2.35-a : Courbes TG(T) d'un échantillon d'Impersol traité avec 8% de chaux après 1 an de maturation à 20°C et des trois échantillons théoriques (I, C et I+C) correspondants

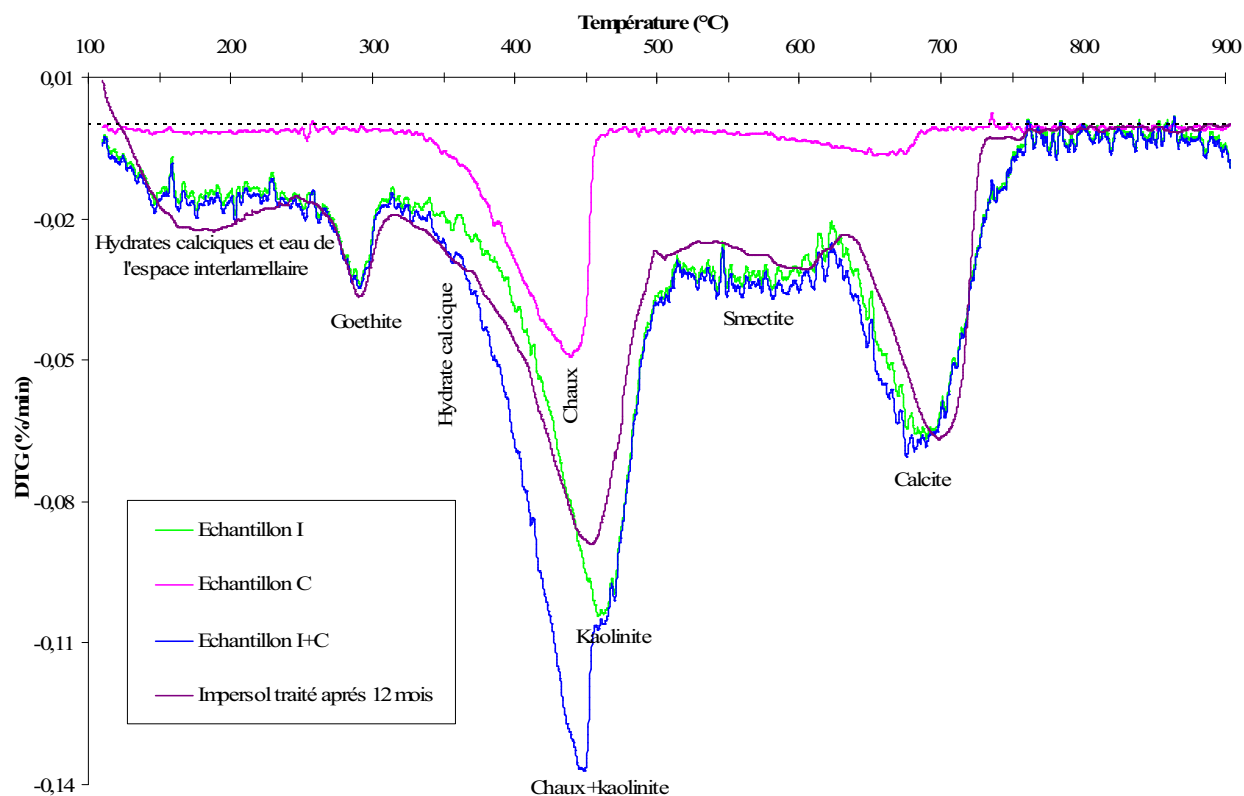


Figure 2.35-b : Courbes TG(T) d'un échantillon d'Impersol traité avec 8% de chaux après 1 an de maturation à 20°C et des trois échantillons théoriques I, C et I+C correspondants

2.4.2.3.2 Comparaison des pertes de masse de l'Impersol traité et non traité

a) Evolution de la perte de masse entre 100°C et 500°C dans l'échantillon traité en fonction du temps de maturation

La figure 2.36 présente la différence $\Delta TG(T)$ des pertes de masse relatives entre l'Impersol traité (12 mois de maturation à 20°C) et non traité (échantillon I) entre 105°C et 500°C.

Cette figure est semblable à celle obtenue avec les échantillons traités avec 10% et 20% de chaux, on note :

- une augmentation de $\Delta TG(T)$ jusqu'à 450°C, mais plus faible, environ 1,3%.
- deux pertes de masse différentes développées entre 105°C et 260°C et entre 280°C et 450°C
- une diminution de $\Delta TG(T)$ au delà de 450°C.

L'interprétation proposé précédemment pour le traitement avec 20% et 10% permet d'expliquer cette figure : déshydratation du CAH avant 260°C, puis déshydratation du CSAH après 280°C, et enfin diminution de la proportion de kaolinite et départ d'eau liée ou piégée des argiles attaquées.

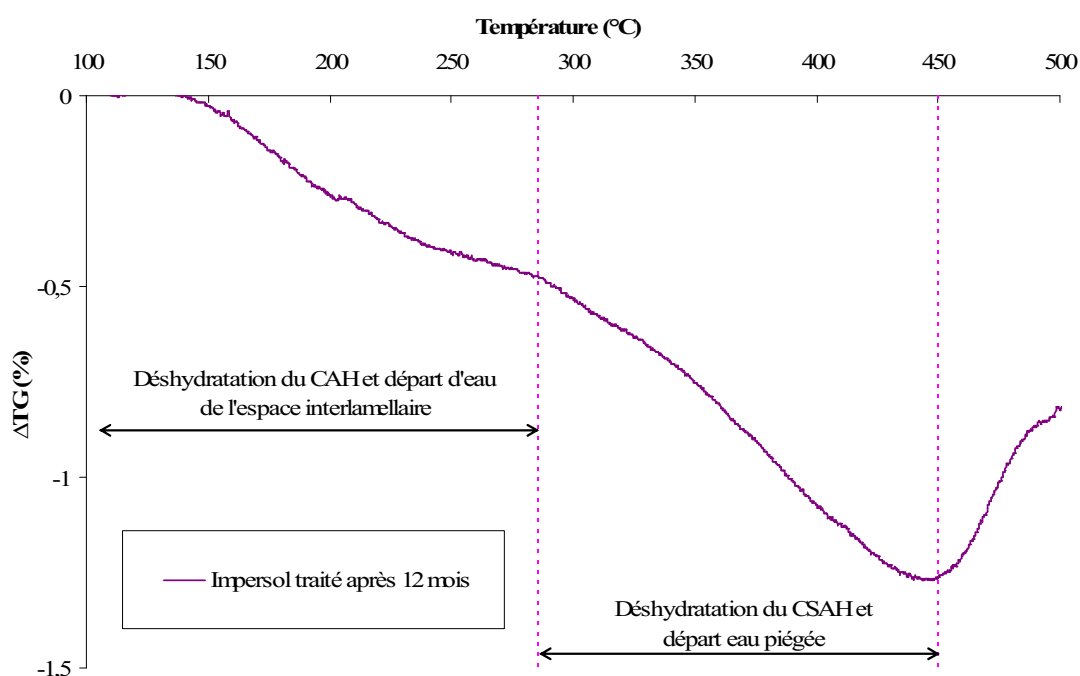


Figure 2.36 : Différences des pertes de masse relatives $\Delta TG(T)$ en fonction de température entre 105°C et 500°C, entre l'Impersol traité avec 8% de chaux, après 12 mois de maturation à 20°C, et un échantillon (I) contenant 92% d'Impersol non traité et un complément inerte thermiquement

b) Bilan des pertes de masse de l'Impersol traité et non traité

Le tableau 2.6 regroupe les pertes de masse relatives des divers composants de l'Impersol traité avec 8% de chaux pendant 1 an de maturation à 20°C, et des trois échantillons théoriques correspondants (I, C et I+C).

La comparaison des pertes de masse avec et sans interaction argile–chaux montre que dans l'Impersol traité :

- entre 105°C et 400°C, la présence d'eau ou d'hydrates est beaucoup plus importante ; elle passe de 2,2% à 3,4%.
- la diminution de la proportion de kaolinite et de smectite est d'environ 10%.
- la perte de masse totale de l'échantillon traité est supérieure à celle de l'échantillon non traité ; perte liée à la déshydratation des hydrates $\approx 1,2\%$ et perte liée à la diminution de la déshydroxylation des argiles attaquées $\approx 0,8\%$.
- la perte de masse totale dans l'échantillon traité est inférieure à celle du mélange (I+C) sans interaction. Ceci montre que la perte liée à la déshydratation de la chaux est supérieure à la perte liée aux hydrates moins la perte liée à la diminution de la déshydroxylation $\approx 0,8\%$.

Tableau 2.6 : Pertes de masse relative (en %, masse de référence : $M(T_0 = 105^\circ\text{C})$) des divers composants de l'Impersol traité avec 8% de chaux pendant 1an à 20°C, et des échantillons théoriques I, C, et I+C correspondants à ce dosage

Perte de masse relative, en % de $M(T_0)$ due à	Eau inter - lamellaire & goethite	Hydrates formés	Chaux	Kaolinite	Smectite	Calcite	Perte de masse totale
Echantillon	105 – 400/450°C		330 – 460°C	400 – 500°C	500 – 650°C	650 – 750°C	105 – 900°C
92% Impersol (I)	2,2			4,9	3,0	2,4	12,5
8% chaux (C)	0,0		1,9			0,4	2,3
Mélange I+C	2,2	0,0	1,9	4,9	3,0	2,7	14,7
Impersol traité après 12 mois	3,4		0,0	4,4	2,7	2,5	13,0

2.4.2.4. Impersol traité avec 6% de chaux

2.4.2.4.1 Interprétation des courbes thermogravimétriques (TG et DTG) des échantillons traités

Les figures 2.37–a et 2.37–b présentent les courbes thermogravimétriques expérimentales de l'Impersol traité avec 6% de chaux et analysé après 28 jours, 6 et 12 mois à 20°C, et des échantillons théoriques de référence correspondants à ce dosage de chaux.

On observe sur les deux figures 2.37–a et 2.37–b que pour les échantillons traités :

- toutes les courbes TG(T) et DTG(T) sont pratiquement confondues avec celles de l'échantillon (I) Impersol non traité, composé de 94% d'Impersol et de 6% d'un composant inerte thermiquement. On observe cependant de très faibles variations autour de la courbe I : des pertes légèrement plus grandes entre 300°C et 400°C, plus faibles entre 400°C et 650°C et de nouveau plus grandes entre 650°C et 750°C.
- la chaux est entièrement consommée avant 28 jours par l'échange cationique $\text{Na}^+ / \text{Ca}^{2+}$.

Ces résultats montrent que les effets du traitement sont relativement faibles avec l'addition de 6% de chaux, mais de même nature que ceux précédemment observés avec 20%, 10% et 8%. Les interprétations données précédemment pour ces dosages expliquent les phénomènes de moindres amplitudes observés

2.4.2.4.2 Comparaison des pertes de masse de l'Impersol traité et non traité

a) Bilan des pertes de masse de l'Impersol traité et non traité

Le tableau 2.7 regroupe les pertes de masse relatives des divers composants de l'Impersol traité avec 6% après 1, 6 et 12 mois de maturation à 20°C, et des échantillons théoriques (I, C et I+C), et permet de faire un bilan des pertes et de les comparer.

La comparaison des pertes de masse avec et sans interaction argile–chaux montre que dans l'Impersol traité :

- une faible augmentation de la perte de masse entre 105°C et 400°C. La quantité d'eau interlamellaire est plus importante dans une smectite calcique que dans une smectite sodique.
- une diminution faible de la déshydroxylation des argiles. L'attaque par la chaux des particules argileuses est assez limitée.
- une carbonatation négligeable de la chaux pendant la maturation.

- la perte totale de masse des échantillons traités est approximativement égale à celle de l'échantillon (I) constitué de 96% d'Impersol non traité, et très nettement inférieure à celle du mélange sans interaction, échantillon (I+C).

Ces résultats montrent que les interactions chaux–argiles modifient très peu la minéralogie de l'Impersol traité. Le calcium apporté avec les 6% de chaux est consommé majoritairement par l'échange cationique. La formation d'hydrate calcique, si elle existe, est très faible, quel que soit le temps de maturation.

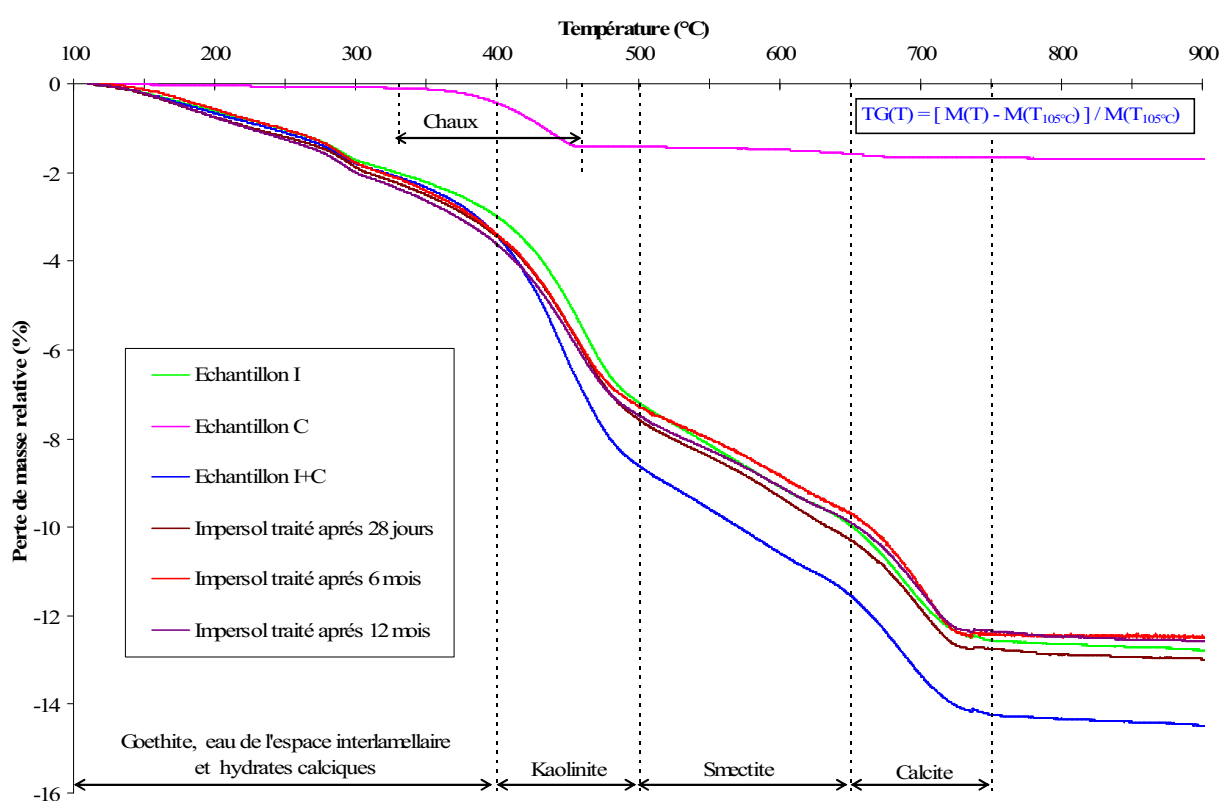


Figure 2.37–a : Courbes TG(T) des échantillons d'Impersol traités avec 6% de chaux après 28 jours, 6 et 12 mois à 20°C, et de trois échantillons théoriques (I, C et I+C) correspondants

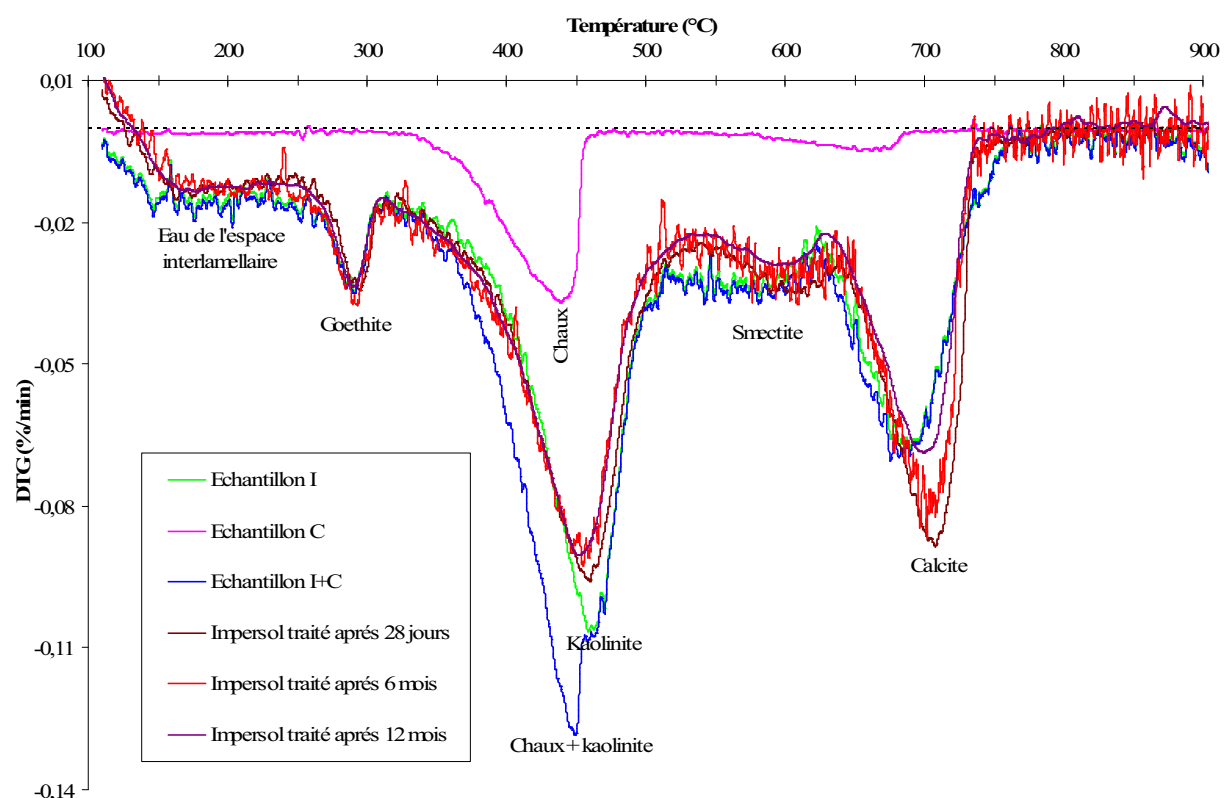


Figure 2.37–b : Courbes DTG(T) des échantillons d'Impersol traités avec 6% de chaux après 28 jours, 6 et 12 mois à 20°C, et de trois échantillons théoriques (I, C et I+C) correspondants

Tableau 2.7 : Pertes de masse relatives (en % de la masse de référence : $M(T_0 = 105^\circ\text{C})$) des divers composants de l'Impersol traité avec 6% de chaux après 1, 6 et 12 mois de maturation à 20°C, et des échantillons théoriques (I, C et I+C) correspondants à ce dosage

Perte de masse relative, en % de $M(T_0)$ due à	Eau inter - lamellaire & goethite	Hydrates formés	Chaux	Kaolinite	Smectite	Calcite	Perte de masse totale
Echantillon	105 – 400/450°C		330 – 460°C	400 – 500°C	500 – 650°C	650 – 750°C	105 – 900°C
94% Impersol (I)	2,2			5,0	3,1	2,5	12,8
6% chaux (C)	0,0		1,4			0,3	1,7
Mélange I+C	2,2		1,5	5,0	3,1	2,7	14,5
Impersol traité après 28 jours	2,5		0,0	5,0	3,1	2,5	13,1
Impersol traité après 6 mois	2,4		0,0	4,9	3,0	2,5	12,8
Impersol traité après 12 mois	2,2				5,0	3,1	12,3

2.4.2.5. Impersol traité avec 2% et 4% de chaux

2.4.2.5.1 Interprétation des courbes thermogravimétriques (TG et DTG) des échantillons traités

Les figures 2.38–a et 2.38–b présentent les courbes thermogravimétriques expérimentales de l'Impersol traité avec 4% de chaux et analysé 1 an à 20°C, et les échantillons théoriques de référence (I, C et I+C) correspondants à 4% de chaux.

Les figures 2.39–a et 2.39–b présentent les courbes thermogravimétriques expérimentales de l'Impersol traité avec 2% de chaux et analysé 1 an à 20°C, et les échantillons théoriques de référence (I, C et I+C) correspondants à 4% de chaux.

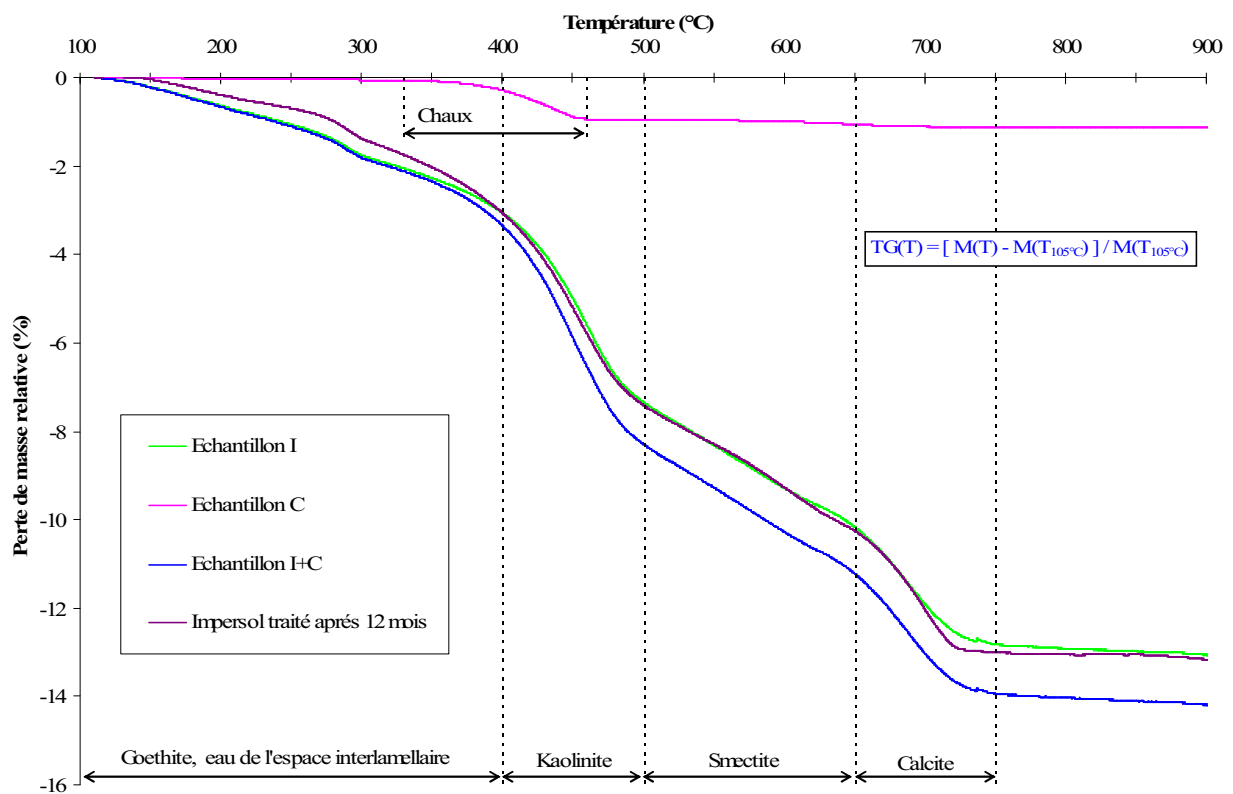


Figure 2.38–a : Courbes TG(T) d'un échantillon d'Impersol traité avec 4% de chaux après 12 mois à 20°C, et des trois échantillons (I, C et I+C) correspondants à 4% de chaux

On constate que les courbes TG(T) des échantillons de l'Impersol traité avec 2% et 4% de chaux sont pratiquement superposées avec les courbes TG(T) des échantillons (I) ayant la même composition d'Impersol non traité (98% et 96%). Il y a cependant une perte plus faible entre 200°C et 300°C dans les échantillons traités, bien que la perte de masse à 400°C soit égale, de l'ordre de 3%, avec ou sans traitement et avec un traitement de 2% ou 4%.

Ce comportement est semblable à celui de l'Impersol traité avec 6% de chaux, sauf pour la perte de la masse à 400°C qui augmente légèrement de 0,4% (départ supplémentaire d'eau ou déshydratation d'une quantité limitée d'hydrate).

La déshydratation de la chaux n'est pas observable sur les courbes DTG(T) et TG(T) des échantillons traités avec 2% et 4% de chaux ; ces quantités de chaux sont consommées immédiatement par l'échange cationique.

Ces résultats montrent que le traitement ne provoque pas de modifications observables par ATG, malgré l'échange cationique $\text{Na}^+ / \text{Ca}^{2+}$ développé instantanément.

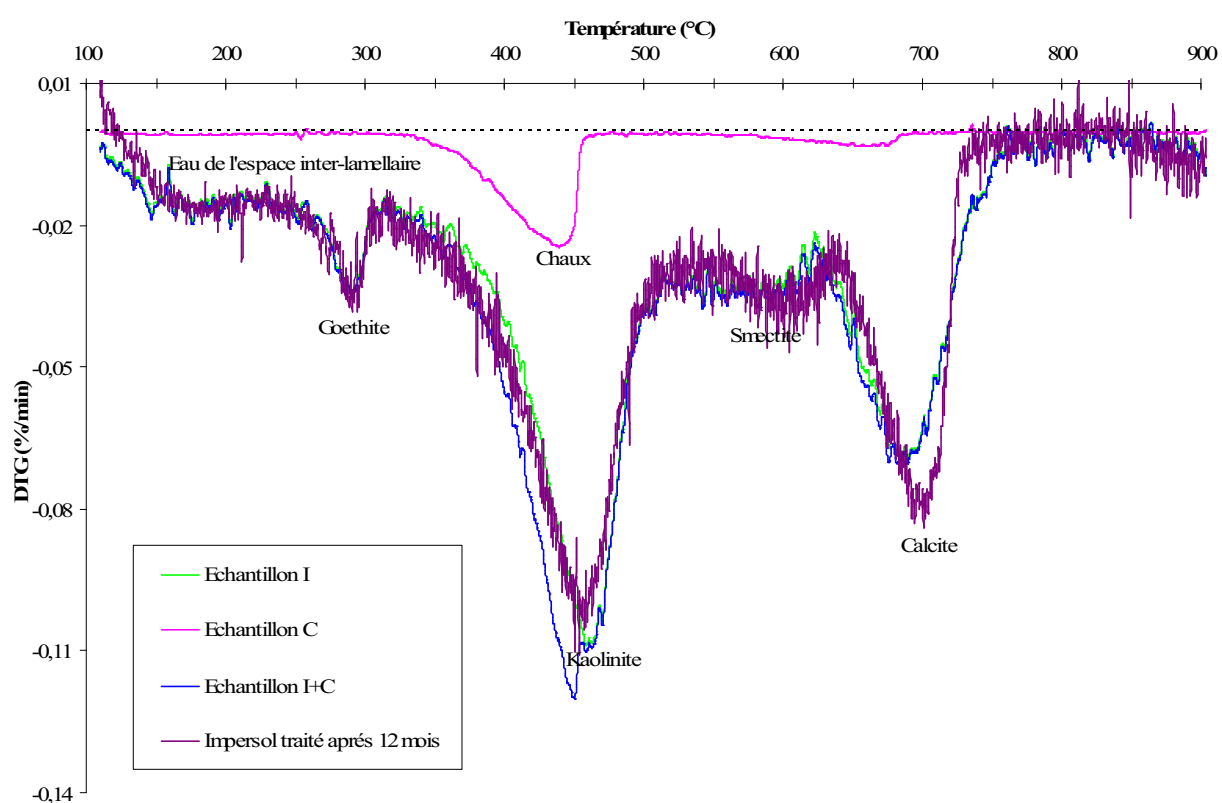


Figure 2.38–b : Courbes DTG(T) d'un échantillon d'Impersol traité avec 4% de chaux après 12 mois à 20°C, et des échantillons (I, C et I+C) correspondants à 4% de chaux

2.4.2.5.2 Comparaison des pertes de masse de l'Impersol traité et non traité

a) Bilan des pertes de masse de l'Impersol traité et non traité

Le tableau 2.8 regroupe les pertes de masse relatives - en pour cent de la masse de référence $M(T_0 = 105^\circ\text{C})$ - des divers composants de l'Impersol traité avec 2% et 4% de chaux après 1 an de maturation à 20°C, et des trois échantillons théoriques correspondants.

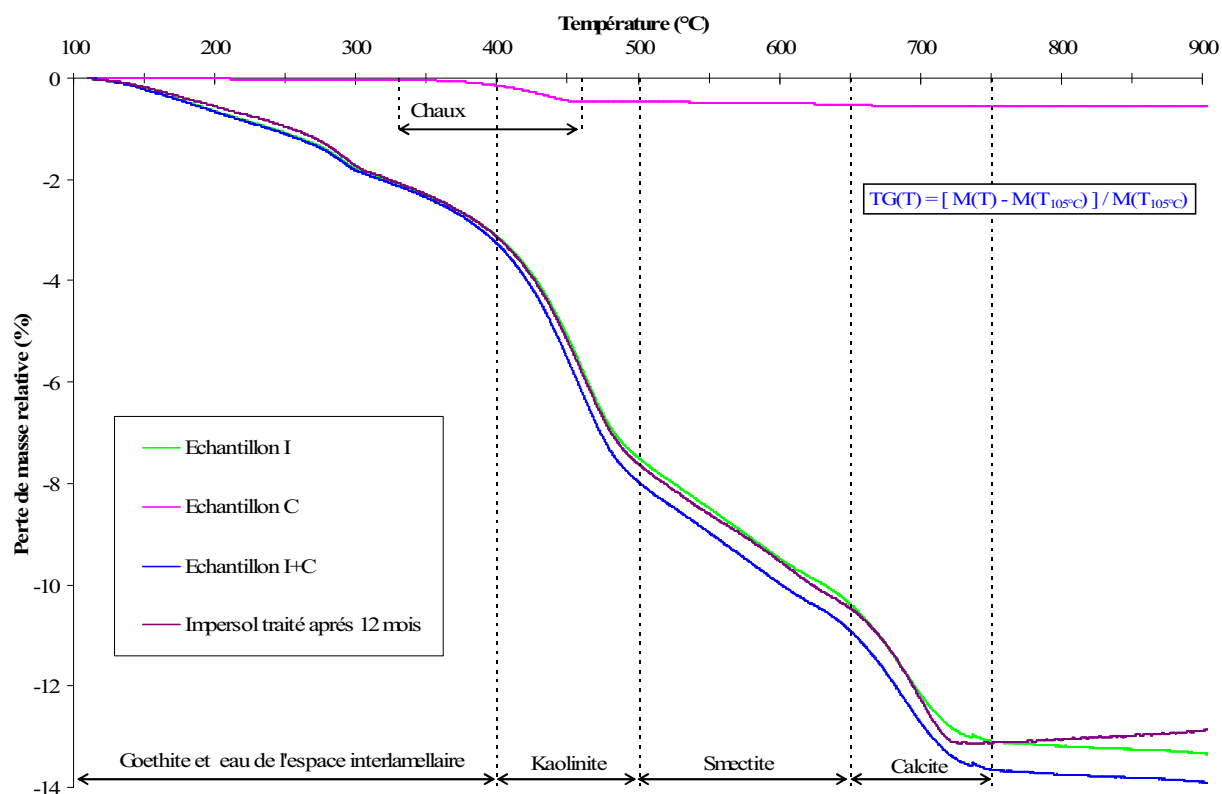


Figure 2.39–a : Courbes TG(T) d'un échantillon d'Impersol traité avec 2% de chaux après 12 mois à 20°C, et des échantillons (I, C et I+C) correspondants à 2% de chaux

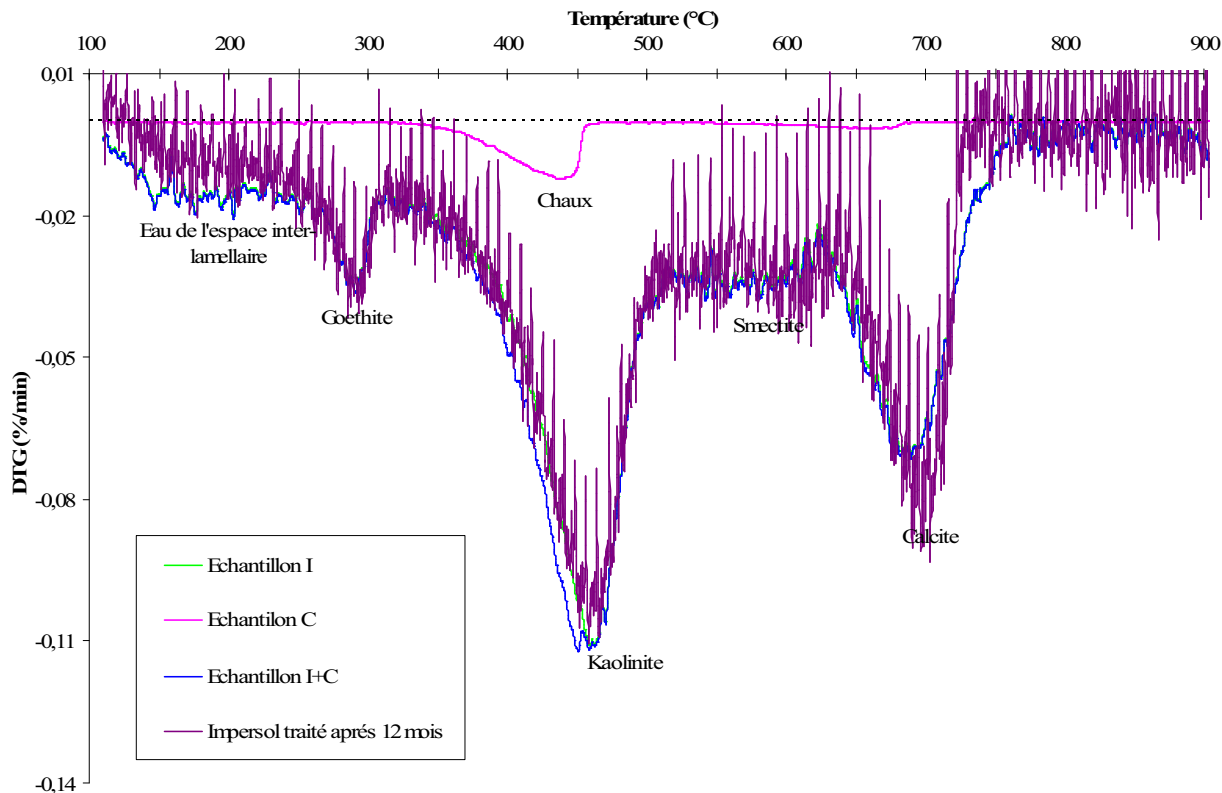


Figure 2.39–b : Courbes DTG(T) d'un échantillon d'Impersol traité avec 2% de chaux après 12 mois à 20°C, et des échantillons (I, C et I+C) correspondants à 2% de chaux

On constate sur le tableau 2.8 que :

- la déshydroxylation des minéraux argileux ne varie pas et par conséquent les proportions d'argiles dans les échantillons traités sont égales à celles dans l'Impersol non traité.
- la décarbonatation de la calcite dans les deux échantillons traités et dans les mélanges correspondants (I+C) sont approximativement égales (carbonatation négligeable de la chaux).
- la perte totale de masse des deux échantillons traités (2% et 4% de chaux) est inférieure à la perte de masse théorique du mélange (I+C) chaux–Impersol sans interaction.

Ces résultats montrent qu'avec ces dosages de chaux (2%et 4%), la seule réaction qui a lieu est l'échange cationique. Cette réaction consomme complètement le calcium apporté, un échange cationique $\text{Na}^+/\text{Ca}^{2+}$ complet de l'Impersol nécessitant environ 5% de chaux. La réaction pouzzolanique peut probablement se développer avec 4%, car le milieu est au début saturé en chaux, mais avec une très faible activité ce qui limite la formation des hydrates.

Tableau 2.8 : Pertes de masse relative (en % de la masse de référence : $M(T_0 = 105^\circ\text{C})$) des divers composants de l'Impersol traité avec 2% et 4% de chaux après 1 an de maturation à 20°C , et des échantillons (I,C et I+C) correspondants à chaque dosage de chaux

Perte de masse relative, en % de $M(T_0)$ due à	Eau inter - lamellaire & goethite	Hydrates formés	Chaux	Kaolinite	Smectite	Calcite	Perte de masse totale
Echantillon	105 – 400/450°C		330 – 460°C	400 – 500°C	500 – 650°C	650 – 750°C	105 – 900°C
96% Impersol (I)	2,3			5,1	2,8	2,8	13,0
4% chaux (C)	0,0		1,0			0,1	1, 1
Mélange I+C	2,3		1,0	5,1	2,8	2,9	14,1
Impersol traité après 12 mois	2,2		0,0	5,1	2,8	2,8	13,0
98 % Impersol (I)	2,3			5,2	2,9	2,8	13,2
2% chaux (C)	0,0		0,5			0,05	0,6
Mélange (I+C)	2,3		0,5	5,2	2,9	2,85	13,8
Impersol traité après 12 mois	2,2		0,0	5,2	2,8	2,6	12,8

2.4.2.6. Discussion et Conclusion : Comparaison des effets du traitement en fonction du pourcentage en chaux ajoutée (Impersol traité pendant 1 an à 20°C)

Pour résumer l'effet sur l'Impersol de la quantité de chaux apportée, nous rappelons les résultats obtenus pour des échantillons d'Impersol traité avec de 2% à 20% de chaux, pendant 1 an ; cette durée de maturation assure le développement complet de la réaction pouzzolanique à 20°C. Pour comparer les différents échantillons, ils doivent avoir la même quantité d'Impersol brut avant traitement. La masse de référence adoptée est la masse initiale d'Impersol de l'échantillon. Les données de "l'Impersol traité" sont calculées à partir des données expérimentales correspondantes, multipliées par $1/(1-x)$, x étant le pourcentage de chaux. Ceci suppose que la masse d'Impersol dans un échantillon est égale à $M(T_0)/(1-x)$ avant traitement.

- **Comparaison des courbes TG(T) et DTG(T) de l'Impersol traité et non traité**

Les courbes TG(T) de pertes de masse relatives (Figure 2.40–a) et leurs dérivées DTG(T) (Figure 2.40–b) des échantillons d'Impersol traités et non traités regroupent les résultats obtenus et permettent une comparaison rapide des effets du traitement.

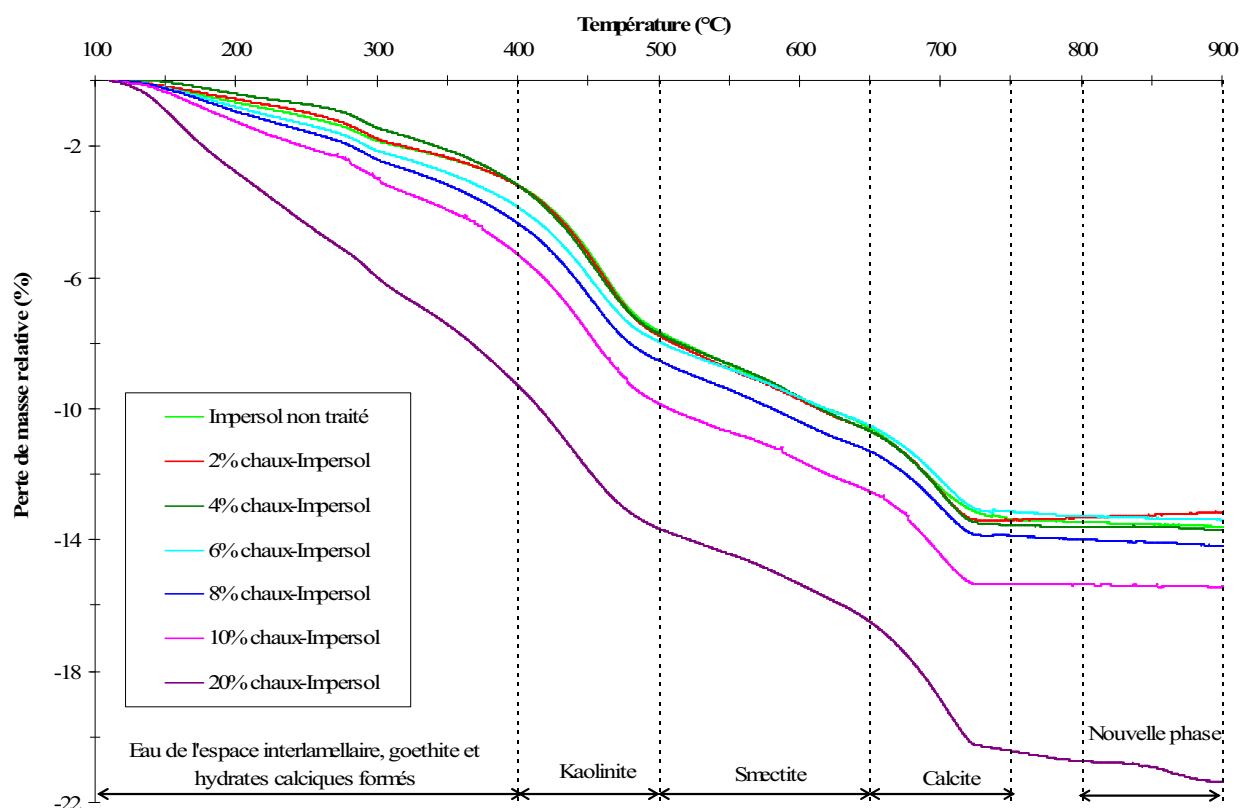


Figure 2.40–a : Courbes TG(T) des échantillons d'Impersol traités avec différents pourcentages en chaux (2% –20%) après 12 mois à 20°C, et de l'Impersol non traité

L'étude des courbes TG(T) en fonction du pourcentage en chaux montre que :

- de 0% à 6%, les courbes TG(T) sont très voisines ; pour ces dosages, la chaux est consommée entièrement par échange cationique (pas de modifications des pertes de masse).
- pour 8%, 10% et surtout pour 20%, les courbes TG(T) s'écartent progressivement (entre 105°C et 400/450°C) ; la formation d'hydrates par réaction pouzzolanique se développe complètement (modifications des pertes de masse).

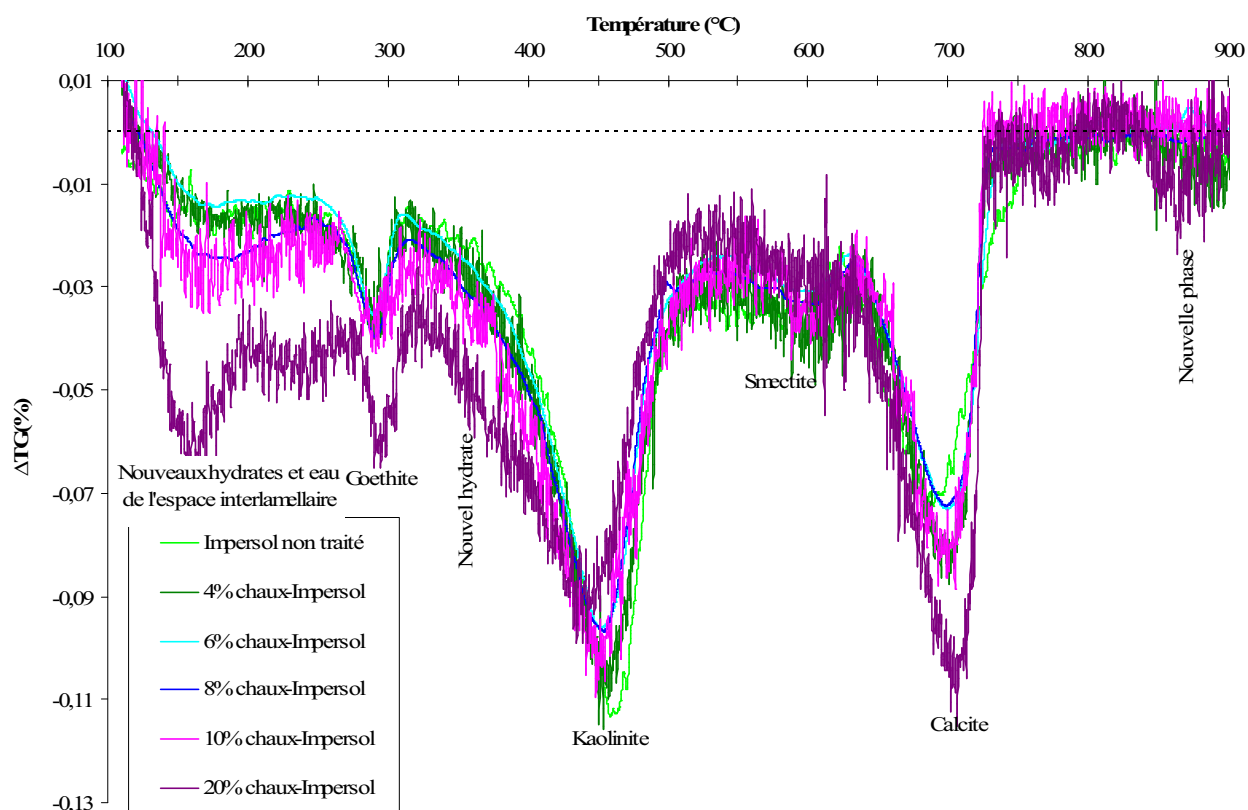


Figure 2.40–b : Courbes DTG(T) des échantillons d'Impersol traités avec différents pourcentages en chaux (2% – 20%) après 12 mois à 20°C, et d'un échantillon de l'Impersol non traité

L'évolution des courbes DTG(T) en fonction du pourcentage en chaux montre :

- entre 105°C et 400/450°C, une augmentation progressive de la vitesse de perte de masse avec la chaux. De 0% à 6%, on observe une bande large plate, attribuée au départ continu de l'eau de l'espace interlamellaire. Pour 8%, 10% et 20%, un pic apparaît entre 105°C et 260°C, attribué à la déshydratation de CAH, et une bande entre 320°C et 400/450°C, attribuée à la déshydratation de CSAH. Ce pic et cette bande se creusent en fonction de la proportion de chaux ajoutée. Pour 20%, il apparaît un deuxième pic vers 200°C, attribuable à un autre hydrate ou à un départ d'eau supplémentaire.

- entre 400°C et 650°C : une diminution progressive du pic de déshydroxylation de la kaolinite et de la bande de déshydroxylation de la smectite. Cette diminution est corrélée avec l'augmentation de la chaux ajoutée. Ceci correspond à une destruction des feuillets des argiles.
- entre 650°C et 750°C, une légère augmentation du pic de calcite en particulier pour 20%.

• Bilan des pertes de masse des composants de l'Impersol traité et non traité

Comme dans le paragraphe 2.4.2, les pertes de masse sont estimées pour les intervalles de température dans lesquels se déroulent les transformations observées sur les figures TG(T) et DTG(T).

La différence des pertes de masse associée à la même transformation (intervalles des T°C identiques) dans l'Impersol traité et non traité, permet de quantifier l'effet du traitement. Cette différence permet d'éliminer les pertes de masse des constituants non affectées par le traitement; comme précédemment $\Delta TG(T)$.

Le tableau 2.9 présente, pour différents pourcentages de chaux ajoutée, les variations relatives {augmentations (+) ou diminutions (-)} des divers composants de l'Impersol, c'est-à-dire la différence des pertes de masse relatives d'un composant dans l'échantillon traité et dans l'échantillon non traité.

Tableau 2.9 : Différence des pertes de masse des composantes de l'Impersol, entre échantillon traité et non traité (un an de maturation à 20°C, avec x% de chaux) - en pourcentage de la masse de référence, c'est-à-dire la masse d'Impersol avant traitement : $M(T_0 = 105^\circ\text{C})/(1-x)$

Différence des pertes de masse relatives en % de $M(T_0)/(1-x)$	Hydrates calciques & eau interlamellaire	Kaolinite	Smectite	Calcite	Nouvelle phase
Echantillon	105-400/450°C	400 – 500°C	500 – 650°C	650 – 750°C	800 – 900°C
2% chaux – Impersol	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
4% chaux – Impersol	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
6% chaux – Impersol	+0,21	-0,11	-0,11	+0,0	0,0
8% chaux – Impersol	+1,3	-0,55	-0,33	+0,0	0,0
10% chaux – Impersol	+3,3	-1,1	-0,55	+0,11	0,0
20% chaux – Impersol	+6,9	-0,87	-0,63	+0,5	+0,63

On remarque sur le tableau que :

1a) La différence des pertes de masse, entre 105°C et 400/450°C, attribuée à la déshydratation des hydrates calciques (CAH et CSAH) et éventuellement à un départ supplémentaire d'eau liée de l'espace interlamellaire, est présente uniquement pour des dosages de chaux supérieurs à 4% et augmente avec la chaux ajoutée, ce qui correspond à une plus grande formation d'hydrates.

2a) la diminution de la déshydroxylation des argiles traitées est négligeable avec les faibles dosages de chaux (2%, 4% et 6%) ; elle augmente avec le pourcentage de chaux ajoutée (8%, 10% et 20%), ce qui correspond à la destruction d'un plus grand nombre de feuillets argileux.

2b) Cependant, la diminution de la proportion de smectite est plus importante que celle de la kaolinite. Ceci montre que la réaction pouzzolanique est un peu plus importante avec la smectite qu'avec la kaolinite qui ont des structures et des morphologies très différentes.

2c) La diminution de la déshydroxylation des argiles (la destruction des feuillets) ne change pas ou peu lorsque le dosage de chaux augmente de 10% à 20%, comme pour la kaolinite où elle diminue de 1,1% à 0,9%. Ceci est très probablement dû à un recouvrement partiel des pertes de masse de CSAH et de la kaolinite. Les quantités de CSAH et de kaolinite sont estimées à partir des courbes TG(T) des échantillons traités et non traités, entre 300°C et 400/450°C pour CSAH et entre 400°C et 500°C pour la kaolinite. Comme le montre clairement la courbe DTG(T) pour l'addition de 20% de chaux (figure 2.29-b), la déshydratation du CSAH se déroule probablement entre 320°C et 450°C. La perte de masse réelle du CSAH est donc supérieure à celle estimée entre 300°C et 400/450°C, et par conséquent la perte de masse attribuée à la déshydroxylation de la kaolinite est inférieure à celle mesurée entre 400°C et 500°C. Pour l'addition de 20% de chaux, la diminution de la déshydroxylation de la kaolinite est donc supérieure à celle calculée. De même il y a superposition des domaines de température correspondants à la décarbonatation de la calcite et à la déshydroxylation des smectites.

3) La décarbonatation de la calcite augmente pour les forts dosages (calcite apportée par la chaux). La calcite formée par carbonatation de la chaux pendant la maturation est environ de 1%.

4) La nouvelle phase entre 800°C et 900°C est développée seulement dans le cas d'un échantillon avec 20% de chaux. L'Analyse Thermo Différentielle (ATD) confirme la présence d'une réaction exothermique vers 850°C correspondant à cette perte faible de masse, environ 0,5%.

2.5. Conclusion

Ce chapitre est consacré à l'étude des réactions chaux–Impersol développées lors de la maturation à température ambiante. Les échantillons d'Impersol traité avec différents pourcentages de chaux sont analysés après différents temps de maturation et comparés à l'Impersol non traité afin de suivre la progression de ces réactions, principalement la réaction pouzzolanique. Plusieurs techniques d'évaluation ont été utilisées dans ce travail. Les principales conclusions sont :

- Environ 5% à 6% de chaux suffisent pour les réactions de chaux à court terme ; cette valeur est appelée “Initial Lime Consumption” et correspond à la quantité optimale pour la modification des propriétés géotechniques de l'Impersol.
- La première phase de la réaction pouzzolanique est la consommation de la chaux. Cette réaction progresse lentement à température ambiante (20°C) sur une longue durée de maturation (de l'ordre du mois). L'augmentation de la quantité de chaux ajoutée augmente la surface d'interaction chaux–argiles et par conséquent augmente la consommation en chaux.
- Les variations du pH et de la Conductivité Electrique des mélanges chaux–Impersol permettent de suivre la progression de la réaction pouzzolanique avec le temps, où les ions hydroxydes sont utilisés pour la dissolution des feuillets argileux et peuvent être incorporés avec les ions calcium dans les produits de la réaction.
- Les résultats de la DRX montrent la formation d'un hydrate d'aluminate du calcium, CAH ($\text{Ca}_3\text{Al}_2\text{O}_6 \cdot x\text{H}_2\text{O}$) au bout d'un an. Cet hydrate n'est observé que pour des dosages de chaux supérieurs à 6% et il commence, vraisemblablement, à se former dans les 7 premiers jours et évolue graduellement avec le temps. Ainsi, la quantité de cet hydrate formé augmente avec l'augmentation du temps de maturation et la quantité de chaux employée. D'ailleurs, Il y a une très faible formation d'un autre hydrate de silico-aluminate calcique, CSAH $\{\text{Ca}_3\text{Al}_2(\text{SiO}_4)(\text{OH})_8\}$ pour les forts dosages de chaux.

De plus, la destruction des feuillets argileux et la formation des différents hydrates nécessitent l'addition d'une grande quantité de chaux ($\geq 6\%$).

- Les résultats de l'analyse thermogravimétriques des Impersols traités comparés à ceux de l'Impersol non traité montrent les modifications de pertes de masse intervenues avec le traitement :
 - une augmentation continue de la perte de masse entre 105°C et 400/450°C sur les courbes thermogravimétriques (TG) des échantillons traités par rapport à celle de l'Impersol non traité; perte liée à la déshydratation des hydrates formés à l'issue de la réaction pouzzolanique et au départ de l'eau de l'espace inter-lamellaire des smectites. Cette augmentation de la perte de masse apparaît pour des dosages de chaux supérieurs à 4% ; elle est assez faible avec l'addition de 6% de chaux et augmente avec l'addition de chaux (de 6% à 20%). La progression lente de la réaction pouzzolanique implique une augmentation continue et faible de la perte de masse sur une longue durée de 6 mois de maturation à une température ambiante (fin de la réaction pouzzolanique).
 - une diminution de la déshydroxylation des argiles (kaolinite et smectite) à cause de la destruction des feuillets argileux suite au traitement à long terme. Cette diminution se produit avec des dosages en chaux supérieurs à 6% et augmente avec la quantité de chaux employée (augmentation d'interactions chaux–argiles).
 - une nouvelle perte de masse apparaît entre 800°C et 900°C sur les courbes thermogravimétriques pour l'addition de 20% de chaux. Cette nouvelle perte de masse peut correspondre à une nouvelle phase produite par la réaction pouzzolanique, un CSH.
- Les données obtenues par DRX et ATG ont montré qu'aucune modification minéralogique (hydrates calciques et destruction des feuillets argileux) n'a été apporté avec les faibles dosages en chaux ajoutée (2% et 4%) quelque soit le temps de maturation (de 7 jours à 1 année). Ces quantités réduites en chaux sont consommées entièrement par l'échange cationique. La formation des hydrates - si les cations inter-lamellaires étaient disponibles – est très faible; les hydrates seraient par ailleurs très difficilement observables par ces deux méthodes d'analyse.

Chapitre III

Processus physico-chimique des réactions chaux–Impersol à température élevée (50°C)

3. Processus physico-chimique des réactions chaux – Impersol à température élevée (50°C)

Dans l'objectif de suivi du processus des réactions chaux–Impersol à long terme, une maturation à une température de 50°C a été appliquée aux échantillons de sols. L'accélération des réactions induite par cette condition de maturation permet d'analyser principalement la progression de la réaction pouzzolanique (réaction assez lente à 20°C) de l'Impersol traité.

La démarche entreprise dans l'étude ainsi que dans la présentation et l'analyse des résultats obtenus est similaire à celle adoptée dans le chapitre précédent. Les changements occasionnés à 50°C dans les propriétés physico-chimiques et minéralogiques ainsi que la consommation en chaux avec la maturation de l'Impersol traité sont comparés à ceux observés à la température de maturation de 20°C.

3.1. Réactions chaux – Impersol à long terme à température élevée (50°C)

3.1.1. Evolution de la consommation de la chaux

La figure 3.1 donne l'évolution de la consommation de la chaux en fonction de la chaux ajoutée (de 4% à 20%) et le temps de maturation à 50°C.

Les premières valeurs de consommation de la chaux pour tous les pourcentages de la chaux ajoutées ont été mesurées instantanément (après 1,5 heures) à la température ambiante. Ces premiers résultats obtenus montrent que la consommation de chaux après mélange avec le pourcentage de chaux ajouté est d'environ de 5 – 5,5%, quel que soit le pourcentage de la chaux ajoutée au-delà de 4%. Ceci peut être expliqué par la quantité de chaux consommée correspondante à la réaction d'échange cationique.

Les résultats expérimentaux indiquent une accélération significative de la consommation en chaux pendant les premiers jours pour les échantillons traités avec 8%, 10% et 20% de chaux. La totalité des quantités de chaux ajoutées (de 8% à 20%) est quasiment consommées pendant les premiers vingt-huit jours. Ceci est expliqué par l'accélération de la cinétique de la réaction pouzzolanique avec cette température de maturation.

On observe également que la vitesse de la consommation de chaux augmente significativement avec les quantités de chaux ajoutées. Ceci est dû à la combinaison des deux

effets : la quantité de chaux disponible après la réaction instantanée et l'élévation de température.

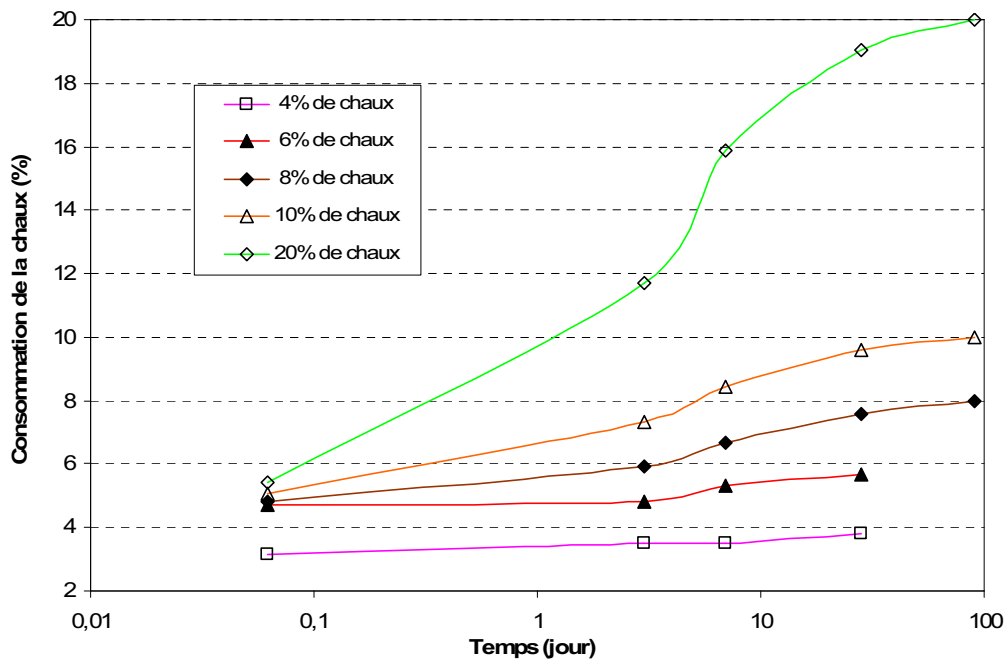


Figure 3.1 : Evolution de la consommation en chaux à 50°C en fonction de la chaux ajoutée et du temps de maturation

3.1.2. Effet de la température de maturation (20°C et 50°C) sur l'évolution de la consommation de chaux

Pour étudier l'effet de la température de maturation sur l'évolution de la consommation de chaux, quatre pourcentages en chaux ont été choisis : 6%, 8%, 10% et 20%. La figure 3.2 donne l'évolution de la consommation en chaux, après la consommation instantanée pour l'échange cationique, en fonction du temps de maturation.

L'élévation de la température de maturation a un effet significatif sur l'accélération de la consommation de chaux. Pour 6% de chaux ajoutée à 20°C et 50°C, on observe que les deux courbes sont confondues car la quasi-totalité de la chaux ajoutée est consommée par l'échange cationique. La quasi-totalité de la chaux ajoutée (entre 8% et 20%) a été consommée après 28 jours à 50°C, mais elle nécessite plus de 90 jours pour être consommée lorsque la température de maturation est de 20°C.

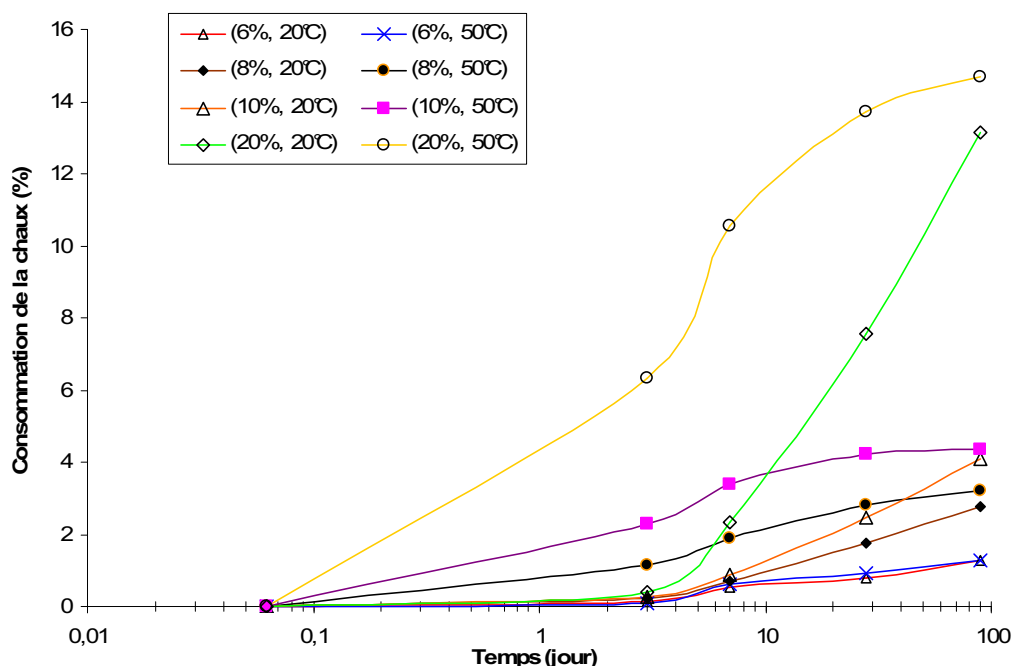


Figure 3.2 : Evolution de la consommation en chaux en fonction du temps, de la température de maturation (20°C et 50°C) et des pourcentages de chaux ajoutée (de 6% à 20%)

Le tableau 3.1 regroupe les vitesses de consommation en chaux en fonction du pourcentage de chaux ajoutée ($\geq 6\%$) et la température de maturation (20°C et 50°C). On observe sur le tableau que la vitesse de consommation augmente avec la quantité de chaux ajoutée pour les deux températures de maturation. De plus, cette vitesse est trois fois plus importante lorsque la température passe de 20°C à 50°C avec 8% de chaux ajoutée, et est quatre fois plus importante avec 10% ou 20% de chaux ajoutée.

Tableau 3.1 : Vitesses de consommation en chaux (%/ jour) pour différents pourcentages de chaux ajoutée à 20°C et à 50°C

Chaux ajoutée	6 %	8 %	10 %	20 %
Vitesse de consommation à 20°C (%/jour)	0,012	0,05	0,08	0,28
Temps de consommation complète (jour)	4,6	47	53	51
Vitesse de consommation à 50°C (%/jour)	0,046	0,17	0,28	1,05
Temps de consommation complète (jour)	3	11	11	10

3.1.3. Evolution de pH des mélanges chaux–Impersol (MCI)

Les variations de pH des mélanges chaux–Impersol (MCI) avec un temps de maturation à 50°C pour différents pourcentages de chaux employées (de 2% à 20%) sont présentées sur la figure 3.3. On constate que, tout comme pour les MCI traités à 20°C, quel que soit le pourcentage de chaux ajoutée, le pH est constant à environ 12,4 (pH d’une solution saturée en chaux) sauf pour l’échantillon à 2% de chaux (pH = 12,3).

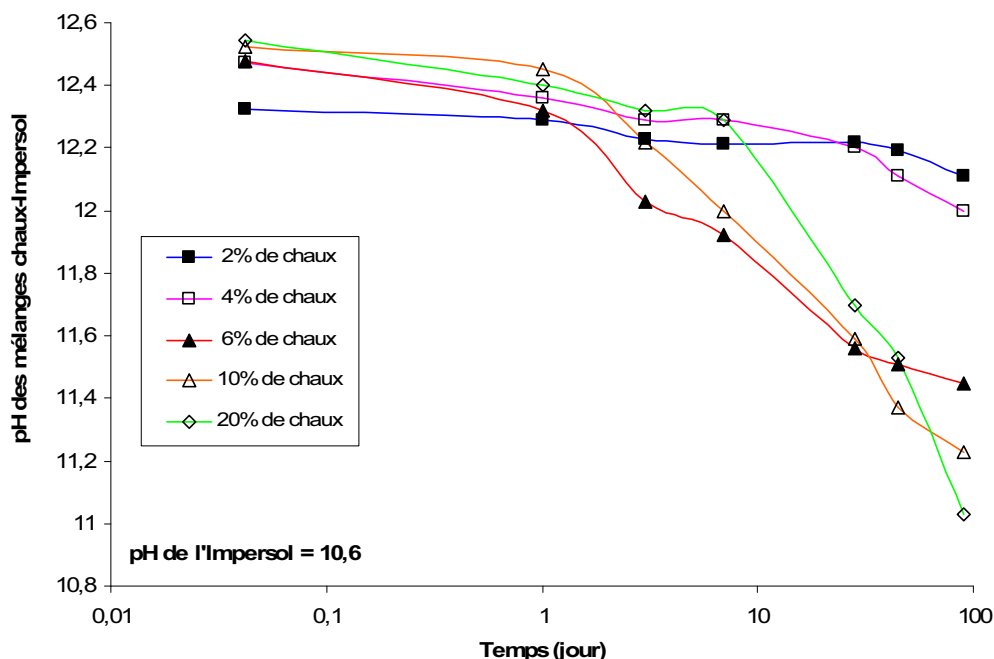


Figure 3.3: Variation de pH des mélanges chaux–Impersol (MCI) à une température de maturation de 50°C, pour différents pourcentages de chaux employées

On remarque sur la figure que le pH du MCI commence à baisser dès le premier jour et continue de diminuer avec le temps de maturation, notamment pour les forts pourcentages en chaux et après une longue période de maturation (90 jours). Pour les dosages de chaux supérieurs à 6%, le pH diminue dès les premières heures de 12,4 à 11,6. Après 90 jours de maturation à 50°C, le pH de MCI diminue de nouveau jusqu'à 11,5, 11,2 et 11,0 pour respectivement 6%, 10% et 20% de chaux ajoutée. En effet, la température de maturation de 50°C induit une accélération du processus de la réaction pouzzolanique qui accélèrent la consommation de chaux (consommation rapide de calcium et des hydroxydes).

Cependant, bien que le pH du MCI diminue légèrement pour les faibles dosages en chaux (2% et 4%), cette diminution est toutefois moins importante que l'évolution de pH du MCI pour des pourcentages élevés de chaux (de 6% à 20%). Les pH des échantillons traités

avec 2% et 4% sont toujours supérieurs à 12. Ce comportement démontre que l'activité pouzzolanique pour ces échantillons est très limitée (consommation des hydroxyles très faible).

Les valeurs de pH du MCI des échantillons traités avec plus de 6% de chaux après 90 jours sont supérieures à celle de l'Impersol non traité, ce qui démontre que les $(OH)^-$ provenant de la chaux ne sont pas complètement consommés.

3.1.4. Effet de la température de maturation sur les variations du pH des mélanges chaux–Impersol (MCI)

L'effet de la température de maturation sur les valeurs de pH de MCI après 90 jours de temps de maturation pour des différentes quantités de chaux ajoutées, est présenté sur la figure 3.4. On constate que l'augmentation de la température de maturation de 20°C à 50°C entraîne une diminution du pH de MCI pour tous les pourcentages de chaux employés notamment pour les dosages supérieurs à 6%. Ainsi, plus le pourcentage de chaux ajoutée est élevé, plus la diminution du pH est importante. Ceci peut être expliqué par l'accélération de la vitesse de la réaction pouzzolanique avec la température et par le développement des plusieurs réactions qui consomment rapidement la chaux et diminuent fortement la concentration de $(OH)^-$ (Ferrage et al., 2005; Rao et Shivananda, 2005-b; Konan et al., 2007).

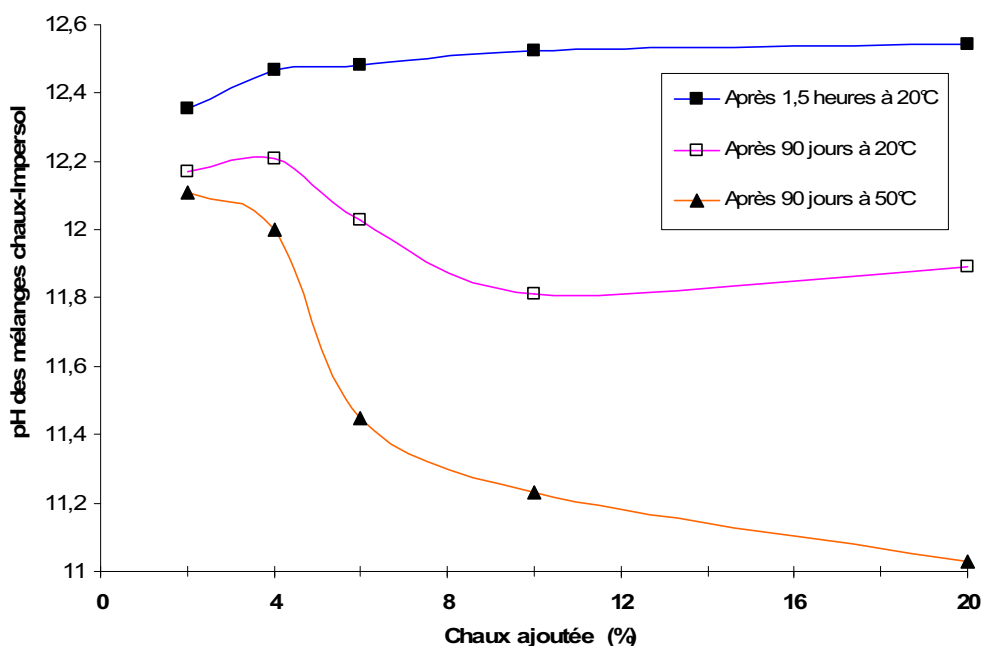


Figure 3.4 : Valeurs du pH des mélanges chaux–Impersol (MCI) après le mélange et après 90 de jours de maturation à 20°C et 50°C pour différents pourcentages de chaux

Le tableau 3.2 regroupe l'évolution de la concentration des hydroxyles (OH)⁻ dans différentes suspensions chaux – Impersol (valeurs calculées d'après les valeurs de pH) après 90 jours à 20°C et 50°C.

On observe que, pour tous les pourcentages de chaux ajoutée, les concentrations de (OH)⁻ dans les échantillons traités sont inférieures aux valeurs obtenues pour le mélange à l'état initial (ces valeurs sont au-dessous de la saturation de la solution). Ceci s'explique par l'augmentation de l'activité pouzzolanique pour les dosages importants en chaux. D'ailleurs, il convient de noter que la concentration en (OH)⁻ diminue lorsque la température augmente du fait de la forte consommation de la chaux. Cette augmentation est importante pour des dosages en chaux importants (de 6% à 20%) et induit une activité pouzzolanique.

Tableau 3.2: Concentration des hydroxyles (OH)⁻ dans différentes suspensions chaux–Impersol, initialement et après 90 jours à 20°C et 50°C (concentration x10⁻² mol/L⁻¹)

Chaux	Impersol	2%	4%	6%	10%	20%
Mélange initial	0,04	2,3	3,0	3,0	3,3	3,5
Maturation après 90j à 20°C		1,5	1,6	1,1	0,7	0,8
Maturation après 90j à 50°C		1,3	1,0	0,3	0,2	0,1

3.1.5. Evolution de la conductivité électrique (CE) des mélanges chaux–Impersol (MCI) avec la maturation à 50°C

L'évolution de la conductivité électrique (CE) des mélanges (MCI) avec la maturation à 50°C pour différents pourcentages de chaux est illustrée sur la figure 3.5. Il faut noter que les mesures de la CE sont effectuées à la température ambiante.

Les résultats obtenus montrent globalement des tendances similaires à ce que l'on a observé sur les MCI à 20°C. Ainsi, les CE des échantillons traités sont supérieures à celles de l'Impersol non traité et ces valeurs peuvent atteindre 11,5 milliSiemen/cm à court terme, lorsque les pourcentages de chaux ajoutée sont supérieurs à 4%. Cependant, les CE diminuent plus rapidement par rapport à celles observées lors de la maturation à 20°C. Les CE des différents échantillons atteignent, après 3 mois de maturation, une valeur correspondant à celle d'une argile calcique (5 milliSiemen/cm). Les variations de la CE peuvent être expliquées par la rapidité d'échange cationique Na⁺ / Ca⁺² et la diminution rapide de la

concentration en Ca^{+2} et de $(\text{OH})^-$ dans les premiers jours de maturation, qui est liée à l'accélération de la cinétique de la réaction pouzzolanique développée à cette température.

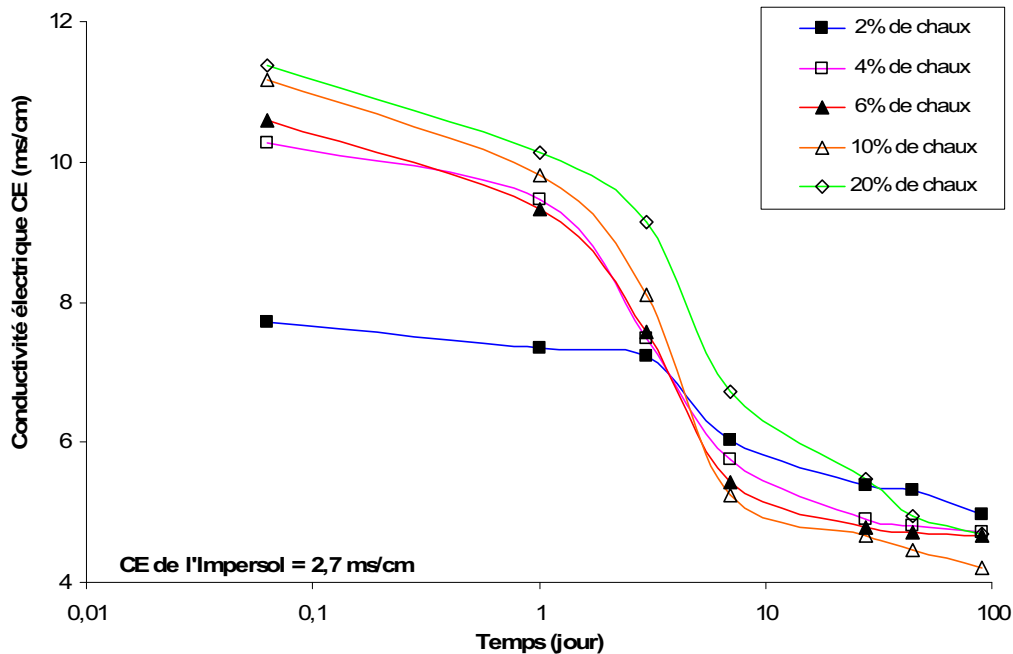


Figure 3.5 : Evolution de la conductivité électrique (CE) des mélanges chaux–Impersol (MCI) en fonction du temps, avec une température de maturation à 50°C

3.1.6. Effet de la température de maturation sur la variation de la conductivité électrique (CE) des mélanges chaux–Impersol (MCI)

L'influence de la température de maturation sur les valeurs de la CE des mélanges MCI est illustrée dans la figure 3.6. Trois temps représentatifs de maturation sont montrés : 1,5h, 7j et 90j. On constate que :

- Les CE de tous les échantillons traités, quelle que soit la quantité de chaux ajoutée ou la température de maturation, sont supérieures à celle de l'Impersol non traité.
- Les CE au moment des mélanges (1,5 heures) sont proches quelques soient la température de maturation.
- Après 90 jours, les CE sont également assez proches pour tous les échantillons de l'Impersol après maturation à 20°C ou 50°C.
- Les CE après une semaine sont fortement influencées par l'élévation de la température de maturation de 20°C à 50°C. Les CE mesurées pour des pourcentages de chaux supérieurs à

4% après 7 jours de maturation montrent une diminution allant jusqu'à 20% lorsque la température de maturation passe de 20°C à 50°C.

Les comportements précédents pourront s'expliquer par l'échange cationique qui modifie l'Impersol d'une argile sodique vers une argile plutôt calcique, avec des concentrations variées (en diminution) de $[Ca^{+2}$ et $(OH)^{-}]$ selon la consommation de chaux et la progression de la réaction pouzzolanique avec le temps. En effet, la conductivité électrique traduit les mouvements des ions des composants (sol et eau) de la solution. La partie sol comporte les cations interlamellaire Ca^{+2} et le Na^{+} de l'Impersol. La partie liquide comporte les Ca^{+2} et $(OH)^{-}$.

La première partie reste constante dès que l'échange Ca^{+2} par Na^{+} est complet (une valeur de 5% à 6 % de chaux semble suffisante pour l'Impersol). La deuxième partie est liée à la solution sol-chaux dont la concentration change avec le temps de maturation, du fait de la consommation de chaux. Enfin, la totalité des Ca^{+2} et $(OH)^{-}$ est consommée par la réaction pouzzolanique après 90 jours (à 20°C et à 50°C). Les valeurs finales de CE sont pratiquement identiques et elles sont supérieures à celle de l'Impersol non traité (sodique).

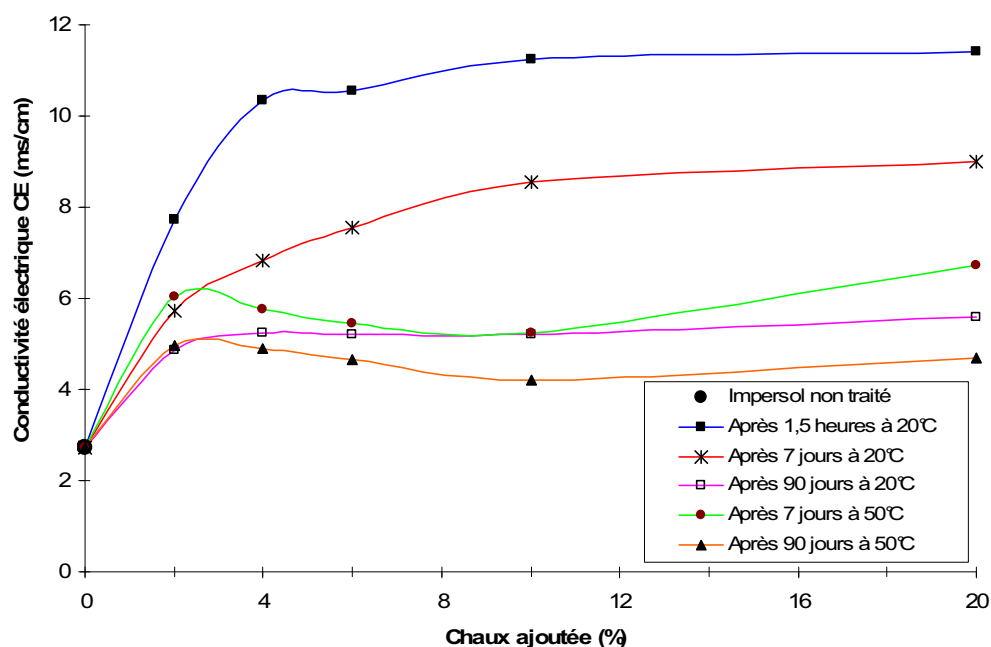


Figure 3.6 : La conductivité électrique des mélanges chaux - Impersol pour différents temps de maturation à 20°C et 50°C

3.2. Evolution de la minéralogie de l'Impersol traité à 50°C

3.2.1. Suivi des changements minéralogiques par diffraction des rayons X

3.2.1.1. Impersol traité avec 20% de chaux

Les diffractogrammes X de l'Impersol non traité et traité avec 20% de chaux pour différents temps de maturation (1, 7, 28, 45, 90 jours, 6 et 12 mois) à 50°C sont présentés sur la figure 3.7. On constate l'apparition de plusieurs nouvelles réflexions provoquées par le traitement.

Les réflexions de CAH apparaissent à $2\theta = 11,6^\circ$, $23,6^\circ$, $31,3^\circ$ et $55,3^\circ$ ($d = 0,76\text{nm}$, $0,376\text{nm}$, $0,285\text{nm}$ et $0,166\text{nm}$) dans tous les diffractogrammes des échantillons traités avec des temps de maturation de 7 jours à 1 an. De plus, seule la première réflexion ($d = 0,76\text{nm}$) apparaît, avec une intensité notable, sur le diffractogramme de l'échantillon d'Impersol traité après 1 jour de maturation. Ces réflexions sont similaires à celles observées à température ambiante. Cependant, on constate que l'intensité de ces réflexions augmente significativement dans les sept premiers jours, puis reste approximativement constante dans les deux mois suivants, pour enfin diminuer progressivement avec le temps de maturation au-delà de 3 mois.

Sur la figure 3.7, la réflexion 001 de la smectite n'a pas la même forme pour toutes les durées de maturation, son intensité et sa position varient légèrement avec le temps : ceci est expliqué par la transformation de la smectite-Na en smectite-Ca. L'augmentation de l'espace interlamellaire de la smectite de l'Impersol traité est due à la liaison $\text{Ca}^{2+}-\text{H}_2\text{O}$ qui est plus forte que la liaison $\text{Na}^+-\text{H}_2\text{O}$, et tend à former dans l'Impersol traité (smectite-Ca) un groupement $\text{Ca}^{2+}-n\text{H}_2\text{O}$ plus volumineux que le groupement $\text{Na}^+-m\text{H}_2\text{O}$ de l'Impersol purifié non traité (smectite-Na). L'augmentation de l'intensité de la smectite-Ca est due aux effets des cations Ca^{2+} interlamellaire. Ces cations rassemblent les feuillets argileux qui diffractent plus.

Ces résultats démontrent que la réaction pouzzolanique commence rapidement à 50°C, dès les premières heures de maturation, et que le nouveau minéral CAH est presque entièrement formé durant les sept premiers jours pour cette quantité importante de chaux (20%). Cette rapide formation du CAH est due à l'accélération importante de la cinétique de la réaction pouzzolanique à cette température de maturation élevée. Puis l'intensité des

réflexions du CAH diminue significativement avec la durée de maturation au-delà de 90 jours, alors que le produit de toute réaction incomplète croît avec le temps ou reste stable si la réaction est complète. Ce comportement peut être dû à l'existence d'autres réactions concurrentes, développées simultanément à cette température de maturation et conduisant à un autre hydrate, ou bien à l'existence d'une transformation du CAH conduisant à un autre hydrate.

De plus, deux nouvelles réflexions apparaissent à $2\theta \approx 29,0^\circ$ et $32,4^\circ$ ($d \approx 0,308\text{nm}$ et $0,279\text{ nm}$) sur les diffractogrammes X des échantillons traités au delà de 7 jours. La première nouvelle réflexion apparaît comme un épaulement de la réflexion principale de la calcite à $2\theta = 29,45^\circ$ ($0,3035\text{ nm}$), qui est élargie comme le montre la figure 3.8. Cette figure donne les diffractogrammes ($27^\circ \leq 2\theta \leq 32^\circ$) de 4 échantillons : l'Impersol non traité, l'Impersol traité avec 20% de chaux à 50°C après 1 jour, l'Impersol traité avec 20% de chaux à 50°C après 1 an ; et enfin un mélange de 90% d'Impersol et de 10% de calcite. On observe sur cette figure l'apparition d'un épaulement sur le diffractogramme de l'échantillon traité pendant 1 an, épaulement qui n'existe pas dans le diffractogramme du même échantillon traité pendant 1 jour, et qui ne provient pas de la calcite. Ceci montre que cet épaulement est attribuable à la réflexion d'un hydrate (CSAH) à $d = 0,309\text{ nm}$.

L'intensité de ces deux réflexions augmente avec le temps de maturation, ceci étant dû à l'augmentation de la quantité de ce produit formé par la réaction pouzzolanique. Ces réflexions sont indentifiables comme étant celles d'un Hydrate de Silico-aluminate de Calcium (CSAH) de formule $\text{Ca}_3\text{Al}_2\text{SiO}_4(\text{OH})_8$ (38-0368 et 32-0151, JCPDS).

Les réflexions de la chaux sont présentes sur le diffractogramme de l'échantillon traité après 1 jour et, sont très faible, après 7 jours. Ce comportement indique la grande capacité de ce sol à réagir avec la chaux à 50°C et confirme l'accélération de la réaction pouzzolanique. Il est intéressant de noter que la consommation de chaux et la formation du CAH sont presque complètes après les sept premiers jours de maturation à 50°C . La réaction pouzzolanique produisant le CSAH commence après 7 jours et continue à long terme. Ce comportement est différent de celui observé dans la maturation à température ambiante, où la consommation de chaux continue au-delà de 90 jours et où la réaction pouzzolanique produit majoritairement du CAH sur une longue période de temps.

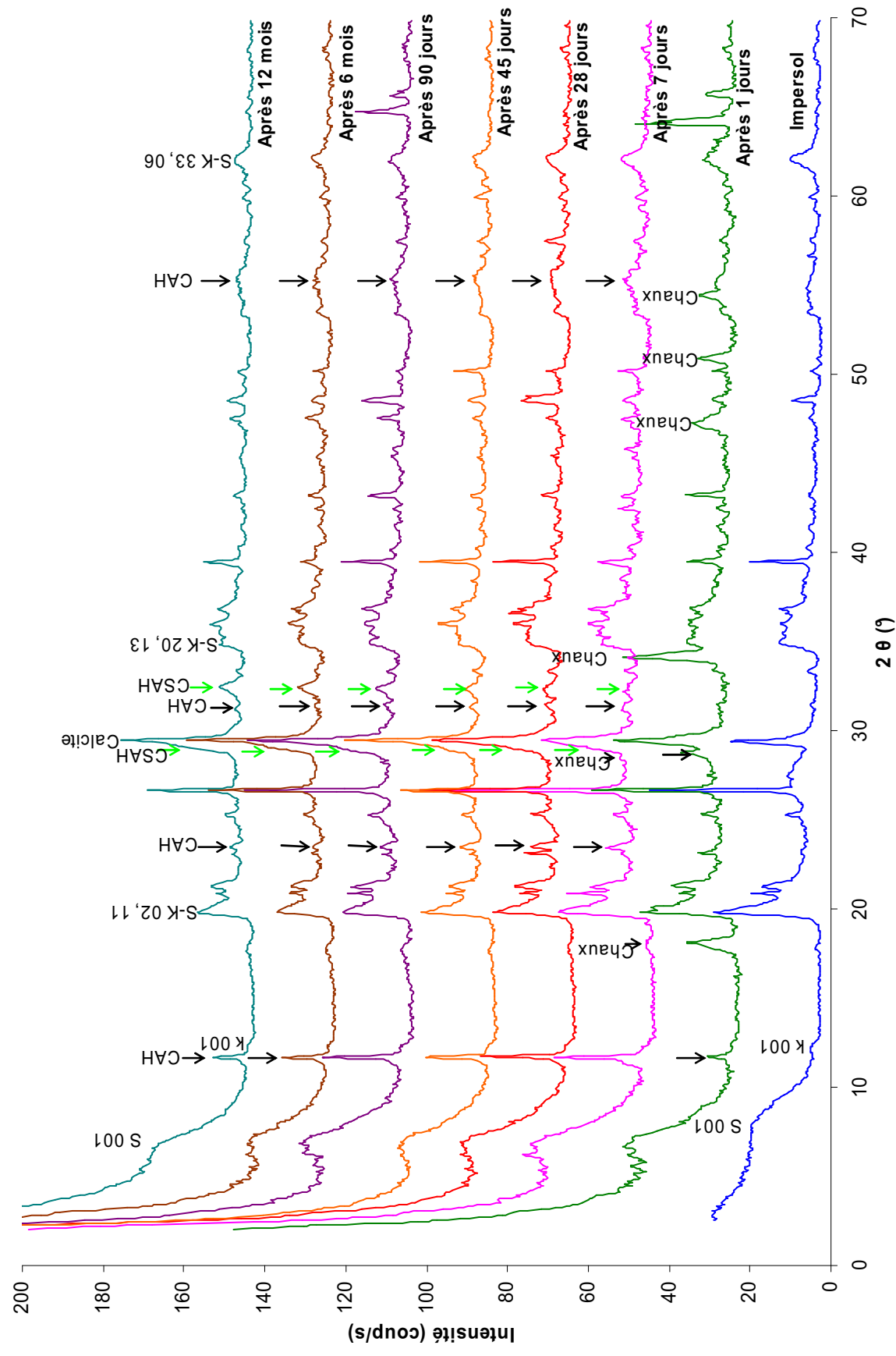


Figure 3.7 : Diffractogrammes X des échantillons de l'Impersol non traité et traité avec 20% de chaux après 1, 7, 28, 45, 90 jours, 6 et 12 mois de maturation à 50°C

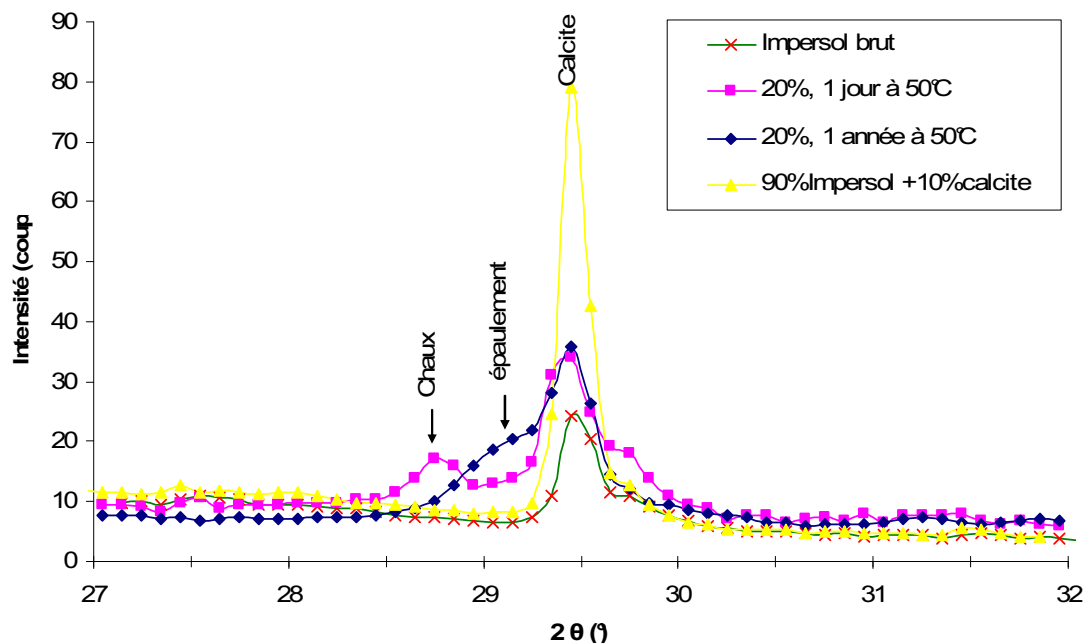


Figure 3.8 : Diffractogrammes des échantillons de l'Impersol non traité, de l'Impersol traité avec 20% de chaux après 1 jour, de l'Impersol traité avec 20% de chaux après 1 an de maturation, et du mélange 10% calcite - 90% Impersol

3.2.1.2. Impersol traité avec 10% de chaux

La Figure 3.9 donne les diffractogrammes de l'Impersol traité avec 10% de chaux. Comme pour le traitement avec 20% de chaux, on observe :

- la réflexion principale du CAH (à $2\theta \approx 11,6^\circ$ – $d = 0,76$ nm) à partir du premier jour de maturation. La quantité de CAH formé augmente, puis reste sensiblement constante au-delà de 7 jours. Comme avec 20% de chaux, la réaction pouzzolanique commence rapidement dès les premières heures et tout le CAH est formé dans la première semaine, mais la quantité de CAH produite est moins importante qu'avec 20%.
- un élargissement du pic principal de la calcite (à $2\theta = 29,4^\circ$) pour des temps de maturation supérieurs à 45 jours (épaulement attribué à la réflexion de CSAH à $d = 0,309$ nm).
- l'apparition d'une nouvelle réflexion (à $2\theta = 32,1^\circ$ – $d = 0,279$ nm) du même hydrate CSAH après 1 an de maturation.
- les réflexions de la chaux sont présentes uniquement après 1 jour, elles disparaissent après 7 jours. La totalité des 10% de chaux ajoutée est consommée durant la première semaine.
- une faible diminution de l'intensité des réflexions caractéristiques des feuillets argileux.

3.2.1.3. Impersol traité avec 8% de chaux

La Figure 3.10 donne les diffractogrammes pour le traitement avec 8% de chaux.

On observe :

- la réflexion principale du CAH (à $2\theta = 11,6^\circ$ – $d = 0,76$ nm) avec une faible intensité, du premier jour de maturation jusqu'à 1 mois. La quantité du CAH formé est très faible, croît peu avec le temps et disparaît après 1 mois ; ce qui implique une transformation du CAH, peut être en CSAH.
- un élargissement du pic principal de la calcite (à $2\theta = 29,4^\circ$) à partir des sept premiers jours de maturation (épaulement attribué à la réflexion de CSAH à $d = 0,309$ nm).
- la présence du pic principal de la chaux (à $2\theta = 34,15^\circ$) seulement pour 1 jour de maturation, la totalité de la chaux étant consommée pendant les premiers jours.
- la diminution de l'intensité des réflexions caractéristiques des feuillets argileux n'est pas observable même après 1 an ; d'où une destruction très limitée des feuillets des argiles.
- l'intensité caractéristique des pics de la calcite est légèrement augmentée sur certains diffractogrammes, c'est une conséquence de la carbonatation de la chaux avec le CO_2 de l'air.

3.2.1.4. Impersol traité avec 6% de chaux

Les diffractogrammes de la figure 3.11 sont ceux de l'Impersol traité avec 6% de chaux après différents temps de maturation.

Aucun de ces diffractogrammes ne montre l'apparition des réflexions du CAH quel que soit le temps de maturation. Avec l'augmentation de temps au-delà de 3 mois, comme pour les échantillons traités avec 8%, 10% et 20% de chaux, on observe l'élargissement du pic principal de la calcite ($2\theta = 29,4^\circ$), ce qui est attribuable à l'une des réflexions du CSAH. Cet élargissement devient plus apparent après 1 an de maturation : la quantité de cet hydrate croît avec le temps.

Les réflexions de la chaux ne sont pas présentes sur les diffractogrammes. La majorité de la chaux ajoutée (6%) est consommée très rapidement par échange cationique et le calcium résiduel est consommé rapidement dans les premiers jours.

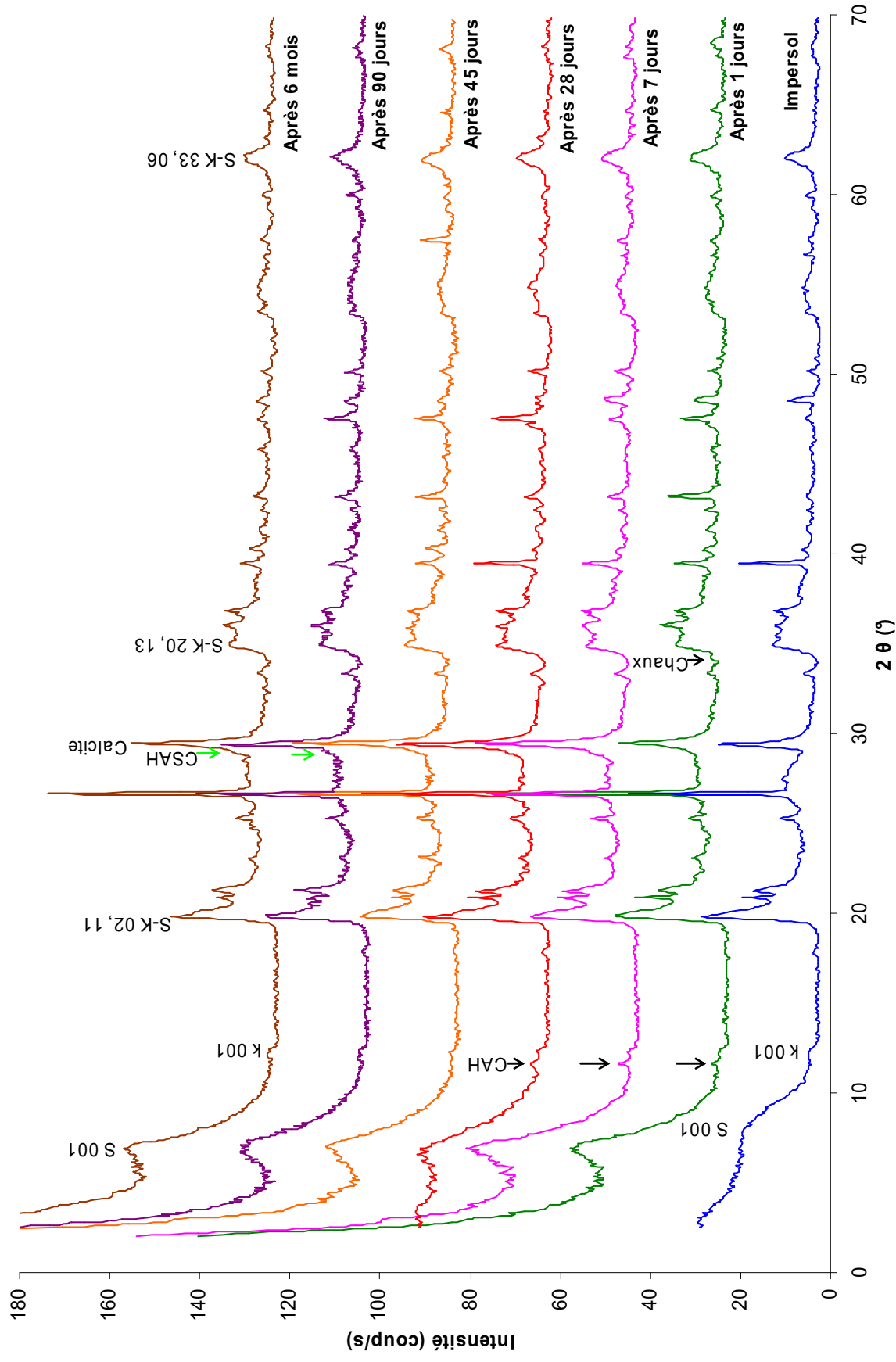


Figure 3.10 : Diffractogrammes X de l'Impersol non traité et traité avec 8% de chaux après 1, 7, 28, 45, 90 jours et 6 mois de maturation à 50°C

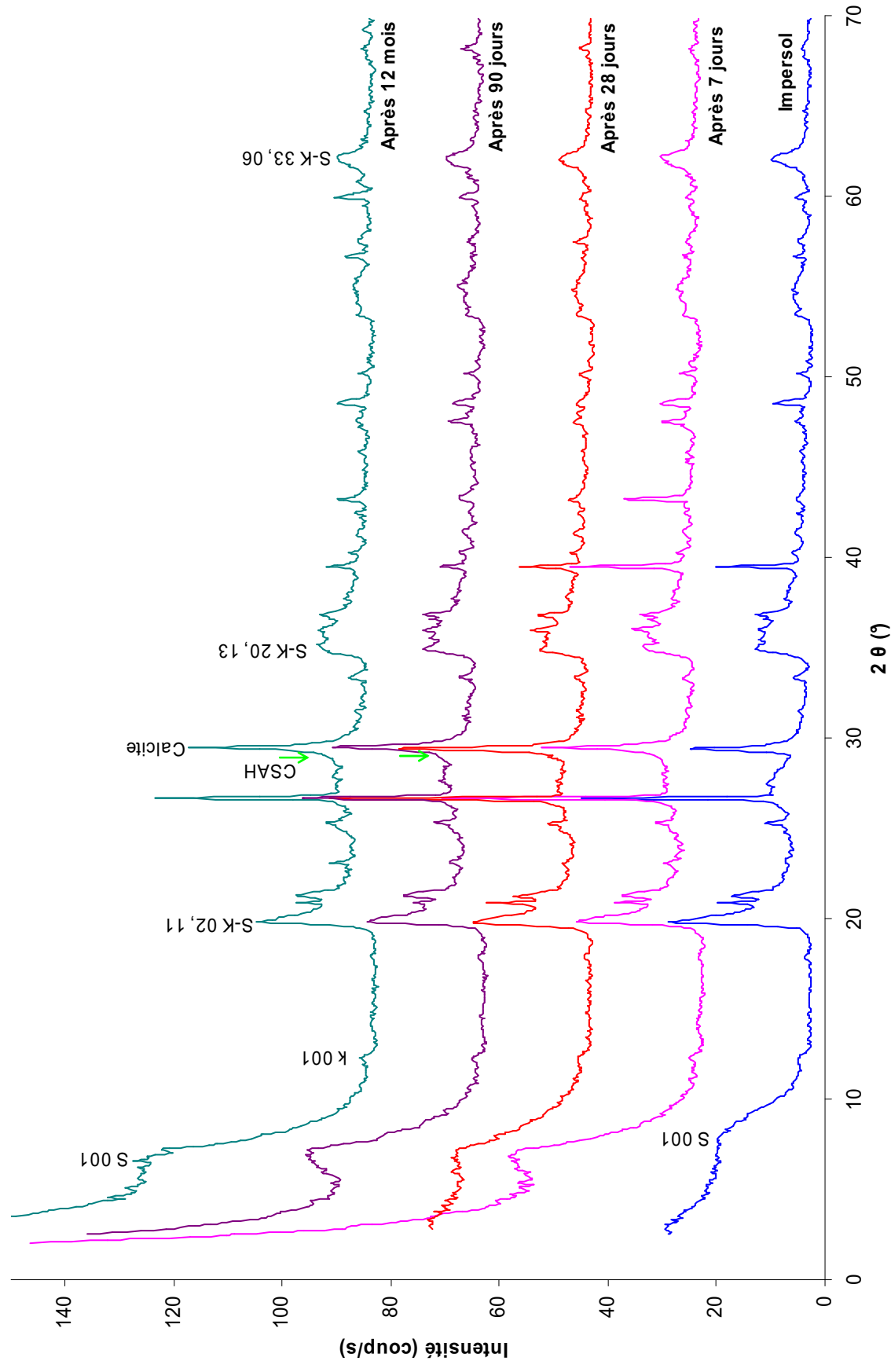


Figure 3.11 : Diffractogrammes X de l'Impersol non traité et traité avec 6% de chaux après 7, 28, 90 jours et 12 mois de maturation à 50°C

3.2.1.5. Impersol traité avec 2% et 4% de chaux

La figure 3.12 donne les diffractogrammes de l'Impersol traité avec 2% et 4% de chaux après différents temps de maturation. Aucun de ces diffractogrammes ne montre les réflexions du CAH ou d'autres réflexions même à long terme. De plus, la chaux n'est pas présente sur ces diffractogrammes ; environ 5% de chaux sont nécessaires pour réaliser un échange complet de smectite-Na en smectite-Ca. Ceci confirme que la réaction pouzzolanique pour ces deux dosages en chaux est très limitée malgré l'augmentation de la température de maturation.

3.2.1.6. Analyse et discussion

A) Evolution de la formation des hydrates avec la durée de maturation (pour différents pourcentages de chaux ajoutée)

La figure 3.13 présente l'évolution de l'intensité de la première réflexion $d = 0,76$ nm, caractéristique de l'hydrate calcique (CAH) en fonction du temps de maturation pour différentes quantités de chaux employée ($\geq 6\%$).

La Figure 3.13 montre les intensités du CAH pour des pourcentages de chaux au-dessus de 6%. La quantité d'hydrate formé augmente donc avec la chaux ajoutée. L'intensité maximale est atteinte rapidement (1 à 7 jours pour 20% de chaux). Ce comportement est dû à l'influence de la température sur la cinétique de la réaction pouzzolanique. Au-delà de 7 jours, la quantité de CAH reste approximativement constante. Cela correspond à la consommation complète de la chaux disponible, comme le montre l'absence de chaux sur les diffractogrammes après 7 jours. Ensuite, après une longue durée de maturation, la consommation en chaux décroît, notamment pour l'Impersol traité avec 20% de chaux. Ceci correspond à la formation d'un deuxième hydrate calcique.

Pour des pourcentages de chaux de 10% et 20% et pour un temps de maturation de plus de 28 jours (figures 3.7 et 3.9), de nouvelles réflexions apparaissent correspondant à un hydrate calcique (CSAH), dont l'intensité, et par conséquent la quantité, augmentent avec le temps de maturation. Un épaulement correspondant à l'une des réflexions du CSAH apparaît pour les pourcentages de chaux de 8% et 6% (figures 3.10 et 3.11).

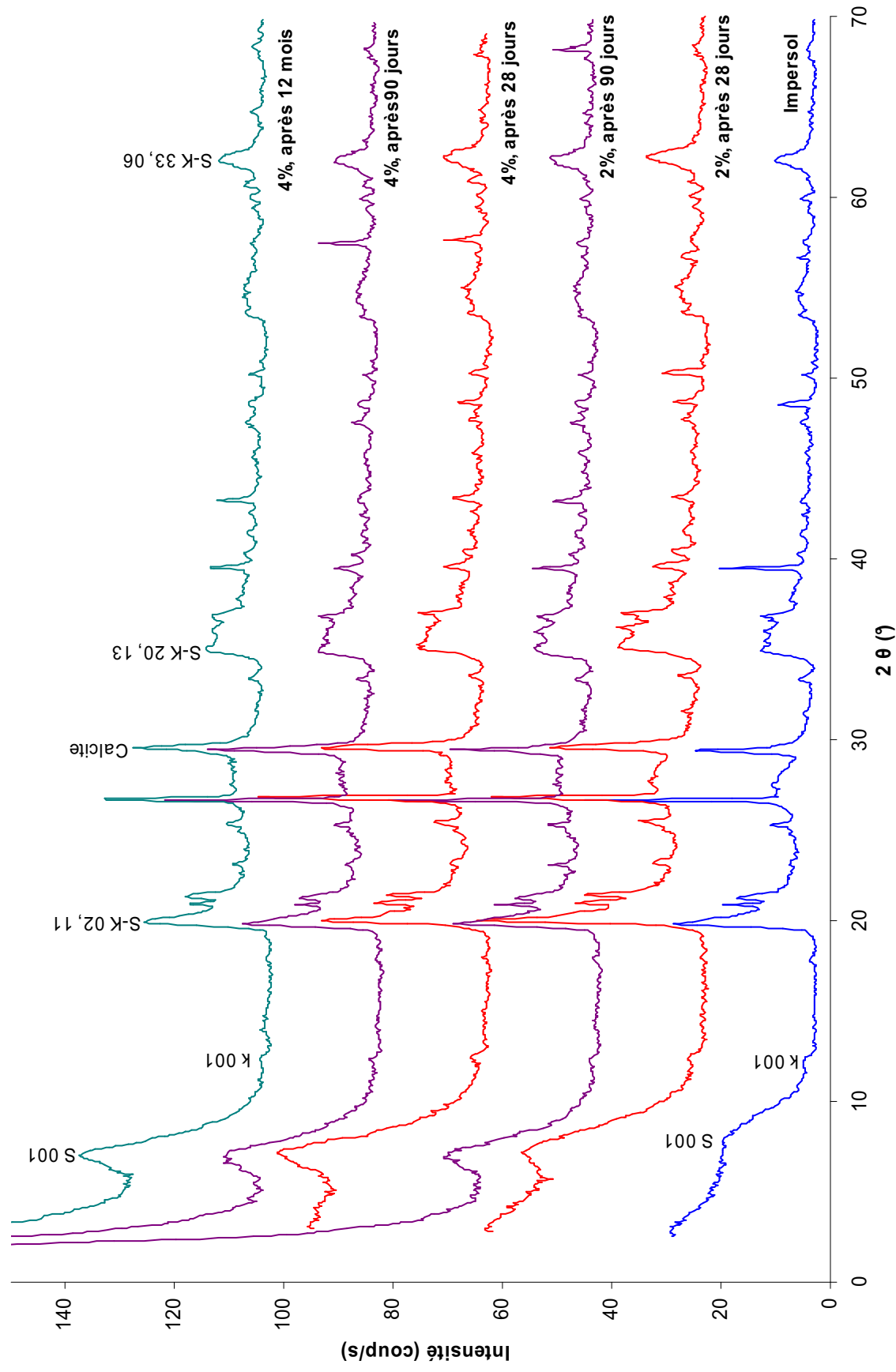


Figure 3.12 : Diffractogrammes X de l'Impersol non traité et traité avec 2% et 4% de chaux après 28 et 90 jours, et de l'échantillon traité avec 4% de chaux après 12 mois de maturation à 50°C

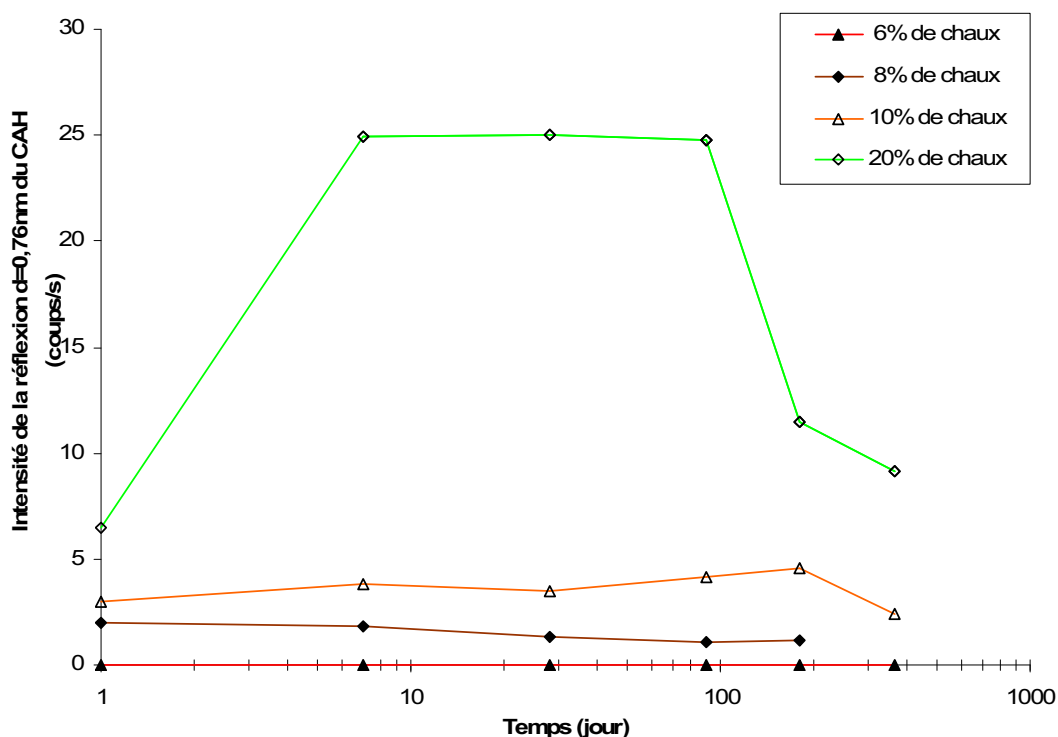


Figure 3.13 : Evolution de l'intensité de la réflexion ($d=0,76$ nm) de CAH en fonction du temps de maturation à 50°C pour différents pourcentages de chaux ajoutée ($\geq 6\%$)

La figure 3.14 présente l'évolution en fonction du temps de l'intensité de la deuxième réflexion importante du CSAH, à $2\theta=32.15^{\circ}$ ($d=0,279$ nm) pour 20% de chaux ajoutée.

On a sélectionné cette réflexion du CSAH et ce dosage en chaux de 20% parce que la quantité de CSAH formée est plus importante avec ce dosage en chaux et parce que la détermination de l'intensité de la réflexion principale du CSAH est délicate (cette réflexion étant très proche du pic principal de la calcite, elle apparaît sous forme d'épaule pour tous les pourcentages de chaux supérieurs à 4%). Cette réflexion permet donc de représenter l'évolution de la formation du CSAH, c'est à dire la progression de la réaction pouzzolanique dans le temps.

On observe sur cette figure une augmentation continue de l'intensité, et par conséquent de la quantité de CSAH, avec une vitesse relativement importante jusqu'à 6 mois de maturation. L'augmentation du temps de maturation au-delà de 6 mois n'a pas d'effet sur la formation de CSAH (fin des réactions).

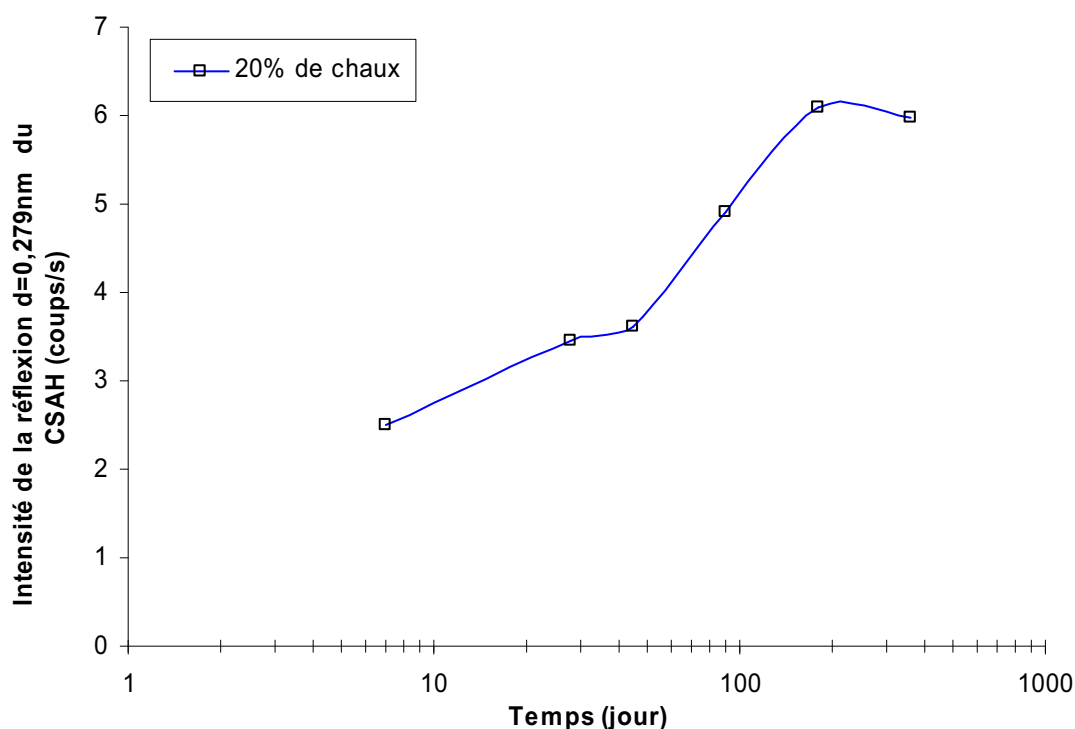


Figure 3.14 : Evolution de l'intensité de la réflexion de CSAH ($d = 0,279 \text{ nm}$) en fonction du temps de maturation à 50°C pour l'addition de 20% de chaux

B) Evolution de la destruction des feuillets des argiles en fonction de la durée de maturation (addition de 20% de chaux)

La Figure 3.15 présente la diminution de l'intensité des réflexions caractéristiques $\{h,k\}$ des minéraux argileux (02,11) à $2\theta = 19,85^\circ$ et (06,33) à $2\theta = 62,05^\circ$ en fonction du temps de maturation, à 50°C pour les échantillons traités avec 20% de la chaux.

On constate que l'intensité des deux réflexions diminue avec le temps : fortement au cours des trois premiers mois et légèrement après 6 mois. Ces résultats montrent une destruction progressive des feuillets argileux (en milieu basique) par l'action de la chaux. L'accélération à 50°C de la cinétique de la réaction pouzzolanique induit une plus grande réactivité (une consommation plus complète des cations calcium).

C) Evolution de la consommation en chaux avec la durée de maturation (6%, 8%, 10% et 20%)

Les résultats de la diffraction des rayons X montrent que la totalité de la chaux ajoutée est déjà consommée à court terme (dans la première semaine), même pour le plus fort dosage employé 20%. Cette consommation importante et rapide, compte tenu de la consommation

initiale pour l'échange cationique, est due à l'accélération de la cinétique des réactions avec l'élévation de la température.

L'évolution de la quantité de chaux consommée en fonction du temps de réaction, pour différents pourcentages de chaux ajoutée, est regroupée dans le tableau 3.3. La proportion de chaux non consommée est calculée, comme pour l'étude à 20°C, à partir du rapport des intensités du pic principal de la chaux, à $2\theta = 34,15^\circ$, avant et après maturation.

On constate dès le premier jour un accroissement de la quantité de chaux consommée à 50°C, par rapport à la consommation à 20°C. La vitesse de consommation de la chaux, calculée entre 1 et 7 jours, est de 0,14%, 0,32% et 1,44 % de chaux par jour pour les additions de 8%, 10% et 20% de chaux. Elle est nulle pour 6% de chaux. Par conséquent, la vitesse est multipliée approximativement par deux et dix lorsque la quantité en chaux augmente respectivement de 8% à 10% et de 8% à 20% de chaux. On constate que l'effet d'un fort dosage de chaux sur la cinétique est sensiblement proportionnel à la quantité de chaux disponible. La relation entre la vitesse de consommation en chaux et la quantité de chaux ajoutée est linéaire et démontre que la vitesse de consommation est de la forme $V(\% \text{chaux} / \text{jour}) \approx 10 \times \{C(\%) - 6\}$.

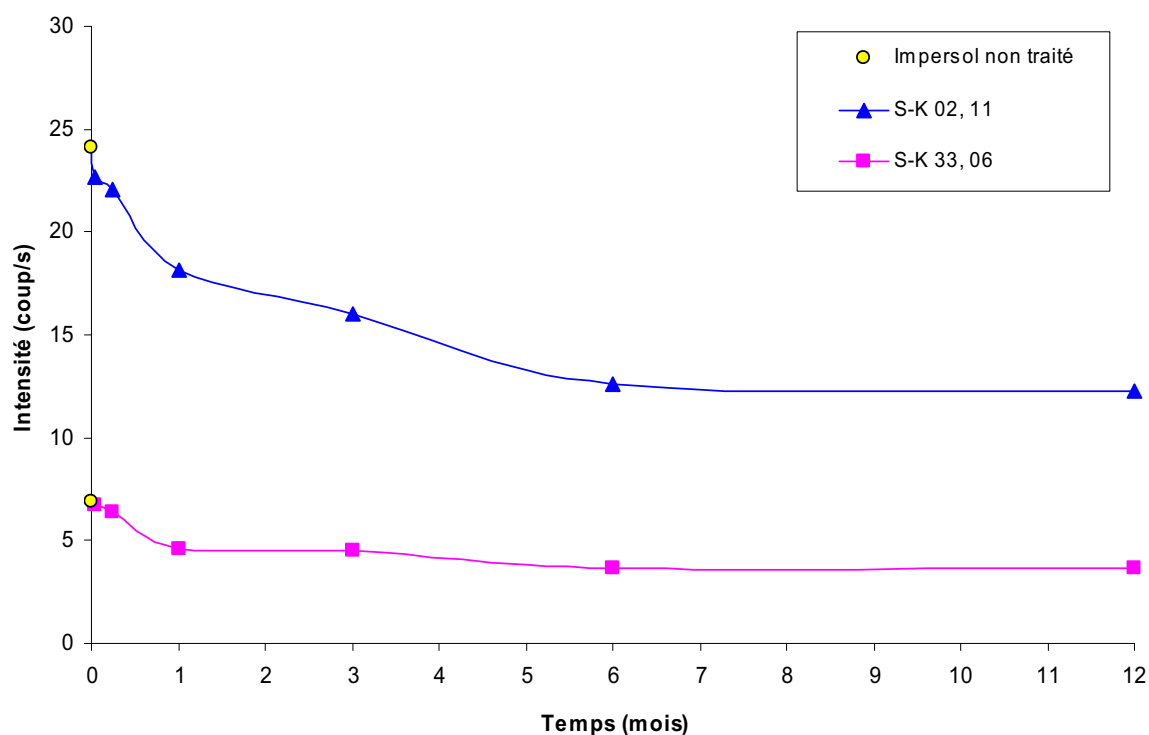


Figure 3.15 : Evolution en fonction du temps de maturation de l'intensité des deux réflexions {h,k} (02,11 et 06,33) des feuillets argileux de l'Impersol traité avec 20% de chaux à 50°C

Tableau 3.3 : Quantité de chaux consommée en fonction du temps de maturation à 50°C pour des dosages en chaux ajoutée (6%, 8%, 10% et 20%)

Temps (en jour)	6%	8%	10%	20%
1	5,7	6,8	7,3	9,1
7	5,7	7,6	9,3	17,7
28	5,7	7,5	9,4	18,8

D) Evolution de la formation de CAH après 7 jours et après 1 an de maturation en fonction de la chaux ajoutée

La figure 3.16 donne les intensités de la réflexion $d=0,76$ nm du CAH produit après 7 jours et après 1 an de maturation pour différents dosages de chaux ($\geq 6\%$).

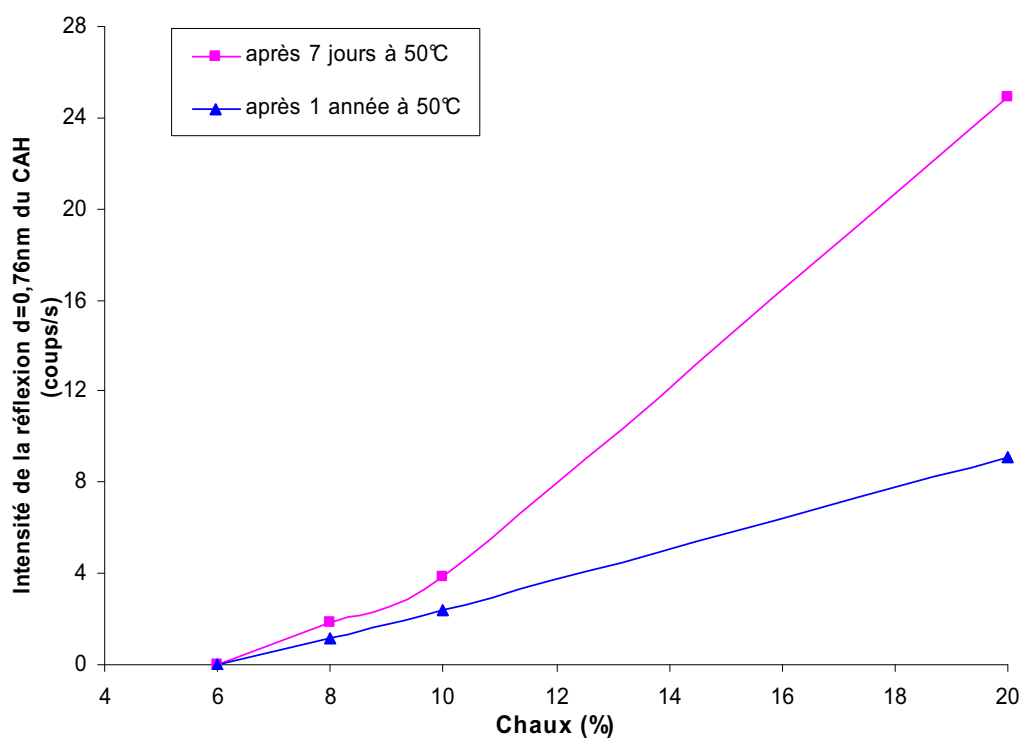


Figure 3.16 : Intensité de la réflexion $d=0,76$ nm du CAH après 7 jours et après 1 an de maturation à 50°C, pour différents pourcentages de chaux ajoutée

On constate pour les deux durées de réaction (de maturation) que l'intensité, donc la quantité de CAH formé, augmente avec la quantité de chaux ajoutée, au delà de 6%.

On observe une diminution de l'intensité du CAH lorsque la durée de maturation passe de 7 jours à 12 mois, de l'ordre de 40% à 60%, et par conséquent une diminution de la

quantité de ce nouveau minéral. Cette diminution de la quantité du CAH pourrait être la conséquence d'une transformation du CAH en CSAH au cours du temps sous l'effet de cette température importante de maturation (50°C). L'évolution des intensités du CSAH (figure 3.14) montre une augmentation progressive de la quantité du CSAH avec le temps.

E) Evolution à long terme (1 an) de la destruction des feuillets des argiles en fonction du pourcentage de chaux ajoutée

La figure 3.17 donne la relation entre les quantités de chaux ajoutée (de 6% à 20%) et la réduction de l'intensité des réflexions {h,k} des feuillets des argiles après 1 an de traitement. La réduction est calculée comme pour le traitement à 20°C, à partir des intensités des réflexions (02,11) et (06,33) des argiles.

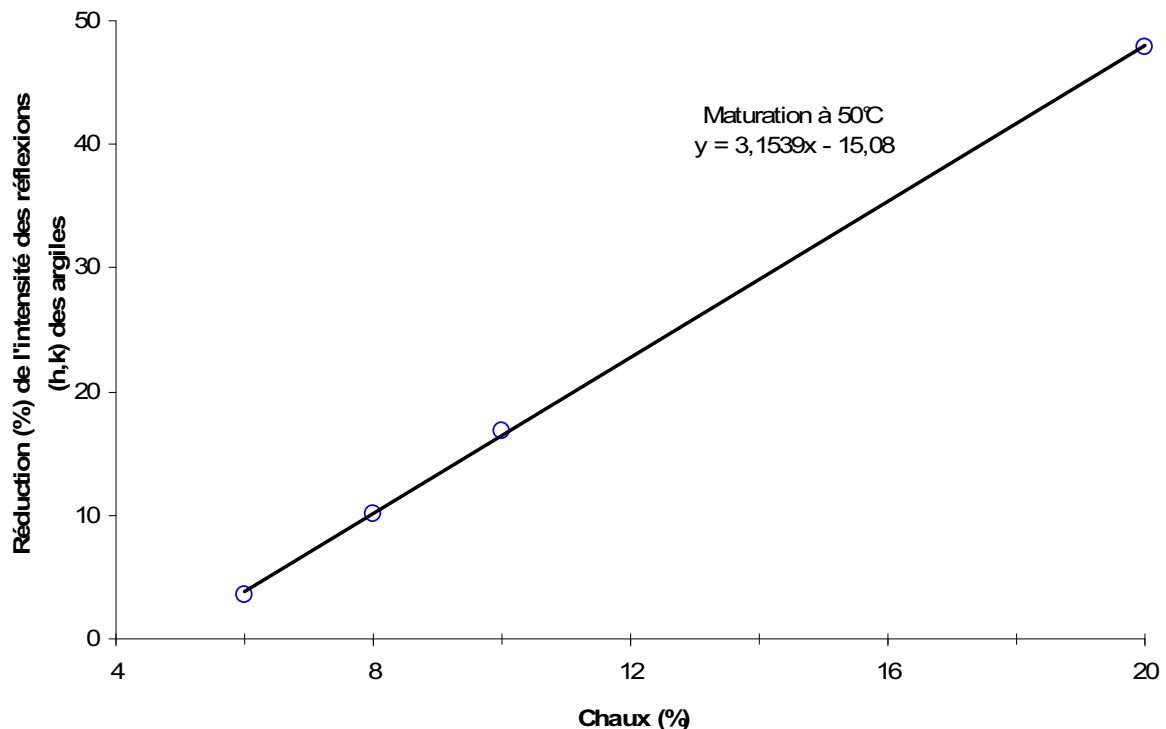


Figure 3.17 : Evolution de la réduction de l'Intensité des réflexions {h,k} des minéraux argileux après 1 an de maturation à 50°C, en fonction du dosage en chaux ajoutée

On constate que la réduction de l'intensité suit une relation pratiquement linéaire avec la chaux ajoutée ; la destruction des feuillets argileux est proportionnelle à la quantité de chaux ajoutée au traitement.

Cette courbe coupe l'axe des abscisses à 4,8% de chaux ; ce qui implique que l'addition d'une proportion de chaux inférieure à 4,8% ne doit pas affecter de façon

significative les feuillets argileux. Cette proportion minimale de chaux est inférieure à celle estimée à température ambiante : l'élévation de la température augmente l'activité pouzzolanique et l'attaque par la chaux des particules argileuses. De plus, cette relation montre que l'ajout d'une proportion pondérale de chaux $\Delta C(\%)$ produit la destruction d'une proportion de feuillets $\Delta f(\%)$ deux à trois fois plus importante. Ces résultats sont similaires à ceux obtenus à 20°C.

3.2.1.7. Bilan et discussion

- **Réaction pouzzolanique pour l'Impersol traité à 50°C**

La figure 3.18 donne les diffractogrammes X de l'Impersol non traité et traité avec différents pourcentages de chaux après 1 an de maturation à 50°C.

Ces résultats montrent que la maturation à la température de 50°C mène à une accélération importante de la cinétique de la réaction pouzzolanique. La consommation de chaux est fortement développée dans les premiers jours.

Deux réactions successives sont observées, la première réaction produit le CAH rapidement dans les premiers jours et la seconde réaction se développe après 7 jours et progresse à long terme.

Le premier produit de la réaction pouzzolanique est un hydrate d'aluminate calcique, CAH. Le CAH est observé pour des pourcentages de chaux supérieurs à 6%. Cet hydrate est entièrement formé dès la première semaine, contrairement au traitement à 20°C. La formation de CAH est alors très lente et faible. Ce nouveau corps de cimentation (CAH) est responsable de l'augmentation de la rigidité de ce sol traité dans les premiers jours.

Après une durée de maturation supérieure à 28 jours, un hydrate de silico-aluminate calcique (CSAH) apparaît. Cet hydrate est observé pour des dosages de chaux supérieurs à 4%. La formation de cet hydrate est responsable de la poursuite du développement de la résistance à long terme.

A long terme et en particulier pour un fort dosage de chaux (20%), on constate une diminution de la quantité de CAH. Ceci pourrait être attribué au développement d'une autre réaction pouzzolanique concurrente plus lente à se développer.

L'effet de la proportion de chaux devient appréciable avec la maturation à 50°C. La température de maturation élevée induit une accélération de la vitesse de consommation de la chaux ainsi qu'une accélération de la formation de CAH et CSAH, et augmente la quantité finale des deux hydrates CAH et CSAH.

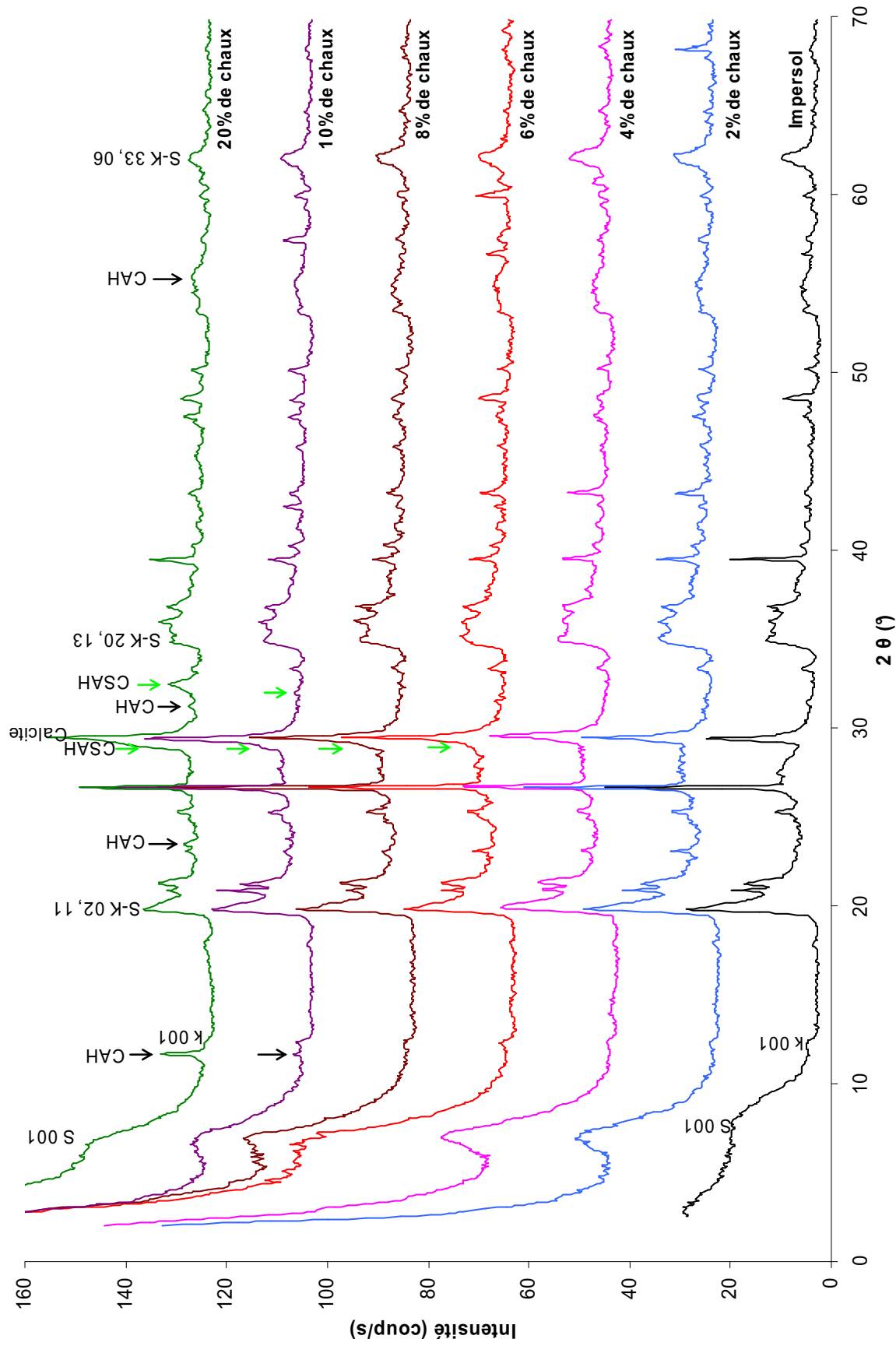


Figure 3.18 : Diffraction des rayons X de l'Impersol non traité et traité après 1 an de maturation à 50°C, avec différents pourcentages de chaux ajoutée

3.2.2. Comparaison des résultats des DRX obtenus à 20°C et à 50°C

L'élévation de la température permet d'accélérer la réaction pouzzolanique qui est une réaction très lente. La réduction du temps de réaction ainsi obtenue permet une étude de l'évolution des réactifs et des produits pendant une durée raisonnable.

3.2.2.1. Evolution de la formation du CAH, à 20°C et 50°C, en fonction du dosage en chaux ajoutée

Le tableau 3.4 donne l'intensité de la réflexion principale du CAH, pour les différentes quantités de chaux employées (de 6% à 20%) après 1 an de maturation à 20°C et 50°C et 7 jours à 50°C.

On remarque sur le tableau que les intensités du CAH, pour une proportion donnée de chaux ajoutée, sont, dans tous les échantillons traités à 20°C, supérieures à celles des échantillons traités après 7 jours à 50°C (7 jours est le temps de réaction qui correspond à la formation maximale de CAH).

L'élévation de température de maturation accélère la formation des hydrates.

- à 20°C, on n'observe le CAH qu'au bout d'un an. On observe également la très faible formation d'un autre hydrate calcique (CSAH).
- à 50°C, le CAH se forme rapidement. Le CSAH se forme ensuite lentement, probablement aux dépens du CAH.

Tableau 3.4 : Intensité de la réflexion principale du CAH (coups/s) estimée après 7 jours de maturation à 50°C et 1 année à 20°C et 50°C pour des dosages en chaux ajoutée (6%, 8%, 10% et 20%)

Intensité de réflexion principale du CAH	Après 1 année à 20°C	Après 7 jours à 50°C	Après 1 année à 50°C
6% de chaux	0,0	0,0	0,0
8% de chaux	4,1	1,8	1,2
10% de chaux	6,2	3,9	2,4
20% de chaux	27,6	24,9	9,1

3.2.2.2. Evolution de la destruction des feuillets des argiles, à 20°C et 50°C, en fonction du dosage en chaux ajoutée

Le tableau 3.5 donne la proportion de réduction des intensités $\{h,k\}$ caractéristiques des argiles après une année de maturation, en fonction du pourcentage en chaux ajoutée et de la température de maturation.

On observe que l'élévation de température induit une réduction supplémentaire (de l'ordre de quelques pourcents) des intensités des deux réflexions $\{hk\}$, d'où une détérioration plus importante des argiles lorsque la température augmente de 20°C à 50°C. Les données du tableau 3.5 confirment que la destruction des feuillets argileux croît avec la quantité de chaux ajoutée et avec l'augmentation de la température.

Tableau 3.5 : Réduction moyenne de l'intensité des deux réflexions (02,11) et (06,33) des feuillets argileux après 1 an de maturation à 20°C et 50°C pour des dosages en chaux ajoutée (6%, 8%, 10% et 20%)

Réduction moyenne de l'intensité des raies $\{hk\}$ des argiles (en %)	Après 1 an à 20°C	Après 1 an à 50°C
6% de chaux	0,8	3,6
8% de chaux	6,3	10,1
10% de chaux	14,4	16,9
20% de chaux	42,4	47,9

3.2.2.3. Evolution de la consommation en chaux en fonction de la température de maturation (20°C et 50°C)

L'analyse par la DRX des échantillons traités avec différents pourcentages en chaux à 20°C (paragraphe 2.4.1–chapitre 2) et à 50°C (paragraphe 3.2.1–chapitre 3) montre une accélération importante de la consommation de chaux avec l'élévation de température.

Pour les dosages en chaux inférieurs à 6%, la chaux est complètement consommée à très court terme (de l'ordre de quelques heures) par échange cationique.

Compte tenu de cet échange cationique rapide, les vitesses, calculées à partir des quantités de chaux consommées entre le premier et le septième jour de réaction, sont liées à la réaction pouzzolanique. Le tableau 3.6 résume ces vitesses de consommation de chaux, issues de la réaction pouzzolanique, à 20°C et 50°C pour différents pourcentages de chaux ajoutée (8% à 20%).

On remarque que la vitesse, à une température de maturation donnée, croît avec le pourcentage de chaux, ce qui est dû à l'augmentation des interactions entre la chaux et les particules argileuses.

On constate que la vitesse de consommation de la chaux augmente avec la température, car comme pour toutes les cinétiques des réactions chimiques, elle est accélérée par une élévation de température. La vitesse de consommation de la chaux est multipliée par 1,5 et 3 lorsque la température augmente respectivement de 20°C à 50°C pour l'addition de 8% ou 10% de chaux, alors qu'elle est multipliée par 8,5 pour l'addition de 20% de chaux.

La comparaison des vitesses à deux températures permet d'obtenir l'énergie d'activation (E_a) de la réaction de consommation de chaux. On observe que l'énergie d'activation E_a , pour les dosages en chaux ajoutée au-delà de 8%, a un l'ordre de grandeur correct pour une énergie d'activation (E_a de l'ordre de 28,8 à 65 kJ/mol).

De plus, l'augmentation de la température de 20°C à 50°C induit une réduction du temps caractéristique de réaction (le temps de consommation totale de la chaux ajoutée) de 80% à 90%. Cette diminution importante du temps de réaction limite la carbonatation de la chaux.

Tableau 3.6 : Vitesse moyenne de consommation de la chaux (en pourcentage de chaux par jour) de l'Impersol traité à 20°C et 50°C, avec 8%, 10% et 20% de chaux ajoutée

Température (°C)	8%	10%	20%
V à 20°C (durant les 7 premiers jours)	0,095	0,10	0,17
Temps de consommation complète (en jour)	30	48	84
V à 50°C (du 1er au 7ème jour)	0,14	0,32	1,44
Temps de consommation complète (en jour)	8	8	10
V50°C/V20°C	1,5	3,2	8,5
Energie activation (kJ/mol)	11	31	56

Energie d'activation de la réaction (E_a , kJ/ mol) = $R \cdot T_1 \cdot T_2 \cdot \ln(V_2/V_1)/(T_2 - T_1)$,

R est constant (8,32 J.K⁻¹.mol⁻¹), T1 et T2 sont des températures exprimées en K ($F = 273 + T^\circ\text{C}$)

3.2.3. Suivi des changements minéralogiques par analyse thermogravimétrique (ATG)

3.2.3.1. Impersol traité avec 20% de chaux

3.2.3.1.1 Interprétation des courbes thermogravimétriques (TG et DTG) des échantillons traités

Les figures 3.19–a et 3.19–b présentent, pour $T \geq 105^\circ\text{C}$, les courbes TG(T) de pertes de masse relatives (fig. 3.19–a) et leurs dérivées DTG(T) (fig. 3.19–b) de l'Impersol traité avec 20% de chaux et analysé après 1, 3, 6 et 12 mois de maturation à 50°C , ainsi que les courbes théoriques de référence (I, C et I+C) correspondantes à ce dosage en chaux (20%).

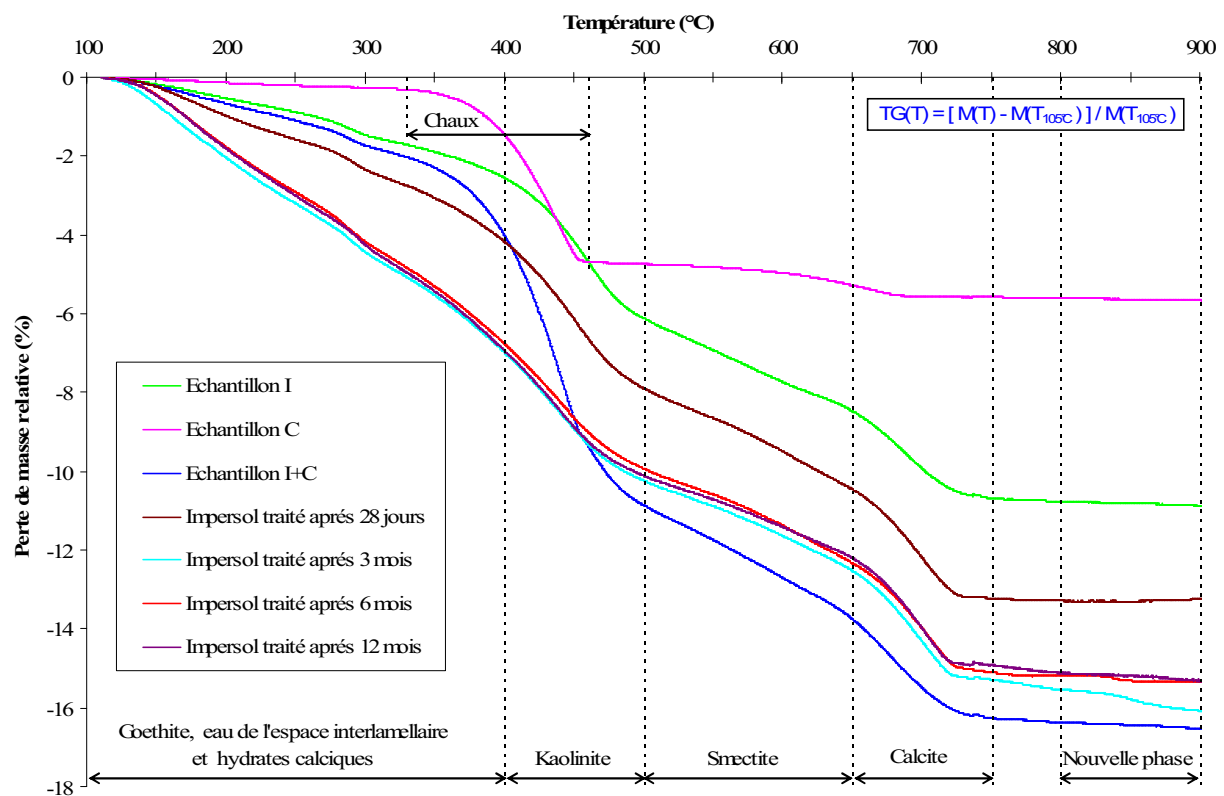


Figure 3.19–a : Courbes TG(T) des échantillons de l'Impersol traité avec 20% de chaux durant 1, 3, 6 et 12 mois à 50°C et de trois échantillons théoriques de référence (I, C et I+C) correspondants à 20% de chaux

Comme pour l'analyse thermogravimétrique de l'Impersol traité à 20°C , la comparaison des courbes TG expérimentales et celles théoriques de référence montre que :

- les courbes TG(T) ne sont pas superposées, c'est une conséquence du traitement.

- les courbes TG(T) de l'Impersol traité ayant une durée de maturation supérieure à 3 mois sont confondues ; les compositions minéralogiques sont voisines, la réaction pouzzolanique est terminée.

L'analyse des courbes DTG(T) permet d'identifier les modifications apportées par le traitement.

a) Apparition d'une première perte de masse entre 105°C et 250°C

On observe sur DTG(T) l'apparition d'un pic large entre 105°C et 250/260°C qui croît avec le temps, jusqu'à 3 mois, puis reste approximativement constant au-delà de cette période (fin de la réaction pouzzolanique). A l'inverse, pour le traitement à 20°C, deux pics apparaissent dans cet intervalle de température.

Ce pic est attribué à la déshydratation d'un hydrate calcique, CAH, formé par la réaction pouzzolanique avec éventuellement un départ supplémentaire d'eau liée aux argiles attaquées par la chaux ou piégées. L'augmentation de la perte de masse avec le temps de réaction est due à la formation croissante de CAH. Cette perte de masse est également plus rapide à 50°C qu'à 20°C.

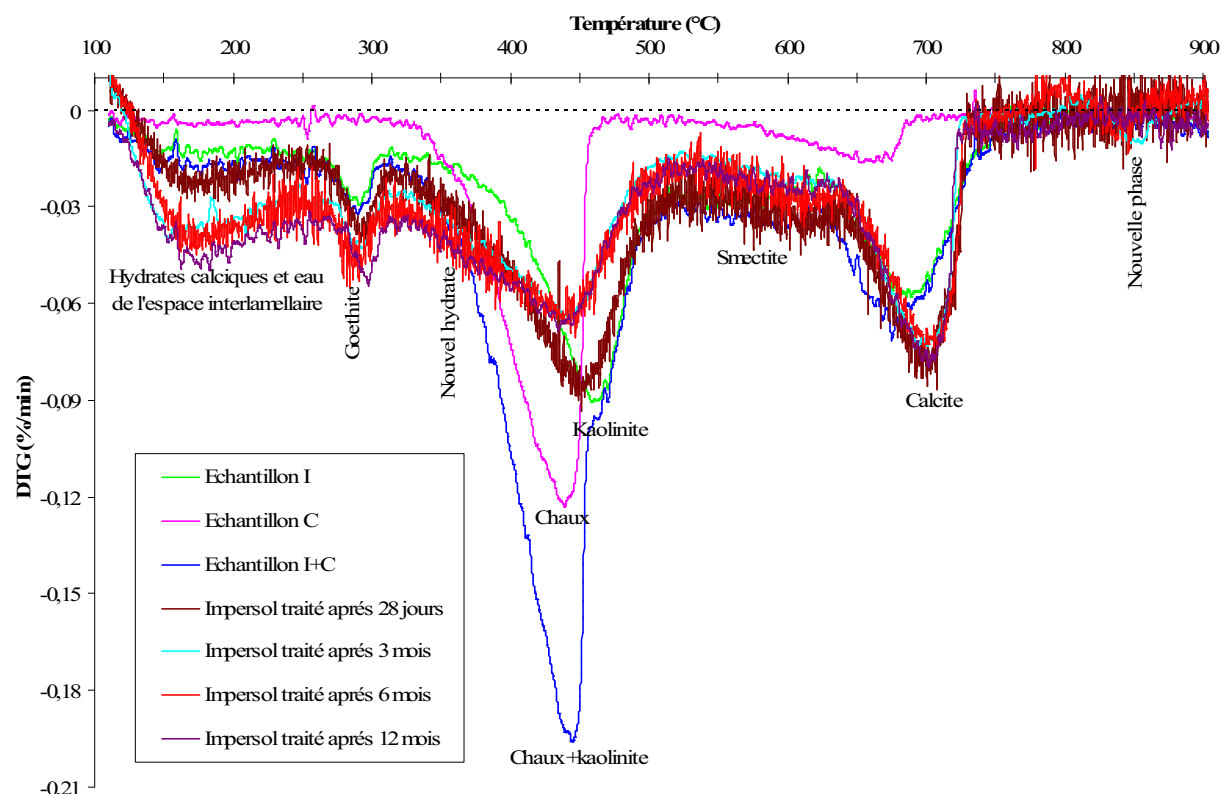


Figure 3.19-b : Courbes DTG(T) des échantillons de l'Impersol traité avec 20% de chaux durant 1, 3, 6 et 12 mois à 50°C et des trois échantillons théoriques de référence (I, C et I+C) correspondants à 20% de chaux

b) Déshydratation de la chaux n'ayant pas réagi entre 330°C et 460°C

Quel que soit le temps de maturation, aucune courbe DTG de l'Impersol traité ne montre la présence de pic lié à la déshydratation de la chaux. Les 20% de chaux sont consommées pendant le premier mois de maturation à cette température (50°C).

Le pic lié à la déshydratation de la goethite, entre 260°C et 320°C, reste stable (position et aire) pour tous les échantillons traités ou non traités. La goethite n'est pas affectée par le traitement.

c) Apparition d'une deuxième perte de masse entre 300°C et 400/450°C

On observe sur toutes les courbes DTG(T) des échantillons traités l'apparition d'une dissymétrie et d'un déplacement du pic de la kaolinite vers les faibles températures, qui augmentent de 1 à 3 mois. A l'inverse, le 3 à 12 mois, les courbes TG(T) et DTG(T) sont pratiquement superposées.

Cette perte de masse, entre 300°C et 400/450°C, est attribuée à la déshydratation de l'hydrate calcique, CSAH ; dont la formation progresse pendant trois mois (fin de la réaction pouzzolanique).

Entre 105°C et 400/450°C, la perte de masse relative de l'Impersol traité est plus importante que celle de l'Impersol non traité (échantillon I – 80% d'Impersol + complément inerte thermique). Cette perte de masse croît avec le temps de maturation jusqu'à 3 mois, ce qui correspond au développement complet de la réaction pouzzolanique à 50°C.

d) Déshydroxylation des minéraux argileux dans les échantillons traités entre 350/400 et 650°C

Sur les courbes DTG, on constate une diminution de la déshydroxylation des argiles (entre 350°C et 650°C) des échantillons traités par rapport au non traité, ayant la même proportion initiale d'Impersol (échantillon I). Cette diminution est faible au départ (les premiers 28 jours), elle croît et reste constante après 3 mois de maturation.

Cette diminution est une conséquence de la destruction partielle des feuillets argileux. Cette évolution rapide d'interaction entre la chaux et les argiles est due à la température de réaction. Elle est limitée par la consommation complète de la chaux utilisée pour former les différents hydrates.

e) Décarbonatation de la calcite dans les échantillons traités entre 650°C et 750°C

Les courbes TG de tous les échantillons traités montrent une augmentation relativement faible de la perte de masse associée à la décarbonatation de la calcite, par rapport

à la perte de masse du mélange sans interaction. Ceci indique une formation de calcite par carbonatation partielle de la chaux avec le CO_2 de l'atmosphère.

f) Apparition d'une troisième perte de masse entre 800°C et 900°C

Pour 3 mois de maturation, on observe l'apparition d'une faible perte masse entre 800°C et 900°C, similaire à celle observée dans le cas de la maturation à température ambiante. Elle diminue ensuite avec le temps et disparaît après 1 an. Cette nouvelle phase est peut être le CSH, mentionné précédemment.

3.2.3.1.2 Comparaison des pertes de masse de l'Impersol traité et non traité

Comme pour la maturation à température ambiante, l'effet du traitement est illustré par la comparaison des courbes TG expérimentales de tous les échantillons traités et des courbes théoriques TG calculées (80% d'Impersol non traité—échantillon I - ou mélange 20% chaux—80% d'Impersol sans interaction—échantillon I+C).

a) Evolution de la perte de masse entre 105°C et 500°C de l'Impersol traité, par rapport à celle de l'Impersol non traité, en fonction du temps de maturation {déshydratation des hydrates calciques, $\Delta\text{TG}(T)$ }

La figure 3.20 présente, en fonction de la température (entre 105°C et 500°C), l'évolution de la différence des pertes de masse relative $\Delta\text{TG}(T)$ entre l'Impersol traité avec 20% de chaux et l'Impersol non traité, pour deux échantillons ayant la même proportion d'Impersol avant traitement. En éliminant les pertes de masse des parties non affectées par le traitement, comme le départ de l'eau interlamellaire des argiles non attaquées et la déshydratation de la goethite; $\Delta\text{TG}(T)$ permet de quantifier les effets du traitement comme la perte de masse associée aux hydrates formés.

On remarque que $\Delta\text{TG}(T)$ augmente avec la température jusqu'à 450°C, mais avec des vitesses légèrement différentes, avant et après 260/280°C, ce que l'on peut attribuer aux pertes de masse de deux composants différents dans les échantillons traités.

La pente de $\Delta\text{TG}(T)$ passe par un minimum vers 260–280°C, cette température correspond à la fin de la déshydratation du CAH formé.

Ensuite, $\Delta\text{TG}(T)$ augmente avec une vitesse plus faible et passe par un maximum vers 450°C. Cette deuxième perte de masse est attribuable à la déshydratation du CSAH produit par la réaction pouzzolanique.

La différence de perte de masse totale, $\Delta TG(440/450^\circ C)$, et par conséquent la quantité d'hydrates formés, croît de 2,1% à 4,8% lorsque le temps de maturation augmente de 28 jours à 3 mois, puis reste approximativement constante au-delà de 3 mois. Cela montre que la totalité de la réaction pouzzolanique se développe dans les trois premiers mois, à $50^\circ C$, avec ce dosage.

La diminution de $\Delta TG(T)$ après $440/450^\circ C$ est liée à la diminution de la déshydroxylation de la kaolinite dans les échantillons traités, conséquence du traitement.

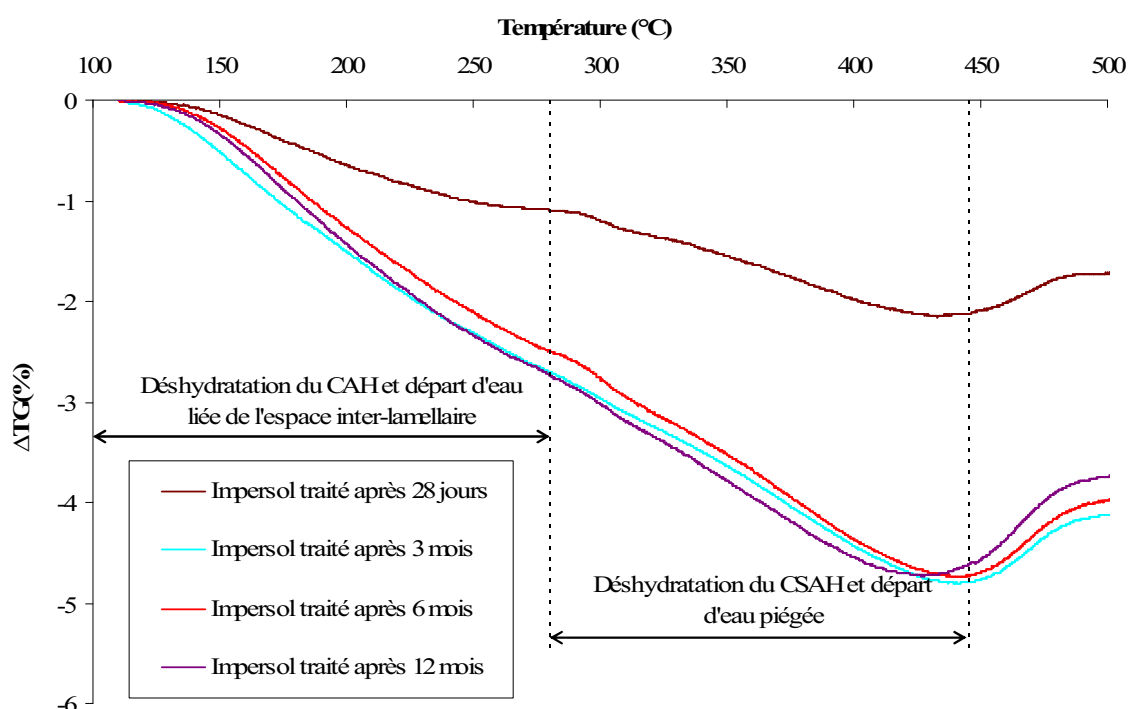


Figure 3.20 : Différences des pertes de masse relatives $\Delta TG(T)$ entre l'Impersol traité avec 20% de chaux durant 28 jours, 3, 6 et 12 mois à $50^\circ C$, et la perte de masse relative de l'échantillon (I), contenant 80% d'Impersol et 20% d'un corps inerte thermiquement

b) Bilan des pertes de masse de l'Impersol traité et non traité

Le tableau 3.7 regroupe les pertes de masse relatives, en % de $M(T_0 = 105^\circ C)$, des divers composants de l'Impersol traité avec 20% de chaux après 1, 3, 6 et 12 mois à $50^\circ C$, et des échantillons théoriques de référence.

La comparaison des pertes de masse avec et sans interaction argile–chaux montre que :

- La perte de masse totale de l'Impersol traité est supérieure à celle de l'échantillon non traité (échantillon I) (déshydratation des nouveaux hydrates formés). Pour une durée de

maturation supérieure à 3 mois, la perte de masse est proche de celle du mélange supposé sans interaction, 20% chaux – 80% Impersol (échantillon I+C).

- Le traitement augmente la perte d'eau entre 105°C et 400/450°C qui est due à la déshydratation des nouveaux hydrates et éventuellement à un départ d'eau liée aux cations et piégée dans la structure collapsée de l'Impersol brut. La perte d'eau augmente de 1,9% à 4,1% pour l'Impersol traité après le premier mois et de 6,6% après une durée de maturation supérieure à 3 mois. Cette perte reste constante avec le temps de maturation de 3 à 12 mois.
- L'absence de perte de masse associée à la déshydratation de la chaux dans l'Impersol traité implique la consommation complète des 20% de chaux ajoutée au traitement dans le premier mois, ce qui est une conséquence de la cinétique rapide des réactions à 50°C (des processus de la réaction pouzzolanique).
- Après 3 mois de traitement, les proportions de feuillets détruits sont de l'ordre de 20% pour la kaolinite et de 15% pour la smectite.

Tableau 3.7 : Pertes de masse relatives (en % de la masse de référence : $M(T_0 = 105^\circ\text{C})$) des divers composants : de l'Impersol traité avec 20% de chaux et analysé après 28 jours, 3, 6 et 12 mois à 50°C ; de l'échantillon (I) ; de l'échantillon (C) ; de l'échantillon (I+C)

Perte de masse relative, en % de $M(T_0)$ due à	Eau inter - lamellaire & goethite	Hydrates formés	Chaux	Kaolinite	Smectite	Calcite	Nouvelle phase	Perte de masse totale
Echantillon	105 – 400/450°C		330 – 460°C	400 – 500°C	500 – 650°C	650 – 750°C	800 – 900°C	105 – 900°C
80% Impersol (I)	1,9			4,2	2,5	2,3		10,9
20% de chaux (C)	0,0		4,8			0,9		5,7
Mélange (I+C)	1,9		4,8	4,2	2,5	3,2		16,6
Impersol traité après 28 jours	4,1		0,0	3,8	2,3	3,0	0,0	13,2
Impersol traité après 3 mois	6,6		0,0	3,6	2,2	3,2	0,5	16,1
Impersol traité après 6 mois	6,7		0,0	3,3	2,2	2,9	0,2	15,3
Impersol traité après 12 mois	6,7		0,0	3,4	2,1	3,0	0,0	15,2

- On note une faible diminution de la perte de masse liée à la décarbonatation de la calcite, ce que l'on peut expliquer par la superposition des domaines smectite–calcite et l'incertitude des mesures expérimentales.
- La perte de masse entre 800°C et 900°C, attribuée à la déshydratation d'un CSH, est de l'ordre de 0,5% après 3 mois, 0,2% après 6 mois et 0,0% après 12 mois.

3.2.3.2. Impersol traité avec 10% de chaux

3.2.3.2.1 Interprétation des courbes thermogravimétriques (TG et DTG) des échantillons traités

Les figures 3.21–a et 3.21–b présentent les courbes thermogravimétriques expérimentales de l'Impersol traité avec 10% de chaux et les courbes des échantillons théoriques de référence (I, C et I+C) correspondants à ce dosage en chaux.

Comme pour l'échantillon traité avec 20% de chaux, les courbes thermogravimétriques de l'Impersol traité ne sont pas superposables avec les courbes de référence. Toutes les courbes TG et DTG de l'Impersol traité ayant une durée de maturation comprise entre 1 mois et 1 an sont approximativement confondues, avec une légère augmentation de la perte de masse au-delà de 3 mois, ce qui implique des compositions minéralogiques presque identiques à partir du premier mois de maturation à 50°C.

L'analyse des courbes TG et DTG montre que les échantillons d'Impersol traités avec 10% et 20% ont les mêmes caractéristiques, les effets étant cependant plus faible avec 10%.

- présence d'un pic entre 105°C et 250°C attribué à la déshydratation de CAH ; la formation de CAH progresse peu avec le temps.
- dissymétrie du pic de la kaolinite vers les faibles températures, attribuée à la déshydratation de CSAH ; la quantité de CSAH formé augmente peu au-delà de 3 mois.
- disparition du pic associé à la déshydratation de la chaux après 28 jours ; consommation complète des 10% chaux durant cette période.
- diminution de la déshydroxylation des argiles ; destruction des feuillets argileux par l'attaque de la chaux.
- absence de pic entre 800°C et 900°C; comme pour le traitement avec 10% de chaux à 20°C.

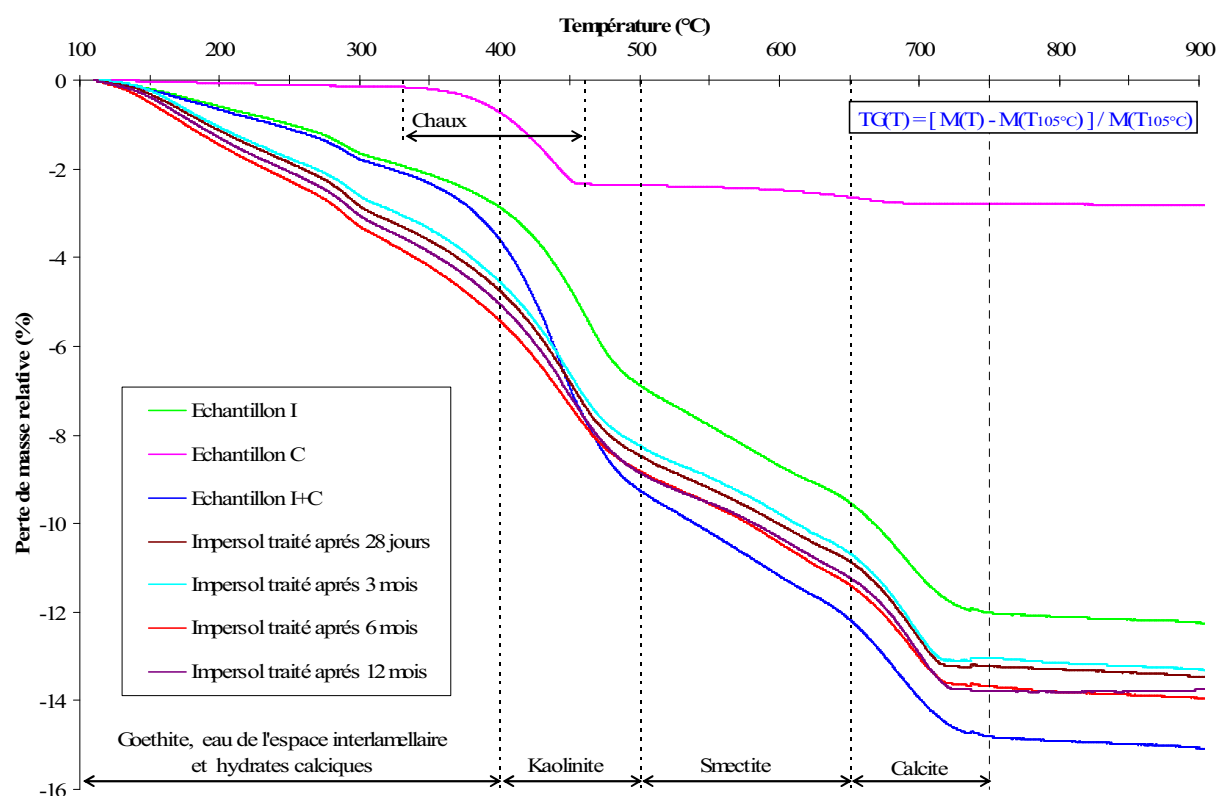


Figure 3.21-a : Courbes TG(T) des échantillons de l'Impersol traité avec 10% de chaux durant 1, 3, 6 et 12 mois à 50°C, et des trois échantillons théoriques de référence correspondants

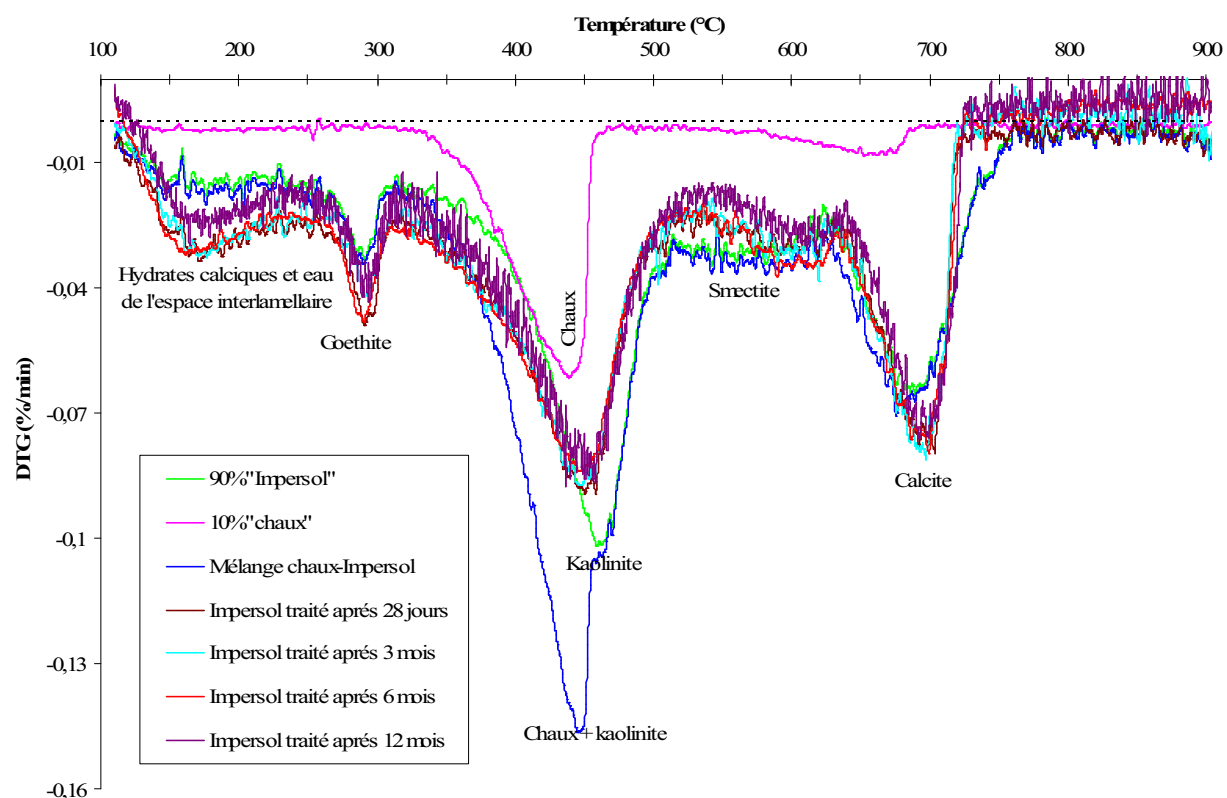


Figure 3.21-b : Courbes DTG(T) des échantillons de l'Impersol traité avec 10% de chaux durant 1, 3, 6 et 12 mois à 50°C, et des trois échantillons théoriques correspondants

3.2.3.2.2 Comparaison des pertes de masse de l'Impersol traité et non traité

a) Evolution de la perte de masse entre 100°C et 500°C avec le temps de maturation

Les courbes de différence de perte de masse $\Delta TG(T)$ de la figure 3.22 sont celles de l'Impersol traité avec 10% de chaux. Les résultats sont similaires à ceux observés avec le traitement à 20% : la perte de masse augmente entre 105°C et 400/450°C. Cette figure montre l'existence de deux pertes de masse correspondant aux déshydratations des hydrates calciques formés (CAH et CSAH). Les deux pertes de masse et par conséquent la différence totale $\Delta TG(450^\circ C)$, augmente très légèrement avec le temps – $\Delta TG(450^\circ C)$ passe de 2,5% à 3,2% lorsque le temps de maturation passe de 1 à 12 mois – ce qui montre que la formation de ces hydrates est réalisée presque entièrement au cours du premier mois.

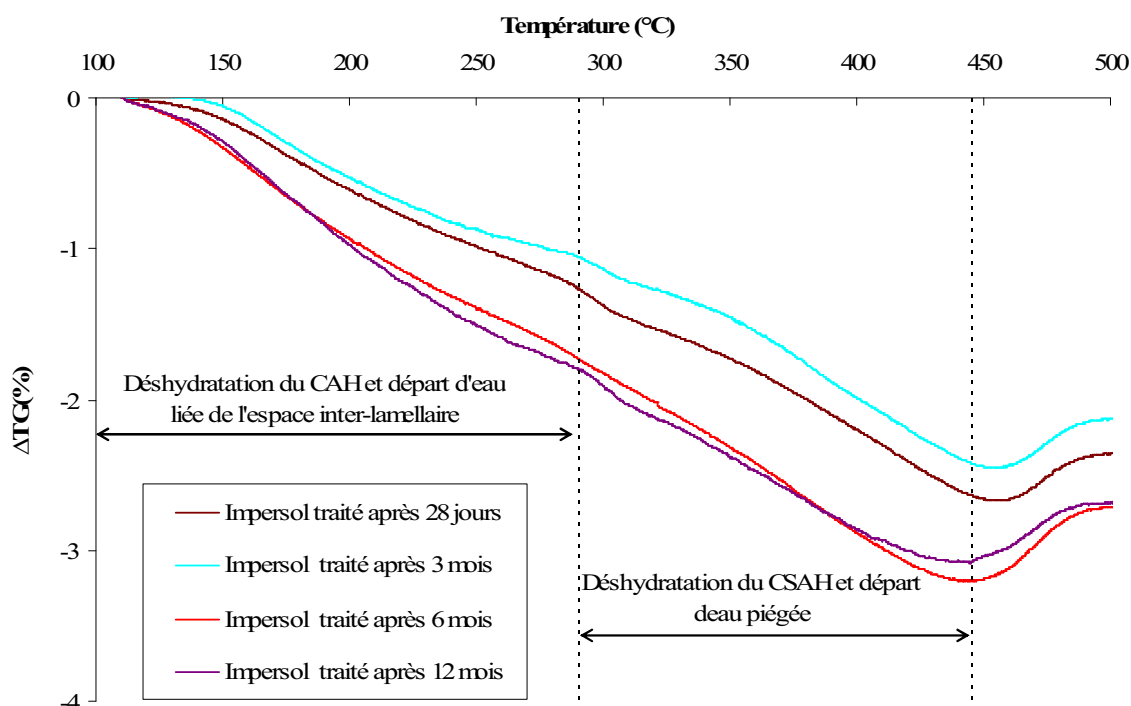


Figure 3.22 : Différences des pertes de masse relatives $\Delta TG(T)$ entre l'Impersol traité avec 10% de chaux, durant 28 jours, 3, 6 et 12 mois à 50°C, et la perte de masse relative de l'échantillon (I), contenant 90% Impersol et 10% d'un corps inerte thermiquement

b) Bilan des pertes de masse dans l'échantillon d'Impersol traité et non traité

Le tableau 3.8 regroupe les pertes de masse relatives - en % de la masse de référence $M(T_0 = 105^\circ C)$ - des divers composants de l'Impersol traité avec 10% de chaux durant 1 année de maturation à 50°C et des échantillons de référence.

Tableau 3.8 : Pertes de masse relatives (en % de la masse de référence : $M(T_0 = 105^\circ\text{C})$) des divers composants de l'Impersol traité avec 10% de chaux pendant 1 an à 50°C , de l'échantillon (I), de l'échantillon (C), et de l'échantillon (I+C)

Perte de masse relative, en % de $M(T_0)$ due à	Eau inter - lamellaire & goethite	Hydrates formés	Chaux	Kaolinite	Smectite	Calcite	Perte de masse totale
Echantillon	105 – 400/450°C		330 – 460°C	400 – 500°C	500 – 650°C	650 – 750°C	105 – 900°C
90% Impersol (I)	2,1			4,8	2,9	2,4	12,2
10% chaux (C)	0,0		2,5			0,5	3,0
Mélange I+C	2,1		2,5	4,8	2,9	2,9	15,2
Impersol traité après 28 jours	5,2		0,0	3,3	2,4	2,6	13,5
Impersol traité après 3 mois	5,3		0,0	3,1	2,4	2,6	13,4
Impersol traité après 6 mois	5,4		0,0	3,5	2,6	2,5	14,0
Impersol traité après 12 mois	5,2		0,0	3,6	2,4	2,6	13,8

La comparaison des pertes de masses, avec et sans interaction, montre comme pour le traitement avec 20% de chaux, que :

- Pour toutes les durées de maturation (de 1 à 12 mois), la perte de masse passe de 2,1% dans l'Impersol brut à 4,3/5,0% pour les Impersols traités. La formation des hydrates est pratiquement complète dès le premier mois à cette température.
- La totalité des 10% de chaux ajoutée est consommée en 28 jours à 50°C .
- La proportion d'argile diminue rapidement dans les Impersols traités : il reste environ 70% de kaolinite (déshydroxylation entre 400°C et 500°C) et 80% de smectite (déshydroxylation entre 500°C et 650°C).
- Il n'y a pas d'augmentation de la perte de masse de la calcite (liée à une carbonatation de la chaux) par rapport au mélange chaux–Impersol sans interaction.
- La perte totale de masse de tous les Impersols traités est supérieure à celle de l'échantillon non traité (I).

- La perte totale de masse des échantillons traités est inférieure à celle du mélange sans interaction (I+C), bien que la perte de masse due à la déshydratation de la chaux (2,2%) soit inférieure à la perte de masse due à la déshydratation des hydrates (3%). Donc, cette diminution de la perte totale de masse est attribuée à la diminution importante de la déshydroxylation des minéraux argileux.

3.2.3.3. Impersol traité avec 8% de chaux

3.2.3.3.1 Interprétation des courbes thermogravimétriques (TG et DTG) des échantillons traités

Les figures 3. 22–a et 3.22–b présentent, pour $T \geq 105^\circ\text{C}$, les courbes TG(T) (fig. 3.22–a) et leurs dérivées DTG(T) (fig.3.22–b), pour l'Impersol traité avec 8% de chaux pendant 28 jours et 12 mois, à 50°C ; ainsi que pour les courbes de référence (I, C et I+C) correspondantes à ce dosage en chaux.

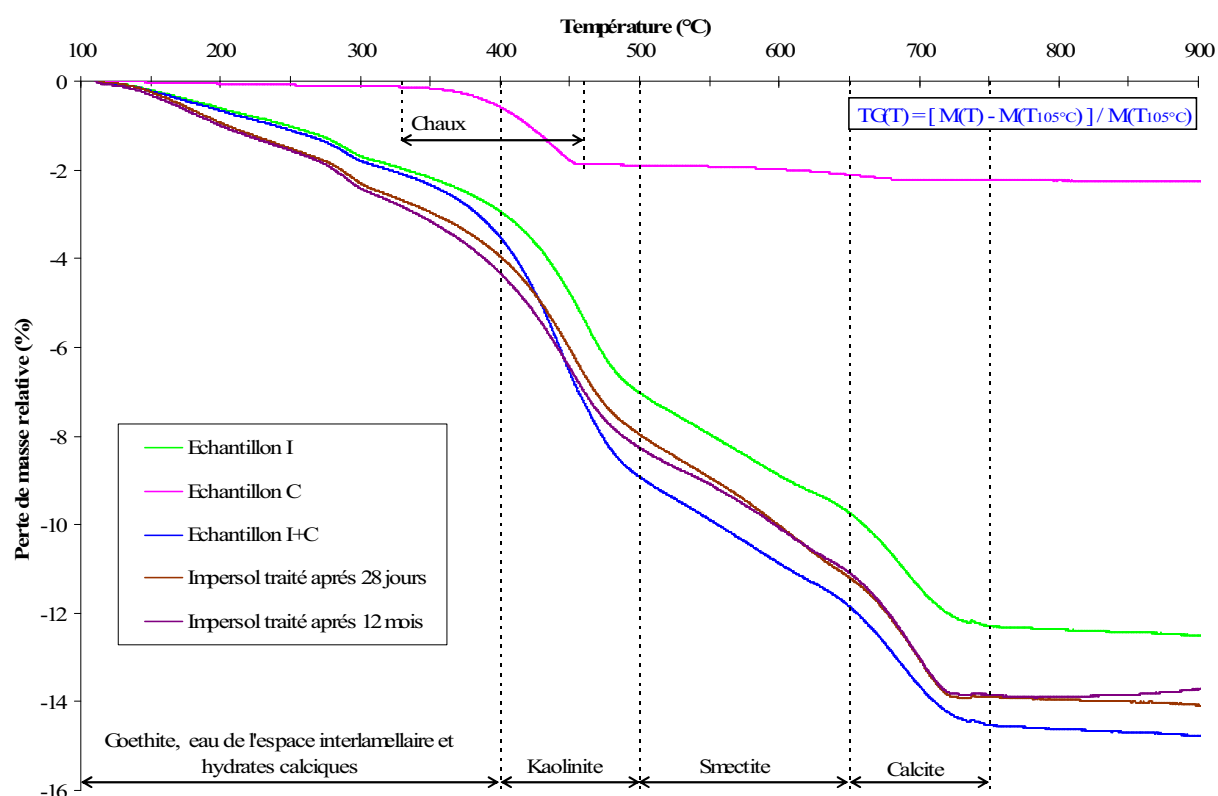


Figure 3.22–a : Courbes TG(T) des échantillons de l'Impersol traité avec 8% de chaux durant 28 jours et 12 mois à 50°C , et des trois échantillons de référence (I, C et I+C) correspondants

Comme pour les échantillons traités avec 10 et 20% de chaux, on observe que :

- les courbes TG de l'Impersol après traitement ne sont pas superposées à celles de référence.
- les courbes TG et DTG de l'Impersol traité durant 1 et 12 mois sont globalement confondues, ce qui implique une composition minéralogique presque identique à partir du premier mois de maturation à 50°C.
- sur les courbes DTG, un petit pic entre 105°C et 250°C apparaît après traitement, il est invariant de 1 à 12 mois et correspond à la déshydratation du CAH formé rapidement.
- sur l'Impersol traité, les courbes TG et DTG montrent, entre 300°C et 450°C, une légère augmentation de la perte de masse entre 1 mois et 1 an, ce qui est attribuée à une progression de la formation de CSAH au-delà de 28 jours.
- une diminution légère de la déshydroxylation des argiles (kaolinite et smectite), sauf pour la smectite de l'échantillon traité pendant 28 jours (échantillon non homogène).
- une faible augmentation de la décarbonatation de la calcite (carbonatation de la chaux).

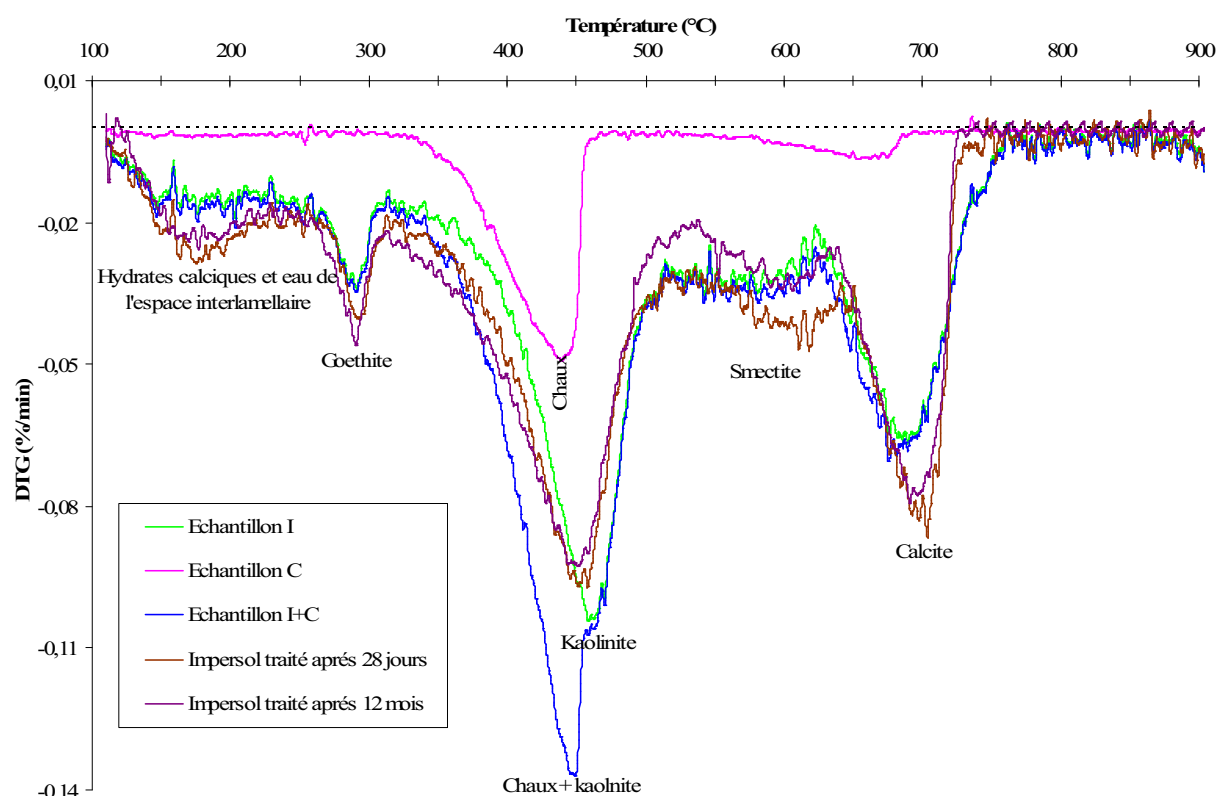


Figure 3.22–b : Courbes DTG(T) des échantillons de l'Impersol traité avec 8% de chaux durant 28 jours et 12 mois à 50°C, et des trois échantillons théoriques de référence correspondantes

3.2.3.3.2 Comparaison des pertes de masse de l'Impersol traité et non traité

a) Evolution de la perte de masse entre 100°C et 500°C avec le temps de maturation

Les courbes de différence de pertes de masse relatives $\Delta TG(T)$ de la figure 3.23 sont celles de l'Impersol traité avec 8% de chaux à 50°C.

On constate sur cette figure, comme pour le traitement avec 10% et 20% :

- la présence de deux pertes de masse différentes, avant et après 260/280°C, associée principalement aux hydrates formés.
- $\Delta TG(450^\circ C)$ augmente de 1,3% à 1,8% lorsque le temps de maturation augmente de 28 jours à 12 mois.

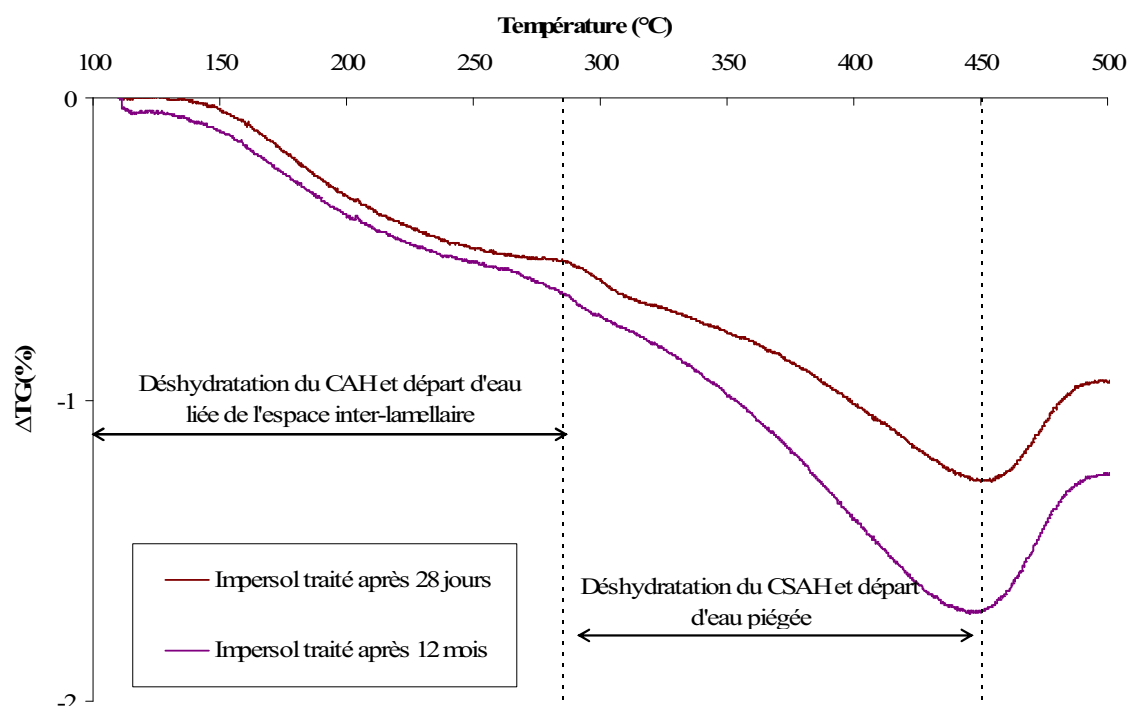


Figure 3.23 : Différences des pertes de masse relatives $\Delta TG(T)$ entre l'Impersol traité avec 8% de chaux, et analysé après 28 jours et 12 mois à 50°C, et la perte de masse relative de l'échantillon (I), contenant 92% Impersol et 8% d'un corps inerte thermiquement

b) Bilan des pertes de masse des composants de l'Impersol traité et non traité

Le tableau 3.9 regroupe les pertes de masse relative des divers composants de l'Impersol non traité et traité avec 8% de chaux, pendant 28 jours et 1 an, à 50°C.

Les résultats sont exprimés en pour cent de la masse de référence $M(T_0 = 105^\circ\text{C})$ et des échantillons théoriques de référence (I, C et I+C).

La comparaison des pertes de masse avec et sans interaction montre que :

- Le traitement augmente la perte de masse entre 105°C et $400/450^\circ\text{C}$. Elle passe de 2% pour l'Impersol non traité à 3,4% pour l'Impersol traité durant 28 jours. La progression de la formation du CSAH avec le temps entraîne une légère augmentation de cette perte de masse, (3,9%) après 12 mois. Cette perte de masse supplémentaire est due à la déshydratation des hydrates calciques formés (CAH avant $260/280^\circ\text{C}$ et CSAH après).
- La totalité des 8% de chaux ajoutée est consommée dès le premier mois de maturation.
- Environ 10% de kaolinite et 5% de smectite sont détruites par le traitement.
- Une légère augmentation de la proportion de calcite.
- La perte de masse totale de tous les échantillons traités est supérieure à celle de l'échantillon non traité (92% d'Impersol et composant inerte thermiquement), mais inférieure à celle du mélange sans interaction (92% d'Impersol et 8% de chaux).

Tableau 2.9 : Pertes de masse relatives (en % de la masse de référence : $M(T_0 = 105^\circ\text{C})$) des divers composants : de l'Impersol traité avec 8% de chaux pendant 1 et 12 mois à 50°C , de l'échantillon (I), de l'échantillon (C), et de l'échantillon (I+C)

Perte de masse relative, en % de $M(T_0)$ due à	Eau inter - lamellaire & goethite	Hydrates formés	Chaux	Kaolinite	Smectite	Calcite	Perte de masse totale
Echantillon	105 – 400/450°C		330 – 460°C	400 – 500°C	500 – 650°C	650 – 750°C	105 – 900°C
92 % "Impersol (I)	2,1			4,9	3,0	2,3	12,5
8% "chaux (C)	0,0		2,0			0,3	2,3
Mélange (I+C)	2,1		2,0	4,9	3,0	2,6	14,8
"Impersol" traité après 28 jours	3,4		0,0	4,6	3,2	2,8	14,0
"Impersol" traité après 12 mois	3,9		0,0	4,4	2,8	2,8	13,9

3.2.3.4. Impersol traité avec 6% de la chaux

3.2.3.4.1 Interprétation des courbes thermogravimétriques (TG et DTG) des échantillons traités

Les figures 3.24–a et 3.24–b présentent, pour $T \geq 105^\circ\text{C}$, les courbes TG(T) (fig. 3.24–a) et leurs dérivées DTG(T) (fig. 3.24–b) de l'Impersol traité avec 6% de chaux et analysé après 28 jours, 6 et 12 mois à 50°C , et des 3 échantillons de référence (I, C et I+C) correspondants à ce dosage en chaux.

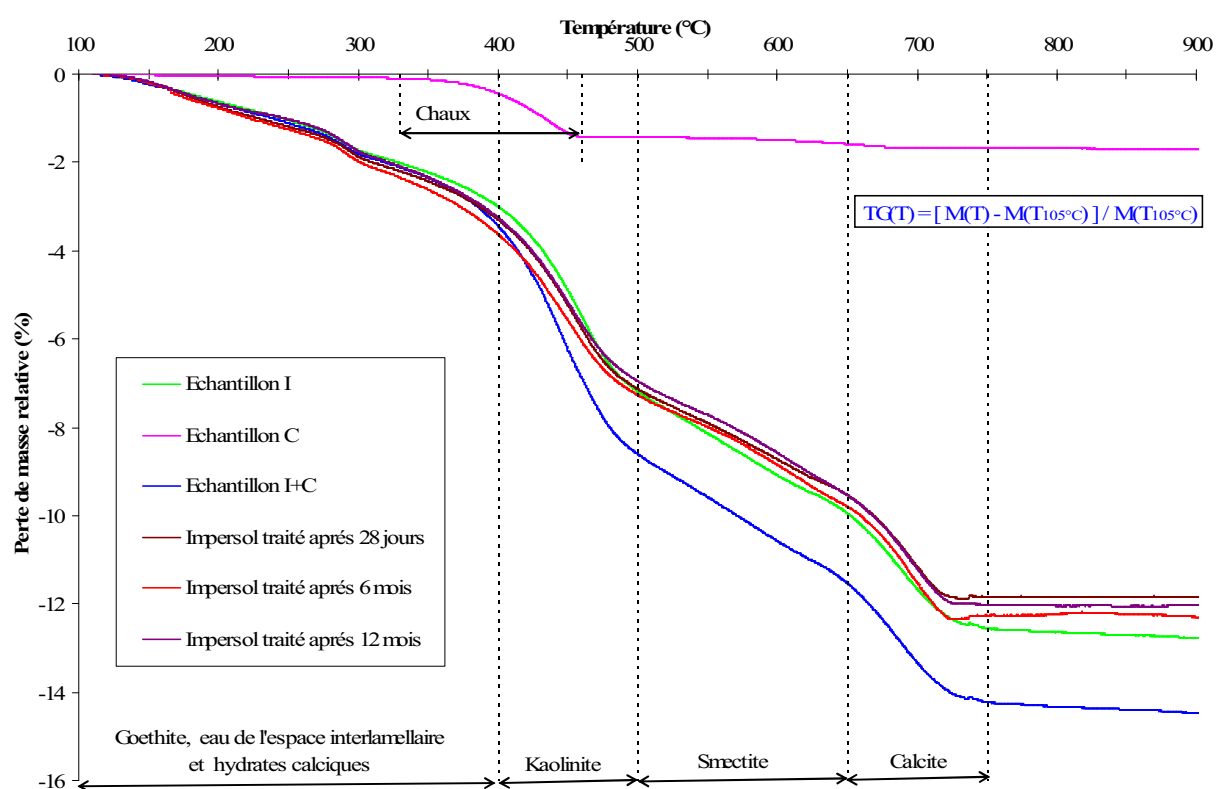


Figure 3.24–a : Courbes TG(T) de l'Impersol traité avec 6% de chaux durant 28 jours, 6 et 12 mois à 50°C , et des trois échantillons de référence (I, C et I+C) correspondants

On observe que les courbes TG et DTG de tous les échantillons traités ou non traités, mais contenant initialement la même proportion d'Impersol (94% d'Impersol), sont pratiquement confondues. Ces résultats montrent que les compositions minéralogiques des échantillons traités ou non traités sont voisines.

Les échantillons traités présentent une perte de masse entre 300°C et 450°C légèrement supérieure (les courbes TG divergent et le pic DTG de la kaolinite traitée est dissymétrique et déplacé vers les basses températures). Ceci suggère la formation d'une petite

quantité de CSAH. Une grande proportion (80% à 90%) de calcium est utilisée pour l'échange cationique ce qui doit limiter l'activité pouzzolanique, bien que la température de maturation soit importante.

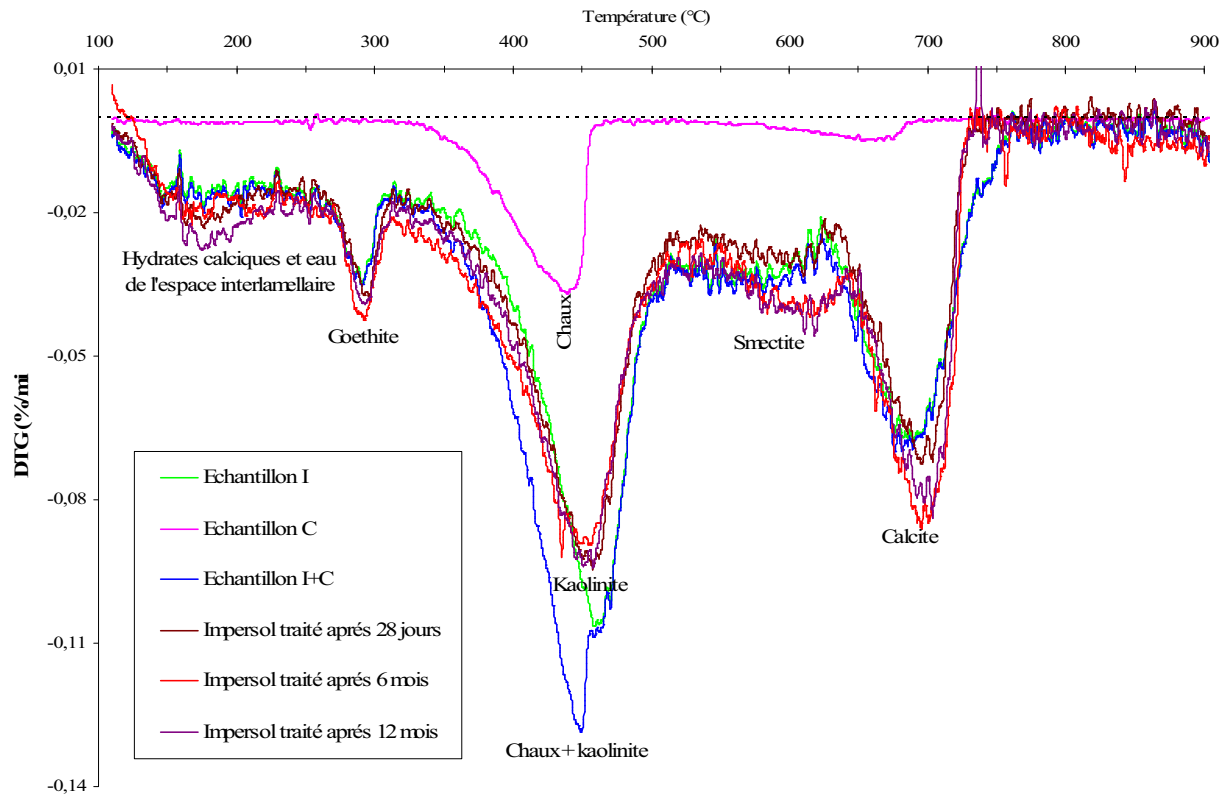


Figure 3.24–b : Courbes DTG(T) de l'Impersol traité avec 6% de chaux durant 28 jours, 6 et 12 mois à 50°C, et des trois échantillons théoriques de référence (I, C et I+C) correspondants

3.2.3.4.2 Comparaison des pertes de masse de l'Impersol traité et non traité

a) Bilan des pertes de masse dans les échantillons d'Impersol traités et non traités

Le tableau 3.10 regroupe les pertes de masse relatives - en pourcent de la masse de référence $M(T_0 = 105^\circ\text{C})$ - des diverses composants de l'Impersol traité pendant 28 jours, 6 et 12 mois à 50°C, et des échantillons théoriques de référence.

La comparaison des pertes de masse avec et sans interaction argile–chaux montre que la perte de masse totale de l'Impersol traité est proche de celle de l'Impersol non traité :

- Très légère augmentation ($\approx 0,2\%$) entre 105°C et 400/450°C produite par une déshydratation de CSAH ou/et par la déshydratation de l'eau interlamellaire des smectites Na (Impersol non traité) et Ca (Impersol traité).
- Une faible diminution de la déshydroxylation des argiles à long terme.

Ces résultats sont similaires à ceux obtenus à 20°C.

Tableau 3.10 : Pertes de masse relatives (en % de la masse de référence : $M(T_0 = 105^\circ\text{C})$) des divers composants de l'Impersol traité avec 6% de chaux pendant 28 jours, 6 et 12 mois à 50°C , et des trois échantillons de référence (I, C et I+C)

Perte de masse relative, en % de $M(T_0)$ due à	Eau inter - lamellaire & goethite	Hydrates formés	Chaux	Kaolinite	Smectite	Calcite	Perte de masse totale
Echantillon	105 – 400/450°C		330 – 460°C	400 – 500°C	500 – 650°C	650 – 750°C	105 – 900°C
94% Impersol (I)	2,2			5,0	3,1	2,5	12,8
6% chaux (C)	0,0		1,4			0,3	1,7
Mélange I+C	2,2		1,4	5,0	3,1	2,7	14,5
Impersol traité après 28 jours	2,4		0,0	4,7	3,2	2,3	12,4
Impersol traité après 6 mois	2,4		0,0	4,6	3,4	2,4	12,8
Impersol traité après 12 mois	2,3		0,0	4,6	3,0	2,5	12,4

3.2.3.5. Impersol traité avec 2% et 4% de la chaux

3.2.3.5.1 Interprétation des courbes thermogravimétriques (TG et DTG) des échantillons traités

Les figures 3.25–a et 3.25–b présentent les courbes thermogravimétriques expérimentales de l'Impersol traité avec 4% de chaux, pendant 28 jours et 12 mois à 50°C , et des échantillons théoriques de référence (I, C et I+C) correspondants à ce dosage en chaux.

Les figures 3.26–a et 3.26–b présentent les courbes thermogravimétriques expérimentales du l'Impersol traité avec 2% de chaux pendant 12 mois à 50°C , et des échantillons théoriques de référence (I, C et I+C) correspondants à ce dosage en chaux.

On constate, comme pour les échantillons traités à 20°C avec 2%, 4% et 6% de chaux, et quelle que soit la durée de traitement (de 28 jours à 1 an), que les courbes TG(T) et DTG(T) de l'Impersol traité et non traité (fig. 3.25–a et fig. 3.26–a) sont pratiquement confondues – les échantillons ont initialement la même proportion d'Impersol.

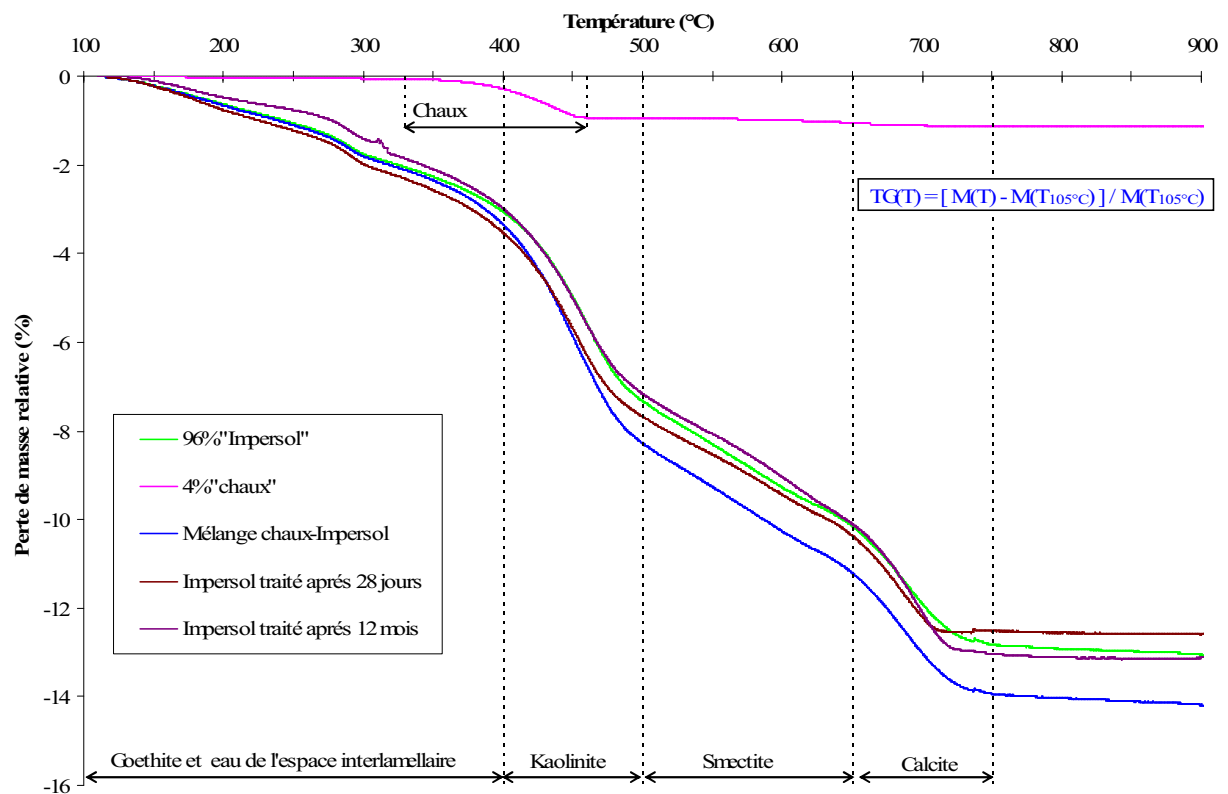


Figure 3.25-a : Courbes TG(T) de deux échantillons de l'Impersol traité avec 4% de chaux durant 28 jours et 12 mois à 50°C, et des trois échantillons théoriques correspondants

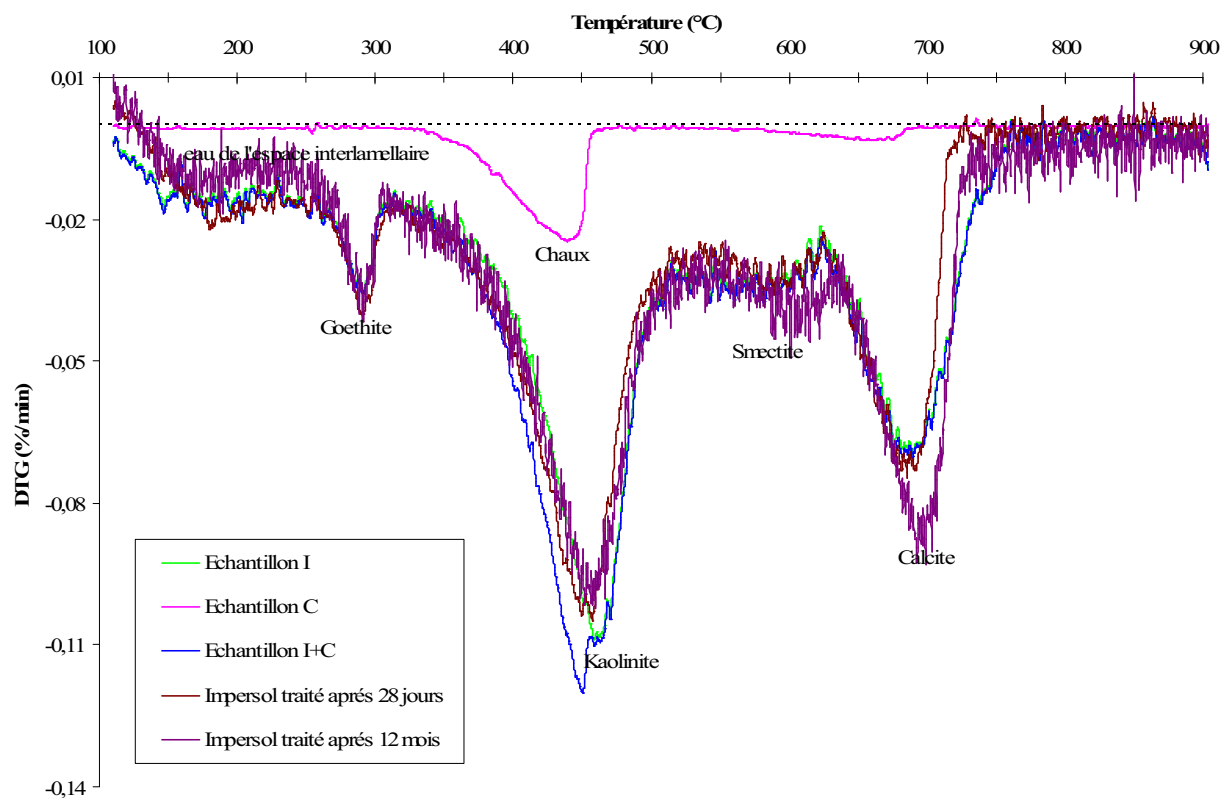


Figure 3.25-b : Courbes DTG(T) de deux échantillons de l'Impersol traité avec 4% de chaux durant 28 jours et 12 mois à 50°C, et des trois échantillons théoriques correspondants

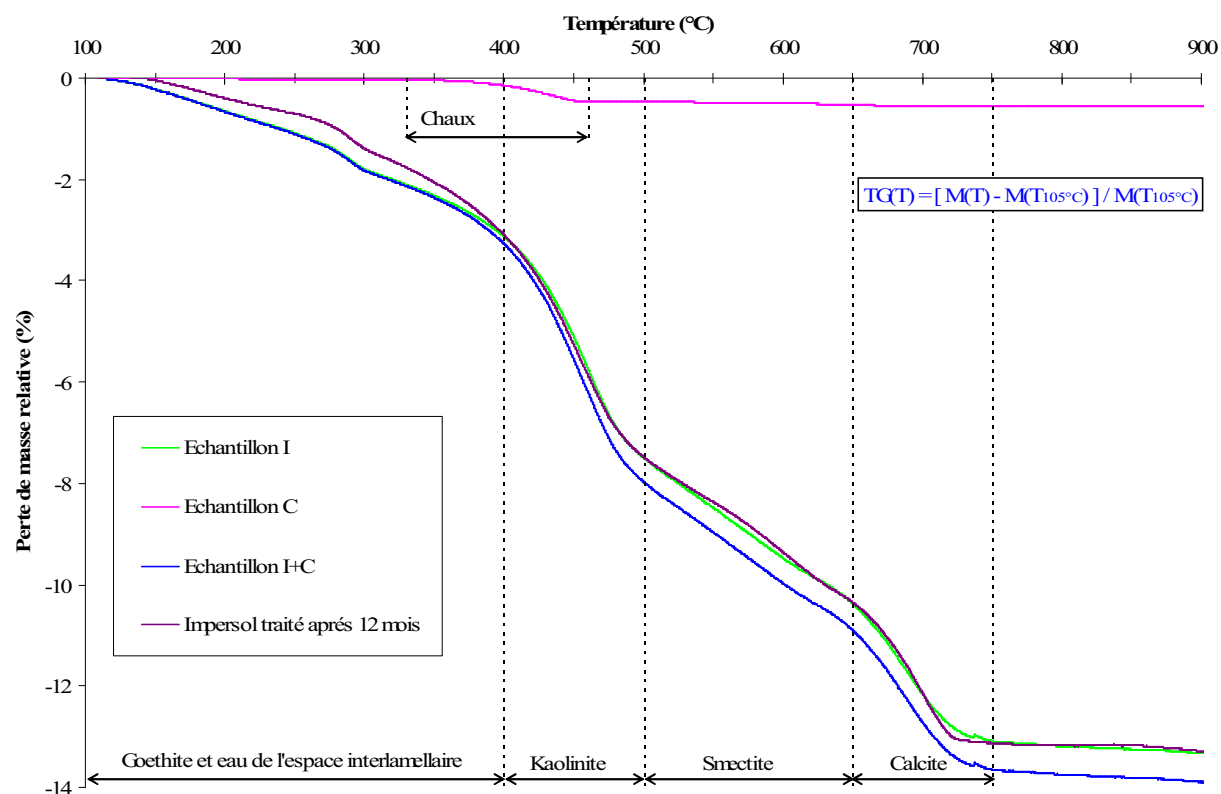


Figure 3.26–a : Courbes TG(T) d'un échantillon de l'Impersol traité avec 2% de chaux durant 12 mois à 50°C, et des trois échantillons théoriques correspondants à 2% de chaux

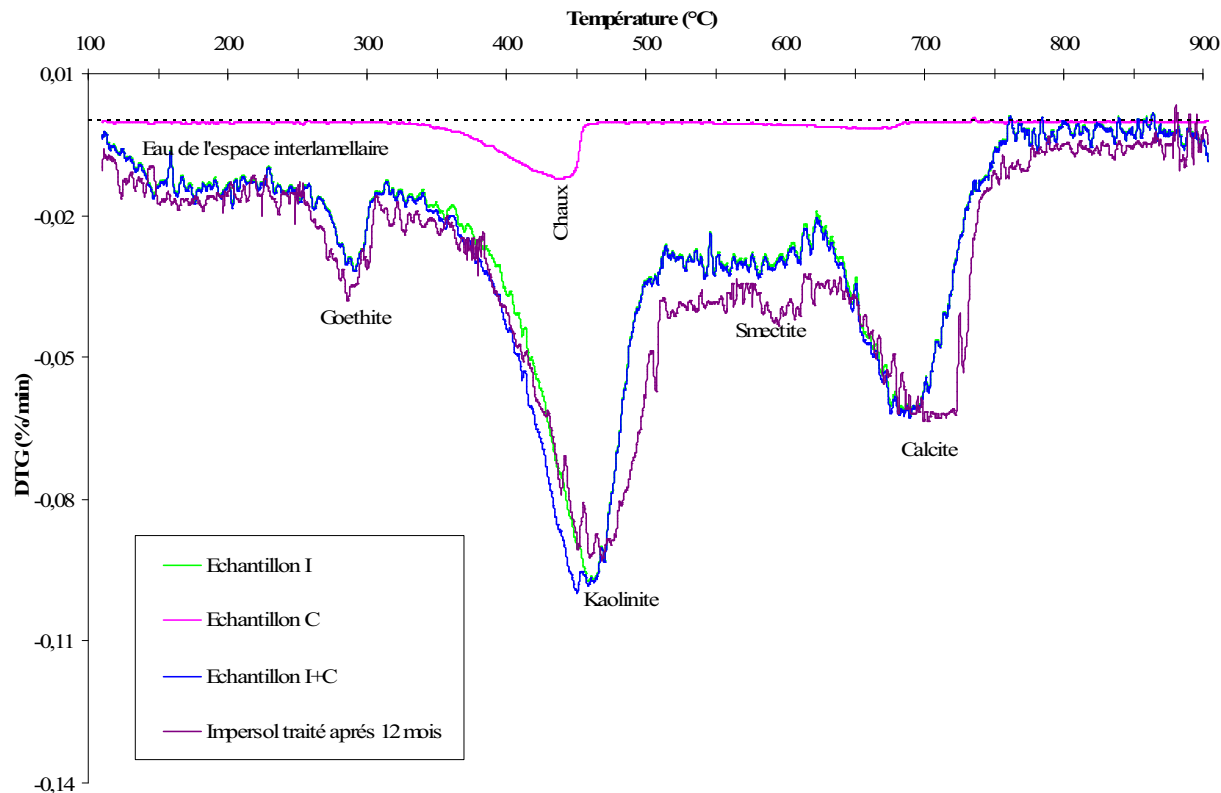


Figure 3.26–b : Courbes DTG(T) d'un échantillon de l'Impersol traité avec 2% de chaux durant 12 mois à 50°C, et des trois échantillons théoriques correspondants à 2% de chaux

Les échantillons traités pendant 12 mois présentent, entre 105°C et 450°C, une perte de masse légèrement inférieure à celle de l'Impersol non traité (croissante jusqu'à 280°C puis décroissante), contrairement à l'échantillon traité pendant 28 jours ou traité avec des dosages supérieurs. L'augmentation de la perte de masse entre 300°C et 400°C est similaire à celle observée pour les échantillons traités avec 6% de chaux pendant 12 mois, ce que pourrait expliquer la déshydratation d'une faible quantité de CSAH.

3.2.3.5.2 Comparaison des pertes de masse de l'Impersol traité et non traité

a) Bilan total des pertes de masse dans les échantillons d'Impersol traités et non traités

Le tableau 3.11 regroupe les pertes de masse relatives - en pourcent de la masse de référence $M(T_0 = 105^\circ\text{C})$ - des divers composants de l'Impersol avec 2% et 4% de chaux à 50°C, et des échantillons théoriques de référence.

Tableau 3.11 : Pertes de masse relatives (en % de la masse de référence : $M(T_0 = 105^\circ\text{C})$) des divers composants de l'Impersol traité avec 2% et 4% de chaux, pendant 12 mois à 50°C, et des échantillons (I, C et I+C) correspondants à chaque dosage en chaux (2 et 4%)

Perte de masse relative, en % de $M(T_0)$ due à	Eau inter-lamellaire & goethite	Hydrates formés	Chaux	Kaolinite	Smectite	Calcite	Perte de masse totale
Echantillon	105 – 400/450°C		330 – 460°C	400 – 500°C	500 – 650°C	650 – 750°C	105 – 900°C
96% Impersol (I)	2,3			5,1	2,9	2,8	13,1
4% chaux (C)	0,0		1,0			0,1	1,1
Mélange I+C	2,3		1,0	5,1	3,0	2,8	14,2
Impersol traité après 28 jours	2,4		0,0	5,1	2,7	2,4	12,6
Impersol traité après 12 mois	2,3		0,0	4,9	2,9	3,0	13,1
98% Impersol (I)	2,3			5,2	3,0	2,8	13,3
2% chaux (C)	0,0		0,5			0,1	0,7
Mélange I+C	2,3		0,5	5,2	3,0	2,9	14,0
Impersol traité après 12 mois	2,3		0,0	5,3	2,9	2,8	13,3

On constate que :

- la comparaison des pertes de masse des échantillons non traités ou traités (avec et sans interaction argile–chaux) montre que les variations des pertes de masse des divers composants de l'Impersol sont négligeables.
- la chaux disparaît entièrement : tout le calcium disponible est utilisée pour l'échange cationique $\text{Na}^+/\text{Ca}^{2+}$, réaction réalisée principalement avec ces faibles dosages.

3.2.3.6. Discussion et Conclusion : Comparaison des effets du traitement en fonction du pourcentage de chaux ajoutée (après 1 an de maturation à 50°C)

Les résultats précédents montrent les modifications des échantillons à l'issue du traitement. Ces modifications interviennent pour un dosage en chaux supérieur à 4% et augmentent avec la quantité de chaux ajoutée.

Pour les dosages en chaux de 6% à 10%, la totalité du changement est produite dans le premier mois de maturation à cette température (consommation complète de la chaux et formation des hydrates calciques). Cependant, pour un dosage en chaux important (20%), ces modifications continuent jusqu'à 3 mois. Ces modifications se traduisent par la présence de deux hydrates calciques (CAH et CSAH) et peut-être par une augmentation de l'eau piégée, et par une diminution de la proportion des minéraux argileux (kaolinite et smectite).

Le tableau 3.12 regroupe, comme pour la maturation à 20°C, les modifications apportées par le traitement à 50°C pour différents pourcentages de chaux. Les variations des pertes de masse relatives des divers composants de l'Impersol par rapport à celles d'un échantillon non traité ayant la même masse initiale d'Impersol (100% d'Impersol), se traduisent soit par des augmentations, soit par des diminutions des pertes de masse relatives {pertes exprimées en proportion de la masse d'Impersol dans le mélange initial– $M(T_0)$ }.

On remarque sur le tableau que :

1) La perte de masse entre 105°C et 400/450°C, due à la déshydratation des hydrates calciques CAH et CSAH formés par la réaction pouzzolanique, augmente avec la quantité de la chaux ajoutée au traitement au-delà de 4%. Ceci est attribuable à l'augmentation de la quantité d'hydrates formés.

2) La diminution continue de la déshydroxylation des argiles croît avec la quantité de chaux ajoutée, ce qui est une conséquence de l'augmentation de l'activité pouzzolanique.

Cependant, on remarque qu'avec 20% de chaux, la diminution de la déshydroxylation est moins importante, notamment pour la kaolinite, que celle provoquée par l'addition de 10% de chaux. Ceci s'explique par le fait que les domaines de déshydratation de CSAH et de la kaolinite se chevauchent, ce qui laisse supposer que la perte de masse réelle de CSAH est supérieure, et la perte de masse de la kaolinite inférieure à celle estimée. Cet effet est plus accentué lorsque la quantité de CSAH formé (et par conséquent la quantité de chaux) est importante.

3) Pour les dosages en chaux inférieurs à 4%, aucune modification des pertes de masse relatives n'est notée. Ceci est dû à la consommation complète du calcium pour l'échange cationique.

4) La présence de la calcite dans la chaux utilisée, et éventuellement le développement de calcification de la chaux, augmentent la quantité de calcite dans les échantillons traités.

Tableau 3.12 : Différence des pertes de masse relatives associées aux composantes de l'Impersol non traité et de l'Impersol traité pendant 1 an à 50°C.

x : % de chaux, $M(T_0 = 105^\circ\text{C})$: Masse de référence (masse initiale d'Impersol)

Différence des pertes de masse relatives en % de $M(T_0)/(1-x)$	Hydrates calciques & eau interlamellaire	Kaolinite	Smectite	Calcite	Nouvelle phase
Echantillon	105-400/450°C	400 – 500°C	500 – 650°C	650 – 750°C	800 – 900°C
2% chaux – Impersol	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
4% chaux – Impersol	0,0	-0,2	0,0	+0,2	0,0
6% chaux – Impersol	+0,1	-0,4	-0,1	+0,1	0,0
8% chaux – Impersol	+2,0	-0,5	-0,2	+0,2	0,0
10% chaux – Impersol	+3,4	-1,3	-0,6	+0,3	0,0
20% chaux – Impersol	+6,0	-1,0	-0,5	+0,9	0,0

3.2.4. Comparaison des résultats des ATG obtenus à 20°C et à 50°C

La comparaison entre les échantillons traités à 20°C et 50°C montre une accélération des processus de la réaction pouzzolanique avec l'élévation de température (consommation de la chaux, destruction des feuillets argileux et formation des hydrates calciques), alors que ces modifications provoquées évoluent avec le temps.

Pour montrer l'effet de la température sur le développement des modifications minéralogiques provoquées par le traitement (principalement la destruction des feuillets argileux et formation des hydrates calciques), on a sélectionné les échantillons traités avec des dosages importants en chaux de 10% et 20% (ces dosages en chaux produisent des modifications significatives). Les pertes de masse relatives expérimentales de ces modifications dans les échantillons traités sont estimées par rapport à celles d'un échantillon non traité, ayant la même masse initiale d'Impersol. Elles sont exprimées en fonction de la masse de référence à 105°C, $M(T_0 = 105^\circ\text{C})$.

3.2.4.1. Impersol traité avec 20% de chaux

a) Evolution des pertes de masse relative des hydrates formés

Le tableau 3.13 regroupe les différences des pertes de masse entre échantillons traités avec 20% de chaux et échantillon non traité. Ces pertes de masse correspondent à la déshydratation des hydrates formés et de l'eau de l'espace interlamellaire, entre 105°C et 400/450°C (sans considérer la perte de masse de la chaux libre) et entre 800°C et 900°C.

Tableau 3.13: Différence en fonction du temps de maturation entre les pertes de masse relatives d'échantillons traités avec 20% de chaux et celles d'un échantillon non traité. Pertes correspondants à la déshydratation des hydrates formés et éventuellement de l'eau interlamellaire (en % de la masse de référence de l'Impersol non traité = 105°C)

Echantillon 20%	Impersol traité à 20°C		Impersol traité à 50°C	
	105°C – 400/450°C	800°C – 900°C	105°C – 400/450°C	800°C – 900°C
1	+1,0	0,0	+2,8	0,0
3	+3,8	0,0	+5,9	+0,6
6	+6,8	+0,6	+6,0	+0,3
12	+6,9	+0,6	+6,0	0,0

On constate une augmentation continue de la perte de masse développées entre 105°C et 450°C avec l'augmentation du temps de maturation jusqu'à 6 mois pour les échantillons à 20°C, et jusqu'à 3 mois pour les échantillons à 50°C. Ceci est dû à l'accélération de la cinétique des réactions pouzzolanique avec l'élévation de la température. La stabilisation des pertes de masse est une conséquence de la fin de la réaction pouzzolanique (consommation complète de la chaux et formation des hydrates).

Cependant, la perte de masse totale, après 1 an, entre 105°C et 400/450°C, est légèrement supérieure à celle déterminée à 20°C qu'à 50°C.

La perte de masse entre 800°C et 900°C, attribuée probablement à un hydrate calcique CSH, est du même ordre (0,5%) à 20°C et 50°C. En revanche, elle est maximale à 50°C après 3 mois, puis diminue et disparaît après 12 mois. A 20°C, elle croît progressivement jusqu'à 12 mois.

b) Evolution de la déshydroxylation des argiles

Comme pour l'évolution des différences des pertes de masse entre 105°C et 400/450°C, le tableau 3.14 présente l'évolution des pertes de masse relatives dues à la déshydroxylation des minéraux argileux {kaolinite de 400°C à 500°C et smectite de 500°C à 650°C} des échantillons traités avec 20% de chaux à 20°C et 50°C et des échantillons non traités.

La diminution de la déshydroxylation des argiles est due à la destruction des feuillets argileux, destruction produite par l'attaque de la chaux.

On constate que la diminution de la déshydroxylation :

- avec le traitement à 20°C, se produit entre 3 et 6 mois pour la kaolinite, alors que pour la smectite, elle est déjà réalisée à 3 mois.
- avec le traitement à 50°C, elle est importante pour la smectite et la kaolinite dès le premier mois.

Après 1 an de maturation, la diminution totale de la déshydroxylation est égale pour les échantillons à 20°C et à 50°C, et la proportion des feuillets argileux détruits est du même ordre (17%) pour la kaolinite et la smectite avec ce dosage (20%). Ceci montre qu'une élévation de température mène à une accélération de la destruction des feuillets argileux.

En conclusion :

- L'élévation de température diminue le temps caractéristique de réaction, accélère les réactions mais n'influence pas la quantité d'hydrate produit.
- La smectite est plus rapidement attaquée que la kaolinite, mais la proportion de feuillets détruits est du même ordre ($\approx 17\%$).

Ces résultats sont similaires à ceux obtenus par diffraction des rayons X.

Tableau 3.14 : Pertes de masse relatives dues à la déshydroxylation de la kaolinite (de 400°C à 500°C) et de la smectite (de 500°C à 650°C) dans les échantillons traités et non traités (en % de la masse initiale d'Impersol non traité à 105°C)

Echantillon 20%	Impersol non traité		Impersol traité à 20°C		Impersol traité à 50°C	
Temps (en mois)	Kaolinite	Smectite	Kaolinite	Smectite	Kaolinite	Smectite
1	5,3	3,1	5,3	3,0	4,8	2,9
3			5,0	2,8	4,5	2,8
6			4,5	2,7	4,1	2,8
12			4,4	2,8	4,3	2,7

3.2.4.2. Impersol traité avec 10% de chaux

a) *Evolution des pertes de masse relative des hydrates formés*

Le tableau 3.15, comme le tableau 3.13, résume les différences des pertes de masse relatives entre échantillons traités avec 10% de chaux et non traités, entre 105°C et 400/450°C.

Tableau 3.15: Différence en fonction du temps de maturation entre les pertes de masse relatives des échantillons traités avec 10% de chaux, et des échantillons non traités, de 105°C à 400/450°C. Ces pertes correspondent à la déshydratation des « hydrates formés » et de l'eau de l'espace interlamellaire, (en % de la masse initiale d'Impersol)

Echantillon	Impersol traité à 20°C	Impersol traité à 50°C
Temps (en mois)	105°C – 400/450°C	105°C – 400/450°C
1	0,4	3,4
3	2,3	3,6
6	3,3	3,7
12	3,3	3,4

b) *Evolution de la déshydroxylation des argiles*

Le tableau 3.16 résume, comme le tableau 3.14, l'évolution en fonction du temps de maturation, des pertes de masse relatives dues à la déshydroxylation des argiles des échantillons d'Impersol traités avec 10% et des échantillons non traités.

On constate, comme pour le traitement avec 20% de chaux, que la diminution de la déshydroxylation :

- avec le traitement à 20°C ; elle est déjà réalisée après 3 mois de traitement.
- avec le traitement à 50°C : elle est complète pour la smectite, et importante pour la kaolinite dès le premier mois.

Après 12 mois de maturation, la diminution de la déshydroxylation est approximativement égale à 20°C et 50°C, et la proportion des feuillets argileux détruits est du même ordre (21–17%) pour la kaolinite que pour la smectite avec ce dosage (10%).

Tableau 3.16 : Pertes de masse relatives dues à la déshydroxylation de la kaolinite (de 400°C à 500°C) et de la smectite (de 500°C à 650°C) dans les échantillons traités et non traités, (en % de la masse initiale d’Impersol)

Echantillon	Impersol non traité		Impersol traité à 20°C		Impersol traité à 50°C	
Temps (en mois)	Kaolinite	Smectite	Kaolinite	Smectite	Kaolinite	Smectite
1	5,3	3,1	4,7	3,3	3,8	2,7
3			4,2	3,0	3,6	2,7
6			4,2	2,9	3,9	2,8
12			4,2	2,7	4,0	2,7

3.2.4.3. Modifications minéralogiques de l’Impersol traité pour un long temps de maturation à 20°C et 50°C (1 an) en fonction du dosage en chaux ajoutée

L’évolution des pertes de masse relatives attribuées aux hydrates calcaïques formés et à la diminution de déshydroxylation de kaolinite et de smectite après 1 an de maturation à 20° et 50°C sont présentées sur les figures 3.27, 3.28 et 3.29.

On constate sur la figure 3.27 que les pertes de masse attribuées aux hydrates formés sont très faibles avec 6% de chaux, et augmentent avec la quantité de chaux. Cependant, l’augmentation de ces pertes de masse relatives n’est pas fonction linéaire du pourcentage de chaux ajoutée.

De même que pour la figure 3.27, On constate sur les figures 3.28 et 3.29 :

- une proportion d’argiles détruites plus importante pour la kaolinite que pour la smectite.
- une augmentation de la proportion d’argiles détruites avec l’augmentation du pourcentage de chaux. Cependant, cette diminution de la proportion d’argiles détruites, comme pour

les pertes de masse, n'est pas fonction linéaire du pourcentage de chaux ajoutée. Les proportions de kaolinite et smectite détruites, obtenues avec 10% et 20% sont assez proches.

Ces résultats ne sont pas semblables à ceux obtenus par diffraction des rayons X (paragraphe 2.4.1–chapitre 2 et 3.2.1–chapitre 3). Ceci montre que les pertes de masse relatives (associées à la déshydratation des hydrates et des argiles) estimées sur les courbes TG(T) sont différentes des pertes réelles. Le recouvrement partiel des pertes de kaolinite et de CSAH, comme celui de la smectite et de la calcite, peut expliquer ce désaccord (perte sous-estimée pour CSAH et surestimée pour la kaolinite). Il en est de même pour la superposition des pics de smectite avec ceux de la calcite (perte surestimée pour la smectite et sous-estimée pour la calcite).

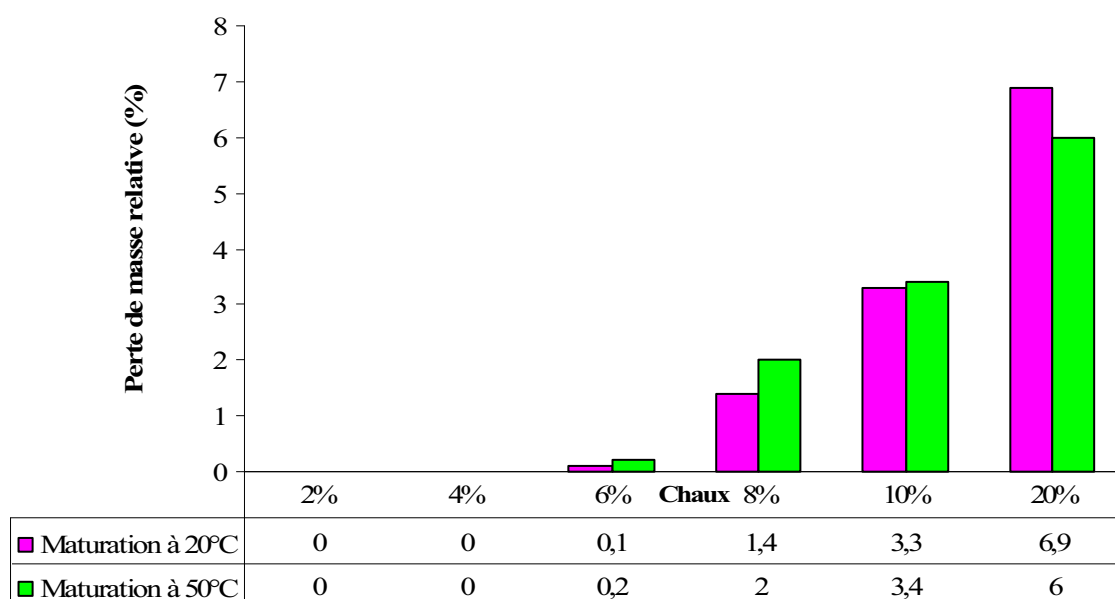


Figure 3.27 : Pertes de masse relatives correspondant à la déshydratation des « hydrates calciques formés » et au départ de l'eau de l'espace interlamellaire piégée, après 1 an de maturation à 20°C et 50°C, avec divers pourcentages en chaux, (exprimées en % de la masse d'Impersol dans le mélange initial)

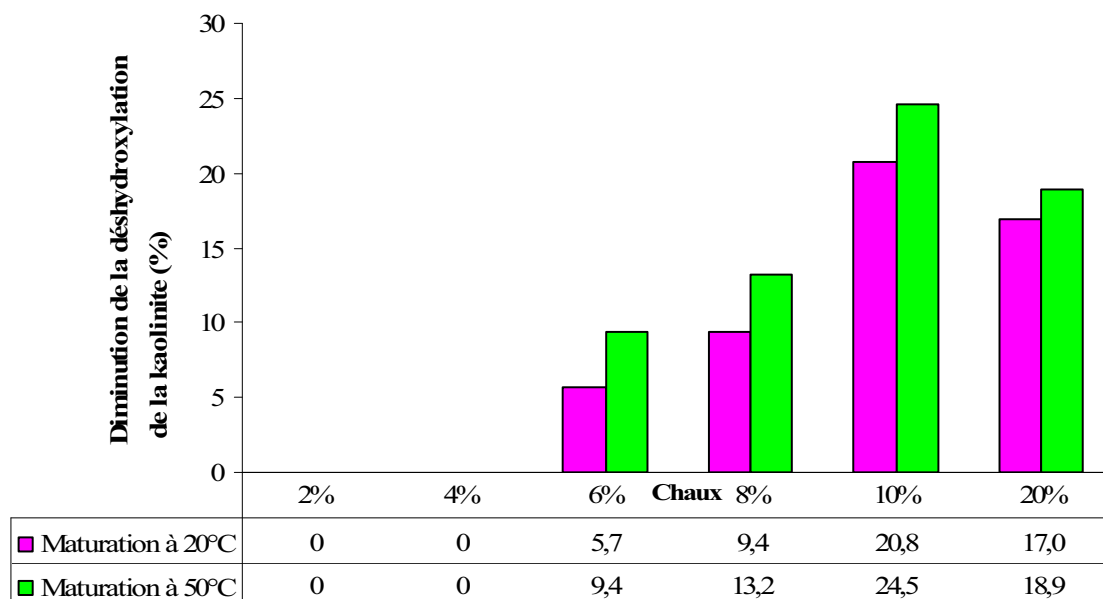


Figure 3.28 : Réduction de la déshydroxylation de la kaolinite, et donc proportion de kaolinite détruite obtenues après 1 an de maturation à 20°C et 50°C, avec divers pourcentages en chaux ajoutée (en % de la perte associée à la déshydroxylation de kaolinite de l'Impersol non traité)

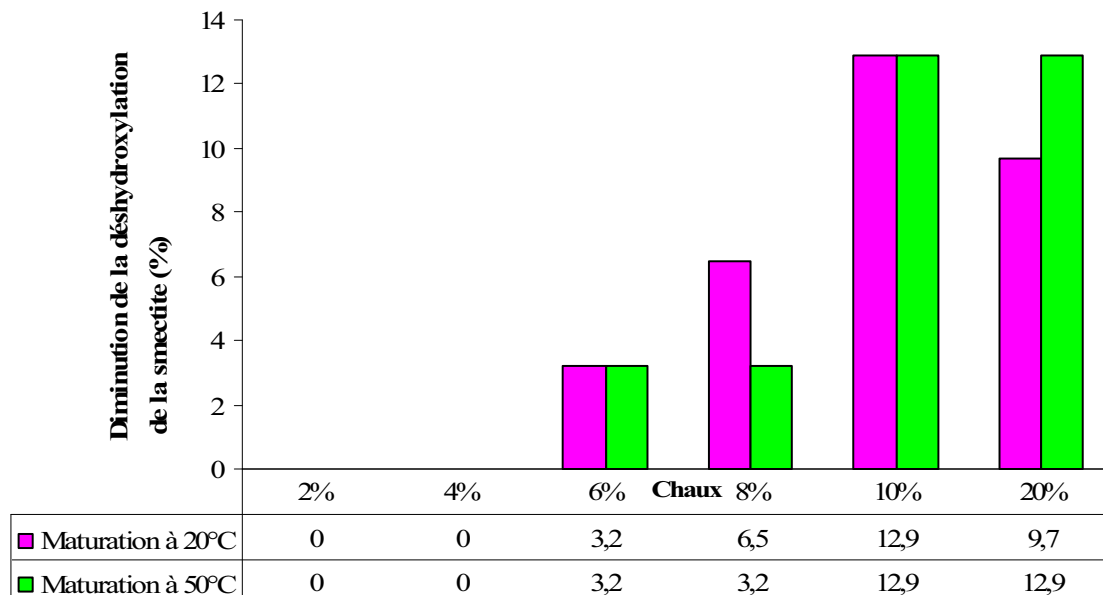


Figure 3.29 : Réductions de la déshydroxylation de la smectite, et donc proportion de smectite détruite après 1 an de maturation à 20°C et 50°C, avec divers pourcentages en chaux ajoutée (en % de la perte associée à la déshydroxylation de smectite de l'Impersol non traité)

3.3. Conclusion

L'effet de l'élévation de la température de maturation montre une accélération du processus physico-chimique des réactions chaux–Impersol. L'analyse des résultats obtenus sur l'Impersol traité avec différents pourcentages de chaux (2% – 20%), permet d'énoncer les conclusions suivantes :

- La maturation à 50°C mène à une accélération importante de la cinétique de la réaction pouzzolanique et conduit à une consommation plus rapide de la chaux par rapport à une maturation à 20°C.
- A 50°C, on constate une grande capacité de l'Impersol à réagir avec la chaux. Les 20% de chaux initialement ajoutée à ce sol sont complètement consommées dans le premier mois de maturation. La consommation de chaux augmente avec l'augmentation de la quantité de chaux ajoutée : elle augmente plus significativement à 50°C qu'à 20°C.
- La diffraction des rayons X montre que :
 - le CAH se forme rapidement dès la première semaine; contrairement au traitement à 20°C où la formation de CAH est alors très lente et faible.
 - le CSAH se forme ensuite à long terme, probablement au dépend du CAH. Cet hydrate est observé pour des dosages de chaux supérieurs à 4%.
 - la quantité des deux hydrates formés à 20°C et à 50°C augmente avec le temps de maturation et la quantité de chaux employée.
- Les analyses thermogravimétriques des Impersols traités à 50°C sont analogues à ceux obtenus à la maturation à température ambiante :
 - une augmentation continue de la perte de masse entre 105°C et 400/450°C correspondant la déshydratation des hydrates formés et éventuellement au départ de l'eau de l'espace inter-lamellaire des smectites sur les courbes thermogravimétriques TG des échantillons traités.
 - une diminution de la déshydroxylation des argiles (kaolinite et smectite).
 - les modifications minéralogiques provoquées sont nulles avec des faibles dosages en chaux (2% et 4%), très faibles avec l'addition de 6% de chaux et augmentent avec l'addition de chaux de 6% à 20%.

- Les échantillons traités maturés à 50°C révèlent, par rapport aux échantillons traités maturés à 20°C, une augmentation rapide de ces modifications (perte de masse associé aux déshydratations d'hydrates et diminution de la déshydroxylation d'argiles) durant les trois premiers mois pour le fort dosage en chaux (20%) alors que la réaction se déroule progressivement jusqu'à 6 mois de maturation à 20°C.

Chapitre IV

Texture et microstructure de l'Impersol traité à la chaux

4. Texture et microstructure de l'Impersol traité à la chaux

Le suivi du processus physico-chimique des réactions chaux–Impersol démontre des modifications minéralogiques importantes dans l'Impersol. De nouveaux hydrates sont créés et une réorganisation des particules argileuses est provoquée. Les conséquences des changements précédents sur la texture et la microstructure de l'Impersol traité à la chaux sont investiguées dans ce chapitre. L'étude par microscopie électronique à balayage (MEB) est réalisée sur des échantillons de l'Impersol brut traité et non traité. L'étude par microscopie électronique à transmission (MET) est réalisée sur des échantillons de l'Impersol purifié traité et non traité.

4.1. Etude de l'Impersol brut traité par microscopie électronique à balayage (MEB)

Les observations microscopiques sont réalisées grâce à un MEB environnemental sur des échantillons compactés d'Impersol, non traité et traité avec 8 et 20% de chaux après 6 mois de maturation à 20°C. La méthode de préparation des échantillons est présentée dans le chapitre I (paragraphe 1.2.2.14–protocole expérimental).

Plusieurs photos ont été réalisées avec des grandissements allant de 20 à 4000 (barres d'échelle entre 1 mm et 5 μ m sur les images) afin de déceler l'état des échantillons et les changements intervenus dans la texture suite au traitement à la chaux de l'Impersol.

- **Etat des échantillons : observations avec un grandissement de l'ordre de 20 à 100 (barres d'échelle de 1 à 0,2mm) (figure 4.1)**

Ces images montrent que les échantillons étudiés de l'Impersol traité et non traité sont diversement endommagés, fracturés, découpés ... et présentent de nombreuses fissures de dimensions différentes.

Sur les photos de l'échantillon non traité, les fissures sont très importantes ($\cong$ 0,2 mm), longues, profondes et réparties sur toute la surface et dans toutes les directions. Pour les deux échantillons traités à la chaux, on constate que le nombre et les dimensions des fissures sont inférieures à celles de l'échantillon non traité. Ces fissures diminuent avec l'augmentation du pourcentage de chaux.

Les fissurations sont attribuées à la dessiccation qui induit des contraintes (succions) plus forte que la cohésion interne de l'échantillon. L'état des échantillons testés est dû aux

hydrates initiés par la réaction pouzzolanique qui lient et cimentent les particules et rigidifient ainsi la structure de l'Impersol traité. Plus la quantité de chaux ajoutée est importante, plus la cimentation est importante et plus la résistance aux efforts de fissurations est forte. Cependant, cette cimentation a pour effet d'obstruer des chemins de drainage de l'eau dans l'échantillon et pourrait être à l'origine de petites fissurations isolées et courtes.

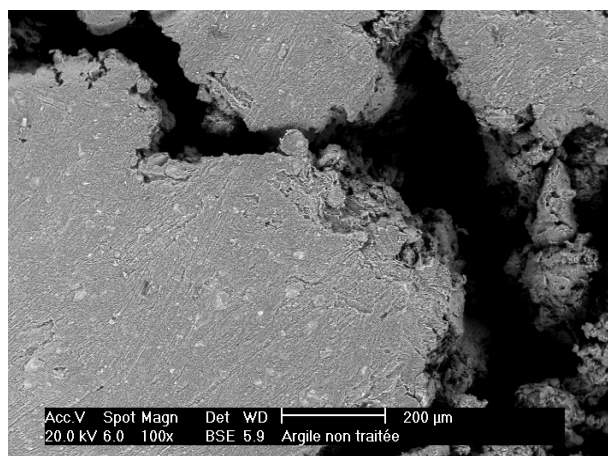
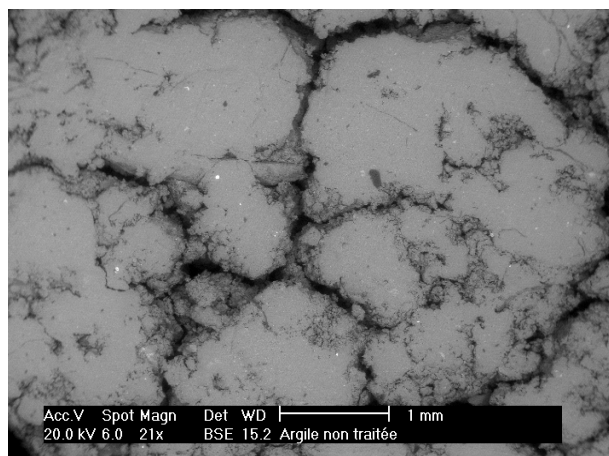
A noter qu'une partie des fissurations peut être provoquée par l'imposition du vide nécessaire à l'observation au MEB car ce vide induit un départ d'eau (dessiccation).

- **Texture des échantillons : observations avec un grandissement de 800 à 4000 (barres d'échelle de 20 à 5 μm) (figure 4.2)**

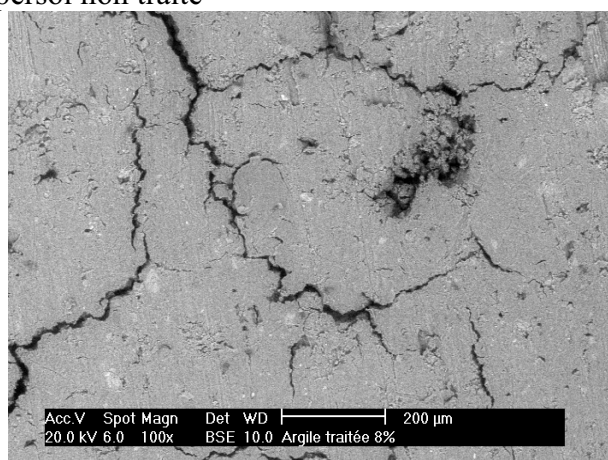
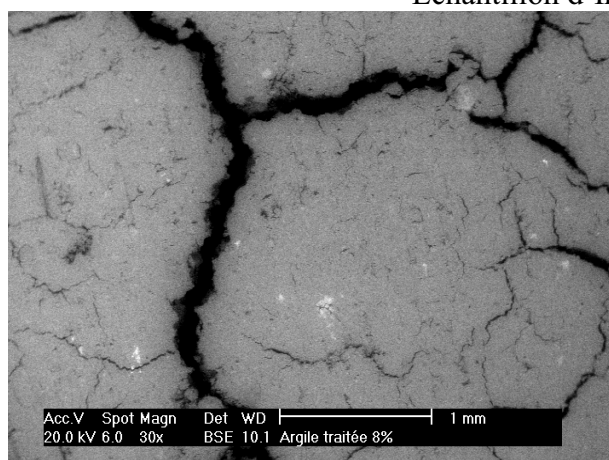
A cette échelle d'observation, on distingue les changements dans la texture entre l'échantillon non traité et ceux traités à 8 et 20% de chaux.

Pour un grandissement de 800 (barre d'échelle de 20 μm), on observe sur l'échantillon non traité des agrégats de grandes tailles alors qu'on ne distingue pas aisément les agrégats dans les échantillons traités avec 8% et 20%. Sur ces derniers, une couche semble enrober la surface des agrégats. Cette couche pourrait être constituée par les hydrates calciques formés par la réaction pouzzolanique. Ces hydrates tapissent la surface des particules argileuses et assurent leurs liaisons.

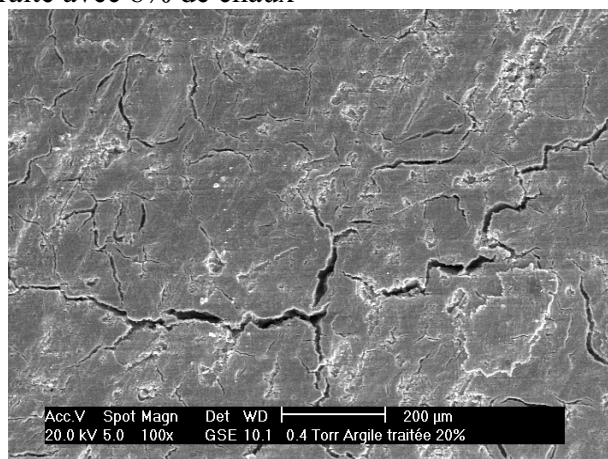
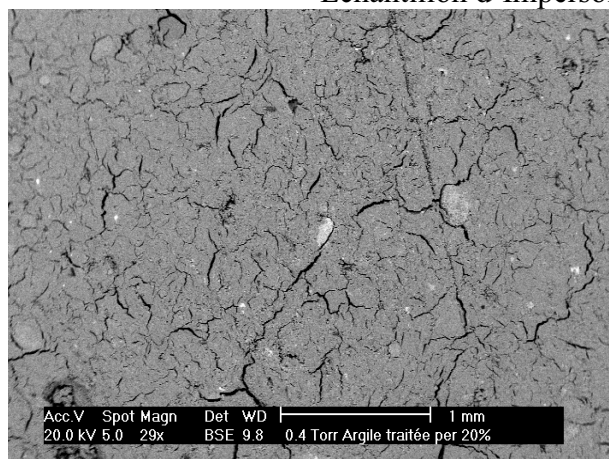
Pour un grandissement de 3200 et 4000 (barre d'échelle de 10 et 5 μm), on observe sur l'échantillon traité avec 20% de chaux, la matière de cimentation qui tapisse les bords des feuillets argileux. La morphologie des feuillets argileux se rapproche de celle d'une smectite. L'organisation des particules argileuses change avec le traitement et la moindre fissuration observée laisse supposer que l'absorption de l'eau est plus faible.



Echantillon d'Impersol non traité

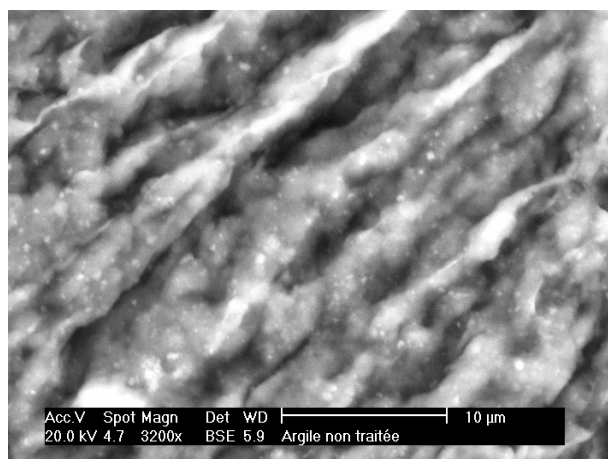
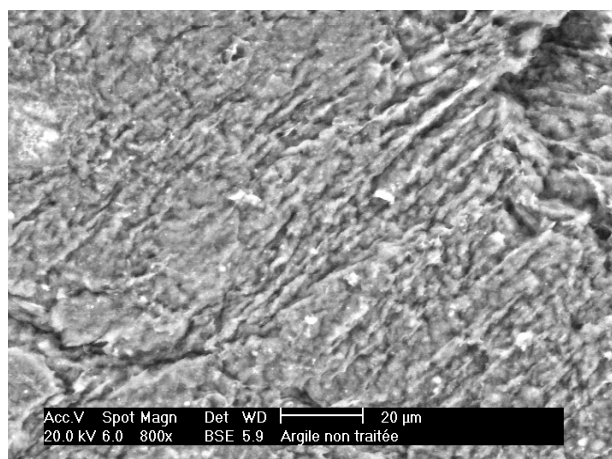


Echantillon d'Impersol traité avec 8% de chaux

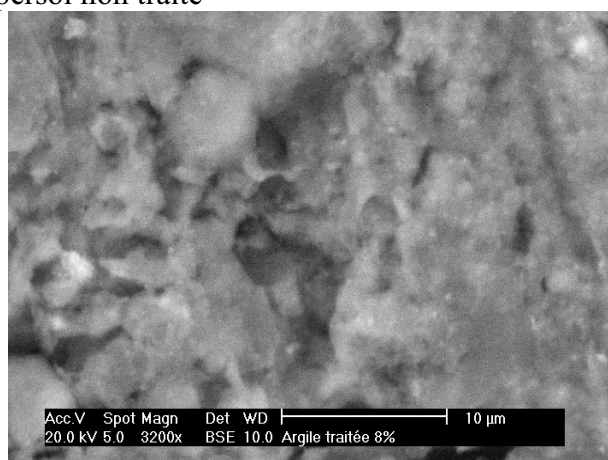
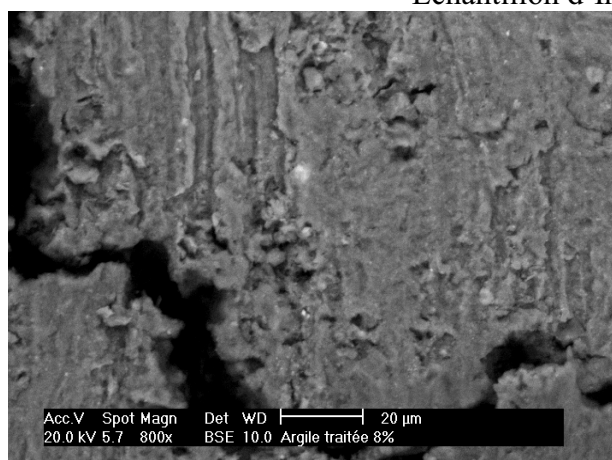


Echantillon d'Impersol traité avec 20% de chaux

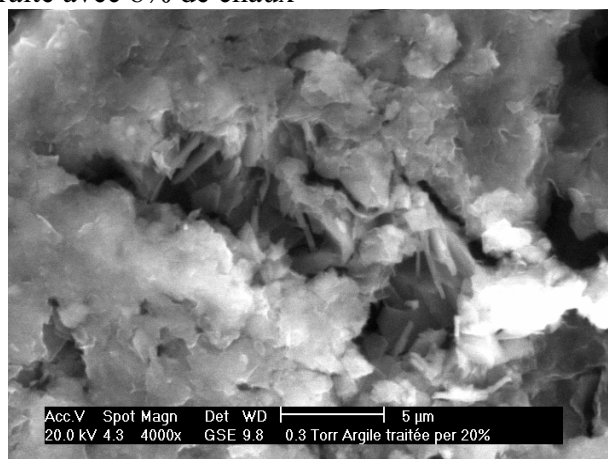
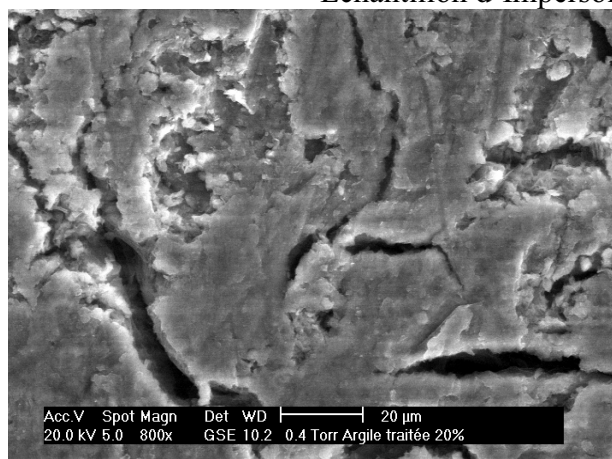
Figure 4.1 : Photos MEB, (grandissement de 20 à 100) des échantillons d'Impersol brut non traité et traité avec 8 et 20% de chaux après 6 mois de maturation



Echantillon d'Impersol non traité



Echantillon d'Impersol traité avec 8% de chaux



Echantillon d'Impersol traité avec 20% de chaux

Figure 4.2 : Photos MEB (avec un grandissement de 800 à 4000) des échantillons d'Impersol brut non traité et traité avec 8 et 20% de chaux après 6 mois de maturation

4.2. Etude de l'Impersol purifié traité à la chaux

4.2.1. Investigation de la minéralogie par DRX en fonction de la proportion de chaux (6%, 10% et 20%) et de la durée de maturation (28 jours à 6 mois)

L'étude de la minéralogie par DRX et MET de l'Impersol purifié traité à pour objet d'observer et d'identifier les produits du traitement au cours de progression de la réaction pouzzolanique. Cette étude permet de faciliter l'interprétation des observations de microscopie électronique à transmission.

L'étude par DRX est réalisée sur des échantillons d'Impersol purifié, traité avec 6%, 10% et 20% de chaux, après 28 jours et 6 mois de maturation, à 20°C et 50°C. La méthode de préparation des échantillons est identique à celle appliquée pour l'Impersol brut.

4.2.1.1. Impersol purifié traité avec 20% de chaux

La figure 4.3 présente les spectres de diffraction des rayons X de l'Impersol purifié, non traité et traité avec 20% de chaux.

Sur ces diffractogrammes, on remarque premièrement que la position de la première réflexion de la smectite S(001) apparaît, sur les diffractogrammes des échantillons traités, décalée vers les petits angles. La distance d001 de la smectite-Ca de l'Impersol traité est d'environ 0,125nm (présence d'une couche d'eau dans l'espace interlamellaire), ce qui est supérieure à la distance d001 de la smectite-Na ($\leq 0,12$ nm) dans Impersol non traité. La liaison $\text{Ca}^{2+}-\text{H}_2\text{O}$ est plus forte que la liaison $\text{Na}^+-\text{H}_2\text{O}$ et tend à former dans l'Impersol traité (smectite-Ca) un groupement $\text{Ca}^{2+}-n\text{H}_2\text{O}$ plus volumineux que le groupement $\text{Na}^+-m\text{H}_2\text{O}$ de l'Impersol purifié non traité (smectite-Na).

Sur les diffractogrammes de l'Impersol purifié traité à 20°C après 28 jours et 6 mois, on observe, comme pour l'Impersol brut, l'apparition des deux réflexions principales correspondant à l'Hydrate d'Aluminate de Calcium (CAH) à $2\theta = 11,6^\circ$ et $2\theta = 23,6^\circ$ ($d=0,76$ nm et $0,367$ nm). L'intensité des réflexions augmente avec le temps de maturation de 1 à 6 mois. Cependant, les intensités de ces deux réflexions sont nettement inférieures à celles observées avec l'Impersol brut dans les mêmes conditions de traitement (paragraphe 2.4.1.1–figure 2.18). Ceci pourrait être dû au développement important de la réaction de formation

d'un autre hydrate calcique (CSAH) qui participe à la consommation de chaux disponible, et en conséquence, limite la formation de CAH.

Sur les diffractogrammes des échantillons d'Impersol traité après 6 mois à 20°C, on observe également un élargissement relativement faible (un épaulement) du pic principal de la calcite à $2\theta = 29,45^\circ$ ($d = 0,3035\text{nm}$). Cet élargissement correspond au pic d'un nouvel hydrate formé par la réaction pouzzolanique, comme le montre l'analyse des diffractions des rayons X des échantillons traités à 50°C. Cet épaulement est l'une des cinq réflexions d'un Hydrate de Silicate et Aluminate de Calcium (CSAH) qui apparaît clairement à 50°C.

On constate sur les diffractogrammes des échantillons d'Impersol purifié traité à 50°C, l'apparition de la première réflexion du CAH, à $2\theta = 11,6^\circ$ ($d = 0,76\text{nm}$), ceci uniquement pour l'échantillon traité après 28 jours et avec une faible intensité. Cette réflexion disparaît complètement du diffractogramme pour les échantillons ayant un temps de maturation de 6 mois.

De plus, on observe, après 28 jours comme après 6 mois (de même que pour le traitement à 20°C pendant 6 mois) un épaulement sur le pic principal de la calcite à $2\theta = 29,45^\circ$ et l'apparition de quatre autres réflexions à $2\theta = 17,6^\circ$, $32,4^\circ$, $45,2^\circ$ et $55,6^\circ$ ($d = 0,50\text{nm}$, $0,27\text{nm}$, $0,20\text{nm}$ et $0,17\text{nm}$). L'augmentation du temps de maturation au-delà de 28 jours n'a qu'un faible effet sur l'augmentation de l'intensité de ces réflexions. Ces nouvelles réflexions correspondent à un Hydrate d'Alumino-Silicate de Calcium (CSAH) formé par la réaction pouzzolanique à cette température, de formule $\text{Ca}_3\text{Al}_2\text{SiO}_4(\text{OH})_8$ (38-0368 et 32-0151, JCPDS). L'épaulement est l'une des réflexions de cet hydrate ($d = 0,309\text{nm}$).

La faible intensité de la réflexion principale du CAH et sa diminution avec le temps de maturation pourraient être expliquées par le développement rapide de la réaction produisant le CSAH, du fait de l'élévation de la température. On peut donc supposer que le développement de cette réaction limite la formation du CAH au cours du premier mois et transforme le CAH en CSAH (changement de structure avec captation de silicium). On remarque que le nombre de cations calcium et aluminium est identique dans les deux hydrates. Ceci doit faciliter la transformation du CAH en CSAH. La stabilisation de l'intensité des réflexions du CSAH après 28 jours montre qu'avec ce dosage en chaux ajoutée et à cette température importante de maturation de 50°C, la totalité du CSAH est produite au cours du premier mois de maturation.

Les réflexions de la chaux n'ayant pas réagi sont présentes sur le diffractogramme de l'échantillon traité après 28 jours à 20°C, alors que les réflexions caractéristiques des pics de chaux ont complètement disparu après 6 mois de maturation à la température ambiante et après 28 jours de maturation à 50°C. Ces résultats montrent que la chaux ajoutée est déjà consommée dans les premiers 28 jours de maturation à 50°C, alors que la consommation complète de cette quantité nécessite un temps plus important à température ambiante.

Les diffractogrammes de rayons X montrent également une diminution de l'intensité des réflexions caractéristiques des feuillets argileux [S-K (02,11), (20,13) et (06,33)] après une longue période de maturation (6 mois), ce qui implique un début de destruction des feuillets argileux.

On observe également sur ces diffractogrammes une faible augmentation de l'intensité des pics de la calcite, résultant d'un apport de calcite (impureté de la chaux ajoutée) et éventuellement d'une carbonatation partielle de la chaux par le gaz carbonique de l'atmosphère pendant la préparation.

4.2.1.2. Impersol purifié, traité avec 10% de chaux

Les spectres de diffraction de la figure 4.4 sont ceux de l'Impersol purifié, traité avec 10% de chaux. Sur ces spectres de diffraction, on constate :

La réflexion correspondante à l'Hydrate d'Aluminate de Calcium (CAH) à $d = 0,76$ nm ($2\theta = 11,6^\circ$) est visible seulement avec une intensité très faible sur les diffractogrammes des échantillons de l'Impersol purifié traité pendant 6 mois à 20°C et pendant 28 jours à 50°C. Ceci indique la présence d'une quantité faible de CAH formé par la réaction pouzzolanique dans ces échantillons.

On observe un élargissement du principal pic de la calcite sur les diffractogrammes des échantillons traités après 6 mois à 20°C et après 28 jours et 6 mois à 50°C. Cet élargissement pourrait être attribué à l'apparition d'une réflexion du CSAH formé par la réaction pouzzolanique, comme c'est le cas pour les échantillons traités avec 20% de chaux. La faible intensité des réflexions du CSAH sur les diffractogrammes montre que la quantité de cet hydrate formé avec cette quantité de chaux est faible.

De plus, il n'y a aucune réflexion de la chaux sur les diffractogrammes. Ceci montre que la consommation de la chaux ajoutée est complète, même pour une courte période de maturation (28 jours) à température ambiante.

Les diffractogrammes des échantillons traités montrent une légère diminution des intensités des réflexions caractéristiques des feuillets argileux [S–K (02,11), (20, 13) et (06, 33)] dans les échantillons traités après 6 mois de maturation aux deux températures de maturation.

Ainsi, comme pour les échantillons traités avec 20% de chaux, les diffractogrammes des échantillons traités avec 10% de chaux montrent une légère augmentation de l'intensité des réflexions de la calcite, résultant d'un apport de calcite (impureté de la chaux ajoutée) et éventuellement d'une carbonatation partielle de la chaux par le CO₂ de l'air pendant la préparation.

4.2.1.3. Impersol purifié, traité avec 6% de chaux

La figure 4.5 présente les diffractogrammes X de l'Impersol purifié, traité avec 6% de chaux.

Aucun de ces diffractogrammes ne montre les réflexions de CAH et de chaux. Ces diffractogrammes ne montrent pas non plus de nouvelles réflexions.

De plus, ils ne montrent pas une diminution visible de l'intensité des réflexions {hk} des feuillets argileux après 6 mois de maturation, ce qui montre que la structure de l'argile n'a pas été affectée par le traitement.

Il est possible qu'il existe une faible quantité d'hydrate résultant d'une réaction pouzzolanique entre l'argile et la chaux dans un milieu saturé en chaux, s'il reste des cations calcium après l'échange cationique; mais l'observation de ces hydrates sur les diffractogrammes est très difficile (hydrate en très faible quantité).

De plus, on observe, comme pour tous les échantillons traités, une légère augmentation de l'intensité des réflexions de la calcite ce qui indique une légère augmentation de la proportion de calcite dans ces échantillons.

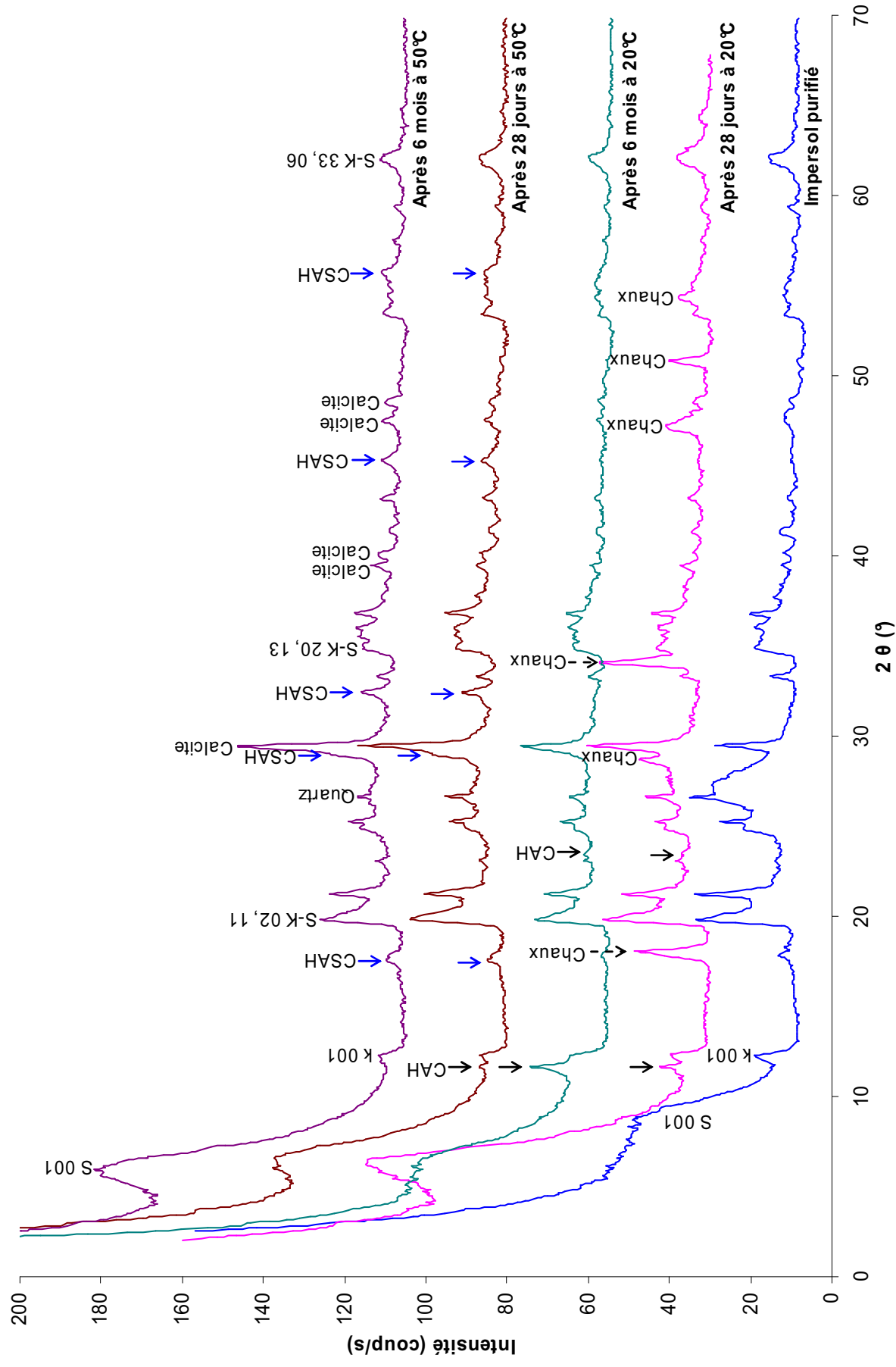


Figure 4.3 : Spectres de diffraction des rayons X de l'Impersol purifié, traité avec 20% de chaux, après 28 jours et après 6 mois de maturation, à 20°C et 50°C

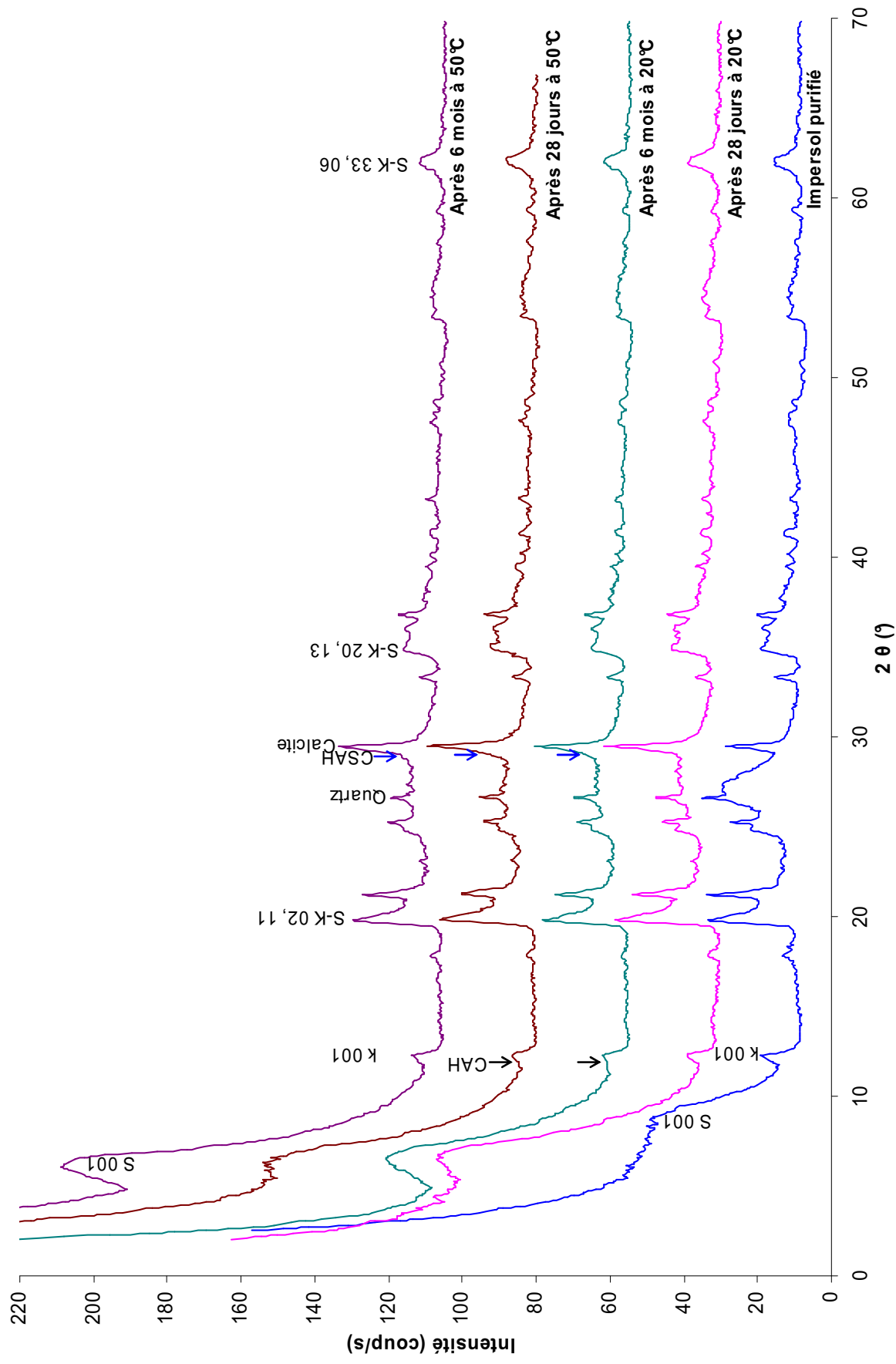


Figure 4.4 : Spectres de diffraction des rayons X de l'Impersol purifié, traité avec 10% de chaux, après 28 jours et après 6 mois de maturation, à 20°C et 50°C

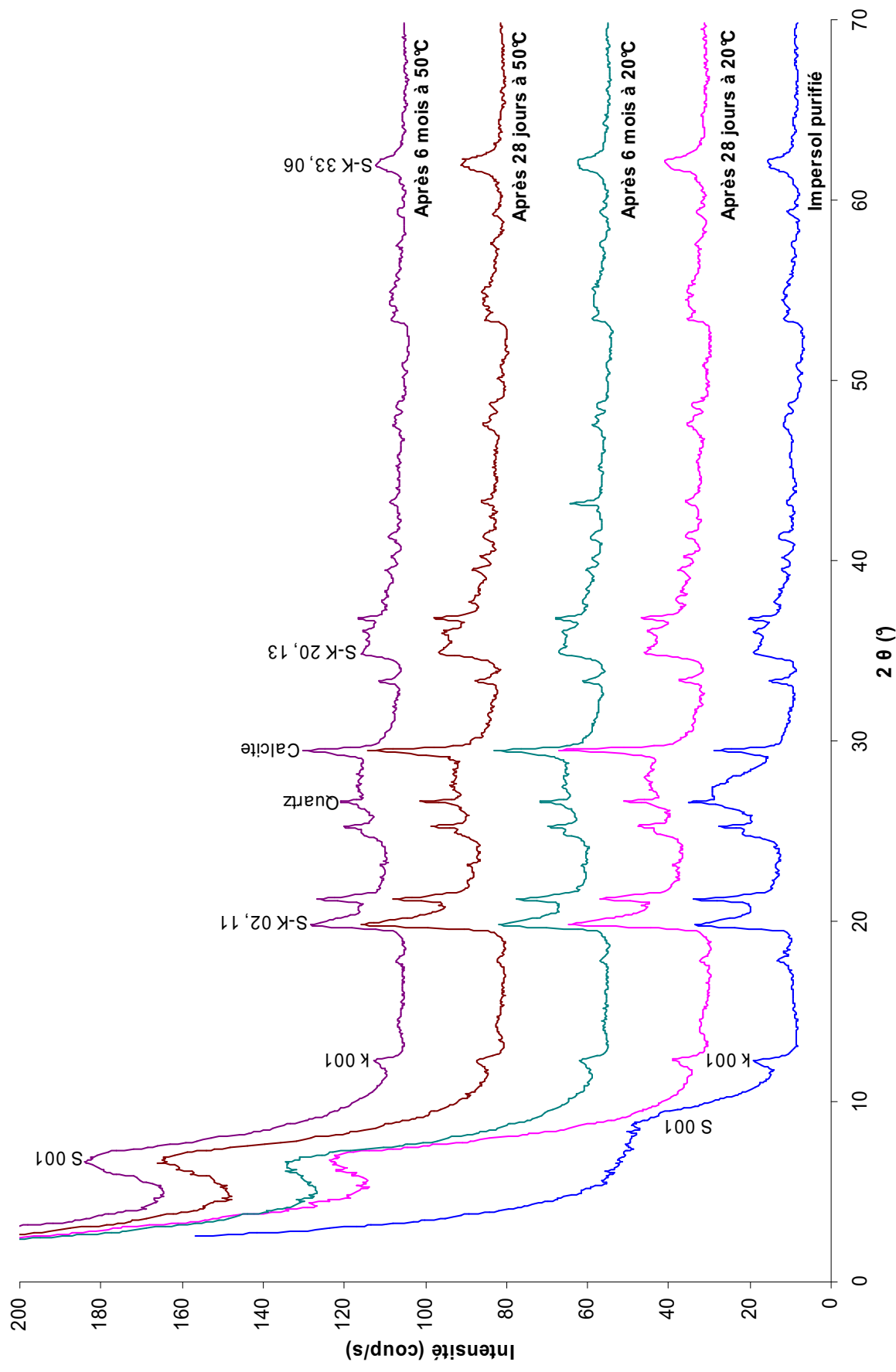


Figure 4.5 : Spectres de diffraction des rayons X de l'Impersol purifié, traité avec 6% de chaux, après 28 jours et après 6 mois de maturation, à 20°C et 50°C

4.2.1.4. Bilan et discussion

Les conclusions de cette étude sont :

- 1- Un hydrate d'aluminate de calcium CAH est formé par la réaction pouzzolanique dans l'Impersol purifié traité avec un dosage en chaux supérieure à 6%. La formation de cet hydrate n'est notable qu'avec un fort dosage en chaux (20%) et à 20°C. Cependant, une quantité faible de cet hydrate a été produite avec 10% de chaux mais seulement pour une maturation de 6 mois à 20°C ou de 28 jours à 50°C. Ceci peut s'interpréter par le développement d'une réaction concurrente produisant un autre hydrate calcique, le CSAH.
- 2- Un hydrate de silico-aluminate de calcium (CSAH) est formé par la réaction pouzzolanique, si le dosage en chaux est supérieur à 6% et pour une température de maturation de 50°C. La quantité de cet hydrate augmente avec le pourcentage en chaux. La réaction générant le CSAH est une réaction majoritaire à 50°C. En revanche, à 20°C, cet hydrate est également produit mais en quantité très réduite et après une longue durée de maturation (6 mois).
- 3- A la température de maturation de 50°C, la diminution du CAH avec l'augmentation de temps de maturation pourrait être due à la transformation de cet hydrate en CSAH.
- 4- Le dosage de 6% de chaux est insuffisant pour déclencher la réaction pouzzolanique notamment avec l'argile purifiée (la purification augmente la proportion de smectite dans l'Impersol). Pour un dosage inférieure à 6%, toute la chaux, est consommée par l'échange cationique $\text{Na}^+/\text{Ca}^{2+}$.

4.2.1.5. Comparaison des résultats des DRX de l'Impersol brut traité et de l'Impersol purifié traité

La comparaison des résultats de la diffraction des rayons X effectuée sur les échantillons de l'Impersol brut et de l'Impersol purifié, montre que :

Les mêmes produits de la réaction pouzzolanique (CAH et CSAH) sont détectés.

On observe également la diminution de l'intensité des réflexions de CAH et la transformation du CAH en CSAH avec le temps de maturation à 50°C. Cependant, la réaction pouzzolanique génère majoritairement le CSAH dans l'Impersol purifié, alors qu'elle génère majoritairement le CAH dans l'Impersol brut traité dans les mêmes conditions de maturation.

Il y a une plus grande organisation des feuillets argileux suite à la purification, et une diminution importante mais non totale des proportions de quartz et de calcite. La goéthite n'est pas éliminée.

4.2.2. Etude de la morphologie et des nouveaux hydrates par microscopie électronique à transmission (MET)

Dans cette étude, les observations microscopiques sont réalisées sur des échantillons purifiés et compactés d'Impersol, non traités et traités avec 6%, 10% et 20% de chaux après 6 mois de maturation. La méthode de préparation des échantillons est présentée dans le chapitre I (Protocole expérimental). Lors des observations d'un échantillon, des micro-analyses chimiques par Spectroscopie par Dispersion d'Energie (Energy Dispersif X-rays) et des diffractions électroniques (DE) ont été effectuées sur plusieurs zones ayant des morphologies différentes, afin d'identifier les matériaux observés. Les zones étudiées par ces deux méthodes sont indiquées par des cercles sur les photos de MET.

On présentera des images caractéristiques de l'ensemble des observations effectuées qui montrent les effets du traitement. Premièrement on rappellera les résultats MET de l'Impersol pour comparer les morphologies des échantillons traités et non traités. On présentera ensuite les résultats d'échantillons traités, avec un fort dosage de chaux (20%) aux deux températures (20°C et 50°C), afin d'identifier plus facilement la morphologie, la texture des nouveaux hydrates ou celle de l'argile attaquée. En effet la quantité d'hydrates formés et l'attaque par la chaux des argiles sont plus importantes avec ce dosage de chaux. Enfin, on présentera les résultats d'échantillons traités avec 10%, puis ceux obtenus avec un traitement à 6%.

4.2.2.1. Comparaison: Impersol purifié non traité et Impersol purifié traité

La figure 4.6 donne trois images MET de l'Impersol purifié non traité (image 4.6–a) et traité (image 4.6–b et 4.6–c). Dans l'Impersol non traité (image 4.6–a), les feuillets des smectites sont déposés à plat, leur surface est lisse, de grande extension ($\approx 200\text{nm}$). L'épaisseur de l'échantillon est quasiment uniforme. Dans les zones plus sombres, les feuillets se superposent, ou bien les bords des feuillets se replient (vue en coupe de quelques feuillets).

L'Impersol traité (image 4.6–b) apparaît très divisé, formant des agrégats de particules de forme, d'épaisseur et de taille variable. Les feuillets de smectite apparaissent très divisés avec des dimensions réduites. Certaines zones de l'échantillon sont craquelées, striées aléatoirement. L'image 4.6–c agrandie est un exemple du changement d'aspect que produit le traitement sur des portions de feuillets argileux.

La comparaison de ces images montre que le traitement modifie profondément la morphologie de l'Impersol.

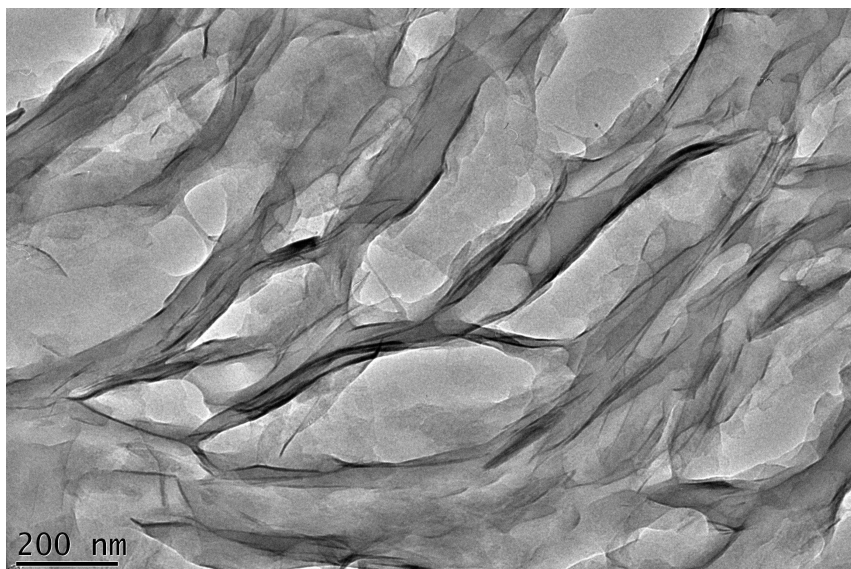


Image 4.6-a :

Impersol non traité

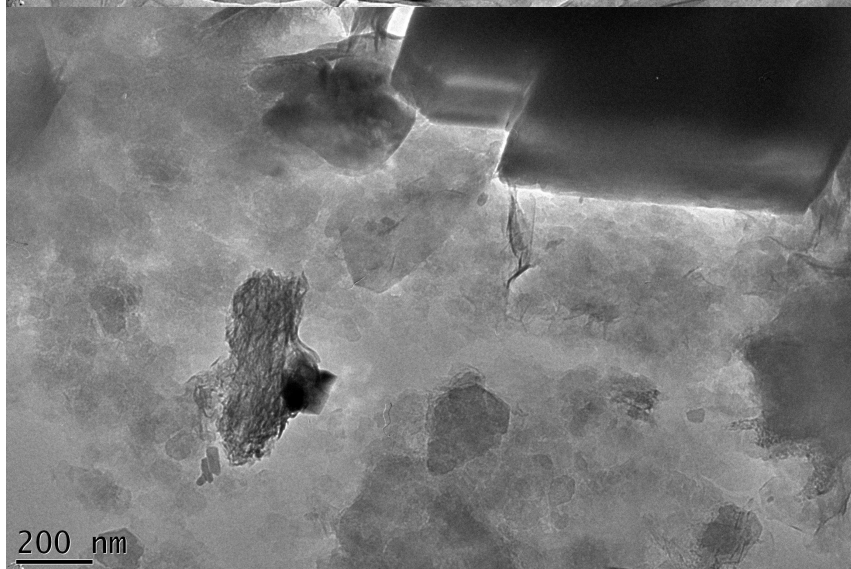


Image 4.6-b :

Impersol traité avec
20% de chaux

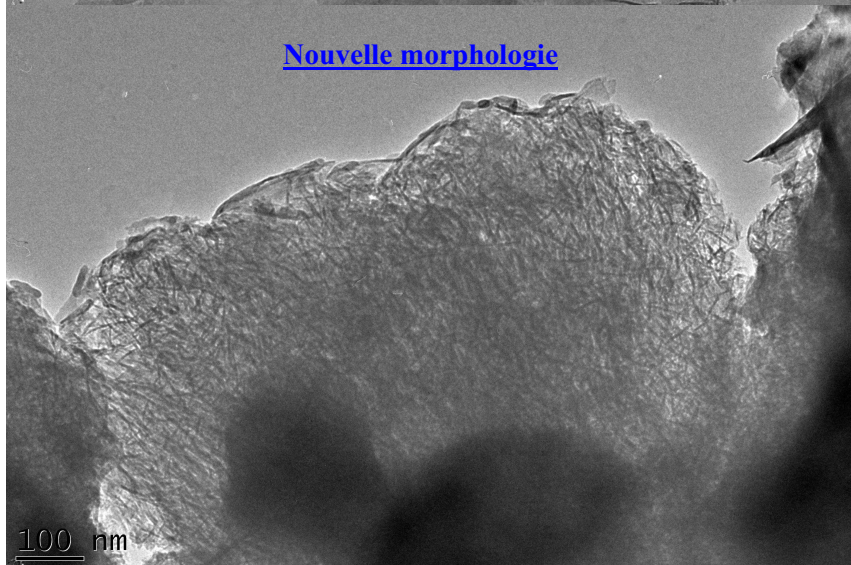


Image 4.6-c :

Impersol traité avec
20% de chaux

Figure 4.6 : Images de MET des échantillons d'Impersol purifié non traité (image 4.6–a), et d'Impersol traité avec 20% de chaux pendant 6 mois à 20°C (image 4.6–b et 4.6–c)

4.2.2.2. Impersol traité avec 20% de chaux à 20°C

On observe sur la figure 4.7 plusieurs aspects dont une nouvelle morphologie qui apparaît sur les bords des particules argileuses (images 4.7–a et 4.7–b), analogue à celle de la figure 4.6–c. C'est une morphologie différente de celle de l'intérieur des particules et différente de la morphologie de l'argile non traitée. Cette morphologie a l'aspect de traits, de bâtonnets dirigés dans toutes les directions, ayant une forte anisotropie (rapport $\ell/L \approx 1/10 - 1/100$), et dont la plus petite dimension est de l'ordre du nanomètre. Cette nouvelle morphologie est celle de feuillets argileux attaqués sur leurs bords par la chaux, elle pourrait être celle d'un produit de la réaction pouzzolanique.

Les clichés de diffraction électronique (ED) sont présentés dans la figure 4.7. Les résultats des analyses chimiques et cristallographiques sont regroupés dans les tableaux 4.1 (EDX) et 4.2 (DE).

• Discussion

Les zones sont classées par concentration croissante en calcium. On étudie ainsi l'évolution de la morphologie en fonction de la concentration en Ca.

Zone 1 : [Ca] $\approx$ 3%

L'analyse chimique montre un rapport $Si / Al = 1,2$ proche de celui de la kaolinite. La particule de la zone 1 a la forme d'un feuillet de kaolinite (angle à 120°). La proportion de calcium est très faible, sensiblement égale à la proportion due à la calcite apportée avec la chaux du traitement, ce qui montre l'absence d'hydrates possibles dans cette zone, mais aussi de smectite calcique. Le cliché de diffraction montre la présence des raies $\{h,k\}$ caractéristiques des feuillets argileux mais avec des intensités faibles. La particule de la zone 1 a une faible épaisseur, elle diffracte peu. Cette zone contient principalement de la kaolinite.

Zone 2 : [Ca] $\approx$ 8%

Sur le cliché de diffraction de la zone 2, on observe cinq anneaux tachetés ayant une intensité non uniforme, avec une répartition hexagonale des taches des anneaux. Ces anneaux correspondent aux cinq premières raies caractéristiques $\{h,k\}$ des feuillets des smectite et kaolinite (tableau 4.2). Compte tenu de la forte anisotropie des argiles, leurs plans ab sont

parallèles au support des échantillons, donc perpendiculaires au faisceau d'électrons. Le diagramme de diffraction observé est une image du plan réciproque de l'argile, plan passant par l'origine et perpendiculaire à $\mathbf{a} \wedge \mathbf{b}$ ou $\mathbf{c}$. On observe donc les réflexions $\{h,k\}$.

Les clichés de diffraction des zones 1 et 3 sont semblables mais avec des intensités beaucoup plus faibles. Les figures de diffraction des zones 1, 2 et 3 sont caractéristiques des feuillets argileux. Elles montrent que la structure des argiles n'est pas ou peu affectée par le traitement.

L'analyse chimique donne une concentration de calcium sensiblement égale aux concentrations en calcium d'un échantillon constitué d'Impersol traité, avec une smectite calcique, et de la calcite apportée par le traitement et composante mineure de l'Impersol.

Les proportions atomiques en silicium et aluminium sont proches de celles de l'argile non traitée, avec un rapport $\text{Si}/\text{Al} = 1,5$ intermédiaire entre smectite et kaolinite. Ces résultats montrent que cette zone contient majoritairement de l'Impersol, dont la smectite est calcique.

Zone 3 : $[\text{Ca}] \approx 14\%$

Cette zone a une concentration de calcium (14%) supérieure à la concentration moyenne de l'Impersol (6–8%) dont la smectite est calcique et qui contient de la calcite en impureté ($\approx 4\%$).

Le cliché de diffraction montre la présence des raies $\{h,k\}$ caractéristiques des feuillets argileux (ce qui montre la présence de feuillets argileux non attaqués).

Les proportions atomiques en silicium et aluminium sont proches de celles de l'argile non traitée, avec un rapport $\text{Si}/\text{Al} \approx 51/30 = 1,7$ proche d'une smectite.

Zone 4 : $[\text{Ca}] \approx 28\%$

Sur le cliché de diffraction électronique :

1) les raies caractéristiques de l'argile ne sont plus observées. Les particules argileuses sont donc fortement attaquées par la chaux.

2) on observe trois halos de diffusion avec une intensité assez uniforme sur le cercle. Le premier halo est très large et correspond à une distance $d \approx 0,31\text{nm}$. Les deux autres anneaux à $d \approx 0,22$ et $0,13\text{nm}$ ont une très faible intensité (tableau 4.2). Ce diagramme est celui d'un matériau amorphe, désordonné, et un précurseur possible des hydrates calciques.

L'analyse chimique indique : une composition atomique de calcium égale à 28%, un rapport $\text{Si/Al} \approx 52/18 = 2,9$ élevé, supérieure à 2, et une concentration en magnésium pratiquement nulle par rapport à ce que l'on observe dans l'Impersol non traité.

Des compositions en Ca, Si, Al et Mg du même ordre, et des diffractogrammes électroniques semblables, sont obtenus dans les zones présentant la même morphologie de feuillets « craquelés ».

Zone 5 : [Ca] $\approx$ 91%

L'analyse chimique de cette zone indique une proportion de 91% de calcium. L'image montre deux cristaux de forme rhomboédrique avec un angle de l'ordre de 75° (clivage caractéristique d'une calcite). Le cliché de diffraction à une symétrie rhomboédrique avec de nombreuses taches de forte intensité, régulièrement alignées (maille $\approx 7,0\text{nm}^{-1} \times 3,0\text{nm}^{-1}$ $\gamma = 93^\circ$). La face de clivage (face 012 ou 014) est parallèle au support, et on observe les réflexions du plan réciproque perpendiculaire à cette direction. Cette zone correspond à des particules de calcite.

Tableau 4.1 : Proportions des éléments présents dans les zones sélectionnées sur les images 4.7–a et 4.7–b, obtenues par micro analyse chimique (EDX)

Éléments	Zone 1	Zone 2	Zone 3	Zone 4	Zone 5
Al	42,1	34,8	30,6	17,8	2,7
Si	51,6	53,7	51,8	52,0	4,7
Ca	2,7	8,5	14,2	28,5	91,5
Fe	2,5	2,0	2,0	1,5	0,7
Mg	1,1	1,0	1,4	0,2	0,4
Total	100	100	100	100	100
Si/Al	1,2	1,5	1,7	2,9	1,7

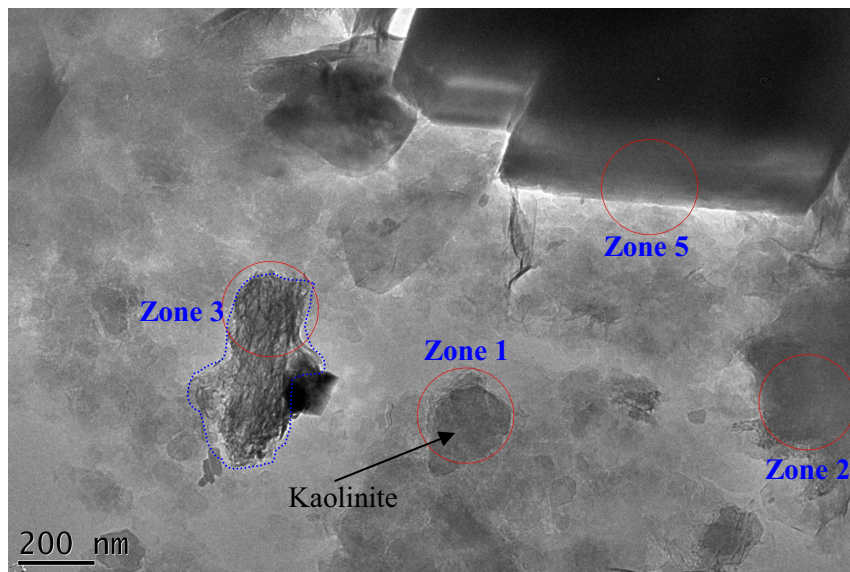
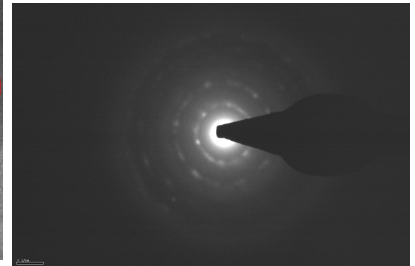


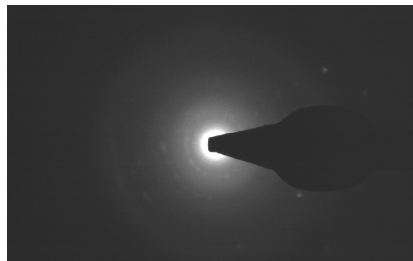
Image 4.7-a



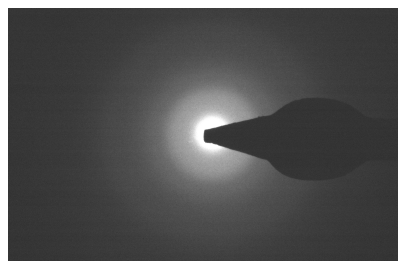
Diffraction électronique de la zone 1



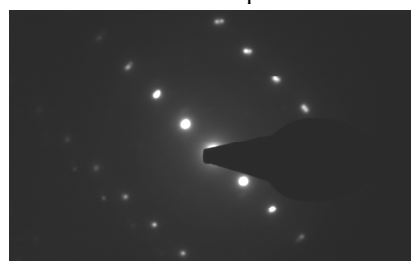
Diffraction électronique de la zone 2



Diffraction électronique de la zone 3



Diffraction électronique de la zone 4



Diffraction électronique de la zone 5

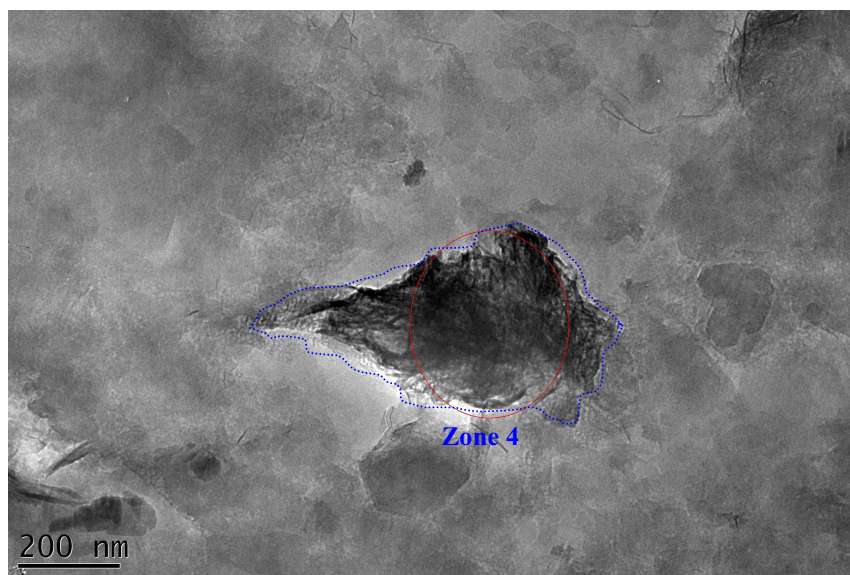


Image 4.7-b

Les zones :

Zone 1 : [Ca] $\approx$ 3%

Zone 2 : [Ca] $\approx$ 8,5%

Zone 3 : [Ca] $\approx$ 14%

Zone 4 : [Ca] $\approx$ 28%

Zone 5 : [Ca] $\approx$ 91%

Figure 4.7 : Images 4.7-a et 4.7-b de MET réalisées sur un échantillon d'Impersol purifié, traité avec 20% de chaux à la température de maturation de 20°C pendant 6 mois et les clichés de diffraction électronique (ED) des zones sélectionnées

Tableau 4.2 : Résultats de diffraction électronique des cinq zones sélectionnées sur les images 4.7–a et 4.7–b de la figure 4.7

Zone	anneau ou tache	Caractéristiques de la réflexion forme et intensité	Distance (d en nm)	Minéraux
Zone 1	anneaux (de faible intensité) analogues à zone 2			argile
Zone 2	1 ^{er} anneau	anneau ponctué forte intensité	0,46-0,47	argile {02ℓ- 11ℓ}
	2 ^{ème} anneau	anneau ponctué moyenne	0,26-0,27	argile {20ℓ - 13ℓ}
	3 ^{ème} anneau	anneau tacheté très faible	0,18	argile {15, 24ℓ, 31ℓ}
	4 ^{ème} anneau	anneau tacheté faible	0,16	argile {06ℓ - 33ℓ}
	5 ^{ème} anneau	anneau tacheté très faible	0,135	argile {40ℓ- 26ℓ}
Zone 3	anneaux (de faible intensité) analogues à zone 2 halos (de très faible intensité) analogues à zone 4			argile amorphe
Zone 4	1 ^{er} anneau	halo large intensité moyenne	≈ 0,31	amorphe
	2 ^{ème} anneaux	halo intensité faible	≈ 0,22	amorphe
	3 ^{ème} anneaux	halo intensité très faible	≈ 0,13	amorphe
Zone 5	tache 1	tache très forte intensité	0,333	calcite (104, 3,035Å)
	tache 2	tache forte intensité	0,143	calcite (0012, 1,422Å)

• Conclusion

Cette étude montre que l’Impersol après traitement a une texture très hétérogène à l’échelle de la centaine de nanomètre. Une nouvelle morphologie apparaît qui correspond à des feuillets argileux attaqués par la chaux ayant une texture désorganisée.

Cette morphologie apparaît dans des zones où :

- la proportion de calcium est forte, de l’ordre de 15 à 30%.
- le rapport Si/Al est très supérieur à celui des argiles.
- la proportion de magnésium est quasi nulle.
- la diffraction électronique de ces zones est celle de matériaux amorphes, et ne permet pas de définir un hydrate calcique (CAH, CSAH, ...).

Néanmoins ces faits tendent à suggérer ou confirmer la formation, ou le début de formation, dans les échantillons traités d’hydrates calciques à l’issue d’une réaction pouzzolanique.

4.2.2.3. Impersol traité avec 20% de chaux à 50°C

La figure 4.8 présente deux images caractéristiques de l'ensemble des observations effectuées par MET sur l'Impersol traité dans ces conditions.

On observe sur la première image une partie à gauche, foncée, qui correspond à la superposition de nombreuses particules. La partie droite est moins épaisse et permet d'observer les différentes morphologies de l'échantillon. L'Impersol traité apparaît très divisé, formant des agrégats de particules d'épaisseur et de taille variable, contrairement à l'Impersol non traité formant une pellicule d'épaisseur quasi uniforme avec quelques fractures (figure 4.6-a). Comme dans les échantillons traités à 20°C, on observe, à la suite du traitement, une nouvelle morphologie sur les bords des particules. Cette morphologie est présente sur toute cette partie claire. Son existence sur la partie foncée est possible mais non visible. De plus, on constate la présence sur les deux images de cristaux, comme le montre les faciès angulaires de certaines particules. Les analyses chimiques des zones sélectionnées sont données dans le tableau 4.3 et les clichés de diffraction sont présentés sur la figure 4.8.

• Discussion

Zone 1 : [Ca] $\approx$ 8%

La composition atomique de cette zone montre une présence importante de fer (27%). Cette quantité de fer est attribuée à la présence de particules de goethite. Cette zone contient une proportion atomique de calcium d'environ 8%. Le rapport Si/Al $\approx$ 1,3 est proche du rapport Si/Al = 1 d'une kaolinite.

On observe sur le cliché de diffraction électronique de cette zone :

- un halo d'intensité moyenne, il correspond au halo du film support de carbone.
- plusieurs taches ayant des intensités variées (de forte à très faible). Les taches sont dues à une structure ordonnée tridimensionnelle. La symétrie de leur répartition est liée à la symétrie du cristal. Les distances mesurées sont les distances entre les plans atomiques du cristal (ex : calcite et goethite). Ces taches correspondent aux réflexions d'un cristal de goethite.
- des anneaux, des cercles avec des taches, c'est-à-dire une variation de l'intensité sur l'anneau, correspondent à un grand nombre de cristaux désorientés (ex : diagramme de poudre des rayons X, diagramme électronique des argiles). Les feuillets sont tous à plat, parallèles, mais les divers paquets de feuillets sont désorientés.

Zone 2 : [Ca] $\approx$ 18%

L'analyse chimique montre une proportion en calcium (18%) intermédiaire entre celle d'argile non attaquée mais chargée en calcium ($\approx$ 8%) et celle où les feuillets sont très attaqués avec disparition du DE des argiles ($\approx$ 30%). L'image 4.8–b montre des feuillets attaqués par la chaux, ce qui suggère la présence d'hydrates cimentant ces feuillets. Le rapport $\text{Si}/\text{Al} \approx 1,75$ est proche de celui de l'Impersol non traité (1,7). Les proportions de magnésium et de fer sont celles des argiles et de la quantité de goethite présentes dans l'Impersol (cations de Mg^{+2} et de Fe^{+2} en substitution dans les smectites et fer de la goethite).

Sur le cliché de diffraction électronique, on observe deux anneaux ayant une faible intensité, correspondant à une distance $d = 0,21\text{nm}$ et $d = 0,12\text{nm}$. Ces deux halos de diffusion sont similaires à ceux obtenus dans l'échantillon traité à 20°C (zone 4 de la deuxième image, 4.7–b), mais on n'observe pas le halo de diffusion correspondant à $d = 0,31\text{nm}$.

Zone 3 : [Ca] $\approx$ 38%

Cette zone est sélectionnée sur la nouvelle morphologie. Sur le cliché de diffraction électronique de cette aire, on observe, le même anneau et quelques taches, comme pour le cliché de diffraction électronique de la zone 4 de l'image 4.8–b. L'anneau est un halo très large correspondant à une distance de l'ordre de $3,1\text{nm}$, il est dû à un matériau amorphe. Les taches correspondent à des réflexions d'un matériau ordonné tridimensionnel (la calcite). La calcite pourrait être le petit morceau foncé présent dans cette zone. Les raies caractéristiques de l'argile ne sont pas observées, ou ont des intensités trop faibles pour être observées.

On constate que la proportion atomique de calcium est importante (38%). Cette proportion importante de calcium est associée sur l'image à des feuillets d'argile attaqués par la chaux, à un matériau très désorganisé et peut être aux CAH, CSAH. Cependant, la DE ne les montrent pas, elle indique la présence d'un matériau amorphe, précurseur possible des hydrates calciques.

Le rapport $\text{Si}/\text{Al} = 2,8$ est très élevé, supérieur à celui des argiles. De même la proportion de magnésium est quasi nulle. Ces valeurs (rapport, proportions) sont similaires à celles mesurées dans les zones étudiées ayant cette nouvelle morphologie.

Zone 4 : [Ca] $\approx$ 91%

La composition atomique de cette zone montre qu'elle est constituée majoritairement de calcium (91%). C'est une zone occupée par la calcite avec une très faible présence d'argile, similaire à la zone 5 de l'image 4.7–a de l'échantillon traité à 20°C.

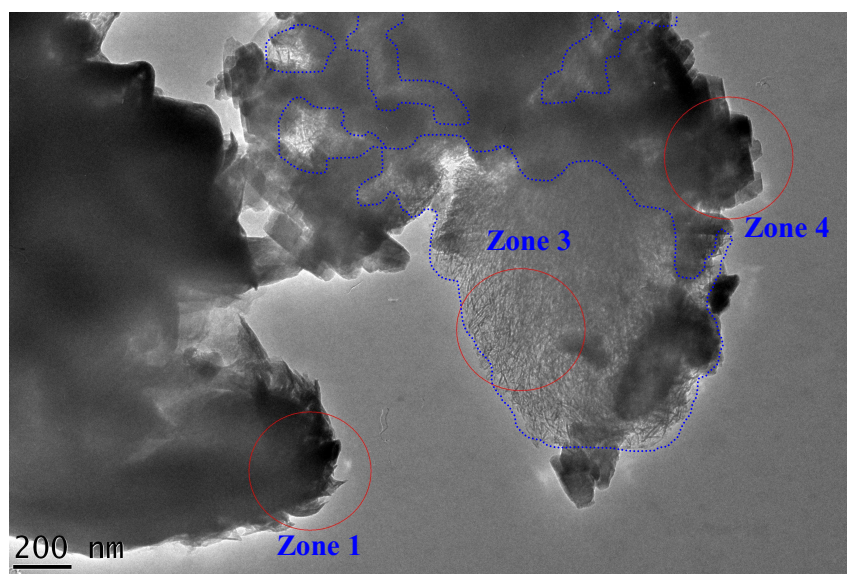
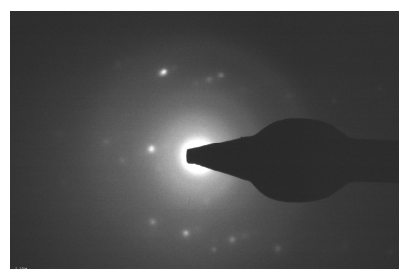
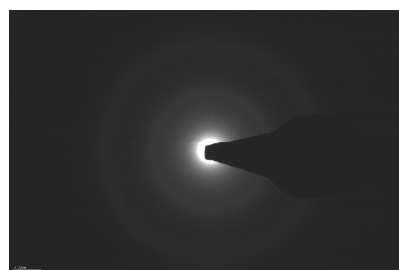


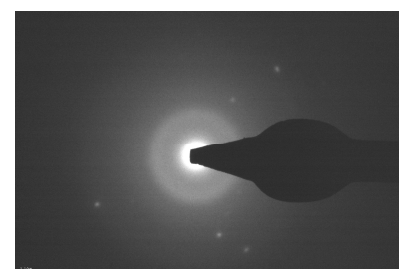
Image 4.8–a



Diffraction électronique de la zone 1



Diffraction électronique de la zone 2



Diffraction électronique de la zone 3

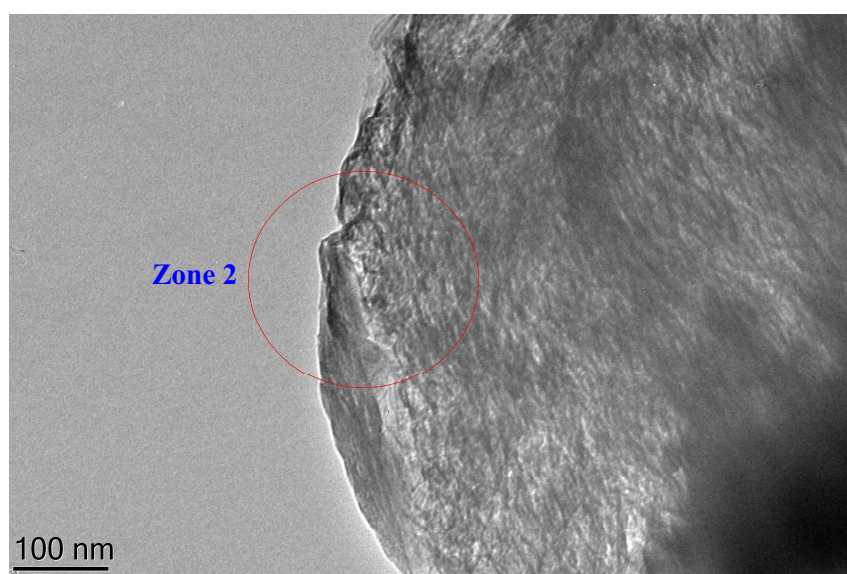


Image 4.8–b

Les zones :

Zone 1 : [Ca] $\approx$ 8%

Zone 2 : [Ca] $\approx$ 18%

Zone 3 : [Ca] $\approx$ 38%

Zone 4 : [Ca] $\approx$ 91%

Figure 4.8 : Images 4.8–a et 4.8–b de MET réalisées sur un échantillon d'Impersol purifié traité avec 20% de chaux à la température de maturation de 50°C et clichés de diffraction électronique (DE) des zones sélectionnées

Tableau 4.3 : Proportions atomiques des différents éléments présents dans les quatre zones sélectionnées de la figure 4.8, obtenues par micro analyse chimique (EDX)

Éléments	Zone 1	Zone 2	Zone 3	Zone 4
Al	27,0	28,2	15,8	2,1
Si	36,0	49,4	44,4	3,7
Ca	7,8	18,3	38,0	91,2
Fe	27,6	3,3	1,4	1,5
Mg	1,6	0,8	0,4	1,5
Total	100	100	100	100
Si/Al	1,3	1,75	2,8	1,8

4.2.2.4. Impersol traité avec 10% de chaux à 20°C

Pour cet échantillon, on présentera deux images (figure 4.9). Le tableau 4.4 donne les résultats des analyses EDX de deux zones de ces échantillons. On n'observe pas clairement sur les deux images l'apparition de la nouvelle morphologie. Ceci est lié à une faible concentration en chaux (10%) et à une température peu élevée (20°C). Cependant, on observe entre les bords des feuillets argileux (zone indiquée par un trait bleu sur la deuxième image) une texture différente de la texture des feuillets argileux. Cette texture occupe de petites surfaces et semble proche de celle des "hydrates", observées dans l'échantillon traité avec 20% de chaux. L'analyse chimique de l'une de ces surfaces indique une proportion moyenne de calcium (14%). Ceci suggère la présence possible d'un hydrate de calcium.

Sur ces images (en particulier l'image 4.9-a), on observe des paquets de feuillets argileux (les feuillets argileux sont parallèles à l'axe d'observation). On constate que contrairement aux feuillets de l'Impersol non traité (image 4.6-a), les feuillets agrégés sont plus nombreux mais d'extension beaucoup plus faible (images 4.9-a et 4.9-b). L'agrégation des feuillets est due à l'échange cationique (transformation de smectite sodique en smectite calcique). La diminution de l'extension des feuillets peut être attribuée à l'effet de la chaux (feuillets endommagés ou recouverts par une matière de cimentation). De plus, on observe d'autres textures attribuées aux impuretés présentes dans l'Impersol (calcite et goethite).



Image 4.9-a, zone 1 : $[Ca] \approx 7\%$

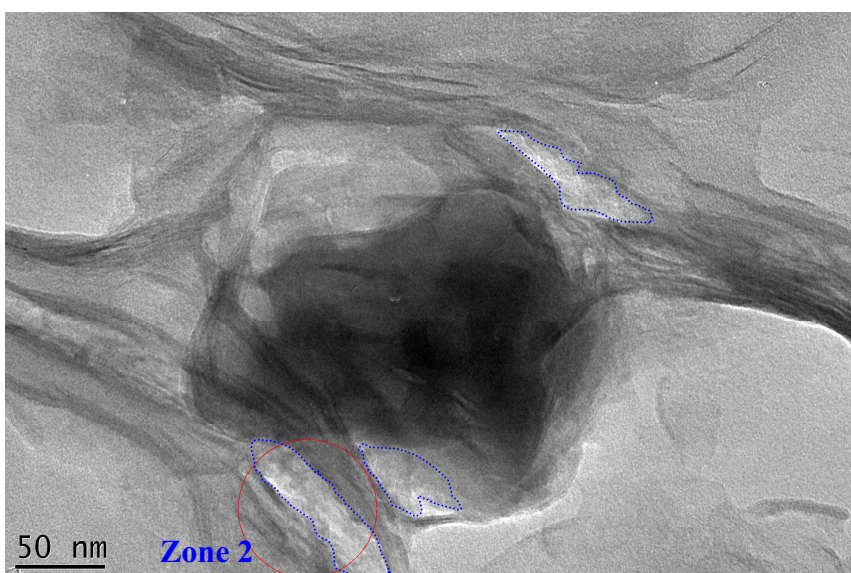


Image 4.9-b, zone 2 : $[Ca] \approx 14\%$

Figure 4.9 : Images 4.9-a et 4.9-b de MET d'un échantillon d'Impersol purifié traité avec 10% de chaux à la température de maturation de 20°C

• **Discussion**

Zone 1 : $[Ca] \approx 7\%$

La proportion de calcium dans cette zone est de 7%. Le rapport Si/Al, est égal à 1,45. De ces données on déduit que cette zone est constituée de smectite calcique et de kaolinite, faiblement attaquées par la chaux. La proportion élevée de fer dans cette zone (9%) est probablement liée à la présence de cristaux de goethite (morceaux foncés et allongés de cette zone).

Cette zone est semblable à la deuxième zone de l'Impersol traité avec 20% de chaux à 20°C : même morphologie, proportion de calcium et rapport Si/Al identiques,...

Zone 2 : [Ca] $\approx$ 14%

Cette zone contient une texture similaire à celle des "hydrates". L'analyse chimique de cette zone indique une proportion de calcium (14%) supérieure à celle de l'Impersol traité. On n'observe pas dans cette zone des cristaux ayant le faciès angulaire caractéristique de la calcite. Ceci suggère la présence possible d'hydrates calciques. Le rapport Si/AL (52/31= 1,66) correspond au mélange smectite-kaolinite de l'Impersol non traité (1,7).

Cette zone est semblable à la zone 3 de l'Impersol traité avec 20% de chaux à 20°C : même morphologie mais avec une extension plus faible, proportion de calcium et rapport Si/Al similaires.

Ces échantillons ne montrent que peu la présence d'une nouvelle phase produite par le traitement. Ils montrent surtout l'effet d'agrégation des feuillets des argiles.

Tableau 4.4 : Proportions atomiques des différents éléments présents dans les zones sélectionnées des images 4.9–a et 4.9–b

Éléments	Zone 1	Zone 2
Al	33,5	31,3
Si	48,5	52,1
Ca	7,0	13,9
Fe	8,6	2,7
Mg	2,5	0,0
Total	100	100
Si/Al	1,45	1,66

4.2.2.5. Impersol traité avec 10% de chaux à 50°C

Sur les deux images de la figure 4.10 (échantillon traité avec 10% pendant 6 mois à 50°C), on observe comme pour les échantillons traités avec 20% de chaux, en bordure des particules d'argile, l'apparition sur les feuillets de traits similaires à ceux de la nouvelle morphologie. Les feuillets attaqués ne sont plus lisses comme ceux de l'Impersol non traité, mais striés aléatoirement. Les analyses (EDX et ED) ont été effectuées sur des zones, ayant

l'aspect de la nouvelle morphologie. Les résultats d'analyse chimique (EDX) sont regroupés dans le tableau 4.5.

- **Discussion**

Zone 1 : [Ca] $\approx$ 15%

La proportion de calcium (15%) de cette zone suggère la présence "d'hydrates calciques" dans cette zone. Sur le cliché de diffraction électronique de cette zone, on observe trois anneaux (à $d = 0,31\text{nm}$, $0,20\text{nm}$ et $0,11\text{nm}$) similaires à ceux obtenus sur la même morphologie (échantillon traité avec 20% à 50°C – figure 4.8). Ces anneaux sont attribués à un matériau amorphe, peut être un hydrate calcique. En plus de ces anneaux, on observe un anneau tacheté correspondant à une raie $\{h,k\}$ des argiles. Le rapport $\text{Si}/\text{Al} \approx 1,9$ est celui d'une smectite.

Zone 2 : [Ca] $\approx$ 22%

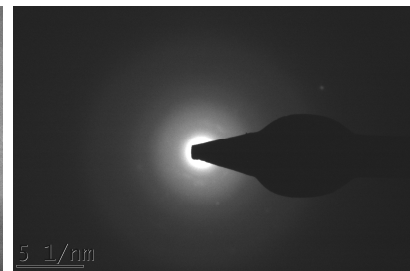
Dans cette zone, le feuillet est beaucoup plus strié, la densité des traits et la proportion de calcium sont plus importantes et le feuillet de l'argile est plus endommagé, ce qui suggère la présence d'hydrates calciques dans cette zone. Le cliché de diffraction est semblable à celui de la zone 1 avec les anneaux tachetés correspondant aux raies $\{h,k\}$ des argiles. Le rapport de Si / Al ($\approx 1,6$) correspond au mélange smectite-Ca-kaolinite mais ne correspond pas à l'hydrate calcique ($\text{Si} / \text{Al} > 2$ et $\text{Mg} \approx 0$).

Tableau 4.5 : Proportions atomiques des différents éléments présents dans les deux zones sélectionnées de la figure 4.10, obtenues par micro analyse chimique (EDX)

Éléments	Zone 1	Zone 2
Al	28,2	27,3
Si	52,5	44,1
Ca	15,4	22,0
Fe	2,6	1,8
Mg	1,3	4,8
Total	100	100
Si / Al	1,9	1,6



Image 4.10–a



Diffraction électronique de la zone 1

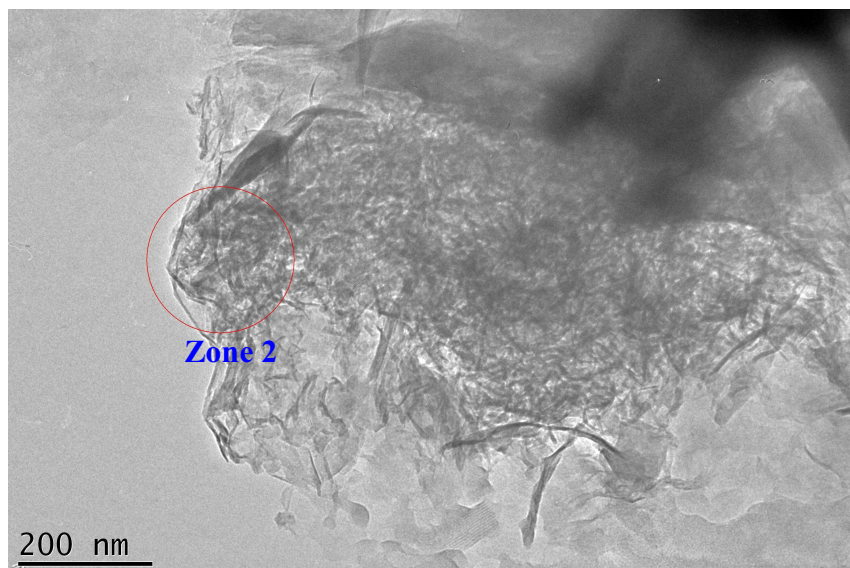


Image 4.10–b



Diffraction électronique de la zone 2

Les zones :

Zone 1 : [Ca] $\approx$ 15%

Zone 2 : [Ca] $\approx$ 22%

Figure 4.10 : Images 4.10–a et 4.10–b de MET d'un échantillon d'Impersol purifié, traité avec 10% de chaux à la température de maturation de 50°C, et des clichés de diffraction électronique (ED) réalisés sur les zones choisies

4.2.2.6. Impersol traité avec 6% de chaux à 20°C

Les images de MET sélectionnées pour cet échantillon traité sont présentées dans la figure 4.11. On observe rarement sur ces deux images l'apparition de la nouvelle morphologie, sauf pour la zone 3 de l'image 4.11–b qui a un aspect analogue à celui de la nouvelle morphologie. L'échantillon traité apparaît très divisé, contrairement à l'échantillon

non traité. On observe la présence de différents minéraux sur l'image 4.11-a, notamment la présence de cristaux de goethite en étoile.

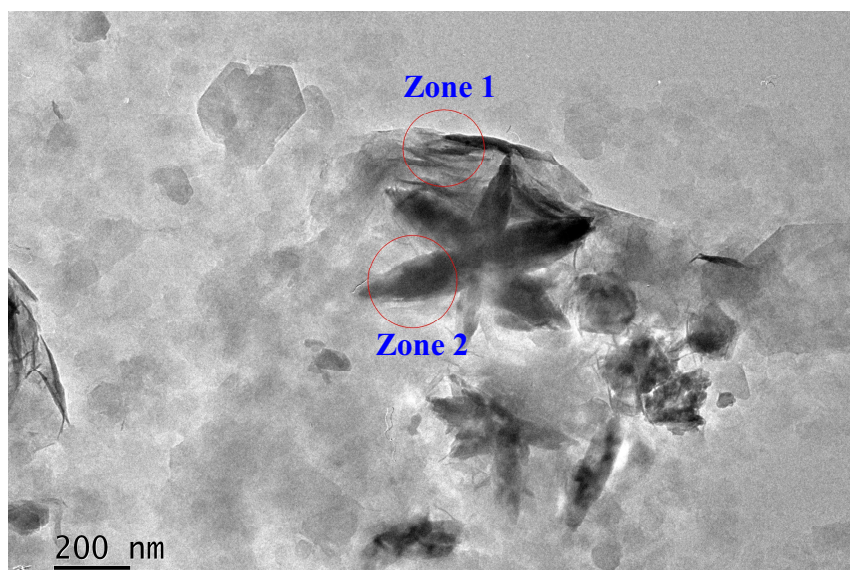
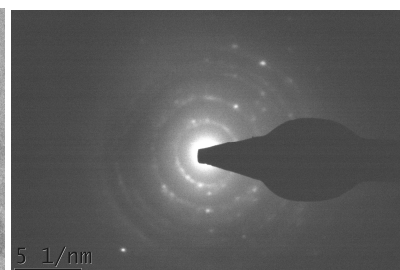


Image 4.11-a



Diffraction électronique de la zone 3

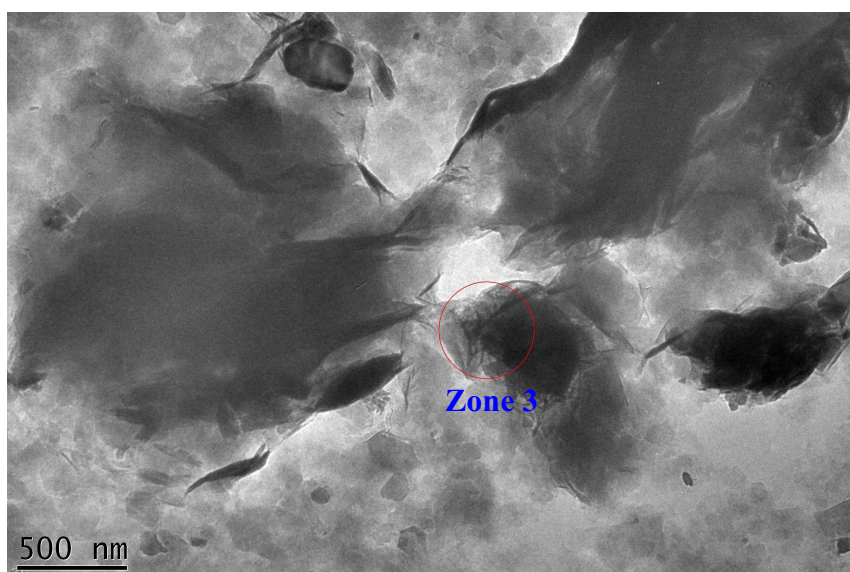


Image 4.11-b

Les zones :

Zone 1: [Ca] $\approx$ 2%

Zone 2: [Ca] $\approx$ 4%

Zone 3: [Ca] $\approx$ 25%

Figure 4.11 : Images 4.11-a et 4.11-b de MET d'un échantillon d'Impersol purifié traité avec 6% de chaux à la température de maturation de 20°C, et le cliché de diffraction électronique (ED) réalisé sur la troisième zone de l'image 4.11-a

Tableau 4.6: Proportions atomiques des différents éléments présents dans les trois zones sélectionnées de la figure 4.11

Éléments	zone 1	zone 2	zone 3
Al	35,7	24,6	26,2
Si	54,8	30,5	37,5
Ca	2,0	3,5	24,6
Fe	5,3	40,5	8,7
Mg	2,2	1,1	3,0
Total	100	100	100
Si / Al	1,5	1,2	1,4

- **Discussion**

Zone 1 : [Ca] $\approx$ 2%

La composition atomique de cette zone montre une proportion très faible de calcium, proche de celle mesurée dans l'Impersol non traité (2–3%). De plus, le rapport de Si/Al $\approx$ 1,5 est intermédiaire, entre smectite et kaolinite.

Zone 2 : [Ca] $\approx$ 4%

Cette zone et la zone 1 ont une concentration de calcium (2% et 4%) égale à celle de l'Impersol avec une smectite sodique (Impersol non traité) contenant de la calcite (2–3%), ou à celle de l'Impersol avec une smectite calcique (2–3%). Cette concentration est inférieure à la concentration moyenne des échantillons traités (4% à 6%). Ces zones ne montrent pas l'effet du traitement. La composition atomique de cette zone montre une présence importante de fer (40%). Cette quantité de fer est attribuée à la présence de particules de goethite dans cette zone (cristaux formant « l'étoile » observée). Le rapport Si/Al, est de 1,2, proche d'une kaolinite, ce qui peut expliquer la faible concentration de calcium.

Zone 3 : [Ca] $\approx$ 25%

L'analyse chimique (tableau 4.6) indique une proportion importante de calcium (25%). Cette proportion de calcium pourrait être due à de la calcite et à un « hydrate de calcium ».

L'analyse chimique indique une proportion de fer dans cette zone (9%) supérieure à celle correspondant à l'Impersol non traité (3%). Ceci suggère la présence de particules de goethite dans cette zone. Le rapport de Si/Al égal à 1,4 correspond à un mélange de smectite

et de kaolinite. Le cliché de diffraction (figure 4.11) montre plusieurs anneaux (de moyenne et faible intensité) correspondants aux raies $\{h,k\}$ des argiles. Cependant, on n'observe pas de halo correspondant à un hydrate. De plus, sur le cliché de diffraction, quelques taches, ayant des intensités faibles, correspondent à des réflexions de cristaux de calcite et de goethite.

Cet échantillon ne montre pas la présence d'une nouvelle phase produite par le traitement, mais uniquement un effet d'agrégation et de division des argiles.

4.2.2.7. Impersol traité avec 6% de chaux à 50°C

La figure 4.12 présente deux images de MET d'un échantillon traité avec 6% après 6 mois de maturation à 50°C. Sur la 1^{ère} image (4.12-a), on n'observe que des particules argileuses. Sur la 2^{ème} image (4.12-b), on observe clairement l'apparition de la nouvelle morphologie sur une surface importante aux bords des particules argileuses. Les résultats de l'analyse chimique sont donnés dans le tableau 4.7, et les clichés de diffraction sont présentés à la figure 4.12.

- **Discussion**

Zones 1 et 2 : $[Ca] \approx 6\%$

L'analyse chimique (tableau 4.7) montre que les proportions de calcium de ces deux zones sont relativement faibles (5 à 6%). Ces proportions sont supérieures à celle de l'Impersol non traité (2–3%) et correspondent à celle de "l'Impersol" dont la smectite est devenue calcique, ce qui suppose que les feuillets ne sont pas ou très faiblement attaqués par la chaux. Le rapport Si/Al de la première zone $\approx 65/30 \approx 2,2$ est légèrement supérieur à 2, et proche d'une smectite, avec la présence de quartz. Par contre le rapport Si/Al de la deuxième zone ($56/39 \approx 1,45$) est intermédiaire, et correspond à un mélange smectite kaolinite.

Le cliché de diffraction de la zone 2 de l'image 4.12-a montre des anneaux, les deux premiers anneaux ayant une intensité importante. Ces anneaux correspondent aux raies $\{h,k\}$ des minéraux argileux. Ceci montre que la structure des feuillets des argiles n'est pas affectée par le traitement. Cette 2^{ème} zone comme la première est constituée majoritairement d'Impersol dont la smectite est calcique.

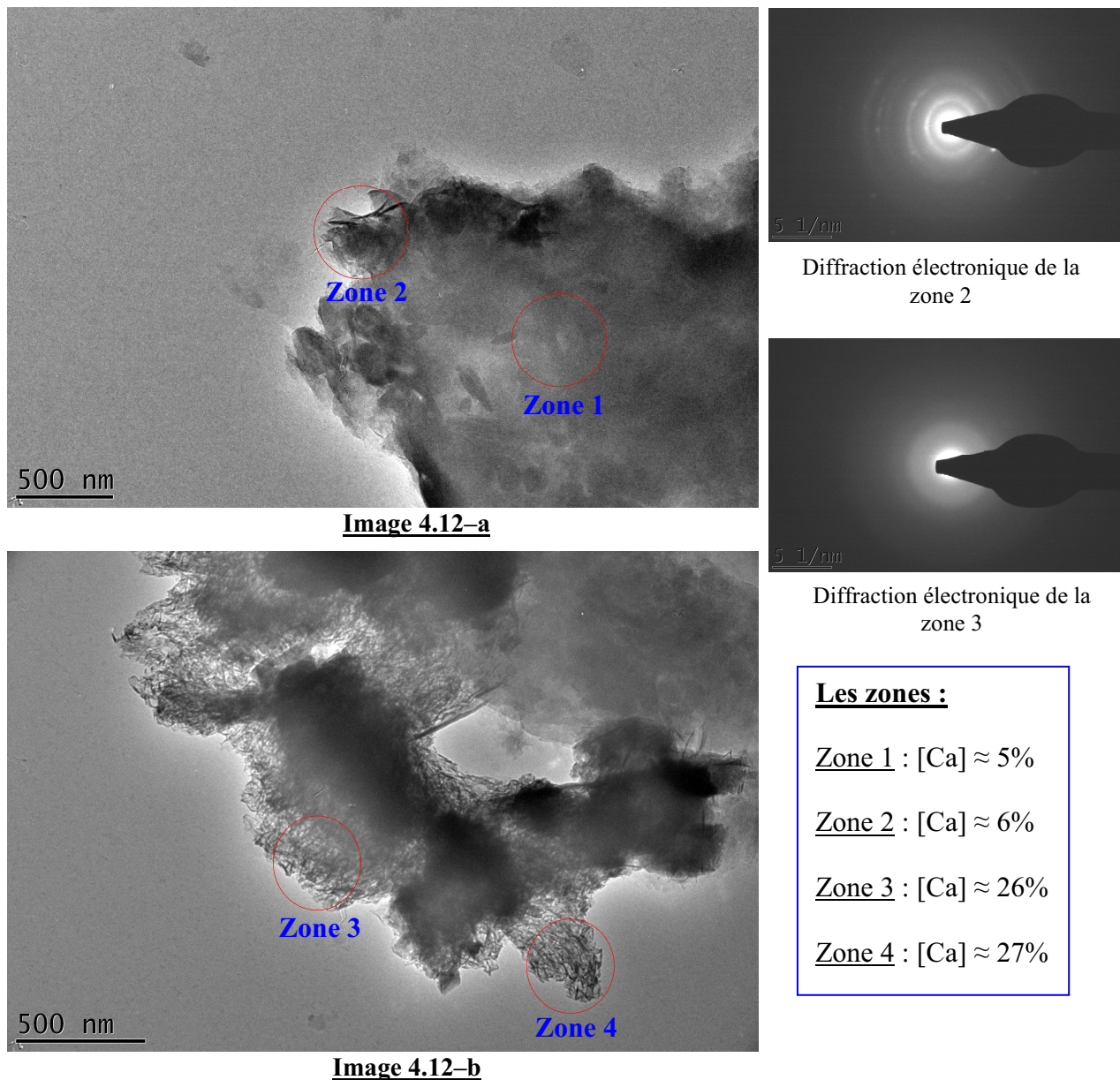


Figure 4.12 : Images 4.12–a et 4.12–b de MET de l'Impersol purifié, traité avec 6% de chaux à la température de maturation de 50°C, et les clichés de diffraction électronique (DE) réalisés sur les zones choisies

Zones 3 et 4 : [Ca] $\approx$ 27%

Les deux zones sont sélectionnées sur la nouvelle morphologie. Une analyse chimique a été effectuée sur les deux zones (tableau 4.7), alors que la diffraction électronique a été effectuée uniquement sur une zone (zone 3).

L'analyse chimique des deux zones montre une présence importante de calcium (26–27%). Les compositions atomiques en Si, Al et Ca de ces zones sont similaires à celles

mesurées dans les zones ayant la même morphologie pour les échantillons traités avec 10% et 20% de chaux. Il y a un rapport Si/Al de l'ordre de 2,4 pour la zone 3 et 2,9 pour la zone 4, nettement supérieur à celui d'une smectite

Le cliché de diffraction électronique montre uniquement un halo très large correspondant à la distance $d = 0,31\text{nm}$. Ce diagramme est similaire à celui obtenu avec cette morphologie dans les autres échantillons traités.

Le traitement a le même effet pour tous les dosages de 6% à 20% pour une maturation à 50°C, avec cependant une moindre extension des surfaces attaquées avec 6%, contrairement à la maturation à 20°C.

Tableau 4.7: Proportions atomiques des différents éléments présents dans les quatre zones sélectionnées de la figure 4.12

Éléments	Zone 1	Zone 2	Zone 3	Zone 4
Al	39,0	27,7	21,7	19,3
Si	56,4	62,5	52,5	53,8
Ca	4,6	6,2	25,8	26,9
Fe	0,0	1,5	0,0	0,0
Mg	0,0	2,1	0,0	0,0
Total	100	100	100	100
Si / Al	1,45	2,2	2,4	2,9

4.2.2.8. Discussion

D'après les analyses, l'ensemble des résultats obtenus pour divers échantillons de l'Impersol purifié traités après 6 mois de maturation avec différents pourcentages en chaux (6%, 10% et 20%) et pour deux température de maturation, ambiante (20°C) et élevée (50°C), les points ci-après peuvent être conclus :

- Les feuillets de l'argile non traitée ont une surface relativement lisse de grande extension. Cette surface (ab) devient, avec le traitement, de plus en plus striée, craquelée, et son extension diminue. Une nouvelle morphologie, correspondant à des feuillets argileux fortement attaqués par la chaux apparaît.
- Pour les échantillons traités à 50°C, la nouvelle morphologie apparaît sur tous les échantillons traités avec 6%, 10% et 20% de chaux. Ceci suggère la présence d'hydrates formés par réaction pouzzolanique. A 20°C, la nouvelle morphologie apparaît sur des

échantillons traités avec 6%, 10% et 20% de chaux, mais elle est beaucoup moins développée, en particulier pour des dosages faibles en chaux (6%). De plus, toutes les images de ces échantillons ne montrent pas l'apparition de la nouvelle morphologie, ce qui implique une activité pouzzolanique moindre.

- Dans les zones où cette morphologie est observée, la proportion atomique de calcium est toujours élevée, de l'ordre de 30%, mais on l'observe également dans des zones ayant des proportions de calcium plus basses (15%). Ces proportions sont très supérieures aux proportions moyennes de Ca dans l'Impersol, de l'ordre de 4% à 8% pour un Impersol contenant une smectite–Ca, avec de la calcite et des feuillets non ou très faiblement attaqués par la chaux.

Les zones ayant des proportions atomiques en calcium inférieures ou de l'ordre de 3% correspondent à de l'Impersol non traité. Dans les échantillons traités, elles correspondent à une partie d'Impersol contenant principalement de la kaolinite ou à une portion d'Impersol dont la smectite est restée sodique, sans échange $\text{Na}^+/\text{Ca}^{2+}$ (ces zones sont observées pour un traitement avec un faible pourcentage de chaux (6%) et à 20°C).

- Le rapport atomique Si/Al mesuré pour la nouvelle morphologie est toujours supérieur à 2 (rapport Si/Al de la smectite), de l'ordre de 2,5 à 3. Il croît avec la concentration en calcium.
- La concentration en magnésium mesurée pour la nouvelle morphologie est pratiquement nulle et celle du fer est très réduite, par rapport à ce que l'on observe dans l'Impersol non traité.
- Les compositions atomiques en Ca, Si, Al et Mg (concentrations en calcium et magnésium, rapport Si/Al) des zones ayant la nouvelle morphologie sont approximativement identiques à 20°C et 50°C. Cependant, pour l'ensemble des zones étudiées, la concentration en calcium est en moyenne inférieure à basse température et pour les faibles dosages (6% et 10%).
- Sur tous les diagrammes de diffraction électronique réalisés sur des zones sélectionnées ayant cette morphologie, un anneau apparaît (halo très large) correspondant à une distance moyenne $d = 3,1\text{nm}$. De plus, deux autres anneaux de faible intensité, correspondants à des distances de l'ordre de 0,22nm et 0,13nm, apparaissent sur certains diagrammes de diffraction pour cette morphologie.

- Tous les échantillons traités contiennent des impuretés au niveau des argiles, telles que la calcite (apportée avec la chaux ou par carbonatation de la chaux) et la goethite. Ces cristaux de calcite et de goethite apparaissent avec une forme géométrique particulière dans les images de MET et sous forme de taches dans les diffractogrammes électroniques.

4.3. Conclusion

L'objectif de ce chapitre est de réaliser une analyse qualitative de la morphologie (texture) des feuillets argileux attaqués à la suite du traitement et de rechercher les hydrates formés, observés en DRX. Cette étude a été réalisée sur des échantillons d'Impersol traités à la chaux et les résultats sont comparés à ceux de l'Impersol non traité. Les principales conclusions sont :

- Les observations au microscope électronique à balayage (MEB) montrent l'apparition d'une couche qui enrobe la surface des agrégats dans l'échantillon traité avec 8% et 20% de chaux. Cette nouvelle couche qui tapisse les bords des feuillets argileux pourrait être constituée par les hydrates calciques formés par la réaction pouzzolanique. Elle introduit un changement dans la texture des échantillons traités par rapport à la texture de l'échantillon non traité.
- Les observations au microscope électronique en transmission (MET) montrent l'apparition d'une nouvelle morphologie en bordure des particules, différente de celle de l'intérieur des particules et différente de la morphologie de l'argile non traitée. Cette nouvelle morphologie apparaît sur tous les échantillons traités avec 6, 10 et 20% de chaux à la température de 50°C, alors qu'elle apparaît seulement sur l'échantillon traité avec 20% de chaux à la température ambiante. Cette nouvelle morphologie est celle de feuillets argileux attaqués sur leurs bords par la chaux, elle pourrait être celle d'un produit de la réaction pouzzolanique. La diffraction électronique de cette morphologie montre un matériau amorphe, ce matériau a une concentration atomique importante en calcium et peut correspondre au produit de la réaction pouzzolanique (hydrate calcique).

Chapitre V

Processus physico-chimique des réactions

chaux – sols argileux

5. Processus physico-chimique des réactions chaux – sols argileux

Dans ce chapitre, on étudie les réactions chaux–argiles pour quatre sols argileux. Ces sols, ayant des compositions minéralogiques différentes, représentent les différents types d'argile : argile gonflante (smectite) ou argile non gonflante (kaolinite, illite) ; feuillet ayant une structure TO ou 1/1 (kaolinite) ou feuillet ayant une structure TOT ou 2/1 (smectite, illite). L'étude des réactions chaux–argiles est effectuée pour divers pourcentages de chaux en suivant les évolutions avec le temps de maturation et pour deux températures de maturation : de la consommation en chaux, du pH, de la conductivité électrique et de la minéralogie (DRX et ATG). Les résultats obtenus sont comparés entre eux et avec ceux obtenus pour l'Impersol, ce qui permet d'identifier l'influence du type d'argile sur ces réactions.

Les compositions minéralogiques des divers sols argileux étudiés présentés dans le chapitre 1 (caractérisation des matériaux de l'étude) sont regroupées dans le tableau 5.1.

Tableau 5.1 : Composition minéralogique (% pondérale) des divers sols argileux testés

Composant	KPsol	Argile Verte	Impersol	A34	Argile M
Smectite	/	/	48,0	38,1	72,0
Illite	10,0	55,0	≈ 0,0	40,0	15,0
Kaolinite	83,0	22,0	38,0	≈ 0,0	10,0
Quartz	7,0	9,0	3,2	10,6	0,8
Calcite	0,0	13,0	3,4	10,3	2,1
Goethite	0,0	0,0	6,4	0,0	0,0
Anatase	0,0	0,1	1,0	0,9	0,1
Cations échangeables	/	/	Na ⁺	≈ Ca ⁺² , Mg ⁺²	≈ Ca ⁺² , Mg ⁺²
Minéral prépondérant	Kaolinite	Illite	Smectite/kaolinite	smectite/illite	smectite

5.1. Evolution de la consommation de la chaux dans les sols étudiés avec la maturation

5.1.1. Consommation initiale en chaux

La consommation initiale en chaux d'un sol argileux est la quantité minimale de chaux qui doit être ajoutée au sol pour produire un échange parfait de cations de calcium de la chaux avec les cations des argiles échangeables. Cette propriété dépend de la nature et de la quantité d'argiles dans les sols. Dans cette étude, on a sélectionné quatre pourcentages de chaux (2, 4, 6 et 10%) afin de pouvoir déterminer cette quantité de chaux dans les différents sols testés. La méthode d'absorption atomique a été utilisée pour doser la quantité de chaux résiduelle dans les mélanges chaux-sol après une heure de mixage à température ambiante. Le mode opératoire de test effectué est décrit dans le paragraphe regroupant les protocoles expérimentaux (1.2.2.10 – Chapitre 1). La consommation de chaux représente la diminution de concentration des cations de calcium dans la suspension due à l'absorption de ces cations dans l'espace interlamellaire (échange cationique).

La figure 5.1 donne l'évolution de la consommation instantanée (après 1,5 heure de malaxage) de la chaux dans les différents sols argileux en fonction de la chaux ajoutée. Il convient de noter que la consommation initiale en chaux pour le KPsol (sol constitué majoritairement de la kaolinite) est nulle.

On observe sur cette figure que :

- La consommation initiale pour l'Impersol et l'argile M est presque assez proche malgré le fait que la proportion de smectite dans l'Impersol est environ de 50% alors que l'argile M contient 87% de montmorillonite et illite. Ce comportement pourrait être expliqué par la présence de sodium dans l'Impersol brut, ce qui favorise mieux l'échange cationique.
- La consommation initiale pour l'argile A34 est proche à 4%. Cette quantité est moins importante par rapport celle mesurée pour l'Impersol et l'argile M : cette argile contient moins d'argiles de type smectite ($\approx 70\%$ de smectite et illite).
- Pour l'argile verte (sol constituée d'illite et kaolinite), la consommation est atteinte 1% de chaux. Cette consommation de chaux est résulte par remplacement partielle des cations de potassium (K^+) d'illite par des cations de calcium de la chaux sous l'effet d'agitation (cette technique facilite l'échange cationique).
- Avec des telles consommations instantanées, il reste d'environ 5% de chaux disponible pour la réaction pouzzolanique pour l'Impersol et l'argile M, 6% de chaux pour l'argile A34, 9% de chaux pour l'argile verte et 10% de chaux pour le KPsol. La quantité de

chaux joue un rôle relativement important sur la quantité d'hydrates formés et la quantité de consommation de la chaux dans le temps: augmentation de surface d'interaction chaux–argiles.

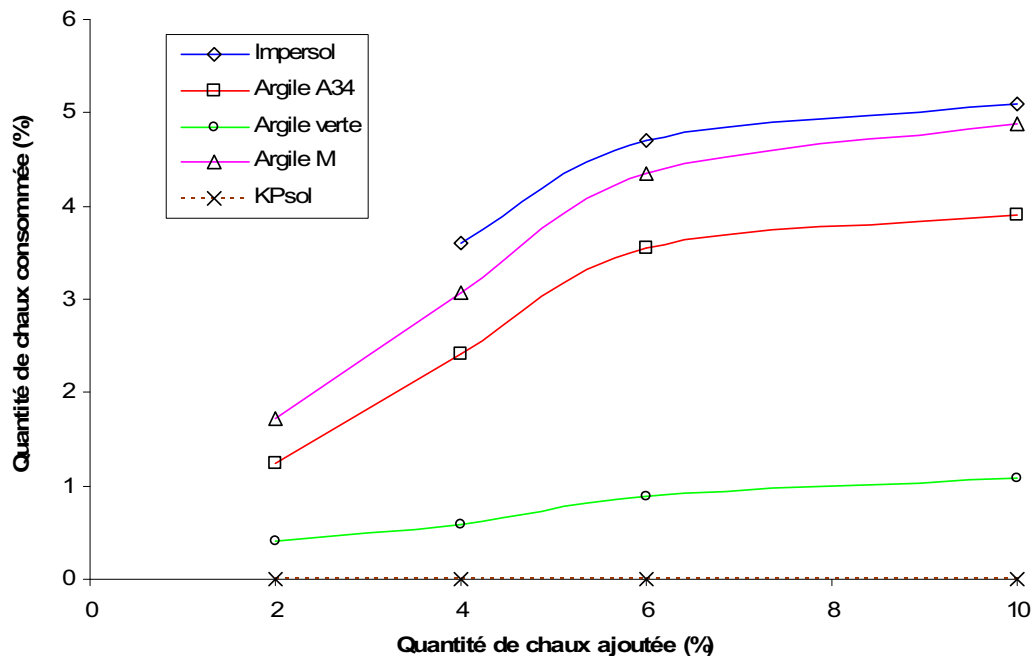


Figure 5.1 : Evolution de la consommation instantanée en chaux, après 1,5 heure de mixage, en fonction de la quantité de chaux ajoutée pour différents sols argileux traités

5.1.2. Consommation de la chaux avec le temps de maturation à 20°C et à 50°C

Dans cette étude, une proportion de 10% de chaux a été ajoutée aux différents sols argileux. Cette quantité de chaux assure la réalisation de l'échange cationique et permet de déclencher la réaction pouzzolanique. Donc, elle permet d'étudier le changement minéralogique provoqué par le traitement. Les échantillons des sols traités sont maturés à 20°C et 50°C et analysés après différents temps de maturation d'un jour à 3–6 mois. Le temps de 6 mois est visé pour les sols argileux traités présentés une consommation faible après les trois premiers mois de maturation (KPsol, argile verte et l'A34).

- Sols argileux traités et maturés à 20°C et à 50°C

Les évolutions de la consommation de la chaux dans les différents sols argileux traités avec 10% de chaux en fonction du temps de maturation à température ambiante (20°C) et à 50°C sont présentées sur la figure 5.2 et 5.3. Il convient de noter que la consommation maximale en chaux est 9,4% car la chaux ajoutée (10%) contient 6% de calcite.

Les premières consommations de la chaux pour tous les sols argileux ont été mesurées après 1,5 heures de traitement à la température ambiante. Ces premiers résultats obtenus représentent la consommation instantanée de la chaux par l'échange cationique.

Dans la figure 5.2, on observe qu'avec le temps de maturation à 20°C, la consommation en chaux pour les cinq sols argileux, est faible après les premiers sept jours et augmente lentement avec le temps de maturation. La consommation de chaux est due à la consommation des cations de calcium (Ca^{+2}) et aux hydroxydes (OH^-) de la chaux par la réaction pouzzolanique pour former les hydrates calciques. La totalité de la chaux ajoutée (10%) est consommée dans le trois mois de maturation pour l'Impersol et l'argile M, et dans les six mois pour l'argile A34, alors qu'elle nécessite un temps assez important (≥ 6 mois) pour l'argile verte et le KPsol : 5 et 7,7% de chaux sont consommée après 6 mois de maturation pour le KPsol et l'argile verte respectivement.

Cette consommation lente de la chaux est du à la progression lente de la réaction pouzzolanique à température ambiante de maturation (20°C). De plus, cette réaction et en conséquence la quantité de chaux consommée dépend de la nature et de la quantité des argiles, la nature de la réaction pouzzolanique développée (concentration de Ca^{+2} et OH^- dans les hydrates formés) et de la quantité de chaux disponible pour cette réaction.

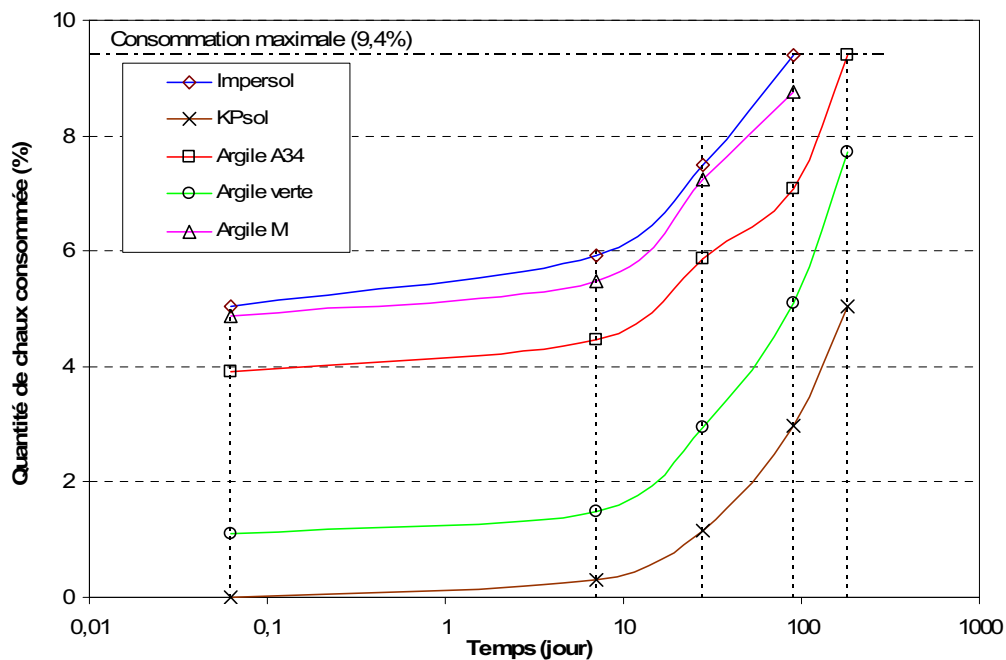


Figure 5.2 : Evolution de la consommation de la chaux avec le temps de maturation à 20°C pour différents sols argileux traités avec 10% de chaux

On observe sur la figure 5.3 où la maturation des échantillons a été effectuée à 50°C, une accélération significative de la consommation en chaux pendant les premiers jours pour tous sols argileux traités. La totalité de la chaux ajoutée (10%) est quasiment consommée pendant les premiers 28 jours pour les sols traités sauf pour le KPsol. Pour ce dernier, la consommation complète de chaux est atteinte pendant les trois mois de maturation. Ce comportement est dû à l'accélération de la cinétique des réactions pouzzolanique avec cette température de maturation ce qui augmente la réactivité des argiles avec la chaux. L'influence de la nature d'argiles est ainsi moins marquée sur la consommation à 50°C qu'à 20°C. En revanche, la quantité de chaux disponible joue un rôle important sur la consommation en chaux : augmentation appréciable de la consommation en chaux avec la présence d'importante quantité de chaux disponible pour la réaction pouzzolanique notamment pour l'argile verte et le KPsol.

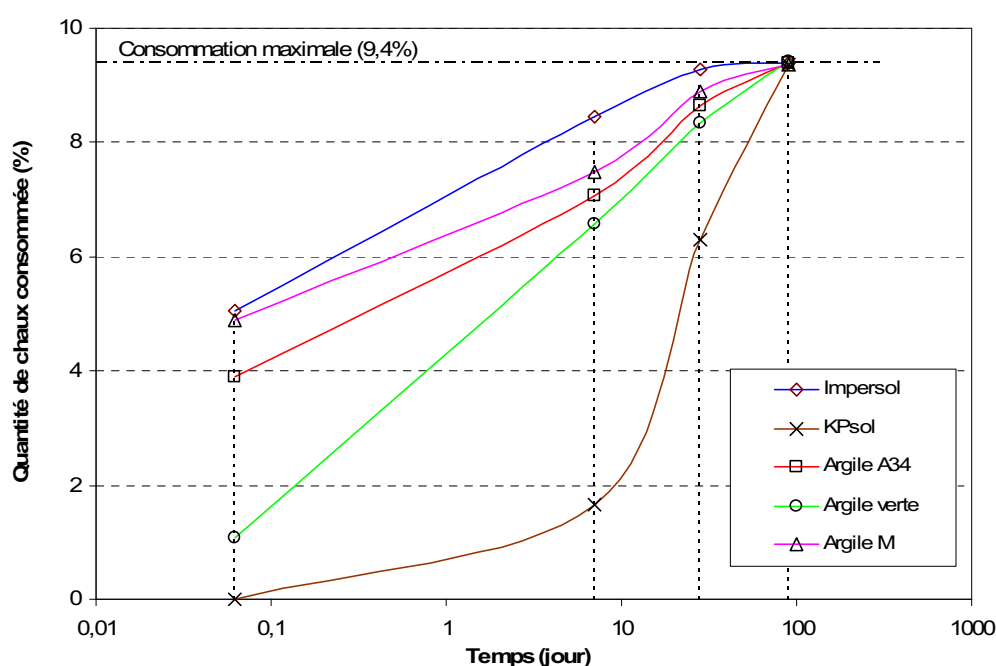


Figure 5.3 : Evolution de la consommation de la chaux en fonction du temps de maturation pour différents sols argileux traités avec 10% de chaux à 50°C

Enfin, le tableau 5.2 regroupe les vitesses moyennes de consommation en chaux à 20°C et à 50°C (en % chaux/jour) pour les différents sols argileux traités, calculées durant les premières sept jours.

Les résultats confirment la différence constatée entre les différents sols argileux en fonction de leurs compositions minéralogiques et à la structure initiale. Ainsi les vitesses de

consommation de la chaux à 20°C sont plus importantes pour l'Impersol et l'argile M et plus faible pour la KPsol.

On constate également une augmentation importante de vitesse moyenne de consommation avec l'élévation de la température de maturation de 20 et 50°C. Cette augmentation est d'autant plus importante que la quantité de chaux restante disponible dans les sols à la fin de l'échange cationique est élevée. A noter que la structure particulière du KPsol ne facilite pas l'attaque de la chaux et l'augmentation de la vitesse de consommation reste toujours inférieure à celles mesurées pour les autres sols argileux traités.

De plus, les valeurs d'énergie sont dans un ordre de grandeur correct pour une énergie d'activation des réactions (E_a de l'ordre de 28,8 à 65 kJ/mol). Elle est proche pour tous les sols argileux (40–50 kJ/mol) sauf pour l'argile verte. Pour l'argile verte, elle atteint 80 kJ/mol : augmentation significative de consommation en chaux avec l'élévation de la température.

Tableau 5.2 : Vitesse moyenne (V) de consommation de la chaux (en % de chaux / jour) de différents sols argileux traités avec 10% de chaux à 20°C et 50°C

Sol argileux	Impersol	KPsol	Argile A34	Argile verte	Argile M
V à 20°C (durant les 7 jours)	0,10	0,04	0,07	0,06	0,09
V à 50°C (durant les 7 jours)	0,48	0,24	0,45	0,78	0,37
Energie activation (kJ/mol)	40	50	50	70	40

Energie d'activation d'une réaction (E_a , kJ/mol) = $R.T_1.T_2.Ln(V_2/V_1)/(T_2 - T_1)$, T_1 et T_2 sont des températures exprimées en K ($F = 273 + T^\circ C$), R est constant ($8,32 \text{ J.K}^{-1} \text{ mol}^{-1}$)

5.2. Evolution du pH des mélanges chaux–sol (MCS) avec la maturation à 20°C et 50°C

L'évolution du pH des mélanges chaux–sol (MCS) a été suivie pour les sols argileux sauf excepté le KPsol. Ces mélanges sont réalisés avec 10% de chaux à 20°C et 50°C. Le mode opératoire des préparations et des mesures des mélanges MCS sont décrites dans le protocole expérimental (1.2.2.9 – Chapitre I).

- Mélanges MCS traités et maturés à 20°C

La figure 5.4 donne les variations du pH des mélanges MCS des sols argileux traités avec 10% de chaux avec le temps de maturation à 20°C.

Les premières valeurs du pH obtenus sont de l'ordre de 12,4–12,5 après les premières heures des mélanges pour tous sols argileux testés. Ces valeurs de pH correspondent à celle d'une solution saturée en chaux (pH= 12,4).

Avec le temps de maturation à 20°C, le pH des MCS reste approximativement constant durant les sept premiers jours de maturation et puis diminue sensiblement et graduellement. Cette diminution du pH avec le temps de maturation s'explique par la réduction de la concentration des hydroxyles dans les mélanges (suspensions) chaux - sols due à la consommation de ces hydroxyles lors des réactions chaux–argile (réaction pouzzolanique). A noter que la mesure du pH d'une solution correspond à une mesure de la concentration en hydroxyles (OH)⁻ dans cette solution.

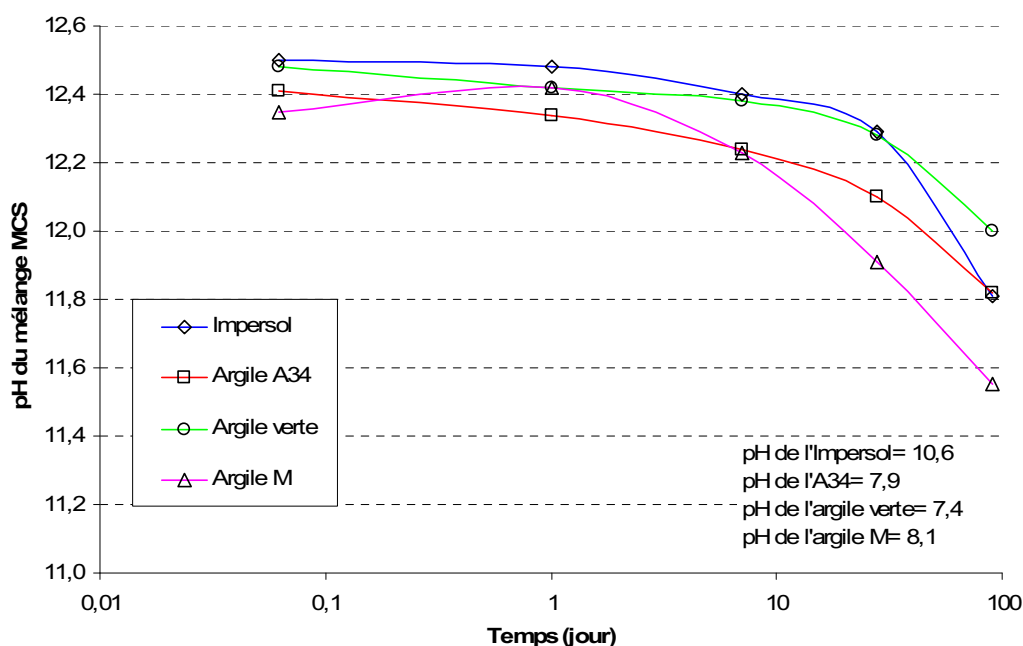


Figure 5.4 : Variation du pH des mélanges MCS avec le temps de maturation à 20°C des sols argileux traités avec 10% de chaux

Donc, la consommation des hydroxyles et en conséquence la diminution de pH dépend de la nature de la réaction pouzzolanique développée dans chaque sol traité (la cinétique de ces réactions et les quantités de (OH)⁻ consommées pour former les nouveaux hydrates). De

plus, la quantité d'hydrate formé augmente avec le temps de maturation et en conséquence la consommation des $(OH)^-$ augmente.

On observe que lors de la maturation à 20°C, la diminution de pH de MCS avec le temps est importante pour l'argile M, lente pour l'argile A34 et très lente pour l'Impersol et l'argile verte.

Après 90 jours, le pH d'Impersol et de l'argile verte diminue à 11,8 (augmentation d'activité pouzzolanique avec consommation complète de chaux), alors elle diminue à 12 pour l'argile verte (il reste environ 4,4% de chaux n'ayant pas réagi).

Pour l'argile M, et car la cinétique de consommation en chaux est proche de celle observée pour l'Impersol, on constate une diminution importante de pH avec la maturation. Cette dernière peut être attribuée à la forte diminution de la chaux n'ayant pas réagi avec l'argile, l'absence de sodium et probablement à la consommation d'importante des $(OH)^-$ lors de la formation d'hydrates par la réaction pouzzolanique. Ceci réduit fortement la concentration de $(OH)^-$ dans la suspension et diminue le pH de 11,9 après 28 jours à 11,5 après 90 jours de maturation.

- Mélanges MCS traités et maturés à 50°C

Les variations du pH des mélanges MCS des sols argileux traités avec 10% de chaux avec le temps de maturation à 50°C sont données dans la figure 5.5.

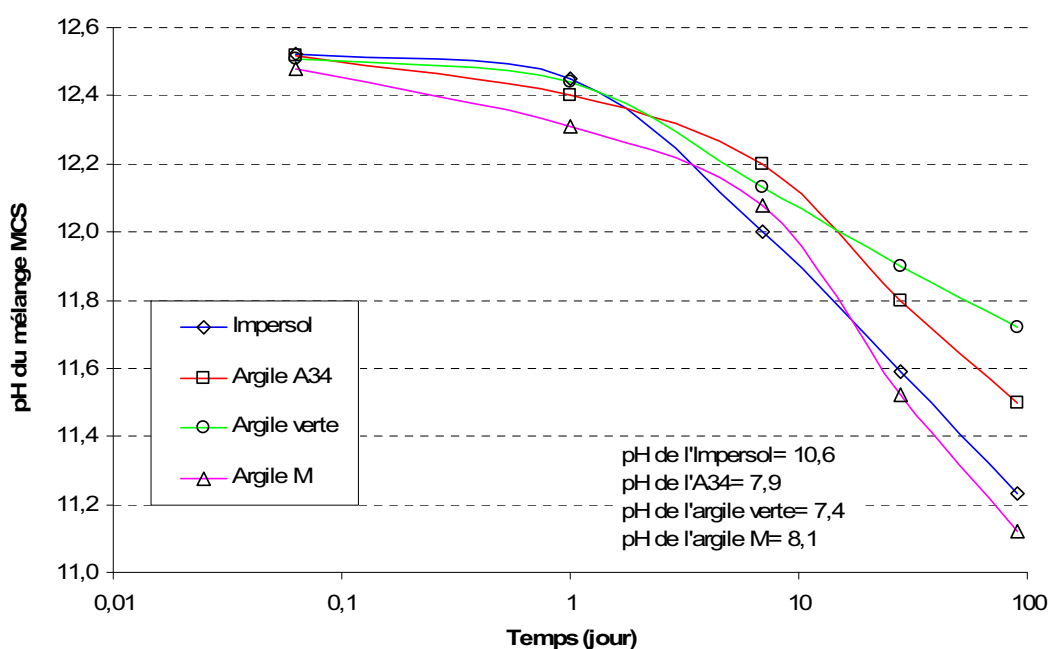


Figure 5.5 : Variation du pH des mélanges MCS avec le temps de maturation à 50°C des différents sols argileux traités avec 10% de chaux

On constate sur la figure 5.5 pour les pH des MCS maturés à 50°C comme ceux à 20°C atteignent instantanément (1,5 heure de mixage) environ 12,4–12,5 (pH d'une solution saturée en chaux).

Cependant, avec la maturation à 50°C, on constate que le pH des MCS baisse au-delà du premier jour et continue de diminuer appréciablement avec le temps de maturation. Cette diminution du pH des sols testés est importante par rapport celle observée à 20°C : ceci est dû à l'accélération du processus de la réaction pouzzolanique (consommation en chaux, réduction de la concentration des hydroxydes et formation d'hydrates) à cette température de maturation (50°C).

Les variations du pH pour l'Impersol et argile M sont plus importantes que celles constatées sur l'argile verte et l'argile A34 : ceci est dû à une cinétique plus forte de l'activité pouzzolanique dans l'Impersol et l'argile M (argiles majoritairement smectite et montmorillonite).

5.3. Evolution de la conductivité électrique des mélanges chaux–sol (MCS) avec la maturation à 20°C et 50°C

Les figures 5.6 et 5.7 donnent les variations de la conductivité électrique des mélanges MCS avec le temps de maturation pour les différents sols argileux traités avec 10% de chaux à 20°C et à 50°C respectivement.

- Mélanges MCS traités et maturés à 20°C

Les premières valeurs de la CE obtenus à court terme (après 1,5 heures de mixage) montrent que les CE augmentent rapidement avec l'addition de la chaux. Elles atteignent 3,5 fois et 4 fois les valeurs initiales de l'Impersol et l'argile M respectivement alors que l'augmentation pour les deux autres argiles (verte et A34) est de 2,6 fois uniquement. L'augmentation instantanée de la CE est due à l'augmentation de la concentration des cations solubles dans la suspension suite de l'incorporation de la chaux. La dissolution de la chaux génère Ca^{+2} et $(\text{OH})^-$ et les argiles échangeables fixent le calcium et libère les cations interlamellaires existant à l'état brut, Na^+ pour l'Impersol et le potassium (K^+) dans le cas d'argile verte.

Par conséquent, la concentration des cations (Ca^{+2} , $(\text{OH})^-$, Na^+ et K^+) augmente dans la suspension et les cations de Ca^{+2} liés dans l'espace interlamellaire d'argiles calciques. L'échange cationique et la dissolution de la chaux dépend de la capacité d'échange cationique

(CEC) et de la quantité d'argile échangeable dans les différents sols argileux traités : plus la CEC et la quantité d'argile sont importantes ; plus est l'échange cationique et la dissolution de la chaux et plus est valeur de CE.

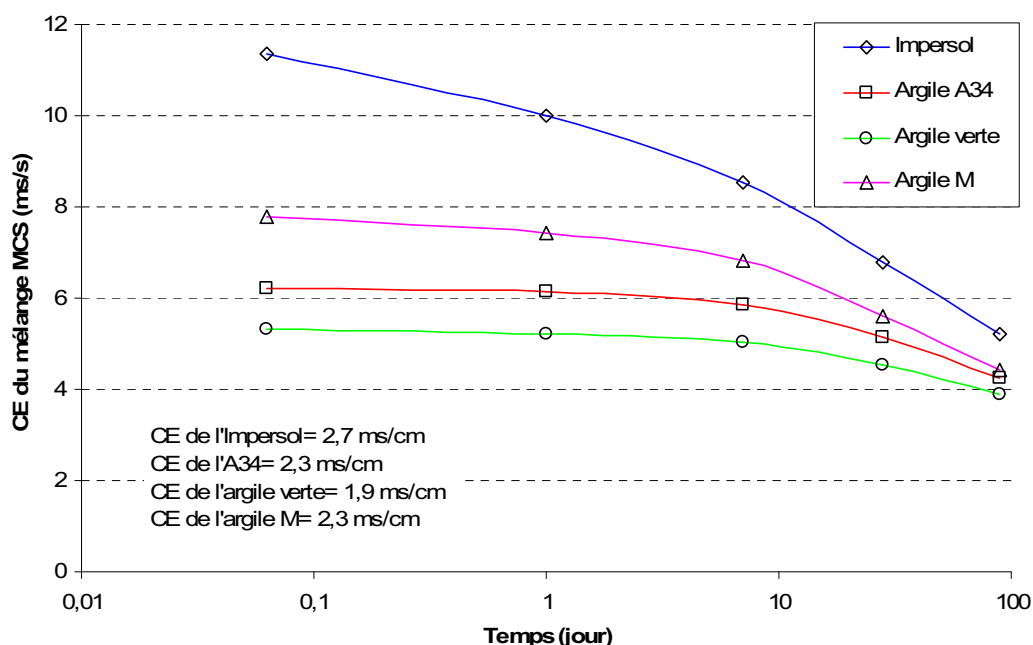


Figure 5.6 : Variation de la conductivité électrique (CE) des mélanges MCS avec le temps de maturation à 20°C pour différents sols argileux

Avec le temps de maturation à 20°C, la conductivité électrique (CE) des mélanges MCS de différents sols argileux excepté l'Impersol diminue légèrement durant la première semaine et sensiblement par la suite (de 7 à 3 mois). Cette diminution progressive de la CE des mélanges est due à la réduction de la concentration de Ca^{+2} et les hydroxyles (OH^-) dans la suspension de différents mélanges associée au développement de la réaction pouzzolanique entre la chaux et les agiles. La diminution du pH des mêmes mélanges suggère la consommation des hydroxyles par la réaction pouzzolanique.

Concernant l'Impersol, l'évolution de la conductivité CE est très important à court terme (7 jours) et par la suite avec la maturation (7 – 90 jours). La diminution importante de CE pour l'Impersol s'explique par les fortes interactions chaux–argiles développées pour ce sol qui induisent une consommation importante des cations de calcium et d'hydroxyles. Ceci induit à une diminution importante de la CE à court terme et à long terme.

Les valeurs de la conductivité électrique de l'Impersol tend vers 5 ms/cm après 90 jours de maturation et vers 4 – 4,4 ms/cm pour l'argile verte, l'argile A34 et argile M. Ces

valeurs de CE correspondent aux valeurs mesurées sur des argiles calciques. Ainsi, on peut supposer que le comportement des sols argileux de cette étude traités à 10% de chaux s'apparente à long terme aux sols argileux calciques.

- Mélanges MCS traités et maturés à 50°C

Pour les échantillons maturés à 50°C (figure 5.7), les premières valeurs de la conductivité électrique correspondent les CEs des mélanges MCS après mixage à 20°C. Pour ces valeurs, on constate comme pour les MCS traités à 20°C que la CE est atteint instantanément (1,5 heure de mixage) à environ 11,2 ms/cm pour l'Impersol, 8 ms/cm pour l'argile M et 5 à 6 pour l'argile verte et l'A34.

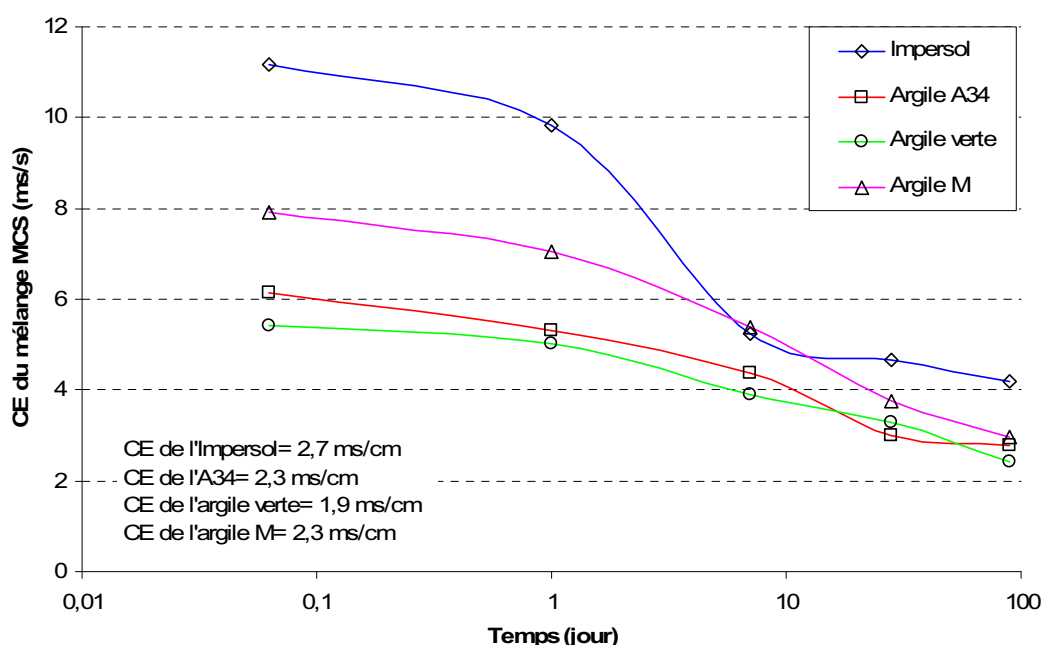


Figure 5.7 : Variation de la conductivité électrique (CE) des mélanges MCS avec le temps de maturation à 50°C pour différents sols argileux

Avec le temps de maturation, la conductivité électrique (CE) de tous les mélanges chaux-sol (MCS) subie une diminution importante durant la première semaine pour l'Impersol et durant les 28 jours pour l'argile verte, argile M et A34. Elle continue à diminuer légèrement par la suite jusqu'à 3 mois. Ces résultats montrent une diminution plus rapide des CEs des échantillons maturés à 50°C par rapport aux CE observées sur ceux maturés à 20°C. Ceci est dû à l'augmentation de consommation de calcium et d'hydroxydes dans le temps résulte par l'accélération de la cinétique de la réaction pouzzolanique à cette température.

Après 90 jours de maturation, les CE des différents sols argileux atteignent des valeurs correspondant à celle d'argile calcaïques : mais légèrement inférieures à ceux obtenus lors de maturation à température ambiante (20°C) : augmentation de la réactivité des argiles avec la chaux avec l'élévation de la température.

5.4. Evolution de la minéralogie des sols argileux traités à la chaux

L'évolution de la minéralogie des différents sols argileux étudiés a été suivie par la diffraction des rayons X (DRX) et l'analyse thermogravimétrique (ATG). L'étude a été réalisée avec des échantillons compactés et traités avec 10% de chaux après maturation à 20°C et à 50°C après 28 jours et 6 mois. Les méthodes de préparation des échantillons pour la DRX et l'ATG sont décrites dans le protocole expérimental (1.2.2.12 – Chapitre I).

5.4.1. Changements minéralogiques observés par diffraction des rayons X

5.4.1.1. Argile KPsol

La figure 5.8 présente les diffractogrammes des échantillons de KPsol non traité et traité avec 10% de chaux après 28 jours et 6 mois de maturation à 20°C et 50°C.

Le diffractogramme de KPsol non traité montre que les argiles du KPsol (kaolinite et illite) sont bien organisées (nombreux feuillets assemblés et forte orientation des feuillets des particules parallèle au support).

Sur les diffractogrammes de KPsol traité après 6 mois de maturation à 20°C et après 28 jours et 6 mois à 50°C, on observe, comme pour l'Impersol traité, l'apparition de deux nouvelles réflexions à $2\theta = 11,6^\circ$ et $23,6^\circ$ (0,76 et 0,367nm) du même Hydrate d'Aluminate de Calcium (CAH). L'intensité des réflexions augmente avec la température et le de temps de maturation. L'élévation de la température accroît la vitesse de réaction et conduit à une formation plus rapide de CAH.

Après 28 jours de maturation à 20°C, on observe l'apparition d'une réflexion de faible intensité à $2\theta = 11,1^\circ$ qui correspond à une distance inter-réticulaire $d = 0,80\text{nm}$ (figure 5.9).

Cette nouvelle réflexion, très voisine de celle du CAH ($d = 0,76\text{nm}$), peut être attribuée à un hydrate calcique formé par la réaction pouzzolanique pour cette courte durée de maturation.

Sur le diffractogramme de KPsol traité à 50°C pendant 6 mois, on observe l'apparition de deux nouvelles réflexions de très faible intensité à $2\theta = 7,0^\circ$ et $14,1^\circ$ ($1,26$ et $0,63\text{nm}$) {figure 5.9}. Ces réflexions peuvent correspondre à un hydrate de Silico–Aluminate de Calcium (CSAH) de la forme $\text{Ca}_2\text{Al}_2\text{SiO}_7 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ (30-0227, J.C.P.D.S) dont la formation est provoquée par une réaction pouzzolanique très lente même à 50°C .

Les réflexions caractéristiques de la chaux ne sont présentes que sur les diffractogrammes des échantillons de KPsol traité à température ambiante (après 28 jours et 6 mois) alors qu'elles sont complètement absentes après 28 jours de maturation à 50°C . Ceci démontre que la chaux n'est pas complètement consommée après 6 mois de maturation à 20°C , contrairement au cas de la maturation à 50°C (la totalité des 10% de chaux ajoutée est consommée dans le premier mois).

Les intensités des pics caractéristiques de la chaux diminuent avec le temps de maturation à 20°C . Cette décroissance de l'intensité est due à la consommation progressive de la chaux ajoutée. La consommation en chaux atteint 1,6% et 7,0% après 28 jours et 6 mois de maturation à 20°C . Ces résultats sont en accord avec les résultats de la consommation de chaux obtenus par l'absorption atomique (figure 5.2).

Sur les diffractogrammes des échantillons traitées, on observe l'apparition du pic principal de la calcite à $2\theta = 29,45^\circ$, résultant d'un apport de calcite (impureté de la chaux ajoutée) et éventuellement d'une carbonatation partielle de la chaux par le CO_2 de l'air pendant le mélange.

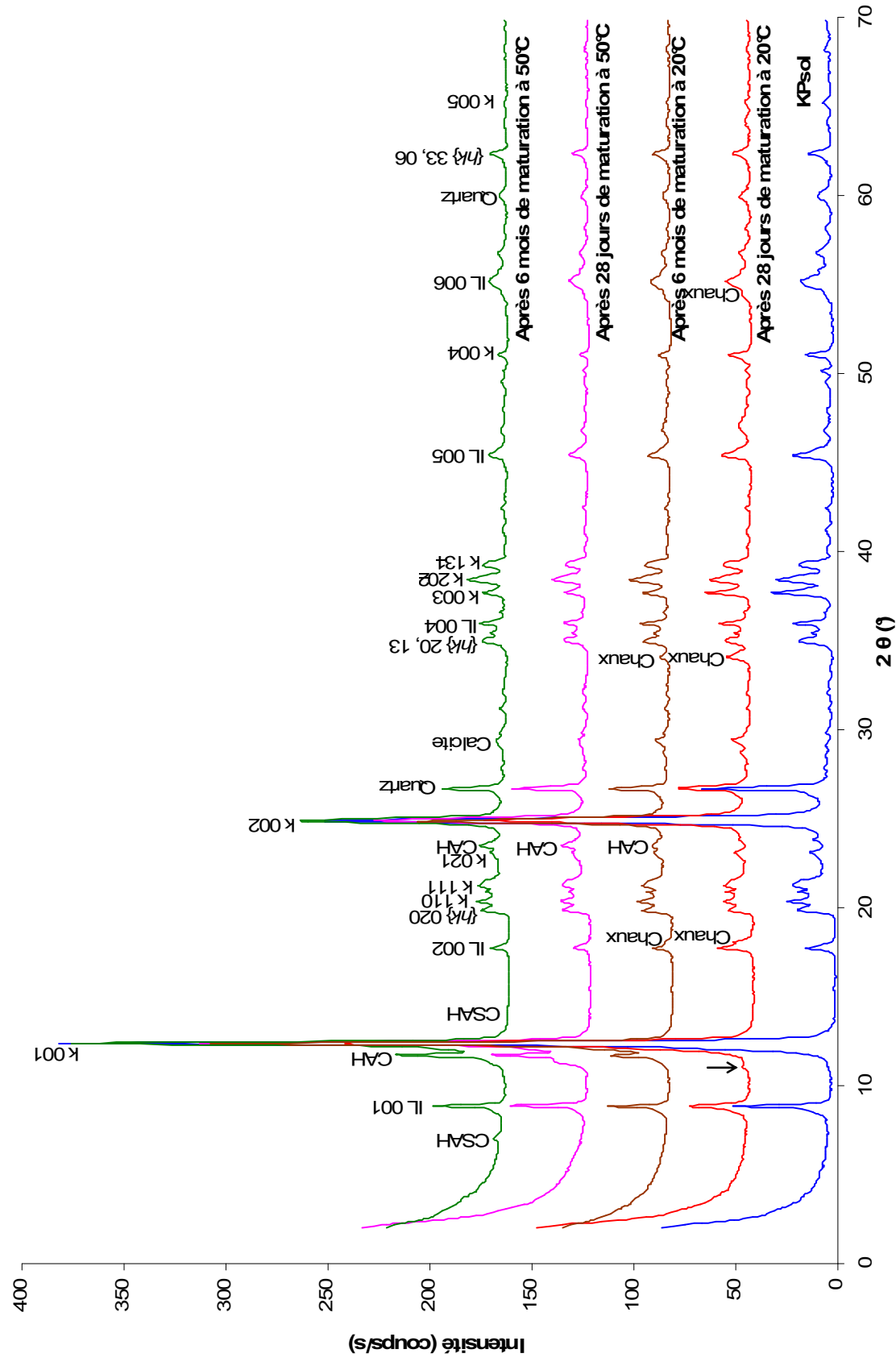


Figure 5.8 : Spectres de diffraction des rayons X du KPsol non traité et traité avec 10% de chaux à 20°C et 50°C et analysés après 28 jours et 6 mois de

maturation

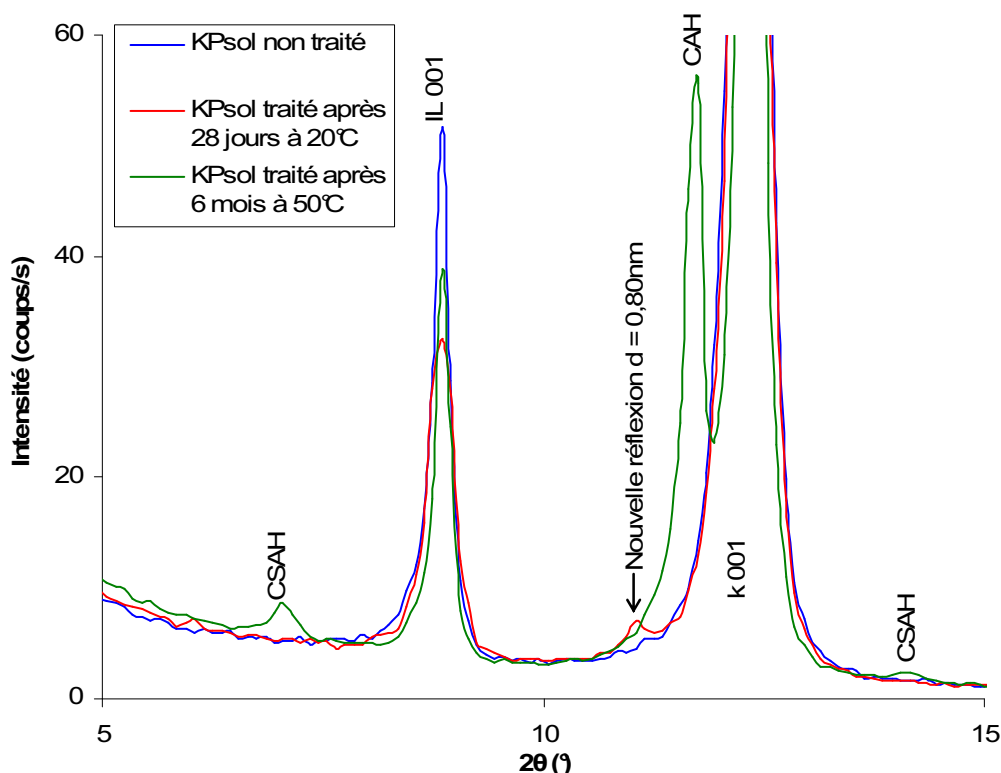


Figure 5.9 : Agrandissement de diffractogramme du KPsol non traité et traité après 28 jours à 20°C et après 6 mois de maturation à 50°C pour $2\theta = 5$ et 15°

5.4.1.2. Argile verte

Les diffractogrammes présentés à la figure 5.10 sont ceux de l'argile verte non traitée et traitée avec 10% de chaux après 28 jours et 6 mois de maturation à 20°C et 50°C.

Le diffractogramme de l'argile verte non traitée montre, comme pour l'Impersol et l'argile A34, que les minéraux argileux de ce sol (illite et kaolinite) sont peu organisés. On observe sur les diffractogrammes de l'argile verte traitée l'apparition d'une réflexion à $2\theta = 11,6^\circ$, ($d = 7,6$ nm) de faible intensité après 6 mois à 20°C et de très faible intensité après 28 jours à 50°C. Cette réflexion a complètement disparue après 6 mois à 50°C. Cette réflexion est similaire à celle observée avec l'Impersol et le KPsol traités et pourrait être attribuée à l'une des réflexions du CAH. La disparition de cette réflexion après 6 mois à 50°C peut s'expliquer par une transformation de cet hydrate vers un autre hydrate (difficilement détectable par DRX).

La présence des réflexions de la chaux après 6 mois de maturation à 20°C montre que les 10% de chaux ne sont pas entièrement consommées après 6 mois. La consommation de chaux est de 4,2% à 28 jours et atteint 7,7% à 6 mois. Cette consommation lente de la chaux

pour l'argile verte est proche de celle observée dans le KPsol traité et différente de celle observée avec l'Impersol et l'A34 traités. La consommation en chaux est liée à la quantité de chaux disponible pour la réaction pouzzolanique, à la proportion et à la réactivité des minéraux argileux avec la chaux et aux conditions de maturation.

Avec la maturation à 50°C, les réflexions de la chaux disparaissent après 28 jours, ce qui montre une consommation complète de la chaux ajoutée. Ce résultat est similaire à ceux observées avec tous les sols argileux traités à 50°C.

Comme pour l'Impersol traité et l'A34 traité, on constate une diminution de l'intensité des réflexions caractéristiques des feuillets argileux après une longue durée de maturation et avec l'élévation de la température de traitement.

5.4.1.3. Argile A34

Les diffractogrammes de la figure 5.11 sont ceux de l'argile A34 non traitée et traitée à 10% de chaux après 28 jours et 6 mois de maturation à 20°C et 50°C.

Le diffractogramme de l'argile A34 non traité montre, comme pour l'Impersol brut, que les argiles de ce sol argileux sont peu organisées (peu de feuillets assemblés et particules désorientées).

On remarque que la position de la première réflexion de la smectite S(001) apparaît sur les diffractogrammes des échantillons traités, décalée légèrement vers les petits angles en 2θ ; ceci est lié à la présence d'une couche d'eau dans l'espace inter-foliaire des smectites calcique liée aux cations de calcium.

On n'observe aucune nouvelle réflexion sur les diffractogrammes de l'argile A34 traité jusqu'à 6 mois de maturation à 20°C et à 50°C, ce qui implique l'absence d'hydrate calcique bien organisé formé par réaction pouzzolanique. On note qu'environ 6% de chaux est disponible pour la réaction pouzzolanique après l'échange cationique. Cette quantité de chaux devrait permettre la réaction pouzzolanique et par conséquent la formation d'hydrate ; mais si l'hydrate formé est mal organisé (sous forme d'un gel ou de très petits cristaux) il sera difficilement détectable par DRX. Néanmoins, les résultats d'analyse thermogravimétrique indiquent l'apparition d'une nouvelle perte de masse sur les courbes TG et DTG des échantillons traités qui pourrait correspondre à un hydrate calcique.

Les réflexions caractéristiques de la chaux sont présentes seulement, avec une intensité importante, sur le diffractogramme de l'échantillon traité après 28 jours de maturation à 20°C. Ceci montre que la totalité de la chaux ajoutée est consommée durant les premiers 28 jours de

maturation à 50°C alors que la consommation totale nécessite un temps assez important à 20°C.

On observe, comme pour les échantillons d'Impersol et de KPsol traités, une diminution de l'intensité des réflexions caractéristiques des feuillets argileux (les raies {hk}) avec le temps de maturation à 20°C et 50°C (après 6 mois), ce qui implique une destruction partielle des feuillets argileux.

5.4.1.4. Argile M

Les diffractogrammes de l'argile M non traitée et traitée avec 10% de chaux après 28 jours et 6 mois de maturation à 20°C et 50°C sont présentés dans la figure 5.12.

Le diffractogramme de l'argile M non traitée montre, comme pour tous les sols argileux étudiés sauf le KPsol, que les minéraux argileux de ce sol (montmorillonite, illite et kaolinite) sont peu organisés.

Sur tous les diffractogrammes de l'argile M traité, comme pour l'argile A34, on n'observe pas de nouvelle réflexion quelle que soit la température de maturation et même après une longue période de maturation (6 mois). Leur absence par observations par DRX implique que si le traitement produit des hydrates calciques, ils sont en faible quantité ou mal cristallisés. La quantité de chaux disponible (5%) après l'échange cationique, est suffisante pour déclencher la réaction pouzzolanique.

Cependant, on n'observe pas les réflexions de la chaux sur les diffractogrammes ce qui signifie que la totalité de la chaux ajoutée est consommée durant le premier mois de maturation à 20°C et 50°C.

On observe une diminution importante de l'intensité de la première réflexion (001) de la montmorillonite avec le traitement, la température et la durée de maturation. Par contre, on constate une diminution négligeable de l'intensité des raies {hk} des argiles. Ceci est lié à la destruction partielle des feuillets de montmorillonite et à la diminution du nombre de feuillets de montmorillonite par particule (organisation perpendiculaire aux feuillets) mais l'organisation d'un feuillet dans le plan {hk} n'est pas affectée par le traitement.

Enfin, comme pour tous les sols argileux, on constate une augmentation de l'intensité des réflexions de la calcite (calcite apportée par la chaux et/ou la carbonatation avec le CO₂ de l'air).

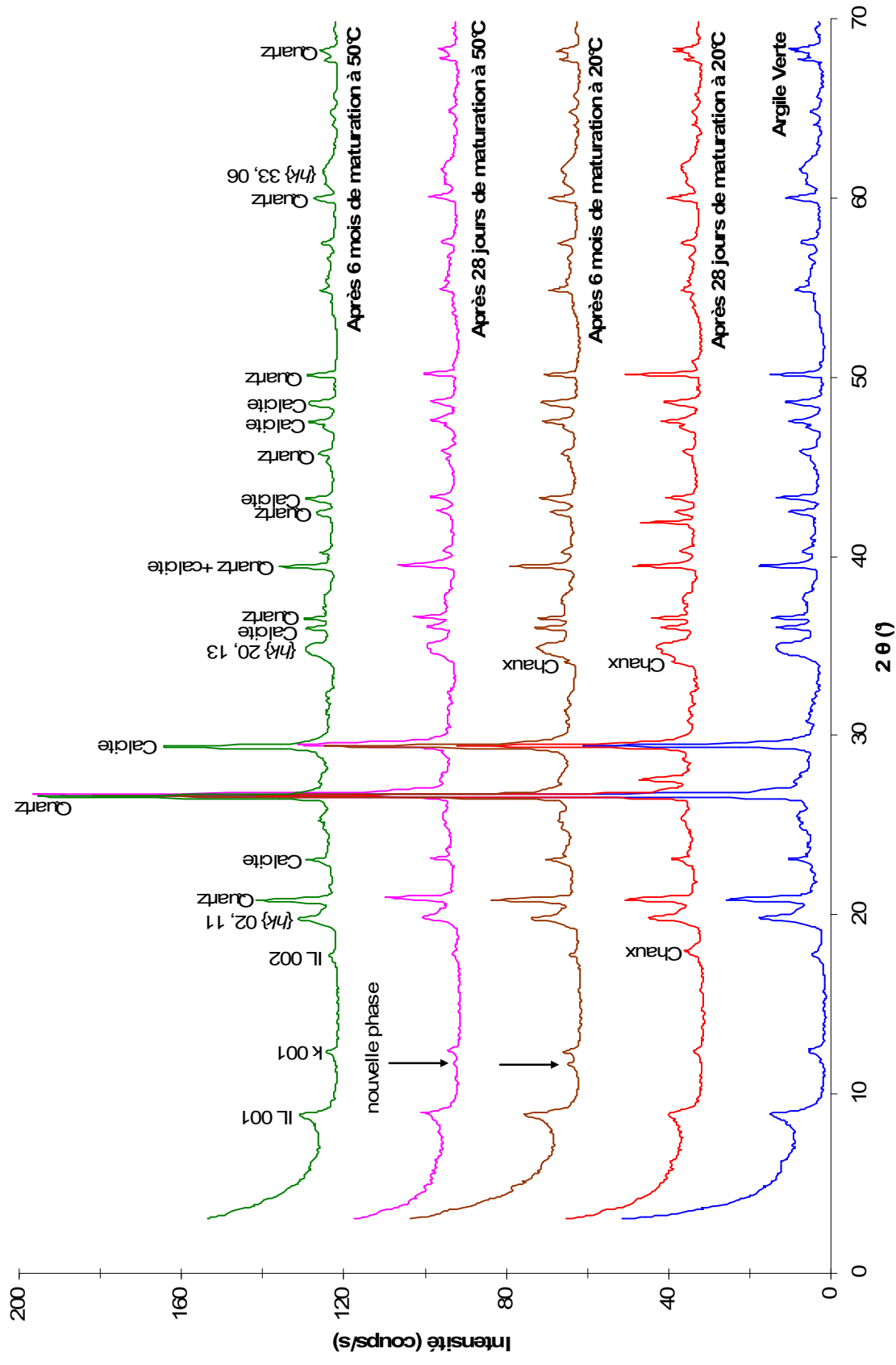


Figure 5.10 : Spectres de diffraction des rayons X de l'argile verte non traitée et traitée avec 10% de chaux à 20°C et 50°C et analysés après 28 jours et 6 mois de maturation

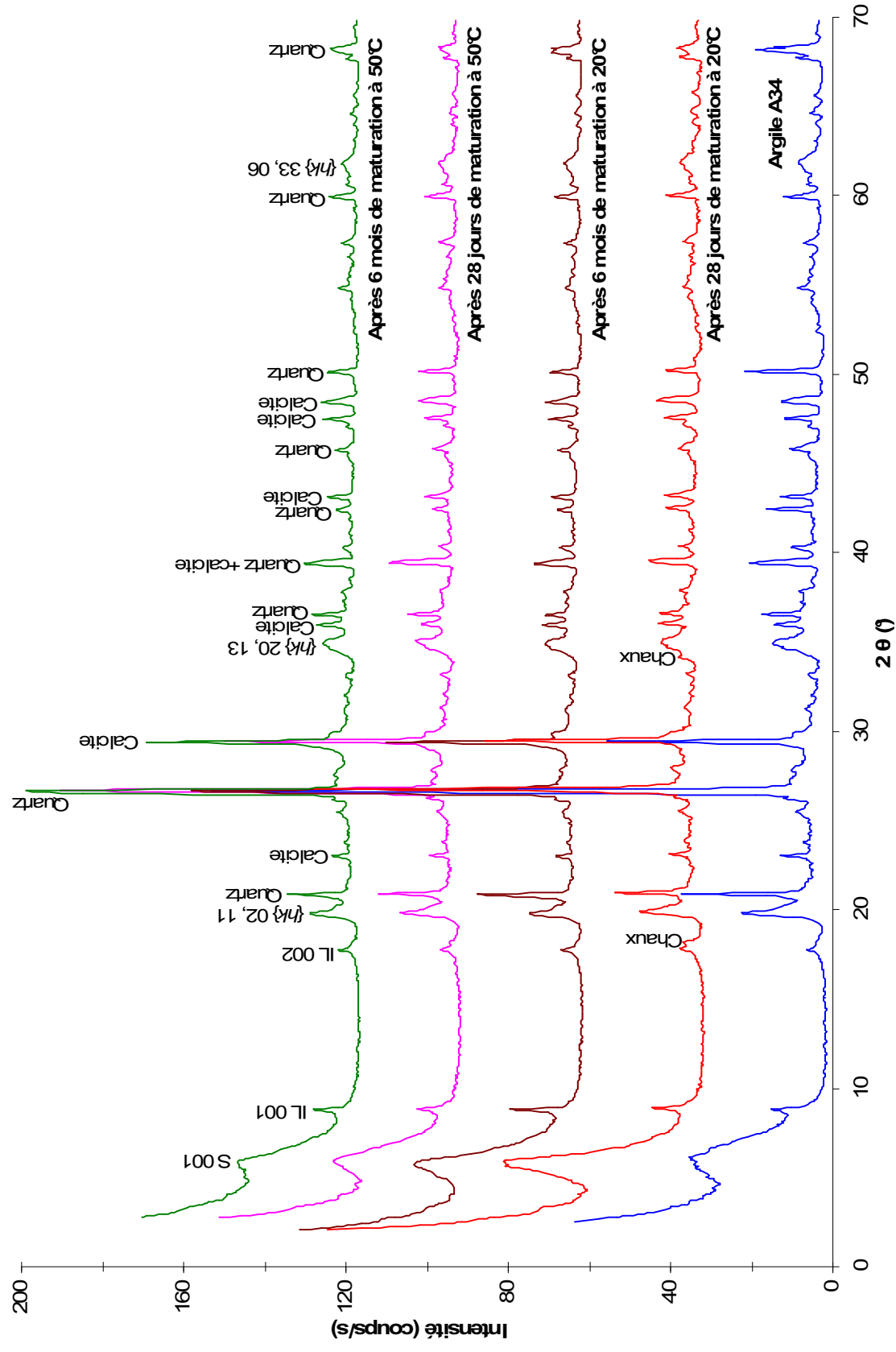


Figure 5.11 : Spectres de diffraction des rayons X de l'argile A34 non traité et traité avec 10% de chaux à 20°C et 50°C et analysés après 28 jours et 6

mois de maturation

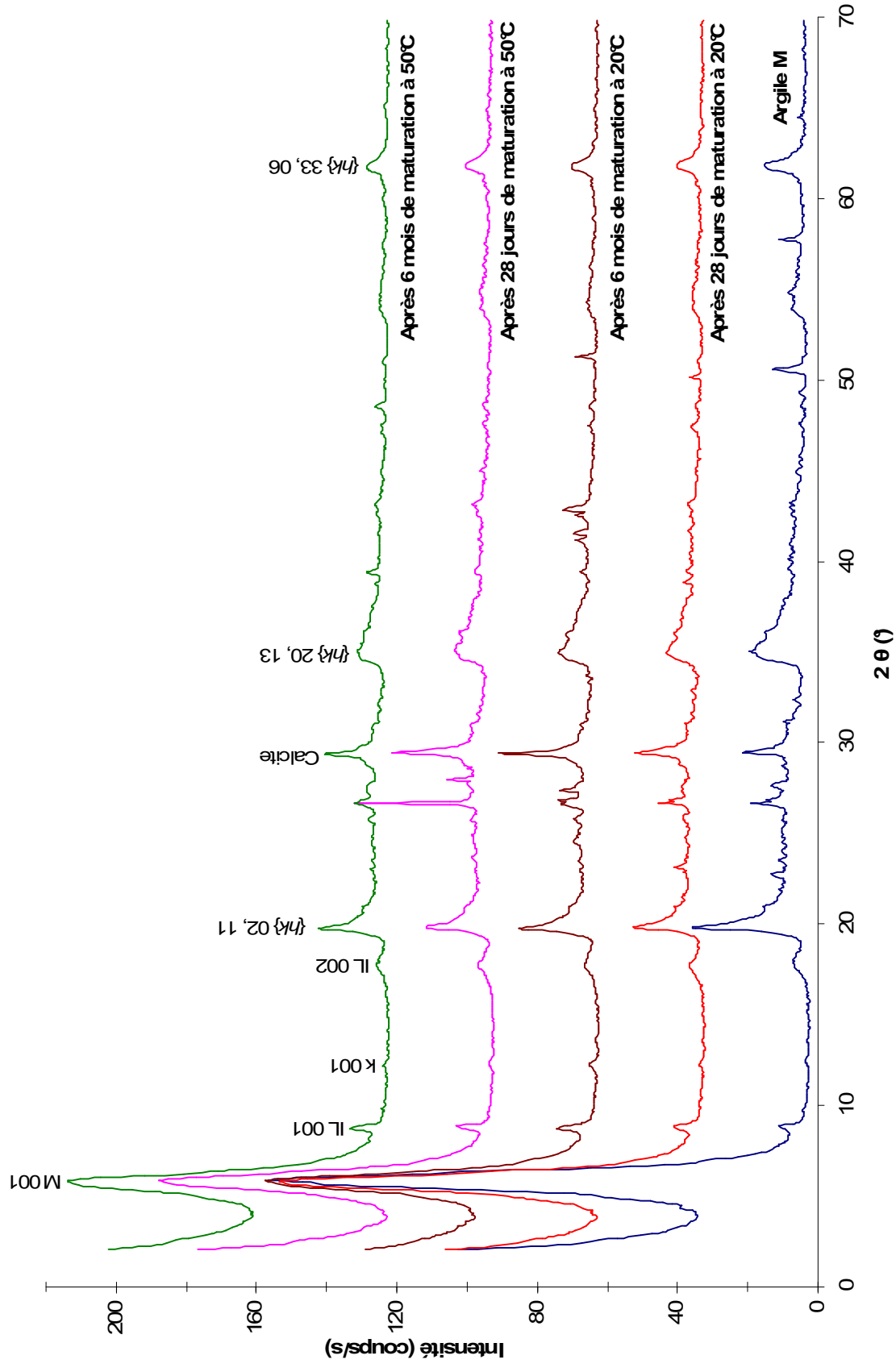


Figure 5.12 : Spectres de diffraction des rayons X de l'argile M non traitée et traitée avec 10% de chaux à 20°C et 50°C et analysés après 28 jours et 6 mois de maturation

5.4.2. Changement minéralogiques observés par analyse thermogravimétrique ATG

Quatre sols argileux sont étudiés par ATG en utilisant la méthode employée pour l'Impersol.

5.4.2.1. Argile KPsol

5.4.2.1.1 Interprétation les courbes thermogravimétrique (TG et DTG) des échantillons traités

Les figures 5.13–a et 5.13–b présentent, comme pour l'Impersol, les courbes thermogravimétriques expérimentales du KPsol traité avec 10% de chaux après 28 jours et 6 mois à 20°C et 50°C et les courbes théoriques de référence correspondantes à ce sol argileux.

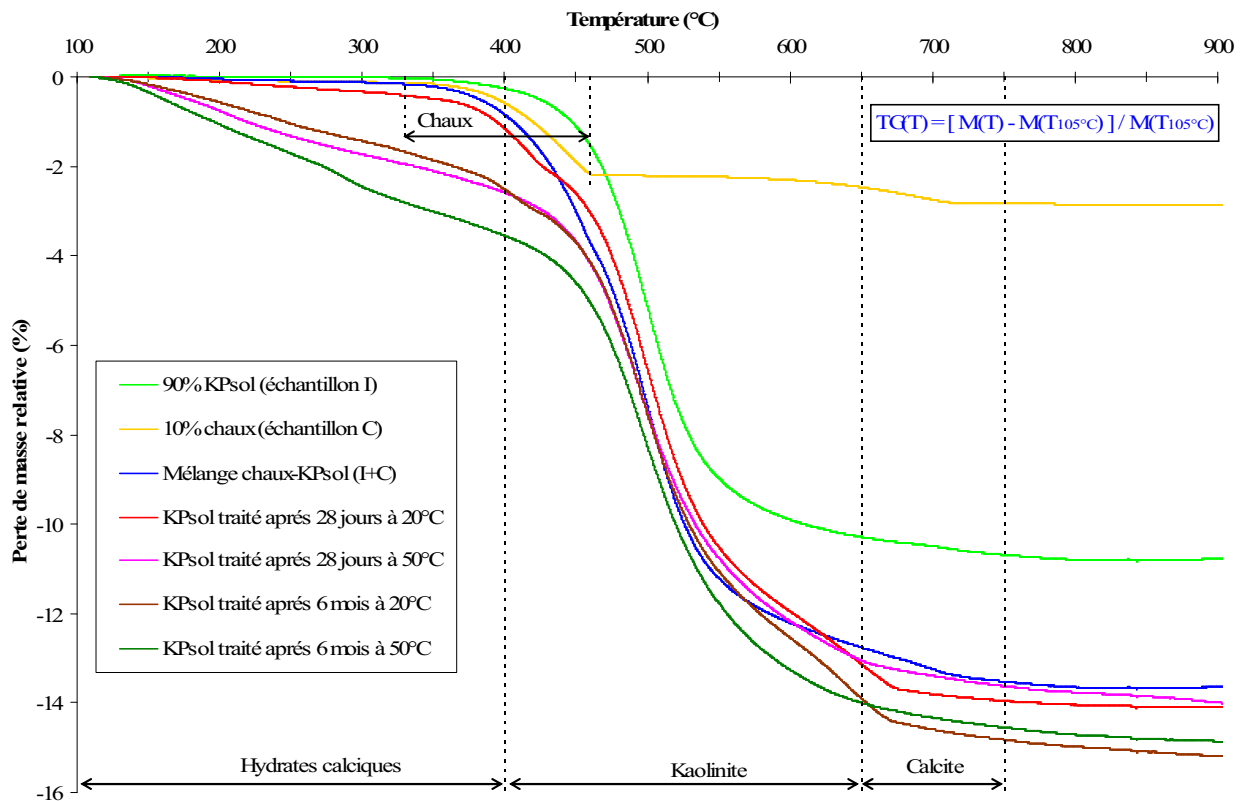


Figure 5.13–a : Courbes TG(T) du KPsol traité avec 10% de chaux et analysé après 1 et 6 mois de maturation à 20°C et 50°C et des trois échantillons théoriques correspondants

• KPsol brut

On observe sur la courbe DTG(T) de ce sol non traité (échantillon I- courbe verte sur la figure 5.13–b), un large pic endothermique à 500°C dû à la déshydroxylation de la

kaolinite. La dissymétrie du pic de la kaolinite vers les hautes températures est attribuée à la déshydroxylation de l'illite vers 600°C.

- **KPsol traité**

Les courbes TG(T) expérimentales des échantillons traités à 20°C et 50°C et les courbes théoriques (I et I+C) ne sont pas superposées ; elles divergent entre 105°C et 400°C, la divergence est rapide pour la maturation à 50°C et elle augmente avec le temps et la température de maturation. Ceci montre qu'il y a des interactions entre la chaux et la kaolinite, ce qui modifie la composition minéralogique des échantillons de KPsol traité.

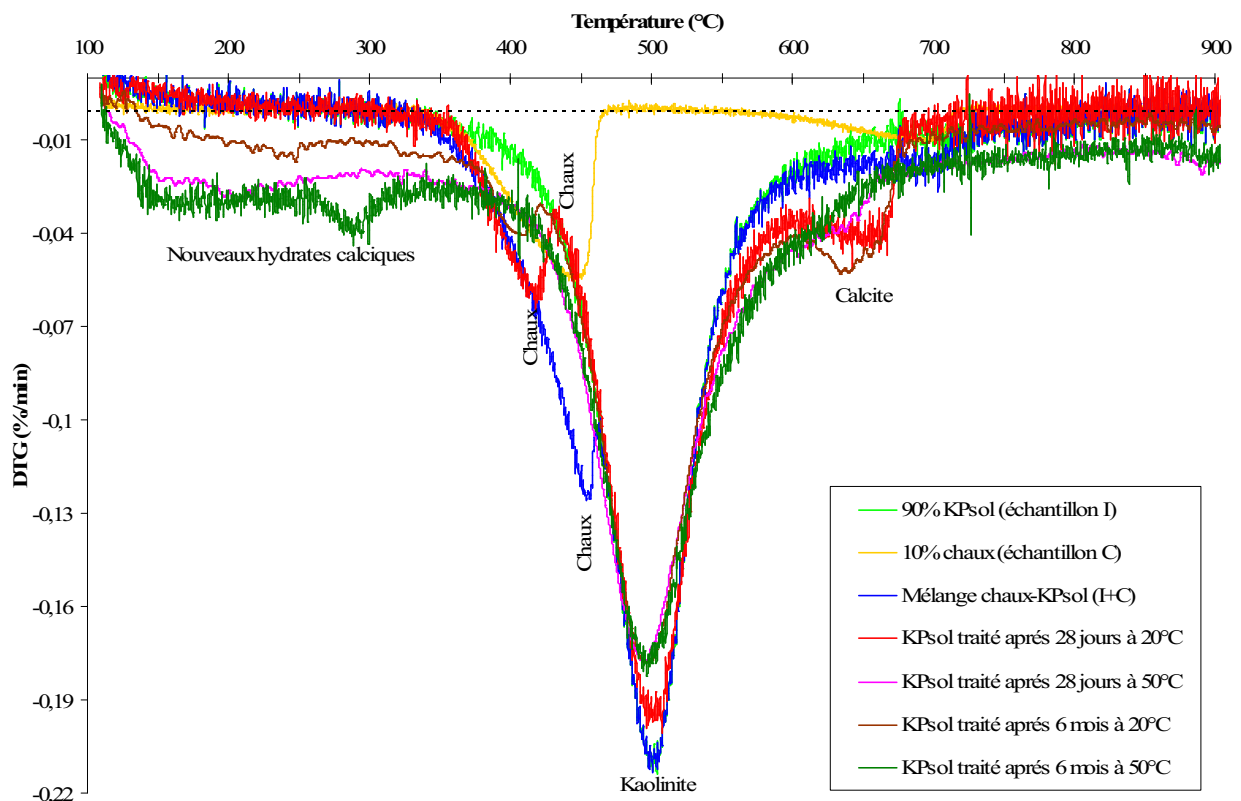


Figure 5.13–b : Courbes DTG(T) du KPsol traité avec 10% de chaux et analysé après 1 et 6 mois de maturation à 20° et 50°C et des trois échantillons théoriques correspondants

- **KPsol traité à 20°C**

Sur les courbes DTG(T) des échantillons traités à 20°C (fig. 5.13–b - courbes rouge et marron), on observe une diminution du pic à 500°C et l'apparition d'une large bande et de 2 pics endothermiques. Ce sont :

- large bande entre 105°C et 400°C correspondant à une perte de masse sensiblement constante avec la température négligeable après 28 jours et importante après 6 mois de maturation. Elle peut être attribuée à la déshydratation d'un hydrate formé par réaction pouzzolanique. En effet, la diffraction des rayons X détecte dans l'échantillon traité après 6 mois de maturation un CAH, alors que cet hydrate n'est pas observé par DRX après 28 jours. Elle peut être également attribuée à la déshydratation d'un feuillet de kaolinite partiellement endommagé par l'attaque de la chaux. La destruction partielle du feuillet est constatée par la diminution de la perte de masse à 500°C (déshydroxylation de la kaolinite).

- le premier pic à 400°C, présent à 1 et 6 mois, est dû à la déshydratation de la chaux, chaux n'ayant pas réagi avec l'argile. La perte de masse due à ce pic ou perte de masse cumulative correspondante sur la courbe TG(T) et donc en conséquence la quantité de chaux diminue avec le temps de maturation de 1 à 6 mois; il y a une consommation progressive de la chaux avec le temps.

- la diminution du pic de la kaolinite à 500°C est faible durant le premier mois et devient importante pour une longue durée de maturation (6 mois); il y a une consommation progressive des feuillets de kaolinite, au cours de la progression de la réaction pouzzolanique, pour former les hydrates calciques.

- le second pic à 650°C est attribué à la décarbonatation de la calcite, calcite présente dans la chaux ajoutée et calcite produite au cours du mélange par la réaction du CO₂ de l'air avec la chaux.

Les courbes TG(T) de ces échantillons traités montrent que la perte de masse relative totale est supérieure à celle de l'échantillon non traité (échantillon I). Cette perte supplémentaire de masse s'explique par : la formation d'un nouvel hydrate (CAH) après un temps de maturation de 6 mois, la présence de chaux n'ayant pas réagi ainsi par la calcite apportée avec le traitement.

- KPsol traité à 50°C

Sur les courbes DTG(T) des échantillons de KPsol traité à 50°C (fig. 5.13–b - courbes rose et verte foncée), on observe par rapport aux échantillons traités à 20°C :

- une augmentation importante de l'intensité de la bande entre 105°C et 400°C. De plus, il y a apparition d'un pic à 280°C après 6 mois de maturation. Cette perte de masse plus importante et plus rapide pour la maturation à 50°C peut être attribuée à la déshydratation d'une quantité plus importante de CAH formé par la réaction pouzzolanique à cette

température, comme le montre la diffraction des rayons X. Cette perte de masse continue avec la température peut être également attribuée à la déshydratation des feuillets de kaolinite endommagés par l'attaque de la chaux; comme le montre la diminution du pic à 500°C correspondant à la déshydroxylation de la kaolinite. Le pic à 280°C peut être attribué à la déshydratation du CSAH observé par DRX.

- la disparition du pic à 400°C sur les deux courbes DTG (T) et la quasi-disparition ou l'étalement du pic à 650°C, montre que pour la maturation à 50°C, toute la chaux est consommée durant les premiers jours et que cet échantillon contient très peu de calcite.
- une diminution du pic lié à la kaolinite approximativement identique quelque soit le temps de maturation; cette diminution est proche de celle observée sur l'échantillon traité après 6 mois à 20°C. La destruction des feuillets argileux dépend de la quantité de chaux ajoutée et la vitesse des réactions est accélérée par une élévation de température. Il en résulte une rapide (selon la température) et plus ou moins importante (selon la quantité de chaux) production d'hydrates calciques.

Les courbes TG(T) (fig. 5.13-a – courbes rose et verte foncée) montrent que la perte de masse totale des échantillons traités à 50°C est sensiblement égale à celle des échantillons traités à 20°C ; mais elle est supérieure à celle de l'échantillon non traité (échantillon I). Cette perte supplémentaire de masse est due pour l'échantillon traité à 50°C, principalement à la déshydratation d'hydrates formés par réaction pouzzolanique (CAH et CSAH après 6 mois) et pour l'échantillon traité à 20°C par la présence de calcite.

5.4.2.1.2 Comparaison des pertes de masse relative des échantillons de KPsol traité et non traité

Comme pour les échantillons d'Impersol traité, la figure 5.13–a permet de comparer des échantillons traités et non traités (échantillons théoriques I, C et I+C) ayant initialement la même proportion d'argile (90% de la masse totale) et de montrer l'effet du traitement et ainsi d'identifier différentes modifications.

- a) *Evolution des pertes de masse entre 105 et 500°C du KPsol traité, par rapport à celle du KPsol non traité, en fonction du temps de maturation et de la température de maturation {déshydratation des hydrates calciques, $\Delta TG(T)$ }*

La figure 5.14 présente en fonction de la température (entre 105 et 500°C) la différence des pertes de masse relatives $\Delta TG(T)$ entre la perte de masse relative des KPsoils

traités avec 10% de chaux pour une maturation à 20°C et à 50°C et analysés après 28 jours et 6 mois et la perte de masse relative de l'échantillon (I) contenant 90% KPsol+10% corps inerte.

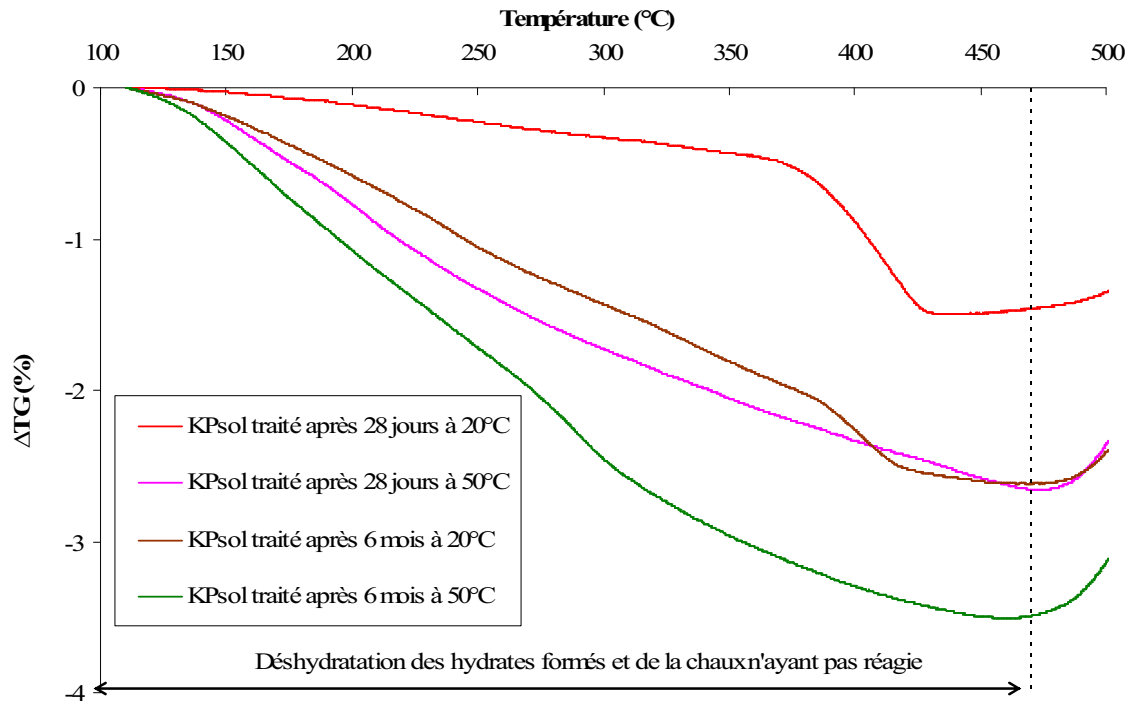


Figure 5.14 : Différences des pertes de masse relatives $\Delta TG(T)$ entre la perte de masse relative du KPsoil traité avec 10% de chaux et analysé après 28 jours et 6 mois de maturation à 20°C et 50°C, et la perte de masse relative de l'échantillon (I) en fonction de la température

On constate sur cette figure que :

- $\Delta TG(T)$ augmente avec la température jusqu'à 450°C, avec des vitesses de pertes de masse croissantes avec la température et la durée de maturation.
- $\Delta TG(450^{\circ}C)$ est de l'ordre de 1,5 à 3,7% selon la température et la durée de maturation.
- A 20°C, la rupture de pente à 380°C sur les courbes correspondant à 28 jours et 6 mois de maturation est due à la déshydratation de la chaux n'ayant pas réagi. Cette perte de masse relative (1,1% et 0,6% après 1 et 6 mois) correspond à la déshydratation d'environ 4,5 et 2,5% de chaux. La chaux n'est pas entièrement consommée, même après 6 mois ; ces valeurs montrent une consommation en chaux supérieure à celle observée par l'absorption atomique. Ceci s'explique par le développement d'une carbonatation importante de la chaux pour ces échantillons traités pendant la préparation.

- ΔTG passe par un maximum vers 450/480°C et diminue ensuite pour tous les échantillons traités. Cette diminution est attribuée à la destruction partielle des feuillets de kaolinite par le traitement.

Ces résultats indiquent que la formation des hydrates est lente à 20°C et devient importante avec l'élévation de température à 50°C et avec l'augmentation de temps de maturation : la quantité d'hydrate formée après 6 mois à 20°C est inférieure à celle produite après seulement 28 jours à 50°C.

b) Bilan des pertes de masse des composants de KPsol traité et non traité

Le tableau 5.3 regroupe les pertes de masse relatives des différents composants de KPsol traité et non traité.

Tableau 5.3 : Pertes de masse relatives des différents composants des échantillons du KPsol traités avec 10% de chaux et analysés après 28 jours et 6 mois de maturation à 20°C et 50°C et des échantillons théoriques (I, C et I+C), en % de la masse de référence : $M(T_0=105^\circ\text{C})$

Perte de masse (%) liée à :	Eau piégée	Hydrates formés	Chaux	Kaolinite*	Illite	Calcite	Perte de masse totale
Echantillons	105 – 400 /450°C		330 – 460°C	400 – 500°C	500 – 650°C	650 – 750°C	105 – 900°C
"Echantillon I"	0,2			10,3	0,3		10,8
"Echantillon C"			2,5			0,5	3,0
"Echantillon I+C"	0,2		2,5	10,3	0,3	0,5	13,8
28 jours à 20°C	0,6		1,1	10,0	0,3	2,1	14,1
6 mois à 20°C	2,2		0,6	9,5	0,3	2,4	15,0
28 jours à 50°C	2,7		0,1	9,4	0,3	1,5	14,0
6 mois à 50°C	3,7		0	9,3	0,3	1,6	14,9

(a) : perte de masse relative entre 105 et 400/450° est = ΔTG à 400/450°C+ perte de masse d'échantillon I – perte de masse de la chaux.

(b) : perte de masse relative de kaolinite = $\Delta m(\%)$ à 500°C sur la courbe TG– Perte de masse de l'eau piégée, hydrates calciques et de la chaux.

La comparaison des pertes de masse avec et sans interaction kaolinite–chaux montre que :

- entre 105°C et 450°C, il y a après traitement, une présence d'hydrates et/ou d'eau, contrairement à son absence dans le KPsol non traité (I) (0,2%). Cette quantité augmente de 0,6% à 3,7% avec la température et la durée de maturation: ce qui correspond a une augmentation de l'activité pouzzolanique.

- qu'entre 350°C et 500°C, la proportion de kaolinite diminue avec la température et la durée de maturation. La proportion de kaolinite endommagée par le traitement est de l'ordre de 10% après 6 mois de maturation à 20°C et 50°C.
- au delà de 650°C, il y a une augmentation de la proportion de calcite dans les échantillons traités plus importante à 20°C qu'à 50°C (attribuée à une calcification de la chaux).

5.4.2.2. Argile Verte

5.4.2.2.1 Interprétation les courbes thermogravimétrique (TG et DTG) des échantillons traités

Les figures 5.15– a et 5.15– b présentent respectivement, pour $T \geq 105^\circ\text{C}$, les courbes TG(T) des pertes de masse relatives et leurs dérivées DTG(T) d'échantillons d'argile verte traitée et de trois échantillons théoriques de référence (I, C et I+C) de ce sol (la courbe théorique (I+C) est présentée deux fois sur la courbe 5-15-b)

• Argile verte brute

On observe sur la courbe DTG(T) de ce sol non traité (échantillon I– courbe verte sur la Figure 5.15– b) trois pics et deux bandes :

- une petite bande située entre 105°C et 300/350°C, attribuée au départ d'eau piégée entre les feuillets d'illite.
- une bande située entre 350°C et 450°C.
- un pic vers 460°C, large et dissymétrique vers les hautes températures attribué à la déshydroxylation de la kaolinite et de l'illite, les deux pertes se superposent partiellement.
- un pic important vers 720°C, dû à la décarbonatation de la calcite.

• Argile verte traitée

Comme pour l'Impersol, le KPsol et l'argile verte, les courbes TG(T) des échantillons d'argiles vertes traitées et non traitées divergent entre 105°C et 400/450°C puis sont sensiblement parallèles .

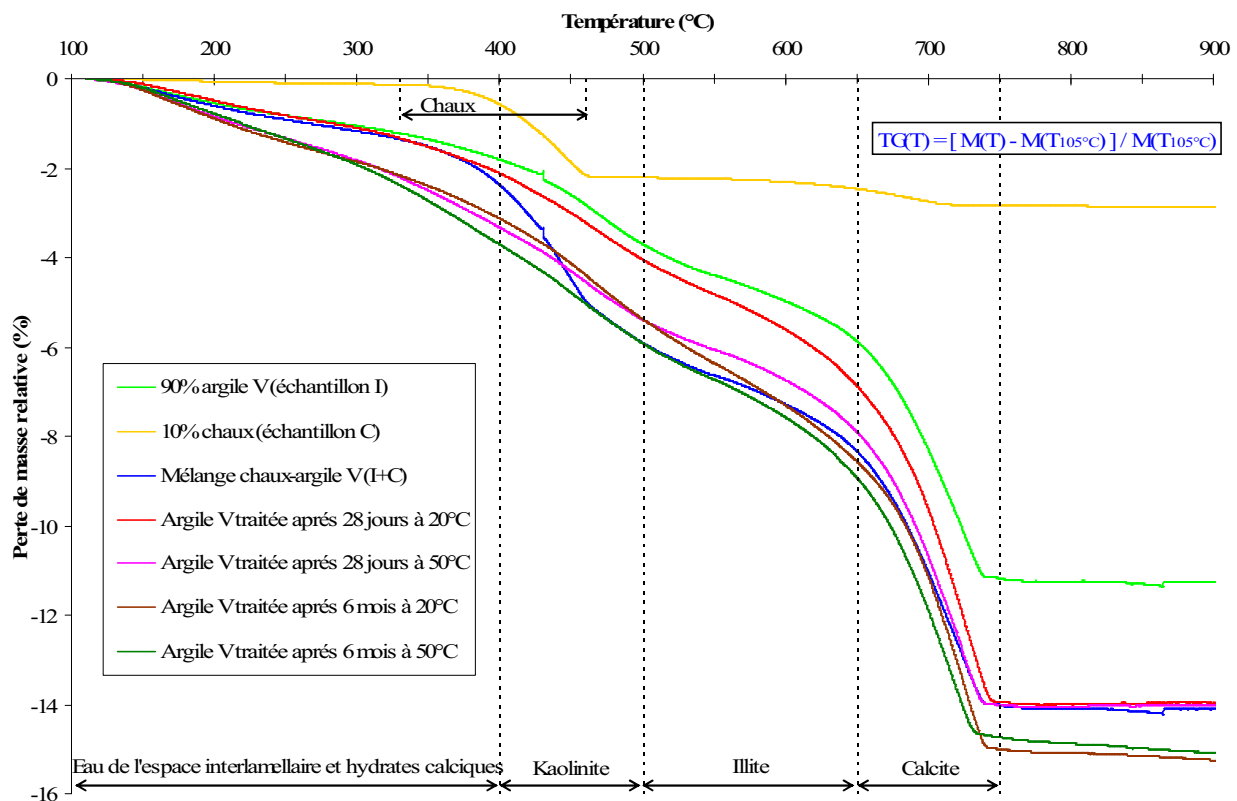


Figure 5.15– a : Courbes TG(T) des échantillons d'argile verte (V) traitée avec 10% de chaux et analysés après 1 et 6 mois de maturation à 20°C et à 50°C; des 3 échantillons théoriques (I, C et I+C) de référence de ce sol

- Argile verte traitée à 20°C

Les courbes DTG(T) des échantillons traités à 20°C (fig. 5.15– b - courbes rouge et marron) sont semblables à celles de l'échantillon non traité et ne montrent pas la présence d'une nouvelle perte de masse. Cependant, elles montrent :

- une perte de masse identique entre 105°C et 300°C.
- un petit pic à 420°C qui disparaît après 6 mois de maturation (chaux).
- une augmentation de la décarbonatation de la calcite par rapport à celle d'échantillon (I+C), ce qui suggère une carbonatation partielle de la chaux.

Les courbes TG(T) (fig. 5.15– a) des argiles vertes traitées à 20°C, comme de l'argile verte non traitée (échantillon I), montrent une perte de masse continue et croissante jusqu'à 400/450°C, perte identique à celle de l'argile Verte non traitée après 28 jours, mais plus importante après 6 mois de maturation. L'augmentation de la perte de masse dans les échantillons traités qu'après 6 mois de maturation peut être attribuée :

a) à l'augmentation de l'eau piégée (mais l'espace interlamellaire de l'illite est presque complètement saturé par des cations de potassium, K^+)

b) à la déshydratation de nouveaux minéraux produits par la réaction pouzzolanique après cette longue durée de maturation. Il convient de noter que l'analyse par la diffraction des rayons X détecte seulement une nouvelle réflexion à $d= 7,6nm$, qui peut correspondre au CAH identifié dans l'Impersol et le KPsol traités.

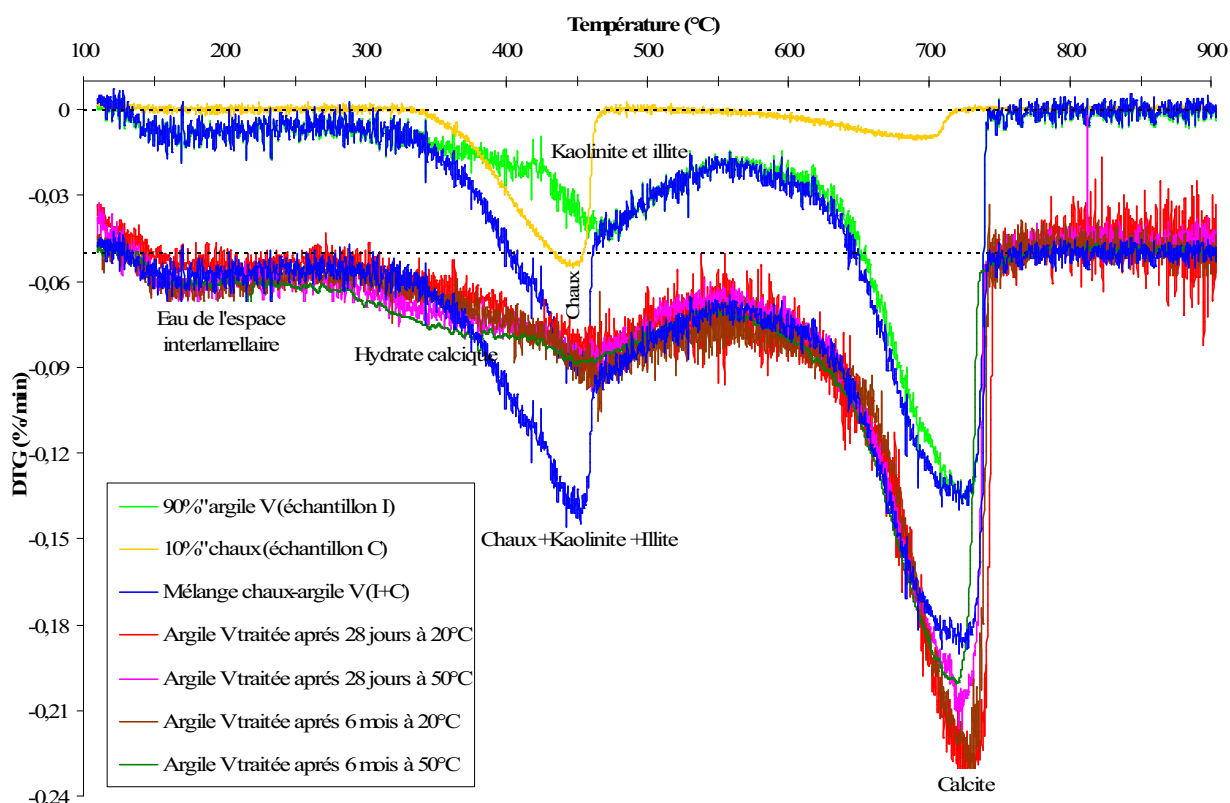


Figure 5.15– b : Courbes DTG(T) des échantillons d'argile verte (V) traitée avec 10% de chaux et analysés après 1 et 6 mois de maturation à 20°C et 50°C; de 3 échantillons théoriques (I, C et I+C) de référence de ce sol

- Argile verte traitée à 50°C

Sur les courbes DTG(T) d'échantillon d'argile verte traitée à 50°C (fig. 5.15– b - courbes rose et verte foncée), on observe par rapport aux échantillons traités à 20°C :

- de 105°C à 240°C, la perte de masse est similaire à celle observée sur l'échantillon traité après 6 mois de maturation à 20°C et on constate une augmentation de la perte de masse entre 240°C et 420°C. La diffraction des rayons X de ces échantillons ne montre pas la présence de nouvelles réflexions, alors que la position de la nouvelle perte de masse est similaire à celle observée dans l'échantillon traité à 20°C.

- entre 105°C à 240°C, la perte de masse est similaire à celle observée sur l'échantillon traité après 6 mois à 20°C.
- la disparition du pic caractéristique de la chaux après le premier mois (consommation complète des 10% de chaux).
- l'augmentation moins importante des pics caractéristiques de la calcite (carbonatation moins importante de la chaux liée à la consommation plus rapide de la chaux à 50°C qu'à 20°C).

Sur les courbes TG(T) d'échantillons d'argile verte traitée à 50°C (fig. 5.15–a), on constate :

- qu'entre 105°C et 300°C, la perte de masse des échantillons traités à 50°C est identique à celle de l'échantillon traité après 6 mois de maturation à 20°C (quantité d'eau piégée et l'hydrate formé similaire), alors qu'entre 300°C et 400/450°C, l'échantillon traité après 6 mois à 50°C présente une perte de masse plus importante (la quantité d'hydrate formé augmente avec le temps de maturation à 50°C).

5.4.2.2 Comparaison des pertes de masse relative des échantillons d'argile verte traitée et non traitée

La comparaison des courbes TG(T) des échantillons d'argile verte traités et d'échantillons théoriques I, C et I+C, ayant initialement la même proportion d'argile (90% de la masse totale) montre :

- a) *Evolution des pertes de masse entre 105 et 500°C de l'argile verte traitée, par rapport à celle de l'argile verte non traitée, en fonction du temps de maturation et la température de maturation {déshydratation des hydrates calciques, $\Delta TG(T)$ }*

Les courbes de différence des pertes de masse relatives $\Delta TG(T)$ présentées dans la figure 5.16 sont ceux de l'argile verte traitée. On observe sur cette figure que :

- $\Delta TG(T)$ augmente avec la température jusqu'à 450°C, avec des vitesses de pertes de masse différentes avec la température et la durée de maturation.
- de 105°C à 280°C, l'augmentation de ΔTG est négligeable après 28 jours de maturation à 20°C; elle est identique et de l'ordre de 0,7% pour une maturation de 6 mois à 20°C ou à 50°C.
- de 280°C à 450°C, elle augmente de 0,4% (28 jours et 20°C - déshydratation de la chaux non consommée) à 2,3 (6 mois et 50°C - formation probable d'hydrates calciques).

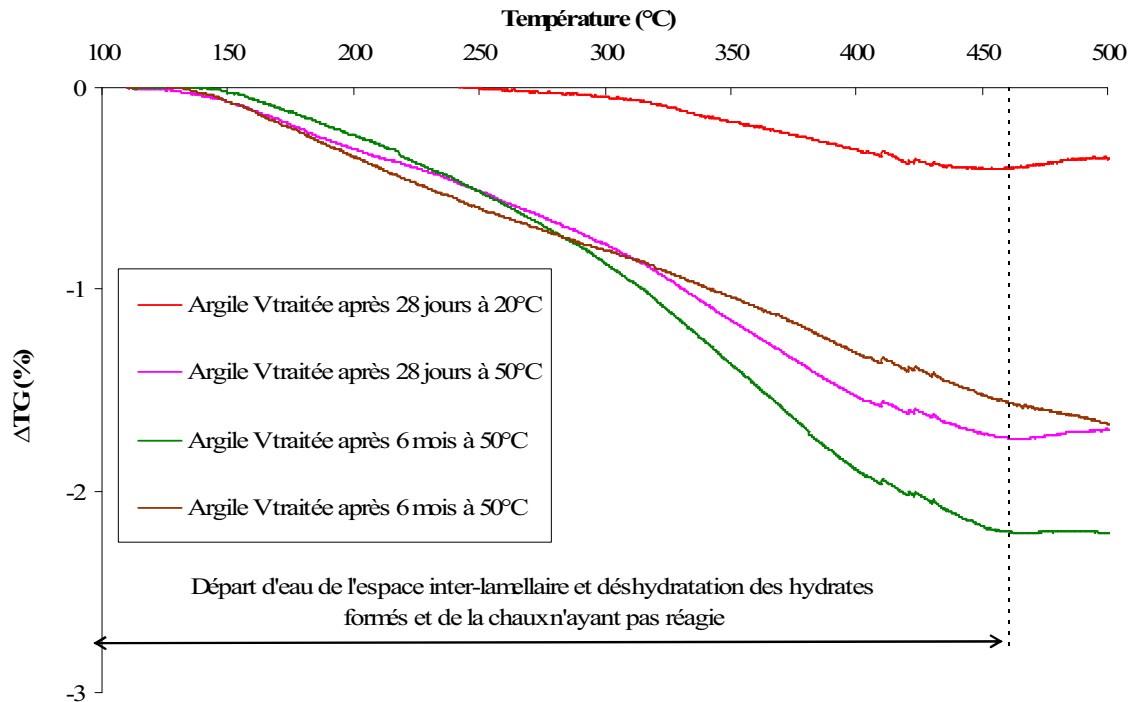


Figure 5.16 : Différences des pertes de masse relatives $\Delta TG(T)$ entre la perte de masse relative de l'argile verte traitée avec 10% de chaux et analysée après 28 jours et 6 mois de maturation à 20°C et 50°C, et la perte de masse relative de l'échantillon (I) d'argile Verte non traitée, en fonction de la température

b) Bilan des pertes de masses des composants de l'argile verte traitée et non traitée

Le tableau 5.4 regroupe les pertes de masse relative des différents composants des échantillons de l'argile verte traités et des trois échantillons théoriques de référence (I, C et I+C).

La comparaison des pertes de masse avec et sans interaction argile Verte – chaux montre que :

- après 28 jours de maturation à 20°C, il n'y a aucune modification des pertes de masse (eau de l'espace inter-lamellaire et argiles) sauf la perte de masse due à la chaux et à la calcite. La réaction pouzzolanique est très lente à 20°C et la chaux disponible réagit avec le CO_2 de l'air pendant la préparation d'échantillon.
- après 6 mois de maturation à 20°C ou à 50°C, les pertes de masse entre 105°C et 450°C sont beaucoup plus importantes.
- il y a destruction de la kaolinite (faible $\approx 5\%$) et de l'illite (10% après 6 mois à 20°C ou 28 jours à 50°C et 15% après 6 mois à 50°C).
- une carbonatation moindre de la chaux (+3% de calcite) à 50°C qu'à 20°C (+4,5%).

La perte de masse totale d'un échantillon traité après 28 jours à 20°C ou 50°C est supérieure à celle de l'échantillon (I) non traité mais proche du mélange (I+C) sans interaction (compensation des pertes de masse dues aux hydrates, à la chaux et à la calcite), alors que la perte de masse totale d'un échantillon traité pendant 6 mois à 20°C ou 50°C est supérieure à celle du mélange (I+C) (augmentation de la quantité d'hydrates formés avec la durée de maturation).

Tableau 5.4 : Pertes de masse relatives (en % de la masse de référence : $M(T_0=105^\circ\text{C})$), des différents composants de l'argile Verte traitée après 28 jours et 6 mois de maturation à 20°C et 50°C; et des échantillons théoriques I, C et I+C correspondants

Perte de masse (%) liée à :	Eau piégée	Hydrates formés	Chaux	Kaolinite*	Illite	Calcite	Perte de masse totale
Echantillons	105 – 400/450 °C		330 – 460°C	400 – 500°C	500 – 650°C	650 – 750°C	105 – 900°C
"Echantillon I"	1,1			2,7	2,2	5,3	11,3
"Echantillon C"			2,5			0,5	3,0
"Echantillon I+C"	1,1		2,5	2,7	2,2	5,8	14,3
28 jours à 20°C	1,1		0,4	2,7	2,2	7,6	14,0
6 mois à 20°C	2,7		0,0	2,7	1,9	7,9	15,2
28 jours à 50°C	2,9		0,0	2,5	1,9	6,7	14,0
6 mois à 50°C	3,4		0,0	2,4	1,7	7,6	15,1

* Perte de masse relative de kaolinite = perte de masse à 500°C sur la courbe TG– $\Delta m(\%)$ de l'eau piégée et d'hydrates, et de la chaux

5.4.2.3. Argile A34

5.4.2.3.1 Interprétation des courbes thermogravimétrique (TG et DTG) des échantillons traités

Les courbes TG(T) et leurs dérivées DTG(T) présentées dans les figures 5.17–a et 5.17–b respectivement sont celles de l'argile A34 traitée avec 10% de chaux après 28 jours et 6 mois à 20°C et 50°C et des trois échantillons théoriques de référence (I, C et I+C) correspondant à ce sol argileux.

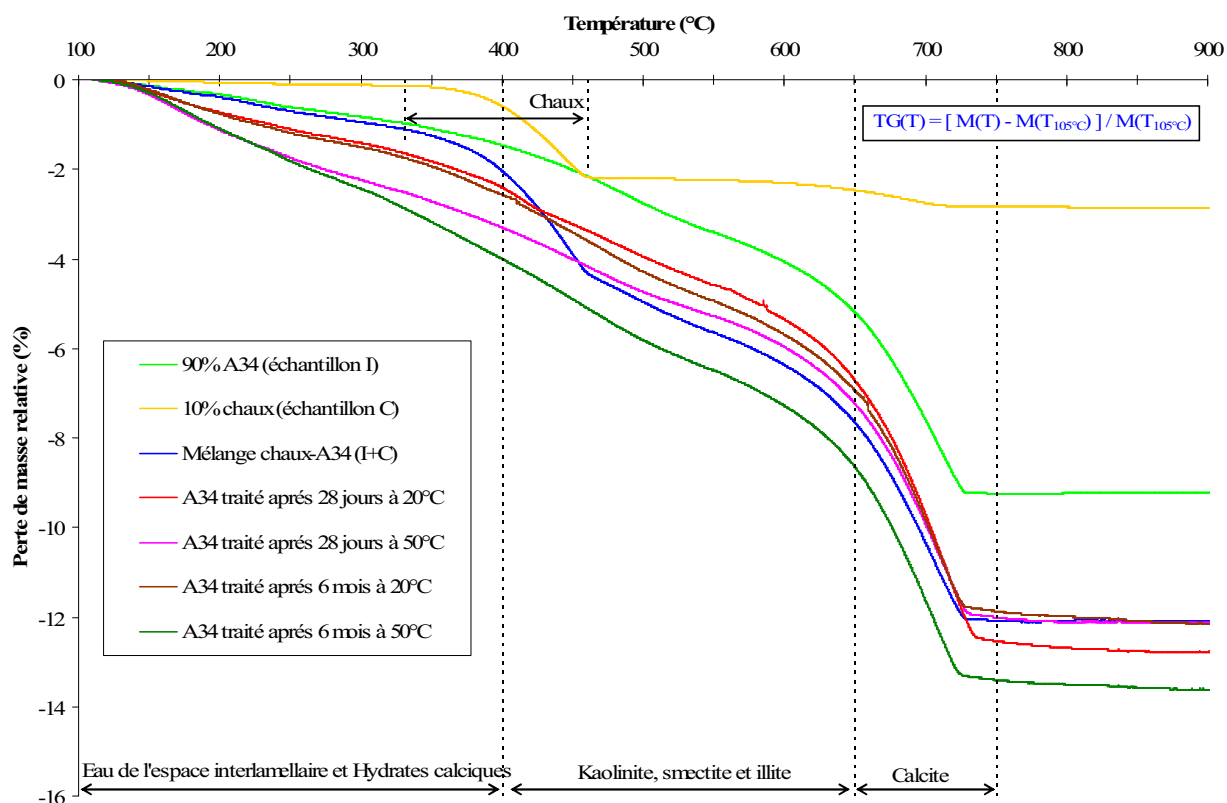


Figure 5.17–a : Courbes TG(T) des échantillons d'argile A34 traités avec 10% de chaux et analysés après 1 et 6 mois de maturation à 20°C et 50°C et des trois échantillons théoriques

• A34 brut

On observe sur la courbe DTG(T) de ce sol non traité (échantillon I- courbe verte sur la Figure 5.17–b):

- une perte de masse continue jusqu'à 300/350°C (attribuée au départ d'eau de l'espace inter-lamellaire (eau liée et/ou piégée) des smectites) avec un très petit pic vers 230°C dû à la déshydratation d'un minéral présent dans ce sol (impureté).
- une bande large entre 350°C et 600/650°C, due à la déshydroxylation des minéraux argileux de ce sol (smectite, illite et kaolinite).
- le dernier pic important à 700°C est dû à la décarbonatation de la calcite.

• A34 traitée

Comme pour les KPsols traités, les courbes TG(T) des échantillons de l'argile A34 traités à 20°C et 50°C et les courbes des échantillons théoriques (échantillons I et I+C) ne sont pas superposables; les interactions entre la chaux et les argiles modifient la composition minéralogique des échantillons de l'argile A34 traités.

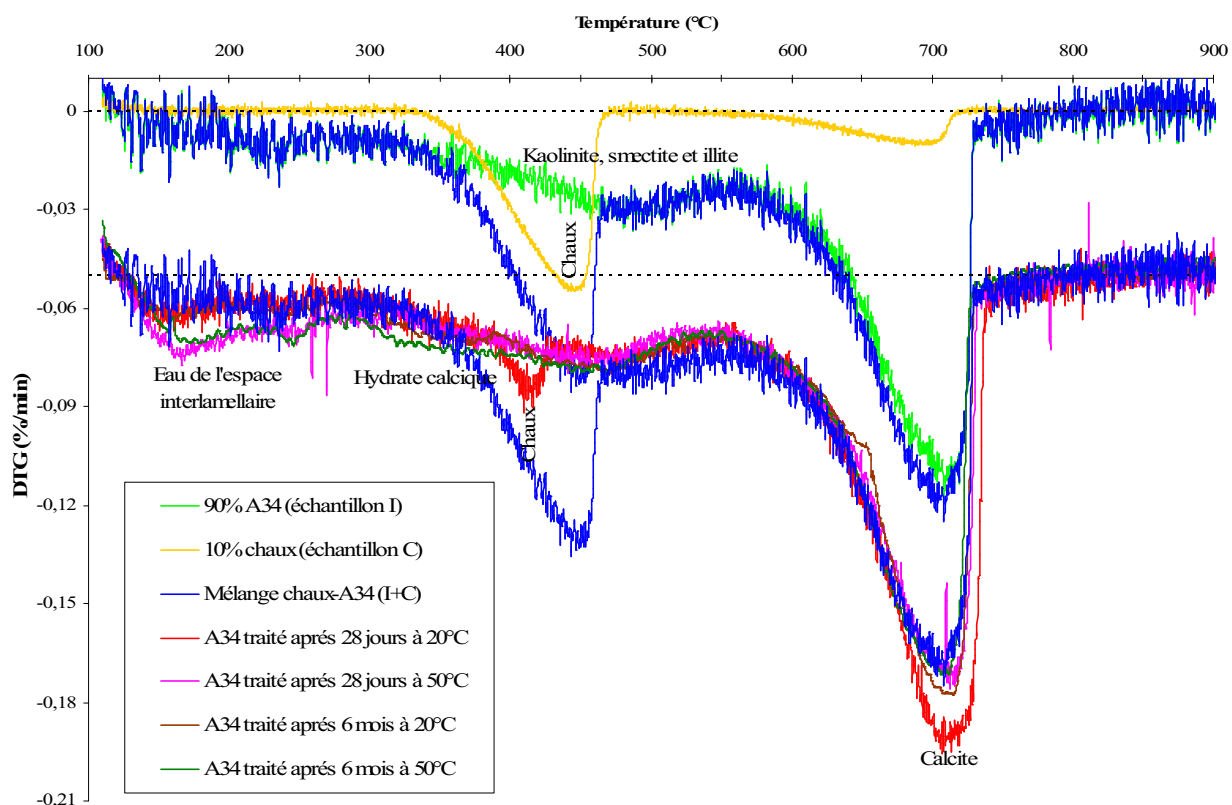


Figure 5.17–b : Courbes DTG(T) des échantillons d'argile A34 traités avec 10% de chaux et analysés après 1 et 6 mois de maturation à 20°C et 50°C et de 3 échantillons théoriques

- A34 traitée à 20°C

Sur les courbes DTG(T) des échantillons d'argile A34 traités à 20°C (fig. 5.17–b - courbes rouge et marron), on observe par rapport à l'échantillon non traité une légère diminution de la bande de déshydroxylation des argiles, l'apparition de trois pics et une augmentation de la perte de masse due à la décarbonatation de la calcite. Ce sont :

- un petit pic entre 105°C et 250°C. La perte de masse due à ce pic reste constante entre 1 et 6 mois. Ce pic est attribuable à un départ supplémentaire d'eau de l'espace interlamellaire des smectites–Ca.
- une nouvelle perte de masse entre 300°C et 450°C seulement dans le cas des 6 mois de maturation. Cette perte de masse n'est pas présente sur la courbe DTG(T) correspondante à 28 jours de maturation ce qui confirme que cette perte de masse supplémentaire n'est pas due à la déshydratation de la chaux. Donc, cette perte de masse peut être attribuée à la déshydratation d'un hydrate calcique formé par la réaction pouzzolanique. Ce minéral n'est pas détecté par la diffraction des rayons X.

- le pic vers 410°C, présent seulement après une maturation de 28 jours, est dû à la déshydratation de la chaux n'ayant pas réagi avec l'argile.

Les courbes TG(T) (fig. 5.17–a) d'échantillons de l'argile A34 traités à 20°C comme de l'argile A34 non traité (échantillon I) montrent une perte de masse continue et croissante jusqu'à 400/450°C, mais plus importante après le traitement à la chaux et approximativement identique après 1 et 6 mois. De plus, la perte de masse relative totale dans les échantillons traités est supérieure à celle de l'échantillon non traité (échantillon I). Cette augmentation de la perte de masse s'explique par : l'augmentation de la quantité d'eau de l'espace inter-lamellaire, la présence de chaux n'ayant pas réagi après 28 jours, la formation d'un hydrate calcique après 6 mois de maturation et de calcite apportée avec le traitement.

- A34 traitée à 50°C

Sur les courbes DTG(T) d'échantillons d'argile A34 traités à 50°C (figure 5.17–b - courbes rose et verte foncée), on observe par rapport aux échantillons traités à 20°C :

- une augmentation importante et presque similaire de la perte de masse entre 105°C et 300°C après 28 jours et 6 mois de maturation. Cette augmentation de la perte de masse relative plus importante à 50°C peut être attribuée à la déshydratation d'un hydrate formé par la réaction pouzzolanique à cette température (dans ce cas l'hydrate est formé entièrement dans les premiers 28 jours) ou à l'augmentation de la quantité d'eau piégée.
- une augmentation importante de la perte de masse entre 300°C et 450°C après 6 mois de maturation : la quantité d'hydrate formé à 50°C est plus grande qu'à 20°C.
- la disparition du pic caractéristique de la chaux à 400°C montre qu'à une maturation à 50°C, toute la chaux est consommée par la réaction pouzzolanique durant le premier mois.

Les courbes TG(T) (fig. 5.17–b) des échantillons d'argile A34 traités montrent une perte de masse continue, croissante jusqu'à 400/450°C et plus importante que celle des échantillons non traités (échantillon I) et traité à 20°C. Elle croît avec le temps et la température de maturation, ce qui correspond à une formation plus importante d'hydrates.

5.4.2.3.2 Comparaison des pertes de masse relative des échantillons de l'argile A34 traitée et non traitée

La comparaison des courbes TG (T) des échantillons traités et des échantillons théoriques I, C et I+C ayant initialement la même proportion d'argile montre :

- a) Evolution des pertes de masse entre 105 et 550°C de l'argile A34 traitée, par rapport à celle de l'A34 non traitée, en fonction du temps de maturation et la température de maturation {déshydratation des hydrates calciques, $\Delta TG(T)$ }

La figure 5.18 présente en fonction de la température (entre 105°C et 550°C), la différence des pertes de masse relatives $\Delta TG(T)$ entre la perte de masse relative de l'argile A34 traitée et de l'échantillon (I) contenant 90% A34 + 10% corps inerte.

Ces courbes sont semblables à celle obtenues avec l'Impersol et le KPsol.

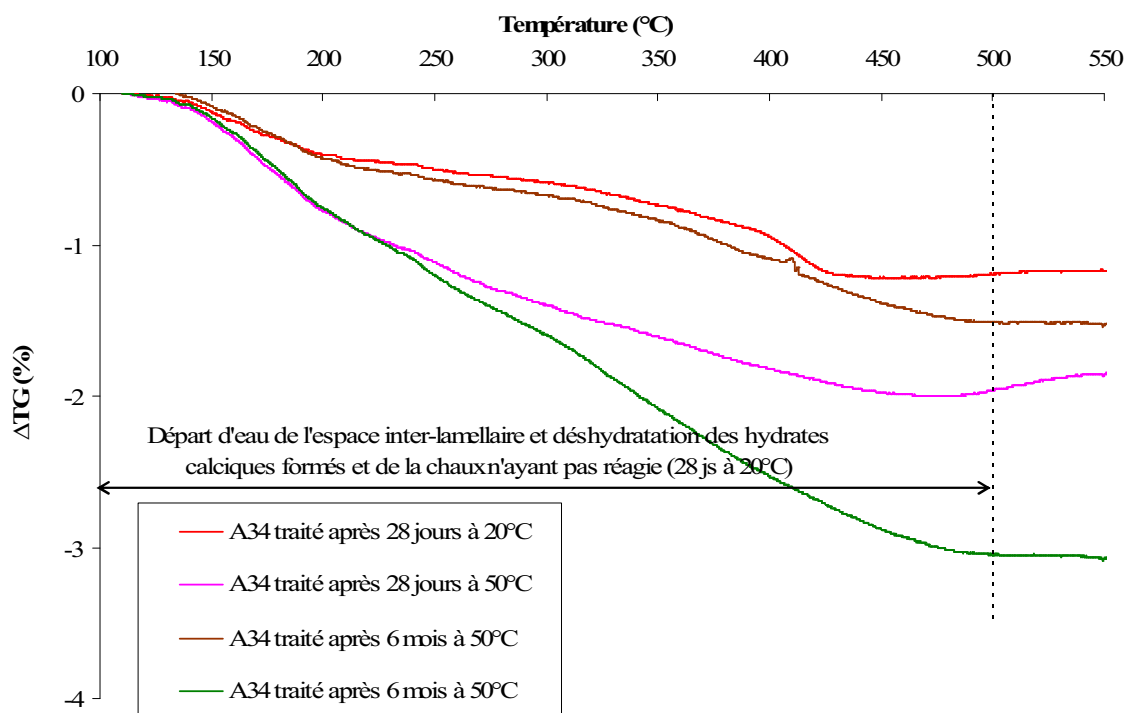


Figure 5.18 : Différences des pertes de masse relatives $\Delta TG(T)$ entre la perte de masse relative de l'argile A34 traitée avec 10% de chaux et analysée après 28 jours et 6 mois de maturation à 20° et 50°C, et la perte de masse relative de l'échantillon (I) d'argile A34 non traitée, en fonction de la température

Sur cette figure, on constate que :

- $\Delta TG(T)$ augmente avec la température jusqu'à 450/500°C, avec deux vitesses de pertes de masse différentes avant et après 240°C.
- ΔTG augmente avec le temps de maturation légèrement pour une maturation à 20°C, plus notablement pour une maturation à 50°C, et en particulier au delà de 300°C.

- après 6 mois de maturation, ΔTG (450°C) passe de 1,5% à $\approx 3\%$ lorsque la température de maturation augmente de 20°C à 50°C.
- la perte de masse attribuée à la quantité de chaux n'ayant pas réagi, estimée entre 400 et 450°C sur la courbe ΔTG correspondant à 28 jours de maturation à 20°C, est d'environ 0,3%, ce qui correspond à une consommation d'environ 8,2% de chaux. Cette valeur est plus importante que celle mesurée par l'absorption atomique ($\approx 6\%$) ce qui s'explique par le développement d'une réaction concurrente à la consommation de la chaux, il s'agit la carbonatation de la chaux.

b) Bilan des pertes de masses de l'argile A34 traité et non traité

Le tableau 5.5 regroupe les pertes de masse relative - en % de la masse de référence $M(T_0 = 105^\circ\text{C})$ - des différents composants d'échantillons de l'argile A34 traité après 28 jours et 6 mois de maturation à 20°C et 50°C et des trois échantillons théorique de référence (I, C et I+C).

Tableau 5.5: Pertes de masse relatives (en % de la masse de référence : $M(T_0=105^\circ\text{C})$), des différents composants de l'argile A34 traité après 28 jours et 6 mois de maturation à 20°C et 50°C; d'échantillons théoriques correspondants.

Perte de masse (%) liée à :	Eau inter-lamellaire	Hydrates formés	Chaux	Kaolinite	Smectite – Illite	Calcite	Perte de masse totale
Echantillons	105 – 470/500 °C		330 – 460°C	400 – 650°C		650– 750°C	105– 900°C
"Echantillon I"	0,9			0	4,2	4,1	9,2
"Echantillon C"			2,5	 —		0,5	3,0
"Echantillon I+C"	0,9		2,5	0	4,2	4,6	12,2
28 jours à 20°C	1,8		0,3	0,0	4,0	6,7	12,8
6 mois à 20°C	2,4		0,0	0,0	3,6	6,1	12,1
28 jours à 50°C	2,9		0,0	0,0	3,5	5,7	12,1
6 mois à 50°C	4,0		0,0	0,0	3,5	6,1	13,6

Ce sol renferme très peu de Kaolinite (DRX), () : Perte de masse relative de smectite-illite = perte de masse à 650°C sur la courbe TG – perte de masse de l'eau interlamellaire (liée et piégée) et d'hydrates, et de la chaux*

On remarque sur le tableau :

- qu'entre 105°C et 450°C, la perte de masse (présence d'eau de l'espace interlamellaire et d'hydrates) est beaucoup plus importante dans tous les échantillons traités et de plus elle augmente avec la température de maturation. Après 6 mois de maturation, le traitement augmente la perte d'eau de l'argile A34 brute de 0,9 à 2,4 et 4,0% pour l'argile A34 traitée à 20 et 50°C.
- la diminution de la déshydroxylation est importante pour l'ensemble smectite–illite et après un long temps de maturation à 20°C ou une maturation à 50°C, il reste environ 85-80% de smectite–illite.
- la carbonatation de la chaux pendant la préparation augmente la proportion de calcite dans les échantillons traités ($\approx 4\%$).

5.4.2.4. Argile M

5.4.2.4.1 Interprétation des courbes thermogravimétrique (TG et DTG) des échantillons traités

Les courbes TG(T) de pertes de masse relative et leurs dérivées DTG(T), pour $T \geq 105^\circ\text{C}$, présentées dans les figures 5.19–a et 5.19–b respectivement sont celles des échantillons d'argile M traitée à 20°C et 50°C et des trois échantillons théoriques de référence (I, C et I+C) pour ce sol.

- **Argile M brute**

On observe sur la courbe DTG(T) de ce sol non traité (échantillon I–courbe verte sur la fig. 5.19–b) trois pics et deux bandes.

- Le pic à 150°C est dû au départ d'eau liée aux cations calcium interlamellaires (argile M est calcique).
- une bande dissymétrique de 250/300°C à 500/520°C attribuée à un départ d'eau piégée à basse température (200°C–400°C) et à la déshydroxylation de la kaolinite présente dans cette argile à haute température (400°C–500°C) mais la DRX montre peu de kaolinite.
- le pic à 580/600°C est attribué à la déshydroxylation de smectite (montmorillonite) et d'illite.
- le pic à 690°C est dû à la décarbonatation de la calcite.

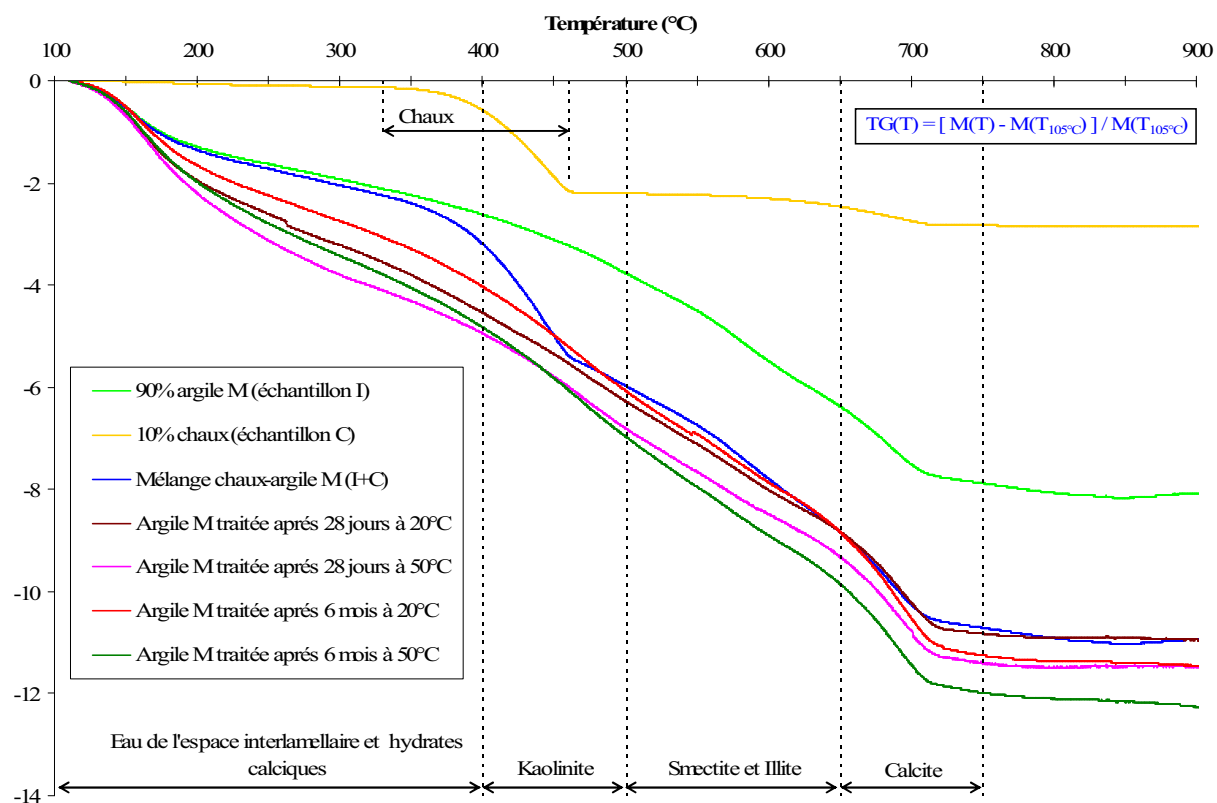


Figure 5.19–a : Courbes TG(T) des échantillons d'argile M, traités avec 10% de chaux et analysés après 1 et 6 mois de maturation à 20°C et 50°C et des trois échantillons théoriques

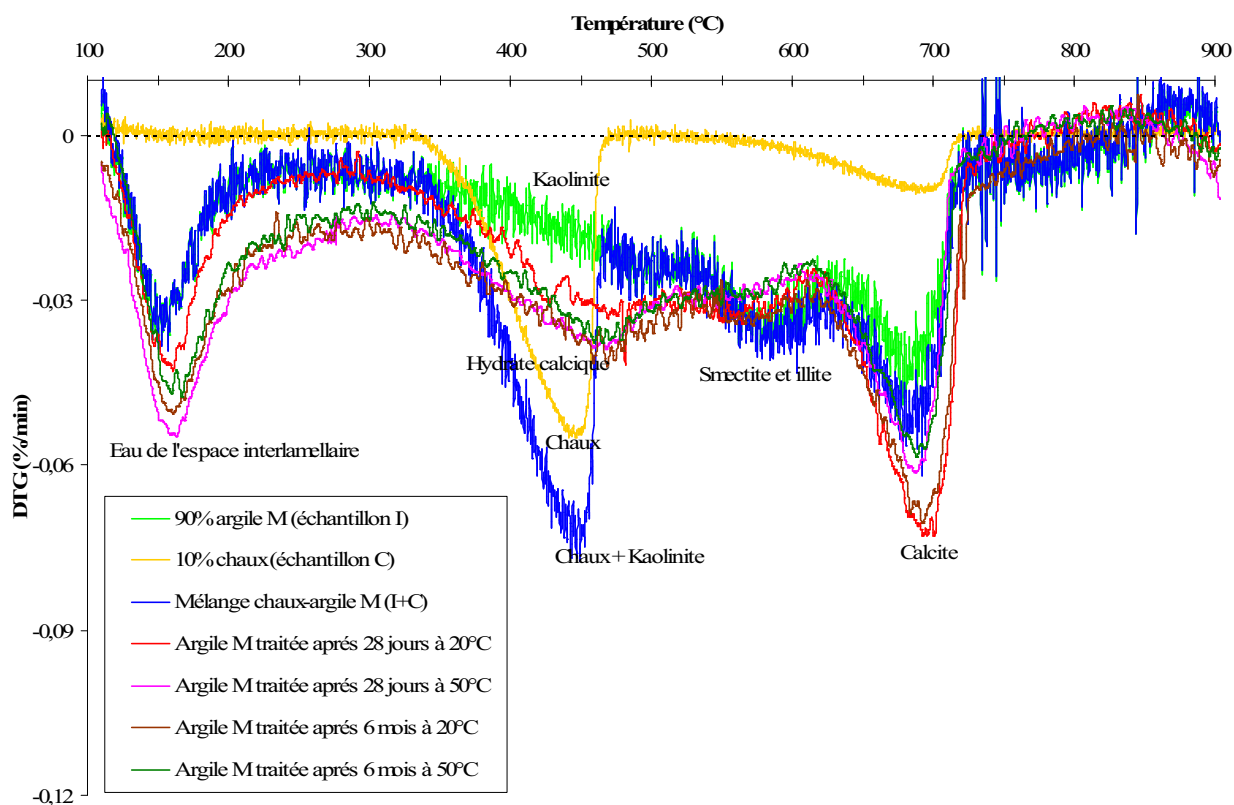


Figure 5.19–b : Courbes DTG(T) des échantillons d'argile M, traités avec 10% de chaux et analysés après 1 et 6 mois de maturation à 20 et 50°C ; des 3 échantillons théoriques

- **Argile M traitée**

Comme pour tous les sol argileux traités (Impersol, KPsol, A34 et argile verte), les courbes TG(T) des échantillons d'argile M traitée à 20°C et 50°C et les courbes des échantillons théoriques (échantillons I et I+C) divergent entre 150°C et 450°C avec l'augmentation de la température et du temps de maturation puis sont approximativement parallèles.

- Argile M traitée et maturée à 20°C et 50°C

La comparaison des courbes DTG(T) d'échantillons traités à 20°C (fig. 5.19-b - courbes rouge et marron) et 50°C (fig. 5.19-b - courbes rose et verte foncée), avec celles théoriques de référence (I, C et I+C) montre :

- une augmentation de la perte de masse du pic à 160°C. Cette augmentation est attribuée à l'augmentation de l'eau liée aux cations calcium de la smectite-Ca (montmorillonite-Ca).
- une augmentation de la perte de masse continue entre 250°C et 520°C. Cette perte de masse augmente avec la température et le temps de maturation. Cette perte de masse est probablement due à la déshydratation d'un nouvel minéral formé par la réaction pouzzolanique (hydrate calcique).
- la présence seulement après 28 jours de maturation à 20°C, d'un très petit pic (à 430°C) du à la chaux n'ayant pas réagi qui disparaît si la température et la durée de maturation augmente.
- une diminution du pic à 600°C caractéristique de la smectite, croissante avec la température de maturation (destruction des feuillets argileux par la réaction pouzzolanique).
- une augmentation du pic caractéristique de la calcite faible à une maturation à 50°C, plus importante pour une maturation à 20°C.
- la perte de masse relative totale des échantillons traités est supérieure à celle de l'argile M non traitée (échantillon I).

5.4.2.4.2 Comparaison des pertes de masse relatives de l'argile M traitée et non traitée

La comparaison des courbes TG(T) des échantillons d'argile M traités et d'échantillons théoriques I, C et I+C ayant initialement la même proportion d'argile (90% de la masse totale) montre :

- a) Evolution des pertes de masse entre 105 et 600°C de l'argile M traitée, par rapport à celle de l'argile M non traitée, en fonction du temps de maturation et la température de maturation {déshydratation des hydrates calciques, $\Delta TG(T)$ }

La figure 5.20 présente en fonction de la température (entre 105°C et 600°C), la différence des pertes de masse relatives $\Delta TG(T)$ entre la perte de masse relative de l'argile M traitée et de l'échantillon (I) contenant 90% argile M + 10% corps inerte.

On observe sur cette figure que la différence de perte de masse $\Delta TG(T)$ augmente avec la température de 150°C jusqu'à 550°C avec des vitesses de pertes de masse différentes suivant la température. Les deux pertes de masse (avant et après 300/350°C) sont attribuées au départ d'eau liée aux cations Ca^{+2} échangeables de la montmorillonite–Ca monocouche (de 150°C à 300°C) et à la déshydratation d'hydrate calcique (de 300°C à 550°C) ou au départ d'eau piégée de la montmorillonite collapsée.

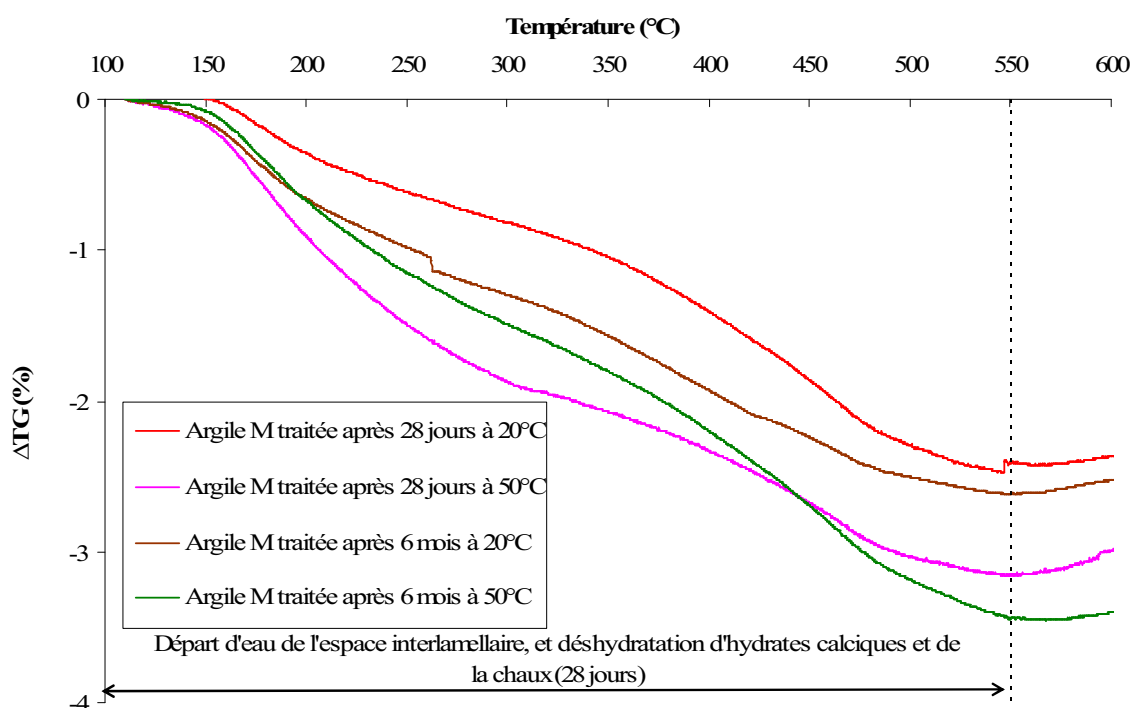


Figure 5.20 : Différences des pertes de masse relatives $\Delta TG(T)$ entre argile M traitée avec 10% de chaux et analysé après 28 jours et 6 mois de maturation à 20°C et 50°C, et la perte de masse relative de l'échantillon (I) de l'argile M non traitée, en fonction de la température

L'estimation de la perte de masse de la chaux sur la courbe ΔTG correspondant à 28 jours de maturation à 20°C est très délicate (superposition partielle des pertes des hydrates, de la chaux, de l'eau interlamellaire et de la kaolinite).

La composition de l'argile M (forte proportion de montmorillonite et très faible de kaolinite) explique probablement le déplacement du maximum de ΔTG de 450°C vers 550°C.

b) Bilan des pertes de masse des composants de l'argile M traitée et non traitée

Le tableau 5.6 regroupe les pertes de masse relatives des différents composants de l'argile M traitée après 28 jours et 6 mois de maturation à 20°C et à 50°C et des trois échantillons théoriques de référence (I, C et I+C).

Tableau 5.6 : Pertes de masse relatives (en % de la masse de référence : $M(T_0=105^\circ\text{C})$), des différents composants d'argile M traitée après 28 jours et 6 mois de maturation à 20°C et à 50°C; d'échantillons théoriques I, C et I+C

Perte de masse (%) liée à :	Eau inter-lamellaire	Hydrates formés	Chaux	Kaolinite*	Smectite-illite	Calcite	Perte de masse totale
Echantillons	105 – 550 °C		330 – 460°C	400 – 500°C	500 – 650°C	650 – 750°C	105 – 900°C
"Echantillon I"	2,2			1,6	3,1	1,1	8,1
"Echantillon C"			2,5			0,5	3,0
"Echantillon I+C"	2,2		2,5	1,6	3,1	1,6	11,1
28 jours à 20°C	4,6		≈ 0	1,6	2,8	2,4	11,4
6 mois à 20°C	4,8		0	1,5	2,6	2,0	10,9
28 jours à 50°C	5,3		0	1,5	2,5	2,1	11,4
6 mois à 50°C	5,6		0	1,5	2,5	2,3	11,9

* Perte de masse relative de kaolinite = perte de masse à 500°C sur la courbe TG – perte de masse de l'eau interlamellaire (liée et piégée) et d'hydrates, et de la chaux

La comparaison des pertes de masse avec et sans interaction kaolinite–chaux montre que :

- la perte de masse entre 105°C et 550°C (eau interlamellaire et hydrates calciques) est beaucoup plus importante avec le traitement : elle passe de 2,2% à 4,8% et 5,6% après 6 mois à 20°C et 50°C respectivement.
- la stabilisation de cette perte de masse après le premier mois même si la maturation se faite à 50°C montre que la formation d'hydrate et la destruction de la montmorillonite est réalisée rapidement. Ce comportement est différent de celui observé pour les différents sols argileux étudiés (Impersol, KPsol, argile A34 et verte) ou la formation des hydrates se poursuit à long terme.

- après 6 mois de maturation à 20°C et à 50°C, la diminution de la proportion de smectite - illite est de 20%.
- l'augmentation de la quantité de calcite dans les échantillons traités est faible ($\approx 2\%$ en moyenne).

5.5. Discussion et conclusion

Plusieurs expériences (consommation en chaux, pH et CE, DRX et ATG) ont été effectuées sur l'ensemble des sols argileux traités avec 10% de chaux à 20°C et 50°C et analysés après 1 mois et 6 mois de maturation afin de mieux comprendre les réactions développées entre la chaux et les sols argileux. Les compositions minéralogiques différentes de ces sols argileux donnent une base importante pour étudier et suivre ces réactions. L'analyse des résultats de ses expériences conduit aux conclusions suivantes :

- La consommation immédiate en chaux pour l'échange cationique est nulle pour le KPsol, 1% pour l'argile verte et 4% pour l'argile A34. Elle atteint 5% pour l'Impersol et l'argile M.
- La progression lente de la réaction pouzzolanique à 20°C implique une consommation faible de la chaux, c'est-à-dire une longue durée de maturation. A 20°C, la nature des argiles constituant le sol est un facteur important sur la cinétique de consommation de la chaux et en conséquence de l'activité pouzzolanique (tableau 5.2).
- La maturation à 50°C accélère la cinétique de la réaction pouzzolanique et conduit à une consommation très rapide de la chaux. Pour tous les sols argileux, les 10% de chaux sont consommées entièrement dans le premier mois de maturation.
- La diffraction des rayons X montre la formation d'hydrates calciques résultant du traitement à la chaux.
 - à 20°C, deux réflexions à $d = 0,76$ nm et $0,367$ nm apparaissent dans deux sols argileux traités (Impersol et KPsol) : elles correspondent à l'hydrate calcique $\text{Ca}_3\text{Al}_2\text{O}_6 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ noté CAH. Pour l'argile verte, une réflexion similaire à celle observée pour l'Impersol et le KPsol à $d = 0,76$ nm apparaît à long terme.
 - à 50°C, l'hydrate précédent se forme dans l'Impersol et le KPsol (en plus grande quantité dans le KPsol); en plus, il apparaît de nouveaux hydrates : dans l'Impersol $\text{Ca}_3\text{Si}_2\text{O}_7 (\text{HO})_8$ et dans le KPsol $\text{Ca}_2\text{Al}_2\text{SiO}_7 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$. La réflexion visible dans

l'argile verte avec la maturation à 20°C a quasiment disparue avec la maturation à 50°C.

- pour les argiles M et A34 traitées à 20°C et 50°C, on ne décèle pas de nouvelles réflexions par DRX, pas de formation observable d'hydrate calcique.
- L'analyse thermogravimétrique de tous les sols argileux traités montrent une augmentation importante et continue de la perte de masse entre 105°C et 400/480°C et même jusqu'à 550°C pour l'argile M. Cette perte est liée à la déshydratation des hydrates calciques formés par réaction pouzzolanique (avec éventuellement un départ d'eau piégée ou liée dans les argiles traitées).

Le tableau 5.7 regroupe pour les différents sols argileux testés : après 6 mois de traitement, les différences des pertes de masse relative ΔTG (%) et les proportions des argiles détruites; après le premier mois, les quantités de chaux consommée.

On observe sur le tableau que :

- les pertes maximales de masse relative, après une longue durée de maturation (6 mois), augmentent lorsque la température passe de 20°C à 50°C : légèrement dans l'Impersol, moyennement dans l'argile M et l'argile verte et appréciablement dans les argiles A34 et le KPsol.
- les pertes maximales de masse relative obtenues après 6 mois à 50°C dans le KPsol, Impersol, argile M et A34 traités sont presque égales (3% à 3,4%) alors que cette perte est inférieure dans l'argile Verte (2,3%). Ces différences des pertes de masse sont associées à la quantité d'hydrate formé et à l'eau de l'espace interlamellaire. Cette dernière peut expliquer la différence observée pour l'argile verte (sol qui contient de l'illite et de la kaolinite).
- La proportion de kaolinite consommée par les réactions pouzzolaniques (mesurée par ATG entre 400°C et 500°C) est plus importante pour l'Impersol et le KPsol (10%) que pour les argiles M, verte et A34 (0% à 2%). Il y a très peu de kaolinite dans ces trois sols argileux.
- La consommation de smectite et/ou d'illite (mesurée par ATG entre 500°C et 650°C) est : importante pour les argiles Impersol, M et A34 (de l'ordre de 20%, la smectite est le composant majoritaire de ces deux argiles); pour l'argile verte (de l'ordre de 22%,

l'argile Verte contenant principalement de l'illite). Elle est nulle pour le KPsol (contenant un peu d'illite mais pas de smectite).

- la consommation globale d'argile (kaolinite, illite et smectite) pour le KPsol et l'argile Verte est moins importante que pour l'Impersol et l'argile M ; malgré une quantité de chaux disponible pour la réaction pouzzolanique plus importante (9-10%) pour ces deux sols comparé aux autres sols (5%).

La réaction pouzzolanique dépend des caractéristiques physicochimiques des argiles traitées, elle est favorisée par la présence de smectite. Les résultats présentés montrent que la cinétique et l'activité des réactions chaux–argiles dépendent principalement de la nature des argiles constituant les sols argileux. Ces réactions sont plus rapides pour l'Impersol et l'argile M que pour les argiles A34 et Verte et plus lente avec le KPsol.

Ces réactions sont donc relativement rapides avec les smectites, plus lentes avec l'illite et encore plus lentes avec la kaolinite.

Tableau 5.7: Différences des pertes de masse relatives (ΔTG) correspondant aux quantités d'hydrates formés et proportions d'argiles détruites après 6 mois de maturation à 20°C et 50°C

Sol argileux	KPsol	Argile Verte	Impersol	Argile A34	Argile M
Composition (%)	<i>Kaolinite : 83 Illite : 10 Calcite : 0 Quartz : 7</i>	<i>Illite : 55 Kaolinite : 22 Calcite : 13 Quartz : 9</i>	<i>Smectite : 48 Kaolinite : 38 Calcite : 3 Quartz : 3 Goethite : 6</i>	<i>Smectite : 38 Illite : 40 Kaolinite ≈ 0 Calcite : 10 Quartz : 10</i>	<i>Smectite : 72 Illite : 15 Kaolinite : 10 Calcite : 2 Quartz : 1</i>
ΔTG (%) – 6 mois :					
à 20°C	2,0	1,6	3,0	1,5	2,6
à 50°C	3,5	2,3	3,3	3,1	3,4
Argiles détruites (%) : 6 mois (20°C – 50°C)	K 8 - 10 Il : 0 - 0	K 0 - 10 Il 14 - 22	K 20 - 25 S 10 - 17	K ≈ 0 S-II 14 - 17	K ≈ 0 S : 16 - 20
Chaux consommée (%) - 1 mois à 20°C	56 + cal 3%	84 + cal 4%	80 + cal 0%	88+ cal 4%	100 + cal 2%
- 6 mois à 20°C	76	100	100	100	100

Chapitre VI

Propriétés géotechniques de l'Impersol

traité à la chaux

6. Propriétés géotechniques de l'Impersol traité à la chaux

Le traitement des sols a des effets bénéfiques sur les propriétés des sols. Ces effets sont dus aux interactions entre la chaux et les minéraux argileux.

A court terme, des modifications des propriétés des sols sont obtenues immédiatement grâce à l'échange cationique et à la floculation–agglomération. Ces modifications se traduisent par un changement au niveau de la plasticité, de la maniabilité, de la perméabilité et du gonflement. Globalement, les propriétés hydromécaniques s'améliorent à court terme avec une faible quantité de chaux.

Avec le temps de maturation, les propriétés des sols traités continuent à s'améliorer grâce à la réaction pouzzolanique. Ces améliorations dépendent de la quantité de chaux ajoutée, des caractéristiques physicochimiques des argiles, de la teneur en eau du mélange sol–chaux et de la température de maturation.

Dans ce chapitre, on résume premièrement, les effets induits par la chaux aux sols argileux cités dans la littérature, puis on présente les résultats expérimentaux obtenus concernant le comportement hydromécanique de l'Impersol traité à la chaux.

6.1. Synthèse bibliographique de l'effet de la chaux sur les propriétés des sols argileux traités à court terme et à long terme

6.1.1. Evolution de la consistance du sol argileux

L'ajout de la chaux provoque rapidement, en quelques minutes, la floculation des sols argileux. Cette action entraîne une amélioration de la consistance qui se traduit par une augmentation de la limite de plasticité s'accompagnant par une diminution de la limite de liquidité. Cette évolution provoque un déplacement du domaine de plasticité vers des teneurs en eau plus importantes. Cette tendance est liée à la quantité de chaux utilisée et à la nature des minéraux argileux du sol traité (Ola : 1977, Bel : 1996, Guney et al : 2007). Ainsi, la surface spécifique est réduite immédiatement après l'incorporation de la chaux à l'issue de la floculation des argiles et à l'échange des cations de calcium. Cette évolution de la consistance favorise la granulation du sol lors du malaxage. La chaux est très efficace dans le cas des minéraux argileux tels que la montmorillonite et la vermiculite. Dans la pratique, l'amélioration de la plasticité des sols argileux est le premier objectif du traitement par la chaux afin de rendre les sols compactables in-situ.

Les recherches concernant l'effet de la chaux sur l'évolution de la plasticité (IP) du sol ont montré une augmentation immédiate de la limite de plasticité des sols argileux traités et une réduction du domaine de plasticité (Ola : 1977, Basma et Tuncer : 1990, Delfaut : 1990, Locat et al : 1990, Bel : 1996, Locat et al : 1996, Afès et Didier : 2000, Nalbantoglu et Tuncer : 2001, Khatab : 2002, Al-Rawas et al : 2005). En ce qui concerne la limite de liquidité, son évolution varie selon la nature du sol argileux traité. Elle diminue pour les smectites {Basma et Tuncer : 1990 (figure 6.1), Delfaut : 1990 (figure 6.2), Afès et Didier : 2005} et augmente pour la kaolinite et l'illite (Ola : 1977, Attohe-Okine : 1995, Bel : 1996). Ce comportement peut être dû à la formation de minéraux de cimentation et donc au changement de la surface spécifique avec la maturation (Basma et Tuncer, 1990, Delfaut : 1990, Locat et al : 1990, Afès et Didier : 2000).

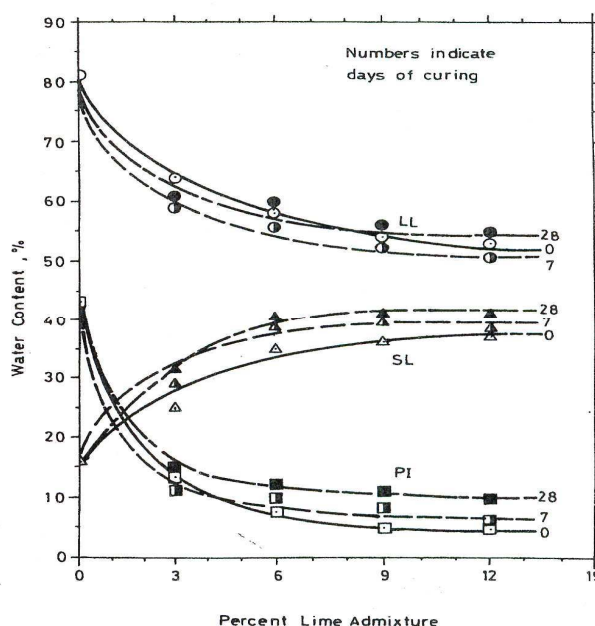


Figure 6.1 : Effet de la chaux et du temps de maturation sur la consistance (LL, IP) et potentiel de retrait linéaire (SL) d'un sol argileux (Jordanie). *Basma et Tuncer (1990)*

Bel (1996) a réalisé une étude de l'évolution de la plasticité lors du traitement à la chaux du quartz et de deux types de sols argileux, composés en majorité de kaolinite pour le premier et de montmorillonite pour le second (figure 6.3). Les résultats indiquent que la limite de plasticité et la limite de liquidité de la kaolinite traitée augmentent légèrement avec l'addition de 2% de chaux. Pour l'argile montmorillonite traitée, la limite de plasticité augmente avec la chaux jusqu'à 4% puis se stabilise alors que la limite de liquidité diminue

progressivement jusqu'à 8% de chaux. Ces résultats mènent l'auteur à conclure que la chaux modifie l'affinité à l'eau des particules de la kaolinite et cela se traduit par l'augmentation de la capacité d'échange cationique et en conséquence de la capacité d'adsorption d'eau et donc WL augmente. Au contraire dans le cas de la montmorillonite, l'ajout de chaux diminue considérablement la limite de liquidité avec l'augmentation de la limite de plasticité. De plus, Bel a conclu que la quantité de chaux nécessaire à une modification « maximale » à court terme pour les trois matériaux testés est entre 1% et 3%.

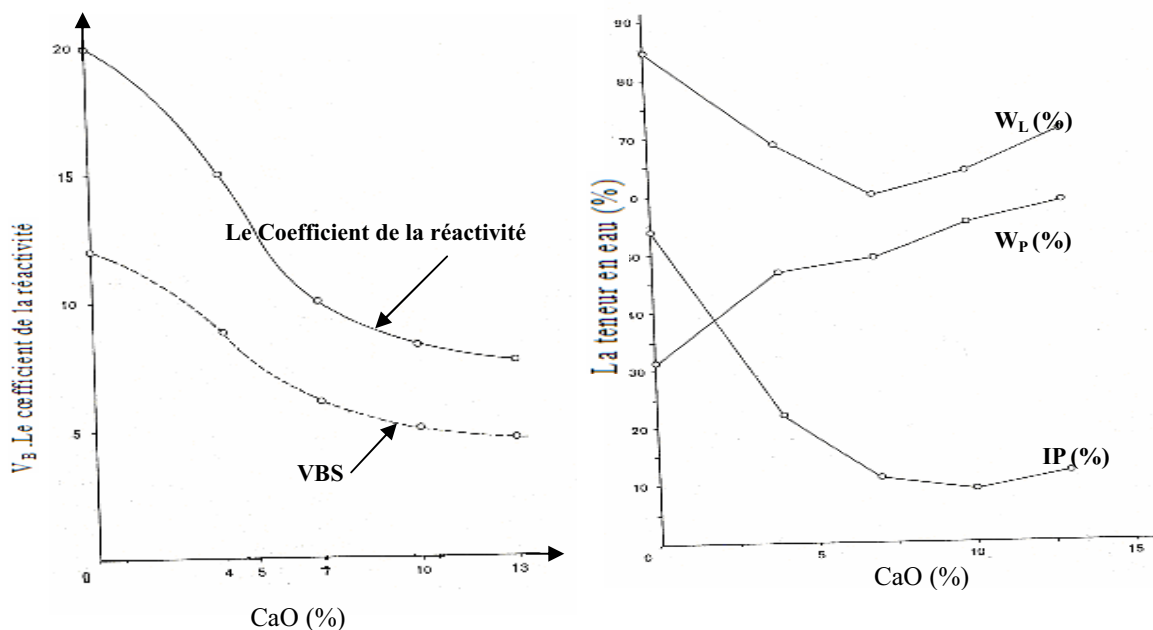


Figure 6.2 : Evolution de la valeur de bleu de méthylène, du coefficient de réactivité et des limites d'Atterberg d'une argile de Sparnacienne en fonction du pourcentage de chaux vive ajoutée. *Delfaut (1990)*

Nalbantoglu et Tuncer (2001) ont également montré que 3% de chaux suffit pour améliorer considérablement la plasticité d'un sol gonflant. Ce pourcentage de chaux correspondant à des améliorations des propriétés des sols à court terme est appelé « lime fixation point ».

Khattab (2002) a étudié l'évolution de la consistance d'un sol argileux plastique "FoCa" (figure 6.4). Il a montré une diminution importante de la limite de liquidité et une augmentation considérable de la limite de plasticité avec l'ajout de la chaux. Selon ses résultats, un ajout de 4% de chaux vive est largement suffisant pour améliorer les propriétés de la FoCa à court terme. Les figures 6.5 et 6.6 montrent que la valeur au bleu de méthylène

et donc la surface spécifique des argiles testés diminuent rapidement dans les premiers jours et continuent à diminuer avec la maturation (Afès et Didier : 2000, Khattab : 2002).

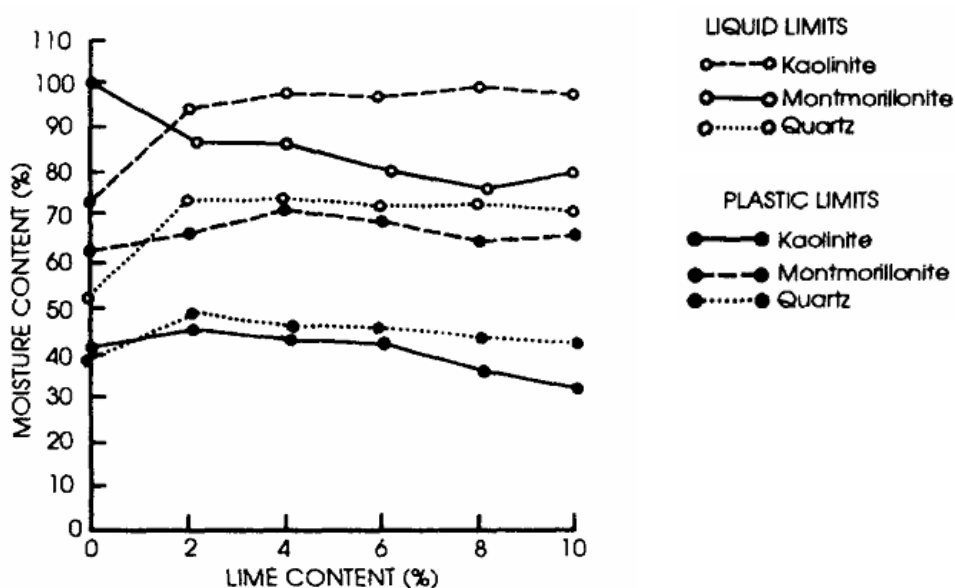


Figure 6.3 : Effet de la chaux sur la limite de liquidité et sur la limite de plasticité d'une kaolinite, d'une montmorillonite et du quartz. *Bel (1996)*

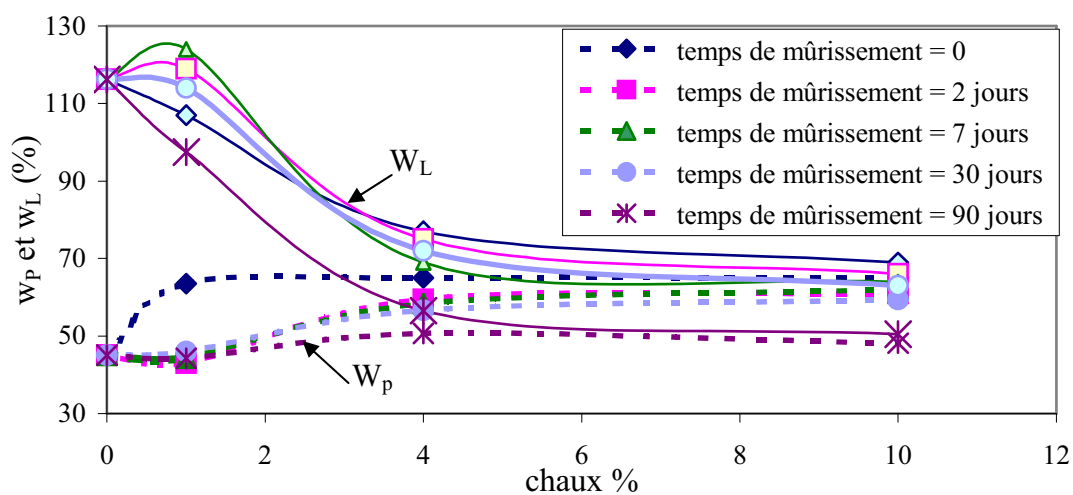


Figure 6.4 : Evolution des limites d'Atterberg d'un sol argileux traité avec la chaux pour différents temps de maturation. *Khattab (2002)*

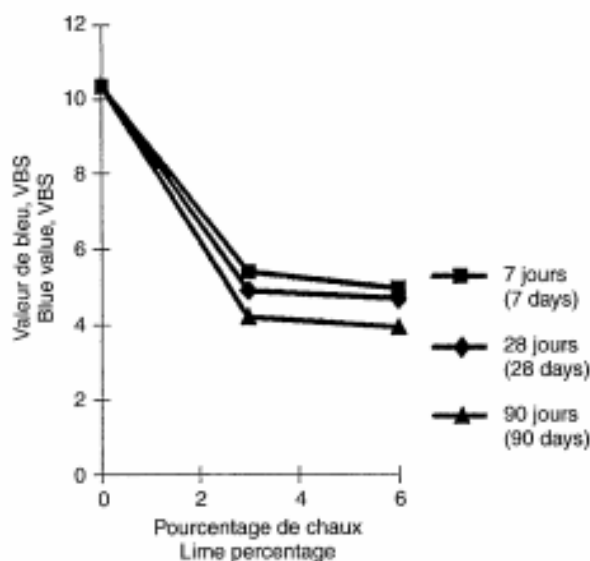


Figure 6.5 : Evolution de la valeur au bleu de méthylène d'un sol argileux provenant d'Algérie traité avec la proportion de chaux ajoutée et le temps de maturation à température ambiante. *Afès et Didier (2000)*

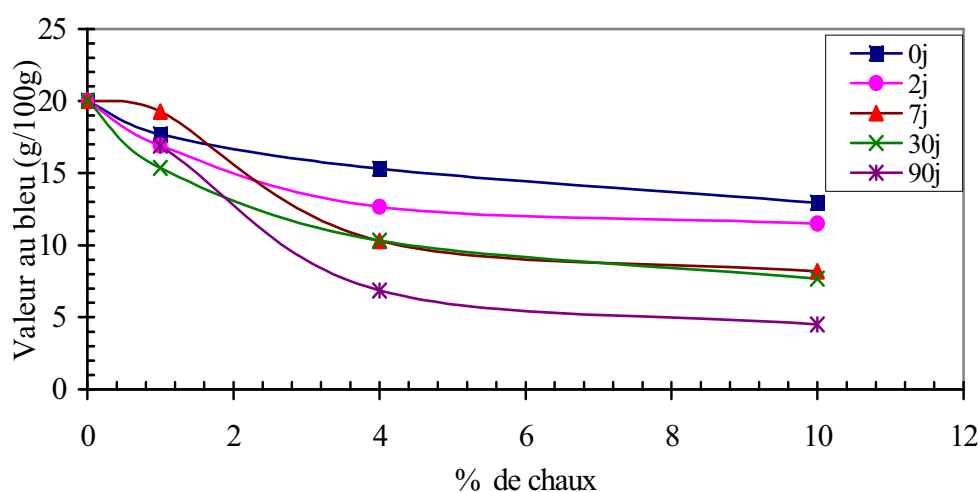


Figure 6.6 : Valeurs au bleu de méthylène des échantillons d'un sol argileux non traité et traité à la chaux pour différents temps de maturation. *Khattab (2002)*

6.1.2. Evolution de la texture et du pH du sol

L'incorporation de la chaux dans les sols humides induit une augmentation du pH suite à la dissolution de la chaux. Le pH du sol traité augmente rapidement et se stabilise à une valeur de l'ordre de $\approx 12,4$ qui correspond à la saturation de solution en chaux. L'absorption des cations de calcium à l'issue de l'échange cationique provoque la floculation des particules argileuses. Le réarrangement des particules et la consommation de l'eau

interstitielle favorisent la contraction des agrégats. Ainsi, les particules s'agglomèrent et leurs dimensions augmentent pour atteindre des tailles spécifiques des particules des limons et des sables.

Avec la maturation, la formation des hydrates cimentent les agrégats initialement formés à court terme et entraîne un changement de la structure. Ainsi, le pH du sol traité diminue à l'issue de la consommation des hydroxyles pour former les minéraux de cimentation. Ce changement est donc fonction de la quantité d'hydrates formés par la réaction pouzzolanique. Cette dernière dépend principalement de la quantité de chaux ajoutée et des caractéristiques des argiles traitées.

Dans la littérature, plusieurs chercheurs ont étudié le changement de la texture et du pH. Ils ont montré qu'il y a une augmentation globale de la porosité du sol traité avec accroissement de la taille des particules argileuses (Clara et Handy : 1963, Eades et Grim : 1966, Cabrera et al : 1979, Basma et Tuncer : 1990 (figure 6.7), Locat et al : 1990 ; Locat et al : 1996 (figure 6.8), Rajasekaram et Rao : 1997, Rao et Shivananda : 2001 (Fig. 6.9), Khattab : 2002, Rao et Shivananda : 2005–b).

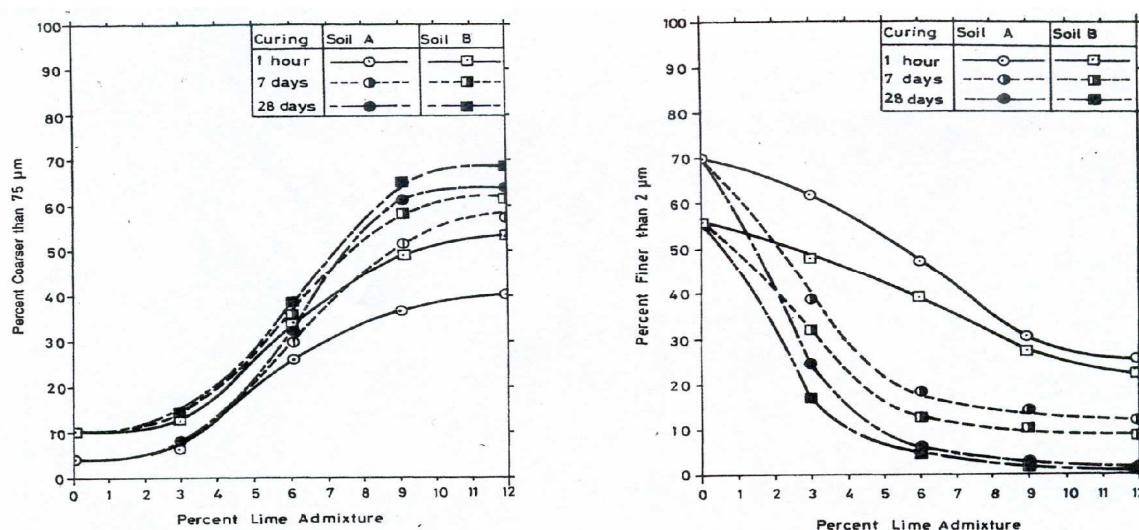


Figure 6.7 : Evolution de la proportion des particules ayant un diamètre $\geq 75\mu\text{m}$ et de la fraction argileuse avec le temps de maturation à température ambiante (25°C) de deux sols argileux provenant de Jordanie traités avec la chaux. *Basma et Tuncer (1990)*

D'après Khattab (2002), les observations MEB d'une argile FoCa (figure 6.10) montrent que le traitement a modifié notablement la texture : le nombre et la taille des pores diminuent, les pores sont connectés, les agrégats de la FoCa traitée sont plus petits, plus

nombreux, plus arrondis et forment un assemblage plus compact par rapport à la FoCa non traité.

Enfin, Rao et Shivananda (2005–b) ont montré que la conductivité électrique (figure 6.11) augmente aussi rapidement après l'incorporation de la chaux. Ceci pourrait être expliqué par l'augmentation de la concentration en calcium et en hydroxyles dans l'eau interstitielle. Avec la maturation, la conductivité électrique décroît jusqu'à la valeur correspondante à celle du sol non traité. Ceci est dû à la consommation des cations de calcium et des hydroxyles à l'issue de la réaction pouzzolanique.

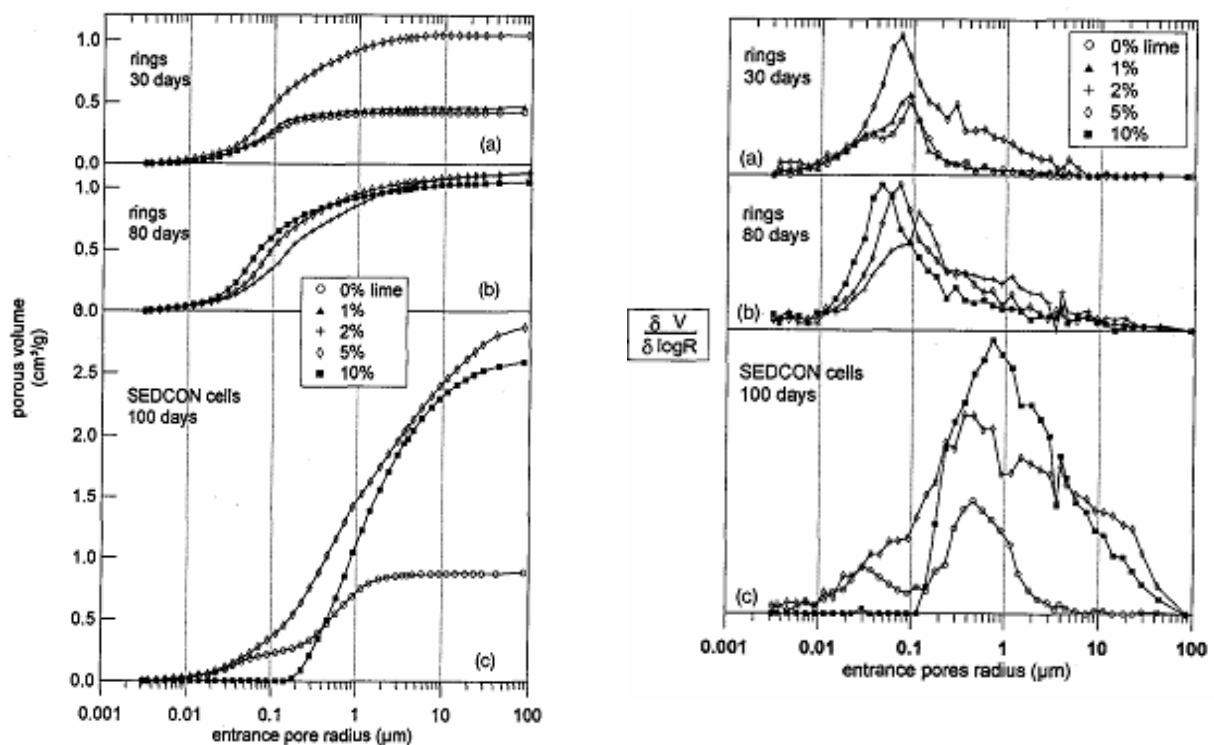


Figure 6.8 : Distribution porale et volume poreux obtenus par porosimétrie au mercure des échantillons d'une argile de Québec non traitée et traitée avec plusieurs proportions de chaux : (a) et (b) échantillons traités compactés et après 30 et 80 jours de maturation ; (c) échantillons préparés par sédimentation et traités après 100 jours de maturation. *Locat et al (1996)*

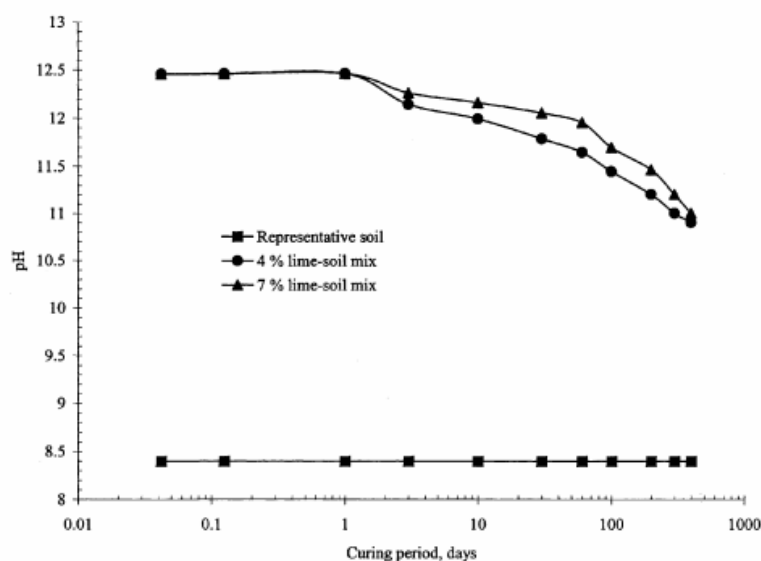


Figure 6.9 : Evolution du pH avec le temps de maturation à 25°C pour des échantillons d'un sol argileux provenant d'Inde traité avec 4 et 7% de chaux. *Rao et Shivananda (2005-b)*

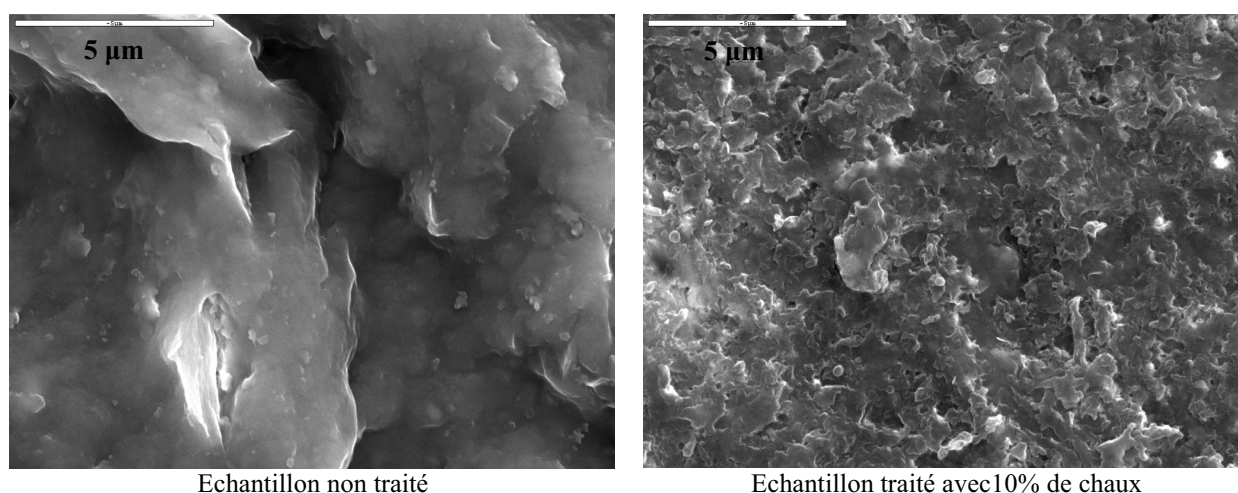


Figure 6.10 : Photos MEB des échantillons compactés d'un sol argileux (FoCa) non traité et traité avec 10% de chaux après 120 jours de maturation à 20°C. *Khattab (2002)*

6.1.3. Evolution du comportement mécanique du sol

La réaction immédiate du sol argileux avec la chaux provoque des modifications du comportement rhéologique des sols traités à la chaux qui est dû au phénomène de floculation entraînant un changement de la granulométrie par la formation d'agrégats (Orsmby et Kinter : 1973, Mossa et al : 1989) et induisant une amélioration des propriétés d'usage des sols traités. Même si l'optimum de compactage est décalé vers des teneurs en eau plus importantes et si la densité de compactage est plus faible (figure 6.12), les propriétés mécaniques s'améliorent

avec le traitement à la chaux (Ormsby et Kinter : 1973, Ola : 1977, Moussa et al : 1989, Attoh-Okine: 1995, Bel : 1996, Khttab : 2002, Osinubi et al : 2006, Guney et al : 2007).

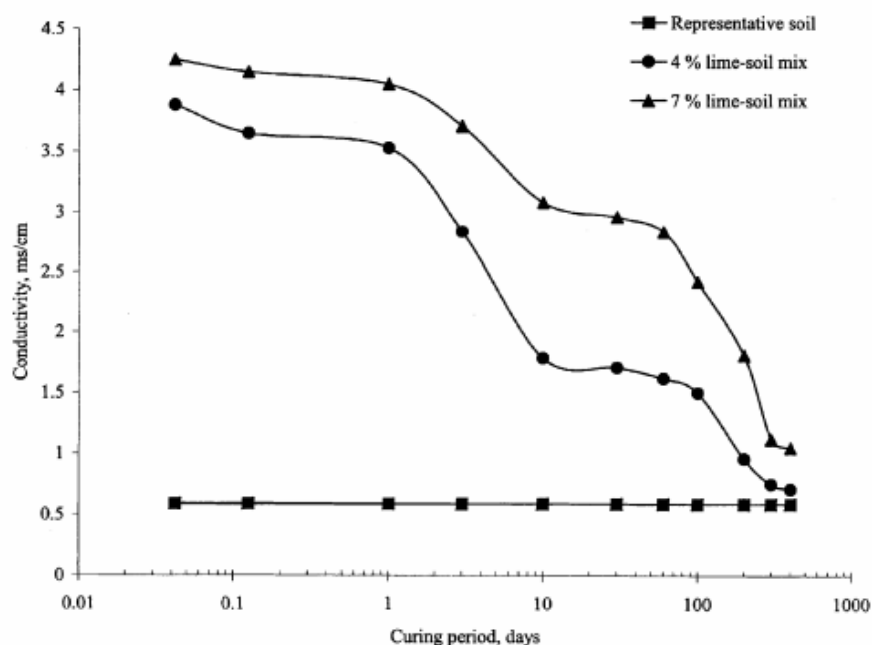


Figure 6.11: Evolution de la conductivité électrique avec la maturation à 25°C d'un sol argileux indien traité avec 4 et 7% de chaux. *Rao et Shivananda (2005-b)*

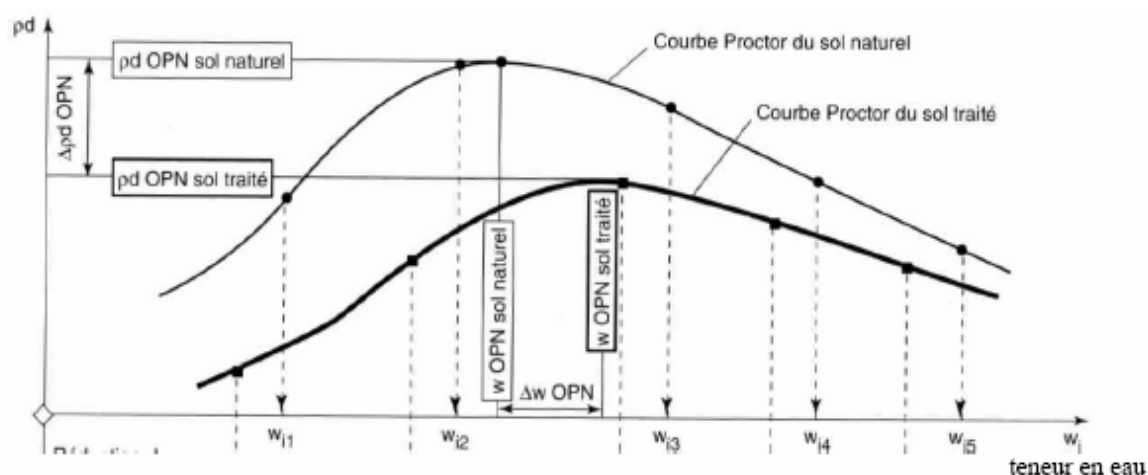


Figure 6.12 : Evolution des caractéristiques de l'optimum Proctor suite au traitement à la chaux du sol. *GTS (2000)*

La formation des hydrates issus de la réaction pouzzolanique entraîne une augmentation importante de la rigidité des sols traités. Cette amélioration dépend de la quantité de chaux ajoutée et des conditions de maturation (teneur en eau et température de mûrissement). La quantité de chaux nécessaire pour obtenir des améliorations « optimales »

des caractéristiques mécaniques a été désignée par la notion « Lime stabilization optimal LSO » (Cabrera et Nwakanma : 1979, Locat et al : 1996). La réaction pouzzolanique est une cinétique lente qui demande, à température ambiante ($\approx 25^{\circ}\text{C}$), plusieurs mois voire plusieurs années avant que ses résultats puissent être appréciés. L'élévation de la température de maturation permet d'accélérer le développement de la résistance mécanique (Arabi et Wild : 1986, Wild et al 1986, Bel : 1996 Beordan et al : 2001, Rao et Shivananda : 2005–b). Il est également noté que l'évolution des caractéristiques mécaniques nécessite la présence d'une quantité d'eau suffisante pendant le malaxage et la maturation (Bel : 1996).

De nombreux chercheurs ont étudié la résistance mécanique et la compressibilité des sols traités à la chaux (Eades et Grim : 1960, Ormsby et Kinter : 1973, Balogun : 1984, Basma et Tuncer : 1990, Delfaut : 1990, Locat et al : 1990, Tuncer et Basma : 1991, Attokine : 1995, Locat et al : 1996, Nalbantoglu et Tuncer : 2001, Khattab : 2002, Rajasekaran et Rao : 2002, Rao et Shivananda : 2005–a, Alper et al : 2004, Cassia et al : 2004, Osinubi et al : 2006, Roger : 2006). Toutes les argiles (kaolinite, illite et montmorillonite) réagissent avec la chaux mais de manière et de cinétique différentes. Concernant les résistances mécaniques, c'est la kaolinite qui permet l'acquisition des meilleures caractéristiques par rapport à l'illite et à la montmorillonite. Cependant, la quantité d'hydrates formés de la réaction chimique des argiles semble plus importante dans le cas de la smectite (Eades et Grim : 1960, le Roux : 1969).

Locat et al (1990) et Khattab (2002) ont montré clairement un changement du comportement mécanique d'un sol argileux provenant de Québec (figure 6.13) et d'un sol argileux plastique (FoCa) traité avec la chaux (figures 6.14 et 6.15). Ainsi, la rigidité augmente et la plasticité diminue avec la chaux ajoutée. Ce comportement évolue fortement avec le temps de maturation.

Arabi et Wild (1986), Wild et al (1986) ont réalisé des séries d'essais sur une argile constituée majoritairement d'illite et ont montré que la résistance mécanique augmente significativement avec la chaux et avec la température de 20 à 50°C (figure 6.16). Bel (1996) a constaté que les résistances mécaniques finales de deux sols argileux traités avec 8% de chaux sont approximativement doublées lorsque la température de maturation augmente de 20 à 40°C (figure 6.17).

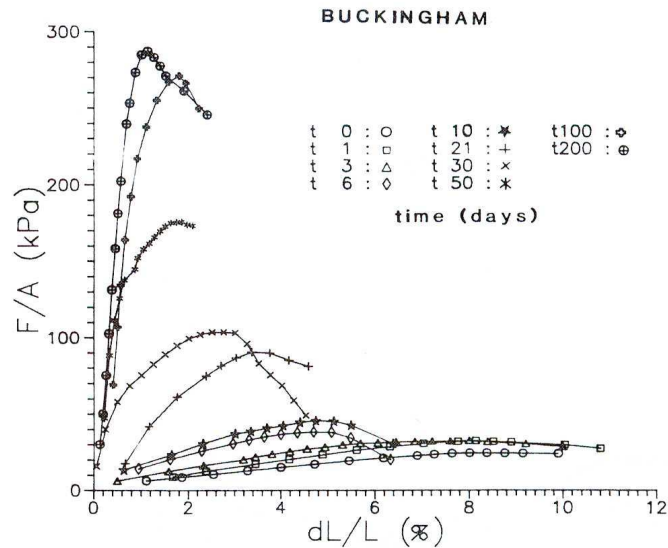


Figure 6.13 : Courbes contrainte- déformation d'essais de compression simple du sol argileux provenant de Québec traité avec 4% de chaux. *Locat et al (1990)*

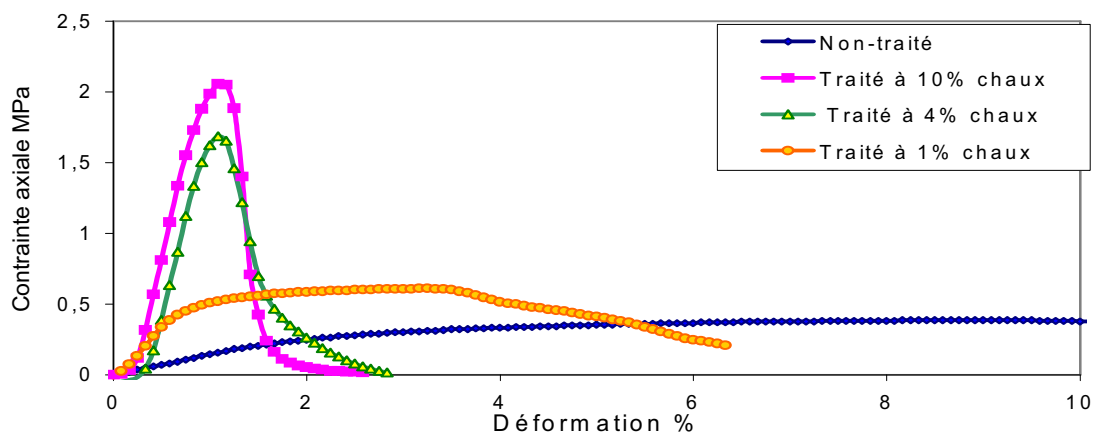


Figure 6.14 : Courbes contrainte – déformation d'essais de compression simple d'un sol argileux non traité et traité à la chaux après 7 jours de maturation à 20°C. *Khattab : (2002)*

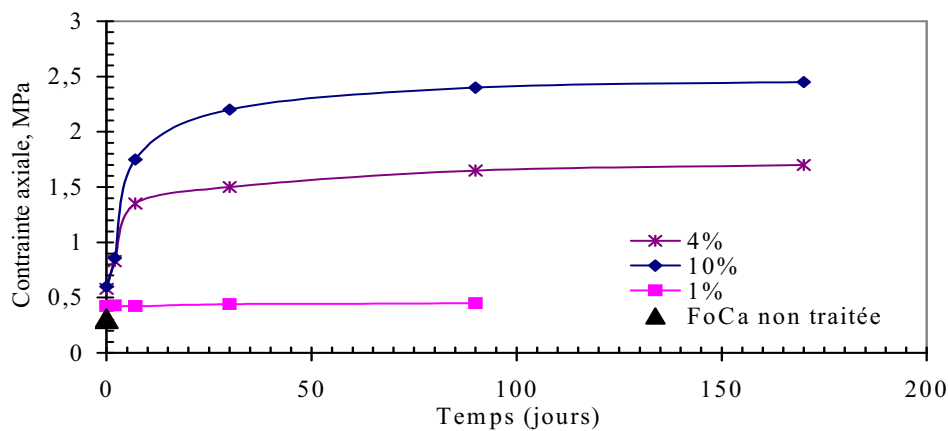
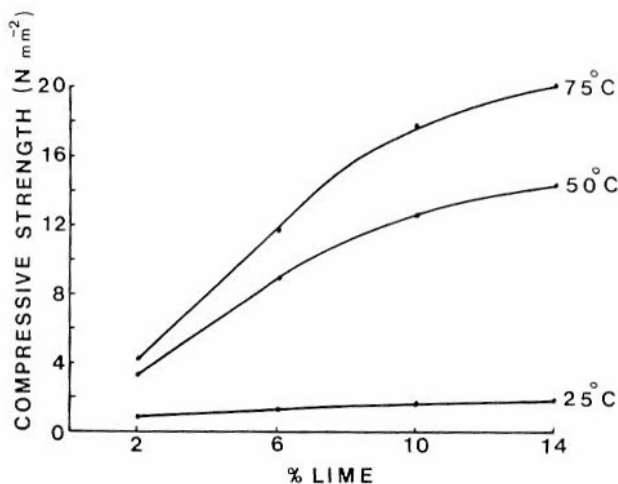
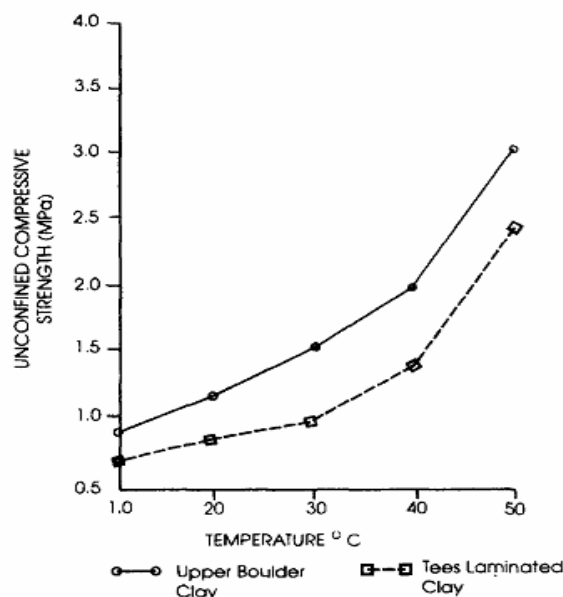


Figure 6.15 : Evolution de la résistance à la compression simple avec le temps de maturation à 20°C pour des échantillons d'un sol argileux traités à la chaux. *Khattab (2002)*



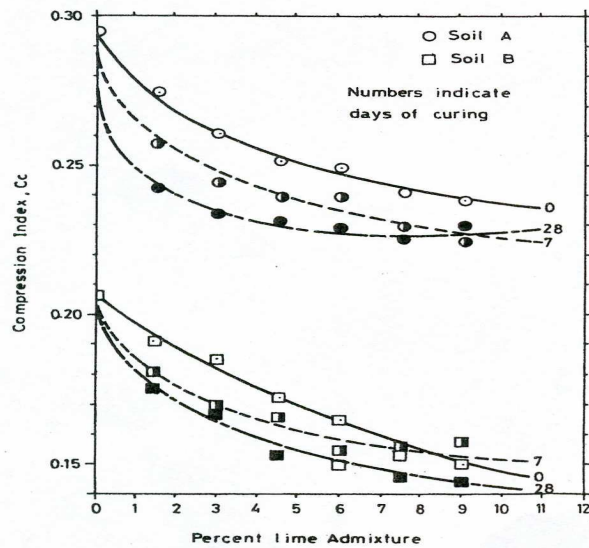
(figure 6.16)



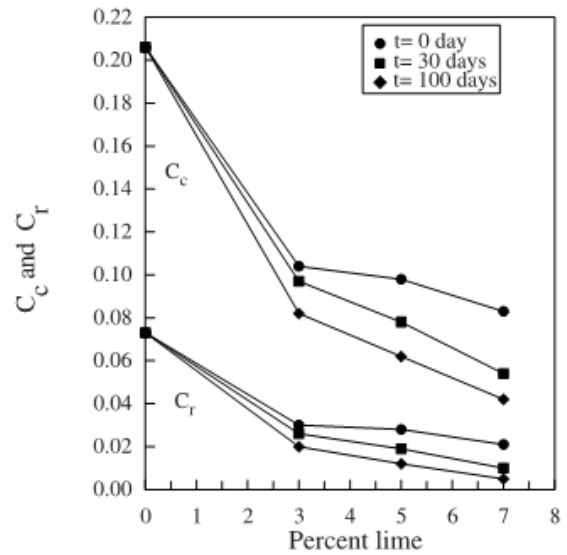
(figure 6.17)

Figure 6.16 et figure 6.17 : Effet de la température de maturation sur la résistance à la compression simple d'un sol argileux traité avec divers pourcentages de chaux, *Wild et al (1986)*, et de deux sols argileux traités avec 8% de chaux. *Bel (1996)*

Concernant la compressibilité des sols traités à la chaux, *Basma et Tuncer (1990)* ont constaté une diminution immédiate de l'indice de compressibilité et du gonflement avec la chaux. Ses indices continuent à diminuer avec le temps de maturation (figure 6.18). *Nalbantoglu et Tuncer (2001)* ont également observé que les deux indices décroissent très rapidement (24 heures après le malaxage) lors de l'ajout de la chaux à un sol argileux chypriote (figure 6.19). *Rajasekaran et Rao (2002)* ont évalué cette diminution à environ $\frac{1}{2}$ - $\frac{1}{3}$ de la compressibilité d'une argile marine Indienne traitée par la chaux et de différents additifs dans une période de 30 à 45 jours de maturation. D'autres travaux réalisés par *Rao et Shivananda (2005-a)* sur la même argile marine ont montré une augmentation significative du domaine élastique avec le traitement. La contrainte de pré-consolidation suit une relation linéaire avec le dosage en chaux ajoutée (figure 6.20).



(figure 6.18)



(figure 6.19)

Figure 6.18 et 6.19 : Effet de la chaux et du temps de maturation sur l'indice de compressibilité C_c et l'indice de gonflement C_s de deux sols argileux traité (Jordanie), *Basma et Tuncer*(1990), et d'un sol argileux provenant de Chypre. *Nalbantoglu et Tuncer* (2001)

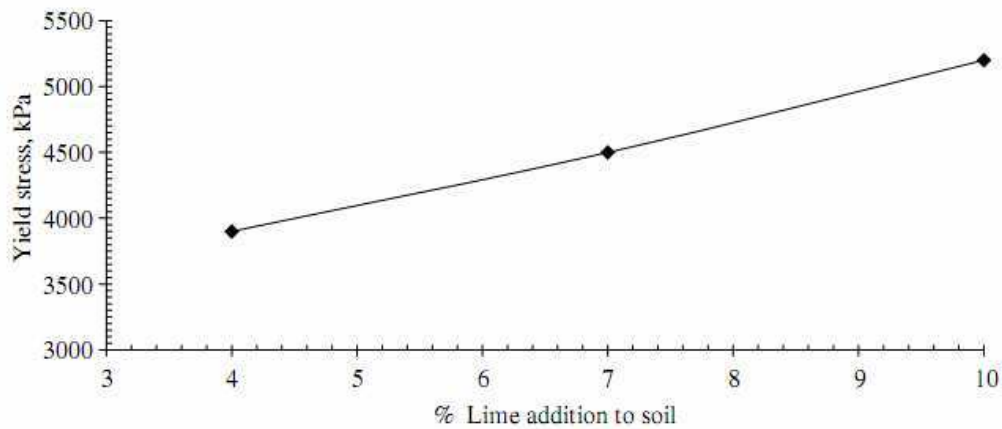


Figure 6.20 : Contrainte de pré-consolidation avec la chaux ajoutée d'un sol argileux provenant d'Inde traité après 10 jours de maturation à 25°C. *Rao et Shivananda* (2005-a)

6.1.4. Evolution de la perméabilité

La perméabilité d'un sol argileux est liée principalement à la structure du réseau poreux dans les sols (la porosité effective). Dans le cas des sols argileux, la présence des particules fines induit des micro-pores et une perméabilité faible. Avec le traitement, le

réseau poreux est modifié à l'issue des différentes actions de la chaux à court terme et à long terme.

Le traitement à la chaux réduit l'épaisseur de la couche d'eau adsorbée des argiles à l'issue d'échange cationique et provoque la floculation. Cela modifie l'organisation des feuillets et la taille des particules par la formation d'agrégats, et forme une structure plus ouverte. Le changement de la structure permet d'augmenter la perméabilité à court terme. Cette amélioration de la perméabilité est maximale avec l'ajout d'une quantité optimale en chaux à court terme «LMO» (Wild et al : 1987, MsCalister et Petry : 1992, Locat et al : 1996, Nalbantoglu et Tuncer : 2001, Khattab : 2002, Rajasekaran et Rao : 2002, Cassia et al : 2004, Osinubi et al : 2006). L'excès de chaux à court terme comble les pores et réduit en conséquence la perméabilité (Wild et al : 1987, Khattab : 2002, Cassia et al : 2004, Osinubi et al : 2006). Toutefois, cette modification de la perméabilité dépend de la quantité et de la nature des minéraux argileux constituant le sol traité.

Avec la progression de la réaction pouzzolanique dans le temps et la formation progressive des nouveaux hydrates, le réseau poreux est modifié. En effet, avec les liaisons créées grâce aux hydrates (cimentation) et le comblement (total ou partiel) de certains pores, la porosité effective du sol traité et la perméabilité diminuent (Wild et al : 1987, Locat et al : 1996, Khattab : 2002). Cependant, certains auteurs ont constaté que la perméabilité augmente légèrement ou reste constante après une période allant jusqu'à 24 semaines lorsque la maturation est à 20°C (Wild et al : 1987, Nalbantoglu et Tuncer : 2001, Rajasekaran et Rao : 2002). Ceci est dû à la floculation et à une très faible formation de minéraux de cimentation (nouveaux hydrates). Cependant, Arabi et Wild, 1987 ont montré que la perméabilité diminue plus fortement avec l'augmentation de la température de maturation de 50°C à 75°C.

Les résultats de Khattab (2002) ainsi que ceux de Rajasekaran et Rao (2002) (Figures 6.21 et 6.22) traduisent les variations de la perméabilité dans les sols traités. Nalbantoglu et Tuncer (2001) ont obtenu des données inverses par rapport à ce que beaucoup de chercheurs relatent dans la littérature : des perméabilités qui augmentent avec la maturation des sols traités à la chaux (figure 6.23). Ce comportement est attribué à un assemblage de grands agrégats avec une porosité importante issue de la floculation et peu affectée par les nouveaux hydrates formés.

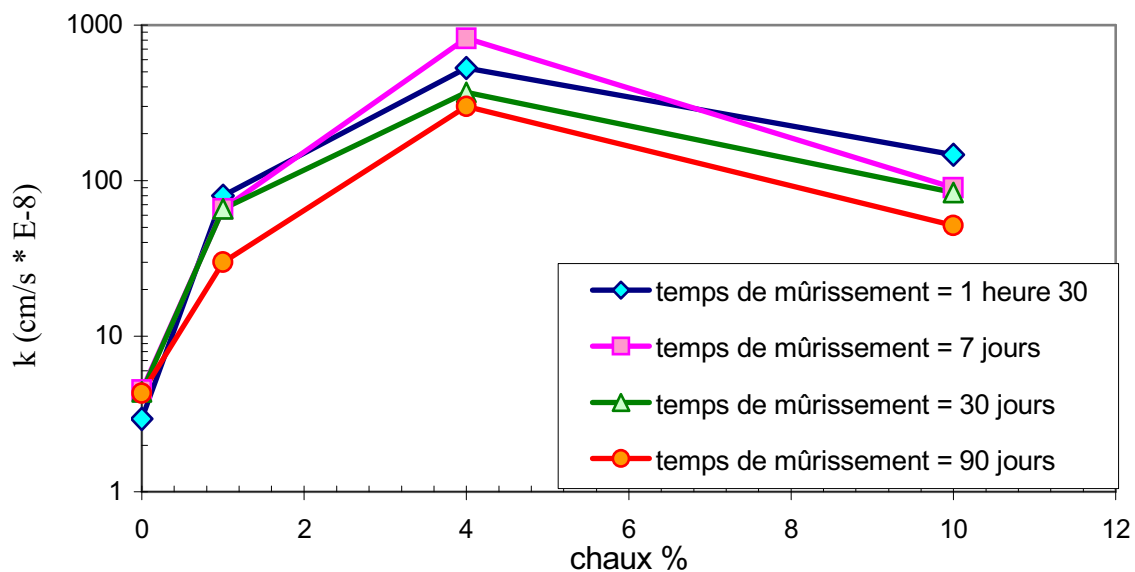


Figure 6.21 : Evolution de la perméabilité d'un sol argileux plastique avec la chaux pour différents temps de maturation. *Khattab (2002)*

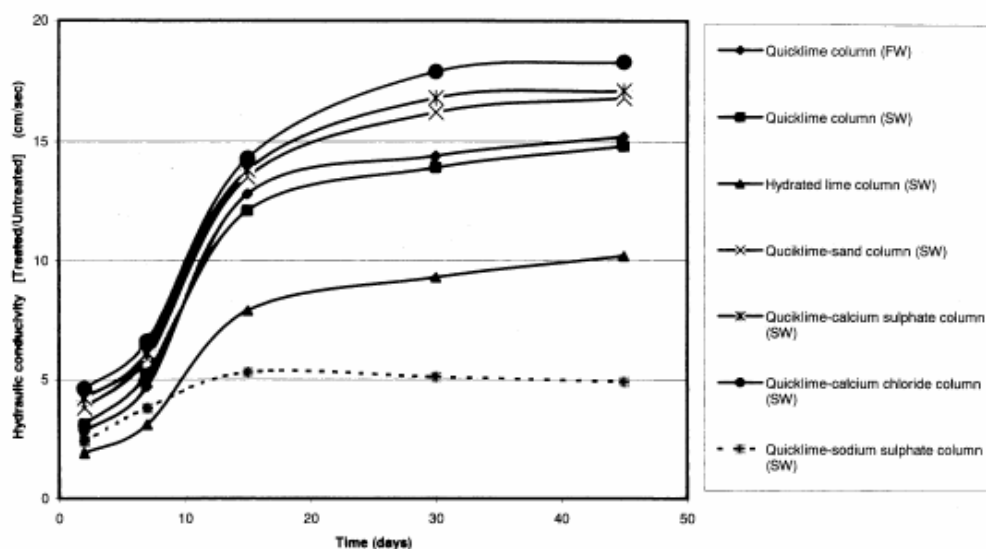


Figure 6.22 : Evolution de la perméabilité avec l'augmentation du temps de maturation d'une argile marine traité par des colonnes de la chaux avec différents additifs (échantillons prélevées à distance radiale de 100mm à la colonne). *Rajasekaran et Rao (2002)*

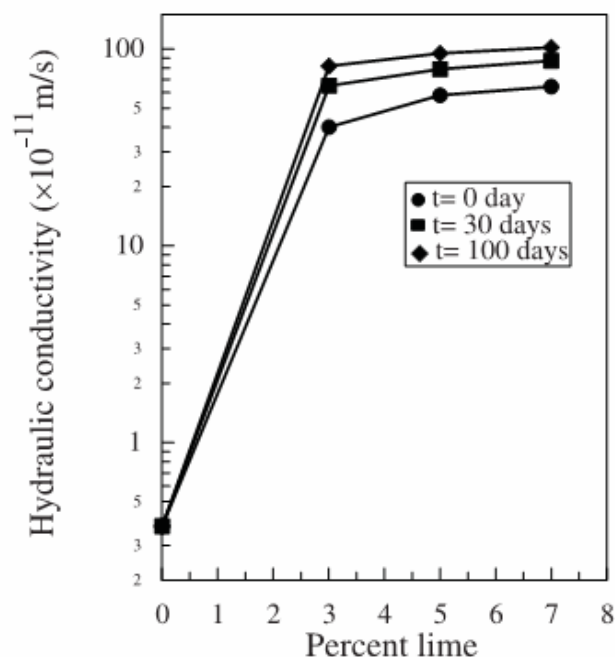


Figure 6.23 : Evolution de la perméabilité d'un sol argileux de Chypre traité avec la chaux pour différents temps de maturation. *Nalbantoglu et Tuncer (2001)*

6.1.5. Evolution du retrait et du gonflement

L'étude de l'évolution des caractéristiques hydromécanique gonflement–retrait avec le traitement à la chaux est largement traitée dans la littérature (Goldberg et Klein : 1952, Mossa et al : 1989, Basma et Tuncer : 1990, Bel : 1996, Afès et Didier : 2000, Nalbantoglu et Tuncer : 2001, Khattab : 2002, Al–Rawas et al : 2005). Toutes les études s'accordent sur le fait que le gonflement diminue immédiatement dès l'incorporation de la chaux dans les sols argileux. Avec la maturation, ce gonflement continue de diminuer et si la quantité de chaux ajoutée est suffisante, le gonflement est entièrement éliminé (Khattab, 2002) (figure 6.24). Ce comportement est expliqué par l'échange des cations inter-foliaire (i.e. entre les feuillets d'argile) par des cations de calcium. Le remplacement progressif des cations de calcium réduit rapidement la capacité des argiles à absorber l'eau (faible énergie d'hydratation de cations de calcium) et par conséquent réduit le gonflement. La réaction pouzzolanique et la formation de nouveaux hydrates accentuent la réduction du gonflement et améliorent la capacité du sol vis-à-vis du retrait. Ainsi, le retrait diminue (stabilisation du changement de volume face aux changements hydriques dans le sol traité). En pratique, l'ajout d'une quantité réduite de chaux est suffisant pour réduire le gonflement (Basma et Tuncer : 1990 (Fig. 6.24), Nalbantoglu et Tuncer : 2001 (Fig. 6.25), Khattab : 2002 (Fig. 6.26)) alors que la stabilisation

du retrait nécessite l'ajout d'une quantité importante de chaux afin d'assurer la formation de nouveaux hydrates {Bel ,1996 (Fig. 6.27)}.

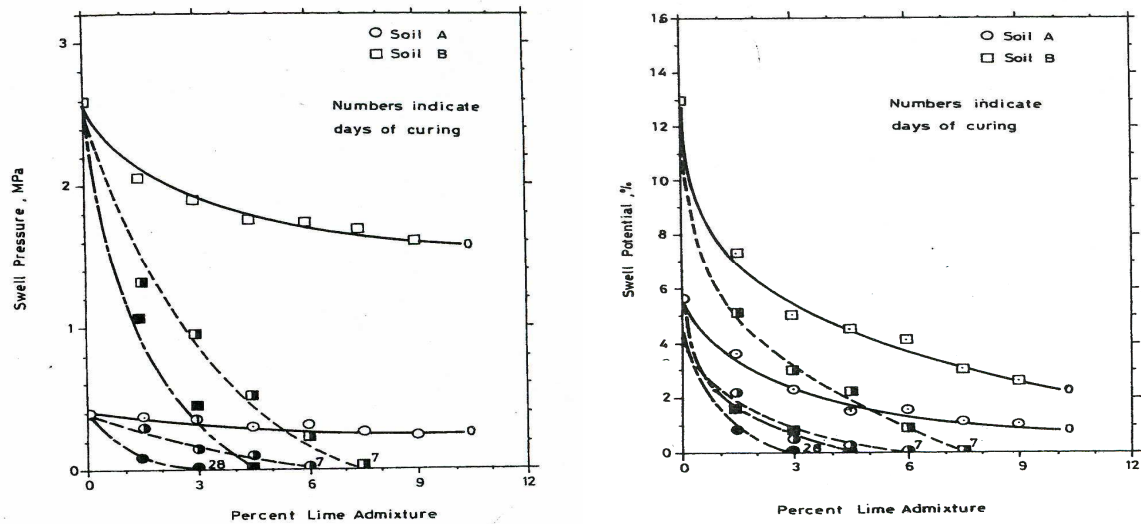


Figure 6.24 : Effet de la chaux et du temps de maturation à 25°C sur la pression et l'aptitude de gonflement de deux sols argileux (Jordanie) traité à la chaux. *Basma et Tuncer (1990)*

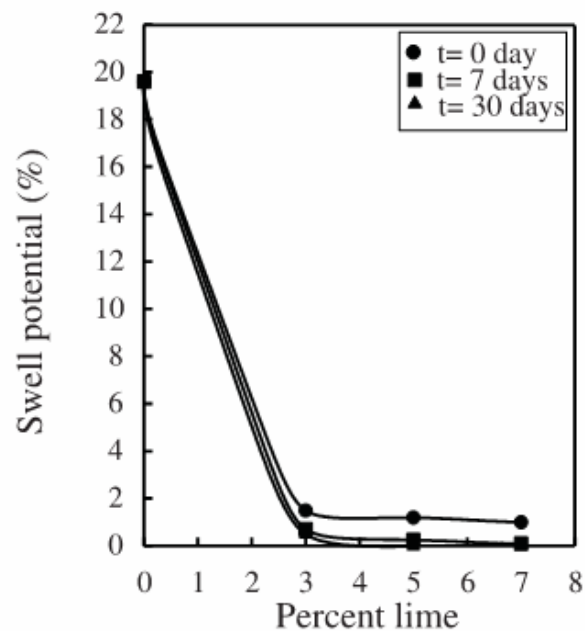


Figure 6.25 : Evolution du potentiel de gonflement d'un sol argileux (Chypre) traité avec le temps de maturation et la quantité de chaux ajoutée. *Nalbantoglu et Tuncer (2001)*

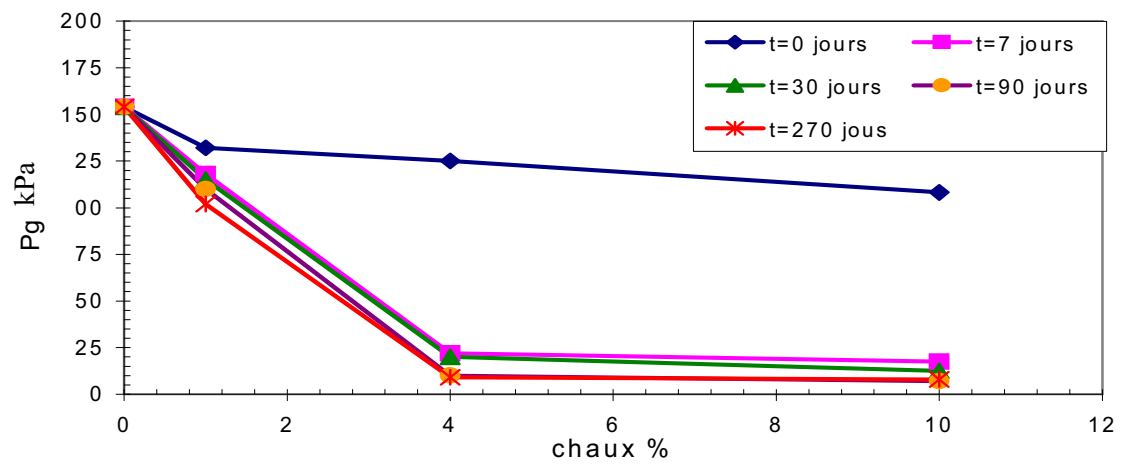


Figure 6.26 : Evolution de la pression de gonflement d'un sol argileux plastique avec la quantité de chaux ajoutée et le temps de maturation. *Khatab (2002)*

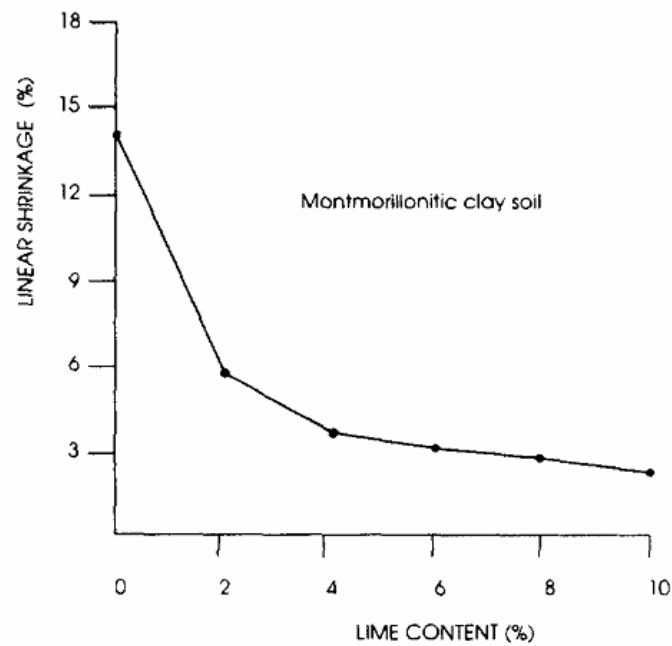


Figure 6.27 : Evolution du potentiel de retrait linéaire d'une montmorillonite avec la proportion de chaux ajoutée. *Bel (1996)*

6.2. Propriétés de l'Impersol traité à la chaux

6.2.1. Effet de la chaux sur la consistance

L'évolution de la consistance, représentée par les limites d'Atterberg, de l'Impersol traité avec différentes quantités de chaux ajoutée (0 – 20%) pendant les premiers 28 jours de maturation à température ambiante (20°C) est présentée sur la figure 6.28. On constate que l'indice de plasticité ($IP = \text{limite de liquidité } LL - \text{Limite de plasticité } LP$) de l'Impersol diminue immédiatement avec l'ajout de la chaux. Cependant, aucun effet significatif de l'augmentation du temps de maturation n'est noté sur la diminution de cet indice. La plasticité de l'Impersol non traité est très élevée ($IP = 170\%$). Elle subit une forte diminution par le traitement et tend vers une plasticité moyenne, $IP = 65 - 60\%$ avec l'ajout de 6–10% de chaux. Ce changement est obtenu par la forte diminution de la limite de liquidité et l'accroissement de la limite de plasticité avec l'ajout de la chaux à l'Impersol. Cette amélioration significative de la consistance est due au changement de la granulométrie des particules du sol traité et à la réduction de la capacité d'absorption d'eau à l'issue des actions immédiates de la chaux (échange cationique et floculation-agglomération). L'Impersol traité avec une plasticité moyenne devient plus facile à compacter et donc à être utilisé dans des travaux de Génie Civil.

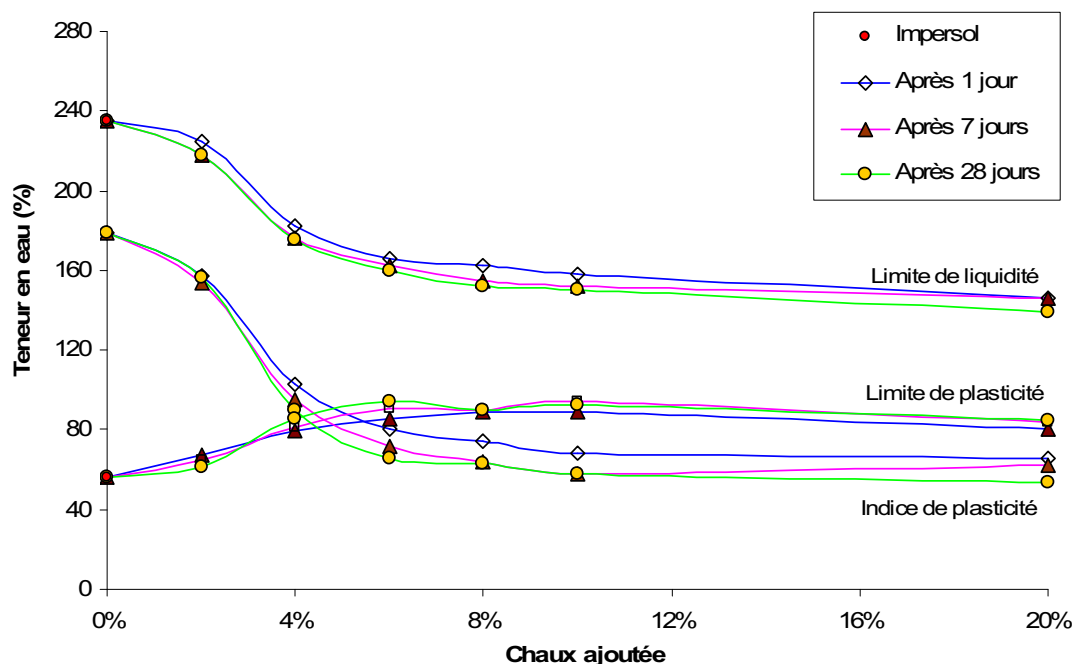


Figure 6.28 : Evolution des limites d'Atterberg avec la chaux et le temps de maturation à température ambiante (20°C)

Il est intéressant de noter que les modifications marquantes des limites d'Atterberg ont été obtenues avec l'addition de 6% de chaux. De plus, l'ajout de plus de chaux (> 6%) induit une faible amélioration de la plasticité de l'Impersol traité. Ces résultats suggèrent que ce dosage en chaux (6%) peut être considéré comme un dosage optimal pour modifier les propriétés géotechniques de l'Impersol (Hill et Davidson : 1960, Eades et Grim : 1966).

6.2.2. Effet de la chaux sur la surface spécifique

6.2.2.1. Impersol traité et mûri à 20°C

La figure 6.29 montre l'effet de la chaux (0 – 20%) et du temps de maturation (1 - 90 jours) sur les valeurs au bleu de méthylène de l'Impersol traité à 20°C.

Les résultats des essais montrent que l'augmentation de la teneur en chaux et du temps de maturation diminue la valeur au bleu et par conséquent la surface spécifique des Impersols traités. Cependant, l'effet de 2% de chaux sur les valeurs au bleu de méthylène est négligeable quel que soit le temps de maturation. Dans les échantillons traités avec plus de 4% de chaux, ces valeurs diminuent instantanément et continuent à baisser progressivement avec le temps de maturation. Plus la quantité de chaux ajoutée est importante, plus est forte la diminution de la valeur au bleu à court terme et à long terme.

Ce comportement témoigne du changement à court terme dans la granulométrie provoqué par les effets immédiats de la chaux (floculation – agglomération). De plus, l'excès de chaux dans les échantillons traités avec des dosages importants (10 et 20%) induit une surface spécifique plus faible dans les mélanges chaux–Impersol. En effet, sachant que la surface spécifique de la chaux est inférieure à celle de l'Impersol, plus on ajoute de la chaux, moins l'Impersol est majoritaire dans les mélanges (méthode de traitement par remplacement).

Avec la maturation et le développement de la réaction pouzzolanique, les surfaces spécifiques des échantillons d'Impersol traités avec plus de 4% diminuent. En s'appuyant sur les analyses microscopiques, les hydrates issus de la réaction pouzzolanique tapissent la surface des particules du sol et agissent comme des liants entre les particules du sol. Ceci réduit la surface spécifique des particules argileuses et par conséquent la valeur au bleu de méthylène.

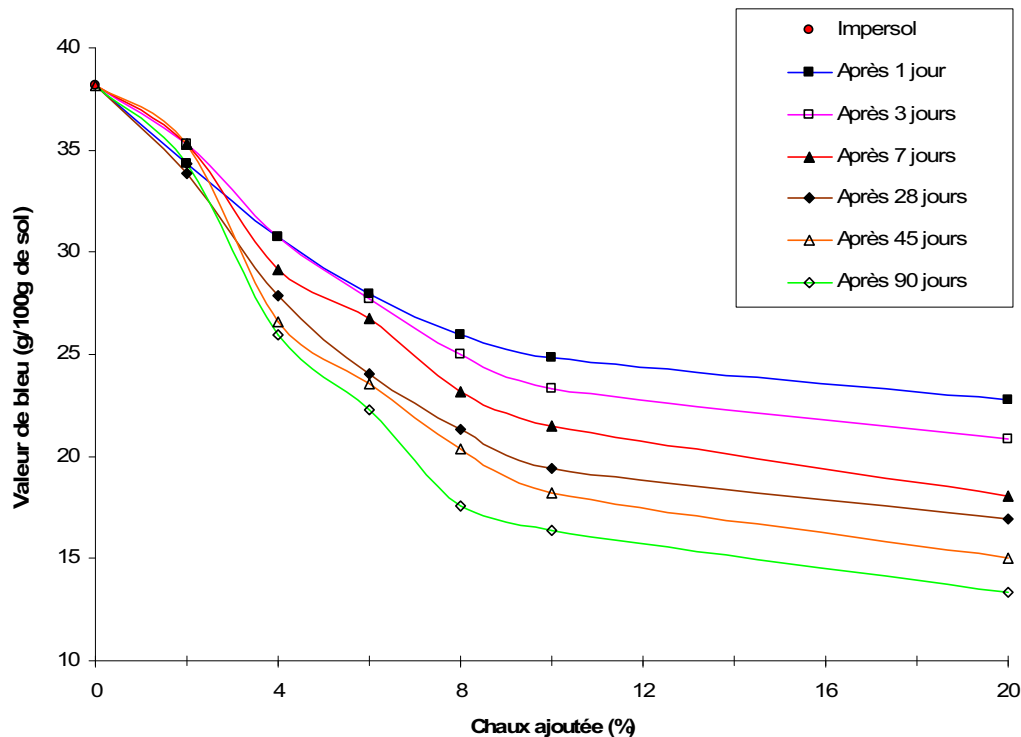


Figure 6.29 : Evolution de la valeur au bleu de méthylène avec le temps de maturation des Impersols traités à la chaux à 20°C

6.2.2.2. Impersol traité et mûré à 50°C

La figure 6.30 donne l'évolution de la valeur au bleu de méthylène des Impersols traités avec la chaux (0 – 20%) et le temps de maturation (1 – 90 jours à 50°C).

L'ensemble des résultats est similaire à ce qu'on a observé dans les échantillons mûrés à 20°C. Ainsi, les valeurs au bleu diminuent avec la chaux et le temps de maturation.

Cependant, les réductions des valeurs au bleu et donc les surfaces spécifiques sont plus rapides : pour un temps donné, les valeurs au bleu sont plus faibles à 50°C qu'à 20°C.

L'évolution rapide de la diminution de la surface spécifique est attribuée à l'accélération de la cinétique de la réaction pouzzolanique à cette température élevée de maturation et donc à la formation des hydrates (liants de cimentation).

6.2.2.3. Effet de la température de maturation sur l'évolution de la surface spécifique

La figure 6.31 permet de comparer les valeurs au bleu de méthylène des Impersols traités à la chaux après deux temps de maturation (28 et 90 jours) à 20°C et à 50°C.

On observe que l'addition de 2% de chaux entraîne des faibles réductions de la valeur au bleu quelque soit la température et le temps de maturation (dosage de chaux consommée complètement à court terme pour l'échange cationique). On constate également que les valeurs au bleu des Impersols traités obtenues après 28 jours de maturation (à 20°C et à 50°C) sont supérieures aux valeurs obtenues après 90 jours. De plus pour 28 jours comme pour 90 jours de maturation, les valeurs au bleu sont inférieures lorsque la maturation est effectuée à 50°C par rapport à 20°C.

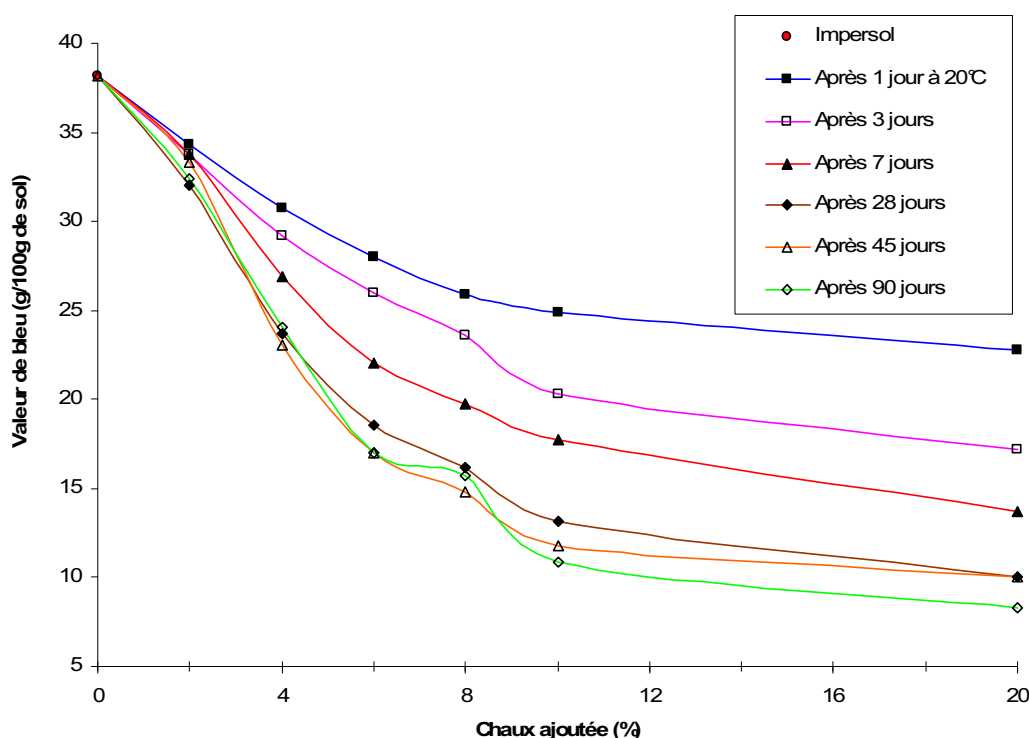


Figure 6.30 : Evolution des valeurs au bleu de méthylène avec le temps de maturation des Impersols traités à 50°C

Ce comportement est attribué à l'accélération des processus de cimentation avec l'élévation de la température de mûrissement. A 50°C, la réaction pouzzolanique est plus avancée qu'à 20°C.

Les résultats de DRX et d'ATG montrent que la minéralogie du sol traité a été modifiée à l'issue de la réaction pouzzolanique durant 6 mois de maturation à 20°C et trois mois de maturation à 50°C. Ceci explique la poursuite de la diminution de la valeur au bleu à 28 jours à 50°C. Ces résultats mènent à supposer que les valeurs au bleu à trois mois à 50°C

sont approximativement les valeurs finales pour l'Impersol traité alors que la réaction se poursuit à 20°C (valeurs non définitives pour 20°C).

De plus, la quantité et le type des hydrates formés à l'issue de la réaction pouzzolanique influencent certainement les valeurs au bleu. A 20°C, un hydrate CAH est formé par la réaction pouzzolanique et détecté par la DRX avec éventuellement des traces de CSAH alors qu'à 50°C, il se forme l'hydrate précédent et le CSAH en plus grande quantité.

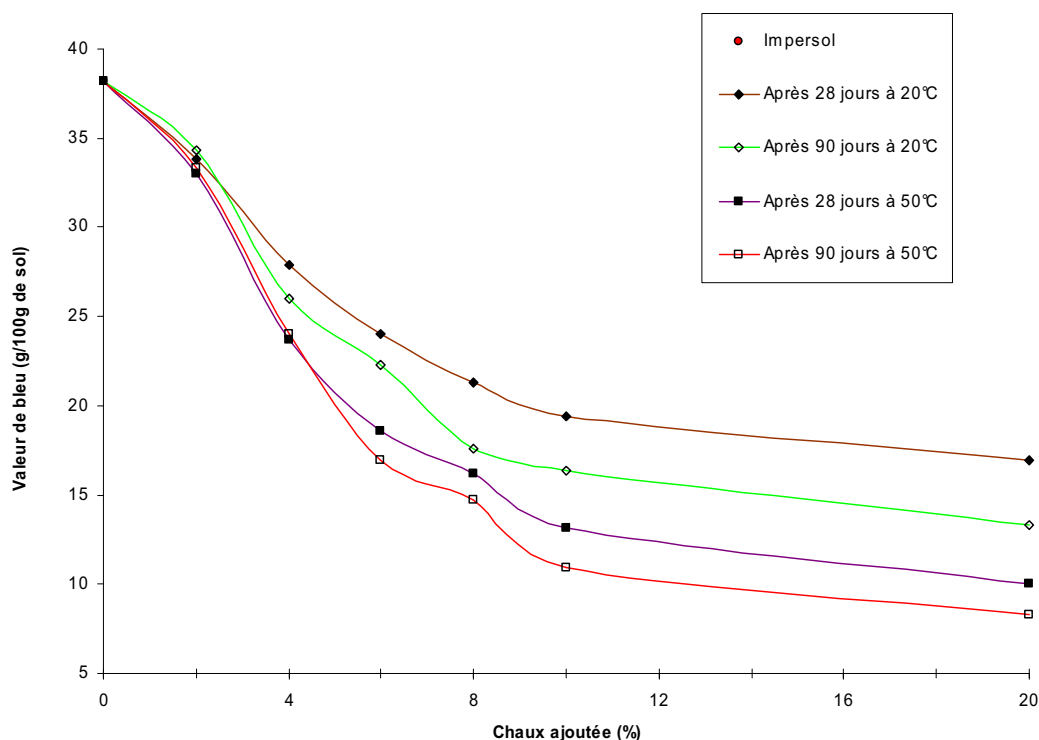


Figure 6.31 : Valeurs au bleu de méthylène de l'Impersol traité avec la chaux (0 – 20%) après 28 et 90 jours à 20°C et 50°C

6.2.3. Effet de la chaux sur la capacité d'échange cationique (CEC)

Dans cette étude, les capacités d'échange cationique (CEC) des échantillons d'Impersol traité et non traité sont calculées à partir des valeurs au bleu de méthylène mesurées pour estimer la surface spécifique selon la formule proposée par Clément (1988). On note que les valeurs expérimentales de CEC de l'Impersol non traité et celles calculées sont assez proches. La CEC est donnée par la formule suivante :

$$CEC \text{ (meq/100g)} = 1000 \times VBS \text{ (g/100g)} / 374$$

La valeur 374 est la masse moléculaire d'un gramme de bleu de méthylène.

Le tableau 6.1 présente les valeurs de la CEC, calculée pour des échantillons d'Impersols traités à la chaux (0 – 20%) après 1 jour à 20°C et après 90 jours de maturation à 20°C et 50°C.

On constate que la capacité d'échange cationique du mélange chaux-Impersol diminue instantanément avec la chaux. Cette capacité diminue également avec le temps et l'élévation de la température de maturation. Plus la quantité de chaux ajoutée est importante, plus est forte la diminution de la valeur au bleu à court terme et à long terme.

Le changement de la CEC est dû à la diminution de proportion de l'Impersol dans le mélange chaux-Impersol avec l'addition de la chaux. A noter que le mélange est réalisé par remplacement du sol par de la chaux et que la CEC de la chaux est nulle alors qu'elle égale à 102 meq/100g pour l'Impersol.

De plus, après 90 jours de maturation, on remarque que l'augmentation du dosage en chaux réduit fortement la CEC d'Impersol traité notamment lorsque la maturation est effectuée à 50°C. La diminution de la CEC est attribuée à la formation d'hydrates formés par la réaction pouzzolanique. La formation de ces hydrates calciques consomme les argiles de l'Impersol et cimente les feuillets argileux : ceci réduit la CEC de l'Impersol traité.

Tableau 6.1 : CEC des échantillons d'Impersol non traité et traité avec la chaux (2 – 20%) après 1 jour et après 90 jours de maturation à 20 et 50°C

CEC (meq/100 g du sol)	Impersol	2%	4%	6%	8%	10%	20%
Après 1 jour à 20°C	102	92	82	75	69	66	61
Après 90 jours à 20°C		92	69	60	47	44	36
Après 90 jours à 50°C		87	64	55	40	29	22

6.2.4. Effet de la chaux sur la capacité d'absorption d'eau :

La figure 6.32 présente les courbes de rétention d'eau des échantillons compactés d'Impersol non traité et traité avec 4, 6, 10 et 20% de chaux après 28 jours de maturation à 20°C.

- **Impersol non traité**

On remarque sur la courbe de l'Impersol non traité que les teneurs en eau absorbées augmentent lorsque les suctions diminuent. Lorsque l'humidité du milieu imposée (H_r) varie entre 98% et 100%, la teneur en eau de l'échantillon d'Impersol passe de 40% à 65%. Ceci explique la grande capacité de l'Impersol non traité à absorber l'eau. Ceci est lié à la présence de cations interlamellaires Na^+ des smectite. Cette propriété minéralogique explique le caractère très gonflant ($P_g = 1060 \text{ kPa}$) et très plastique ($IP = 170\%$) de l'Impersol.

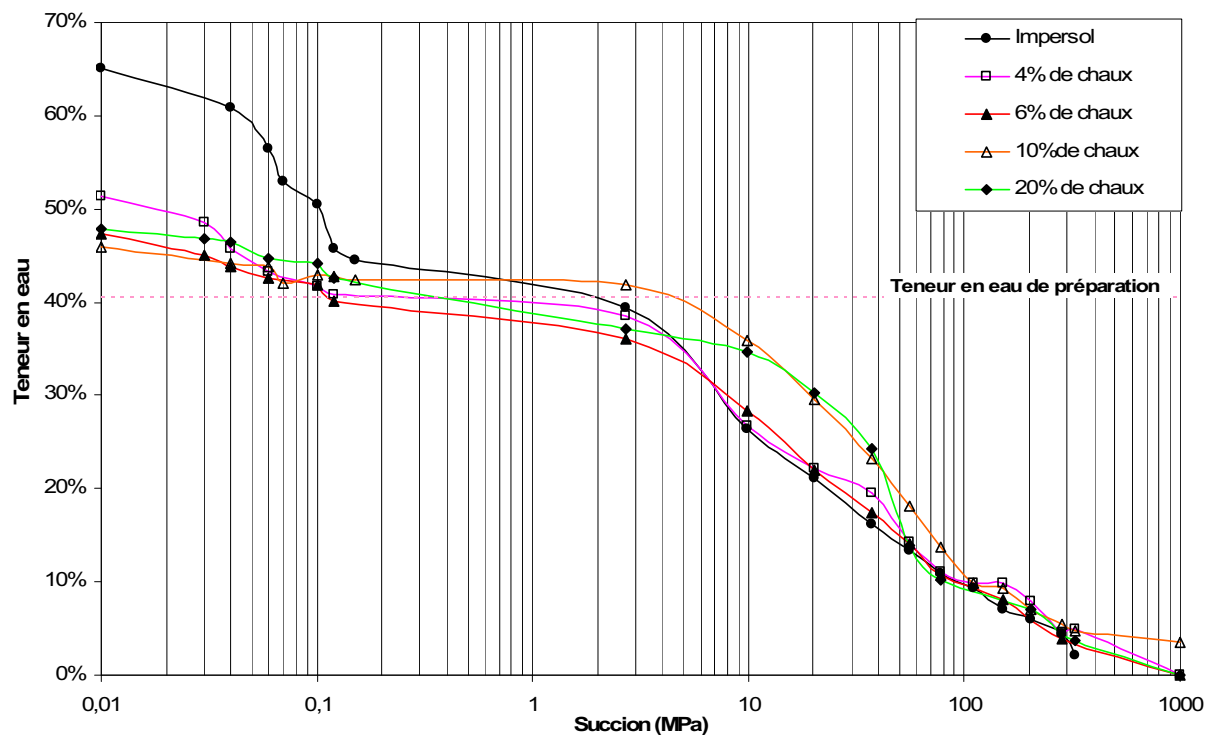


Figure 6.32 : Courbes de rétention d'eau des échantillons compactés d'Impersol non traité et traités avec plusieurs pourcentages de chaux après 28 jours de maturation à 20°C

- **Impersol traité**

Afin d'étudier les courbes d'absorption, on les sépare en trois zones d'hydratation : faible, moyen et forte succion imposé ou humidité relative équivalente.

1- Forte succion : ≤ 111 MPa ($HR \leq 44\%$) :

On observe que les teneurs en eau dans les échantillons non traités et traités sont approximativement identiques. Ces quantités d'eau pourraient correspondre à l'eau liée aux cations inter-lamellaire des smectites, le sodium pour l'Impersol non traité et le calcium dans l'Impersol traité. Ces résultats montrent que l'Impersol traité et non traité ont le même comportement à ces faibles humidités de milieu imposées.

2- Succion moyenne $111 \text{ MPa} < \text{succion} \leq 2,7 \text{ MPa}$ (or $44\% < Hr \leq 98\%$):

On remarque que les courbes de rétention d'eau des échantillons d'Impersol traité avec 4 et 6% de chaux sont confondues avec la courbe de l'Impersol non traité. En revanche, celles des échantillons traités avec 10 et 20% de chaux ont des teneurs en eau plus importantes que l'Impersol non traité. Ce comportement peut être due à la présence d'eau piégée du au changement de la structure provoqué par la précipitation des nouveaux hydrates formés dans les échantillons traités avec 10 et 20%. On note également que les teneurs en eau des échantillons non traités et traités à $Hr = 98\%$ ($\text{succion} = 2,7 \text{ MPa}$) sont assez proches de la teneur en eau de préparation des échantillons ($w \approx 40,5\%$).

3- Faible succion $2,7 \text{ Mpa} < \text{succion} \leq 0,01 \text{ MPa}$ ($98\% < Hr \leq 100\%$):

On constate que tous les échantillons traités ont des teneurs en eau assez proches mais inférieures à celles dans l'échantillon non traité. Cependant, l'échantillon traité avec 4% de chaux absorbe légèrement plus d'eau que les autres échantillons traités.

Ces résultats montrent que l'Impersol traité absorbe moins d'eau que l'Impersol non traité ; ceci est dû à la réduction de la capacité d'absorption d'eau dans l'Impersol traité devenue calcique à l'issue de l'échange cationique ($\text{chaux} \geq 6\%$). Cependant, la saturation incomplète de la smectite dans l'Impersol traité avec 4% de chaux explique la plus forte absorption d'eau par rapport aux échantillons traités.

6.2.5. Effet de la chaux sur les propriétés de gonflement (potentiel et pression de gonflement)

Les figures 6.33 et 6.34 donnent l'évolution du potentiel de gonflement (Fig. 6.33) et la pression de gonflement (Fig. 6.34) des échantillons d'Impersol traités pendant le premier mois de maturation. Tous les échantillons d'Impersol traité montrent une réduction immédiate de la pression et du potentiel de gonflement. Toutefois, le gonflement est pratiquement éliminé lorsque la quantité de chaux ajoutée est supérieure à 6%. En plus, avec l'ajout de 10% et 20% de chaux, le potentiel et la pression de gonflement chutent rapidement à zéro (au bout de 1,5 heure). Cependant, le temps de maturation nécessaire à l'élimination de gonflement est plus important avec les faibles dosages en chaux (6 et 8%).

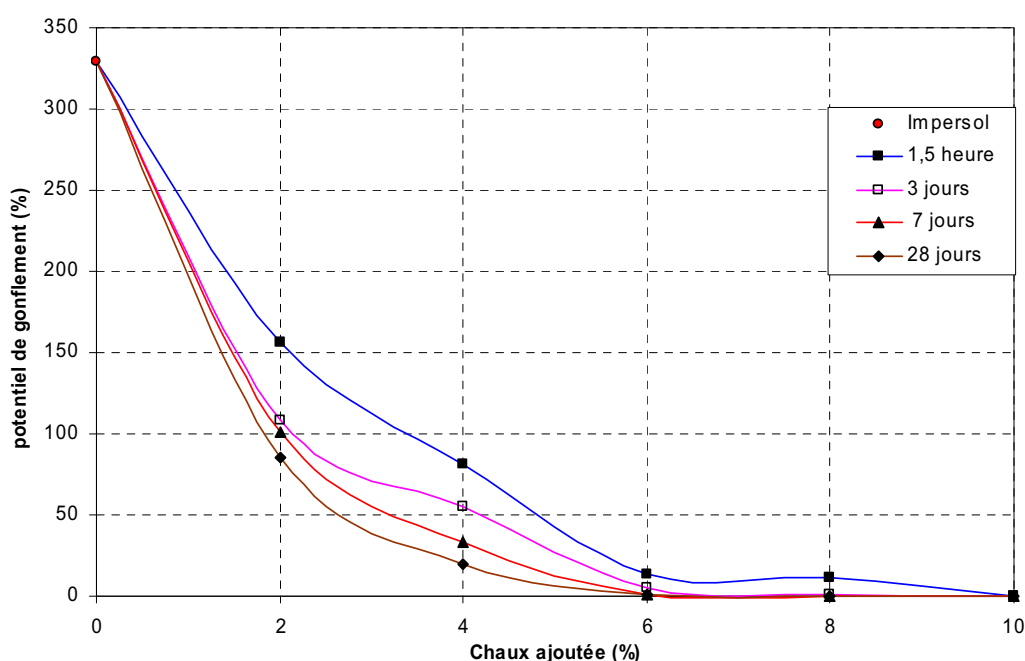


Figure 6.33 : Potentiel de gonflement des échantillons d'Impersol traité à la chaux à différents temps de maturation à 20°C

Les échantillons traités avec 6 et 8% de chaux montrent une baisse significative de gonflement dès les premières heures : la pression de gonflement de l'Impersol non traité (1060 kPa) descend à 100 et 50 kPa avec 6 et 8% de chaux et approche la valeur de zéro après 28 et 7 jours, respectivement. Pour les deux quantités de 2% et 4% de chaux, la pression de gonflement après 28 jours est respectivement 500 et 140 kPa mais reste élevée pour une utilisation de ces sols dans les travaux de génie civil classiques (Williams et Donaldson : 1980).

La diminution significative du gonflement est attribuée principalement à la réduction de la capacité d'absorption d'eau à l'issue de l'échange cationique qui est d'autant plus accentué que le pourcentage en chaux est important (remplacement progressive des cations de sodium Na^+ existant dans l'espace interfoliaire qui ont une forte énergie d'hydratation par les cations de calcium (Ca^{2+}) apportés de la chaux qui ont une faible énergie d'hydratation). L'élimination immédiate du gonflement avec des dosages importants de chaux (8, 10 et 20%) est expliquée par la saturation rapide et complète des smectites de l'Impersol avec l'excès de chaux. La poursuite de la réduction du gonflement avec le temps s'explique par le développement des liants de cimentation issu de la réaction pouzzolanique. Cependant, l'amélioration limitée du gonflement obtenue avec l'addition de 2% et 4% de chaux est expliqué par des quantités de chaux insuffisantes et ne permettant pas la saturation parfaite de la smectite par le calcium.

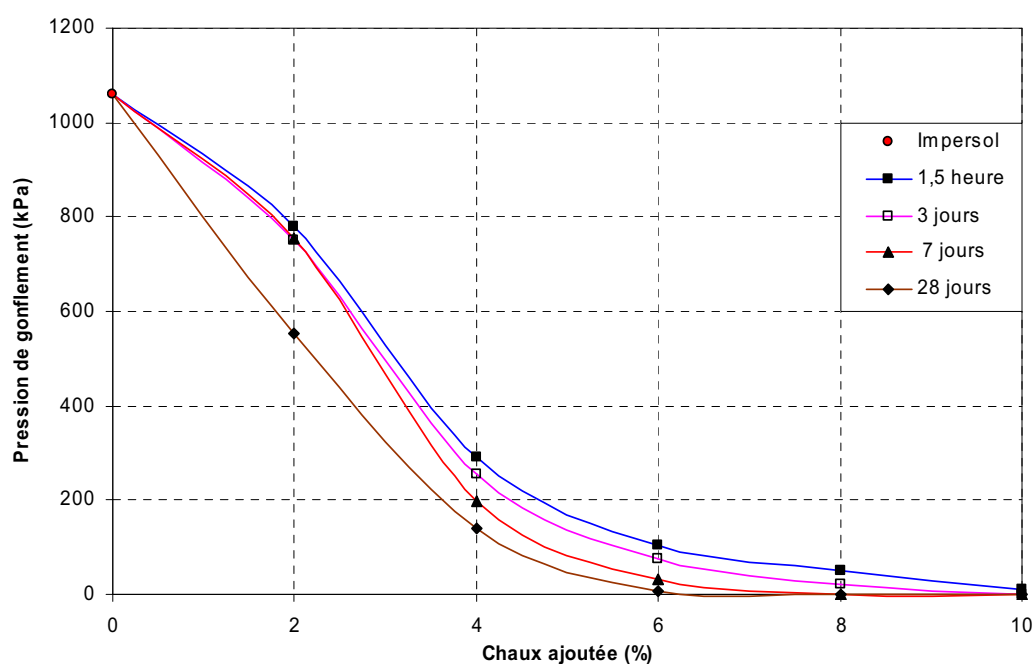


Figure 6.34 : Pression de gonflement des échantillons d'Impersol traité à différents temps de maturation à 20°C

6.2.6. Effet de la chaux sur la perméabilité de l'Impersol

Les variations de la perméabilité des échantillons d'Impersol traités avec différents pourcentages de chaux (4, 6, 8, 10 et 20%) à différents temps de maturation sont présentées sur la figure 6.35. On note que la perméabilité de l'Impersol est radicalement modifiée avec

l'ajout de la chaux, à court terme et à long terme. A noter que la perméabilité de l'Impersol non traité est entre 10^{-9} et 10^{-14} cm/s. Ce sol servant à étanchéifier des fonds des bassins est donc fortement imperméable.

On observe que la perméabilité des échantillons d'Impersol traité augmente immédiatement et significativement dès les premières heures.

Cette augmentation instantanée de la perméabilité est attribuée à la modification de la granulométrie des sols traités induite par les réactions immédiates chaux–Impersol (l'échange cationique et la floculation–agglomération). Ces modifications augmentent la porosité effective du sol traité et en conséquence la perméabilité à l'eau (Basma et Tuncer : 1990, Locat et al : 1990, Khattab : 2002). Toutefois, l'excès de la chaux libre réduit la porosité de l'échantillon et influence ainsi la perméabilité (la masse volumique spécifique de la chaux de $2,2 \text{ g/cm}^3$ est inférieure à celle du sol qui est de $2,7 \text{ g/cm}^3$).

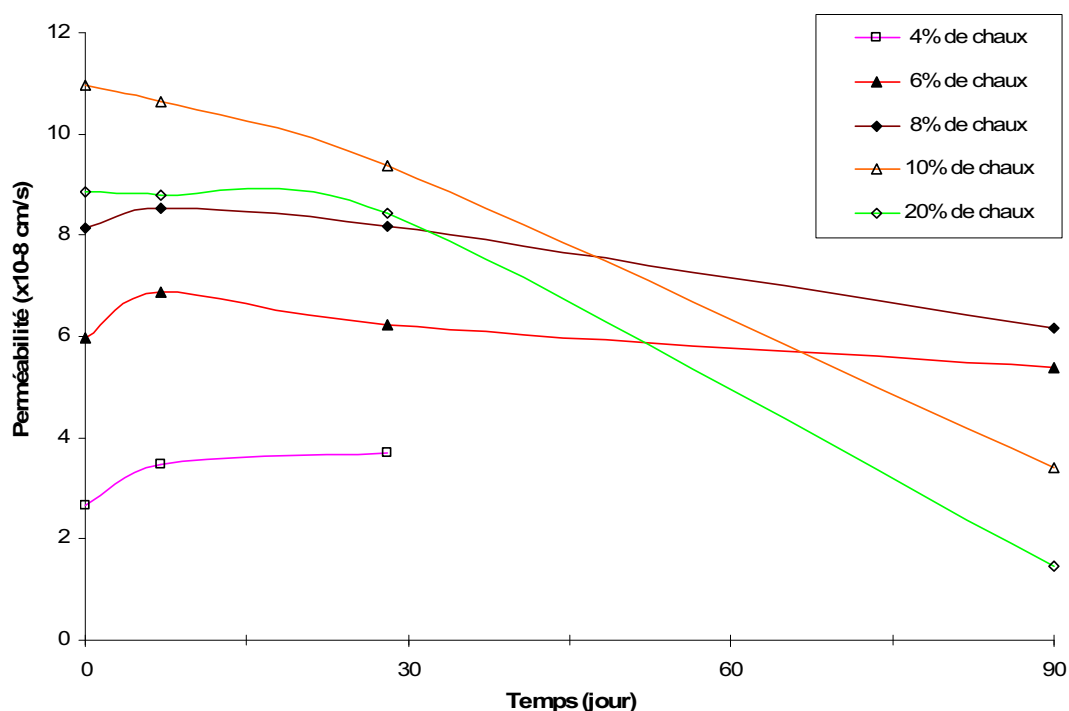


Figure 6.35 : Evolution de la perméabilité des échantillons d'Impersol traité à la chaux (4 – 20%) avec le temps de maturation à 20°C

Avec la maturation, la perméabilité de l'échantillon traité avec 4% de chaux se stabilise alors que les perméabilités de ceux traités avec une proportion supérieure à 6% diminuent. La réduction dans la perméabilité est d'autant plus grande que la quantité de chaux initialement ajoutée au traitement est importante. La diminution de la perméabilité est

attribuée à la réduction de la porosité effective et au développement des hydrates formés à l'issue de la réaction pouzzolanique. Ces hydrates tapissent la surface des particules du sol et agissent comme des liants entre les particules du sol (Wild et al : 1987). La diminution de la porosité effective et donc la perméabilité de l'Impersol traité est influencée par la quantité des hydrates formés (CAH et CSAH suggérés par la diffraction des rayons X) qui est liée à la quantité de chaux ajoutée.

- **Relation gonflement – perméabilité des échantillons d'Impersol traité**

La figure 6.36 donne la relation entre la perméabilité et la pression de gonflement des Impersols traités pour chaque pourcentage de chaux ajoutée (4, 6, 8 et 10%) après 1,5 heure, 7 et 28 jours.

On observe sur cette figure que la perméabilité des Impersols traités augmente avec la diminution de la pression de gonflement. De plus, on constate que la perméabilité augmente avec la maturation même lorsque la pression de gonflement (et donc le gonflement) est nulle. Ceci peut être dû à la diminution de proportion d'Impersol avec l'augmentation du pourcentage de chaux ajoutée. La diminution de la perméabilité après 28 jours dans les échantillons traités avec 8 et 10% de chaux est liée à la formation des hydrates calciques.

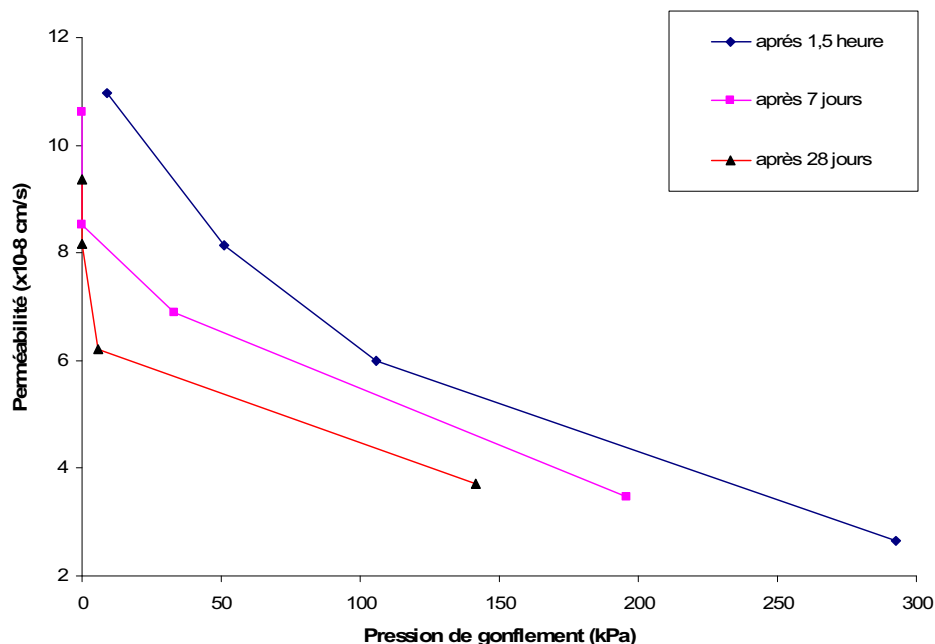


Figure 6.36 : Relation perméabilité – gonflement des échantillons d'Impersol traité à la chaux (4, 6, 8 et 10%) après 1,5 heure, 7 et 28 jours à 20°C

6.2.7. Effet de la chaux sur le retrait linéaire (courbes de dessiccation, facteur et potentiel de retrait)

6.2.7.1. Impersol traité et mûré à 20°C

- Courbes de dessiccation

Les courbes de dessiccations {retrait linéaire ($\Delta h/H_0$)} en fonction de la teneur en eau des échantillons traités avec deux pourcentages de chaux 4% et 10% pour différents temps de maturation sont présentées dans les figures 6.37 et 6.38. Dans l'annexe 2 sont présentées les courbes des autres échantillons traités avec 6, 8 et 20% de chaux.

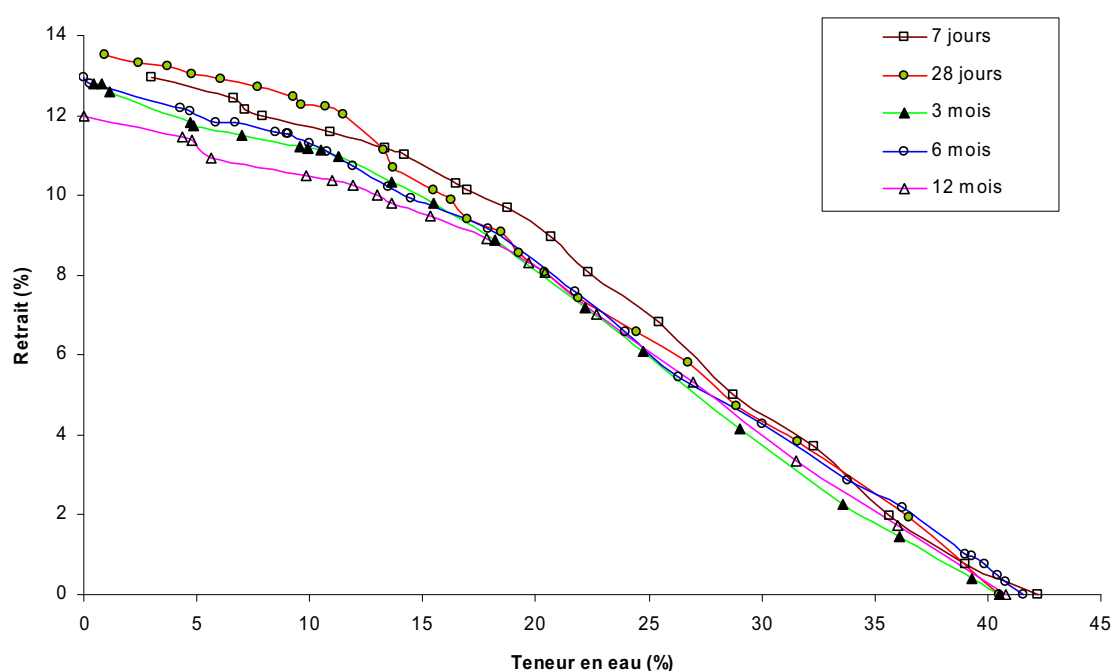


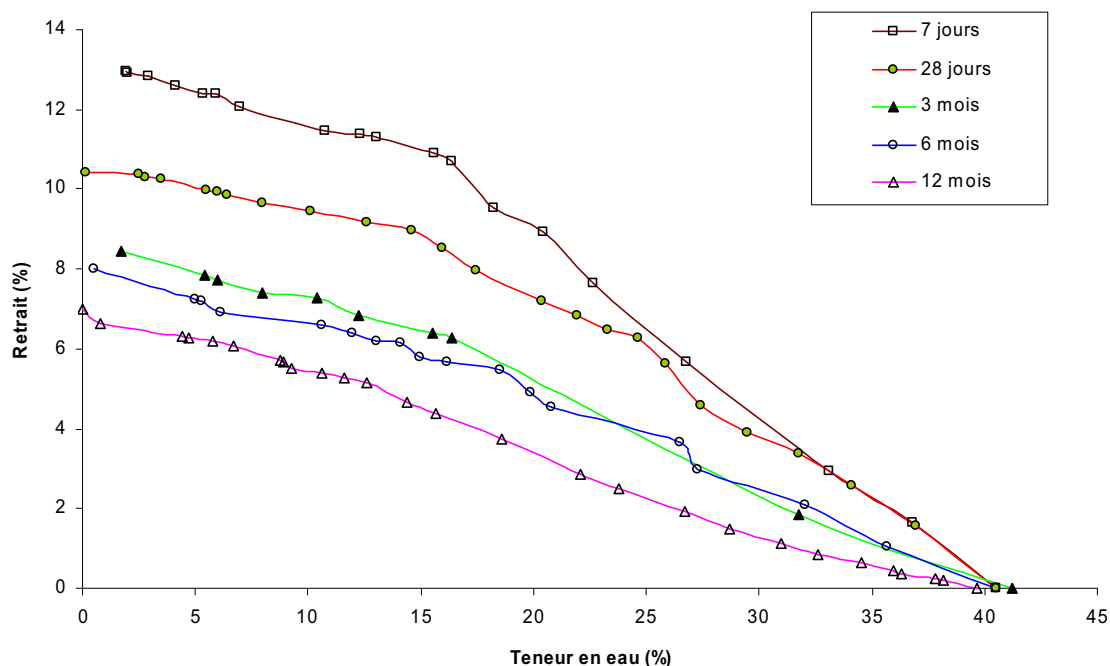
Figure 6.37 : Courbes de dessiccation des échantillons d'Impersol traité avec 4% de chaux après différents temps de maturation à 20°C

Pour les échantillons traités avec 4% de chaux et dont la maturation varie entre 7 jours et 12 mois, on constate que :

Le retrait augmente avec la dessiccation des échantillons.

Le retrait est pratiquement identique dans tous les échantillons jusqu'à des teneurs en eau de l'ordre de 15%.

Au-delà de cette teneur en eau ($\approx 15\%$), on observe l'effet du temps de maturation sur le retrait: plus la maturation est importante, moins le retrait est élevé dans les échantillons.



Figures 4.38 : Courbes de dessiccation des échantillons d'Impersol traité avec 10 % de chaux après différents temps de maturation à 20°C

Pour les échantillons traités avec 10% de chaux et dont la maturation varie entre 7 jours et 12 mois, on constate que :

Le retrait augmente avec la dessiccation des échantillons

Le retrait dépend fortement du temps de maturation initial : plus la maturation est importante, moins le retrait est élevé dans les échantillons. La différence dans le retrait mesuré augmente avec la dessiccation. Ainsi, pour un échantillon maturé à 7 jours le retrait est de 13% alors que dans celui maturé durant 12 mois, le retrait est de 7%.

- Evolution du facteur et du retrait linéaire avec le temps de maturation à 20°C

Les figures 6.39 et 6.40 présentent pour les échantillons de l'Impersol traité et maturés à 20°C, l'évolution du retrait linéaire et du facteur de retrait linéaire [la valeur absolue de la pente du segment de la courbe reliant le retrait linéaire (LR) à la teneur en eau (w) correspondant à un comportement de matériau quasi saturé ($LR/\Delta w$)] avec le temps de maturation.

Après sept jours de maturation, on observe une diminution du retrait linéaire et du facteur de retrait avec l'addition de la chaux. Ces résultats montrent que l'Impersol traité a développé une résistance importante au retrait bien que la perte d'eau est presque identique par rapport à celle de l'Impersol non traité. Cette amélioration du retrait est due

principalement aux réactions chaux-argile à court terme qui induisent des modifications de la granulométrie et de la texture du sol traité.

Avec le temps de maturation, on remarque que l'augmentation du dosage en chaux réduit fortement les deux paramètres du retrait notamment pour les forts dosages (10 et 20%). Après 1 année de maturation, l'addition de 10 et 20% de chaux entraîne 50% et 75% de réduction du potentiel de retrait, alors que les taux de réduction de facteur sont 55% et 80% respectivement. Avec 6 et 8% de chaux, les taux de réduction de retrait obtenus sont 32 et 35% (36% et 40% pour le facteur de retrait). L'addition de 2 et 4% de chaux entraîne des réductions du potentiel de 9 et 15% (10% et 20% de réduction du facteur). Ce comportement peut être expliqué par la progression de la réaction pouzzolanique à température ambiante (20°C) : plus il y a de chaux ajoutée, plus le développement de la réaction pouzzolanique est rapide (nouveaux hydrates calciques et plus de liens de cimentation). Donc, l'Impersol traité présente une perte d'eau lente avec un retrait faible : ceci entraîne une stabilisation de volume d'Impersol traité.

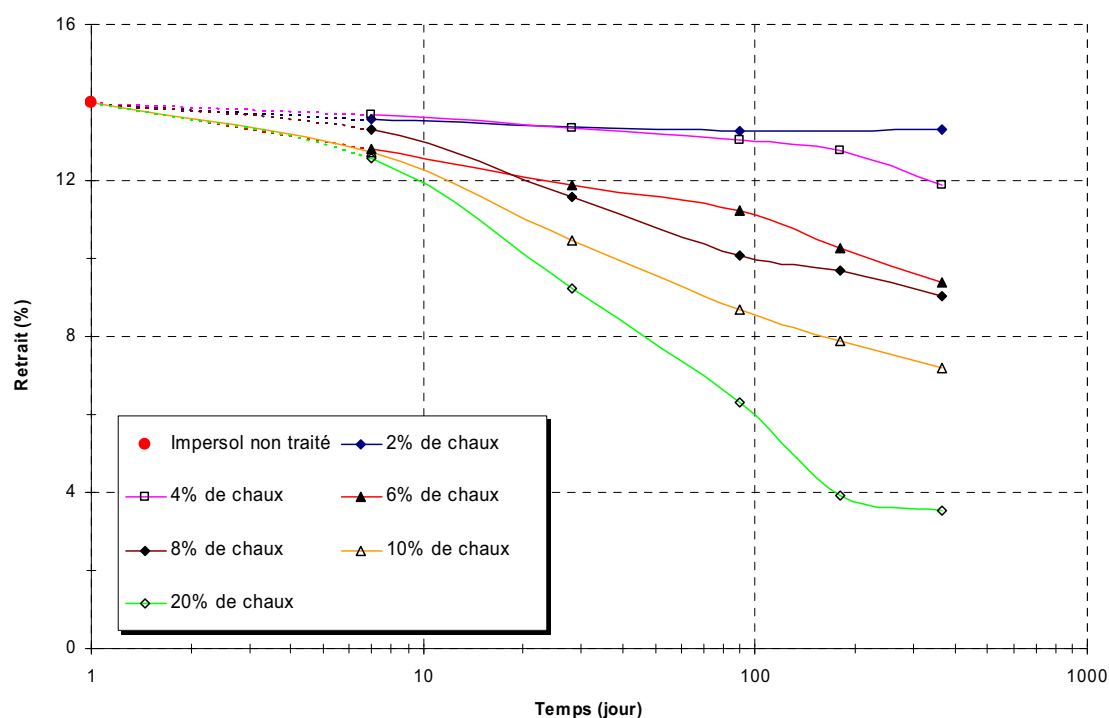


Figure 6.39 : Evolution du retrait linéaire des échantillons d'Impersol traité à la chaux (2 – 20%) avec le temps de maturation à 20°C

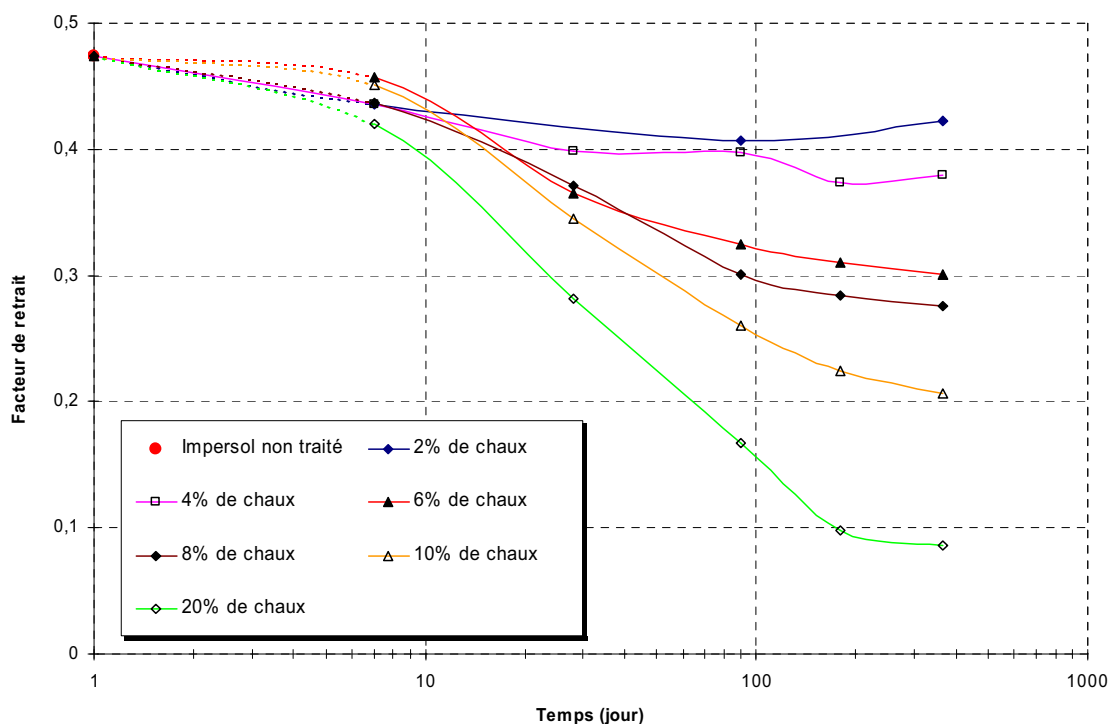


Figure 6.40 : Evolution du facteur de retrait linéaire des échantillons d'Impersol traité à la chaux (2 – 20%) avec le temps de maturation à 20°C

- Etat des échantillons traités à la fin de retrait

La Figure 6.41 montre quelques photos des échantillons d'Impersol traité après 6 mois de maturation à température ambiante (à la fin du test de retrait). On observe sur ces photos que :

- Le retrait induit dans les échantillons traités avec $\leq 6\%$ de chaux des fissurations bien marquées notamment sur la photo de l'échantillon à 4% de chaux.
- Le retrait n'induit pratiquement pas de fissurations dans les échantillons traités avec 8 et 10% de chaux.
- Le retrait développé dans l'échantillon traité avec 20% de chaux induit des fissurations limitées aux bords de l'échantillon.

Les fissures observées sur les échantillons traités avec des faibles pourcentages de chaux sont liées au départ d'eau et d'une texture nouvellement organisée grâce aux réactions chaux-argile. Cependant, car la chaux ajoutée est assez faible, les liaisons entre les particules de l'Impersol traité sont assez limitées et ne résistent pas au départ d'eau.



Echantillon traité avec 2% chaux



Echantillon traité avec 4% chaux



Echantillon traité avec 6% chaux



Echantillon traité avec 8% chaux



Echantillon traité avec 10% chaux



Echantillon traité avec 20% chaux

Figure 6.41 : Photos des échantillons d'Impersol traité à la chaux après 6 mois de maturation à 20°C (états des échantillons à la fin des tests de retrait)

En revanche, dans les échantillons traités avec 8 et 10%, les liaisons sont plus nombreuses et plus importantes et par conséquent, la texture résiste aux efforts induits par le départ d'eau sans montrer de fissurations.

Pour l'échantillon traité avec 20% de chaux, la réaction pouzzolanique est considérablement aboutie et les liaisons développées par les hydrates formés sont fortes et nombreuses. On peut supposer que la porosité effective est réduite et une certaine quantité d'eau est piégée dans la structure. Ceci pourrait être à l'origine des fissurations « limitées » observées aux bords de l'échantillon.

6.2.7.2. Impersol traité et mûré à 50°C

- Courbes de dessiccation

Les courbes de dessiccation des échantillons traités avec 4 et 10% de chaux après différents temps de maturation sont présentées sur les figures 6.42 et 6.43, respectivement. Les courbes de dessiccation des autres échantillons traités avec 2, 6, 8 et 20% de chaux sont présentées dans l'annexe 2.

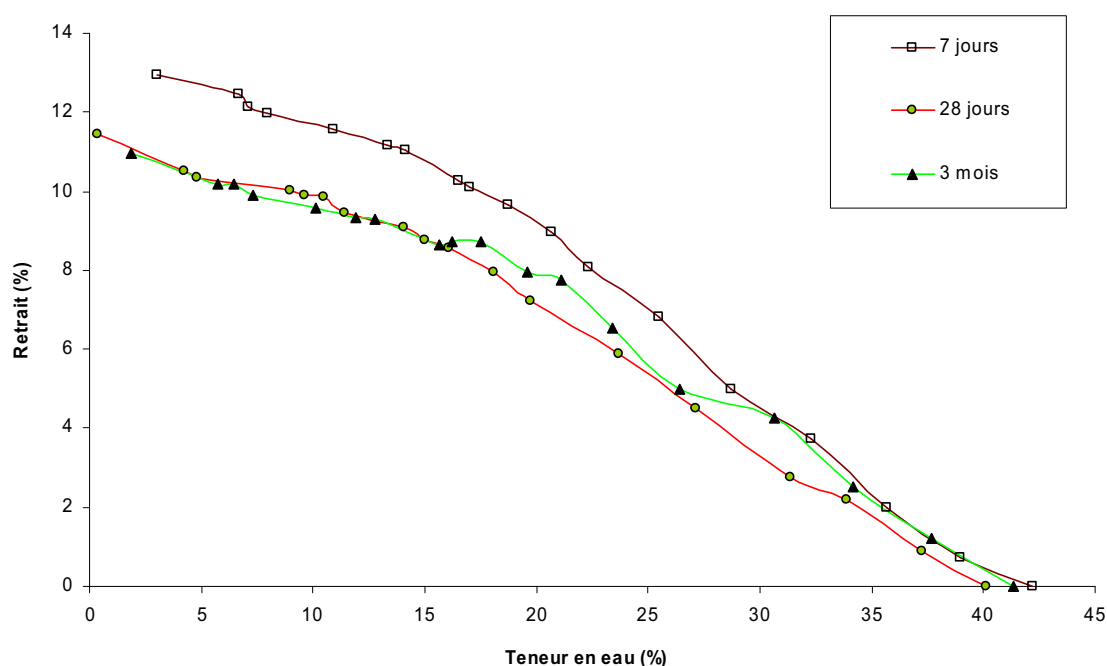


Figure 6.42 : Courbes de dessiccation des échantillons d'Impersol traité avec 4% de chaux après différents temps de maturation à 50°C

On observe une amélioration du comportement vis-à-vis du retrait avec le temps de maturation au-delà de la première semaine (une diminution du retrait dans l'échantillon quasi saturé et non saturé) et une quasi-annulation du retrait dans les échantillons traités après 28 et 90 jours. Ces améliorations ont été obtenues entièrement après 28 jours de maturation. La

diminution du retrait avec le temps dans le premier mois de maturation est assez importante notamment lorsque les échantillons contiennent des teneurs en eau $\leq 15\%$ (comportement non saturé).

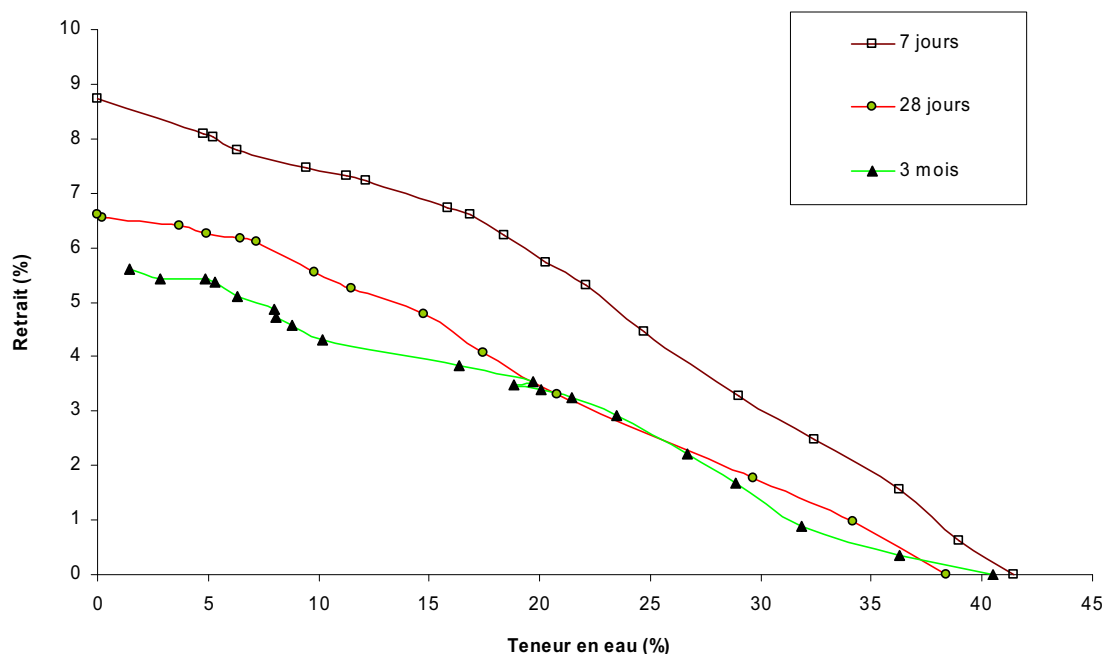


Figure 6.43 : Courbes de dessiccation des échantillons d'Impersol traité avec 10% de chaux après différents temps de maturation à 50°C

- Evolution du facteur et du potentiel de retrait avec le temps de maturation à 50°C

Les figures 6.44 et 6.45 présentent l'évolution du retrait et du facteur de retrait linéaire de l'Impersol traité (2 – 20% de chaux) avec le temps de maturation (7 jours à 1 an) à 50°C.

Les résultats montrent une diminution importante des paramètres du retrait dès les premiers jours et la poursuite de cette réduction avec l'augmentation du temps de maturation notamment pour les plus importantes proportions de chaux ajoutée. L'ajout de 2% de chaux affecte peu le retrait de l'Impersol.

Après 7 jours de maturation, les taux de réduction du potentiel du retrait atteignent 13 et 25% avec l'addition de 4 et 6% de chaux, 35 et 37% avec 8 et 10% de chaux et enfin 55% avec l'addition de 20% de chaux.

Avec la maturation, la réduction des propriétés de retrait atteint pratiquement une asymptote dans les 28 jours pour des proportions de chaux $\leq 8\%$, alors que la diminution du retrait continue jusqu'à 3 mois pour 10 et 20% de chaux.

Après 1 an de maturation, les taux de réduction du potentiel de retrait augmentent à 20% et à 35% pour 4 et 6% de chaux, 45% et 60% pour 8 et 10% de chaux et enfin à 80% pour 20% de chaux. Les taux de réduction du facteur de retrait sont pratiquement de l'ordre de grandeur que les valeurs obtenus pour le potentiel de retrait.

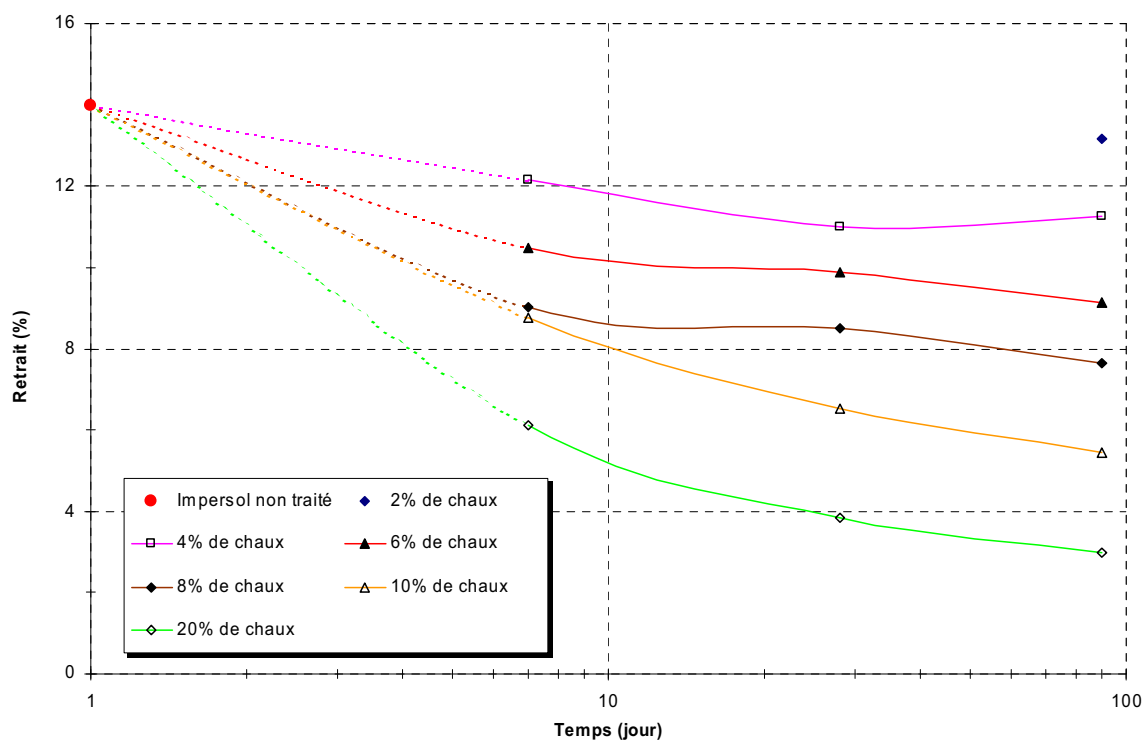


Figure 6.44 : Evolution du potentiel du retrait linéaire des échantillons d'Impersol traité à la chaux (2 – 20%) avec le temps de maturation à 50°C

6.2.7.3. Effet de la température de mûrissement sur l'évolution du retrait linéaire

L'évolution du retrait linéaire développé dans les échantillons de l'Impersols traité avec différents pourcentages de chaux après 7 jours et 1 an de maturation à 20°C et à 50°C est donnée dans la figure 6.46.

On observe sur cette figure que l'élévation de la température de maturation de 20°C à 50°C accélère l'amélioration du retrait notamment après 7 jours de maturation. On peut constater que les valeurs du retrait obtenues après 7 jours dans les échantillons traités et maturés à 50°C sont très proches de celles obtenues dans les échantillons traités après 1 an de maturation à 20°C. Ceci montre comment on peut réduire le temps de maturation pour stabiliser les sols traités surtout dans les zones semi-arides.

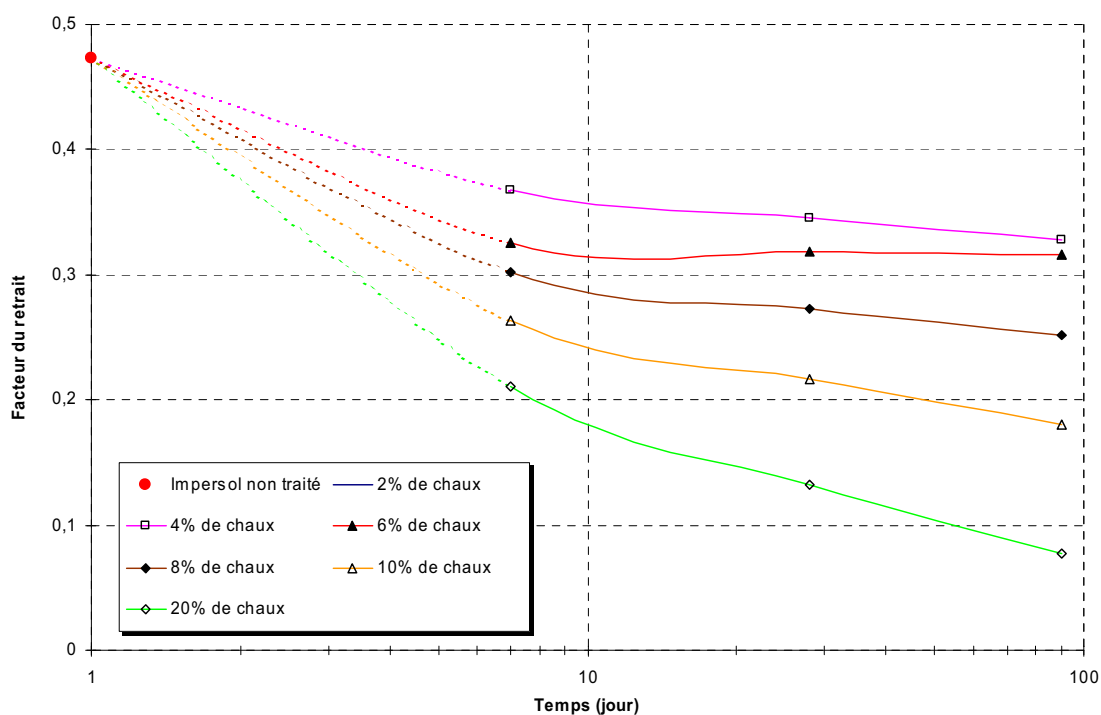


Figure 6.45 : Evolution du facteur de retrait linéaire des échantillons d'Impersol traité à la chaux (2 – 20%) avec le temps de maturation à 50°C

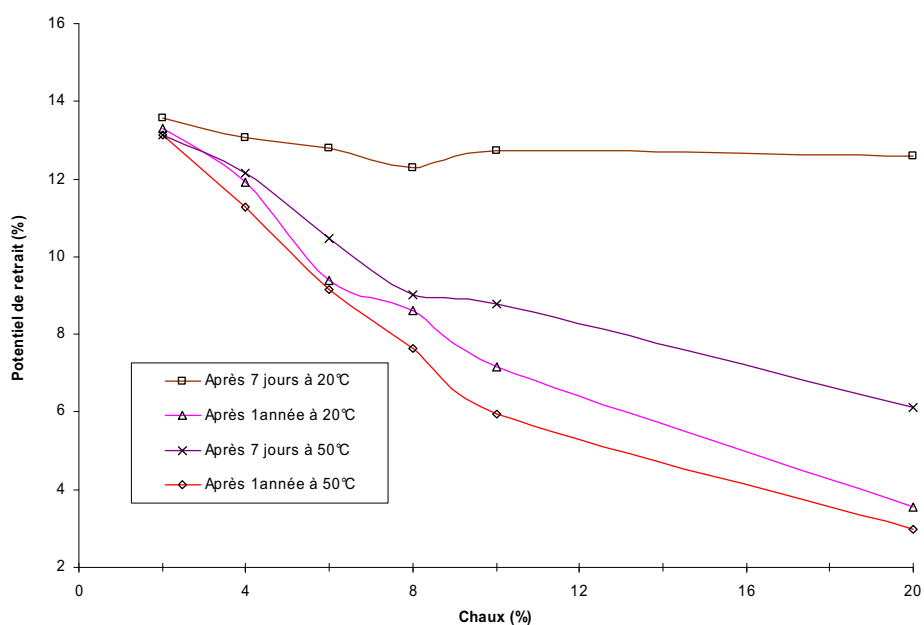


Figure 6.46 : Potentiel du retrait linéaire des échantillons d'Impersol traité à la chaux (2 – 20%) après 7 jours et 1 an de maturation à 20°C et 50°C

6.2.8. Effet de la chaux sur la compressibilité à partir des essais œdométriques

6.2.8.1. Courbes œdométriques des échantillons traités avec 4, 6 et 10% de chaux

Les figures 6.47, 6.48 et 6.49 présentent les courbes des Impersol traités avec 4% (Fig. 6.47), 6% (Fig. 6.48) et 10% (Fig. 6.49) de chaux après différents temps de maturation. On note que l'indice des vides initial dans les échantillons traités est similaire à celui dans l'échantillon non traité et décroît très peu avec l'augmentation en chaux (la masse volumique spécifique de chaux ($2,2 \text{ g/cm}^3$) est proche à celui du sol ($2,7 \text{ g/cm}^3$)).

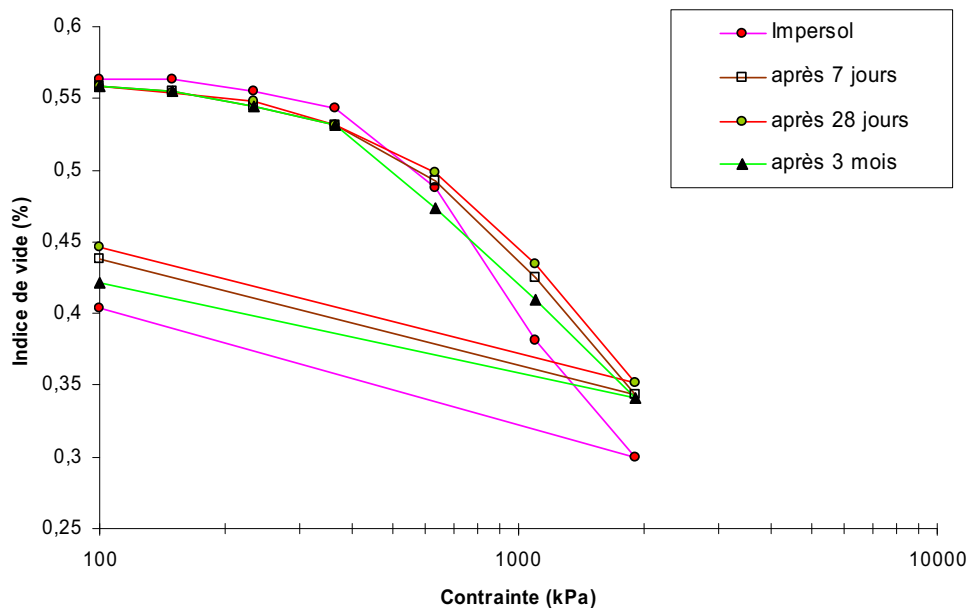


Figure 6.47 : Courbes œdométriques des échantillons d'Impersol traité avec 4% de chaux après 7, 28 et 90 jours de maturation à 20°C

Les Courbes œdométriques des échantillons traités avec 4% de chaux sont approximativement confondues : comportement similaire quelque soit le temps de maturation.

Pour les échantillons traités à 6% de chaux, les courbes œdométriques sont similaires à celle obtenus pour les 4% de chaux sauf que la compressibilité diminue lorsque le temps de maturation augmente à 28 jours puis reste approximativement identique au-delà de 28 jours. Cependant, pour tous les échantillons (4% et 6%) entre l'indice des vides en charge à 100kPa et après décharge à cette même contrainte, la différence dans l'indice des vides (Δe) est de 0,14 à 0,15. Ceci signifie que les comportements élasto-plastiques des différents échantillons testés sont similaires et différent à celui d'échantillon traité avec 10% de chaux ($\Delta e = 0,42$).

Concernant les courbes œdométriques des échantillons traités à 10% de chaux, le comportement observé dépend du temps de maturation initial. La compressibilité diminue avec l'augmentation du temps de maturation. Ainsi les (Δe) diminuent lorsque la maturation augmente.

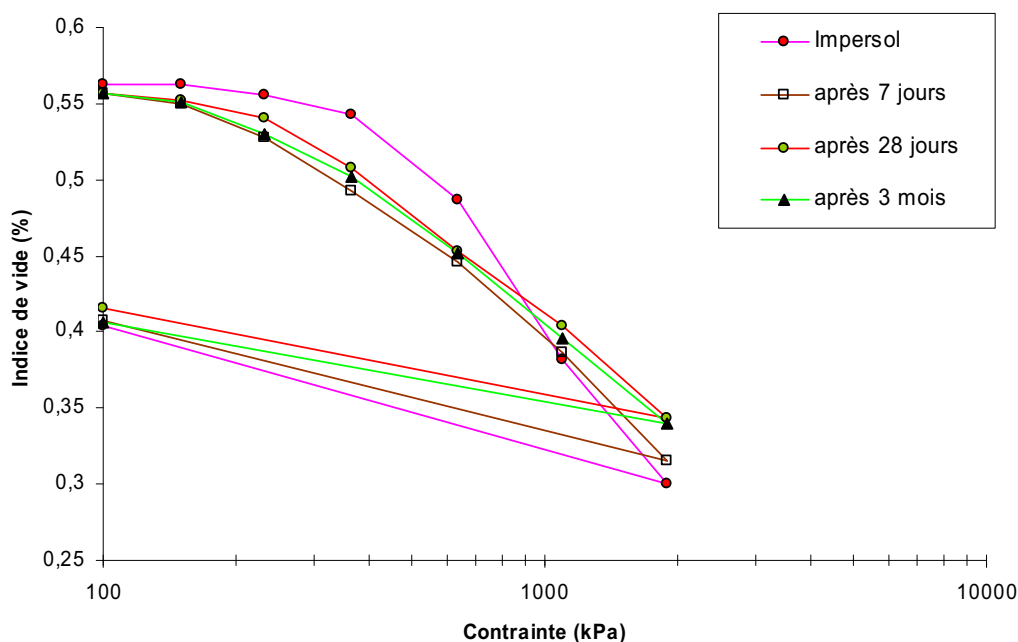


Figure 6.48 : Courbes œdométriques des échantillons d'Impersol traité avec 6% de chaux après 7, 28 et 90 jours de maturation à 20°C

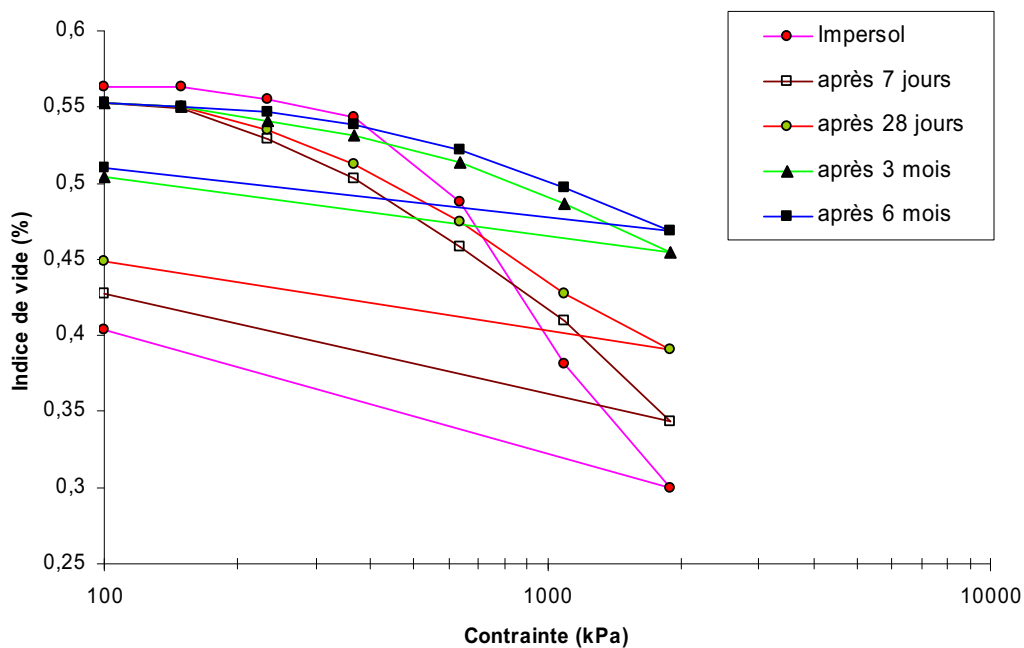


Figure 6.49 : Courbes œdométriques des échantillons d'Impersol traité avec 10% de chaux après 7, 28 jours, 3 et 6 mois de maturation à 20°C

6.2.8.2. Evolution de l'indice de compression C_c et de l'expansion C_s avec le temps de maturation

A partir des courbes œdométriques, l'indice de compression, C_c et l'indice de gonflement (appelé également rebond) C_s sont calculés et sont présentés en fonction du temps de maturation (figures 6.50 et 6.51).

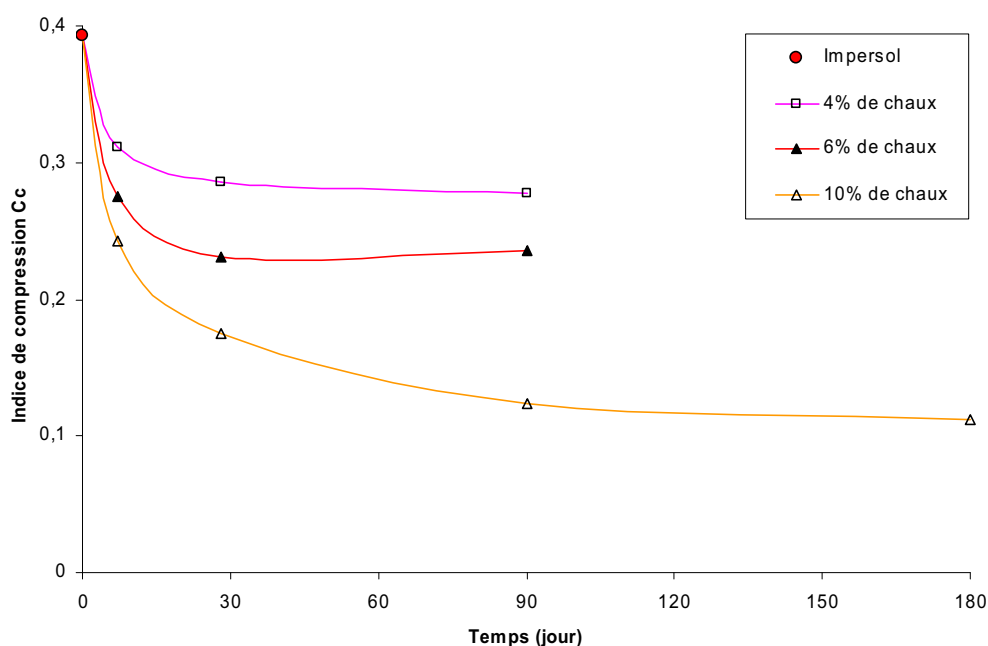


Figure 6.50 : Evolution de l'indice de compression C_c des échantillons d'Impersol traité à la chaux avec le temps de maturation à 20°C

On constate sur les deux figures une diminution continue de C_c et C_s avec l'augmentation de la quantité de chaux ajoutée et du temps de maturation. Ainsi, le traitement augmente la tendance de l'Impersol à résister la compression et l'expansion. Avec l'ajout de 4% et 6% de chaux, l'effet de traitement se traduit par la diminution de la compressibilité et du rebond à court terme (7 jours). Avec la maturation, une légère modification de la compressibilité est observée. Avec l'ajout de 10% de chaux et avec la maturation, la compressibilité de l'Impersol traité diminue significativement. A court terme (7 jours), l'augmentation de la rigidité du sol traité est due à l'augmentation de l'angle de frottement entre les particules de sol suite à la floculation induite par l'échange cationique. Ce comportement est d'autant plus accentué que le pourcentage de chaux est important. Avec le temps de maturation, la rigidité de sol traité est attribuée à l'augmentation de la cohésion entre

les particules à l'issue de la formation du nouvel hydrate (CAH) par la réaction pouzzolanique notamment dans l'échantillon traité avec 10% de chaux.

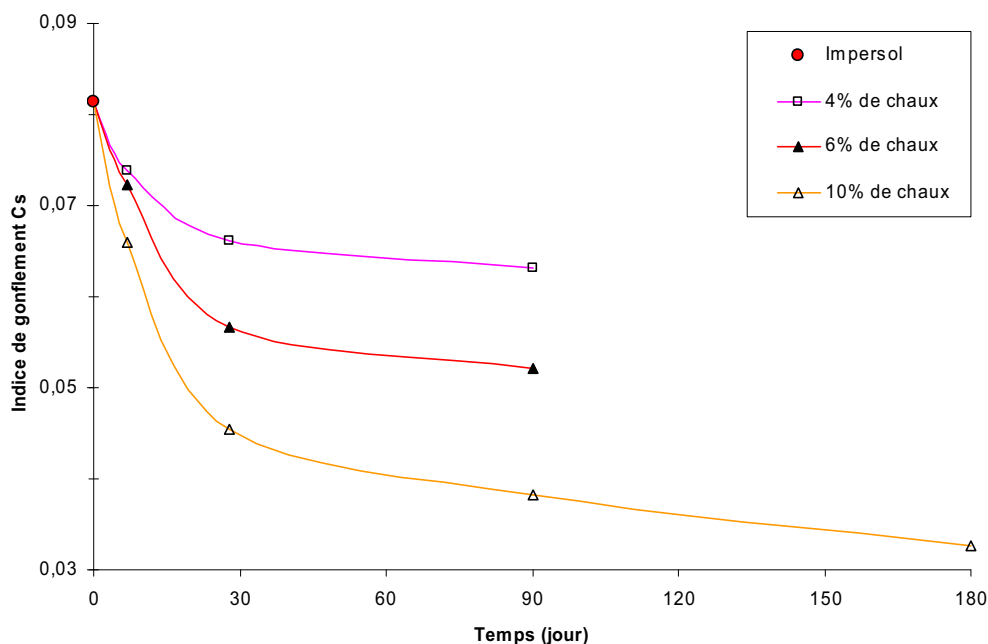


Figure 6.51 : Evolution de l'indice de recompression C_s des échantillons d'Impersol traité à la chaux avec le temps de maturation à 20°C

6.2.8.3. Evolution de la contrainte de pré-consolidation avec le temps de maturation à 20°C

La figure 6.52 montre l'évolution de la contrainte de pré-consolidation σ_p des échantillons d'Impersol (calculée à partir des courbes œdométriques) avec le temps pour différentes quantités de chaux ajoutée. On constate que la pression de pré-consolidation dans tous les échantillons traités après sept jours de maturation diminue par rapport la pression calculée pour l'échantillon de l'Impersol non traité. De plus, cette pression diminue avec la chaux ajoutée de 4 à 6% et puis reste constante avec l'ajout de 10% de chaux.

Avec le temps de maturation au-delà de sept jours, la pression de pré-consolidation reste approximativement constante pour les deux échantillons traités avec 4 et 6% de chaux jusqu'à 3 mois. Cependant, avec 10% de chaux, la pression de pré-consolidation augmente progressivement après 28 jours.

La diminution de pression de pré-consolidation à court terme dans les échantillons traités montre que le traitement facilite le compactage par la réduction des contraintes

appliquées pendant la confection des échantillons. Ceci est dû à la réduction d'absorption d'eau (réduction de gonflement) et éventuellement au changement de la granulométrie provoqué par l'échange cationique. Dans le cas de l'Impersol non traité, la confection des échantillons nécessite des contraintes de compactage plus élevées; ceci est due au caractère très gonflant de smectite-Na à l'état naturel et notamment avec la quantité d'eau importante de préparation ($w = 40,5\%$). Avec le traitement, l'échange cationique facilite le phénomène. L'augmentation de la pression de pré-consolidation avec le temps pour l'échantillon traité avec 10% de chaux est attribuée à l'augmentation de la cohésion des particules à l'issue de la formation de l'hydrate CAH par la réaction pouzzolanique (cimentation progressive avec le temps liée à la cinétique lente de cette réaction à température ambiante).

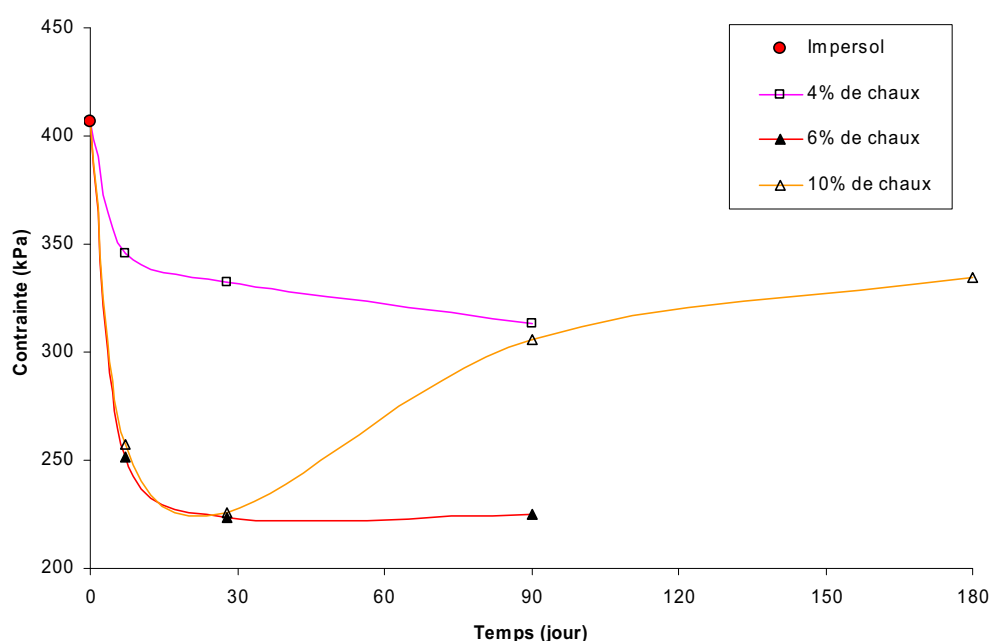


Figure 6.52 : Evolution de la pression de pré-consolidation σ_p des échantillons d'Impersol traité à la chaux avec le temps de maturation à 20°C

6.2.8.4. Evolution du module œdométrique d'Impersols avec le temps de maturation

Les modules œdométriques ($E_{œd}$) sont déterminés pour des contraintes variant entre 633 kPa et 1895 kPa) des Impersols traités (figure 6.53). Comme le suggéraient les résultats précédents, l'augmentation de la teneur en chaux et la maturation accroît le module œdométrique de l'Impersol traité. De plus, dans l'échantillon traité avec 10% de chaux, l'augmentation du module est importante et continue jusqu'à 6 mois de maturation. Les

modifications dans les modules des échantillons traités à 4 et 6% de chaux sont obtenues à court terme (1 mois).

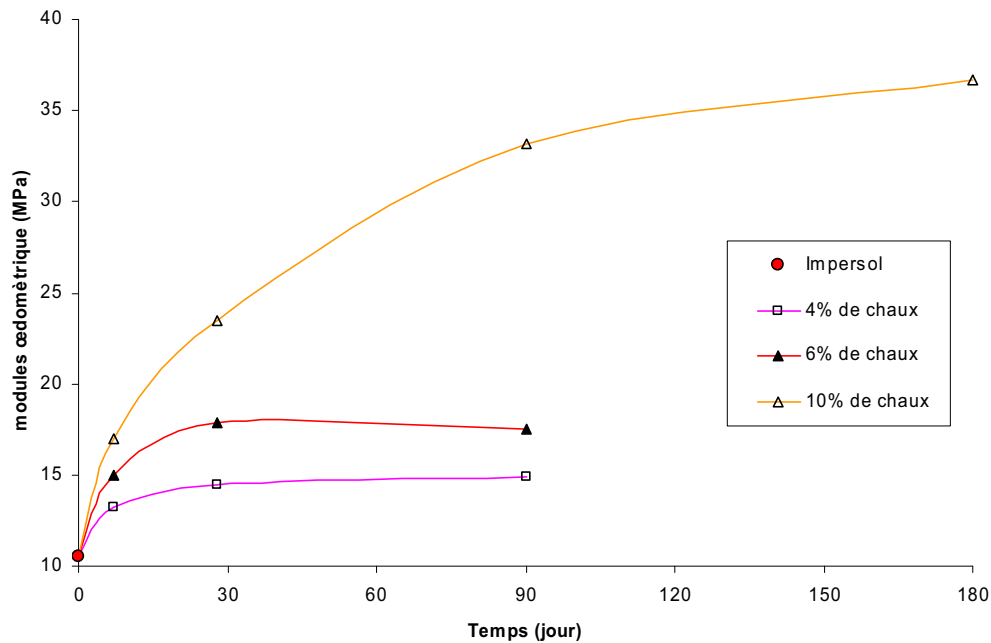


Figure 6.53 : Evolution du module œdométrique des échantillons des échantillons d'Impersol traité avec la chaux et le temps de maturation à 20°C

6.2.8.5. Indices de compressibilité C_c et de gonflement C_s en fonction du dosage en chaux ajoutée

La figure 6.54 présente l'évolution de l'indice de compressibilité (C_c) et de l'indice de gonflement (C_s) des échantillons d'Impersol traité avec la chaux ajoutée après un long temps de maturation (fin supposée des réactions chaux–argiles).

On constate que les indices C_c et C_s de l'Impersol traité suivent approximativement une relation linéaire avec le dosage en chaux (0 – 10%). Ces relations montrent que l'indice de compression diminue de 3 fois l'incrément d'une quantité de chaux ajoutée (Δc , %) alors que l'indice de gonflement diminue de 0,5 fois Δc (%).

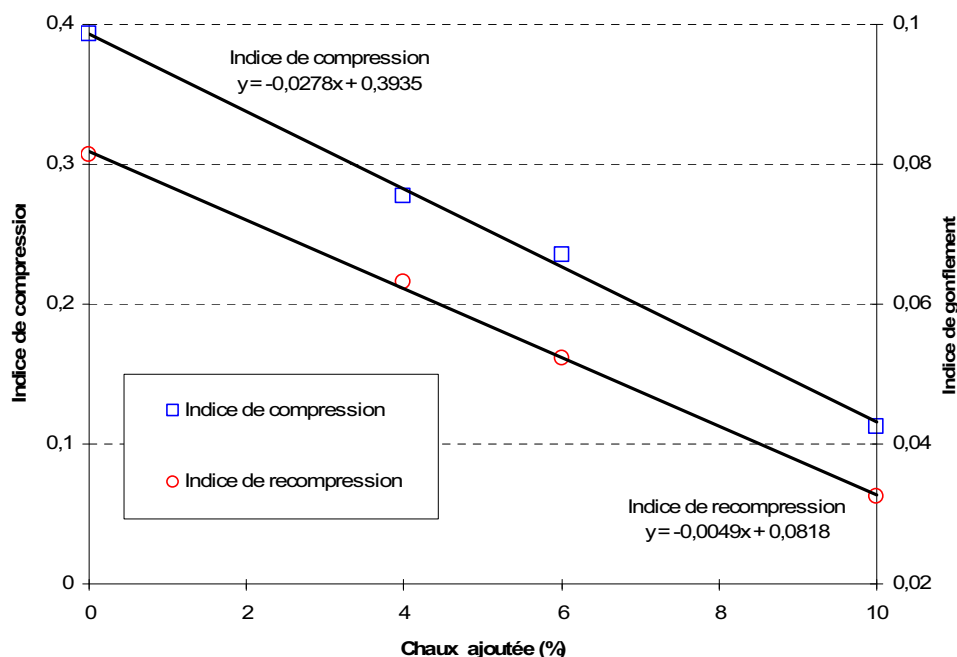


Figure 6.54 : Indice de compression et de gonflement des échantillons d'Impersol traité après une maturation longue à 20°C

6.2.9. Effet de la chaux sur la résistance mécanique

6.2.9.1. Impersol traité et mûré à 20°C

- Courbes charges-déformations des essais de compression simple des échantillons traités avec 10% de chaux à 20°C

La figure 6.55 présente les courbes charges – déformations des essais de compression simple d'échantillons traités avec 10% de chaux après différents temps de maturation. On constate une augmentation progressive de la rigidité des échantillons traités avec le temps de maturation. Cette augmentation de charges s'accompagne d'une diminution des déformations totales à la rupture. Ainsi, après un jour de maturation, la rupture de l'échantillon se réalise avec une déformation importante. Après la rupture, l'échantillon continue à se déformer progressivement jusqu'à 8% avec la diminution de la charge appliquée ("comportement plastique"). Avec le temps de maturation, la rupture se développe à faible déformation (< 1% après 28 jours) et la résistance du sol chute rapidement après la rupture (comportement rigide moins plastique).

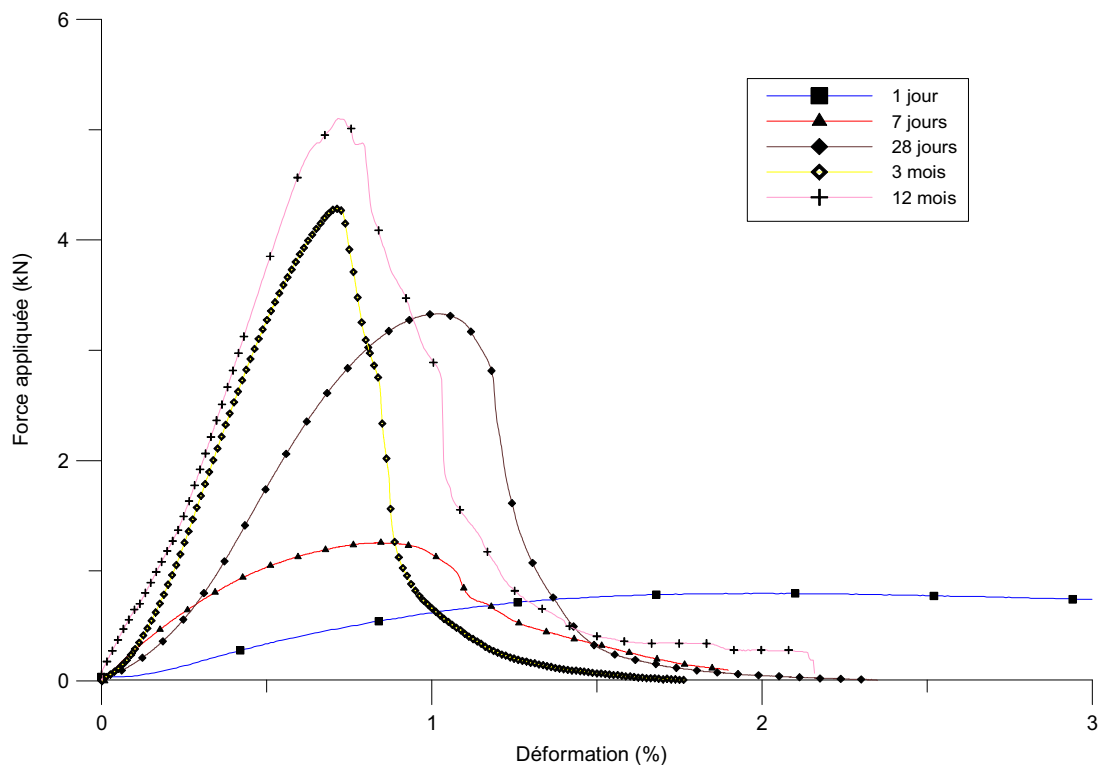


Figure 6.55 : Courbes de rupture pendant l'essai de compression simple des échantillons d'Impersol traité avec 10% de chaux après différents temps de maturation à 20°C

- Evolution de la résistance à la compression simple

La figure 6.56 présente l'évolution de la résistance à la compression simple avec le temps de maturation pour des échantillons d'Impersol traité avec la chaux (2 – 20%). On observe sur cette figure que la résistance mécanique du sol augmente progressivement avec l'augmentation du temps de maturation et de la quantité de chaux ajoutée.

Les résultats obtenus après 1 jour de maturation montrent un changement important de la résistance à la compression simple avec l'addition de la chaux : 210 kPa pour l'Impersol non traité, 340, 390 et 400 kPa pour les échantillons d'Impersol traité avec 4, 6 et 10%, respectivement.

Avec le temps de maturation, pour les faibles pourcentages de chaux ajoutée (2% et 4%), la résistance à la compression simple atteint une asymptote (valeur maximale) dans les 28 jours. Pour les valeurs moyennes de la chaux ajoutée (6 et 8%), la contrainte maximale est atteinte après 90 jours de maturation. Enfin, pour 10 et 20% de chaux, la résistance à la compression continue à augmenter jusqu'à 6 mois et se stabilise pratiquement après 1 an de maturation.

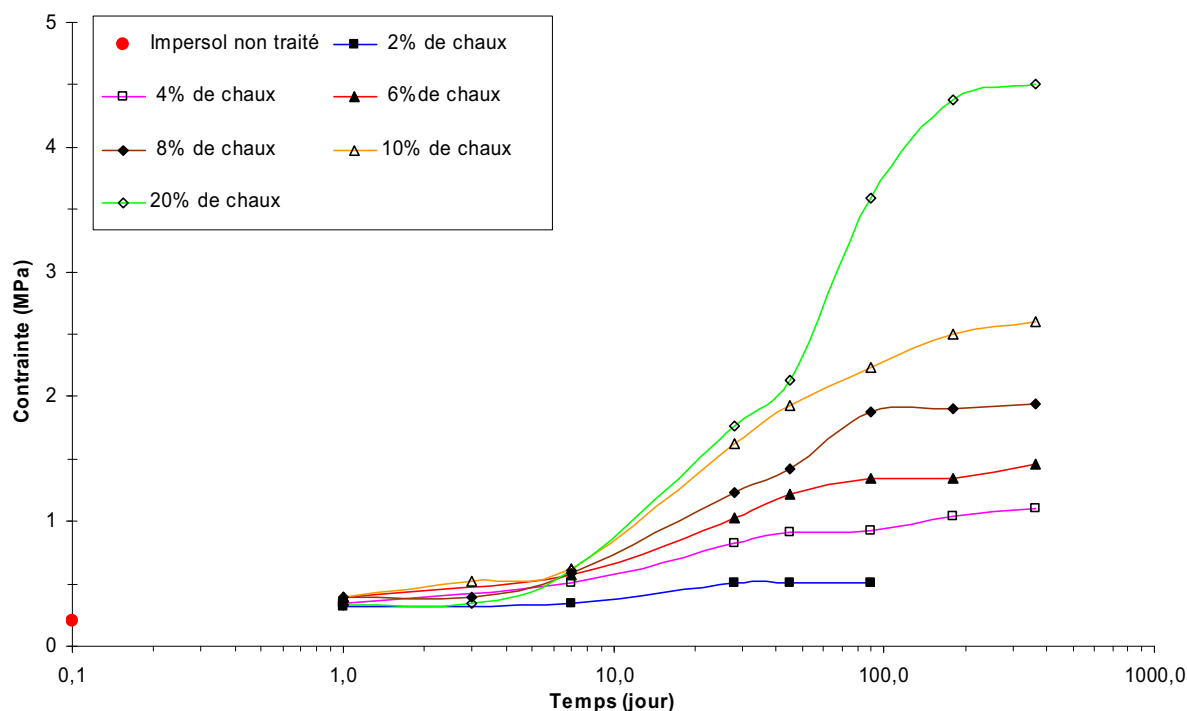


Figure 6.56 : Evolution de la résistance à la compression simple des échantillons d'Impersol traité à la chaux (2 – 20%) avec le temps de maturation à 20°C

- Evolution du Module d'Young

La figure 6.57 donne l'évolution du module de Young avec le temps de maturation des échantillons d'Impersol traité à 20°C avec différents pourcentages de chaux. Les résultats confirment la rigidité « élastique » de l'Impersol. Ainsi le module de Young des Impersols traités augmente progressivement avec le temps de maturation et avec la quantité de chaux ajoutée.

L'augmentation de la résistance mécanique en compression simple est due au changement de structure et de la minéralogie à court terme (modification de la granulométrie et augmentation de l'angle de frottement) et à la cimentation des particules (augmentation de la cohésion) produite avec le temps. La première modification instantanée induit des augmentations limitées de la résistance et nécessite une quantité réduite de chaux ($\leq 6\%$). En revanche, la formation des hydrates (CAH et éventuellement CSAH) et donc la cimentation des particules augmente avec la quantité de chaux ajoutée et induit des résistances mécaniques qui évoluent progressivement avec la lente cinétique de la réaction pouzzolanique à température ambiante.

Enfin, la faible déformation observée après la rupture dans les échantillons traités est due au développement important des fissures dans les échantillons à cause de leur rigidité importante (comportement peu plastique).

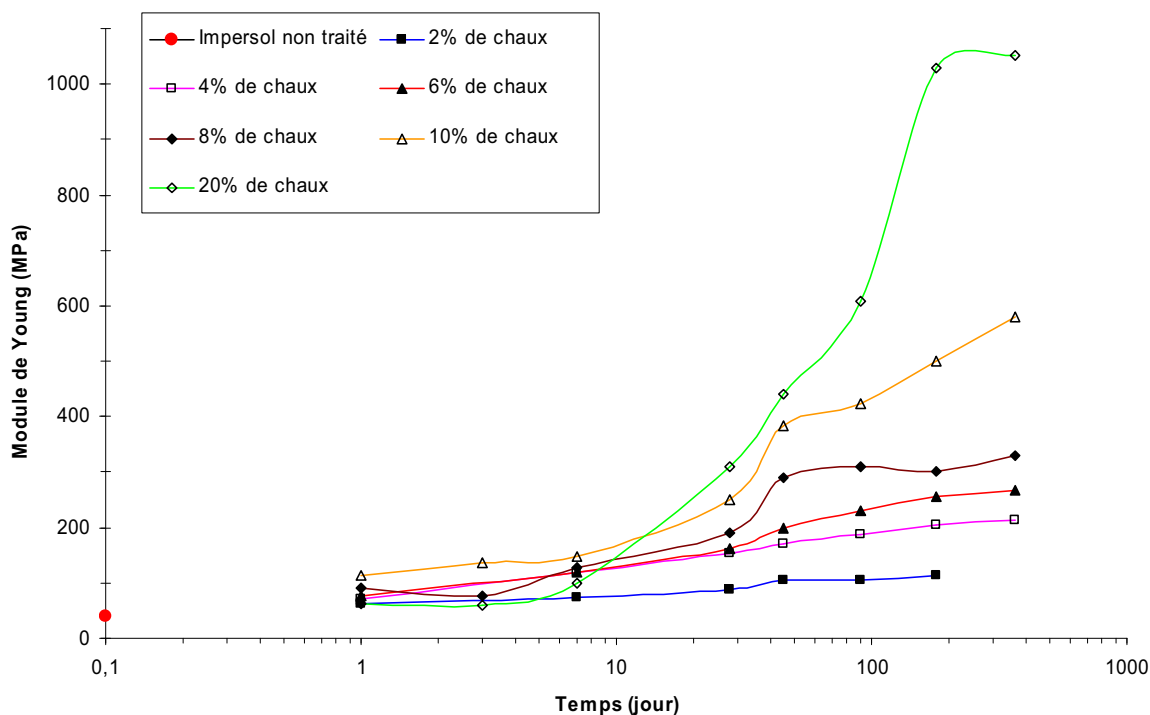


Figure 6.57 : Evolution du module de Young des échantillons d'Impersol traité à la chaux (2 – 20%) avec le temps de maturation à 20°C

6.2.9.2. Impersol traité et mûré à 50°C

- Courbes charges–déformations des essais de compression simple des échantillons traités avec 10% de chaux à 50°C

La figure 6.58 présente les courbes charges–déformations des essais de compression simple d'échantillons traités avec 10% de chaux après différents temps de maturation à 50°C. On observe l'augmentation importante des charges appliquées à la rupture après le premier jour de maturation et une diminution des déformations de rupture.

- Evolution de la résistance à la compression simple

La figure 6.59 présente l'évolution de la résistance à la compression simple avec le temps de maturation des échantillons d'Impersol traités à la chaux (2 – 20%) et mûrés 50°C.

Les résultats montrent une augmentation rapide de la résistance dans les premiers jours et une poursuite de l'augmentation avec le temps de maturation notamment pour les forts pourcentages de chaux ajoutée.

Ces observations rejoignent celles notées sur les courbes de l'Impersol traité et maturé à 20°C avec une différence marquée dans la cinétique de l'augmentation de la contrainte de compression : la cinétique est plus forte lorsque la température de maturation passe de 20°C à 50°C. Ainsi, à titre d'exemple, après seulement 1 jour de maturation, la résistance mécanique est de 950 à 1550 kPa avec l'ajout de 6 et 10% de chaux respectivement, et après 1 an, ces contraintes atteignent 3030 et 4360 kPa pour ces mêmes proportions de chaux.

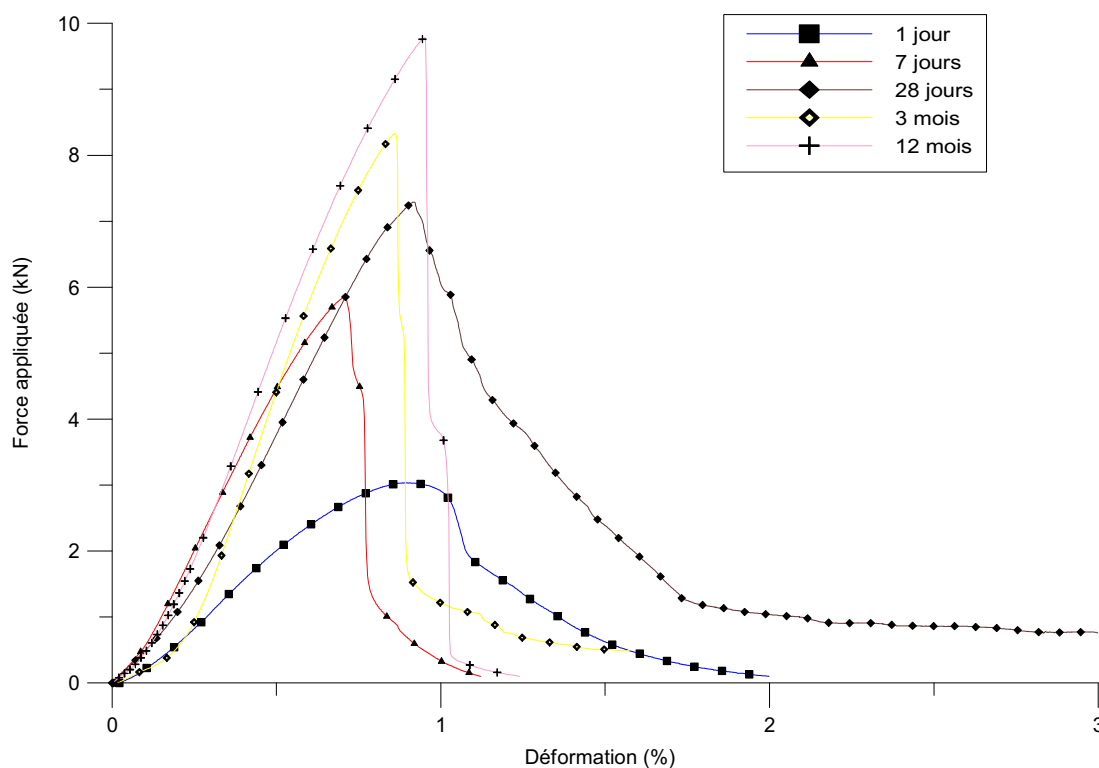


Figure 6.58 : Courbes contrainte-déformation pendant l'essai de compression simple des échantillons d'Impersol traité avec 10% de chaux après différents temps de maturation à 50°C

- Evolution du module de Young

La figure 6.60 présente l'évolution du module de Young avec le temps de maturation des échantillons d'Impersol traités avec différents pourcentages de chaux et maturés à 50°C. La tendance observée sur ses courbes est similaire à celle de l'évolution du module de Young lors de la maturation à 20°C. Cependant, l'augmentation de ce module qui représente la rigidité « élastique » de l'Impersol traité est nettement plus rapide avec le temps de maturation pour les différentes quantités de chaux ajoutées. A titre d'exemple, lorsque la

maturation est à 50°C, le module de Young atteint l'asymptote (valeur maximale) dans les 7 premiers jours pour les 6% de chaux, dans les 28 jours pour les 8 % de chaux, et après 90 jours pour les 10 et 20% de chaux, le module atteint l'asymptote dans les 90 jours. Lorsque la maturation est à 20°C, il faut plus que 90 jours pour tous les échantillons quelque soit le pourcentage de chaux afin que le module de Young « maximal » soit atteint.

L'analyse des résultats obtenus s'appuie sur les réactions chaux–argile qui sont largement accélérées à cette température de maturation (50°C) permettant ainsi de former plus de liaison entre les particules (plus de cohésion) grâce aux hydrates formés par la réaction pouzzolanique. L'analyse par DRX indique la formation d'hydrate CAH dans la première semaine pour les échantillons traités avec > 6% de chaux et la formation d'un autre hydrate CSAH après 7 jours. Avec la maturation, la formation de CSAH se poursuit et une partie de CAH formé initialement se transforme en CSAH après 3 mois de maturation. Donc, l'augmentation de la résistance est liée à la progression de la formation de ces deux hydrates avec le temps. Enfin, il semble d'après les résultats que le CSAH induit plus de rigidité que le CAH.

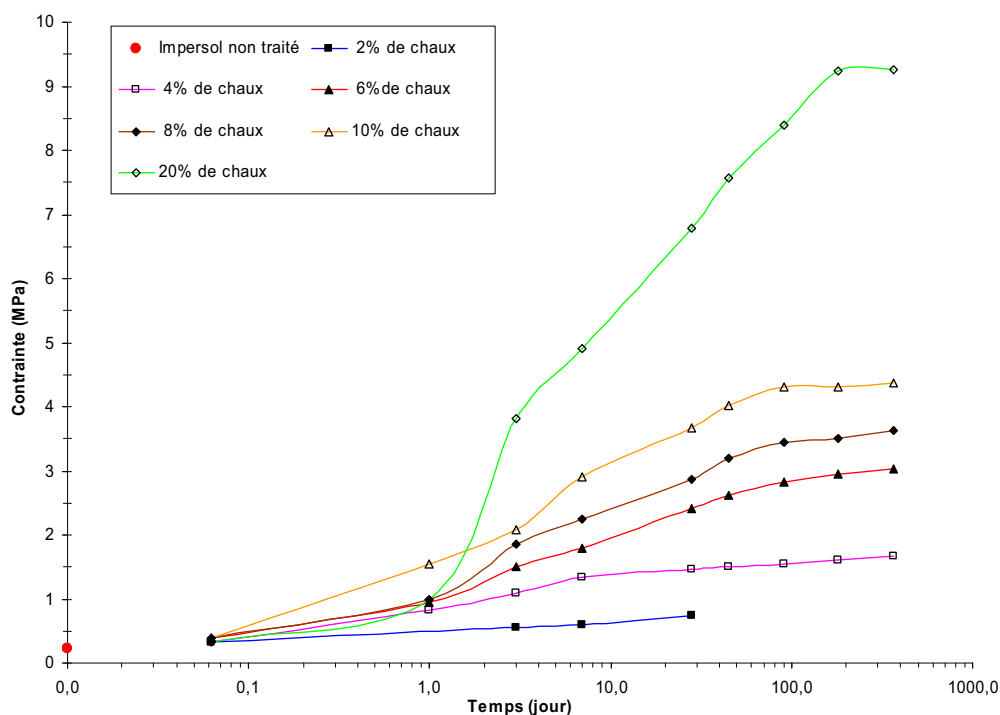


Figure 6.59 : Evolution de la résistance à la compression simple des échantillons d'Impersol traité à la chaux (2 – 20%) avec le temps de maturation à 50°C

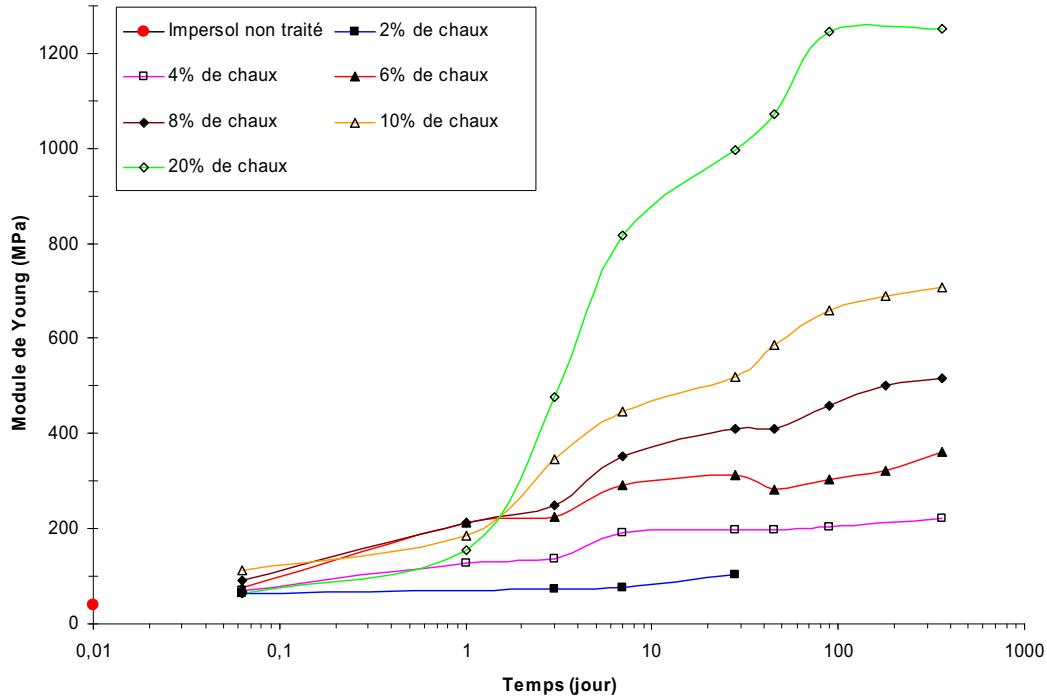


Figure 6.60 : Evolution du module de Young des échantillons d'Impersol traité à la chaux (2 – 20%) avec le temps de maturation à 50°C

6.2.9.3. Effet de la température de maturation sur l'évolution de la résistance :

Pour montrer l'influence de la température de mûrissement sur le développement de la résistance, on présente (figure 6.61) les courbes contrainte – pourcentage de chaux ajoutée pour deux temps (28 jours et 1 an) pour la maturation à 20°C et trois temps (7 jours, 28 jours et 1 an) pour la maturation à 50°C. On observe clairement sur cette figure que par exemple, pour les pourcentages de chaux $\geq 4\%$, la résistance mécanique obtenue après 7 jours à 50°C est supérieure aux résistances développées dans les échantillons traités après 1 année de maturation à 20°C. De plus, les résistances mécaniques continuent à augmenter avec le temps de maturation à 50°C notamment pour les forts pourcentages de chaux ajoutée. Ces résultats sont similaires à ceux obtenus par Bell (1996) et Arabi et Wild (1986).

Dans les deux cas de maturation à 20°C et à 50°C, les valeurs maximales de la contrainte de compression simple suivent globalement une relation linéaire avec le pourcentage de chaux ajoutée (figure 6.62). Cependant, la pente de la droite $[\sigma_c - \%chaux]$ est deux fois plus élevée lorsque la maturation passe de 20°C à 50°C. Ceci témoigne de l'accélération de la réaction pouzzolanique avec l'augmentation de la température.

Les formations des hydrates CAH puis CSAH, et donc les transformations minéralogiques, avec l'augmentation de la température de maturation expliquent le comportement mécanique de l'Impersol lors des essais de compression simple.

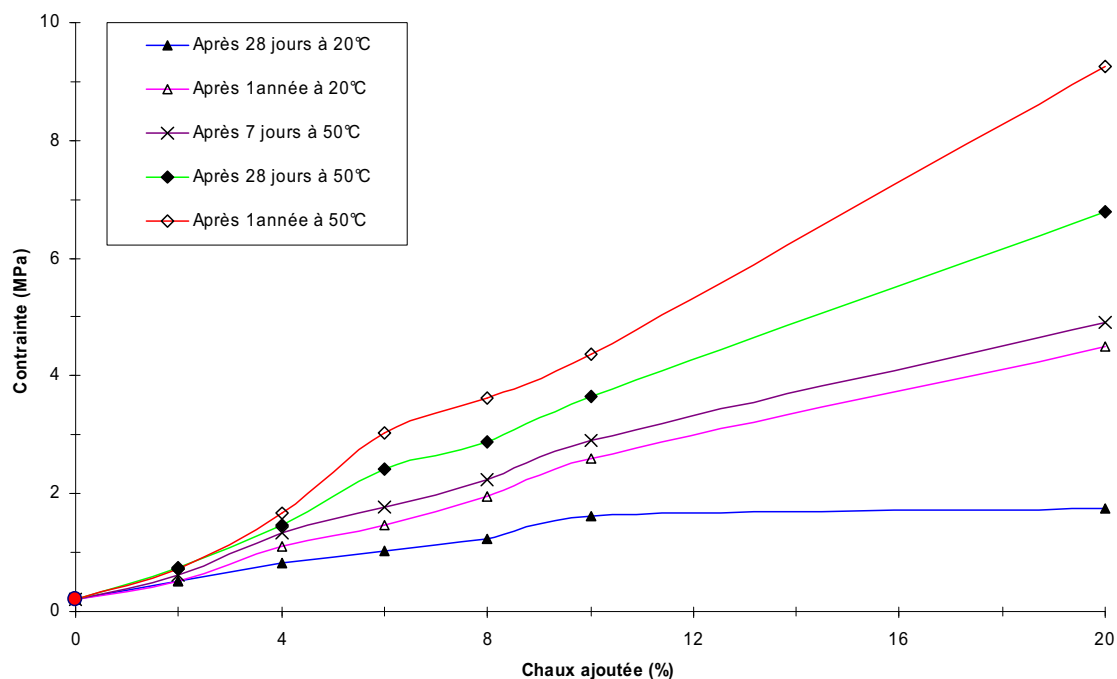


Figure 6.61 : Résistance à la compression simple des échantillons d'Impersol traité à la chaux (2 – 20%) après 28 jours et 1 année à 20°C et après 7, 28 jours et 1 année à 50°C

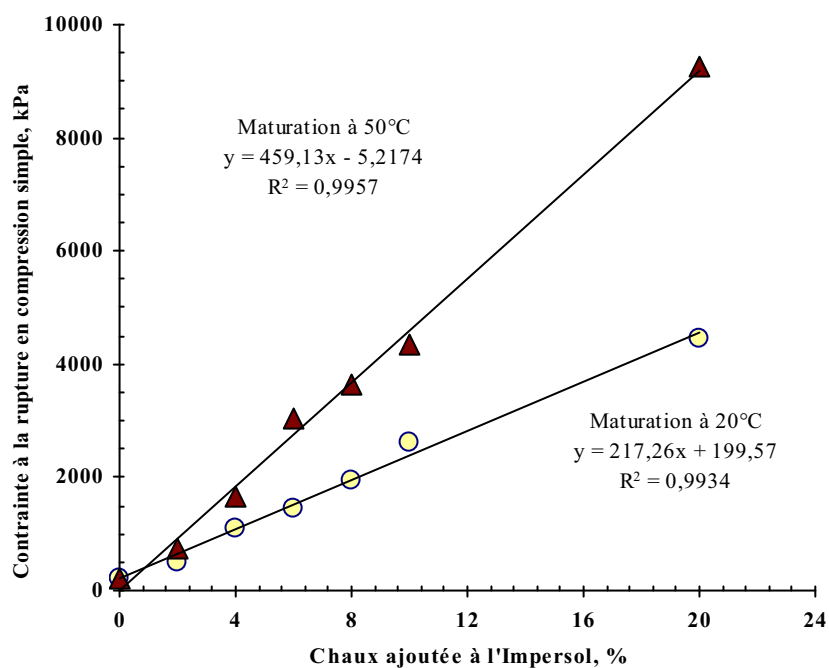


Figure 6.62 : Résistances à la compression simple des échantillons d'Impersol traité à la chaux (2 – 20%) après 1 année de maturation à 20°C et 50°C

6.2.10. Effet de la chaux sur la vitesse de propagation du son

6.2.10.1. Impersol traité et mûré à 20°C

La figure 6.63 présente l'évolution de la vitesse de propagation du son avec le temps de maturation des échantillons d'Impersol traité à 20°C pour différents pourcentages de chaux ajoutée (2 – 20%). Les résultats montrent que les vitesses du son de l'Impersol traité augmentent avec la quantité de chaux ajoutée et du temps de maturation. Ce comportement est similaire à celui observé pour l'évolution de la résistance à la compression simple avec le temps de maturation et aux résultats obtenus par Locat et Beauséjour (1987).

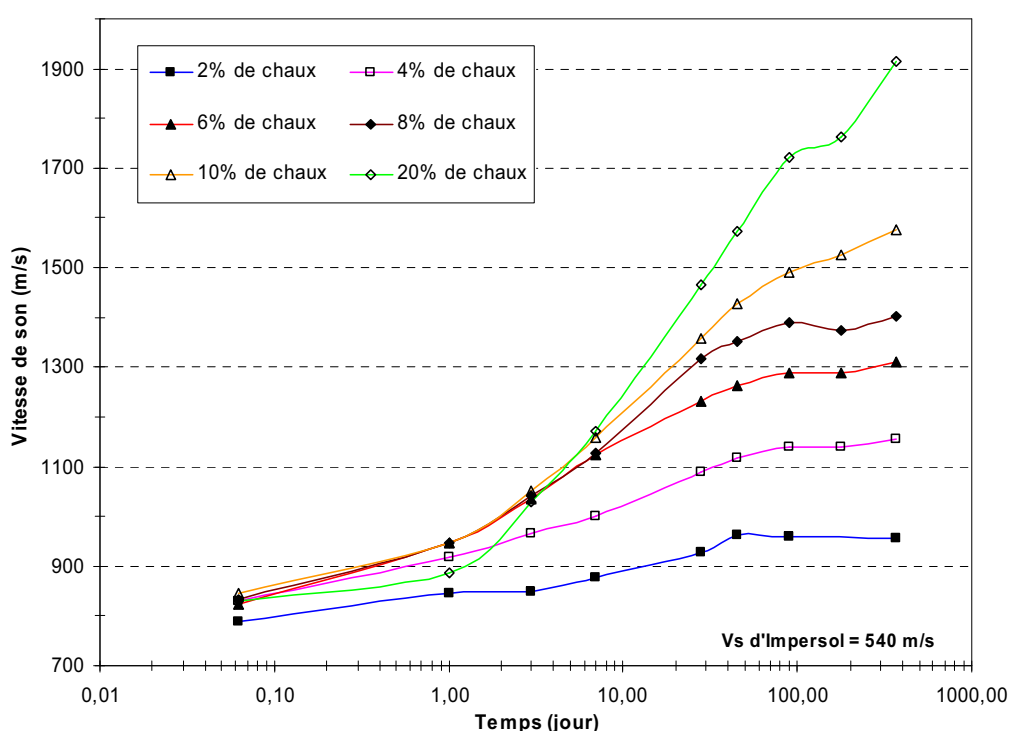


Figure 6.63 : Evolution de la vitesse du son des échantillons d'Impersol traité à la chaux (2 – 20%) avec le temps de maturation à 20°C

On constate que la vitesse du son augmente immédiatement avec l'incorporation de la chaux dans l'Impersol (dès 1,5 heure). Après sept jours de maturation, la vitesse du son des échantillons traités augmente de 540 m/s (valeur de l'Impersol non traité) à 875 et 1000 m/s avec l'addition de 2 et de 4% de chaux respectivement. Pour des quantités élevées de chaux ajoutée, une augmentation limitée de la vitesse de son est obtenue à court terme (1120 et 1170 m/s pour 6 et 20% de la chaux). Ce comportement s'explique par l'effet limité des actions immédiates de la chaux (échange de cations et floculation-agglomération).

Avec la maturation, on observe une augmentation importante de la vitesse du son en fonction de la quantité de chaux ajoutée : plus le pourcentage de chaux est important, plus la vitesse du son mesurée est élevée. Après 90 jours de maturation, les vitesses du son se stabilisent pour les échantillons traités avec $\leq 8\%$ de chaux. Pour des quantités plus importantes de chaux ajoutée (10 et 20%), les vitesses du son continuent à augmenter jusqu'à 1 an de maturation et atteignent 1580 et 1920 m/s, respectivement.

Les nombreux liens entre les particules créées grâce à la réaction pouzzolanique et aux nouveaux hydrates de cimentation améliorent la transmission d'ondes et par conséquent augmentent la vitesse du son avec la maturation et la proportion de chaux ajoutée dans l'Impersol traité.

6.2.10.2. Impersol traits et mûré à 50°C

La figure 6.64 présente l'évolution de la vitesse de propagation du son avec le temps de maturation des échantillons d'Impersol traités avec différentes quantités de chaux (2–20%) à la température de maturation de 50°C. Les premières mesures de la vitesse du son après le mélange (après 1,5 heure) ont été réalisées à température ambiante (20°C). On constate une augmentation immédiate de la vitesse de son: de 540 m/s pour l'échantillon de sol non traité à 830 – 850 m/s pour les échantillons de l'Impersol ayant de 4 à 10% de chaux. Avec le temps de maturation, on observe une augmentation forte et rapide de la vitesse du son. Globalement l'évolution des vitesses du son est similaire à celle observée sur la résistance mécanique en compression simple et confirment l'effet bénéfique et accélérateur de l'augmentation de la température de maturation.

6.2.10.3. Effet de la température de maturation sur la vitesse de propagation du son

Les résultats précédents montrent un accroissement de la vitesse du son due à l'accélération de la réaction pouzzolanique avec l'élévation de la température de mûrissement. Pour étudier l'effet de la température (20°C et 50°C), les vitesses du son après 1 mois et 1 an de maturation des échantillons d'Impersol traité sont présentées sur la figure 6.65.

On observe sur cette figure que les vitesses du son obtenues après 1 an à 20°C sont approximativement équivalentes à celles obtenues après seulement un mois de maturation à 50°C. Cependant, l'élévation de la température enduit seulement une accélération rapide de la vitesse du son mais les valeurs finales sont pratiquement identiques. Ces résultats suggèrent que l'effet des hydrates formés par la réaction pouzzolanique à chaque température sur la

vitesse du son est similaire. De plus, la vitesse du son dépend de la quantité de chaux ajoutée : plus la quantité de chaux ajoutée est importante, plus la vitesse du son est grande.

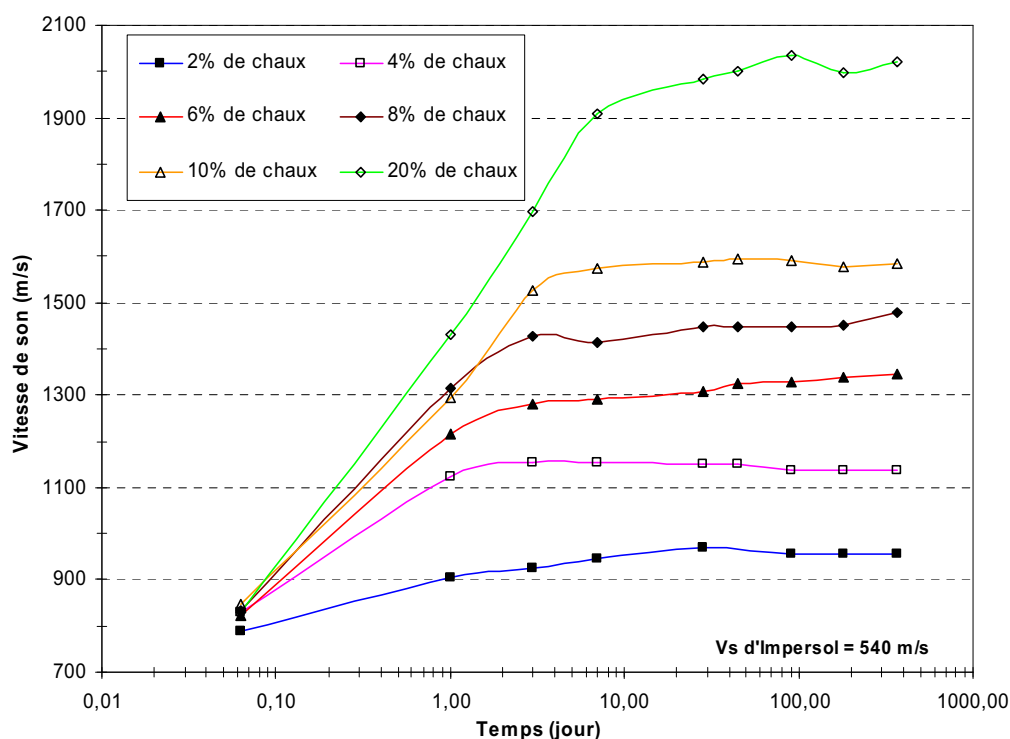


Figure 6.64 : Evolution de la vitesse du son des échantillons d'Impersol traité à la chaux (2 – 20%) avec le temps de maturation à 50°C

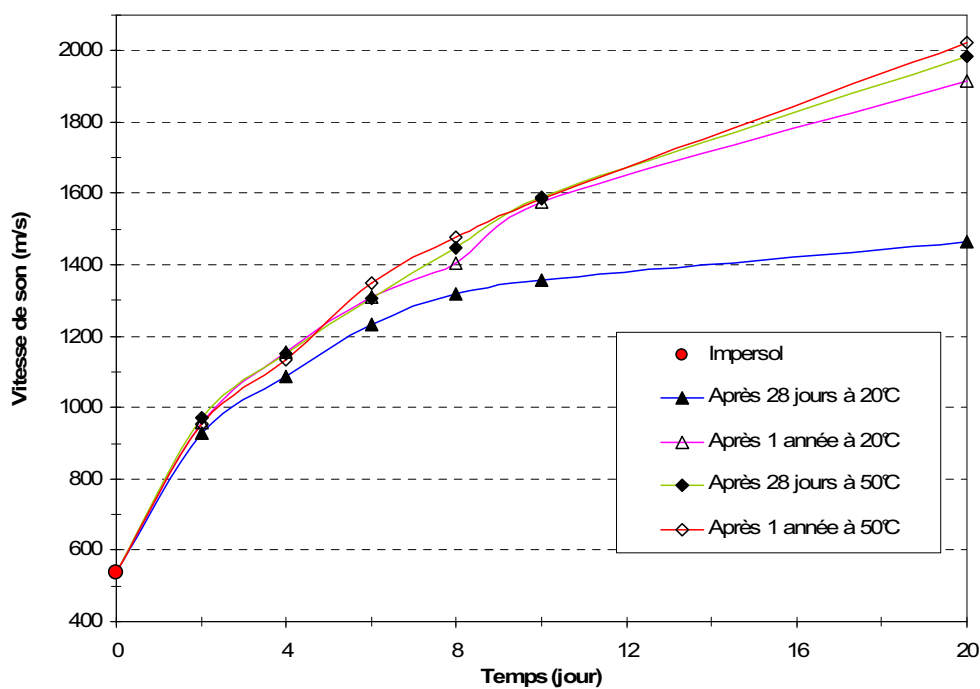


Figure 6.65 : Vitesses du son des échantillons des échantillons d'Impersol traité à la chaux (2 – 20%) après 28 jours et 1 an de maturation à 20°C et 50°C

6.2.11. Etude de la durabilité du traitement à la chaux lors des cycles de variation de l'humidité relative entre 20% et 98%

On a réalisé après 28 jours de maturation, 6 cycles de variation d'humidité (98%–20%–98%) sur des échantillons compactés d'Impersol traité avec 4, 6, 10 et 20% de chaux à 20°C et 50°C. Ces tests ont pour objectif de déterminer l'efficacité du traitement et de montrer l'effet du changement de l'humidité du milieu sur le comportement des sols traités. Les tests de durabilité sont effectués sur des échantillons compactés du sol non traité et traité de 40mm de diamètre et de 20mm de hauteur (voir protocole expérimental dans le chapitre I). Il convient de noter que les tests sont réalisés sans confinement latérale ni chargement verticale. Ceci peut correspondre au comportement des sols se trouvant sur les hauts du bord des remblais.

Le premier cycle appliqué commence par l'imposition d'une humidité relative de 20% pendant 24h et d'un maintien de cette humidité pendant 24h suivi d'une augmentation progressive et linéaire durant 24h de l'humidité jusqu'à 98% puis une stabilisation de cette valeur durant encore 24h avant de commencer un cycle suivant identique (paragraphe 1.2.2.11 –chapitre 1).

La progression de la réaction pouzzolanique pour les échantillons traités à température ambiante (20°C) avec le temps montre que cette réaction n'est pas finie dans un délai de 28 jours : elle progresse jusqu'à 6 mois de maturation pour les forts dosages de la chaux ajoutée (10 et 20%). En revanche, une activité pouzzolanique importante s'est développée lors des 28 premiers jours lors de la maturation à 50°C. Ainsi, les essais de cyclage accéléré sur les échantillons traités et maturés à 50°C permettent d'étudier la durabilité du traitement à la chaux.

6.2.11.1. Impersol traité et mûré à température ambiante (20°C)

- Evolution de la teneur en eau (w) lors des cycles

La figure 6.66 donne l'évolution de la teneur en eau des échantillons traités avec différents pourcentages de chaux à la fin des deux phases des 6 cycles de variation de l'humidité. On observe sur cette figure :

1. Des teneurs en eau (w) à la fin de chaque phase de cycle inférieures à la teneur en eau initiale des échantillons au début des cycles (w de préparation à l'OPN= 40,5%).

2. Une désorption importante lors de la première phase de dessiccation. Les teneurs en eau diminuent de pratiquement 2/3 lors des cycles imposés.
3. Des faibles variations des teneurs en eau ($\leq 5\%$) sont observées lors de variation de l'humidité (de 20 à 98% et de 98% à 20%) dans tous les échantillons traités.

Ces résultats montrent une absorption – désorption similaire dans tous les échantillons traités étudiés lors de la variation de l'humidité (de 20 à 98% et de 98% à 20%). Ce comportement est attribué à la forte réduction du gonflement (gonflement éliminé pour les échantillons traités avec des quantités de chaux $\geq 6\%$) et aux conditions des essais réalisés. En effet, il semble que le temps imposé lors des cycles est insuffisant pour induire intégralement l'humidité relative de l'enceinte dans les échantillons. La comparaison des teneurs en eau dans les échantillons à la fin des cycles imposés avec celles de la courbe de rétention d'eau des échantillons traités (figure 6.32) suggère clairement que les humidités imposées ne semblent pas stabilisées dans les échantillons. Ainsi, les teneurs en eau mesurées en fin des cycles correspondent à une humidité d'environ 33% au lieu de 20% et de 80% au lieu de 98%.

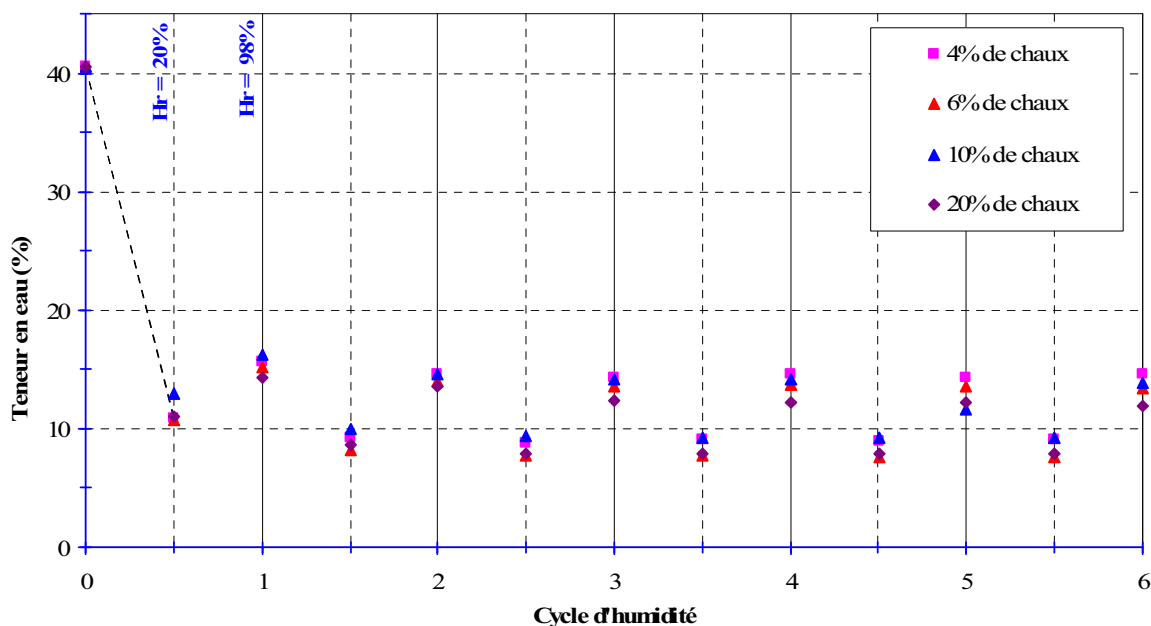


Figure 6.66 : Variations de la teneur en eau (w) lors des 6 cycles d'humidité imposés (20% - 98%) aux échantillons d'Impersol traité avec 4, 6, 10 et 20% de chaux après 28 jours de maturation à 20°C

- Evolution des variations volumiques (ΔV) lors des cycles

La figure 6.67 donne l'évolution des variations volumiques (ΔV) des échantillons traités avec différents pourcentages de chaux (4–20%) à la fin des deux phases (20 à 98%) des 6 cycles d'humidité.

On observe sur cette figure que :

1. La teneur en eau dans tous les échantillons diminuent fortement lors de la première phase des cycles. En revanche, des faibles variations des teneurs en eau ($\leq 5\%$) sont obtenues lors de la variation de l'humidité (de 20 à 98% et de 98% à 20%).
2. Les échantillons montrent des réductions du volume avec 20% d'humidité et des augmentations légères du volume avec 98% d'humidité.
3. Les variations volumiques (ΔV) principales sont mesurées lors du premier cycle d'humidité alors qu'aux cycles suivants, les (ΔV) varient peu. En effet, l'amplitude des variations de volume est presque constant pour chaque pourcentage de chaux ajoutée, ce qui s'explique par une absorption–désorption quasi identique.
4. Environ 15% des déformations volumiques mesurées lors de la première phase du premier cycle (HR= 20%) pour tous les échantillons traités sont réversibles lors de la poursuite des cycles d'humidité appliqués.
5. L'augmentation de la quantité de chaux ajoutée induit moins de variations volumiques. Aussi, les déformations réversibles diminuent avec l'augmentation du pourcentage de chaux.

La diminution du volume des échantillons est due au retrait volumique associée au départ de l'eau dans l'échantillon lors de la dessiccation (HR= 20%) et l'augmentation du volume est liée à l'absorption d'eau lors l'imposition de 98% d'humidité. L'absorption d'eau dans les échantillons traités est attribuée à l'absorption inter-particulaires et inter-lamellaires. La quantité d'eau absorbée lors des cycles d'humidité est faible car le gonflement est complètement éliminé dans les 28 jours de maturation pour les échantillons traités avec des pourcentages de chaux $\geq 6\%$. Ainsi, les variations volumiques des échantillons traités sont limitées lors des cycles d'humidité imposés. En revanche, les échantillons présentent des signes de fissurations induites par le départ d'eau et la diminution de la rigidité.

La diminution de (ΔV) avec l'augmentation du pourcentage de chaux ajoutée est due aux changements de taille et d'organisation (augmentation du frottement) provoqués par

l'échange cationique et à la formation des liens de cimentation (augmentation de la cohésion) qui améliorent la rigidité des sols et réduisent la déformabilité. Plus la quantité de chaux ajoutée est importante ; plus la rigidité des échantillons traités est importante et moins les variations volumiques sont fortes. On observe sur la figure 6.67 que 10, 25 et 35% des ΔV mesurés sur des échantillons traités avec 4% de chaux sont éliminés lorsqu'on ajoute 6, 10 et 20% de chaux respectivement.

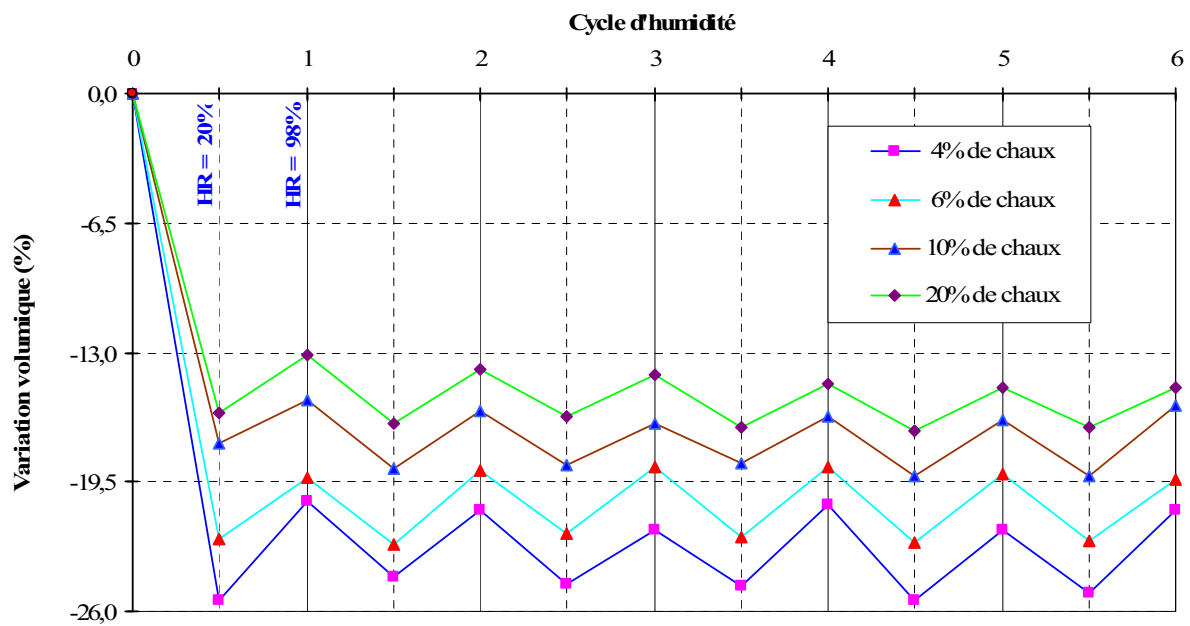


Figure 6.67 : Variations volumiques (ΔV) lors des cycles d'humidité imposés aux échantillons d'Impersol traité avec 4, 6, 10 et 20% de chaux après 28 jours de maturation à 20°C

- Variations longitudinales (ΔH) des échantillons lors des cycles

Les variations longitudinales (figure 6.68) des échantillons traités pendant les cycles sont analogues aux variations volumiques. Ainsi, les ΔH diminuent lorsque les pourcentages de chaux ajoutée augmentent et les amplitudes des variations restent identiques au delà du premier cycle d'humidité relative appliquée. L'analyse des résultats obtenus montrent que le rapport entre ΔV et ΔH est pratiquement constant (2,2 – 2,4), ce qui démontre un comportement avec des variations volumiques uniformes dans toutes les directions pour tous les échantillons traités.

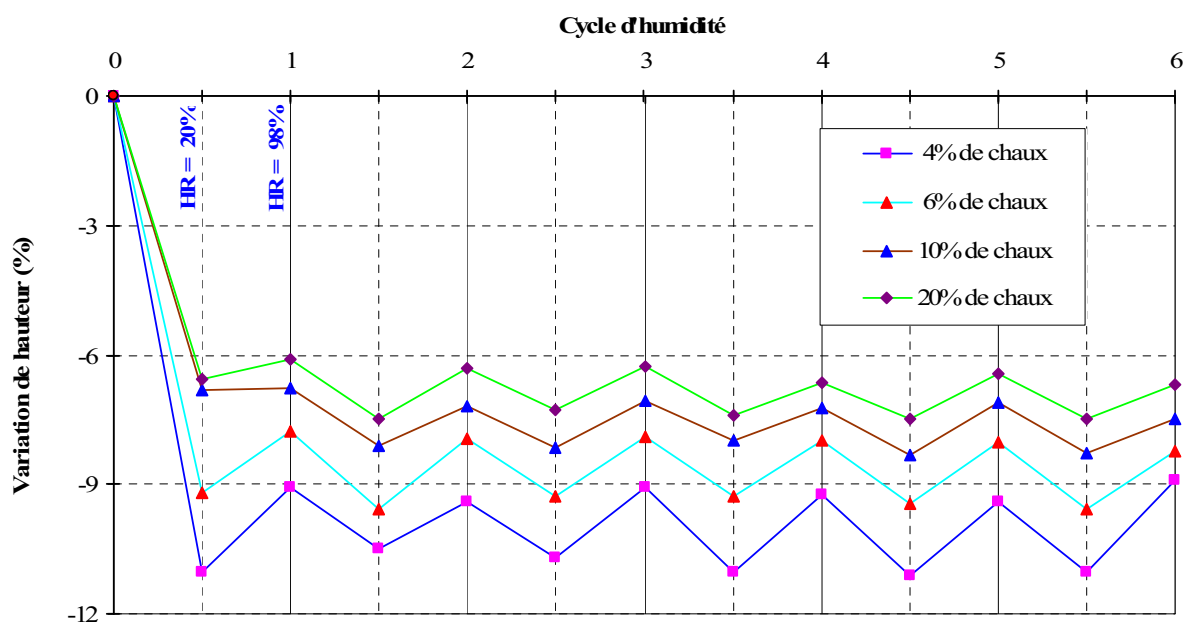


Figure 6.68 : Variations de hauteur (ΔH) lors des cycles d'humidité imposés aux échantillons d'Impersol traité avec 4, 6, 10 et 20% de chaux après 28 jours de maturation à 20°C

6.2.11.2. Impersol traité et mûré à 50°C

Les variations de la teneur en eau, ainsi que les variations volumiques et longitudinales des échantillons traités avec différents pourcentages de chaux après 28 jours de maturation à 50°C lors des cycles d'humidité de 20 à 98% sont données sur les figures 6.69, 6.70 et 6.71.

On constate que l'évolution de la teneur en eau, de (ΔV) et de (ΔH) avec les cycles d'humidité imposés aux échantillons traités à 50°C est analogue mais que les variations de (ΔV) et (ΔH) sont plus faibles que celles observées sur les échantillons mûrés à 20°C.

On constate ainsi que :

1. Les déformations (ΔV) et (ΔH) réversibles sont de l'ordre de 10% pour les échantillons traités avec 10 et 20% de chaux et de l'ordre de 15% pour les échantillons traités avec 4 et 10% de chaux (proche de celles observées lors de la maturation à 20°C).
2. Les déformations (ΔV) et (ΔH) diminuent lors des cycles imposés avec l'addition des forts dosages en chaux. Ainsi, l'augmentation de la quantité de chaux ajoutée de 4 % à 6 % entraîne une diminution des déformations volumiques (ΔV) de 22%. Lorsque l'addition de la chaux est de 10–20%, la diminution des déformations atteint 45%. Les (ΔH) des échantillons traités avec 4% diminuent de 27, 45 et 55% lorsque la quantité de chaux augmente à 6, 10 et 20% respectivement.

Ce comportement est dû à l'augmentation de la quantité de liens de cimentation formés issues de la réaction pouzzolanique à cette température de maturation (50°C) notamment avec les forts dosages en chaux.

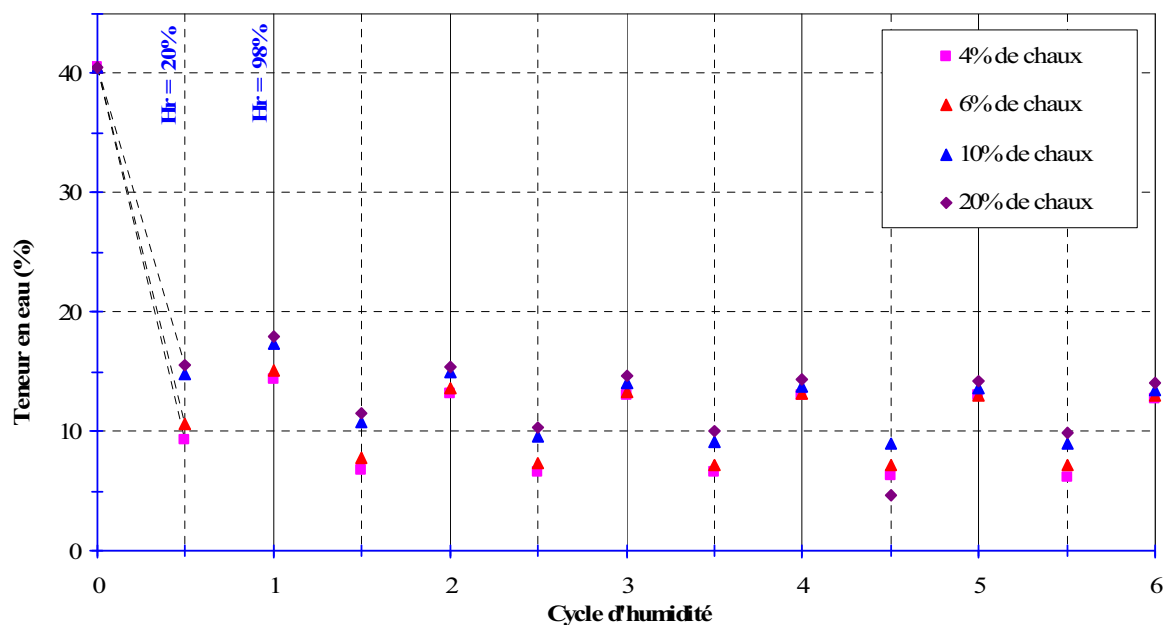


Figure 6.69 : Variations de la teneur en eau lors des cycles d'humidité imposés aux échantillons d'Impersol traité avec 4, 6, 10 et 20% de chaux après 28 jours de maturation à 50°C

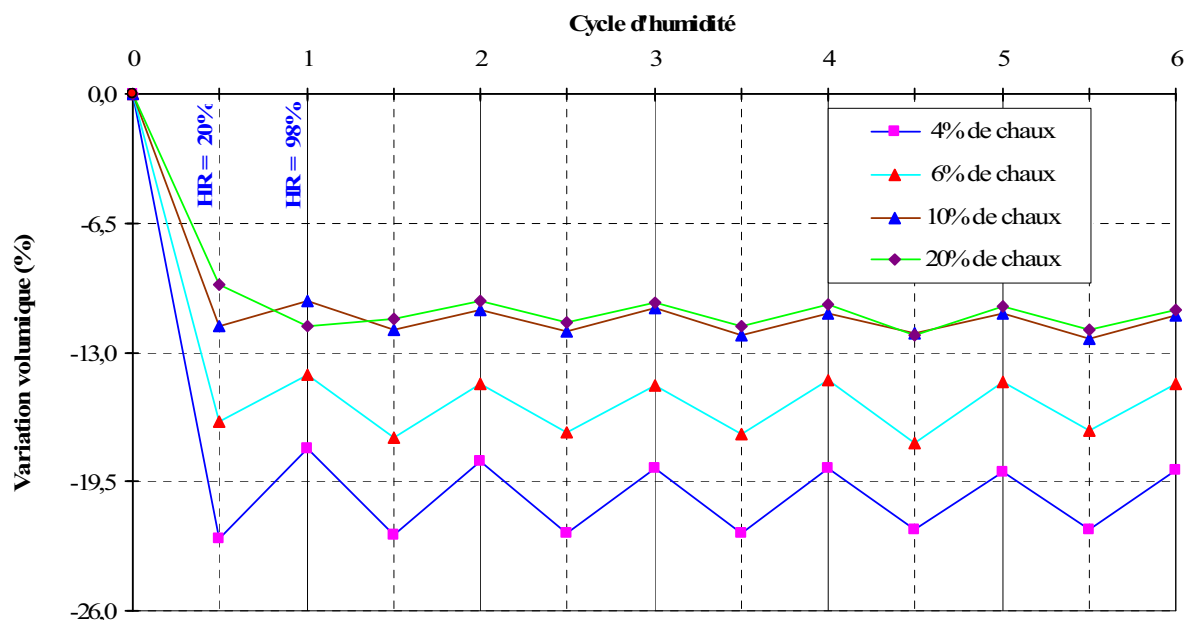


Figure 6.70 : Variations volumiques (ΔV) lors des cycles d'humidité imposés aux échantillons d'Impersol traité avec 4, 6, 10 et 20% de chaux après 28 jours de maturation à 50°C

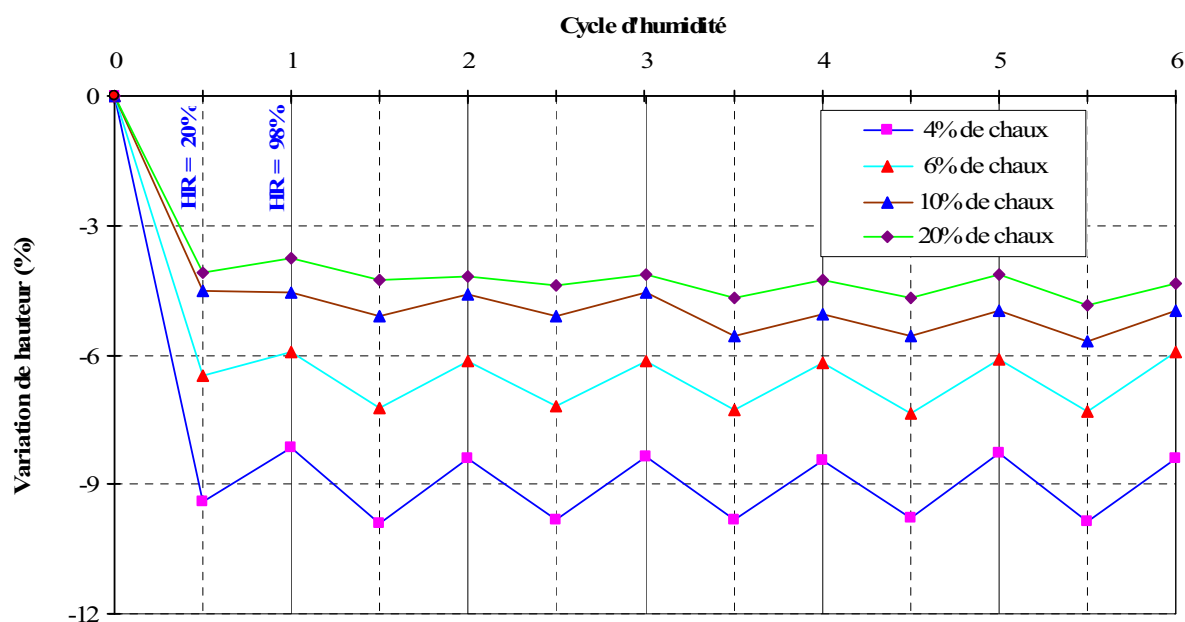


Figure 6.71 : Variations de hauteur (ΔH) lors des cycles d'humidité imposés aux échantillons d'Impersol traité avec 4, 6, 10 et 20% de chaux après 28 jours de maturation à 50°C

6.2.11.3. Bilan et discussion

Les résultats précédents montrent que les variations volumiques et longitudinales pour les deux phases de l'humidité restent approximativement constantes pour tous les cycles.

Le tableau 6.2 présente les (ΔV) et (ΔH) obtenus à HR= 20% à la fin des cycles imposés dans les échantillons traités à 20°C et 50°C. A cette humidité, le sol subit des variations volumiques et longitudinales les plus marquées. Cet état de dessiccation implique des déformations maximales dans les sols traités permettant d'adopter un dosage optimal en chaux pour un traitement durable.

Les résultats montrés dans le tableau 6.2 permettent de constater que :

- les (ΔV) et (ΔH) diminuent de pratiquement 1/3 lorsque le pourcentage de chaux passe de 4 à 10–20% (peu de variations sont observées entre ces deux pourcentages de chaux).
- les (ΔV) et (ΔH) diminuent de 10% avec 4% de chaux lorsque la température de maturation passe de 20°C à 50°C. Cette diminution est triplée ($\cong 30\%$) pour 10 et 20% de chaux ajoutée.
- Le rapport ($\Delta V/\Delta H$) est pratiquement constant (2,2–2,4), ce qui démontre une homogénéité et une uniformité des déformations des échantillons.

Enfin, les résultats de cette étude montrent que les échantillons traités ont un comportement similaire qui se traduit par une amélioration importante des variations volumiques et longitudinales lorsque la maturation est réalisée à 50°C. De plus, les déformations des échantillons diminuent avec le pourcentage de chaux. En effet, les échantillons traités sont sujets à des faibles variations de teneur en eau (peu d'amplitude d'absorption-désorption), ce qui suggère une bonne durabilité du traitement des sols argileux à la chaux.

Tableau 6.2 : Variations volumiques (ΔV) et longitudinales (ΔH) en fin de cycles d'humidité imposée dans les échantillons traités à la chaux, maturés durant 28 jours à 20°C et 50°C

ΔV ou ΔH	Chaux, %			
à la fin des cycles d'humidité imposée (HR finale =20%)	4%	6%	10%	20%
ΔV (%) à 20°C	25,1	22,4	19,2	16,8
ΔV (%) à 50°C	21,9	17,0	12,3	11,9
% de réduction (50°C : 20°C)	13	24	36	29
ΔH (%) à 20°C	11,0	9,6	8,3	7,5
ΔH (%) à 50°C	9,9	7,3	5,7	4,9
% de réduction (50°C : 20°C)	10	24	31	35
$\Delta V/\Delta H$ à 20°C	2,3	2,3	2,3	2,2
$\Delta V/\Delta H$ à 50°C	2,2	2,3	2,2	2,4

6.3. Conclusion

L'ensemble des propriétés géotechniques de l'Impersol traité à la chaux change sensiblement. Ces modifications sont importantes pour des dosages en chaux $\geq 6\%$, ce qui confirme les données obtenues grâce aux suivis des processus physicochimiques de la réaction chaux argile. Le tableau 6.3 récapitule les principales propriétés de l'Impersol non traité et traité avec $\geq 6\%$ de chaux après 28 jours de maturation à 20°C. Le comportement du sol traité après 28 jours de maturation à 20°C pourrait être assimilé au comportement du sol traité à la chaux à court terme.

On constate sur le tableau 6.3 que :

- Un dosage en chaux d'environ 6% de chaux est suffisant et optimal pour modifier considérablement les propriétés géotechniques de l'Impersol. Ainsi l'ajout de 6% de chaux à ce sol argileux fortement plastique provoque les changements suivants :
 - son indice de plasticité diminue de pratiquement de 2/3 et s'approche ainsi des sols généralement utilisables « workable » in-situ dans les travaux de génie civil.
 - sa capacité d'échange cationique diminue fortement, ce qui assure une stabilité quant aux modifications ultérieures des propriétés physicochimiques de l'Impersol.
 - sa pression de gonflement est pratiquement nulle et sa perméabilité augmente fortement. Ces deux propriétés assimilent l'Impersol traité à un sol granulaire.
 - sa résistance à la compression est multipliée par 5 et son indice de compressibilité est réduit de 40%, ce qui lui procure des propriétés mécaniques très élevées et très intéressantes pour un emploi immédiat dès le traitement dans les travaux de Génie Civil.
 - sa vitesse du son augmente fortement entre 0% et 6% puis se stabilise jusqu'à 10% de chaux ajoutée. D'ailleurs, cette méthode de mesure peut être un indicateur de la valeur optimale de la chaux ajoutée à court terme. Cela reste évidemment à confirmer par des données plus importantes sur plusieurs sols argileux.
 - son retrait linéaire est amélioré mais cette propriété n'affecte pas forcément le comportement à court terme. Le retrait linéaire est à observer à long terme car il s'améliore avec le développement de la réaction pouzzolanique.

Ce dosage en chaux ($\cong 6\%$) est proche de l'estimation proposée par Hill et Davidson (1960) de la consommation optimale (lime fixation point, Lm) en chaux à court terme pour des sols argileux composés majoritairement de montmorillonite. Dans leur relation, la quantité de chaux vive nécessaire pour un échange cationique complet dépend de la proportion d'éléments argileux ($< 2 \mu m$) dans le sol :

$$Lm(\%) = 1,25 + \% \prec 2\mu m / 35$$

Ainsi, pour l'Impersol qui contient 86% d'élément argileux, la quantité optimale aux réactions à court terme est de l'ordre de 3,7% de chaux vive et par conséquent de l'ordre de 4,9% de chaux hydratée. De plus, comme la chaux employée pour le traitement dans cette étude contient 6% de calcite. La consommation optimale (lime fixation point) selon la méthode de Hill et Davidson est d'environ 5,2% pour l'Impersol.

- L'amélioration apportée par un dosage de 10% et de 20% aux propriétés géotechniques après uniquement 28 jours de maturation à 20°C est très limitée par rapport à celle obtenue par l'ajout de 6% de chaux. De plus, de tels pourcentages (10–20%) utilisés dans cette étude ne sont pas réalistes quant à leur utilisation in-situ pour des raisons économiques.

Tableau 6.3 : Propriétés principales de l'Impersol non traité et traité avec 6, 10 et 20% de chaux après 28 jours de maturation à 20°C

Après 28 jours de maturation à température ambiante (20°C)				
Propriété	Impersol non traité	Impersol traité avec un dosage de chaux de :		
		6%	10%	20%
Indice de plasticité (IP)	170	65	60	50
Capacité d'échange cationique (meq/100 g de sol)	100	64	52	45
Pression de gonflement (kPa)	1060	6	0	0
Perméabilité ($\times 10^{-8}$ cm/s)	$10^{-6} - 10^{-1}$	6,2	9,4	8,4
Résistance à la compression simple (kPa)	210	1030	1620	1760
Indice de compressibilité	0,39	0,23	0,18	/
Potentiel de retrait linéaire (%)	14	12	10	9

Les propriétés liées à la plasticité et au gonflement sont réduites au minimum après 28 jours de maturation. C'est la raison pour laquelle elles ne sont pas citées dans le tableau 6.4 qui récapitule les propriétés modifiées après 3 mois et 1 an de maturation à 20°C de l'Impersol traité. Le comportement du sol traité après ces périodes de maturation pourrait être assimilé au comportement du sol traité à la chaux à long terme.

On constate sur le tableau 6.4 que :

- Après 3 mois de maturation, la perméabilité change peu avec 6% de chaux alors qu'elle diminue pour 10% et 20% de chaux ajoutées. Ce comportement est attribué au changement dans la texture (formation d'hydrates calciques qui combler les pores et réduisent la porosité) avec la maturation.

- Après 1 an de maturation à 20°C, la résistance mécanique s'améliore fortement. La résistance à la compression simple (kPa) de l'Impersol non traité est multipliée par 6, 11, et 17 lorsque la chaux ajoutée est de 6, 10 et 20% respectivement. Les résistances sont doublées par rapport aux valeurs précédentes lorsque la maturation est effectuée à 50°C grâce à l'accélération des processus physicochimiques de formations des nouveaux hydrates dont les quantités augmentent avec la teneur en chaux ajoutée.

Les propriétés mécaniques continuent ainsi à s'améliorer avec le temps de maturation en présence de la chaux lorsqu'on maintient le sol à l'abri de la dessiccation (pas ou peu de changement de la teneur en eau). Cette dernière condition est nécessaire à la poursuite de la réaction pouzzolanique qui est à l'origine des nouveaux hydrates calciques, de leurs développements avec le temps et la température de maturation.

- Après 1 an de maturation à 20°C, le potentiel de retrait est fortement diminué. Cette amélioration est d'autant plus accentuée que le pourcentage en chaux est important. Ainsi, le potentiel de retrait est diminué de 30%, 50% et 75% avec l'ajout de 6%, 10% et 20% de chaux.

Les améliorations observées sur le comportement hydromécanique de l'Impersol semblent indiquer que l'ajout de 10% de chaux est suffisant pour la stabilisation des propriétés géotechniques à long terme. Rappelons que cette stabilisation est liée principalement aux quantités d'hydrates calciques néoformés par la réaction pouzzolanique.

Enfin, les cycles d'humidité imposés entre 20% et 98% d'humidité relative ont montré des variations importantes au premier cycle, suivi de faibles variations volumiques des échantillons. Bien que le nombre de cycles soient limité, on peut constater que la durabilité du traitement est assurée dans ce domaine d'humidité.

Tableau 6.4 : Propriétés de l'Impersol non traité et traité avec 6, 10 et 20% de chaux après 3 mois de maturation à 20°C et après 1 année de maturation à 20°C et à 50°C

Propriété	Impersol non traité	Impersol traité avec un dosage de chaux			
		Temps de maturation	6%	10%	20%
Perméabilité ($\times 10^{-8}$ cm/s)	$10^{-6} - 10^{-1}$	3 mois	5.4	3.4	1.4
Potentiel de retrait linéaire, (%)	14	1 an	9.4	7.2	3.5
Résistance à la compression simple (kPa) à 20°C	210	1 an	1340	2240	3590
à 50°C	210	1 an	2030	4630	9260

Conclusion générale

Conclusion générale

L'objectif des recherches engagées dans cette thèse était d'étudier l'efficacité du traitement à la chaux pour des sols argileux et d'analyser le processus de réaction entre la chaux et l'argile.

Les diverses familles argileuses telles que la smectite, la kaolinite et l'illite sont présentes dans les sols étudiés. Le suivi du processus physico-chimique de la réaction chaux–argile et de ses effets texturaux et minéralogiques a été réalisé grâce aux techniques de la diffraction des rayons X, analyse thermogravimétriques, microscopie électronique à balayage et à transmission. Les effets sur le comportement hydromécanique ont été évalués par les mesures des propriétés géotechniques de l'Impersol traité avec différents pourcentages de chaux allant de 0% à 20% et avec la maturation à 20°C et à 50°C durant des périodes atteignant 1 an.

Le processus de réaction chaux–argile commence lors du malaxage de la chaux avec le sol en présence d'eau. La chaux se dissout dans l'eau et se trouve ainsi dans la porosité en contact avec les minéraux argileux du sol. Un échange cationique s'opère « instantanément » entre les ions de calcium de la chaux dissoute et les cations échangeables de l'argile. Cet échange consomme de la chaux, cette quantité est appelée la consommation de chaux à court terme (Instant Lime Consumption).

La capacité de remplacement dépend, entre autres choses, du type d'argile, de la nature des cations à remplacer et de la concentration des divers cations dans l'eau. Cependant, par ordre croissant de capacité d'échange croissant, les ions se classent « approximativement » comme suit : $\text{Li}^+ < \text{Na}^+ < \text{K}^+ < \text{Mg}^{++} < \text{Ca}^{++} < \text{Al}^{+++}$.

Cette réaction se caractérise ainsi :

- dans le cas de l'Impersol, les ions sodium de la smectite sont remplacés par les ions calcium de la chaux. Cet échange est satisfait ou « pratiquement » complet avec une consommation en chaux de l'ordre de 5%.
- dans le cas de l'argile verte à majorité illite (55%) avec 22% de kaolinite, comme dans le cas du KPsol, sol principalement kaolinite (83%), aucun échange cationique n'est détecté. La consommation à court terme en chaux est alors de 1% pour l'argile verte et nulle pour le KPsol.

- dans le cas de l'argile M, sol à majorité smectite (72%; avec un 15% d'illite) et l'argile A34 (mélange smectite, 38% et illite 40%), les cations échangeables pouvant être le magnésium et le calcium. La consommation à court terme en chaux est alors de 5% pour l'argile M et de 4% pour l'argile A34.

Qu'il y ait ou pas échange cationique, si la chaux dissoute dans l'eau est encore présente en quantité suffisante dans la porosité, elle fournit des cations de calcium et des hydroxyles qui réagissent avec les bords des minéraux argileux. Cette attaque des bords des particules par le milieu basique induit la dissolution de feuillets argileux et provoque la formation d'hydrates calciques. Ce processus, appelé réaction pouzzolanique, évolue lentement (peut durer des mois ou plus) avec les conditions de maturation (température et pourcentage de chaux disponible). A leurs formations, les nouveaux hydrates sont souvent sous forme de gel ; ils sont difficilement détectables par DRX. Cependant, par ATG, la présence des hydrates est estimée grâce à leurs signatures lors de la perte d'eau (nouvelles pertes entre 100 et 500°C).

L'augmentation de la température et de la quantité de chaux disponible améliore la cinétique de la réaction. Le processus semble se poursuivre très longtemps (des mois voire des années) et les hydrates formés initialement se transforment et se cristallisent. Par DRX et par ATG, l'évolution de la formation des hydrates calciques (gels ou cristaux) est suivie au cours de la maturation.

Les principales observations et analyses obtenues lors de cette recherche à l'échelle microscopique permettent ainsi de résumer les effets des réactions chaux–argile :

1. La formation des hydrates « aluminat de calcium, CAH » évolue avec le temps de maturation vers des hydrates « silico–aluminat calcique, CSAH » qui se forme probablement aux dépens du CAH. Ces hydrates se forment lorsque la quantité de chaux ajoutée est au-delà de la simple valeur nécessaire à l'échange cationique (chaux optimale à court terme).
2. Les modifications minéralogiques résultantes du traitement à la chaux montrent la formation de nouveaux hydrates à long terme :
 - à 20°C, le $\text{Ca}_3\text{Al}_2\text{O}_6 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ est détecté dans les deux sols traités (Impersol, KPsol).
 - à 50°C, en plus de l'hydrate précédent, il se forme le $\text{Ca}_3\text{Al}_2\text{SiO}_4 (\text{OH})_8$ dans l'Impersol et le $\text{Ca}_2\text{Al}_2\text{SiO}_7 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ dans le KPsol.

3. Pour tous les sols argileux étudiés, la maturation à 50°C entraîne une accélération de l'attaque des argiles par la chaux est en conséquence une augmentation des quantités d'hydrates formés (perte de masse entre 105 et 400/500°C).
4. On constate une destruction de feuillets argileux et l'apparition d'une nouvelle morphologie en bordure des particules. Cette morphologie est différente de celle de l'intérieur des particules et différente de la morphologie de l'argile non traitée. Ce matériau est amorphe avec une concentration atomique importante en calcium.
5. L'organisation des particules argileuses change avec le traitement et une couche semble enrober la surface des agrégats. Cette couche pourrait être constituée par les hydrates calciques formés par la réaction pouzzolanique. Ces hydrates semblent tapisser la surface des particules argileuses et assurent leurs liaisons.

Le processus et la cinétique des réactions chaux–argile dépendent du cation échangeable, de la quantité de chaux disponible, de la température de maturation, et de la structure atomique de l'argile : smectite, illite ou kaolinite. En effet, les consommations d'argiles pour le KPsol et l'agile verte sont moins importantes que pour l'Impersol, argile M et argile A34.

L'Impersol, sol argileux de type smectite sodique, présente un comportement mécanique très médiocre caractérisé par une forte plasticité, une faible résistance mécanique et un très fort gonflement. L'Impersol a fait l'objet d'une étude fine concernant son traitement à la chaux tant au niveau du processus réactionnel qu'au niveau des propriétés géotechniques induites. Le traitement de l'Impersol montre qu'un pourcentage de l'ordre de 5–6% de chaux apporte des modifications fortes et immédiates. Ainsi, la plasticité diminue de plus de 60%, le gonflement est éliminé et la résistance à la compression est multipliée par cinq. Ce pourcentage de 5–6% est une limite maximale de teneur en chaux à employer dans l'objectif d'améliorer à court terme les sols argileux les plus plastiques.

Les diverses familles argileuses identifiables dans la nature telles que la smectite, la kaolinite et l'illite, réagissent avec la chaux et forment des hydrates calciques. Le traitement modifie ainsi leur comportement et améliore leurs propriétés géotechniques.

Cette étude démontre que le traitement à la chaux d'un sol argileux extrêmement plastique et gonflant améliore fortement ses propriétés géotechniques. Par conséquent, tous les sols rencontrés in-situ peuvent être utilisés au maximum afin de s'approcher de l'objectif « zéro emprunt/zéro déchet » dans les travaux de terrassement routier.

L'estimation de la quantité optimale de chaux ajoutée à court terme s'appuie sur les propriétés géotechniques mesurées par les limites d'Atterberg ou un test de gonflement (amplitude ou pression), sur la mesure de pH ou de la CEC. Elle peut être déterminée grâce aux changements minéralogiques observés par diffraction des rayons X et quantifiés par analyse thermogravimétrique (ATG). Cette quantité optimale varie selon les minéraux argileux.

Afin d'étudier l'effet à long terme du traitement à la chaux (la cinétique de la réaction pouzzolanique est lente), une maturation à 50°C a été pratiquée. L'étude réalisée a montré qu'une maturation à 50°C accélère la cinétique de la réaction pouzzolanique et conduit à une consommation plus rapide de la chaux par rapport à une maturation à 20°C. Ceci permet ainsi de raccourcir les délais des essais à pratiquer en laboratoire et donc d'identifier le processus de la réaction chaux–argile et les propriétés géotechniques pour le long terme. Pour évaluer la quantité de chaux à apporter au sol pour une amélioration à long terme, le suivi de la résistance mécanique (compression simple) ou du retrait linéaire qui évolue avec le dosage et la maturation, peuvent être des indicateurs intéressants à l'échelle macroscopique du dosage recherché. Les modifications texturales et minéralogiques, notamment des nouveaux hydrates calciques générés par le traitement, sont investiguées par DRX, ATG et MEB et MET.

En général, avec le temps de maturation et la présence d'eau, la chaux continue à réagir et des hydrates calciques se forment dans les matériaux traités. Ainsi, en maintenant la teneur en eau du compactage à l'OPN, le traitement des sols argileux à la chaux est plus efficace dans les zones semi-arides (température de maturation élevée) que dans les zones à climat tempéré.

Dans une perspective de recherche, deux domaines méritent au moins d'être approfondis :

- La durabilité du traitement dans des conditions environnementales variées.

Cependant, si la quantité de chaux ajoutée dépasse la chaux nécessaire à l'échange cationique, on peut considérer que cette partie de la réaction ou du traitement est irréversible et donc durable.

- L'effet des perturbateurs de réaction sur l'efficacité du traitement.

Les remarques et les conclusions sont valables en cas d'absence de perturbateurs tels que les sulfates, les nitrates, les phosphates ou les matières organiques qui peuvent réagir avec les minéraux argileux. Les modifications induites dans le processus physico-chimique des réactions chaux-argile par les perturbateurs méritent de plus amples études afin de connaître leur rôle sur l'efficacité du traitement à la chaux des sols argileux.

Références bibliographiques

Listes des tableaux et figures

Annexes

Références bibliographiques

- Afès M, Didier G.** (2000): Stabilization of expansive soils: the case of clay in the area of Mila (Algeria), Bulletin of Engineering Geological Environment. vol. 59(1), pp 75 – 83.
- Alper S, Gozde I, Recep Y. H, Kambiz R.** (2006): Utilisation of a very high lime fly ash for improvement of Izmir clay. Building and Environment. vol. 42, n° 2, pp 150 – 155.
- Al-Rawas A.A, Hago A.W, Al-Sarmi H.** (2005): Effect of lime, cement and Sarooj (artificial pozzolan) on the swelling potential of an expansive soil from Oman. Building and Environment. vol. 40, n° 5, pp 681 – 687.
- Arabi M, Wild S.** (1986): Microstructural development in cured soil-lime composites. Journal of material science. vol. 21, pp 497 – 503.
- Arabi M, Wild S.** (1989): Property changes induced in clay soils when using lime stabilization. Municipal Engineer (London). vol.6, April, pp 85 – 99.
- Attoh–Okine N. O.** (1995): Lime treatment of laterite soils and gravels. Construction and Building Materials. vol. 9, n° 5, pp 283 – 287.
- Azouz F.Z.** (2006): Contribution à l'étude de la stabilisation chimique de quelques argiles gonflantes de la région de Tlemcen (Algérie). Mémoire de Magister de l'université de Tlemcen. 177p.
- Balogun L.A.** (1984): Influence of geological origin on the geotechnical properties of lime-stabilized laterites. International 8th Regional Conference for Africa on Soil Mechanics and Foundation Engineering, Harare. pp 355 – 362.
- Basma A.A, Tuncer E.R.** (1990): Effect of lime on volume change and compressibility of expansive clays. Transportation research record. n° 1295, pp 52 – 61.
- Beck K.** (2006): Etudes des propriétés hydriques et mécanismes d'altération des pierres calcaires à forte porosité. Thèse de doctorat de l'université d'Orléans. 266p.
- Bell F.G.** (1996): Lime stabilization of clay minerals and soil. Engineering Geology. vol. 42, n° 4, pp 223 – 237.
- Boardman D.I, Glendinning S, Rogers C.F.D.** (2001): Development of stabilization and solidification in lime–clay mixes. Géotechnique, pp 533 – 543.
- Cabane N.** (2004): Sols traités à la chaux et aux liants hydrauliques : contribution à l'identification et à l'analyse des éléments perturbateurs de la stabilisation. Thèse de doctorat de l'Ecole National Supérieur des Mines de St–Etienne. 173 p.
- Cabrera J.G, Nwakanma C.A.** (1979): Pozzolan activity and mechanism of reactions of red tropical soil–lime systems. Transportation Research Record. n° 702, pp 199 – 207.
- Cassia de Brito Galvao T, Elsharief A et Gustavo F.S.** (2004): Effects of lime on permeability and compressibility of two tropical residual soils. Journal of environmental engineering. vol. 130, n° 8, pp 881 – 885.

- Chen J, Thomas J, Hal F.W. Taylor, Hamlin M. Jennings.** (2004): Solubility and structure of calcium silicate hydrate. *Cement and Concrete Research*. vol. 34, pp 1499 – 1519.
- Clara H, Handy R.L.** (1963): Characteristics of lime retention by montmorillonitic clays. *Highway Research Record*. n° 29, pp 55 – 69.
- Clare K.E, Cruchley A.E.** (1957): Laboratory experiments in the stabilization of clays with hydrate lime, *Géotechnique*, vol. 7, pp 97 – 11.
- Clément C.** (1988): Etude de coulis hydrauliques pour la rétention de cations polluants : Pb, Cd, Hg, Sr, Cs. Thèse de doctorat de Ecole nationale supérieure des Mines (ENSM) de Paris.
- Delfaut A.** (1990) : Traitement à la chaux vive et au ciment des argiles plastiques du Sparnacien et de la région parisienne : étude de laboratoire. LCPC, n° 169, pp 16 – 20.
- Diamond S, Kinter E.B.** (1965): Mechanisms of soil-lime stabilization. *Highway Research Record*. n° 92, pp 83 – 102.
- Eades J.L, Grim R.E.** (1960): Reaction of hydrate lime with pure clay minerals in soil stabilization. *Highway Research Board Bulletin*. n° 262, pp 51 – 63.
- Eades J.L, Grim R.E.** (1966): A quick test to determine lime requirements for soil stabilization. *Highway Research Record*. n° 139, pp 61 – 72.
- Ferrage E, Tournassat C, Rinnert E, Lanson B.** (2005): Influence of pH on the interlayer cationic composition and hydration state of Ca–montmorillonite: Analytical chemistry, chemical modelling and XRD profile modelling study. *Geochimica and Cosmochimica Acta*. vol. 69, n° 11, pp 2797 – 2812.
- Glenn G R, Handy R.L.** (1963): Lime–clay mineral reaction products. *Highway Research Record*. n° 29, pp 70 – 82.
- Goldberg I, Klein A.** (1952): Some effects of treating expansive clays with calcium hydroxide. *ASTM Special. Publication*. n° 142. pp 53 – 71.
- GTR,** Traitement des sols à la chaux et /ou liants hydrauliques. Guide Technique (Janvier 2000). LCPC–SETRA. ISBN : 2-7208-3810-1
- Guney Y, Sari D, Cetin M, Tuncan M.** (2007): Impact of cyclic wetting–drying on swelling behavior of lime-stabilized soil. *Building and Environment*. vol. 42, pp 681 – 688.
- Heckel G et Wahab R.** (1996): soil stabilization utilizing alternative waste materials. *Proceeding of the materials engineering, 4th conference*. pp 318 – 327.
- Hill G.H, Davidon D.T.** (1960): Lime fixation in clayey soils. *Highway Research Board Bulletin*. n° 262, pp 20 – 32.
- Ingles O.G.** (1970): Mechanisms of stabilization with inorganic acid and alkalis. *Australian Journal of Soil Research*. vol. 8, pp 81– 95.
- Kaniraj S.R, Havanagi V.G.** (1999): Compressive strength of cement stabilized fly ash–soil mixtures. *Cement and Concrete Research*. vol. 29, pp 673 – 677.

- Khattab S.A.A.** (2002). Etude multi-échelles d'un sol argileux plastique traité à la chaux, Thèse de doctorat de l'université d'Orléans. 249 p.
- Khattab S.A.A, Al-Mukhtar M, Crespin M, Fleureau J.M, Bergaya F.** (2000): Stabilization of clayey soils with Lime: swelling capacity and microstructure changes. Proceedings of 3rd Int. Conference on Ground Improvement Techniques, Singapor, pp 209 – 216.
- Khattab S.A.A, Al-Mukhtar M, Fleureau J.M, Alcover J.F.A, Bergaya F.** (2001): Microstructure of a swelling clay treated with lime. Proceedings of the 15th Int. Conference on Soil Mechanics and Geotechnical Engineering, Istanbul-Turkey. vol. 3, pp 1771 – 1775.
- Khattab S.A.A, Al-Mukhtar M, Fleureau J.M.** (2002): Effect of initial suction on the swelling pressure and porosity of lime-stabilised clays. Proceedings of 3rd Int. Conference on unsaturated soils 10-13 march, Recife-Brazil, (A.A.Balkema Publishers, Unsaturated Soils, Jucà, de Campos & Marinho Editors, ISBN 90 5809 371 9). vol. 2, pp 605–609.
- Khattab S.A.A, Al-Mukhtar M, Fleureau J.M.** (2007): Long-term characteristics of a lime treated plastic soil. Journal of Materials in Civil Engineering. vol. 19, n° 4, pp 358 – 366.
- Konan K.L.** (2006): Interactions entre des matériaux argileux et un milieu basique riche en calcium. Thèse de doctorat de l'université de limoges. 144 p.
- Konan K.L, Peyratout C, Bonnet J.P, Smith A, Jacquet A, Magnoux P and Ayrault P.** (2007): Surface properties of kaolin and illite suspensions in concentrated calcium hydroxide medium. Journal of Colloid and Interface Science. vol. 307, n°1, pp 101 – 108.
- Laribi S, Audiguier M, Cojean R.** (2008): Assessing shrink/swell properties of two argillaceous soils from the Paris Basin: a comparison of cation exchange determination methods. Bulletin of Engineering Geology Environment. vol. 67, pp 415 – 424.
- Le Roux A.** (1969): Contribution à l'étude du traitement à la chaux des matériaux argileux. Thèse de doctorat Université des Sciences d'Orsay, 106 p.
- Little D.N.** (1996): Fundamentals stabilization soil lime. National Lime Association, Bulletin, No.332, Arlington, U.S.A, pp 1-20.
- Little D.N., Herbert B et Kunagalli S N.** (2005): Ettringite formation in lime-treated soils: establishing thermodynamic foundations for engineering practice. Journal of the transportation research board. n° 1936, pp 51 – 59.
- Locat J, André B.M, Choquette M.** (1990): Laboratory investigations on the lime stabilization of sensitive clays: shear strength development. Canadian Geotechnical Journal. vol. 27, pp 294 – 304.
- Locat J et Beauséjour N.** (1987): Crrélations entre des propriétés mécaniques dynamiques et statiques de sols argileux intacts et traités à la chaux. Canadian Geotechnical Journal. vol. 27, pp 328–334.
- Locat J, Tremblay H, Lerouel S.** (1996): Mechanical and hydraulic behavior of a soft inorganic clay treated with lime. Canadian Geotechnical Journal. vol. 33, n° 4, pp 654 – 669.

- McKallister L.D, Petry T.M.** (1992): Leach tests on lime-treated clays. *ASTM Geotechnical Testing Journal*. vol. 15, n°2, pp 106 – 114.
- Miller G.A, Azad S.** (2000): Influence of soil type on stabilization with cement kiln dust. *Construction and Building Materials*. vol. 14, pp 89 – 97.
- Mossa F.A, Taqieddin S.A, Mubeideen T.** (1989): Shear strength and swelling stabilization of unsaturated clayey soil using pozzolanic material. *Advanced in unsaturated geotechnics*, Denever, Colorado, Aug.5–8, sponsored by Geo-Institute of American Society of Civil Engineering, pp 276–288.
- Nalbantoglu Z, Gucbilmez E.** (2001): Improvement of calcareous expansive soils in semi-arid Environments, *Journal of Arid Environments*. vol. 47, pp 453 – 463.
- Nalbantoglu Z, Tuncer E.R.** (2001): Compressibility and hydraulic conductivity of chemically treated expansive clay. *Canadian Geotechnical Journal*. vol. 38, 154 – 160.
- Ola S.A.** (1977): The potentials of lime stabilization of lateritic soils. *Engineering Geology*. vol. 11, pp 305 – 317.
- Ormsby W.C, Kinter E.B.** (1973): Strength development and reaction products in lime–montmorillonite–water systems. *Public Roads*. vol. 37, n° 4, pp 136 – 148.
- Osinubi K.J et Nwaiwu C.M.O.** (2006): Compaction delay effects on properties of lime-treated soil. *Journal of materials in civil engineering*. vol.18, n° 2, pp 250 – 258.
- Peethamparan S, Olek J et Diamond S.** (2008): physicochemical behaviour of kaolinite clay treated with cement kiln dust. *Transportation research board 87th annual meeting*. 17p.
- Perret P.** (1977): Contribution à l'étude de la stabilisation des sols fins par la chaux: étude globale du phénomène et applications. Thèse de doctorat INSA de Rennes.
- Perret P.** (1979): Le traitement des sols fins à la chaux : II. Application pratique des nouvelles données expérimentales relatives à la stabilisation des sols fins à la chaux. *LCPC*, n°99, pp 97–101.
- Puppala A.J, Mohamed L.N et Aaron A.** (1996): Engineering behaviour of lime-treated Louisiana subgrade soil. *Transportation research record*. n° 1546, pp 24 – 31.
- Rajasekaran G.** (2005): Sulphate attack and intrtringite formation in the lime and cement stabilized marine clays. *Ocean Engineering*. vol. 32, pp 1133 – 1159.
- Rajasekaran G, Murali K, Srinivasaraghavan R.** (1997): Fabrication and mineralogical studies on lime treated marine clays. *Ocean Engineering*. vol. 24, n° 3, pp 227 – 234.
- Rajasekaran. G, Narasimha Rao. S.** (1996): Lime migration studies in marine clays. *Ocean Engineering*. vol. 23, n° 4, pp 325 – 355.
- Rajasekaran G, Narasimha Rao S.** (1997): The microstructure of lime–stabilization marine clay. *Ocean Engineering*. vol. 24, n°9, pp 867–878.
- Rajasekaran G, Narasimha Rao S.** (2002): Compressibility behaviour of lime-treated marine clay. *Ocean Engineering*. vol. 29, pp 545 – 559.

- Rajasekaran G, Narasimha Rao S.** (2002): Permeability characteristics of lime treated marine clay. *Ocean Engineering*. vol. 29, n° 2, pp 113 – 127.
- Rao S.M, Reddy B.V.V, Muttharam M.** (2001): The impact of cyclic wetting and drying on the swelling behaviour of stabilized expansive soils. *Engineering Geology*. vol. 60, pp 223 – 233.
- Rao S.M, Shivananda P.** (2001): Swelling behavior of lime–stabilized specimens after multiwetting and drying cycles. *Workshop in clay behaviour: chemo-mechanical coupling from nano–structure to engineering applications*. vol. 2, Italy, june.
- Rao S.M, Shivananda P.** (2005)–a: Compressibility behaviour of lime–stabilized clay. *Geotechnical and Geological Engineering*. vol. 23, n° 3, pp 309 – 319.
- Rao S.M, Shivananda P.** (2005) –b: Role of curing temperature in progress of lime-soil reactions. *Geotechnical and Geological Engineering*. vol. 23, n° 1, pp 79 – 85.
- Roger C.D.F et Boardman D.I et Papadimitriou G.** (2006): Stress path testing of realistically cured lime and lime/cement stabilized clay. *Journal of materials in civil engineering*. vol.18, n° 2, pp 259 – 266.
- Roger C.D.F, Glendinning S.** (1997): Improvement of clay soils in situ using lime piles in the UK. *Journal of engineering geology*. vol. 47, pp 243 – 257.
- Rogers C.D.F et Lee S.J.** (1994): Drained shear strength of lime–clay mixes. *Transportation research board*. n° 1440, pp 53 – 62.
- Tonož M.C, Gokceoglu C et Ulusay R.** (2003): A laboratory-scale experimental investigation on the performance of lime columns in expansive Ankara (Turkey) clay. *Bulletin of engineering geological environment*. n° 62, pp 91–106.
- Tremblay H, Leroueil S, Locat J.** (2001): Mechanical improvement and vertical yield stress prediction of clayey soils from eastern Canada treated with lime or cement. *Canadian Geotechnical Journal*. vol. 38, pp 567 – 579.
- Tuncer E.T et Basma A.A.** (1991): strength and stress–strain characteristics of a lime–treated cohesive soil. *Transportation research record*. N° 1295, pp 70 – 78.
- Wild S, Arabi M, Leng–Ward G.** (1986): Soil–lime reaction and microstructure development at elevated temperature. *Clay Minerals*. Vol. 21, pp 279 – 292.
- Wild S, Arabi M.** (1987): Relation between pore size distribution, permeability, and cementitious gel formation in cured clay–lime systems. *Journal of Materials Science and Technology*. vol. 3, December, pp 1005 – 1011.
- Williams A.B, Donaldson G.W.** (1980): Developments related to building on expansive soils in South Africa 1973–1980, *International Proceeding*. 4th International Conference on expansive soils, Denver. 2, pp 834 – 844.
- Yahia-Aissa M.** (1999) : Comportement hydro-mécanique d'un matériau argileux fortement compacté. Thèse de l'école nationale des ponts et des chaussées ENPC.

Listes des tableaux et des figures

1. Liste des tableaux :

Chapitre 1. Caractérisation des matériaux de l'étude et méthodes expérimentales

Tableau 1.1 : Propriétés géotechniques, mécaniques et hydromécaniques de l'Impersol brut

Tableau 1.2 : Proportions atomiques des différents éléments présents dans la zone sélectionnée de l'image 1.6-a

Tableau 1.3 : Composition chimique, pH et conductivité électrique (CE) des sols argileux testés

Tableau 1.4 : Pertes de masse relative (%) théoriques des différents minéraux

Chapitre 2. Processus physico-chimique des réactions chaux–Impersol à température ambiante (20°C)

Tableau 2.1 : Produits de cimentation (hydrates) formés lors du traitement à la chaux de deux sols argileux marins. *Rajasekaran et Rao (1997)*

Tableau 2.2 : Pression de gonflement (Pg) des échantillons d'Impersol traité et quantités de chaux ajoutée et chaux consommée (Cc) durant les 28 premiers jours de maturation à 20°C

Tableau 2.3 : Quantités de chaux (%) consommée avec le temps de maturation à 20°C, pour l'addition de 8, 10 et 20% de chaux

Tableau 2.4 : Pertes de masse relatives (en % de la masse de référence : $M(T_0=105^\circ\text{C})$) des divers composants de l'Impersol traité avec 20% de chaux pendant 1 an de maturation à 20°C et des trois échantillons théoriques (I, C et I+C) correspondants à ce dosage en chaux

Tableau 2.5 : Pertes de masse relatives (en % de la masse de référence : $M(T_0 = 105^\circ\text{C})$) des divers composants : l'Impersol traité avec 10% de chaux pendant 1 an de maturation à 20°C et les trois échantillons théoriques I, C et I+C correspondants à ce dosage

Tableau 2.6 : Pertes de masse relative (en %, masse de référence : $M(T_0 = 105^\circ\text{C})$) des divers composants de l'Impersol traité avec 8% de chaux pendant 1 an à 20°C, et des échantillons théoriques I, C, et I+C correspondants à ce dosage

Tableau 2.7 : Pertes de masse relatives (en % de la masse de référence : $M(T_0 = 105^\circ\text{C})$) des divers composants de l'Impersol traité avec 6% de chaux après 1, 6 et 12 mois de maturation à 20°C, et des échantillons théoriques (I, C et I+C) correspondants à ce dosage

Tableau 2.8 : Pertes de masse relative (en % de la masse de référence : $M(T_0 = 105^\circ\text{C})$) des divers composants de l'Impersol traité avec 2% et 4% de chaux après 1 an de maturation à 20°C, et des échantillons (I,C et I+C) correspondants à chaque dosage de chaux

Tableau 2.9 : Différence des pertes de masse des composantes de l'Impersol, entre échantillon traité et non traité (un an de maturation à 20°C, avec x% de chaux) - en pourcentage de la masse de référence, c'est-à-dire la masse d'Impersol avant traitement : $M(T_0 = 105^\circ\text{C})/(1-x)$

Chapitre 3. Processus physico-chimique des réactions chaux–Impersol à température élevée (50°C)

Tableau 3.1 : Vitesses de consommation en chaux (%/ jour) pour différents pourcentages de chaux ajoutée à 20°C et à 50°C

Tableau 3.2 : Concentration des hydroxydes (OH)⁻ dans différentes suspensions chaux–Impersol, initialement et après 90 jours à 20°C et 50°C (concentration $\times 10^{-2}$ mol/L)

Tableau 3.3 : Quantité de chaux consommée en fonction du temps de maturation à 50°C pour des dosages en chaux ajoutée (6%, 8%, 10% et 20%).

Tableau 3.4 : Intensité de la réflexion principale du CAH (coups/s) estimée après 7 jours de maturation à 50°C et 1 année à 20°C et 50°C pour des dosages en chaux ajoutée (6%, 8%, 10% et 20%)

- Tableau 3.5** : Réduction moyenne de l'intensité des deux réflexions (02,11) et (06,33) des feuillets argileux après 1 an de maturation à 20°C et 50°C pour des dosages en chaux ajoutée (6%, 8%, 10% et 20%)
- Tableau 3.6** : Vitesse moyenne de consommation de la chaux (en pourcentage de chaux par jour) de l'Impersol traité à 20°C et 50°C, avec 8%, 10% et 20% de chaux ajoutée.
- Tableau 3.7** : Pertes de masse relatives (en % de la masse de référence : $M(T_0 \text{ } 105^\circ\text{C})$) des divers composants : de l'Impersol traité avec 20% de chaux et analysé après 28 jours, 3, 6 et 12 mois à 50°C ; de l'échantillon (I) ; de l'échantillon (C) ; de l'échantillon (I+C)
- Tableau 3.8** : Pertes de masse relatives (en % de la masse de référence : $M(T_0 \text{ } 105^\circ\text{C})$) des divers composants de l'Impersol traité avec 10% de chaux pendant 1 an à 50°C, de l'échantillon (I), de l'échantillon (C), et de l'échantillon (I+C)
- Tableau 2.9** : Pertes de masse relatives (en % de la masse de référence : $M(T_0 \text{ } 105^\circ\text{C})$) des divers composants : de l'Impersol traité avec 8% de chaux pendant 1 et 12 mois à 50°C, de l'échantillon (I), de l'échantillon (C), et de l'échantillon (I+C)
- Tableau 3.10** : Pertes de masse relatives (en % de la masse de référence : $M(T_0 \text{ } 105^\circ\text{C})$) des divers composants de l'Impersol traité avec 6% de chaux pendant 28 jours, 6 et 12 mois à 50°C, et des trois échantillons de référence (I, C et I+C)
- Tableau 3.11** : Pertes de masse relatives (en % de la masse de référence : $M(T_0 \text{ } 105^\circ\text{C})$) des divers composants de l'Impersol traité avec 2% et 4% de chaux, pendant 12 mois à 50°C, et des échantillons (I, C et I+C) correspondants à chaque dosage en chaux (2 et 4%)
- Tableau 3.12** : Différence des pertes de masse relatives associées aux composantes de l'Impersol non traité et de l'Impersol traité pendant 1 an à 50°C.
x: % de chaux, $M(T_0 = 105^\circ\text{C})$: Masse de référence (masse initiale d'Impersol)
- Tableau 3.13** : Différence en fonction du temps de maturation entre les pertes de masse relatives d'échantillons traités avec 20% de chaux et celles d'un échantillon non traité. Pertes correspondants à la déshydratation des hydrates formés et éventuellement de l'eau interlamellaire (en % de la masse de référence de l'Impersol non traité = 105°C)
- Tableau 3.14** : Pertes de masse relatives dues à la déshydroxylation de la kaolinite (de 400°C à 500°C) et de la smectite (de 500°C à 650°C) dans les échantillons traités et non traités (en % de la masse initiale d'Impersol non traité à 105°C)
- Tableau 3.15** : Différence en fonction du temps de maturation entre les pertes de masse relatives des échantillons traités avec 10% de chaux, et des échantillons non traités, de 105°C à 400/450°C. Ces pertes correspondent à la déshydratation des « hydrates formés » et de l'eau de l'espace interlamellaire, (en % de la masse initiale d'Impersol)
- Tableau 3.16** : Pertes de masse relatives dues à la déshydroxylation de la kaolinite (de 400°C à 500°C) et de la smectite (de 500°C à 650°C) dans les échantillons traités et non traités, (en % de la masse initiale d'Impersol)

Chapitre 4. Texture et microstructure de l'Impersol traité à la chaux

- Tableau 4.1** : Proportions des éléments présents dans les zones sélectionnées sur les images 4.7-a et 4.7-b, obtenues par micro analyse chimique (EDX)
- Tableau 4.2** : Résultats de diffraction électronique des cinq zones sélectionnées sur les images 4.7-a et 4.7-b de la figure 4.7
- Tableau 4.3** : Proportions atomiques des différents éléments présents dans les quatre zones sélectionnées de la figure 4.8, obtenues par micro analyse chimique (EDX)
- Tableau 4.4** : Proportions atomiques des différents éléments présents dans les zones sélectionnées des images 4.9-a et 4.9-b
- Tableau 4.5** : Proportions atomiques des différents éléments présents dans les deux zones sélectionnées de la figure 4.10, obtenues par micro analyse chimique (EDX)
- Tableau 4.6** : Proportions atomiques des différents éléments présents dans les 3 zones sélectionnées de la figure 4.11
- Tableau 4.7** : Proportions atomiques des différents éléments présents dans les quatre zones sélectionnées de la figure 4.12

Chapitre 5. Processus physicochimiques des réactions chaux-sols argileux

- Tableau 5.1** : Composition minéralogique (% pondérale) des divers sols argileux testés
- Tableau 5.2** : Vitesse moyenne (V) de consommation de la chaux (en % de chaux / jour) de différents sols argileux traités avec 10% de chaux à 20°C et 50°C

Tableau 5.3 : Pertes de masse relatives des différents composants des échantillons du KPsol traités avec 10% de chaux et analysés après 28 jours et 6 mois de maturation à 20°C et 50°C et des échantillons théoriques (I, C et I+C), en % de la masse de référence : $M(T_0=105^\circ\text{C})$

Tableau 5.4 : Pertes de masse relatives (en % de la masse de référence : $M(T_0=105^\circ\text{C})$), des différents composants de l'argile Verte traitée après 28 jours et 6 mois de maturation à 20°C et 50°C; et des échantillons théoriques I, C et I+C correspondants

Tableau 5.5 : Pertes de masse relatives (en % de la masse de référence : $M(T_0=105^\circ\text{C})$), des différents composants de l'argile A34 traitée après 28 jours et 6 mois de maturation à 20°C et 50°C; d'échantillons théoriques correspondants, (en % de la masse de référence : $M(T_0=105^\circ\text{C})$).

Tableau 5.6 : Pertes de masse relatives (en % de la masse de référence : $M(T_0=105^\circ\text{C})$), des différents composants d'argile M traitée après 28 jours et 6 mois de maturation à 20°C et à 50°C; d'échantillons théoriques I, C et I+C

Tableau 5.7 : Différences des pertes de masse relatives (ΔTG) correspondant aux quantités d'hydrates formés et proportions d'argiles détruites après 6 mois de maturation à 20°C et 50°C

Chapitre 6. Propriétés géotechniques de l'Impersol traité à la chaux

Tableau 6.1 : CEC des échantillons d'Impersol non traité et traité avec la chaux (2 – 20%) après 1 jour et après 90 jours de maturation à 20°C et 50°C

Tableau 6.2 : Variations volumiques (ΔV) et longitudinales (ΔH) en fin de cycles d'humidité imposée dans les échantillons traités à la chaux, maturés durant 28 jours à 20°C et 50°C

Tableau 6.3 : Propriétés principales de l'Impersol non traité et traité avec 6, 10 et 20% de chaux après 28 jours de maturation à 20°C

Tableau 6.4 : Propriétés de l'Impersol non traité et traité avec 6, 10 et 20% de chaux après 3 mois de maturation à 20°C et après 1 année de maturation à 20°C à 50°C

2. Liste des figures :

Chapitre 1. Caractérisation des matériaux de l'étude et méthodes expérimentales

Figure 1.1 : Spectre de diffraction X de l'Impersol brut séché à 105°C

Figure 1.2 : Courbe thermogravimétrique (TG) et sa dérivée (DTG) de l'Impersol brut

Figure 1.3 : Courbe de compactage de l'Impersol brut déterminée par compression statique reproduisant l'énergie de compactage Proctor normale

Figure 1.4 : Spectre de diffraction X de l'Impersol brut et purifié séché à 105°C

Figure 1.5 : Courbes thermogravimétriques (TG) et leurs dérivées (DTG) de l'Impersol brut et purifié

Figure 1.6 : Images 1.6-a et 1.6-b de MET de l'Impersol purifié non traité

Figure 1.7 : Spectre de diffraction X de la kaolinite brute

Figure 1.8 : Courbe thermogravimétrique (TG) et sa dérivée (DTG) du KPsol

Figure 1.9 : Spectre de diffraction X de l'argile verte séchée à 105°C

Figure 1.10 : Courbe thermogravimétrique (TG) et sa dérivée (DTG) de l'argile verte

Figure 1.11 : Spectre de diffraction X de l'argile A34, séchée à 105°C

Figure 1.12 : Courbe thermogravimétrique (TG) et sa dérivée (DTG) de l'argile A34

Figure 1.13 : Spectre de diffraction X de l'argile M séchée à 105°C

Figure 1.14 : Courbe thermogravimétrique (TG) et sa dérivée (DTG) de l'argile M

Figure 1.15 : Spectre de diffraction X de la chaux hydratée séchée à 105°C

Figure 1.16 : Courbe thermogravimétrique (TG) et sa dérivée (DTG) de la chaux hydratée

Figure 1.17 : Dispositif utilisé pour la mesure de la pression de gonflement (méthode de gonflement constant) et le potentiel de gonflement (méthode de gonflement libre)

Figure 1.18 : Schéma descriptif du mode de fonctionnement des cycles « séchage – saturation »

Chapitre 2. Processus physico-chimique des réactions chaux–Impersol à température ambiante

Figure 2.1 : Schéma représentatif des feuillets élémentaires des phyllosilicates

Figure 2.2 : Structure cristallographique des argiles T–O et T–O–T

Figure 2.3 : Schéma du mécanisme de réaction argile-chaux à court terme. *Cabane (2004)*

Figure 2.4 : Schéma du mécanisme de réaction chaux–argile à long terme. Le Roux (1969), Ingles (1972) et Locat et al (1990)

Figure 2.5 : Diffractogrammes des rayons X des échantillons d'argile non traitée et traitée avec 20% de chaux hydratée après différents temps de maturation à 60°C. *Eades et Grim (1960)*

Figure 2.6 : Photos MEB et analyse chimique d'un échantillon de montmorillonite non traitée (a, b) et traitée à 10% chaux (c, d) après 3 jours à 120°F. *Ormsby et Kinter (1973)*

Figure 2.7 : Photos MEB des échantillons d'un sol argileux Dévonien rouge traité avec 10% de chaux après 6, 12, 18 et 24 mois de maturation à 75°C. *Arabi et Wild : 1989*

Figure 2.8 : Photos MEB des échantillons d'argile de Birmingham non traitée (A), traitée avec 2% de chaux (B) et traitée avec 10% après 10 jours (D) et après 100 jours (E et F). *Locat et al : 1990*

Figure 2.9 : Photos MEB des échantillons d'argile de Québec non traitée (a), échantillon traité avec 2% chaux et compacté (b), échantillon traité avec 10%, compacté à l'OPN avec une teneur en eau de $w=122\%$ et après 80 jours de maturation (c, d), échantillon traité avec 10% de chaux préparé par sédimentation ($w=350\%$) après 100 jours de maturation (e, f). *Locat et al : 1996*

Figure 2.10 : Observations MET des échantillons de FoCa non traitée et traitée avec 10% de chaux après 1 mois de maturation à 20°C. *Khattab (2002)*

Figure 2.11 : Variation instantanée du pH des mélanges chaux–Impersol

Figure 2.12 : Evolution de la consistance de l'Impersol avec le temps et les quantités de chaux

Figure 2.13 : Diffractogrammes des rayons X des échantillons de la chaux, de l'Impersol et des échantillons traités avec 6, 8, 10 et 20% de la chaux après 1 jour de mûrissement à 20°C

Figure 2.14 : Intensités caractéristiques de deux pics principaux de la chaux non réagie (libre) dans les échantillons d'Impersol traités après 1 jour de maturation à 20°C

Figure 2.15 : Evolution de la consommation de la chaux à 20°C en fonction de la quantité de chaux ajoutée et du temps de maturation

Figure 2.16 : Variation du pH des mélanges chaux–Impersol (MCI) avec le temps de maturation à 20°C pour différents pourcentages de chaux employées

Figure 2.17 : La conductivité électrique (CE) des mélanges chaux–Impersol (MCI) avec le temps de maturation pour une température de 20°C

Figure 2.18 : Diffractogrammes des rayons X de l'Impersol non traité et traité avec 20% de chaux après 7, 28, 45, 90 jours, 6 et 12 mois de maturation à 20°C

Figure 2.19 : Diffractogrammes des rayons X de l'Impersol non traité et traité avec 10% de chaux après 7, 28, 45, 90 jours, 6 et 12 mois de maturation à 20°C

Figure 2.20 : Diffractogrammes des rayons X de l'Impersol non traité et traité avec 20% de chaux après 7, 28 jours, 3, 6 et 12 mois de maturation à 20°C

Figure 2.21 : Diffractogrammes des rayons X des échantillons de l'Impersol non traité et traité avec 6% de chaux après 7, 28, 90 jours, 6 et 12 mois de maturation à 20°C

Figure 2.22 : Diffractogrammes des rayons X des échantillons de l'Impersol non traité et traité avec 2 et 4% de chaux après 28, 3 et 12 mois de maturation à 20°C

Figure 2.23 : Evolution de l'intensité de la réflexion du CAH $d=0,76\text{nm}$ avec le temps de maturation et la quantité de la chaux ajoutée à 20°C

Figure 2.24 : Evolution de l'intensité des réflexions S–K (02,11) et S–K (06,33) des argiles de l'Impersol traité avec 20% de la chaux

Figure 2.25 : Evolution de l'intensité du pic principal de la chaux, à $2\theta = 34,15^\circ$ avec le temps dans les échantillons traités avec 8, 10 et 20% de chaux légende

Figure 2.26 : Relation entre l'intensité de la réflexion du CAH à $d = 0,76\text{nm}$, mesurée après 1 année de maturation à 20°C et la proportion de chaux ajoutée

Figure 2.27 : Evolution de la réduction de l'Intensité des réflexions $\{h,k\}$ des minéraux argileux après 1 an de maturation à 20°C, avec le dosage en chaux ajoutée

Figure 2.28 : Diffractogrammes des rayons X des échantillons d'Impersol non traité et traité après 1 an de maturation à 20°C, avec différents pourcentages de chaux ajoutée

Figure 2.29–a : Courbes TG(T) : échantillons d'Impersol traités avec 20% de chaux et analysés après 1, 3, 6 et 12 mois de maturation à 20°C et les trois échantillons théoriques (I, C et I+C) correspondants à 20% de chaux

Figure 2.29-b : Courbes DTG(T) : échantillons d'Impersol traités avec 20% de chaux et analysés après 1, 3, 6 et 12 mois de maturation à 20°C; les trois échantillons théoriques (I, C et I+C) correspondants à 20% de chaux

Figure 2.30 : Courbes TD(T) des pertes de chaleur d'un échantillon d'Impersol traité avec 20% de chaux et analysé après 6 mois de maturation à 20°C, et de l'échantillon théorique (I) constitué de 80% d'Impersol non traité et 20% d'un composant inerte thermiquement

Figure 2.31 : Diffractogrammes de rayons X de l'Impersol non traité et des Impersol traités avec 20% de chaux et analysés après 12 mois à 20°C (un échantillon sans séchage, un échantillon avec 1h de séchage à 150°C et un échantillon avec 1h de séchage à 240°C)

Figure 2.32. Différences des pertes de masse relatives $\Delta TG(T)$ entre l'Impersol traité avec 20% de chaux et analysé après 28 jours, 3, 6 et 12 mois de maturation à 20°C, et la perte de masse relative de l'échantillon (I), contenant 80% Impersol et 20% d'un corps inerte thermiquement, en fonction de la température

Figure 2.33-a : Courbes TG(T) des échantillons d'Impersol traités avec 10% de chaux et analysés après 1, 3, 6 et 12 mois de maturation à 20°C, et des trois échantillons théoriques I, C et I+C correspondants à ce dosage

Figure 2.33-b : Courbes DTG(T) des échantillons d'Impersol traités avec 10% de chaux et analysés après 1, 3, 6 et 12 mois de maturation à 20°C, et des trois échantillons I, C et I+C correspondants à ce dosage

Figure 2.34 : Différences des pertes de masse relatives $\Delta TG(T)$ entre les Impersol traités avec 10% de chaux et analysés après 28 jours, 3, 6 et 12 mois de maturation à 20°C, et la perte de masse relative de l'échantillon (I) en fonction de la température (entre 105°C et 500°C)

Figure 2.35-a : Courbes TG(T) d'un échantillon d'Impersol traité avec 8% de chaux après 1 an de maturation à 20°C et des trois échantillons théoriques (I, C et I+C) correspondants

Figure 2.35-b : Courbes TG(T) d'un échantillon d'Impersol traité avec 8% de chaux après 1 an de maturation à 20°C et des trois échantillons théoriques I, C et I+C correspondants

Figure 2.36 : Différences des pertes de masse relatives $\Delta TG(T)$ en fonction de température entre 105°C et 500°C, entre l'Impersol traité avec 8% de chaux, après 12 mois de maturation à 20°C, et un échantillon (I) contenant 92% d'Impersol non traité et un complément inerte thermiquement

Figure 2.37-a : Courbes TG(T) des échantillons d'Impersol traités avec 6% de chaux après 28 jours, 6 et 12 mois à 20°C, et de trois échantillons théoriques (I, C et I+C) correspondants

Figure 2.37-b : Courbes DTG(T) des échantillons d'Impersol traités avec 6% de chaux après 28 jours, 6 et 12 mois à 20°C, et de trois échantillons théoriques (I, C et I+C) correspondants

Figure 2.38-a : Courbes TG(T) d'un échantillon d'Impersol traité avec 4% de chaux après 12 mois à 20°C, et des trois échantillons (I, C et I+C) correspondants à 4% de chaux

Figure 2.38-b : Courbes DTG(T) d'un échantillon d'Impersol traité avec 4% de chaux après 12 mois à 20°C, et des échantillons (I, C et I+C) correspondants à 4% de chaux

Figure 2.39-a : Courbes TG(T) d'un échantillon d'Impersol traité avec 2% de chaux après 12 mois à 20°C, et des échantillons (I, C et I+C) correspondants à 2% de chaux

Figure 2.39-b : Courbes DTG(T) d'un échantillon d'Impersol traité avec 2% de chaux après 12 mois à 20°C, et des échantillons (I, C et I+C) correspondants à 2% de chaux

Figure 2.40-a : Courbes TG(T) des échantillons d'Impersol traités avec différents pourcentages en chaux (2% – 20%) après 12 mois à 20°C, et de l'Impersol non traité

Figure 2.40-b : Courbes DTG(T) des échantillons d'Impersol traités avec différents pourcentages en chaux (2% - 20%) après 12 mois à 20°C, et d'un échantillon de l'Impersol non traité

Chapitre 3. Processus physico-chimique des réactions chaux–Impersol à température élevée (50°C)

Figure 3.1 : Evolution de la consommation en chaux à 50°C en fonction de la chaux ajoutée et du temps de maturation

Figure 3.2 : Evolution de la consommation en chaux en fonction du temps, de la température de maturation (20°C et 50°C) et des pourcentages de chaux ajoutée (de 6% à 20%)

Figure 3.3: Variation de pH des mélanges chaux–Impersol (MCI) à une température de maturation de 50°C, pour différents pourcentages de chaux employées

Figure 3.4: Valeurs du pH des mélanges chaux–Impersol (MCI) après le mélange et après 90 de jours de maturation à 20°C et 50°C pour différents pourcentages de chaux

Figure 3.5 : Evolution de la conductivité électrique (CE) des mélanges chaux–Impersol (MCI) en fonction du temps, avec une température de maturation à 50°C

Figure 3.6 : La conductivité électrique des mélanges chaux - Impersol pour différents temps de maturation à 20°C et 50°C

Figure 3.7 : Diffractogrammes X des échantillons de l'Impersol non traité et traité avec 20% de chaux après 1, 7, 28, 45, 90 jours, 6 et 12 mois de maturation à 50°C

Figure 3.8 : Diffractogrammes des échantillons de l'Impersol non traité, de l'Impersol traité avec 20% de chaux après 1 jour, de l'Impersol traité avec 20% de chaux après 1 an de maturation, et du mélange 10% calcite - 90% Impersol

Figure 3.9 : Diffractogrammes X de l'Impersol non traité et traité avec 10% de chaux après 1, 7, 28, 45, 90 jours et 12 mois de maturation à 50°C

Figure 3.10 : Diffractogrammes X de l'Impersol non traité et traité avec 8% de chaux après 1, 7, 28, 45, 90 jours et 6 mois de maturation à 50°C

Figure 3.11 : Diffractogrammes X de l'Impersol non traité et traité avec 6% de chaux après 7, 28, 90 jours et 12 mois de maturation à 50°C

Figure 3.12 : Diffractogrammes X de l'Impersol non traité et traité avec 2% et 4% de chaux après 28 et 90 jours, et de l'échantillon traité avec 4% de chaux après 12 mois de maturation à 50°C

Figure 3.13 : Evolution de l'intensité de la réflexion ($d = 0,76$ nm) de CAH en fonction du temps de maturation à 50°C pour différents pourcentages de chaux ajoutée ($\geq 6\%$)

Figure 3.14 : Evolution de l'intensité de la réflexion de CSAH ($d = 0,279$ nm) en fonction du temps de maturation à 50°C pour l'addition de 20% de chaux

Figure 3.15 : Evolution en fonction du temps de maturation de l'intensité des deux réflexions $\{h,k\}$ (02,11 et 06,33) des feuillets argileux de l'Impersol traité avec 20% de chaux à 50°C

Figure 3.16 : Intensité de la réflexion $d = 0,76$ nm du CAH après 7 jours et après 1 an de maturation à 50°C, pour différents pourcentages de chaux ajoutée

Figure 3.17 : Evolution de la réduction de l'Intensité des réflexions $\{h,k\}$ des minéraux argileux après 1 an de maturation à 50°C, en fonction du dosage en chaux ajoutée

Figure 3.18 : Diffraction- des rayons X de l'Impersol non traité et traité après 1 an de maturation à 50°C, avec différents pourcentages de chaux ajoutée

Figure 3.19-a : Courbes TG(T) des échantillons de l'Impersol traité avec 20% de chaux durant 1, 3, 6 et 12 mois à 50°C et de trois échantillons théoriques de référence (I, C et I+C) correspondants à 20% de chaux

Figure 3.19-b : Courbes DTG(T) des échantillons de l'Impersol traité avec 20% de chaux durant 1, 3, 6 et 12 mois à 50°C et des trois échantillons théoriques de référence (I, C et I+C) correspondants à 20% de chaux

Figure 3.20 : Différences des pertes de masse relatives $\Delta TG(T)$ entre l'Impersol traité avec 20% de chaux durant 28 jours, 3, 6 et 12 mois à 50°C, et la perte de masse relative de l'échantillon (I), contenant 80% d'Impersol et 20% d'un corps inerte thermiquement

Figure 3.21-a : Courbes TG(T) des échantillons de l'Impersol traité avec 10% de chaux durant 1, 3, 6 et 12 mois à 50°C, et des trois échantillons théoriques de référence correspondants

Figure 3.21-b : Courbes DTG(T) des échantillons de l'Impersol traité avec 10% de chaux durant 1, 3, 6 et 12 mois à 50°C, et des trois échantillons théoriques correspondants

Figure 3.22 : Différences des pertes de masse relatives $\Delta TG(T)$ entre l'Impersol traité avec 10% de chaux, durant 28 jours, 3, 6 et 12 mois à 50°C, et la perte de masse relative de l'échantillon (I), contenant 90% Impersol et 10% d'un corps inerte thermiquement

Figure 3.22-a : Courbes TG(T) des échantillons de l'Impersol traité avec 8% de chaux durant 28 jours et 12 mois à 50°C, et des trois échantillons de référence (I, C et I+C) correspondants

Figure 3.22-b : Courbes DTG(T) des échantillons de l'Impersol traité avec 8% de chaux durant 28 jours et 12 mois à 50°C, et des trois échantillons théoriques de référence correspondantes

Figure 3.23 : Différences des pertes de masse relatives $\Delta TG(T)$ entre l'Impersol traité avec 8% de chaux, et analysé après 28 jours et 12 mois à 50°C, et la perte de masse relative de l'échantillon (I), contenant 92% Impersol et 8% d'un corps inerte thermiquement.

Figure 3.24-a : Courbes TG(T) de l'Impersol traité avec 6% de chaux durant 28 jours, 6 et 12 mois à 50°C, et des trois échantillons de référence (I, C et I+C) correspondants

Figure 3.24-b : Courbes DTG(T) de l'Impersol traité avec 6% de chaux durant 28 jours, 6 et 12 mois à 50°C, et des trois échantillons théoriques de référence (I, C et I+C) correspondants

Figure 3.25-a : Courbes TG(T) de deux échantillons de l'Impersol traité avec 4% de chaux durant 28 jours et 12 mois à 50°C, et des trois échantillons théoriques correspondants

Figure 3.25-b : Courbes DTG(T) de deux échantillons de l'Impersol traité avec 4% de chaux durant 28 jours et 12 mois à 50°C, et des trois échantillons théoriques correspondants

Figure 3.26-a : Courbes TG(T) d'un échantillon de l'Impersol traité avec 2% de chaux durant 12 mois à 50°C, et des trois échantillons théoriques correspondants à 2% de chaux

Figure 3.26-b : Courbes DTG(T) d'un échantillon de l'Impersol traité avec 2% de chaux durant 12 mois à 50°C, et des trois échantillons théoriques correspondants à 2% de chaux

Figure 3.27 : Pertes de masse relatives correspondant à la déshydratation des « hydrates calciques formés » et au départ de l'eau de l'espace interlamellaire piégée, après 1 an de maturation à 20°C et 50°C, avec divers pourcentages en chaux, (exprimées en % de la masse d'Impersol dans le mélange initial)

Figure 3.28 : Réduction de la déshydroxylation de la kaolinite, et donc proportion de kaolinite détruite obtenues après 1 an de maturation à 20°C et 50°C, avec divers pourcentages en chaux ajoutée (en % de la perte associée à la déshydroxylation de kaolinite de l'Impersol non traité)

Figure 3.29 : Réductions de la déshydroxylation de la smectite, et donc proportion de smectite détruite après 1 an de maturation à 20°C et 50°C, avec divers pourcentages en chaux ajoutée (en % de la perte associée à la déshydroxylation de smectite de l'Impersol non traité)

Chapitre 4. Texture et microstructure de l'Impersol traité à la chaux

Figure 4.1 : Photos MEB, (grandissement de 20 à 100) des échantillons d'Impersol brut non traité et traité avec 8 et 20% de chaux après 6 mois de maturation

Figure 4.2 : Photos MEB (avec un grandissement de 800 à 4000) des échantillons d'Impersol brut non traité et traité avec 8 et 20% de chaux après 6 mois de maturation

Figure 4.3 : Spectres de diffraction des rayons X de l'Impersol purifié, traité avec 20% de chaux, après 28 jours et 6 mois de maturation, à 20°C et 50°C

Figure 4.4 : Spectres de diffraction des rayons X de l'Impersol purifié, traité avec 10% de chaux, après 28 jours et 6 mois de maturation, à 20°C et 50°C

Figure 4.5 : Spectres de diffraction des rayons X de l'Impersol purifié, traité avec 6% de chaux, après 28 jours et 6 mois de maturation, à 20°C et 50°C

Figure 4.6 : Images de MET de l'Impersol purifié non traité (image 4.6-a) et traité (image 4.6-b et 4.6-c) avec 20% de chaux pendant 6 mois à 20°C.

Figure 4.7 : Images 4.7-a et 4.7-b de MET réalisées sur un échantillon d'Impersol purifié, traité avec 20% de chaux à la température de maturation de 20°C pendant 6 mois et les clichés de diffraction électronique (ED) des zones sélectionnées

Figure 4.8 : Images 4.8-a et 4.8-b de MET réalisées sur un échantillon d'Impersol purifié traité avec 20% de chaux à la température de maturation de 50°C et clichés de diffraction électronique (DE) des zones sélectionnées

Figure 4.9 : Images 4.9-a et 4.9-b de MET d'un échantillon d'Impersol purifié traité avec 10% de chaux à la température de maturation de 20°C

Figure 4.10 : Images 4.10-a et 4.10-b de MET d'échantillon d'Impersol purifié, traité avec 10% de chaux à la température de maturation de 50°C et des clichés de diffraction électronique (ED) réalisés sur les zones choisies

Figure 4.11 : Images 4.11-a et 4.11-b de MET d'échantillon d'Impersol purifié traité avec 6% de chaux à la température de maturation de 20°C et le cliché de diffraction électronique (ED) réalisé sur la 3^{ème} zone de l'image 4.11-a

Figure 4.12 : Images 4.12-a et 4.12-b de MET de l'Impersol purifié, traité avec 6% de chaux à la température de maturation de 50°C et les clichés de diffraction électronique (DE) réalisés sur les zones choisies

Chapitre 5. Processus physicochimiques des réactions chaux-sols argileux

Figure 5.1 : Evolution de la consommation instantanée en chaux, après 1 heure de mixage, en fonction de la quantité de chaux ajoutée pour différents sols argileux traités

Figure 5.2 : Evolution de la consommation de la chaux avec le temps de maturation à 20°C pour différents sols argileux traités avec 10% de chaux

Figure 5.3 : Evolution de la consommation de la chaux en fonction du temps de maturation pour différents sols argileux traités à 50°C

Figure 5.4 : Variation du pH des mélanges MCS avec le temps de maturation à 20°C des sols argileux traités avec 10% de chaux

Figure 5.5 : Variation du pH des mélanges MCS avec le temps de maturation à 50°C des différents sols argileux traités avec 10% de chaux

Figure 5.6 : Variation de la conductivité électrique (CE) des mélanges MCS avec le temps de maturation à 20°C pour différents sols argileux

Figure 5.7 : Variation de la conductivité électrique (CE) des mélanges MCS avec le temps de maturation à 50°C pour différents sols argileux

Figure 5.8 : Spectres de diffraction des rayons X du KPsol non traité et traité avec 10% de chaux à 20°C et 50°C et analysés après 28 jours et 6 mois de maturation

Figure 5.9 : Agrandissement de diffractogramme du KPsol non traité et traité après 28 jours à 20°C et après 6 mois de maturation à 50°C pour $2\theta = 5$ et 15°

Figure 5.10 : Spectres de diffraction des rayons X de l'argile verte non traitée et traitée avec 10% de chaux à 20°C et 50°C et analysés après 28 jours et 6 mois de maturation

Figure 5.11 : Spectres de diffraction des rayons X de l'argile A34 non traité et traité avec 10% de chaux à 20°C et 50°C et analysés après 28 jours et 6 mois de maturation

Figure 5.15–a : Courbes TG(T) des échantillons d'argile verte (V) traitée avec 10% de chaux et analysés après 1 et 6 mois de maturation à 20°C et à 50°C; des 3 échantillons théoriques (I, C et I+C) de référence de ce sol

Figure 5.15–b : Courbes DTG(T) des échantillons d'argile verte (V) traitée avec 10% de chaux et analysés après 1 et 6 mois de maturation à 20°C et 50°C; de 3 échantillons théoriques (I, C et I+C) de référence de ce sol

Figure 5.16 : Différences des pertes de masse relatives $\Delta TG(T)$ entre la perte de masse relative de l'argile verte traitée avec 10% de chaux et analysée après 28 jours et 6 mois de maturation à 20°C et 50°C, et la perte de masse relative de l'échantillon (I) d'argile Verte non traitée, en fonction de la température

Figure 5.17–a : Courbes TG(T) des échantillons d'argile A34 traités avec 10% de chaux et analysés après 1 et 6 mois de maturation à 20°C et 50°C et des trois échantillons théoriques (I, C et I+C) correspondants

Figure 5.17–b : Courbes DTG(T) des échantillons d'argile A34 traités avec 10% de chaux et analysés après 1 et 6 mois de maturation à 20°C et 50°C et de trois échantillons théoriques (I, C et I+C) correspondants

Figure 5.18 : Différences des pertes de masse relatives $\Delta TG(T)$ entre la perte de masse relative de l'argile A34 traitée avec 10% de chaux et analysée après 28 jours et 6 mois de maturation à 20° et 50°C, et la perte de masse relative de l'échantillon (I) d'argile A34 non traitée, en fonction de la température

Figure 5.19–a : Courbes TG(T) des échantillons d'argile M, traités avec 10% de chaux et analysés après 1 et 6 mois de maturation à 20°C et 50°C et des trois échantillons théoriques (I, C et I+C)

Figure 5.19–b : Courbes DTG(T) des échantillons d'argile M, traités avec 10% de chaux et analysés après 1 et 6 mois de maturation à 20 et 50°C ; des 3 échantillons théoriques (I, C et I+C)

Figure 5.20 : Différences des pertes de masse relatives $\Delta TG(T)$ entre argile M traitée avec 10% de chaux et analysé après 28 jours et 6 mois de maturation à 20°C et 50°C, et la perte de masse relative de l'échantillon (I) de l'argile M non traitée, en fonction de la température

Chapitre 6. Propriétés géotechniques de l'Impersol traité à la chaux

Figure 6.1 : Effet de la chaux et du temps de maturation sur la consistance (LL, IP) et potentiel de retrait linéaire (SL) d'un sol argileux (Jordanie). *Basma et Tuncer (1990)*

Figure 6.2 : Evolution de la valeur de bleu de méthylène, du coefficient de réactivité et des limites d'Atterberg d'une argile de Sparnacienne en fonction du pourcentage de chaux vive ajoutée. *Delfaut (1990)*

Figure 6.3 : Effet de la chaux sur la limite de liquidité et sur la limite de plasticité d'une kaolinite, d'une montmorillonite et du quartz. *Bel (1996)*

Figure 6.4 : Evolution des limites d'Atterberg d'un sol argileux traité avec la chaux pour différents temps de maturation. *Khatab (2002)*

Figure 6.5 : Evolution de la valeur au bleu de méthylène d'un sol argileux provenant d'Algérie traité avec la proportion de chaux ajoutée et le temps de maturation à température ambiante. *Afès et Didier (2000)*

Figure 6.6 : Valeurs au bleu de méthylène des échantillons d'un sol argileux non traité et traité à la chaux pour différents temps de maturation. *Khatab (2002)*

Figure 6.7 : Evolution de la proportion des particules ayant un diamètre $\geq 75\mu m$ et de la fraction argileuse avec le temps de maturation à température ambiante (25°C) de deux sols argileux provenant de Jordanie traités avec la chaux. *Basma et Tuncer (1990)*

Figure 6.8 : Distribution porale et volume poreux obtenus par porosimétrie au mercure des échantillons d'une argile de Québec non traitée et traitée avec plusieurs proportions de chaux : (a) et (b) échantillons traités compactés et après 30 et 80 jours de maturation ; (c) échantillons préparés par sédimentation et traités après 100 jours de maturation. *Locat et al (1996)*

Figure 6.9 : Evolution du pH avec le temps de maturation à 25°C pour des échantillons d'un sol argileux provenant d'Inde traité avec 4 et 7% de chaux. *Rao et Shivananda (2005-b)*

Figure 6.10 : Photos MEB des échantillons compactés d'un sol argileux (FoCa) non traité et traité avec 10% de chaux après 120 jours de maturation à 20°C. *Khatab (2002)*

Figure 6.11 : Evolution de la conductivité électrique avec la maturation à 25°C des d'un sol argileux indien traité avec 4 et 7% de chaux. *Rao et Shivananda (2005-b)*

Figure 6.12 : Evolution des caractéristiques de l'optimum Proctor suite au traitement à la chaux du sol. *GTS (2000)*

Figure 6.13 : Courbes contrainte- déformation d'essais de compression simple du sol argileux provenant de Québec traité avec 4% de chaux. *(Locat et al : 1990)*

Figure 6.14 : Courbes contrainte – déformation d'essais de compression simple d'un sol argileux non traité et traité à la chaux après 7 jours de maturation à 20°C. *(Khatab : 2002)*

Figure 6.15 : Evolution de la résistance à la compression simple avec le temps de maturation à 20°C pour des échantillons d'un sol argileux traités à la chaux. *(Khatab : 2002)*

Figure 6.16 et figure 6.17 : Effet de la température de maturation sur la résistanc à la compression simple d'un sol argileux traité avec divers pourcentages de chaux, *Wild et al (1986)*, et de deux sols argileux traités avec 8% de chaux. *(Bel :1996)*

Figure 6.18 et 6.19 : Effet de la chaux et du temps de maturation sur l'indice de compressibilité C_c et l'indice de gonflement C_s de deux sols argileux traité (Jordanie), *Basma et Tuncer(1990)*, et d'un sol argileux provenant de Chypre. *Nalbantoglu et Tuncer (2001)*

Figure 6.20 : Contrainte de préconsolidation avec la chaux ajoutée d'un sol argileux provenant d'Inde traité après 10 jours de maturation à 25°C. *Rao et Shivananda (2005-a)*

Figure 6.21 : Evolution de la perméabilité d'un sol argileux plastique avec la chaux pour différents temps de maturation. *Khatab (2002)*

Figure 6.22 : Evolution de la perméabilité avec l'augmentation du temps de maturation d'une argile marine traité par des colonnes de la chaux avec différents additifs (échantillons prélevées à distance radiale de 100mm à la colonne). *Rajasekaran et Rao (2002)*

Figure 6.23 : Evolution de la perméabilité d'un sol argileux de Chypre traité avec la chaux pour différents temps de maturation. *Nalbantoglu et Tuncer (2001)*

Figure 6.24 : Effet de la chaux et du temps de maturation à 25°C sur la pression et l'aptitude de gonflement de deux sols argileux (Jordanie) traité à la chaux. *Basma et Tuncer (1990)*

Figure 6.25 : Evolution du potentiel de gonflement d'un sol argileux (Chypre) traité avec le temps de maturation et la quantité de chaux ajoutée. *Nalbantoglu et Tuncer (2001)*

Figure 6.26 : Evolution de la pression de gonflement d'un sol argileux plastique avec la qauntité de chaux ajoutée et le temps de maturation. *Khatab (2002)*

Figure 6.27 : Evolution du potentiel de retrait linéaire d'une montmorillonite avec la proportion de chaux ajoutée. *Bel (1996)*

Figure 6.28 : Evolution des limites d'Atterberg avec la chaux et le temps de maturation à température ambiante (20°C)

Figure 6.29 : Evolution de la valeur au bleu de méthylène avec le temps de maturation des Impersols traités à la chaux à 20°C

Figure 6.30 : Evolution des valeurs au bleu de méthylène avec le temps de maturation des Impersols traités à 50°C

Figure 6.31 : Valeurs au bleu de méthylène de l'Impersol traité avec la chaux (0 – 20%) après 28 et 90 jours à 20°C et 50°C

Figure 6.32 : Courbes de rétention d'eau des échantillons compactés d'Impersol non traité et traités avec plusieurs pourcentages de chaux après 28 jours de maturation à 20°C

Figure 6.33 : Potentiel de gonflement des échantillons d'Impersol traité à la chaux à différents temps de maturation à 20°C

Figure 6.34 : Pression de gonflement des échantillons d'Impersol traité à différents temps de maturation à 20°C

Figure 6.35 : Evolution de la perméabilité des échantillons d'Impersol traité à la chaux (4 – 20%) avec le temps de maturation à 20°C

Figure 6.36 : Relation perméabilité – gonflement des échantillons d'Impersol traité à la chaux (4, 6, 8 et 10%) après 1,5 heure, 7 et 28 jours à 20°C

Figure 6.37 : Courbes de dessiccation des échantillons d'Impersol traité avec 4% de chaux après différents temps de maturation à 20°C

Figures 4.38 : Courbes de dessiccation des échantillons d'Impersol traité avec 10 % de chaux après différents temps de maturation à 20°C

Figure 6.39 : Evolution du retrait linéaire des échantillons d'Impersol traité à la chaux (2 – 20%) avec le temps de maturation à 20°C

Figure 6.40 : Evolution du facteur de retrait linéaire des échantillons d'Impersol traité à la chaux (2 – 20%) avec le temps de maturation à 20°C

Figure 6.41 : Photos des échantillons d'Impersol traité à la chaux après 6 mois de maturation à 20°C (états des échantillons à la fin des tests de retrait)

Figure 6.42 : Courbes de dessiccation des échantillons d'Impersol traité avec 4% de chaux après différents temps de maturation à 50°C

Figure 6.43 : Courbes de dessiccation des échantillons d'Impersol traité avec 10% de chaux après différents temps de maturation à 50°C

Figure 6.44 : Evolution du potentiel du retrait linéaire des échantillons d'Impersol traité à la chaux (2 – 20%) avec le temps de maturation à 50°C

Figure 6.45 : Evolution du facteur de retrait linéaire des échantillons d'Impersol traité à la chaux (2 – 20%) avec le temps de maturation à 50°C

Figure 6.46 : Potentiel du retrait linéaire des échantillons d'Impersol traité à la chaux (2 – 20%) après 7 jours et 1 an de maturation à 20°C et 50°C

Figure 6.47 : Courbes œdométriques des échantillons d'Impersol traité avec 4% de chaux après 7, 28 et 90 jours de maturation à 20°C

Figure 6.48 : Courbes œdométriques des échantillons d'Impersol traité avec 6% de chaux après 7, 28 et 90 jours de maturation à 20°C

Figure 6.49 : Courbes œdométriques des échantillons d'Impersol traité avec 10% de chaux après 7, 28 jours, 3 et 6 mois de maturation à 20°C

Figure 6.50 : Evolution de l'indice de compression C_c des échantillons d'Impersol traité à la chaux avec le temps de maturation à 20°C

Figure 6.51 : Evolution de l'indice de recompression C_s des échantillons d'Impersol traité à la chaux avec le temps de maturation à 20°C

Figure 6.52 : Evolution de la pression de pré-consolidation σ_p des échantillons d'Impersol traité à la chaux avec le temps de maturation à 20°C

Figure 6.53 : Evolution du module œdométrique des échantillons des échantillons d'Impersol traité avec la chaux et le temps de maturation à 20°C

Figure 6.54 : Indice de compression et de gonflement des échantillons d'Impersol traité après une maturation longue à 20°C

Figure 6.55 : Courbes de rupture pendant l'essai de compression simple des échantillons d'Impersol traité avec 10% de chaux après différents temps de maturation à 20°C

Figure 6.56 : Evolution de la résistance à la compression simple des échantillons d'Impersol traité à la chaux (2 – 20%) avec le temps de maturation à 20°C

Figure 6.57 : Evolution du module de Young des échantillons d'Impersol traité à la chaux (2 – 20%) avec le temps de maturation à 20°C

Figure 6.58 : Courbes contrainte-déformation pendant l'essai de compression simple des échantillons d'Impersol traité avec 10% de chaux après différents temps de maturation à 50°C

Figure 6.59 : Evolution de la résistance à la compression simple des échantillons d'Impersol traité à la chaux (2 – 20%) avec le temps de maturation à 50°C

Figure 6.60 : Evolution du module de Young des échantillons d'Impersol traité à la chaux (2 – 20%) avec le temps de maturation à 50°C

Figure 6.61 : Résistance à la compression simple des échantillons d'Impersol traité à la chaux (2 – 20%) après 28 jours et 1 année à 20°C et après 7, 28 jours et 1 année à 50°C

Figure 6.62 : Résistances à la compression simple des échantillons d'Impersol traité à la chaux (2 – 20%) après 1 année de maturation à 20°C et 50°C

Figure 6.63 : Evolution de la vitesse du son des échantillons d'Impersol traité à la chaux (2 – 20%) avec le temps de maturation à 20°C

Figure 6.64 : Evolution de la vitesse du son des échantillons d'Impersol traité à la chaux (2 – 20%) avec le temps de maturation à 50°C

Figure 6.65 : Vitesses du son des échantillons des échantillons d'Impersol traité à la chaux (2 – 20%) après 28 jours et 1 an de maturation à 20°C et 50°C

Figure 6.66 : Variations de la teneur en eau (w) lors des 6 cycles d'humidité imposés (20% - 98%) aux échantillons d'Impersol traité avec 4, 6, 10 et 20% de chaux après 28 jours de maturation à 20°C

Figure 6.67 : Variations volumiques (ΔV) lors des cycles d'humidité imposés aux échantillons d'Impersol traité avec 4, 6, 10 et 20% de chaux après 28 jours de maturation à 20°C

Figure 6.68 : Variations de hauteur (ΔH) lors des cycles d'humidité imposés aux échantillons d'Impersol traité avec 4, 6, 10 et 20% de chaux après 28 jours de maturation à 20°C

Figure 6.69 : Variations de la teneur en eau lors des cycles d'humidité imposés aux échantillons d'Impersol traité avec 4, 6, 10 et 20% de chaux après 28 jours de maturation à 50°C

Figure 6.70 : Variations volumiques (ΔV) lors des cycles d'humidité imposés aux échantillons d'Impersol traité avec 4, 6, 10 et 20% de chaux après 28 jours de maturation à 50°C

Figure 6.71 : Variations de hauteur (ΔH) lors des cycles d'humidité imposés aux échantillons d'Impersol traité avec 4, 6, 10 et 20% de chaux après 28 jours de maturation à 50°C

ANNEXES

Annexe 1. Détermination quantitative de la calcite et de quartz dans la composition minéralogique des sols argileux

La proportion de quartz dans un sol argileux est calculée à partir de l'intensité du pic principal de la quartz à $2\theta = 26,65^\circ$ sur les diffractogrammes des rayons X de ce sol et à partir de l'intensité du pic principal de quartz du diffractogramme du mélange à sec composé de 90% de sol et de 10% de quartz propre.

La proportion de calcite est calculée, comme pour le quartz, à partir du rapport des intensités du pic principal de la calcite, à $2\theta = 29,33^\circ$, avant et après mixage avec 10% de calcite propre. A noter que les quantités de sols et des ajouts (quartz et calcite) sont initialement séchées pendant 24 heures à 105°C .

- Echantillon de sol

On suppose que la proportion de quartz et calcite dans un sol est Q_1 et C_1 , respectivement.

On note que :

$\ln(Q_1)$ et $\ln(C_1)$ sont des intensités de pic principal de quartz et de calcite estimé sur le diffractogramme des rayons X de ce sol, respectivement.

Donc, on a :

Intensité de quartz : $\ln(Q_1) = \alpha * Q_1$, avec α est constant

Intensité de calcite : $\ln(C_1) = \beta * C_1$, avec β est constant

- Mélange à sec de 90% de sol – 10% quartz propre (ou 10% calcite propre)

- La proportion de quartz dans le mélange (10%quartz–sol) est noté Q_2 : $Q_2 = 10\% + 0,9Q_1$

- La proportion de calcite dans le mélange (10% calcite +90% sol) est noté C_2 : $C_2 = 10\% + 0,9C_1$

Sur les diffractogrammes des mélanges quartz–sol et calcite–sol, on a estimé les intensités $\ln(Q_2)$ et $\ln(C_2)$ correspondre les quantités de quartz et la calcite des les mélanges. On a :

Intensité de quartz dans le mélange : $\ln(Q_2) = \alpha * Q_2$

$$\ln(Q_2) = \alpha * (10\% + 0,9Q_1)$$

Intensité de calcite dans le mélange : $\ln(C_2) = \beta * C_2$

$$\ln(C_2) = \beta * (10\% + 0,9C_1)$$

On peut également estimer la proportion de deux composants dans le sol par les relations suivantes :

$$Q_1 = \frac{10\% * \ln(Q_1)}{\ln(Q_2) - 0,9 * \ln(Q_1)}$$

$$C_1 = \frac{10\% * \ln(C_1)}{\ln(C_2) - 0,9 * \ln(C_1)}$$

Annexe 2. Courbes de dessiccation

Courbes de dessiccation pendant l'essai de retrait linéaire (XP P94-060-2)

- Impersol traité et mûré à 20°C

La figure 1 présente les courbes de dessiccations des échantillons d'Impersol traité avec 2, 6, 8 et 20% respectivement après différents temps de maturation.

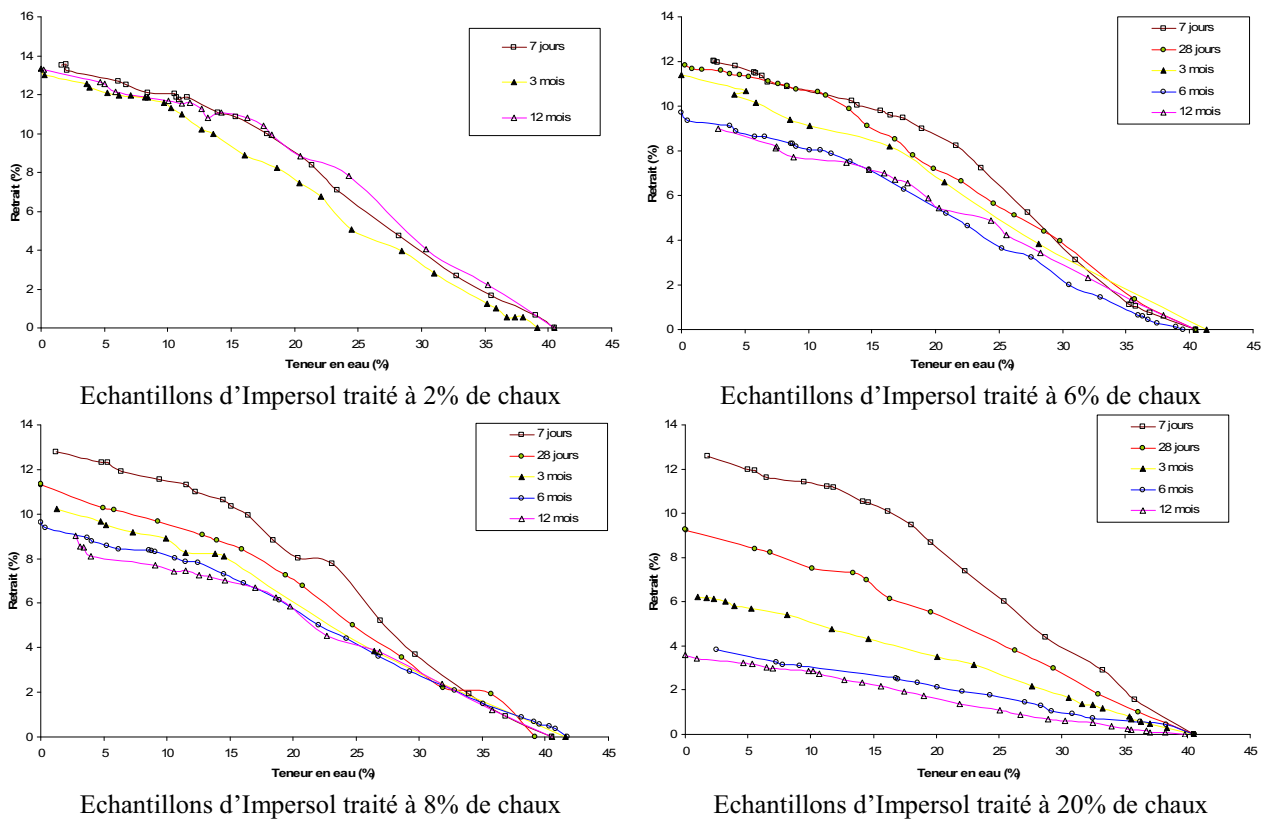
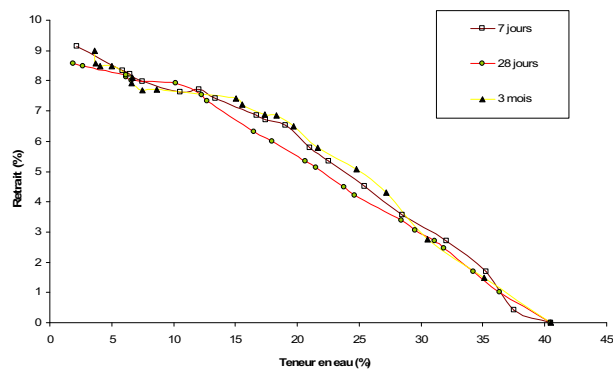
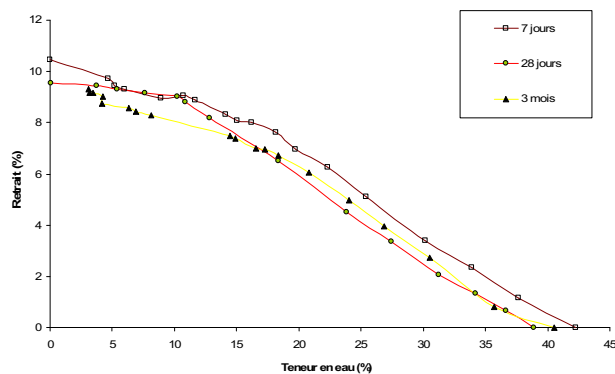


Figure : Courbes de dessiccation des échantillons d'Impersol traités avec 2, 6, 8 et 20% de chaux après différents temps de maturation (de 7 jours à 12 mois) à 20°C

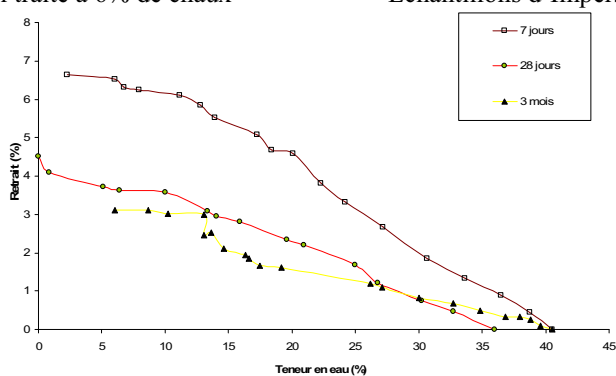
- Impersol traité et mûré à 50°C

La figure 2 présente les courbes de dessiccations des échantillons d'Impersol traité avec 6, 8 et 20% respectivement après différents temps de maturation à 50°C.



Echantillons d'Impersol traité à 6% de chaux

Echantillons d'Impersol traité à 8% de chaux



Echantillons d'Impersol traité à 20% de chaux

Figure 2 : Courbes de dessiccation des échantillons d'Impersol traités avec 6, 8 et 20% de chaux après différents temps de maturation (de 7 jours à 3 mois) à 50°C

Abdelmadjid LASLEDJ

Traitement des sols argileux à la chaux : processus physico-chimique et propriétés géotechniques

Résumé :

Le traitement des sols à la chaux est une technique ancienne et efficace dans les travaux de génie civil. Dans l'objectif du « zéro emprunt/zéro déchet » dans les travaux de terrassement routier, cette étude démontre que quelles que soient la plasticité et la médiocrité des propriétés hydromécaniques des sols argileux, le traitement à la chaux s'avère efficace. Les résultats expérimentaux concernant un sol argileux extrêmement plastique et gonflant montrent que les propriétés géotechniques s'améliorent avec le traitement à la chaux : le gonflement est éliminé, la plasticité réduite fortement et la résistance mécanique augmentée.

Le suivi du processus physico-chimique de la réaction chaux–argile a permis de déterminer les quantités de chaux nécessaires aux changements instantanés ou/et durables du comportement hydromécanique des sols argileux traités. L'échange cationique poursuivi par la réaction pouzzolanique induisent dans les sols traités des modifications minéralogiques, texturales et structurales. Des hydrates calciques nouveaux sont formés grâce à la consommation de la chaux et des argiles. Ces hydrates tapissent les bords des particules argileuses et constituent une couche qui enrobent et assurent le lien entre les particules. Ces changements sont ainsi à l'origine des améliorations des propriétés géotechniques des sols traités.

Les travaux de recherche réalisés démontrent que le processus et la cinétique des réactions chaux–argile dépendent du cation échangeable, de la quantité de chaux disponible, de la température de maturation et de la structure de l'argile : smectite, illite ou kaolinite.

Mots clés : Traitement à la chaux, argile plastique, processus physico-chimique, propriétés géotechniques

Treatment of clay soils with lime: physico-chemical reactions and geotechnical properties

Summary:

Lime treatment techniques have largely been developed across the world mainly in civil engineering works. The context of sustainable development implies to improve the rate of reuse of clay soils in the earthworks. This study demonstrates that whatever the plasticity and poor hydromechanical properties of clay soils, the lime treatment is effective. Experimental results on highly plastic clay soil show that all geotechnical properties progress with the lime treatment: the swelling is eliminated, the plasticity is reduced greatly and the strength increases.

Monitoring the physicochemical lime-clay reaction allows to determine the quantities of lime required for short term and/or long term changes in the hydromechanical behaviour of treated clay soils. The cation exchange pursued by the pozzolanic reactions induced mineralogical, textural and structural changes in the treated soil. New hydrates are formed through the consumption of lime and clay. These hydrates contour the edges of clay particles and formed a layer which coat and provide the link between particles. These changes are well behind improvements in geotechnical properties of treated soil.

The research conducted in this thesis shows that the process and the kinetics of lime-clay reactions depend on the exchangeable cation, the amount of lime available, to the curing temperature and the structure of the clay smectite, illite and kaolinite.

Keywords: Lime treatment highly plastic clay, physicochemical reaction, geotechnical properties