
Mécanisme de réorganisation de matrice argileuse par séchage dans un matériau terre : influence sur la cohésion.

Gélard David¹, Dudoignon Patrick², Bernard Marjorie²

¹ SOTRA SAS. ZA Le Petit Gizon, AV. de Saint Claude, 39260 Moirans en Montagne

² ESIP UMR 6532 du CNRS, 40 av. du recteur Pineau 86022 Poitiers cedex
patrick.dudoignon@esip.univ-poitiers.fr

RESUME. Les évolutions structurales apportées, par séchage, d'un matériau modèle constitué de sable d'Hostun et de kaolinite ont été observées pour des pourcentages de kaolinite de 5, 10, 15 et 25 %. Les analyses pétrographiques quantitatives permettent d'expliquer et de modéliser les mécanismes de réarrangements des particules de kaolinites au sein du ciment argileux. Ces évolutions de structure de la matrice argileuse sont reliées aux évolutions de résistance à la compression et de cohésion du matériau.

ABSTRACT. The structural evolution induced by drying of model materials made of Hostun sand and 5, 10, 15 and 25% kaolinite were studied face to the mechanical resistances measured in laboratory. The petrographic analyses allow the explanation and the modelling of the clay particle arrangement in the dried material. The shrinkage features of the clay matrix give the relationship between the structural and cohesion behaviour of the material.

MOTS-CLES : matrice argileuse, dessiccation – retrait, structure, cohésion, matériau terre

KEYWORDS : clay matrix, drying - shrinkage, structure, cohesion, earth material

1. Introduction

Les résistances mécaniques d'un matériau terre sont gouvernées par sa compacité et par la cohésion du « ciment » argileux qui lie le squelette granulaire. A partir d'un état humide à saturé deux mécanismes peuvent faire évoluer la structure du « ciment » argileux : la compression du milieu et la dessiccation. Les deux mécanismes sont utilisés pour la mise en œuvre de matériaux terre. Dans ces deux mécanismes les transferts hydriques par expulsion de l'eau en milieu drainé ou par évaporation gouvernent la réorganisation des matrices argileuses (Biarez *et al.* 1987). Ces mécanismes provoquent une diminution de la porosité associée à un réarrangement de plus en plus serré et anisotrope des particules argileuses (Dudoignon *et al.*, 2001 ; 2004 ; 2007). Les conséquences hydromécaniques sont

une diminution de conductivité hydraulique du « ciment » argileux et une augmentation de sa cohésion. L'objectif de ce travail est (1) d'étudier les mécanismes de réorganisation structurale du « ciment » argileux dans un matériau terre par dessiccation et (2) de montrer le rôle du rapport initial w/K (eau/argile) sur les propriétés de résistance à la compression et au cisaillement du matériau « sec ».

2. Matériaux et méthodes

Des matériaux modèles ont été reconstitués par mélange de sable d'Hostun et de kaolinite. La méthode de fabrication comporte 3 phases : un malaxage à sec, un ajout progressif d'eau et un remplissage des moules cubiques (50 mm d'arête) ou cylindriques (diamètre 36 mm et d'élancement 2) en PVC sur table à choc ou table vibrante (Gélard, 2005). Le sable d'Hostun est constitué de quartz et de quelques feldspaths et calcites accessoires (< 5%). Sa granulométrie 0.05 – 4 mm a été reconstituée conformément à la granulométrie du sable CEN 196-1 utilisé pour l'étude de la cohésion du matériau terre. La kaolinite utilisée est de type « China-Clay ». Sa pureté est démontrée par diffraction de rayons X. Elle contient moins de 5% d'illite et de quartz. Sa granulométrie effectuée par granulométrie laser sur Mastersizer 2000 avec « Tank Hydro 2 » montre une distribution unimodale entre 0.4 et 20 μm . Sa surface spécifique mesurée par BET est de 13.4 m^2/g . Ses limites de retrait, plasticité et liquidité sont de 20%, 38% et 54% respectivement (Gélard, 2005).

Les éprouvettes sont séchées à 20°C sous des humidités relatives de 30, 55 et 90 %. La perte de poids par dessiccation se stabilise au bout de 15 jours. Du point de vue macroscopique aucun retrait significatif n'apparaît lors du séchage. Le volume initial des éprouvettes est conservé par le squelette sableux. Quatre séries d'éprouvettes sont fabriquées en respectant des rapports pondéraux kaolinite/sable (K/S) de 5, 10, 15 et 25% (tableau 1).

K/S (%)	w_d (%)	γ_d	n (%)	w_f (%)
5	0.18	1.65	37.7	10
10	0.27	1.81	34.2	13
15	0.29	1.79	31.9	15.5
25	0.37	1.7	36.2	20

Tableau 1. Caractéristiques de fabrication des éprouvettes des matériaux modèles, K/S = ratio masse kaolinite sur masse sable, w_d = teneur en eau pondérale résiduelle après séchage à 55% d'humidité relative, γ_d = densité apparente du matériau après séchage, n = porosité calculée avec une densité des particules de 2.65, w_f = teneur en eau pondérale de fabrication.

Les propriétés mécaniques des éprouvettes ont été testées par essais de compression simple sur les éprouvettes cylindriques après séchages aux humidités

relatives de 30%, 55% et de 90%. Les cisaillements à la presse triaxiale ont été réalisés sur les échantillons séchés à 55% d'humidité relative. La friabilité des matériaux a nécessité un dispositif anti-fretage par « imprégnation » des surfaces en contact avec les pistons de presse par de la cire ou de la paraffine. Cette friabilité a empêché la mise en place des éprouvettes mélangées à 5% de kaolinite pour les essais triaxiaux.

Les observations pétrographiques ont été effectuées au Microscope Electronique à Balayage (JEOL 6400 Laboratoire HydrASA Poitiers) en mode électrons absorbés sur blocs d'échantillons métallisés à l'or et en mode électrons rétrodiffusés sur sections polies métallisées au carbone. La répartition entre microporosité et macroporosité a été mesurée par analyse d'images sur les sections polies. Ces dernières ont été réalisées après imprégnation du matériau par le PMMA (PolyMethyl Méthacrylate) (Prêt, 2003). La répartition granulométrique de la porosité au sein des échantillons a été mesurée à l'aide d'un porosimètre mercure Poro Autopore III – Micrometrics.

3. Résultats

Dans de tels assemblages sable – argile trois constituants gouvernent la structure du matériau ; les grains de sables non déformables, la matrice argileuse dont les variations de volume sont gouvernées par sa courbe de retrait, et les macropores. Le volume de ces derniers dépend de la teneur en eau de fabrication (w_f), de la teneur en eau résiduelle (w_d) et du retrait de la matrice argileuse.

$K/(K+S)$ (%)	4.76	9.09	13.00	20.00
w_f (%)	10.00	13.00	15.50	20.00
w_d (%)	0.18	0.27	0.29	0.37
w_{kf} (%)	210	143	119	100
e_{kf}	5.57	3.79	3.16	2.65
n_{kf} (%)	85.00	79.00	76.00	73.00
w_{kd} (%)	3.80	3.00	2.20	1.90
e_{kd}	0.10	0.08	0.06	0.05
n_{kd} (%)	9.10	7.30	5.60	4.70

Tableau 2. Evolutions des caractéristiques de la matrice argileuse inter quartz (séchage à humidité relative de 55%). $K/(K+S)$ = pourcentage de kaolinite / somme quartz + kaolinite, w_f = teneur en eau pondérale de fabrication du mélange, w_d = teneur en eau pondérale du mélange après dessiccation, w_{kf} = teneur en eau pondérale de la matrice kaolinitique lors de la fabrication, w_{kd} = teneur en eau pondérale résiduelle de la matrice kaolinitique après dessiccation, e_{kf} et e_{kd} indices des vides respectives des matrices kaolinitiques de fabrication et après dessiccation. n_{kf} et n_{kd} porosités respectives des matrices kaolinitiques de fabrication et après dessiccation.

De par le mode de fabrication des éprouvettes on peut considérer que la totalité de l'eau de fabrication est associée à la matrice kaolinitique. La kaolinite étant dépourvue de couches d'eau interfoliaires, l'eau de fabrication ne remplit que les sites inter-particules. Les évolutions de teneurs en eau de la matrice argileuse localisée entre les grains de quartz, de la fabrication à l'état de dessiccation stabilisée, correspondent à des évolutions de l'état liquide à l'état solide de la matrice kaolinitique (Tableau 2).

Malgré le faible nombre d'essais, les évolutions des résistances à la compression sont similaires pour les éprouvettes séchées à des humidités relatives de 30 et 55% avec des maxima observés pour 15% de kaolinite. Les résistances des éprouvettes séchées à l'humidité relative de 90% sont plus faibles (Tableau 3). La valeur moyenne de cohésion est également la plus élevée pour 15% de kaolinite.

K/S	5	10	15	25
Rc (MPa) HR55 (dispersion/8)	0.40 (0.36 - 0.44)	0.54 (0.52 - 0.63)	0.60 (0.56 - 0.65)	0.53 (0.45 - 0.63)
Rc (MPa) HR30 (dispersion/3)	0.40 (0.39 - 0.42)	0.53 (0.52 - 0.54)	0.60 (0.57 - 0.63)	0.54 (0.53 - 0.55)
Rc (MPa) HR90 (dispersion/3)	0.30 (0.30 - 0.30)	0.43 (0.42 - 0.43)	0.38 (0.36 - 0.39)	0.37 (0.36 - 0.38)
C (MPa)		0.13	0.16	0.11
φ (degré)		26	25	32

Tableau 3. K/S = ratio pondéral kaolinite / sable. Résistance à la compression simple des différents matériaux séchés aux humidités relatives de 30% (Rc HR₃₀), 55% (Rc HR₅₅) et 90% (Rc HR₉₀)(dispersion/nombre éprouvettes) ; C = cohésion, φ = angle de frottement interne déduit des cisaillements à la presse triaxiale (droite de Mohr-Coulomb ; $\sigma_3 = 0$; 0.12 ; 0.250 ; 0.500 MPa).

Les observations au MEB effectuées sur blocs d'échantillons après dessiccation montrent les arrangements de la matrice argileuse entre les grains de quartz. Dans le matériau à 5% de kaolinite les quartz ne sont recouverts que d'une fine pellicule de kaolinite. Les surfaces macropore-kaolinite sont parfaitement lisses. La matrice kaolinitique constitue des ponts très fins entre les grains quartz (figure 1 a, b). Avec l'augmentation du pourcentage de kaolinite, l'épaisseur d'enrobage des quartz et des ponts inter-quartz augmente en accord avec la diminution de macroporosité (figure 1b, c).

Le long des parois des macropores la matrice argileuse est parfaitement orientée : les particules argileuses sont arrangées face contre face. Cette anisotropie complète s'atténue vers l'intérieure des « ponts » de matrices argileuses (figure 1).

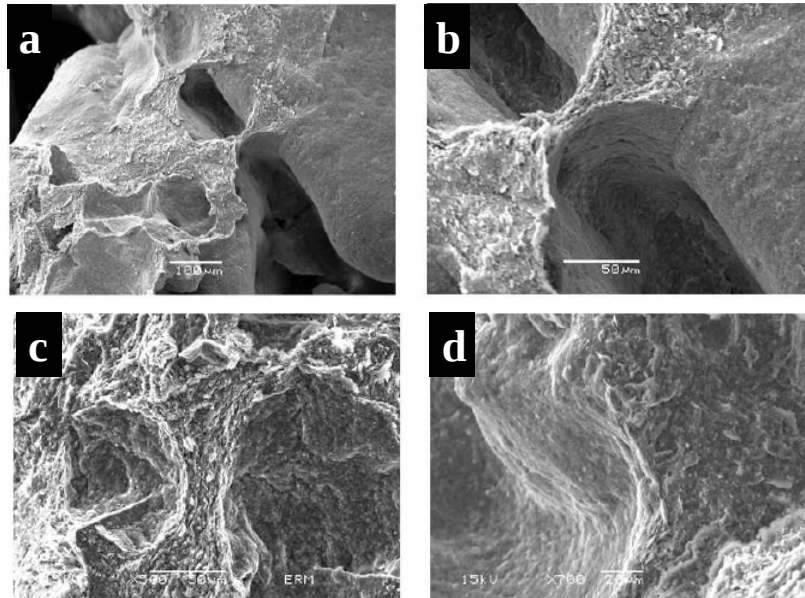


Figure 1. Répartition de la matrice argileuse entre les grains de quartz. a et b matériau à 10% de kaolinite, c matériau à 15% de kaolinite, d matériau à 25% de kaolinite. Image MEB mode électrons rétrodiffusés.

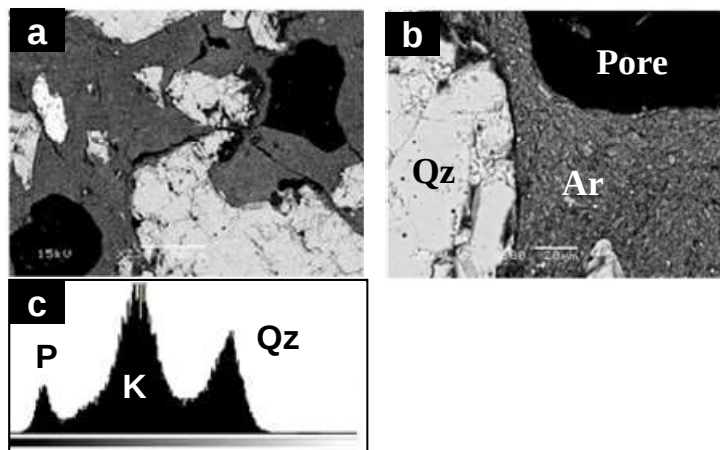


Figure 2. a et b Exemples de répartition quartz (Qz) / matrice argileuse (Ar) / macropores (Pore), c Exemple de diagramme de niveaux de gris à répartition trimodale quartz (Qz) / matrice argileuse (K) / macropores (P).

La quantification de la répartition quartz / matrice argileuse / macropores a été effectuée par seuillage d'images numérisées au MEB en mode électrons rétrodiffusés sur les lames minces fabriquées à partir des éprouvettes à 10, 15 et 25% de kaolinite. Ces quantifications sont facilitées par la répartition trimodale des niveaux de gris (Figure 2 ; Tableau 4).

4. Discussion

La dessiccation provoque une réorganisation de la matrice kaolinitique initialement à l'état liquide lors de la fabrication. Les états finaux montrent que le pourcentage volumique de matrice de kaolinite n'est pas directement corrélé au pourcentage pondéral de kaolinite dans le mélange. Les pourcentages pondéraux (K/S) de 10, 15 et 25% de kaolinite induisent des pourcentages volumiques de matrice kaolinite de 25, 41 et 48% respectivement caractérisées par des porosités de 21, 44 et 57 %. Ces caractéristiques correspondent à des structures de matrices, malgré leurs états desséchés, qui évoluent de structures équivalentes à la limite de retrait, à l'état plastique puis liquide (figure 3). Ces évolutions de structures sont confirmées par les mesures de porosités au porosimètre mercure (Tableau 5). Quel que soit le matériau, la microporosité $< 0.03 \mu\text{m}$ reste voisine de 5%. A l'inverse la fraction $0.03 - 0.2 \mu\text{m}$ de microporosité augmente de 14 % pour le matériau à 5% de kaolinite jusqu'à 47% dans le matériau à 25% de kaolinite. Ces évolutions « granulométriques » de porosité doivent être associées à différents modes d'arrangement des particules argileuses: forte anisotropie (arrangement dominant faces contre faces des particules) et micropores de petites tailles pour les faibles pourcentages de kaolinite et faible anisotropie ou subisotropie (arrangement dominant bords - faces ou bords - bords des particules) avec microporosité plus grossière, pour les pourcentages de kaolinite élevés.

%K	10	15	25
porosité totale (%)	34.2	31.9	36.2
macroporosité (%)	29	14	9
matrice K (%)	25	41	48
n_K (%)	21	44	57
e_K	0.26	0.77	1.31
Quartz (%)	46	45	43
w_{Kd} (%)	7	5	4

Tableau 4. Répartition entre macroporosité, matrice de kaolinite (matrice K) et quartz mesurée par analyse d'images. %K =ratio pondéral kaolinite/quartz, n_K = porosité de la matrice kaolinite calculée par différence entre porosité totale et macroporosité mesurée. e_K = indice des vides de la matrice kaolinitique, w_{Kd} = teneur en eau pondérale résiduelle de la matrice kaolinite.

Ces évolutions de structure du ciment argileux peuvent être schématisées sur une courbe de retrait (Figure 3). La structuration de la matrice est inversement liée au ratio w/K (eau / kaolinite) de fabrication. Au ratio w/K initial le plus élevé (K_{10}) correspond la structure séchée la plus resserrée et inversement au ratio w/K initial le plus faible (K_{25}) correspond la structure de matrice séchée la plus poreuse. Respectivement les structures de ces matrices séchées K_{10} , K_{15} et K_{25} correspondent à des états structuraux voisins de w_R , de w_P et w_L .

K/S	5	10	15	25
$< 0.2 \mu\text{m}$ (%)	19	26	32	52
$< 0.03 \mu\text{m}$ (%)	5	5	5	5
$0.03 - 0.2 \mu\text{m}$ (%)	14	21	27	47

Tableau 5. Répartition de la microporosité de la matrice argileuse par rapport à la porosité totale. K/S = ratio pondéral kaolinite/sable. fractions $< 0.2 \mu\text{m}$, $< 0.03 \mu\text{m}$ et $0.03 - 0.2 \mu\text{m}$.

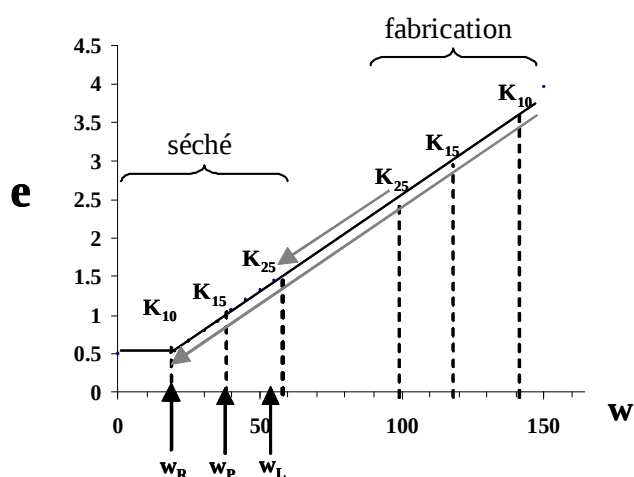


Figure 3. Représentation schématique des changements de structure de la matrice kaolinitique entre la fabrication « état liquide » et l'équilibre hydrique obtenu en fin de dessiccation « état sec ». K_{10} , K_{15} , K_{25} matériaux à 10, 15 et 25 % kaolinite/sable. w_R , w_P et w_L = limites de retrait, plasticité et liquidité. Les flèches grises indiquent les changements d'états pour les matériaux K_{10} et K_{25} .

L'arrangement des particules lors de la dessiccation est gouverné par leurs degrés de liberté dans la matrice argileuse initiale :

- dans le cas de particules dispersées dans un matériau à l'état liquide proche d'une suspension les particules sont suffisamment éloignées les unes des autres

pour tendre vers un arrangement « faces contre faces » et augmenter l'anisotropie du matériau final.

- dans le cas d'un matériau à l'état liquide mais plus chargé en particules ces dernières sont « liées » par leurs charges périphériques (plan hk0) et s'arrangent entre elles via des liaisons « bords - bords » ou « bords - faces » qui sont en partie conservées lors de la dessiccation (Dudoignon *et al.*, 2007). Elles sont d'autant plus conservées dans le cas de particules argileuses rigides sans charges de surfaces (plans (001)) ce qui est le cas de la kaolinite.

Du point de vue macroscopique, ces arrangements structuraux se traduisent par des densités maximales du matériau séché obtenues pour les ratios K/S de 10 et 15%. La diminution de densité pour $K/S = 5\%$ doit être associée à l'augmentation de la macroporosité. A l'inverse la diminution de densité observée pour $K/S = 25\%$ correspond à l'augmentation de la microporosité de la matrice. Ces ratios macroporosité / microporosité de matrice argileuse gouvernent les propriétés mécanique du milieu (Gélard, 2005 ; tableau 5):

- ciment kaolinitique à la limite de retrait et à comportement fragile pour les ratios w/K élevés lors de la fabrication ($> 130\%$).
- ciment à structure caractéristique de l'état plastique (cohésion maximum) pour un ratio w/K initial voisin de 120%.
- ciment à structure conservée caractéristique de la limite de liquidité de faible cohésion pour des ratios initiaux w/K voisins de 100%.

Bibliographie

- Biarez, J., Fleureau J.-M., Zerhounil M.-I. et Soepandji B. S., 1987. Variations de volume des sols argileux lors de cycles drainage – humidification. *Revue Française de Géotechnique*, 41 : 63-71.
- Dudoignon P., Pantet A., Carrara L. et Velde B., 2001. Macro-micro measurement of particle arrangement in sheared kaolinitic matrices. *Géotechnique* 51, n°6, 493-499.
- Dudoignon. P., Gélard D. et Sammartino S., 2004. Cam-clay and hydraulic conductivity diagram relations in consolidated and sheared clay-matrices. *Clay Minerals*, 39, 267-279.
- Dudoignon P., Caussègue S., Bernard M. et Hallaire V., 2007. Vertical profile porosity of clay-rich marsh soil. *Catena*. (Online Articles) doi:10.1016/j.catena.2006.12.002 .
- Gélard D., 2005. Identification et caractérisation de la cohésion interne du matériau terre dans ses conditions naturelles de conservation. Thèse INPG, Université de Grenoble, 198 p.
- Prêt, D. 2003. Nouvelles méthodes quantitatives de cartographie de la minéralogie et de la porosité des matériaux argileux : application aux bentonites compactées des barrières ouvragées. Thèse de doctorat. Université de Poitiers, 241 p.