

Mise au point d'un dispositif expérimental pour l'analyse du retrait-gonflement des sols argileux

Development of an experimental device for swelling-shrinkage analysis of clayey soils

Maison T.

Institut Polytechnique LaSalle Beauvais, Beauvais, France

Laouafa F., Delalain P.

INERIS, Verneuil-en-Halatte, France

RÉSUMÉ : L'article présente un nouveau dispositif expérimental, pouvant être incorporé dans un Microscope Electronique à Balayage Environnemental (MEBE). Il permet de mesurer simultanément l'évolution de la déformation surfacique d'agrégats argileux et l'évolution de leur teneur en eau. L'état initial des échantillons est sous forme de poudre, ce qui permet d'effectuer un cycle d'humidification-séchage complet en 24 heures, soit beaucoup plus rapide que les essais classiques à l'échelle mésoscopique. Les résultats obtenus semblent permettre de dissocier les argiles homogènes et/ou « industrielles » des argiles naturelles hétérogènes par l'évolution de leur déformation surfacique et de leur teneur en eau. Ces observations permettent d'envisager des applications concrètes telles que la corrélation des tassements d'un massif aux profils d'évolution de la teneur en eau (fonction de la profondeur) ou l'optimisation du choix des bentonites utilisées pour les scellements des stockages de déchets radioactifs.

ABSTRACT: The paper presents a new experimental device, which can be incorporated in an Environmental Scanning Electron Microscope (ESEM). It allows to measure simultaneously the evolution of the surface strain of clayey aggregates and the evolution of their water content. The initial state of samples is in powder form, what allows making a complete cycle of wetting-drying in 24 hours, faster than the classic tests at the mesoscopic scale. The obtained results seem dissociate homogeneous and/or "industrial" clays than heterogeneous natural clays with the evolution of their surface strain and their water content. These observations allow to envisage concrete applications such as the correlation of the collapses of a massif with the profiles of evolution of the water content (function of the depth) or the optimization of the choice of bentonites used for the sealings of the storages of radioactive waste.

MOTS-CLÉS: MEBE, sols, argiles, micro-pesée.

KEYWORDS: ESEM, soils, clays, micro-weighing.

1 INTRODUCTION

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

Le retrait-gonflement des sols argileux exige, pour l'évaluation de ses effets sur une zone donnée, des paramètres obtenus par des essais en laboratoire, menés sur des échantillons de plusieurs centimètres cubes. La faible cinétique des sols argileux implique des durées de tests jusqu'à trois mois pour certains d'entre-eux.

Aujourd'hui, cet inconvénient peut être surmonté avec l'utilisation du Microscope Electronique à Balayage Environnemental (MEBE). Le contrôle des conditions hygrométriques dans la chambre du MEBE permet l'analyse de l'échantillon dans des conditions hygrométriques in situ (Romero et Simms 2008). Les échantillons peuvent être étudiés sous forme de poudre, ce qui diminue la durée du test à 24 heures pour les argiles.

Les analyses menées au MEBE ces dernières années ne concernaient que des argiles industrielles type bentonite MX80 (Montes-H. 2002). Cet article présente des observations au MEBE effectuées sur des argiles industrielles mais aussi sur des argiles naturelles (prélevées in situ), afin d'étudier le comportement du retrait-gonflement dans les sols argileux. Cinq argiles sont présentées : une argile naturelle homogène commercialisée et pouvant être utilisée dans l'industrie, la

montmorillonite grecque ; une argile « industrielle », la bentonite MX80 ; trois argiles naturelles hétérogènes, l'argile verte de Romainville, la marne de Mormoiron et l'argile des Flandres.

Le but de cet article est de proposer l'observation et l'analyse de l'évolution du retrait-gonflement de ces argiles en fonction de leur teneur en eau. A cette fin, un dispositif expérimental a été développé pour peser l'échantillon sous forme de poudre tout en permettant l'observation des agrégats d'argile. Via la mesure de l'évolution du poids et la teneur en eau initiale, l'évolution de la teneur en eau peut être obtenue et reliée à l'évolution de la déformation surfacique des agrégats argileux.

A partir de ces résultats, quelques applications peuvent être imaginées, telles que la corrélation avec des mesures d'évolution de la teneur en eau in situ en fonction de la profondeur. L'extrapolation de l'échelle microscopique du MEBE à l'échelle macroscopique des structures pourrait être établie pour l'évaluation du retrait-gonflement, par exemple sur une zone donnée. Une autre application, dans le cas des argiles « industrielles », serait l'étude et la modélisation du gonflement des bentonites dans le cadre du stockage des déchets radioactifs.

2 PRINCIPALES CARACTÉRISTIQUES DES ARGILES ÉTUDIÉES

La montmorillonite grecque (MG) provient de l'île de Milos, dans l'archipel des Cyclades, et présente une origine volcanique. Comme son nom l'indique, elle est composée principalement de smectite, une espèce argileuse gonflante.

La bentonite MX80 provient du laboratoire de recherche souterrain de Meuse/Haute-Marne de l'ANDRA qui l'utilise dans le cadre de ses recherches sur les scellements des centres de stockage de déchets radioactifs haute activité vie longue (HAVL). Elle est composée principalement de montmorillonite, mais également de quartz, de muscovite et d'albite en phases mineures.

L'argile verte de Romainville (AVR) provient de l'Est de Paris (France), et présente une origine sédimentaire. Les espèces argileuses en présence sont la kaolinite, l'illite, des interstratifiés illite/smectite et elle contient également des carbonates, du quartz et du feldspath.

La marne de Mormoiron (MM) provient de la commune de Mormoiron, dans le Sud-Est de la France, et présente une origine fluviatile. Les espèces argileuses en présence sont la montmorillonite et des interstratifiés muscovite/illite et elle contient également des carbonates et du quartz.

L'argile des Flandres (AF) provient de la commune de Merville, dans le Nord de la France, et présente une origine fluviatile. Les espèces argileuses en présence sont la montmorillonite, la kaolinite et l'illite, et elle contient également du quartz et des carbonates.

Les principales caractéristiques de ces argiles sont présentées dans le tableau 1. Les valeurs de teneur en eau initiales sont celles mesurées après broyage (< 200 µm) dans les conditions environnementales du laboratoire.

Tableau 1. Caractéristiques géotechniques des argiles étudiées (d'après Fleureau *et al.* 1993, Christidis *et al.* 1997, Audiguier *et al.* 2007, Makki *et al.* 2008, Montes-H. 2002, Plat *et al.* 2009).

	MG	MX80	AVR	MM	AF
Limite de liquidité, w_L , %	170	-	75	32,9	90
Limite de plasticité, w_P , %	60	-	40	14,5	45
Indice de plasticité, I_p	110	-	35	18,4	45
Surface spécifique, m^2/g	61,76	33	195	-	-
CEC, meq/100 g	104,4	-	39,5	-	-
Teneur en eau initiale (%)	12	7,67	0,04	3,96	2,27

3 ANALYSE DU RETRAIT/GONFLEMENT AU MICROSCOPE ELECTRONIQUE À BALAYAGE ENVIRONNEMENTAL (MEBE)

3.1 Présentation du MEBE

Le Microscope Electronique à Balayage Environnemental (MEBE) permet d'observer des échantillons dans des conditions environnementales (température, pression, hygrométrie) contrôlées. Le gaz, injecté dans la chambre du MEBE lors de nos expériences, est la vapeur d'eau, qui joue à la fois le rôle de gaz d'ionisation (Figure 1) pour la formation de l'image et de fluide d'hydratation de l'échantillon.

Le mode « environnemental » permet l'observation des échantillons sans aucune préparation préalable (métallisation à

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

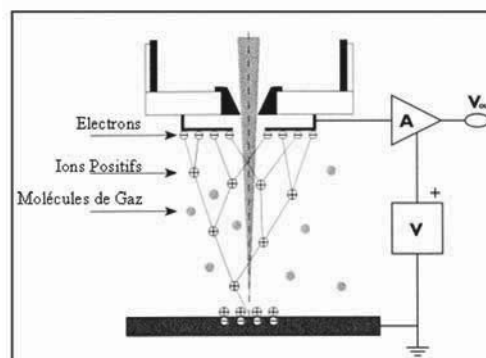


Figure 1. Représentation schématique de l'ionisation d'un gaz dans la chambre du MEBE (Montes-H. 2002).

3.2 Développement d'un dispositif expérimental

Le MEBE permet des observations microscopiques, des analyses chimiques et des mesures linéaires ou surfaciques d'éléments grâce à un logiciel de traitement d'image. Cependant, toute mesure physique sur l'échantillon (poids, teneur en eau...) est impossible. C'est pourquoi un nouveau dispositif expérimental, breveté, a été développé dans le MEBE, afin de mesurer la teneur en eau de l'échantillon et la déformation surfacique des agrégats simultanément (Kazmierczak *et al.* 2011). Le principe est de peser l'échantillon et d'obtenir une évolution et une intensité précises de la teneur en eau en fonction de l'humidité relative. Pour cela, le dispositif expérimental est constitué d'un capteur de force couplé à un bras de levier afin d'amplifier l'évolution du poids (Figure 2B). Le bras de levier est assez long pour obtenir une amplification suffisante et est réalisé en aluminium. Son extrémité contient une coupelle avec une cavité où le microéchantillon de sol (sous forme de poudre) de très petit volume (quelques millimètres cube) est déposé et un plateau pour la zone d'observation. Pour concentrer l'humidité relative sur l'échantillon, l'extrémité du bras de levier est entourée d'un doigt de confinement en cuivre qui est relié à la platine Peltier du MEBE (Figure 2A). Faute d'une place suffisante, une partie du dispositif doit être externalisée par rapport à la chambre du MEBE. A cet effet et pour maintenir les conditions environnementales (pression et température), une enceinte en aluminium est installée sur le MEBE (Figure 2C). Une centrale d'acquisition permet de suivre simultanément plusieurs paramètres dans la chambre du MEBE :

- la température à l'intérieur du doigt de confinement (capteur PT100) ;
- la température à l'intérieur de la chambre du MEBE (capteur PT100) ;
- la température de la platine Peltier (donnée par le MEBE) ;
- la pression à l'intérieur de la chambre du MEBE (jauge de pression) ;
- l'évolution de poids de l'échantillon (capteur de force) (Figure 3).

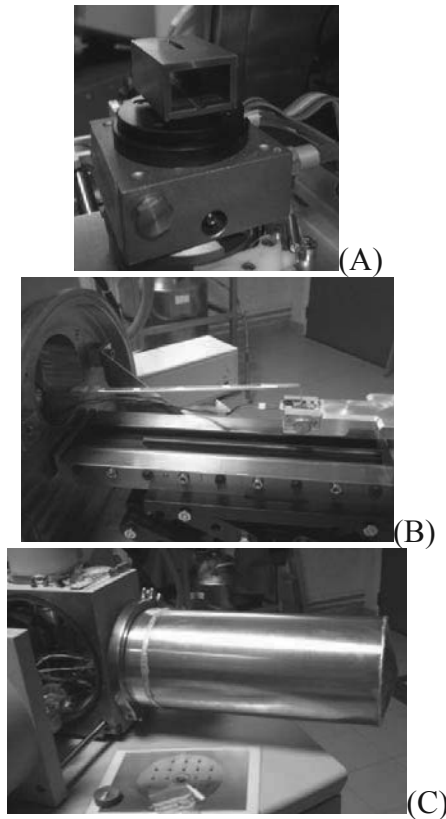


Figure 2. Configuration du dispositif expérimental dans la chambre du MEBE : doigt de confinement (A) ; capteur de force et bras de levier (B); fermé avec l'enceinte (C).

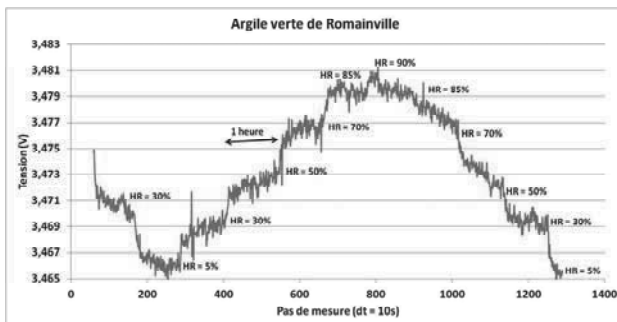


Figure 3. Mesure du capteur de force : évolution du poids de l'échantillon en fonction du temps. Exemple de l'argile verte de Romainville.

3.3 Protocole expérimental

Les argiles naturelles présentent une cinétique plus lente que les argiles industrielles car elles présentent une hétérogénéité minéralogique que ne présentent pas les argiles industrielles. De fait, un protocole expérimental a été établi afin de respecter cette cinétique naturelle.

Le protocole expérimental mis en œuvre lors de l'analyse de ces agrégats consiste à appliquer graduellement des niveaux d'humidité relative avec des paliers de temps d'équilibre régulier (de 10 à 60 minutes selon le type d'argile), afin de laisser suffisamment de temps pour que les processus d'hydratation et de déshydratation atteignent un état d'équilibre au sein des agrégats argileux. Le taux d'humidification est ainsi plus lent et régulier et semble plus proche des conditions in situ. Le protocole expérimental comporte deux phases : pendant la première, les paliers de temps sont appliqués pour différents incréments d'humidité relative (HR) (incrément de 10 % d'HR jusqu'à 85 % d'HR). Dans la seconde phase, les paliers de temps sont appliqués pour différents incréments de pression

(incrément de 10 Pa, 5 Pa et 1 Pa) (Figure 4). Avec un tel protocole, une bonne précision dans l'hydratation des agrégats argileux et dans les mesures de gonflement aux fortes humidités relatives, peut être obtenue. L'immersion de la zone d'observation est retardée grâce au taux d'hydratation modéré, rendant ainsi possible l'analyse des images acquises lors de l'essai.

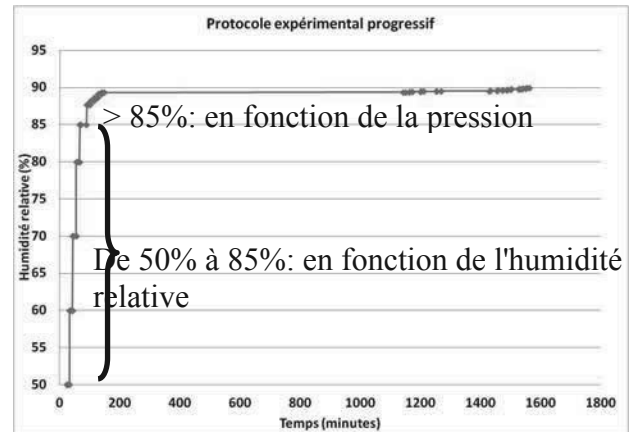


Figure 4. Humidité relative en fonction du temps : protocole expérimental utilisé pour les différentes argiles.

Les argiles sont analysées sous forme de poudre (granulométrie inférieure à 200 μm) et soumises à un cycle d'humidification-séchage. Afin d'effectuer des observations au MEBE, la poudre est déposée sur un scotch double face carbone pour éviter le déplacement des agrégats pendant l'humidification. La température est maintenue constante à 18°C à l'intérieur du doigt en cuivre et la pression est contrôlée pour obtenir l'humidité relative désirée. L'hygrométrie initiale dans la chambre du MEBE est d'environ 50 % (celle du laboratoire). Le cycle d'humidification-séchage est appliqué sur l'ensemble de l'échantillon mais seule une zone est observée.

L'évolution de la surface apparente des agrégats argileux est suivie en temps réel. La déformation surfacique induite par le retrait et le gonflement est déduite de l'analyse des images acquises (de 1500 à 2000 photos en moyenne) avec le logiciel Scandium (Soft Imaging System). Le terme « déformation surfacique » est utilisé pour définir le changement relatif de surface des agrégats au temps t_i par rapport à l'état initial (Figure 5) :

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

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

La déformation volumique ε_v est égale à :

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

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

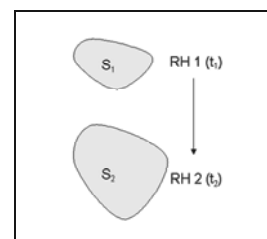


Figure 5. Définition de la déformation sur la base des paramètres du temps, de la surface et de l'humidité relative des agrégats argileux

4 ANALYSE EXPÉRIMENTALE

Ces expériences permettent donc de mesurer deux paramètres intimement liés : l'évolution de la déformation surfacique et l'évolution de la teneur en eau en fonction de l'humidité relative. La qualité de la relation dépend fortement de la quantité de sol, du temps d'équilibre des paliers et de la stabilité des conditions environnementales pendant l'expérience. Ces deux courbes peuvent être corrélées pour obtenir l'évolution de la déformation surfacique en fonction de la teneur en eau (Figure 6).

Sur la base de nos essais, nous observons que, pour la même taille d'agrégats argileux (50 μm) et un temps d'équilibre moyen de 30 minutes, le gonflement serait variable selon le type d'argile. Les argiles homogènes et/ou « industrielles » (MG et MX80) présenteraient une déformation surfacique et une teneur en eau élevées. En revanche, les argiles naturelles hétérogènes présenteraient une déformation surfacique et une teneur en eau plus faibles.

Rappelons que le premier groupe se caractérise par une composition principalement constituée de smectite et le deuxième de divers minéraux (kaolinite, illite, interstratifiés illite/smectite, carbonates, quartz, feldspath). Le gonflement peut se développer librement dans les argiles « industrielles » grâce à la smectite (ou montmorillonite). En revanche, le gonflement est probablement gêné dans les argiles naturelles hétérogènes à cause de deux paramètres : (i) la présence de kaolinite et illite, qui sont des espèces argileuses avec des liaisons fortes; (ii) les carbonates connus pour constituer une cimentation (Maison et al. 2010a). Cependant, l'allure générale des courbes paraît semblable, montrant que la majeure partie des déformations surfaciques se produirait aux fortes humidités relatives (supérieures à 75 % d'humidité relative). Il peut être souligné que les gonflements mesurés pour les argiles naturelles hétérogènes dans les observations au MEBE, semblent similaires aux gonflements mesurés avec des essais œdométriques de gonflement libre classiques (Maison et al. 2010b). Nous retrouvons la différence entre les deux types d'argiles avec la gamme de teneur en eau (jusqu'à 32 % pour la bentonite MX80; jusqu'à 12 % pour l'argile verte de Romainville) probablement en raison de la présence de smectite qui permettrait une évolution de la teneur en eau plus importante.

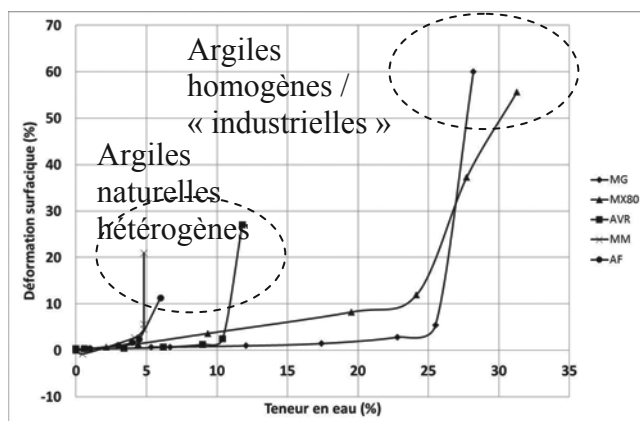


Figure 6. Courbe reliant la variation de la déformation surfacique à la teneur en eau pour les différentes argiles étudiées.

5 CONCLUSION ET PERSPECTIVES

L'étude du retrait-gonflement des sols argileux est réalisée de nos jours principalement par des essais en laboratoire qui requièrent plusieurs semaines pour obtenir des résultats. Nous proposons une approche différente qui consiste en l'étude des sols argileux dans un MEBE avec de petites quantités

d'échantillon. La durée de l'expérience est ainsi diminuée (jusqu'à 24 heures). Les essais consistent à mesurer l'évolution de la déformation surfacique en fonction de la teneur en eau grâce à un nouveau dispositif expérimental. Les résultats obtenus sur les argiles naturelles hétérogènes sont cohérents avec ceux obtenus à l'échelle mésoscopique (essais en laboratoire).

A partir de ces résultats, il est possible d'envisager quelques applications avec des approches simples afin d'extrapoler ces résultats à l'échelle macroscopique des structures. Une approche analytique, basée sur des mesures in situ d'évolution de la teneur en eau en fonction de la profondeur, pourrait permettre l'évaluation rapide du tassement différentiel sous une structure. Elle pourrait être utilisée par des laboratoires ou des bureaux d'étude comme une approche rapide qui peut être basée sur des données facilement accessibles. Une approche numérique, basée sur l'analogie avec le comportement thermomécanique, permettrait, quant à elle, de mener des simulations numériques sur plusieurs structures soumises au retrait-gonflement. Les argiles « industrielles », telles que la bentonite MX80, sont utilisées dans de nombreux domaines, notamment celui du stockage de déchets radioactifs en guise de scellements au niveau des alvéoles de stockage. Ces essais pourraient permettre d'optimiser le choix de la meilleure bentonite pour cet usage ainsi que l'influence de la chaleur dégagée par les déchets sur le comportement de la bentonite.

6 REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- Audiguier M., Geremew Z., Laribi S., Cojean R. 2007. Caractérisation au laboratoire de la sensibilité au retrait-gonflement des sols argileux. *Revue française de Géotechnique* 120-121, 67-82.
- Christidis G.E., Scott P.W., Dunham A.C. 1997. Acid activation and bleaching capacity of bentonites from the islands of Milos and Chios, Aegean, Greece. *Applied Clay Science* 12, 329-347.
- Fleureau J.M., Kheirbek-Saoud S., Soemiro R., Taibi S. 1993. Behavior of clayey soils on drying-wetting paths. *Canadian Geotechnical Journal* 30, 287-296.
- Kazmierczak J.B., Maison T., Delalain P., Laouafa F. 2011. Dispositif et procédé de caractérisation d'un matériau. Brevet 10-54771, 14 juin 2011.
- Makki L., Duc M., Droniuc N., Reiffsteck P., Maloula A., Magnan J.P. 2008. Essai de retrait pour une meilleure classification de la sensibilité des sols à la sécheresse. SEC2008, Paris, France, 1-3 septembre, 257-264, Editions du LCPC.
- Maison T., Laouafa F., Fleureau J.M., Delalain P. 2010a. Analyse au niveau microscopique du comportement hydrique d'agrégats argileux. Journées nationales de géotechnique et de géologie de l'ingénieur (JNGG 2010), 7-9 juillet 2010, Grenoble.
- Maison T., Laouafa F., Fleureau J.M. 2010b. Volume changes of swelling clayey soils at microscopic scale level. UNSAT 2010, 6-8 septembre 2010, Barcelona, Spain.
- Montes-H. G. 2002. Etude expérimentale de la sorption d'eau et du gonflement des argiles par microscopie à balayage environnementale (ESEM) et l'analyse digitale d'images. Strasbourg, Ecole et observatoire des sciences de la terre.
- Plat E., Le Roy S. et Vincent M. (BRGM), Audiguier M., Cojean R., Geremew Z. et Laribi S. (Armines), Tang A.-M., Cui Y.-J., Ta A.-N. et Hemmati S. (Cermes), Fabre R. et Chrétien M.-C. (GHYMAC), Pantet A., Proust D. et Fontaine C. (Université de Poitiers), Masroufi F., Mrad M. et Nowamooz H. (LAEGO), Magnan J.P., Duc M. et Makki L. (LCPC), Fleureau J.-M., Guellati Z., Nguyen D. et Souli H. (LMSSMat), Djeran-Maigre I. et Pothier C. (Insavalor), avec la collaboration de Logeais P. (2009) – Projet ARGIC (module B, tâches 16 et 17) - Caractérisation des formations géologiques régionales sujettes au retrait-gonflement étudiées dans le cadre du projet. Annexe B16 au rapport de synthèse du projet ARGIC. Rapport BRGM/RP-57223-FR, 204 p., 1 ill., 12 fiches.
- Romero E. et Simms P.H. 2008. Microstructure Investigation in Unsaturated Soils: A Review with Special Attention to Contribution of Mercury Intrusion Porosimetry and Environmental Scanning Electron Microscopy. *Geotechnical Geological Engineering* 26, 705-727.