

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي
République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique



Université Mohammed Seddik Benyahia- de Jijel
Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie
Département des Sciences de la Terre et de l'Univers

جامعة محمد الصديق بن يحيى - جيجل
كلية علوم الطبيعة و الحياة
قسم علوم الارض و الكون

Thèse

Présentée par

BENYAHIA Sabah

Pour l'obtention de

Doctorat en Sciences

Filière : Géologie

Spécialité : Géologie de l'ingénieur et Géotechnique

Thème

Le phénomène retrait gonflement des sols argileux et leur stabilisation par la chaux et aux liants hydrauliques: aspects minéralogiques et géotechniques (région de Batna et d'Oum-El-Bouaghi)

Soutenu publiquement le 22 / 02 / 2022 devant le jury composé de :

Président :	LAMARA Mohammed	Professeur	Université de Jijel
Rapporteur :	BOUMEZBEUR Abderrahmane	Professeur	Université de Tébessa
Examineurs:	BEGHDAD Abdelmalek	MCA	Université de Jijel
	BOUABSA Lakhdar	Professeur	Université d'Annaba
	ACHOUR Yacine	MCA	Université de Bordj Bou-Arréridj

REMERCIEMENT

Je remercie avant tout ALLAH- le tout puissant- de m'avoir guidé durant toute ma formation.

A la mémoire de ma défunte chère mère dont je prie Dieu le tout puissant de l'accueillir dans son vaste Paradis.

A mon père et mes frères : Abderrezak, Abdelghafor, et Nacerddine, que dieu les protège. En témoignage de ma profonde affection. Qu'ils sachent que ce travail est en partie le fruit de leur soutien; je leur suis très reconnaissante. Leur fierté à mon égard aujourd'hui est pour moi la meilleure des récompenses.

Ma profonde gratitude s'adresse à Monsieur BOUMEZBEUR Abderrahmane. Professeur à l'Université de Tebessa, pour avoir accepté la direction de ma thèse et pour son soutien et sa confiance qu'il m'a accordé durant toutes les phases de la thèse. Qu'il trouve ici l'expression de ma sincère gratitude.

Je remercie également Monsieur BENAÏSSA Abdelkader, Professeur à l'Université Mentouri (Constantine) ex-directeur de ma thèse en retraite tout en lui souhaitant bonne santé et longue vie.

Mes remerciements s'adressent également au président et aux membres du jury :

Monsieur LAMARA Mohammed, Professeur à l'Université de Jijel, pour avoir accepté de présider le jury de ma thèse.

Monsieur BEGHADAD Abdelmalek, Maitre de conférences A, à l'Université de jijel, pour avoir accepté d'être jury de ce travail et pour ces conseils. Je remercie également Monsieur BOUABSA Lakhdar, Professeur à l'Université de Annaba et Monsieur ACHOUR Yacine Maitre de conférences A, à l'université de Bordj B.A pour leurs acceptation d'être membres de jury

J'adresse mes vifs remerciements au Directeur du laboratoire LHC sud Batna monsieur ABED ENNEBI Rachid de m'avoir accueilli au sein du laboratoire pour effectuer une bonne partie de ce travail ainsi que tous mes collègues du Laboratoire.

Mes remerciements s'adressent aussi à Monsieur MESSOUS Nadir ancien Directeur du laboratoire LHC Djelfa ainsi qu'à l'ensemble du personnel qui m'a cordialement accueilli, un grand merci pour Zaineb et Amer.

Mes remerciements vont aussi au professeure FAGEL Natalie, Chef de Travaux au Département de Géologie « UR AGEs - Argiles, Géochimie et Environnements » à l'université de Liège pour m'avoir accordé un stage d'un mois au niveau de son unité de recherche et de m'avoir formée pour réaliser les analyses DRX et ATD/ATG.

Je remercie monsieur LAMOURI Bachir, Maître de conférences à l'université de Biskra pour son aide dans l'interprétation des résultats des analyses des rayons X.

Enfin merci à tous mes amis et à toute ma famille pour leurs encouragements et leur soutien permanent et plus particulièrement Kanza et Samah, sans oublier mes collègues BOULAHBAL Souad, KHEBRI Souad et BOULAGOUAS Wafa.

ملخص

إن تورم التربة السفلية في مناطق معينة من ولاية باتنة وأم البواقي تسبب في ظهور عدة مشاكل من بينها ظهور تشققات وتشوهات أثرت على العديد من البنايات والمنشآت.

في هذا العمل، تم أخذ ثلاث عينات من مناطق مختلفة، وبعد تحديد ضغط التورم، قمنا بتحليل معدني باستعمال الأشعة السينية (DRX) و (ATD/ATG) وتحليل مجهري باستعمال الميكروسكوب (MEB)، بعدها قمنا بدراسة تأثير إضافات والتي تتمثل في الروابط الهيدروجينية (الجير، الإسمنت، الجير مع الاسمنت، حليب الجير) بنسب مختلفة على ضغط تورم هذه العينات..

بينت نتائج التحاليل المعدنية للعينات أن لها تركيبة معدنية ماثلة، فهي أساسا متكونة من السماكتيت والكاولينيت، الإليت. وأحيانا الكلوريت. وقد لوحظ أن ضغط التورم قبل أي معالجة يتراوح من 1.61 بار إلى 2.58 بار وبناء على هذا فهي تعتبر عينات عالية التورم، وبعد المعالجة وإضافة الروابط الهيدروجينية إليها، يصبح ضغط التورم مستقرا عند نسبة 5% من الجير، الاسمنت والمزيج بين الجير والاسمنت، وعند 2% من حليب الجير هذا السلوك عائد إلى تكون مادة سيليكات الكالسيوم المهدرجة (CSH) كما أظهرته لنا التحاليل المعدنية المجهرية.

أظهرت النتائج التجريبية المعدنية (DRX) والمجهرية (MEB) للعينات المعالجة بالروابط الهيدروجينية أن هذه الإضافات المعالجة قللت من نسبة معادن الطين ولا سيما السماكتيت الذي تم استهدافه أكثر من غيره في حين أن الإليت والكاولينيت أقل استهدافا منه، أما بالنسبة للكلوريت فقد أظهر انخفاضا طفيفا جدا.

كما لوحظ أيضا أن العلاج بحليب الجير له تأثير قوي على ضغط التورم مقارنة بالعلاجات الأخرى، فهو يعزز استقرار العينات بنسبة 2% مما يعطي نتائج مشجعة.

الكلمات الرئيسية: الصلصال؛ علم المعادن. المعالجة بالرابطات الهيدروليكية؛ البنية المجهرية. ضغط التورم.

Résumé

L'interaction des sols marneux et des constructions dans certaines régions de la wilaya de Batna et d'Oum-El Bouaghi a entraîné l'apparition de déformations et de perturbations qui ont affecté de nombreuses constructions du fait du gonflement du sol sous-jacent. De plus, lorsque ces sols sont utilisés comme matériaux de construction, remblais, ils sont extrêmement problématiques.

Dans ce travail, trois ensembles des échantillons, provenant de trois endroits différents, ont été échantillonnés et après identification et détermination de leur pression de gonflement, ces trois formations ont été analysées, cette analyse comporte d'une part, une caractérisation minéralogique et microstructurale par diffraction des rayons X (DRX), TG/DTA et analyse MEB; d'autre part, on a apprécié l'influence de l'ajout des liants hydrauliques à différents pourcentages sur la pression de gonflement de ces formations. Les résultats des analyses minéralogiques des échantillons des trois formations prélevés, mettent en évidence une composition minéralogique voisine, elles sont constituées principalement de la smectite, illite, kaolinite, et parfois chlorite. Il a été constaté que la pression de gonflement avant tout traitement variait de 1,61 à 2,58 bars, après traitement la pression de gonflement devient stable avec 5% de chaux, ciment, chaux +ciment et avec 2% de lait de chaux, ce comportement a un lien avec la formation d'une phase cimentaire de type silicate de calcium hydraté (CSH), comme révélé par XRD, ATD/TG et analyse et MEB. Les résultats expérimentaux de la stabilisation par les liants hydrauliques montrent que l'ajout des liants hydrauliques a réduit les intensités des minéraux argileux notamment la smectite qui a été effectué d'une manière plus importante, l'illite et la chlorite étaient moindres, par contre, la kaolinite a montré une très faible réduction. On a observé aussi que le traitement par le lait de chaux a un effet important sur le gonflement par rapport aux autres traitements, il favorise la stabilisation des gonflements à un faible pourcentage (2% de lait de chaux), ce qui donne des résultats encourageants.

Mots-clés : Marnes ; Minéralogie; Traitement aux liants hydrauliques; Microstructure; Pression de gonflement

Abstract

The interaction of marly soils and constructions in certain regions of the wilaya of Batna and Oum-El Bouaghi has led to the appearance of deformations and disturbances which have affected many constructions due to the swelling of the underlying soil. In addition, when these soils are used as building materials, backfill, they are extremely problematic.

In this work, three sets of samples, coming from three different places, were sampled and after identification and determination of their swelling pressure, these three formations were analyzed, this analysis comprises on the one hand, a mineralogical and microstructural characterization by X-ray diffraction (XRD), TG / DTA and SEM analysis; On the other hand, we appreciated the influence of the addition of hydraulic binders at different percentages on the swelling pressure of these formations. The results of the mineralogical analyzes of the samples of the three formations taken, highlight a similar mineralogical composition. They consist mainly of smectite, illite, kaolinite, and sometimes chlorite. It was observed that the swelling pressure before any treatment varied from 1.61 to 2.58 bars, after treatment the swelling pressure becomes stable with 5% lime, cement, lime + cement and with 2% milk of lime. , this behavior is related to the formation of a cementitious phase of hydrated calcium silicate (HSC) type, as revealed by XRD, ATD / TG and analysis and SEM. The experimental results of the stabilization by the hydraulic binders show that the addition of the hydraulic binders reduced the intensities of the clay minerals in particular the smectite which was affected in a more important way, the illite and the chlorite were less, on the other hand, kaolinite showed a very small reduction. It was also observed that the treatment with lime milk has a significant effect on the swelling compared to other treatments; it promotes the stabilization of swelling at a low percentage (2% milk of lime), which gives encouraging results.

Keywords: Marl; Mineralogy; Treatment with hydraulic binders; Microstructure; Swell pressure

Table des matières

Introduction générale.....	1
Premier chapitre : État de l’art sur le phénomène de gonflement et leur traitement aux liants hydrauliques.....	4
1) Introduction.....	5
2) Les argiles et les minéraux argileux :.....	7
2.1) Conditions de formation et stabilité des argiles.....	8
2.2) Origine des minéraux argileux.....	9
2.3) Minéralogie des argiles.....	12
2.4) Propriétés des argiles.....	16
2.4.1) Forme et surface spécifique.....	16
2.4.2) Degré d’hydratation des argiles et gonflement cristallin.....	18
2.4.3) Charge des surfaces argileuses.....	20
2.4.4) Capacité d’échange cationique.....	23
2.5) Microstructures des argiles.....	24
2.5.1) Définitions et concepts de texture.....	24
2.5.2) Classification des différentes textures.....	25
3) Traitement des sols gonflants par les liants hydrauliques.....	29
3.1) Les effets des liants hydrauliques dans le sol.....	30
3.1.1) Les effets à court terme.....	31
3.1.1.1) Flocculation – agglomération des particules du sol.....	31
3.1.2) Les effets à long terme.....	33
3.1.2.1) Les réactions pouzzolaniques.....	34
3.1.2.2) La carbonatation.....	35
3.2) Effets des liants hydrauliques sur les caractéristiques physico-chimiques, microstructure et mécanique des sols.....	38
3.3) La spécificité des traitements des sols marneux.....	55
4) Conclusion.....	59

Deuxième chapitre : Matériels et méthodes.....	60
1) Introduction.....	61
2) Analyses minéralogiques par diffraction des rayons X.....	61
2.1) Appareillage :.....	63
2.2) Préparation des échantillons.....	64
2.2.1) Préparation des échantillons pour analyse de la minéralogie totale (poudre) :	65
2.2.2) Préparation des échantillons pour analyse de la fraction argileuse :	65
2.2.3) Prétraitement de la fraction inférieur à 63µm :	66
2.2.3.1) La décarbonatation :	66
2.2.3.2) Elimination des sulfates	67
2.2.3.3) Elimination de la matière organique	67
2.3) Procédure du traitement et l'analyse des diffractogrammes.....	67
2.4) Traitement des spectres et identifications des minéraux.....	69
2.4.1) L'argile totale (poudre désorientée)	69
2.4.2) Les lames des échantillons orientées	70
3) Analyse thermo-gravimétrique (ATG) et analyse thermique différentielle (ATD).....	74
4) Analyse chimique par fluorescence X (XRF).....	77
5) La Microscopie Electronique à Balayage (MEB) :.....	78
6) Mesure de gonflement libre:.....	79
6.1) Méthode de mesure:.....	79
6.2) Protocole de préparation des échantillons :.....	82
6.2.1) La chaux	82
6.2.2) Le ciment	83
6.2.3) Préparation de lait de chaux :	84
6.2.4) Préparation des matériaux:	84
6.2.5) Confection des éprouvettes.....	86
7) Conclusion.....	86
Troisième chapitre : caractérisation des matériaux étudiés.....	87

1) Introduction.....	88
2) Contexte géographique :.....	88
2.1) Région de N’gaous:.....	89
2.2) Région de Boumageur.....	89
2.3) Région de Zorg.....	89
3) Caractéristique géologique :.....	90
3.1) Région de n’gaous :.....	90
3.1.1.1) Le tertiaire	90
3.1.1.2) Quaternaire :.....	90
3.2) Région de Boumageur:.....	92
3.3) Région de Zorg :.....	94
4) Caractéristique climatologique.....	97
4.1) Région de N’gaous :.....	98
4.1.1) Précipitation.....	98
4.1.2) Température.....	100
4.1.3) Le diagramme Ombrothermique de Gaussen	101
4.2) Région de Boumageur.....	102
4.3) Région Zorg.....	102
4.3.1) Précipitation.....	102
4.3.2) Température.....	104
4.3.2.1) Diagramme Ombrothermique :	105
5) Caractéristiques minéralogiques, microstructurales et géotechniques.....	106
5.1) Analyse par diffraction des rayons X (DRX).....	106
5.1.1) Echantillon de N’gaous :	107
5.1.2) Echantillon de Boumageur :	108
5.1.3) Echantillon de Zorg(OMB3):	109
5.1) Analyse thermo-gravimétrique (ATG) et analyse thermique différentielle (ATG).....	110
5.1.1) Echantillon de N’gaous (N1).....	110

5.1.2)	Echantillon de Boumagueur (Boum2):.....	111
5.1.3)	Echantillon de Zorg(OMB3):	112
5.2)	Microscope électronique à balayage (MEB).....	113
5.2.1)	Echantillon de N'gaous (N1).....	113
5.2.2)	Echantillon de Boumageur (Boum2) :.....	114
5.2.3)	Echantillon de Zorg (OMB3)	115
5.3)	Analyse chimique.....	116
5.4)	Caractéristique géotechnique.....	116
6)	Conclusion.....	121
Quatrième chapitre : Résultats et discussion.....		122
1)	Introduction.....	123
2)	Rusultats.....	123
2.1)	L'effet de l'ajout des liants hydrauliques sur la pression de gonflement des marnes...	123
2.1.1)	Echantillon de N'gaous	123
2.1.2)	Echantillon de Boum2	128
2.1.3)	Echantillon de Zorg	132
2.2)	Evolution chimio-minéralogique des marnes traités aux liants hydrauliques.....	137
2.2.1)	Echantillon de N'gaous	137
2.2.1.1)	L'effet du traitement sur l'argile totale (N1).....	137
2.2.1.2)	L'effet sur la fraction argileuse (N1).....	143
2.2.1.3)	Analyses thermiques ATD \ATG.....	148
2.2.2)	Echantillon de Boumegeur	152
2.2.2.1)	L'effet du traitement sur l'argile totale (Boum2).....	152
2.2.2.2)	L'effet sur la fraction argileuse (Boum2).....	157
2.2.2.3)	Analyses thermiques ATD \ATG.....	161
2.2.3)	Echantillon de Zorg	165
2.2.3.1)	L'effet du traitement sur l'argile totale (OMB3)	165
2.2.3.2)	L'effet sur la fraction argileuse (OMB3)	169

2.2.3.3) Analyses thermiques ATD \ATG.....	174
2.3) Effet des liants hydrauliques sur le morpho-structural des marnes.....	179
3) Discusion.....	185
4) Conclusion.....	190
Conclusion générale et perspective.....	191
Référence bibliographique :.....	193

Liste des figures

Figure 1: Des cas pathologiques dans certain région de la Wilaya de Batna.....	6
Figure 2: Cycle des roches sédimentaires	7
Figure 3: Condition de formation et de stabilité des minéraux argileux (Velde,1995).....	8
Figure 4: mode de formation et de stabilité des minéraux argileux (Velde1995).....	9
Figure 5: Principaux facteurs de l'altération : climat, roche-mère et topographie (Beauchamp, 2002)	10
Figure 6: Influence de l'hydrolyse sur les minéraux argileux (Chamley, 1989)	10
Figure 7: Hydrolyse et zonation climatique (Allen, 1997).....	11
Figure 8: Les principaux groupes d'aluminosilicates. (Filiate, 1988)	12
Figure 9: Structure des couches de Tétraèdre (A) d'octaèdre (B) (Maubec 2011).....	13
Figure 10: Réseau plan hexagonal formé par l'association des Tétraèdre de silicium (Sposito et al., 1999).....	13
Figure 11: Agencements des tétraèdres et des octaèdres en feuillets 1/1 (Eslinger et Peaver,1988 ; Weaver, 1989)	14
Figure 12: Représentation structurale d'un minéral argileux de type TO (Poppe et al., 2001)	14
Figure 13: Représentation structurale d'un minéral argileux de type TOT (Poppe et al., 2001)	15
Figure 14: détail des structures des minéraux argileux (Wakim, 2005).....	16
Figure 15: Forme des particules argileuses: flake (flocons), lath (latte), needle (aiguille) (Velde, 1995)	17
Figure 16: Surfaces interne et externe des particules argileuses (Eslinger&Peaver, 1988).....	18
Figure.17: Capacité d'adsorption d'eau par les particules argileuses (Velde, 1992 ; 1995).....	19
Figure 18: Localisation de l'eau dans les particules argileuses (Velde, 1995).....	19
Figure 19: Adsorption à l'équilibre et échange ionique (Schroeder, 2002).....	20
Figure 20: Adsorption à l'équilibre et échange ionique (Schroeder, 2002).....	20
Figure 21: Charge de surface (Schroeder, 2002).....	21
Figure 22: Distribution des cations adjacents à une surface argileuse: Modèle de Gouy-Chapman (Eslinger&Peaver, 1988).....	22
Figure 23: Modèle de Stern (Eslinger&Peaver, 1988).....	22
Figure 24: Mesure de la CEC (Eslinger&Peaver, 1988).....	23
Figure 25: Représentation schématique de l'organisation texturale d'une argile (Touret, 1988)	25
Figure 26: Arrangement des particules d'argile en suspension (d'après Van Olphen, 1963, modifié par Bultel, 2001).....	26
Figure 27: Représentation schématique d'assemblages de particules argileuses et grains non argileux (d'après Collins et Mc Gown, 1974)	27

Figure 28: Classification des textures des sols d'origines sédimentaire et éluviale (d'après Sergeyev et al, 1978) : texture en nid d'abeille (a), en squelette (b), matricielle (c), fluidale « turbulent » (d), laminaire (e), domaines (f), pseudoglobulaire « pseudoglobular » (g) et en éponge (h). (Sergeyev et al., 1978).....	28
Figure 29: Texture des sols gonflants (d'après Gens & Alonso, 1992).....	29
Figure 30: Photographies MEB de texture matricielle (a; Argile Verte de Romainville) et texture agrégée (b; Argile de Bavent) (Vincent et al. 2009)	29
Figure 31: Représentation du modèle triple couche. IHP représente le plan interne d'Helmtotz, OHP le plan externe d'Helmtotz. ψ_{det} et ψ_{β} sont les potentiels électriques au plan OHP et IHP. σ est la densité de charge. Cité (Maubec, 2011)	32
Figure 32: Schémas du mécanisme de la stabilisation de sols. Locat et al. (1990).....	35
Figure 33 : Schéma de la structure de la tobermorite (Richardson 2008) cité par (Delavernhe, 2011)	36
Figure 34: Schéma des structures des phases C-A-H de type lamellaire et de type cubique (a) Structure lamellaire de l'AFm monocarboaluminate (Renaudin 1998) ; (b) Structure cristalline de l'hydrogrenat C ₃ AH ₆ (fiche amcsd numéro : 0001827) cité par (Delavernhe, 2011.....	37
Figure 35: Effet de la chaux sur la pression de gonflement (Lasledj 2009).....	40
Figure 36: Le gonflement libre des échantillons de sol non traité avec différents teneurs en gypse. (Aldaood et al., 2014).....	41
Figure 37: Gonflement libre des échantillons de sol traité à la chaux avec des périodes de durcissement (A) à 20 °C et (B) à 40 °C. (Aldaood et al., 2014)	42
Figure 38: Diffraction des rayons X d'Impersol non traité et traité avec 20% de chaux avec temps de durcissement. (Al-Mukhtar et al., 2010)	43
Figure 39: Modèles XRD d'échantillons de sol durcis à 20 °C et 40 °C. (Aldaood et al., 2014)	45
Figure 40: les images MEB montrent des matériaux cimentaires et le développement de l'ettringite pour des échantillons de sol durcis à 20 °C. (Aldaood et al., 2014)	46
Figure 41: Les images MEB montrent des matériaux cimentaires et le développement de l'ettringite pour des échantillons de sol durcis à 40 °C. (Aldaood et al., 2014)	46
Figure 42: Modèles XRD d'échantillons. (Guidobaldi et al 2018).....	47
Figure 43: Les images MEB MIP montrent que les échantillons bruts compactés ont une distribution bimodale. (Guidobaldi et al 2018).....	48
Figure 44: MIP montrent que les échantillons bruts compactés ont une distribution bimodale. (Guidobaldi et al., 2018)	49
Figure 45: Images MEB de 1% chaux +5% limon traité au ciment d'Héricourt (28 jours de cure à 20 C). (Lemaire et al., 2013)	50

Figure 46: Modèle conceptuel proposé pour la constitution d'agglomérat en limon à la chaux et au ciment d'Héricourt. (Lemaire et al., 2013).	50
Figure 47: Diagramme RX des limons traités à la chaux et au ciment d'Héricourt. De bas en haut : non traité, 20 °C (1, 7, 28, 90, 300 jours), 50 °C (3, 28, 90, 300 jours). (Lemaire et al., 2013)	50
Figure 48: Effets du pH et du Ca ²⁺ sur la charge de surface des suspensions de kaolin. (Vitale et al., 2016).....	51
Figure 49: Images MEB aux grossissements croissants (soit 500×, 1250×, 5000×) d'échantillons de kaolin non traités, chaux et CaCl ₂ . (Vitale et al., 2016)	52
Figure 50: Cinétique de dissolution, en milieu alcalin à 25°C, de trois minéraux argileux, kaolinite dans NaOH (D'après Huertas et al., 1999) illite dans NaOH (d'après Kohler et al., 2003) et montmorillonite dans KOH (d'après Rozalen et al., 2008), calculées à partir des concentrations en silicium. Cité par (Maubec, 2011).....	53
Figure 51: Diffraction des rayons X d'un sol argileux traité avec Ca(OH) ₂ , NaOH et KOH pendant un an. (Elert et al., 2008).....	54
Figure 52: Diagramme de diffraction des rayons X d'échantillons de bentonite calcique avant et après un traitement à la chaux à 10% à 20°C et 50°C pour différents temps de durcissement. (Maubec et al., 2017).....	55
Figure 53: Diagrammes de diffraction des rayons X de l'échantillon de Kaolinite avant et après un traitement à la chaux à 10% à 20°C et 0°C pour différents temps de durcissement. (Maubec et al., 2017).....	55
Figure 54: Essais œnométriques de marnes traitées saturées avec différentes périodes de cure. (Cardoso e al 2012)	56
Figure 55: Images MEB et spectre EDX de (A) échantillon traité avec 15% en poids de chaux calcitique pendant 201 jours. Elert et al., (2017 ; 2018).....	57
Figure 56: Image TEM de C-(A)-S-H dans un échantillon traité avec 15% en poids de chaux calcitique pendant 7 jours. (B) Diffraction électronique à zone sélectionnée montrant le caractère amorphe de C-(A)-S-H. (C) Carte chimique correspondant à l'image A. Elert et al., (2017 ; 2018)	57
Figure 57 : (A) Image MET à faible grossissement représentative des grains mélangés trouvés dans l'échantillon traité avec 15% en poids de chaux calcitique pendant 201 jours, composé de cristaux de smectite entourés de C-(A)-S-H amorphe. (B) Carte chimique correspond. Elert et al., (2017 ; 2018)	58
Figure 58: Réflexion des rayons X par une famille de plans réticulaires espacés d'une distance d...62	
Figure 59 : Diffractomètre Bruker D8 Advance. (Département de Géologie, AGE, Université de Liège).....	64

Figure 60 : A) Porte-échantillons avec poudres désorientées. B) Les lames d'argile (échantillon orienté)	64
Figure 61 : échantillon préparé pour analyse de diffraction des rayons X méthode fraction argileuse.	67
Figure 62 : Courbe de perte en poids lors d'une analyse thermo-gravimétrique (Velde, 1992).....	74
Figure 63: Mesure des variations de la température lors d'une analyse thermique différentielle (Velde, 1992).....	75
Figure 64 : TGA 2000 brand.	75
Figure 65 : Photos du Microscope Electronique à Balayage MEB type JEOL JSM-U3 (CRAPC ALGER).	79
Figure 66 : Dispositif expérimental pour l'essai Oedométrique.	82
Figure 67 : Diagrammes de diffraction des rayons X de la chaux vive utilisée.	83
Figure 68 : Diagrammes de diffraction des rayons X du ciment utilisé.	83
Figure 69 : Diagrammes de diffraction des rayons X de la chaux éteinte utilisée.	84
Figure 70: Préparation des éprouvettes pour un essai de gonflement libre.	85
Figure 71: Situation géographique des sols prélevés.	88
Figure 72: Extrait de la carte géographique de N'Gaous (1/50000(d'après Bellion, 1976).....	91
Figure 73: Photos prise sur site.	92
Figure 74: Extrait de la carte géographique de N'Gaous (1/50000 d'après Bellion, 1976).....	93
Figure 75: Photos prise sur site.	94
Figure 76: Extrait de la carte géographique d'Ain El Beida 1/50000.	95
Figure 77: Photos prise sur site.	96
Figure 78: Rôle de la zone non saturée dans le cycle hydrologique (Lu & Likos, 2004).	97
Figure 79: carte des précipitations moyennes annuelles de l'est de l'Algérie (ANRG 1993)	98
Figure 80: Les précipitations moyennes interannuelles (station Ain skhouna)	99
Figure 81: Les précipitations moyennes mensuelles (station Ain skhouna)	100
Figure 82: Variation des températures moyennes mensuelles (station Ain skhouna).....	101
Figure 83: Diagramme Ombrothermique station Ain skhouna.	102
Figure 84: Les précipitations moyennes interannuelles (station Oum El-Bouaghi)	103
Figure 85: précipitation moyennes mensuelles (station Oum El-Bouaghi)	104
Figure 86: Températures moyennes mensuelles (station Oum El-Bouaghi).....	105
Figure 87: Diagramme Ombrothermique station Oum El-Bouaghi.	106
Figure 88: Diffractogrammes de diffraction des rayons X : (A) argile totale de l'échantillon N1; (B) fraction d'argile de l'échantillon N1.	108

Figure 89: Diffractogrammes de diffraction des rayons X : (A) argile de l'échantillon Boum2; (B) fraction d'argile de l'échantillon Boum2.	109
Figure 90 : Diffractogrammes de diffraction des rayons X : (A) argile totale de l'échantillon OMB3; (B) fraction d'argile de l'échantillon OMB3.	110
Figure 91 : Thermogrammes de l'échantillon N1.	111
Figure 92 : Thermogrammes de l'échantillon Boum2.	112
Figure 93 : Thermogrammes de l'échantillon OMB3.	113
Figure 94 : Image MEB de l'échantillon naturelle N1.	114
Figure 95 : Image MEB de l'échantillon naturelle Boum2.	115
Figure 96 : Image MEB de l'échantillon naturelle OMB3.	115
Figure 97 : Courbes granulométriques des échantillons étudiés (A) N1, (B) Boum2, (C) OMB3.	118
Figure 98 : Limite de liquidité et indice de plasticité des sols étudiés reportés sur le diagramme de plasticité de Casagrande.	119
Figure 99 : Pression de gonflement des trois échantillons : (A) N1; (B) Boum2; (C) OMB3.	119
Figure 100 : Courbes Oedométriques des trois échantillons: (A) N1; (B) Boum2; (C) OMB3.	120
Figure 101: Photos de l'échantillon N1 non traité et traité aux liants hydrauliques avant et après l'essai de gonflement libre.	126
Figure 102: L'influence de l'ajout des liants hydrauliques sur la pression de gonflement de l'échantillon de marne N1.	127
Figure 103 : Photos de l'échantillon Boum2 non traité et traité aux liants hydrauliques avant et après l'essai de gonflement libre.	131
Figure 104 : L'influence de l'ajout des liants hydrauliques sur la pression de gonflement de l'échantillon de marne Boum2.	132
Figure 105: Photos de l'échantillon OMB3 non traité et traité aux liants hydrauliques avant et après l'essai de gonflement libre.	135
Figure 106 : L'influence de l'ajout des liants hydrauliques sur la pression de gonflement de l'échantillon de marne OMB3.	136
Figure 107: diffractogrammes aux rayons X de l'argile totale de l'échantillon (N1) non traité et traité à la chaux.	139
Figure 108: diffractogrammes aux rayons X de l'argile totale de l'échantillon (N1) non traité et traité au ciment.	140
Figure 109: diffractogrammes aux rayons X de l'argile totale de l'échantillon (N1) non traité et traité au mélange chaux + ciment.	141
Figure 110: diffractogrammes aux rayons X de l'argile totale de l'échantillon (N1) non traité et traité au lait de chaux.	142

Figure 111: diffractogrammes aux rayons X d'une lame orientée de l'échantillon N1, non traité et traité à la chaux.	144
Figure 112: diffractogrammes aux rayons X d'une lame orientée de l'échantillon N1, non traité et traité au ciment.	145
Figure 113: diffractogrammes aux rayons X d'une lame orientée de l'échantillon N1, non traité et traité au mélange chaux+ciment.....	146
Figure 114: diffractogrammes aux rayons X d'une lame orientée de l'échantillon N1, non traité et traité au lait de chaux.	147
Figure 115: Courbes ATD et ATG de l'échantillon de la marne (N1) non traité et traité à la chaux	149
Figure 116: Courbes ATD et ATG de l'échantillon de la marne (N1) non traité et traité au ciment	150
Figure 117: Courbes ATD et ATG de l'échantillon de la marne (N1) non traité et traité au mélange chaux+ciment	151
Figure 118: Courbes ATD et ATG de l'échantillon de la marne (N1) non traité et traité au lait de chaux	152
Figure 119: diffractogrammes aux rayons X de l'argile totale de l'échantillon (Boum2) non traité et traité à la chaux	153
Figure 120: diffractogrammes aux rayons X de l'argile totale de l'échantillon (Boum2) non traité et traité au ciment.	154
Figure 121: diffractogrammes aux rayons X de l'argile totale de l'échantillon (Boum2) non traité et traité au mélange chaux+ciment.....	155
Figure 122: diffractogrammes aux rayons X de l'argile totale de l'échantillon (Boum2) non traité et traité au lait de chaux.	156
Figure 123: diffractogrammes aux rayons X d'une lame orientée de l'échantillon (Boum2), non traité et traité à la chaux.....	157
Figure 124: diffractogrammes aux rayons X d'une lame orientée de l'échantillon (Boum2) non traité et traité au ciment.	158
Figure 125: diffractogrammes aux rayons X d'une lame orientée de l'échantillon (Boum2) non traité et traité au mélange chaux+ciment.....	159
Figure 126: diffractogrammes aux rayons X d'une lame orientée de l'échantillon (Boum2) non traité et traité au lait de chaux.....	160
Figure 127: Courbes ATD et ATG de l'échantillon de la marne (Boum2) non traité et traité à la chaux.	162

Figure 128: Courbes ATD et ATG de l'échantillon de la marne (Boum2) non traité et traité au ciment.	163
Figure 129: Courbes ATD et ATG de l'échantillon de la marne (Boum2) non traité et traité au mélange chaux+ciment.	164
Figure 130: Courbes ATD et ATG de l'échantillon de la marne (Boum2) non traité et traité au lait de chaux.	165
Figure 131: Diffractogrammes aux rayons X de l'argile totale de l'échantillon (OMB3) non traité et traité à la chaux.	166
Figure 132: Diffractogrammes aux rayons X de l'argile totale de l'échantillon (OMB3) non traité et traité au ciment.	167
Figure 133: Diffractogrammes aux rayons X de l'argile totale de l'échantillon (OMB3) non traité et traité au mélange chaux+ciment.....	168
Figure 134: Diffractogrammes aux rayons X de l'argile totale de l'échantillon (OMB3) non traité et traité au lait de chaux.	169
Figure 135: diffractogrammes aux rayons X d'une lame orientée de l'échantillon (OMB3) non traité et traité à la chaux.....	170
Figure 136: diffractogrammes aux rayons X d'une lame orientée de l'échantillon (OMB3) non traité et traité au ciment.	171
Figure 137: diffractogrammes aux rayons X d'une lame orientée de l'échantillon (OMB3) non traité et traité au mélange chaux+ciment.....	172
Figure 138: diffractogrammes aux rayons X d'une lame orientée de l'échantillon (OMB3) non traité et traité au lait de chaux.....	173
Figure 139: Courbes ATD et ATG de l'échantillon de la marne (OMB3) non traité et traité à la chaux.	175
Figure 140: Courbes ATD et ATG de l'échantillon de la marne (OMB3) non traité et traité au ciment.	176
Figure 141: Courbes ATD et ATG de l'échantillon de la marne (OMB3) non traité et traité au mélange chaux+ciment.	177
Figure 142: Courbes ATD et ATG de l'échantillon de la marne (OMB3) non traité et traité au lait de chaux.	178
Figure 143: Image MEB de l'échantillon (N1) non traité et traité à 9% et 5% à la chaux.....	179
Figure 144: Image MEB de l'échantillon (N1) non traité et traité à 5% au ciment et au mélange chaux+ciment.	180
Figure 145: Image MEB de l'échantillon (N1) non traité et traité à 5% au lait de chaux.	180

Figure 146: Image MEB de l'échantillon (Boum2) non traité et traité à 5% à la chaux et au ciment.	181
Figure 147: Image MEB de l'échantillon (Boum2) non traité et traité à 5% au mélange chaux+ ciment et au lait de chaux.....	182
Figure 148 : Image MEB de l'échantillon (OMB3) non traité et traité à 5% à la chaux.....	183
Figure 149 : Image MEB de l'échantillon (OMB3) non traité et traité à 5% au ciment et au mélange chaux+ciment.	183

Liste des tableaux

Tableau 1 : Surface spécifique des particules argileuses (Eslinger&Peaver, 1988)	18
Tableau 2 : CEC des minéraux argileux (Eslinger&Peaver, 1988).....	24
Tableau 3 : Principaux minéraux déterminables dans les spectres des poudres	70
Tableau 4 : Tableau de diagnose (Eslinger&Peaver, 1988).	71
Tableau 5 : Effet des traitements sur la position des réflexions (Thorez, 1986).	72
Tableau 6 : Effets des différents traitements sur les minéraux argileux interstratifiés (Thorez, 1986).	72
Tableau 7 : Estimation semi-quantitative : Facteur correctif à appliquer aux intensités mesurées (Holtzapfell, 1985).	73
Tableau 8 : ATD (Eslinger&Peaver, 1988).....	76
Tableau 9 : ATG (Eslinger&Peaver, 1988).....	77
Tableau 10 : Potentiel de gonflement d'après Chen (1988).....	82
Tableau 11 : Composantes de lait de chaux	84
Tableau 12 : les précipitations moyennes annuelles (station Ain skhouna).....	99
Tableau 13 : précipitation moyennes mensuelles (station Ain skhouna).	99
Tableau 14 : Températures moyennes mensuelles (station Ain skhouna).	100
Tableau 15 : Les précipitations et les températures moyennes mensuelles.	101
Tableau 16 : Les précipitations moyennes annuelles (station Oum El-Bouaghi)	102
Tableau 17 : Précipitation moyennes mensuelles (station Oum El-Bouaghi).....	103
Tableau 18 : Les températures moyennes mensuelles (station Oum El-Bouaghi).....	104
Tableau 19 : Les précipitations et les températures moyennes mensuelles station Oum El-Bouaghi.	105
Tableau 20 : Minéralogie de l'argile totale et de la fraction argileuse.....	107
Tableau 21 : Résultats de fluorescence X sur perle (Intégration de loi) en %.	116
Tableau 22 : Caractéristiques géotechniques des échantillons N1, Boum2 et OMB3.	117
Tableau 23 : L'effet des différents traitements sur la pression de gonflement de l'échantillon N1.	123
Tableau 24 : L'effet des différents traitements sur la pression de gonflement de l'échantillon Boum2.	128
Tableau 25 : L'effet des différents traitements sur la pression de gonflement de l'échantillon OMB3.	132

Liste des abréviations

W _n :	Teneur en eau naturelle
γ _h :	Densité humide
γ _d :	Densité sèche
S _r :	Degré de saturation
W _L :	Limite de liquidité
W _p :	Limite de plasticité
I _p :	Indice de plasticité
P _c :	Pression de Consolidation
C _c	Coefficient de compression
C _g	Coefficient de gonflement
P _g	pression de gonflement (bars)
CaCO ₃	Teneur en carbonate
SO ₄ ⁻²	Teneur en sulfate
VBS	Valeur de bleu
DRX	Diffraction des rayons X
MEB	Microscope électronique à balayage
ATG	Analyse thermogravimétrique
ATD	Analyse thermique différentielle
XRF	Analyse chimique par fluorescence X
C	CaO
S	SiO ₂
A	Al ₂ O ₃
H	H ₂ O
CSH	hydrates de silicate de calcium
CAH	hydrates d'aluminate de calcium
CASH	hydrates d'aluminosilicate de calcium
N1	Echantillon de la région de N'Gaous
Boum2	Echantillon de la région de Boumagueur
OMB3	Echantillon de la région de Zozg W/ Oum-El-Bouaghi
spectre N	Spectre d'un échantillon obtenu par séchage à l'air libre (Normal : N)
spectre EG	Spectre d'un échantillon traité à l'éthylène-glycol
spectre 500°C	Spectre d'un échantillon chauffé à 500°C

Introduction générale

Dans la région de N'gaous, Boumegeur (Wilaya de Batna) et de Zorg (Wilaya d'Oum El Bouaghi) les bâtiments et les routes présentent plusieurs signes de dégradation. Ces dégradations sont principalement des fissures visibles sur les murs des habitations légères et les cages d'escalier. Ils affectent également les sols pavés et les vieilles routes. Ces dégradations pourraient être attribuées à l'interaction sol-structure et sont très similaires à celles induites par le gonflement des sols. Ce phénomène est largement reconnu dans les zones de climat semi-aride similaires à notre région d'étude. Il a été largement étudié par de nombreux chercheurs à travers le monde (Holtz et Gibbs, 1956 ; Seed et al., 1962 ; Vijayvergiya et Ghazzaly, 1973 ; Fleureau et al., 1993 ; Derriche et Kaoua, 1994 ; Al-Homoud et al. , 1995 ; Bigot et Zerhouni, 2000 ; Bekkouche et al., 2002 ; Cui et al., 2002 ; Delage 2006 ; Audiguier et al., 2007 ; Laribi et al., 2007 ; Nowamooz et Masrouri 2007). Leur objectif commun est de clarifier les mécanismes à l'origine de ce phénomène et de réduire l'effet de cet aléa en proposant des mesures d'atténuation efficaces.

Afin de réduire les dommages dus au phénomène de retrait – gonflement, de nombreuses solutions ont été proposées telles que l'ajout de sable (Amri et al., 2019), les cendres volantes (Nalbantoglu et Tuncer 2001 ; Bose 2012), la pouzzolane naturelle (Al-Swaidani et al. , 2016), ciment et cendres volantes (Luis et Deng, 2018), chaux et cendres volantes (Cheshomi et al., 2017), scories (Vakili et al., 2016), fibres (Moghal et al., 2017), ciment (Gueddouda et al., 2013 ; Khemissa et al. 2017 ; Por, Nishimura et al., 2017, Bourokba et al., 2018), chaux (Ashraf et Walker 1963 ; Bema et Tuncer 1991 ; Derriche et Lazzali. 1997 ; Hachichi et Fleureau 1999 ; Afés et Didier 2000 ; Nalbantoglu et Tuncer 2001 ; AlRawas et al., 2005 ; Al-Mukhtar et al., 2010 ; De Windt et al., 2014 ; Vitale et al., 2016, 2017 ; Guidobaldi et al. al., 2017 ; El Shinawi., 2017) ciment et chaux (Al Rawas et al., 2005 ; Le maire et al., 2013 ; Khemissa et Mahamedi 2014).

La stabilisation des sols aux liants hydraulique est l'une des techniques les plus utilisées en raison de sa capacité à améliorer les propriétés géotechniques de nombreux sols (Argile, marne, limon... etc.). De plus, il est économiquement et abondamment disponible dans de nombreuses régions du monde (Al-Mokhtar et al. 2012). De nombreuses études montrent que le traitement à la chaux peut améliorer les propriétés des sols qui présentent de faibles caractéristiques physiques et mécaniques (telles qu'une plasticité élevée, un gonflement élevé, une faible perméabilité et une faible résistance mécanique) et une sensibilité à l'eau (Diamond et Kinter 1965 ; Eades et Grim, 1966; Bell 1996). L'ajout des liants hydraulique au sol réduit la plasticité et le potentiel de gonflement du sol, en même temps, il augmente sa perméabilité, le California Bearing Ratio (CBR) et la résistance mécanique

(Ashraf et Walker 1963 ; Afés et Didier 2000 ; Le Runigo et al., 2009 ; Al-Mukhtar et al., 2010 ; Cuisinier et al., 2011 ; Quang et Chai 2015). Les liants hydrauliques provoquent également la floculation des particules du sol tout en diminuant sa plasticité. De plus, elle conduit à une réaction pouzzolanique donnant naissance à des composés cimentaires semblant avoir des propriétés liantes telles que les hydrates de silicate de calcium (CSH), les hydrates d'aluminate de calcium (CAH), et les hydrates d'aluminosilicate de calcium (CASH) qui permet d'acquérir les propriétés géotechniques souhaitées (faible plasticité , faible potentiel de gonflement et résistance mécanique élevée).

Fondamentalement, de nombreux types de sols sont expansifs et les sols marneux ne font pas exception. En effet, l'argile marneuse et la marne sont largement répandues dans la nature, ce sont des roches intermédiaires entre les argiles et les calcaires (Filliat., 1981). Ils sont résistants à sec, mais leur comportement est différent au contact de l'eau (gonflée et fragile) ce qui en fait un problème dans l'application géotechnique.

Les recherches sur l'effet des liants hydrauliques sur la minéralogie des sols marneux sont insuffisamment étudiées. Des études rapportées par Cardoso et Maranha das Neves, 2012) ont montré que le traitement aux liants hydrauliques améliore également les propriétés des sols marneux classés comme « sols à problèmes ». En revanche, d'autres études ont montré l'effet inverse, notamment avec la présence de carbonates. Selon certains auteurs, il a été prouvé que l'utilisation de la chaux dans les sols marneux donne des résultats décourageants et insuffisants (Ureña et al., 2015 ; Sol-Sánchez et al., 2016 ; Al-Amoudi et al., 2010). Des études récentes (Elert et al., 2017 ; 2018) ont mis en doute l'efficacité à long terme de la chaux, car un traitement prolongé à la chaux provoque une désagrégation des particules et diminue la taille des particules dans les marnes et conduit donc à la dégradation des propriétés mécaniques. Ce comportement anormal des sols marneux est principalement dû à leur forte teneur en carbonates (Elert et al., 2017). Les diminutions de la taille des particules sont principalement attribués à la teneur élevée en carbonates des marnes qui favorise la dissolution du C-(A)-S-H, car les carbonates diminuent rapidement les valeurs de pH et arrêtent la réaction pouzzolanique. (Elert et al., 2018) proposent que pour obtenir un traitement de stabilisation efficace de la chaux pour les sols marneux, il est important de modifier les protocoles conventionnels en ajoutant un compactage supplémentaire, prolongeant le mouillage phase et en utilisant des additifs tels que KOH.

Les formations marneuses du Miocène couvrent la région de N'gaous, Boumegeur e de Zorg s'étendent à d'autres régions telles que Sefiane, M'sila. Cette étude est centrée sur trois sites qui se trouvent dans la Wilaya de Batna et d'Oum El Bouaghi où les prélèvements de sols ont été effectués, le caractère évolutif de ces sols, notamment avec la présence d'eau pose de nombreux problèmes aux bâtiments et ouvrages de génie civil de cette région. Une étude minéralogique et microstructurale détaillée a été réalisée sur ces marnes ainsi que sur les échantillons de ces sols traités aux liants

hydrauliques (chaux, ciment, mélange chaux et ciment et lait de chaux) pour confirmer l'efficacité du traitement aux liants hydrauliques à stabiliser ces marnes pour les rendre aptes à un usage en génie civil. L'efficacité du traitement est en outre vérifiée par des tests de gonflement. Cette étude peut être une solution économique et environnementale pour cette région, et pour d'autres régions présentant les mêmes caractéristiques géologiques et minéralogiques.

L'objectif général de ce travail est d'apporter une contribution à la compréhension et à la caractérisation du retrait-gonflement des formations géologiques de ces régions particulièrement sensibles à ce phénomène sélectionnées pour cette étude, et d'étudier la réponse de ces formations avec un traitement par les liants hydrauliques.

Ce manuscrit est structuré de la façon suivante :

Le premier chapitre traite de la bibliographie, présente brièvement et de manière non exhaustive l'état des connaissances actuelles sur le retrait-gonflement des sols marneux. On présentera, ainsi, l'état actuel des connaissances sur le traitement des sols aux liants hydrauliques en présentant, notamment, les différents mécanismes évoqués dans la littérature. On s'intéressera, à la réactivité des minéraux argileux en milieu dilué.

Le deuxième chapitre présente la démarche expérimentale entreprise, les techniques et les méthodes de caractérisations géotechniques, minéralogiques (DRX), ATD/ATG et microstructurales (MEB).

Le troisième chapitre de la thèse est consacré à la localisation géographique et à la présentation géologique et hydrogéologique des régions et des sites de prélèvements et des matériaux étudiés. Les résultats obtenus sur les caractérisations et l'identification minéralogiques, microstructurales et géotechniques des matériaux sont analysés dans ce chapitre.

Le quatrième chapitre est consacré à l'interprétation et la discussion des résultats obtenus par analyse minéralogique (DRX), ATD/ATG, microstructurale (MEB), et par les essais mécaniques des matériaux traités aux liants hydrauliques (essais de gonflement libre).

Une conclusion générale est donnée en fin de cette thèse.

**Premier chapitre : État de l'art sur le phénomène
de gonflement et leur traitement aux liants
hydrauliques**

1) Introduction

Les sols évolutifs nécessitent une attention particulière dans la construction de génie civil en raison de leurs propriétés géotechniques désavantageuses. Parmi ces sols, nous mentionnons les sols gonflants, car ils présentent des propriétés indésirables telles que le retrait-gonflement.

L'étude du comportement des sols argileux gonflants est un sujet qui a suscité depuis de nombreuses années l'intérêt de la plupart des chercheurs du fait de leur abondance dans le domaine sédimentaire et de leur responsabilité dans de nombreux dommages pour les ouvrages en surface et en souterrain. Jusqu'à ce jour, il demeure un problème très complexe, car il est le résultat de multiples mécanismes.

Ces sols ont la propriété de se dilater (gonflement) et de se contracter (retrait) selon l'évolution de la teneur en eau. L'apparition de ce type de phénomène (gonflement-retrait) dans la nature nécessite généralement deux types de facteurs : les facteurs de prédisposition (nature du sol, contexte hydrogéologique, végétation) et les facteurs de déclenchement (évaporation, précipitation).

Le problème de retrait-gonflement des sols est très répandu sur tous les continents. Aux Etats-Unis, en Europe, en Afrique et en Australie.

Les sols gonflants existent dans de nombreuses régions d'Algérie, en particulier dans la région de Batna (N'gaous, Boumeguer) et d'Oum El Bouaghi (Ain El Beida) et ils créent des difficultés pour la construction des bâtiments et des ouvrages. Ce phénomène a fait subir aux bâtiments construits sur des sols gonflants des dommages considérables tels que les fissurations et le soulèvement de fond de fouilles.



Figure 1: Des cas pathologiques dans certain région de la Wilaya de Batna

La figure1 illustre des dégâts typiques provoqués par ce phénomène sur les constructions et les routes. Les bâtiments et les routes présentent plusieurs signes de dégradation. Ces dégradations sont principalement des fissures ouvertes dans tous les sens sur les murs des habitations, l'élevation ou le tassement de la surface du sol, la génération de pressions de gonflement sous les trottoirs ou les fondations, ils affectent gravement les sols pavés et les vieilles routes. Ces dégradations sont dues à l'interaction structure et sol et sont induites par les problèmes liés aux sols.

À moins qu'une amélioration efficace du sol ne soit mise en œuvre, l'utilisation d'un sol gonflant comme fondation peut conduire à un certain nombre de problèmes d'ingénierie tels que des tassements différentiels et l'effondrement des ouvrages.

Le traitement et l'amélioration des sols par l'ajout des additifs est une technique qui s'est développée et qui est encore amenée à connaître une importante évolution. Plusieurs auteurs ont tenté d'appliquer des techniques de stabilisation à ces sols par additifs; on cite parmi ces techniques la stabilisation des sols gonflants par l'ajout de la chaux, du ciment, des polymères et du sable.

L'objectif de ce premier chapitre est de présenter un état des connaissances sur le phénomène de gonflement et sur leur traitement aux liants hydrauliques (chaux, ciment, chaux+ciment et lait de chaux).

2) Les argiles et les minéraux argileux :

Le terme « argile » a deux significations, l'une liée à la taille des grains et l'autre à la minéralogie. La définition dépend de la discipline concernée. Les géologues et les pédologues considèrent comme « argile » toute particule dont la taille est inférieure à $0,2 \mu\text{m}$. Mais le terme argile prend également un sens plus précis dans le vocabulaire minéralogique, parle alors de minéraux argileux. Par exemple (Holtzopffel, 1985) a défini l'argile comme un ensemble des minéraux fréquemment de petite taille, mal cristallisés et hydratés, de forme lamellaire ou fibreuse, et souvent présents en mélanges complexes d'espèces.

Dans le cycle géologique (figure **Erreur ! Source du renvoi introuvable.**), les minéraux argileux ont limités à la couche externe. Ils sont principalement formés par des minéraux préexistants par réaction et transformation des roches de la croûte terrestre au contact de l'hydrosphère ou de l'atmosphère. L'argile est généralement absente dans les roches à haute température (magma et roches métamorphiques à $T > 500^\circ\text{C}$). Par contre, elle est abondante dans les sols, les sédiments, les roches sédimentaires et les zones d'altération hydrothermale. (Fagel, 2015)

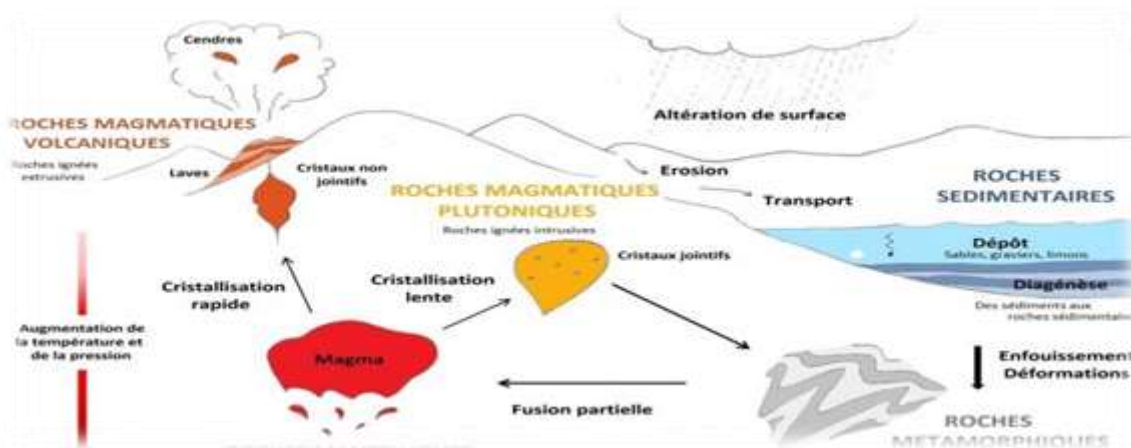


Figure 2: Cycle des roches sédimentaires

2.1) Conditions de formation et stabilité des argiles

L'argile est le résultat de l'altération des roches préexistantes. Le processus de dissolution et de recristallisation conduit à la formation ou à la transformation de minéraux argileux. L'argile est instable en milieu anhydre. Lorsque l'eau est abondante, le solide devient instable et la dissolution constitue la première étape d'interaction eau/roche. Lorsque la proportion eau/roche avoisine, la dissolution est incongruente, c'est à dire que certains éléments sont dissous, d'autres restent en phase solide. Les minéraux argileux constituent généralement la phase solide car ils sont généralement hydratés, caractérisés par une structure physique particulière différente du minéral pré-existant.

Concernant leurs conditions de formation (Figure 3 et Figure 4), l'argile n'existe qu'à proximité de la surface de la terre. Pour la plupart des argiles, leur stabilité est limitée à quelques centaines de mètres au-dessus de la surface terrestre. Dès que la température dépasse 50-80°C, l'argile devient instable et commence à se transformer en d'autres minéraux (mica, feldspath). La figure 3 et figure 4 montre la gamme d'évolution de l'argile en fonction de la température et du temps. Pour les basses températures, il faut beaucoup de temps pour changer la minéralogie de l'argile. Le taux de changement est grandement affecté par la température ambiante. Une température élevée va accélérer la réaction, mais l'évolution de la température dans les phénomènes géologiques change fortement. Les événements rapides sont généralement des phénomènes locaux, ils déstabilisent l'assemblage argileux et entraînent des modifications chimiques. Au contraire, le processus de dépôt et d'enfouissement sont des événements à long terme. L'argile se transforme dans d'anciens bassins sédimentaires peu profonds (200 Ma, 2 km de profondeur, basse T +/- 80 °C). Dans les bassins plus jeunes, plus profonds et plus chauds (2 Ma, 5 km, 180°C), l'argile restera intacte. Par conséquent, il est essentiel que la dimension temporelle soit au même niveau que la température dans la stabilité et l'évolution de l'argile. (Fagel, 2015)

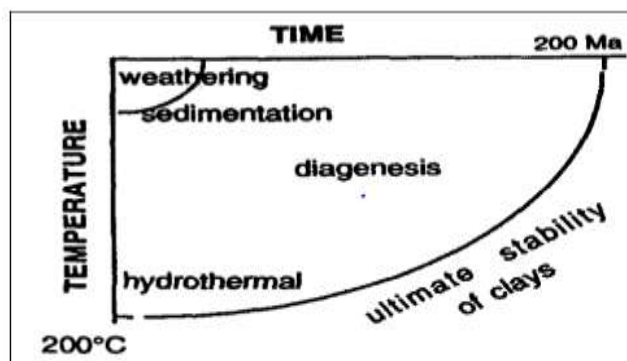


Figure 3: Condition de formation et de stabilité des minéraux argileux (Velde,1995)

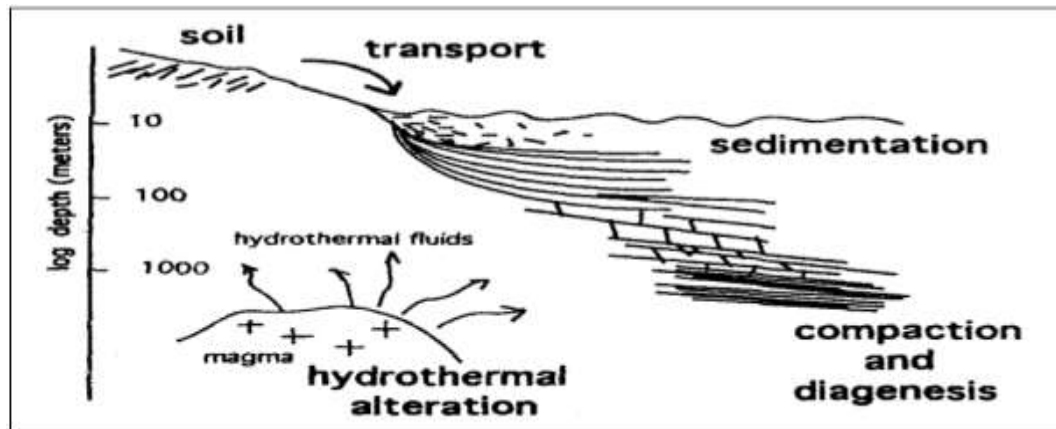


Figure 4: mode de formation et de stabilité des minéraux argileux (Velde1995)

2.2) Origine des minéraux argileux

L'origine principale des minéraux argileux est liée à l'altération des roches préexistantes dans les conditions de l'atmosphère et l'hydrosphère.

L'altération chimique responsable de la genèse des argiles est souvent précédée de l'altération physique. L'altération physique permet la fragmentation de la roche-mère. Ensuite la percolation d'eau va progressivement modifier la composition de la roche-mère et des horizons pédologiques vont se développer au fur et à mesure de l'altération.

L'altération chimique comprend 4 types de réactions selon la composition de la solution d'attaque. L'acidolyse se développe dans un environnement riche en matière organique, de nature acide et caractérisé par la présence de complexes organo-minéraux. L'alcalinolyse se développe plutôt en environnement basique avec des solutions chargées en Ca ou Mg. la salinolyse se produit en environnement évaporitique salin (Na, K) dans des conditions normales de pH. Enfin l'hydrolyse, processus le plus répandu et le mieux connu, correspond à l'attaque d'une roche par de l'eau dans des conditions de pH moyen.

Le degré d'altération va dépendre de la combinaison de plusieurs facteurs qui vont déterminer la nature des minéraux secondaires formés (Figure 5). Les principaux facteurs sont:

- Le climat (température, humidité, alternance saisonnière) qui contrôle le degré d'hydrolyse.
- Le relief qui détermine le degré de drainage ou de confinement.
- La nature de la roche-mère qui conditionne la séquence des minéraux formés.



Figure 5: Principaux facteurs de l'altération : climat, roche-mère et topographie (Beauchamp, 2002)

L'hydrolyse est une réaction chimique entre le sel et l'eau pour former des acides et des bases. Il consiste en une soustraction progressive des ions du matériau parental. Les ions les plus mobiles sont soustraits en premier (Na, K, Ca, Mg, Sr). Les éléments de transition sont retirés plus tard (Mn, Ni, Cu, Co, Fe) mais avant Si. L'Al est l'élément le moins mobile. L'hydrolyse attaque les parties les plus exposées du minéral, c'est-à-dire la surface externe, les fissures ou le clivage.

En climat tempéré humide, on peut schématiser l'hydrolyse en 3 étapes (figure 6):

- lessivage d'un cation (Na, K) par ouverture d'un feuillet;
- migration d'un cation octaédrique vers l'interfoliaire pour compenser le déficit de charge (ces cations seront évacués par la suite en solution);
- migration vers l'octaèdre et finalement vers l'interfoliaire des cations tétraédriques (Si, Al).

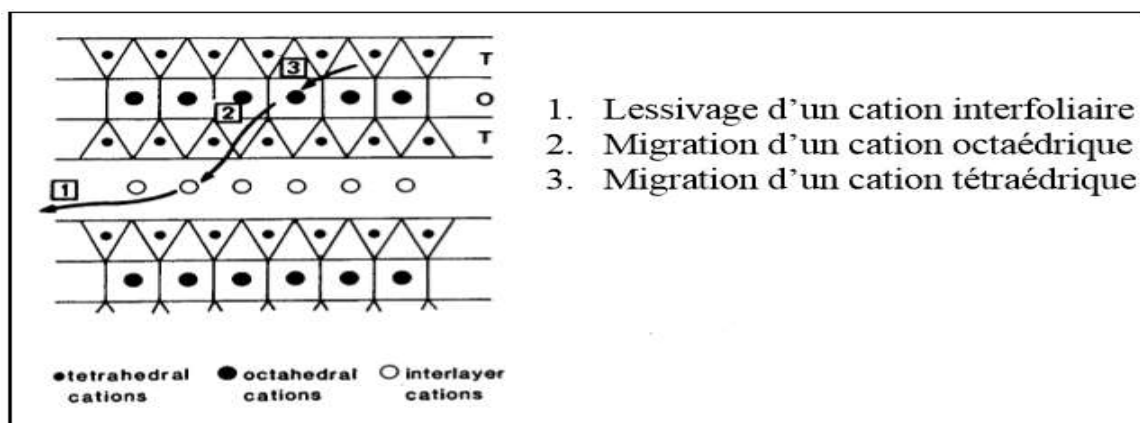


Figure 6: Influence de l'hydrolyse sur les minéraux argileux (Chamley, 1989)

L'intensité de l'hydrolyse produit des minéraux secondaires de moins en moins riches en cations, notamment mobiles et des solutions de plus en plus chargées. Selon les conditions de drainage et d'élimination des solutions, différents minéraux argileux se formeront. Pour un drainage de faible intensité, les minéraux secondaires conservent un rapport Si/Al élevé (rapport de 2 = bisiallisation) conduisant à la formation de minéraux argileux 2/1 (smectites). Le drainage moyen permet la formation de minéraux de type 1/1 (kaolinite) par un processus appelé monosiallisation (Si/Al = 1). Avec un fort drainage, toute la silice sera évacuée (processus d'allitisation). Les minéraux secondaires ne sont plus des argiles mais des oxydes (gibbsite). Le degré d'hydrolyse dépend des conditions climatiques. La figure 7 montre la nature des minéraux secondaires observés dans le sol le long de la ligne de latitude des pôles à l'équateur. Dans les climats froids, la variation physique prévaut. Les minéraux argileux sont en fait des minéraux primaires (illite, chlorite). En climat tempéré et humide, la température moyenne et les précipitations permettent une altération chimique significative. Les argiles secondaires sont de type 2/1, résultant d'une pseudobisiallisation en climat tempéré (vermiculites) ou d'une bisiallisation (smectites) si la température est plus élevée et le contraste saisonnier plus important. En climat froid et humide, le sol (podzol) sera complètement lessivé avec un horizon A constitué uniquement de silice, un horizon B argileux (smectite, illite et intestratifiés). En climat chaud et humide, l'hydrolyse sera active, et conduira à une monosiallisation (kaolinite). (Fagel, 2015)

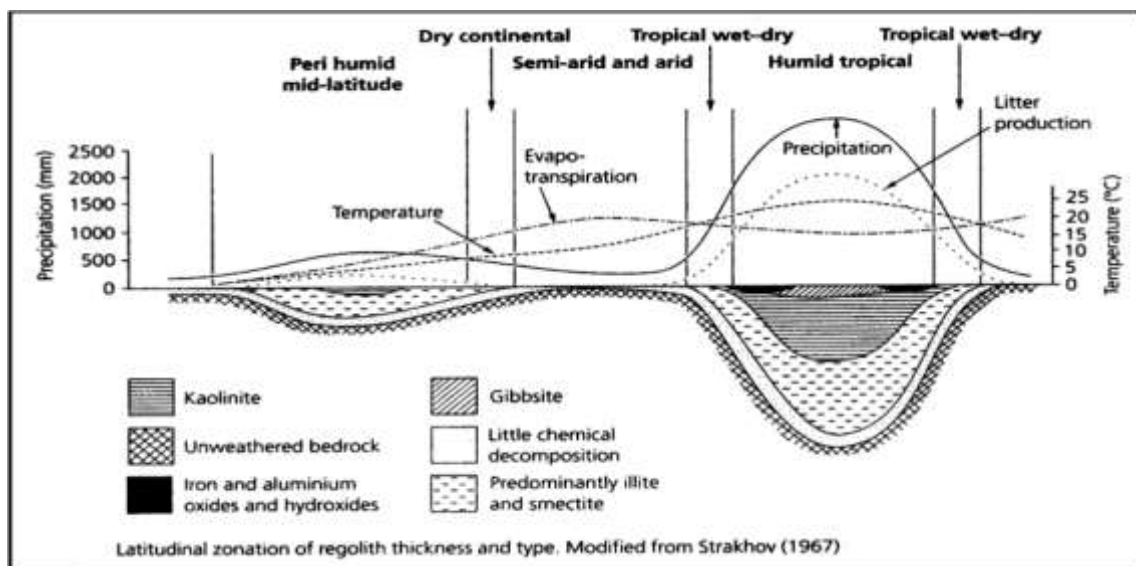


Figure 7: Hydrolyse et zonation climatique (Allen, 1997)

2.3) Minéralogie des argiles

Le sol est un corps naturel, de constituants organiques et minéraux. La fraction minérale représente l'ensemble des produits de l'altération physique et chimique d'une roche mère. Elle est principalement constituée de silicates, de carbonates, d'oxydes et d'hydroxydes, des éléments natifs, de sulfate ...etc. Les silicates sont subdivisés en six groupes, nesosilicates (Olivine, grenat), sorosilicates, (Hémimorphite, épidote), cyclosilicates, (tourmaline, Diopside), inosilicates (pyroxènes, amphiboles), phyllosilicates (micas, talc, argile), Tectosilicates (Quartz, cristobalite, feldspaths) . (Figure 8)

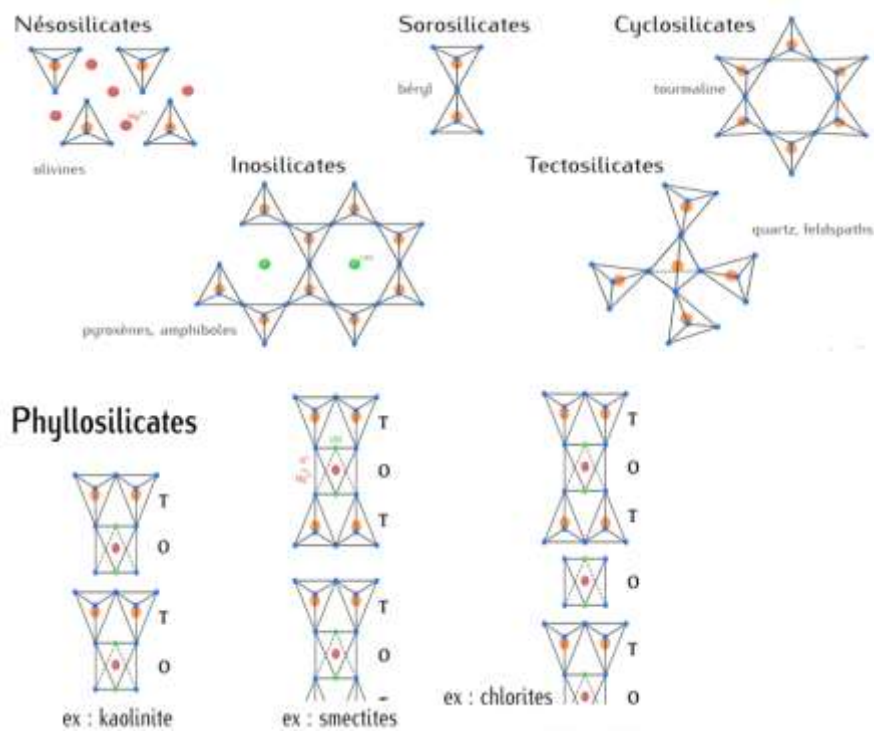


Figure 8: Les principaux groupes d'aluminosilicates. (Filiate, 1988)

Les minéraux argileux appartiennent à la famille des phyllo-silicates. Leur squelette contient des entités SiO_4 (silicates) et leur structure est lamellaire (terme formé d'un morphème "phillon" issu du grec signifiant: qui a l'aspect de feuille). Les feuillets sont eux-mêmes constitués d'assemblages de deux types de couches, octaédrique et tétraédrique, dont les sommets sont occupés par les ions O_2^- et OH^- . Ces ions chargés négativement ont tendance à se repousser et forment une charpente où peut être logée des cations qui assurent la stabilité électrostatique de l'ensemble de la structure. La représentation structurale des minéraux argileux peut être schématisée comme une unité qui associe un feuillet et un espace interfoliaire. Généralement le feuillet est formé par deux types de couches :

- une couche tétraédrique dont chaque tétraèdre TO_4 est composée d'un atome central T coordonné à quatre atomes d'oxygène (trois dans le plan appelés basal et un au sommet appelé apical) (figure 9). Chaque tétraèdre est lié aux tétraèdres voisins en partageant trois angles pour former le long des directions cristallographiques une figure hexagonale bidimensionnelle infinie. L'association de six tétraèdres forme une cavité hexagonale (Figure 10). L'épaisseur de la couche tétraédrique est de 4,6 Å.
- La couche octaédrique est formée par un atome centrale A, souvent l'aluminium, entouré par des atomes d'oxygène et des groupements hydroxyles (figure 11). Chaque octaédrique est connecté aux autres octaèdres voisins en partageant uniquement les arrêts entre eux. L'épaisseur de cette couche octaédrique est de 5,05 Å.

Des substitutions isomorphiques sont possibles au niveau des couches tétraédriques et octaédriques. Ainsi, dans certains cas, Al^{3+} peut substituer Si^{4+} en site tétraédrique. De même, dans la couche octaédrique, les ions Al^{3+} peuvent être partiellement substitués par des ions Mg^{2+} et/ou Fe^{3+} ou Fe^{2+} . De telles substitutions créent localement des déficits de charges positives qui sont compensés par la présence de cations (K^+ , Na^+ , Ca^{2+} ,...), hydratés ou non, dans l'espace interfoliaire. Ces cations sont appelés « compensateurs de charges » ou encore cations échangeables.

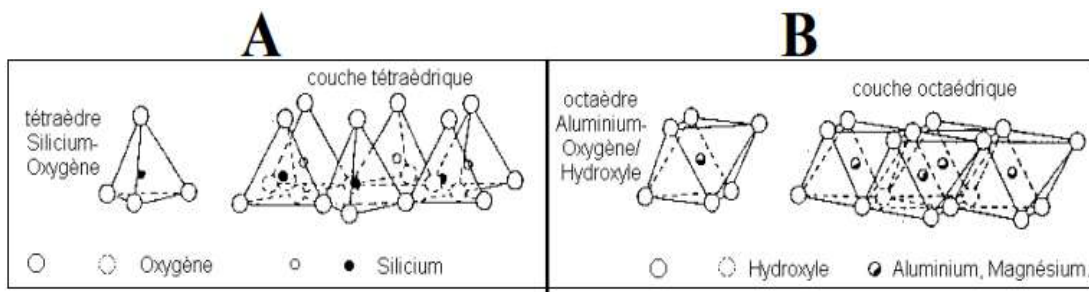


Figure 9: Structure des couches de Tétraèdre (A) d'octaèdre (B) (Maubec 2011).

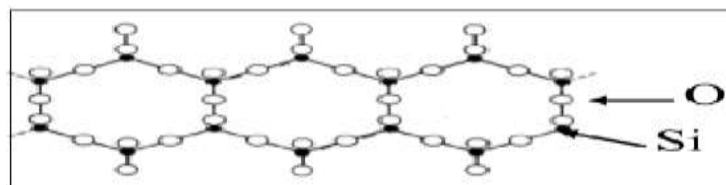


Figure 10: Réseau plan hexagonal formé par l'association des Tétraèdre de silicium (Sposito et al., 1999).

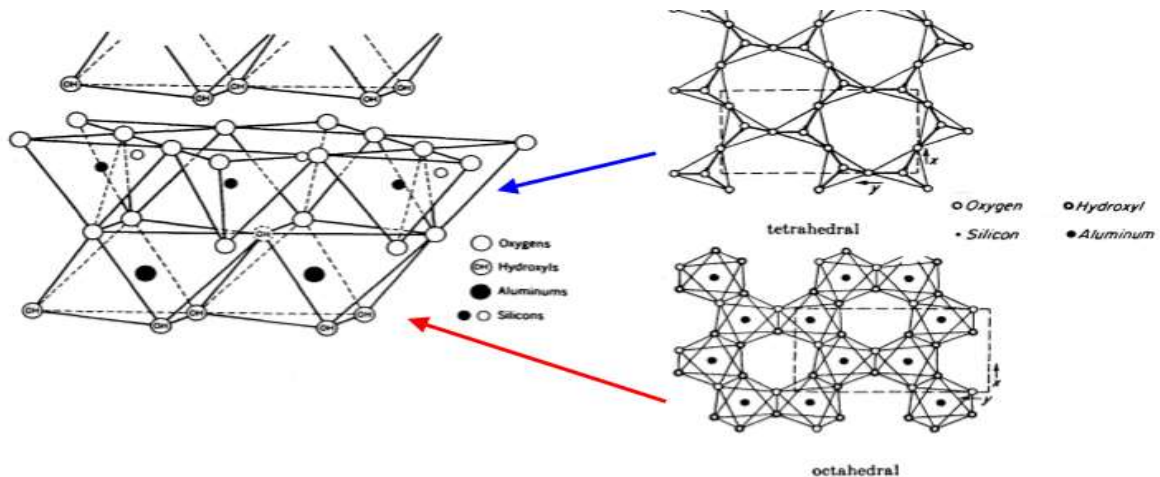


Figure 11: Agencements des tétraèdres et des octaèdres en feuillets 1/1 (Eslinger et Peaver, 1988 ; Weaver, 1989)

On distingue deux grandes familles de minéraux argileux, en fonction de la composition des feuillets :

- Les minéraux argileux TO, où un feuillet est constitué d'un empilement d'une couche tétraédrique et d'une couche octaédrique. La figure 12 donne une représentation structurale de ce type de minéral. La distance basale, qui correspond à la taille d'une unité structurale (feuillet + espace interfoliaire), est de l'ordre de 7 Å. Cette famille présente peu de substitutions isomorphiques. On retrouve la kaolinite comme minéral type de cette structure.

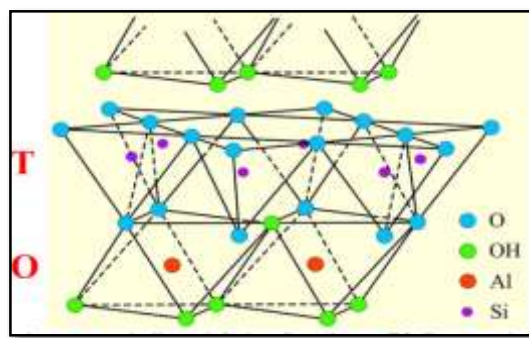


Figure 12: Représentation structurale d'un minéral argileux de type TO (Poppe et al., 2001)

- Les minéraux argileux TOT, où un feuillet est constitué d'une couche d'octaèdres située entre deux couches tétraédriques (figure 13). Cette famille a la particularité de présenter des taux de substitutions isomorphiques plus importants que la précédente famille. La distance basale varie entre 9,4 et 15 Å, selon les éléments présents dans l'espace

interfoliaire. Dans cette famille, on distingue les smectites, le plus souvent caractérisées par la présence d'ions calcium Ca^{2+} et sodium Na^+ dans l'espace interfoliaire, et des illites dont le cation interfoliaire est le potassium K^+ .

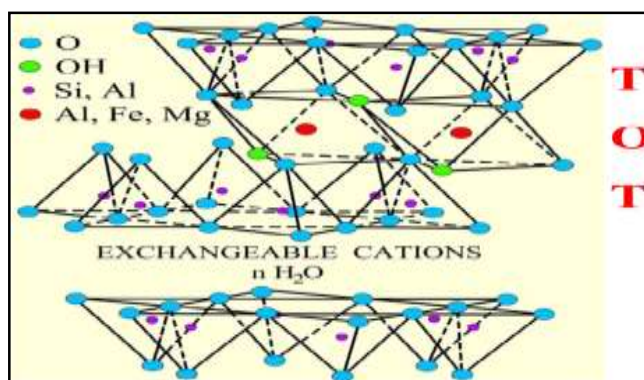


Figure 13: Représentation structurale d'un minéral argileux de type TOT (Poppe et al., 2001)

Parmi les minéraux argileux, les plus connus sont :

- la **Kaolinite** (TO, $d_3 = 7 \text{ \AA}$) (figure 14). Pas de substitution dans les couches. Le feuillet est neutre. Ses cristaux sont souvent grands pouvant atteindre $15 \mu\text{m}$.

- l'**Illite** (TOT, $d=10 \text{ \AA}$) (figure 14). Association d'un feuillet O (alumineux) et deux feuillets T (siliceux). Il peut y avoir des substitutions (remplacement de Si par Al). Des cations (K^+) sont adsorbés dans l'espace interfoliaire afin de compenser le déséquilibre des charges. C'est le minéral ubiquiste par excellence. Sa structure est proche de la muscovite (présentant plus d'eau et moins de K^+).

- la **Smectite** (TOT, $d=14 \text{ \AA}$) (figure 14). L'empilement des feuillets est désordonné; chaque feuillet est tourné dans son plan par rapport au précédent. Les substitutions d'atomes sont importantes. Ce désordre et la faible charge des feuillets facilitent leur écartement et l'adsorption des molécules variées (eau, cations, molécules organiques) au niveau de l'espace interfoliaire qui s'écarte ($d = 18 \text{ \AA}$). Les smectites, ou montmorillonites, sont généralement calciques, plus rarement sodiques. Elles sont formées dans les sols mal drainés plutôt alcalins. Les feuillets de smectites peuvent s'intercaler régulièrement ou irrégulièrement avec d'autres feuillets argileux, souvent illitiques. L'ensemble forme des interstratifiés.

- la **Glauconie**. Minéral vert ferrique proche de l'illite exclusivement formé en milieu marin peu profond.

- la **Chlorite** (TOT, $d=14 \text{ \AA}$). L'espace interfoliaire est garni par une couche composée de Mg et OH. L'Al est remplacé localement par le Fe. Les chlorites existent en plus grands cristaux dans les roches magmatiques. Elles sont également formées pendant la diagenèse des roches sédimentaires. On les retrouve en éléments détritiques dans les sols sous climat peu agressif.

- la **Vermiculite** (TOT, $d=12 \text{ \AA}$). Fréquente dans les sols de la zone tempérée. La couche octaédrique contient du Fe et du Mg. La vermiculite est proche des illites et chlorites mais montre des propriétés gonflantes.

- les **argiles fibreuses**. Les feuillets sont discontinus et forment des rubans. Les principaux types sont la sépiolite et l'attapulgite ou paligorskite. On les trouve dans les milieux confinés.

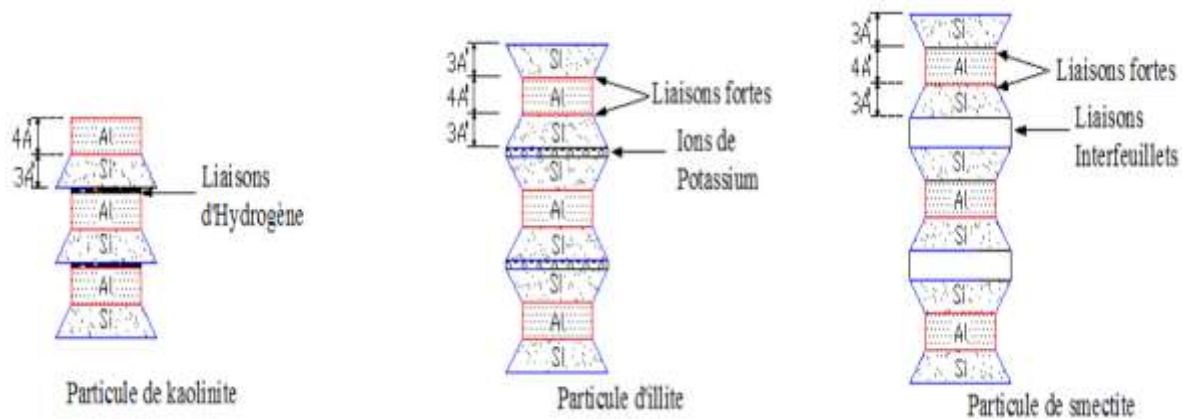


Figure 14: détail des structures des minéraux argileux (Wakim, 2005).

2.4) Propriétés des argiles

Les minéraux argileux se caractérisent par trois propriétés principales:

- leur forme et leur surface spécifique;
- leur capacité d'adsorption d'eau et de gonflement;
- leurs multiples possibilités d'échanges ioniques.

2.4.1) Forme et surface spécifique

Les argiles se présentent sous trois formes structurales suivantes (figure 15):

- en **flocons**, caractérisés par une même dimension dans les deux directions et une épaisseur équivalente à $1/20^{\text{ième}}$ de la longueur;

- en **lattes**, avec une dimension plus longue et une épaisseur toujours équivalente à $1/20^{\text{ième}}$ de la longueur;
- en **aiguilles**, avec deux petites dimensions et la $3^{\text{ième}}$ privilégiée, beaucoup plus grande. Cette structure est assez rare.

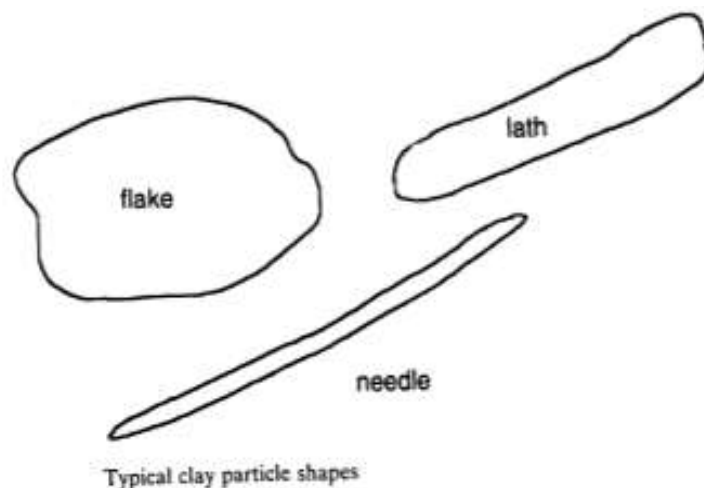


Figure 15: Forme des particules argileuses: flake (flocons), lath (latte), needle (aiguille) (Velde, 1995)

La taille relativement petite et fine des argiles leur confère une grande surface spécifique par rapport au volume des particules qu'elles identifient. La surface relative augmente avec la diminution du diamètre. La surface de l'argile est plus grande que la surface des minéraux de même taille mais de forme différente. Le rapport épaisseur /largeur est d'environ 20 pour l'argile. Les propriétés des argiles sont principalement contrôlées par leur surface.

Le tableau 1 donne les valeurs caractéristiques de surface des grandes familles d'argiles. La surface totale comprend la surface externe, y compris entre les particules d'argile, et la surface interne, qui correspond à l'espace entre les feuilles (figure 16). Les smectites ont une surface totale maximale : surface smectite > vermiculites >>> illites > kaolinites = chlorite.

Tableau.1 : Surface spécifique des particules argileuses (Eslinger&Peaver, 1988)

Argile	Surface spécifique (m ² /g)		
	Interne	Externe	Totale
Smectite	750	50	800
Vermiculite	750	<1	750
Illite	5	25	30
Kaolinite	0	15	15
Chlorite	0	15	15

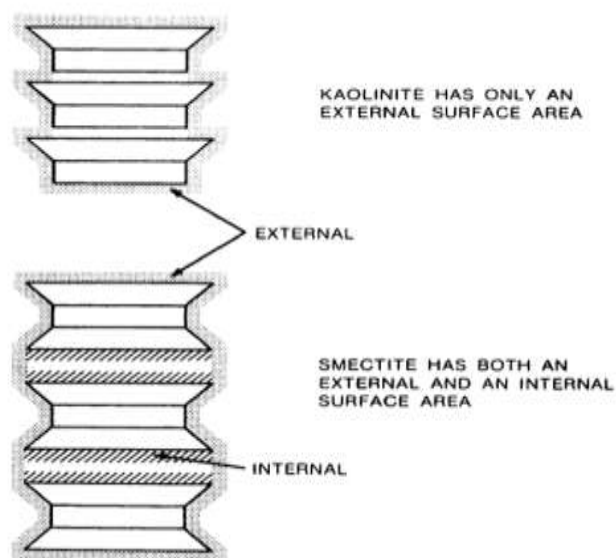


Figure 16: Surfaces interne et externe des particules argileuses (Eslinger&Peaver, 1988)

2.4.2) Degré d'hydratation des argiles et gonflement cristallin

Le degré d'hydratation varie d'une famille d'argile à l'autre. Certains minéraux argileux ont la capacité d'incorporer des molécules d'eau dans leur structure (figure 17). Cette eau modifie la taille de la couche, la faisant gonfler. Ces argiles sont appelées argiles gonflantes (expansées). Les smectites, les vermiculites et les minéraux interstratifiés offrent une capacité d'expansion beaucoup plus grande que les autres argiles. L'incorporation d'eau est réversible à pression atmosphérique et dépend de la température et de la pression de vapeur. Plus l'air est humide, plus l'argile peut combiner d'eau.

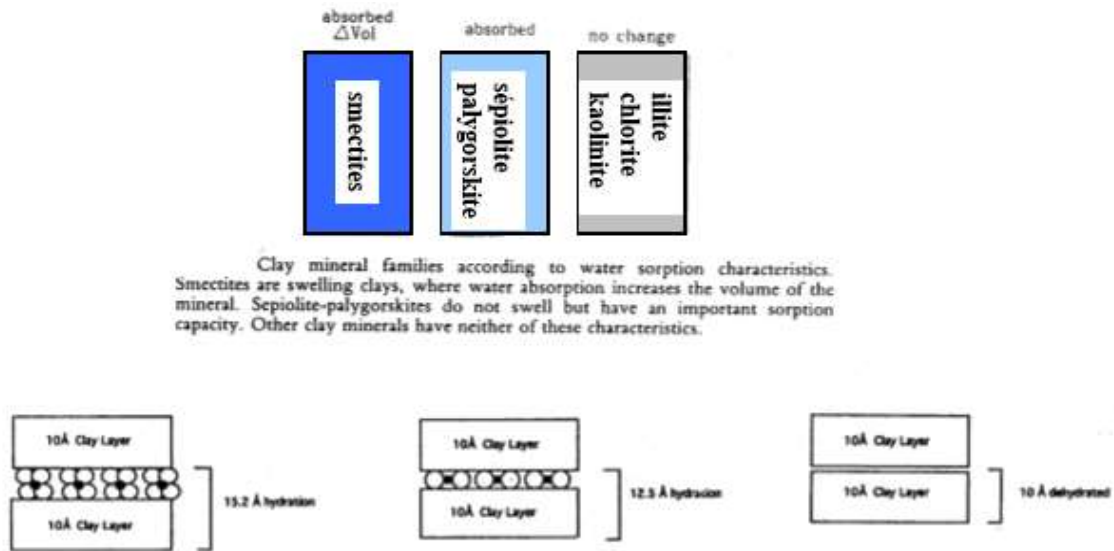


Figure.17: Capacité d'adsorption d'eau par les particules argileuses (Velde, 1992 ; 1995)

Le gonflement cristallin correspond à la pénétration des molécules d'eau dans l'espace interfoliaire et à la formation d'états hydratés existant sur des domaines précis de pression relative. A l'état sec, la cohésion des empilements des feuillettes résulte d'un équilibre entre les forces d'attraction de Van der Waals et les forces électrostatiques entre les feuillettes chargés et les cations. En présence d'eau, l'énergie d'hydratation des cations permet à l'eau de rompre cet équilibre en provoquant l'écartement des feuillettes et de pénétrer dans l'espace interlamellaire.

Les minéraux gonflants ont une structure de base à 10Å. Selon l'hydratation, une couche d'eau épaisse de 2,5 ou 5,2 se développe. Cette hydratation se traduit par une augmentation de volume allant jusqu'à 90 %. Notez qu'il existe des minéraux qui contiennent de l'eau adsorbée mais n'ont pas de propriétés gonflantes (comme des argiles fibreuses). (Figure 18)

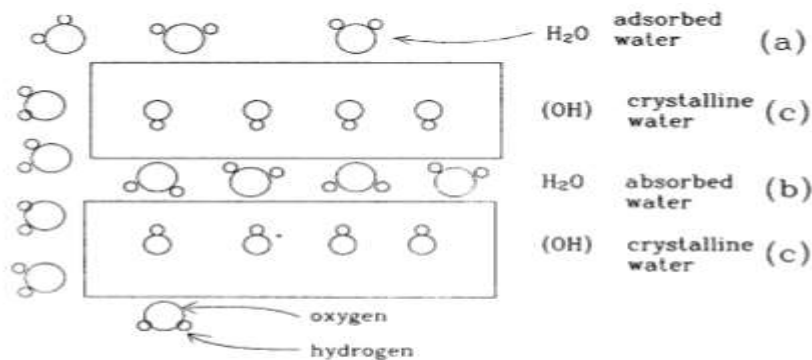


Figure 18: Localisation de l'eau dans les particules argileuses (Velde, 1995)

2.4.3) Charge des surfaces argileuses

Les minéraux argileux sont caractérisés par une surface électrique non neutre (figure 19). Il existe deux types de charge:

- une charge permanente ou structurale associée à une substitution ionique (Al^{3+} pour Si^{4+} dans T, Mg^{2+} ou Fe^{2+} pour Al^{3+} dans O), de signe négatif.
- une charge de surface qui varie en fonction du pH du milieu, associée à des réactions chimiques se produisant à la surface d'un minéral ou suite à l'adsorption de surfactants, de signe + ou -.

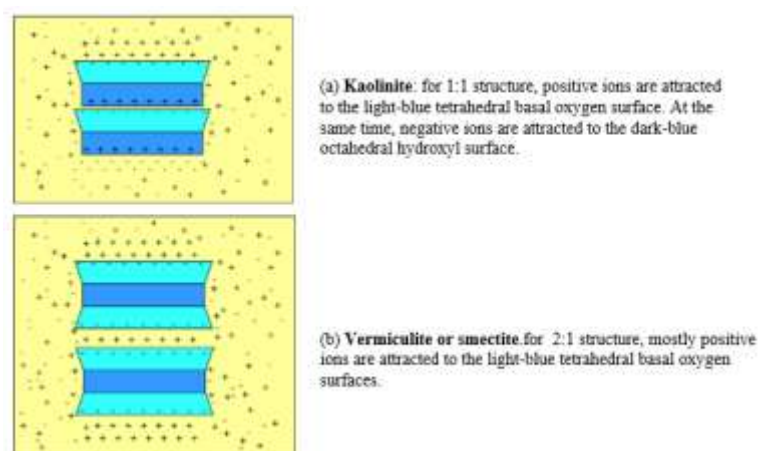


Figure 19: Adsorption à l'équilibre et échange ionique (Schroeder, 2002)

La charge de surface est liée à l'hydrolyse des liaisons Si-O et Al-OH rompues le long des surfaces. A pH bas, l'argile est caractérisée par une capacité d'échange d'anions: H^+ se lie plus qu' OH^- , une charge positive se développe. A pH élevé, la capacité d'échange cationique (CEC) se développe : OH^- se lie plus que H^+ et une charge négative se développe (figure 20). A l'équilibre ou " au point de charge zéro " (ZPC), il n'y a aucune possibilité d'échange.

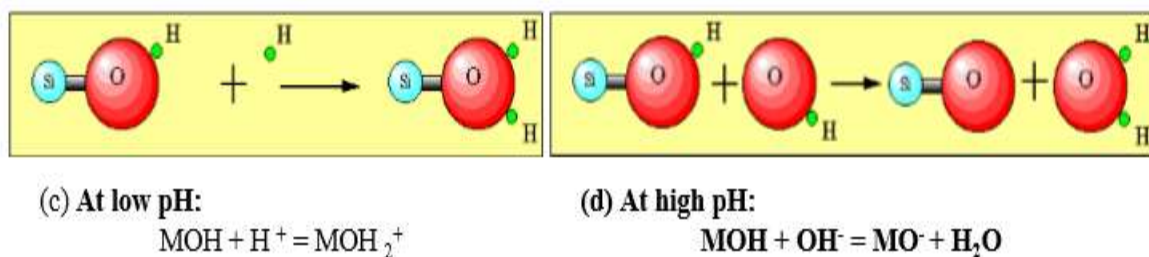


Figure 20: Adsorption à l'équilibre et échange ionique (Schroeder, 2002)

L'étude de la distribution des cations à la surface des particules d'argile est modélisée par la théorie de la double couche. Les modèles expliquent les interactions entre la surface des argiles, les cations interfoliaires, l'eau interfoliaire et les solutions environnantes. La figure 21 présente le modèle de Gouy-Chapman. Dans ce modèle, des smectites sont mises en solution. Si la concentration en smectites est faible, les smectites vont se disperser, l'eau va se troubler et il y aura peu de sédimentation. On obtient une solution colloïdale. Sans eau, les couches T-O-T sont liées par des forces électrostatiques mais en présence d'eau les couches T-O-T sont isolées. Vu la surface négative des argiles, les cations de la solution vont être attirés par la surface des particules argileuses pour atteindre un nouvel équilibre. La concentration en cation sera plus grande à proximité de la surface des argiles. Un gradient va s'établir et les cations vont avoir tendance à diffuser vers la solution. On atteint une situation d'équilibre dans laquelle il existe une zone limitée mais diffuse dans laquelle la concentration en cation diminue avec la distance jusqu'à ce que la concentration égale celle de la solution. Deux couches s'individualisent: (1) une couche négative à la surface des argiles; (2) une couche positive juste à côté (d'où la notion de double couche).

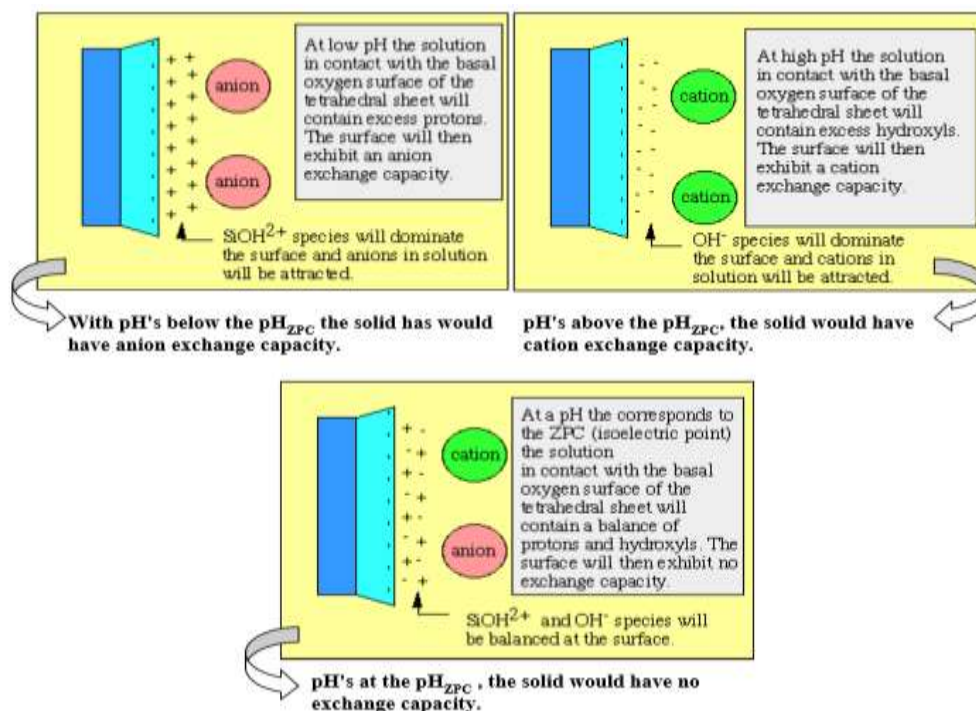


Figure 21: Charge de surface (Schroeder, 2002)

L'épaisseur de la double couche dépend de la charge de la surface argileuse et de la salinité. Dans un bûcher, il y a répulsion entre les particules. Si on augmente la concentration en smectites, la diffusion des cations vers la solution est moins prononcée. La couche de Gouy se comprime et l'argile se

rapproche. Si l'on augmente encore la concentration en smectites, il peut y avoir une superposition des couches de Gouy (figure 22). Ensuite, l'attraction électrostatique permet aux particules de se combiner avec la possibilité de floculation et de sédimentation. Cité par (Fagel, 2015)

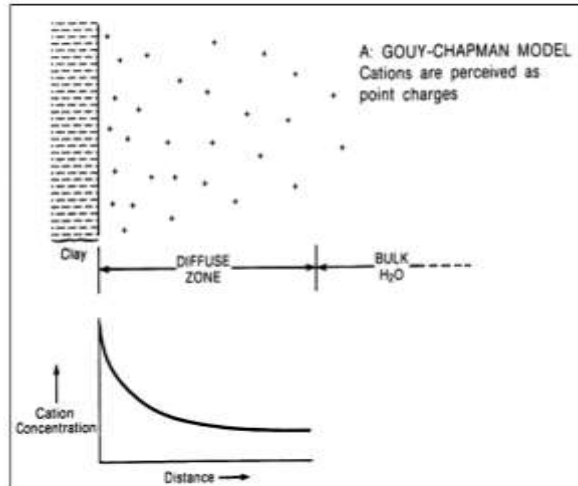


Figure 22: Distribution des cations adjacents à une surface argileuse: Modèle de Gouy-Chapman (Eslinger&Peaver, 1988)

Il existe une variante du modèle précédent connue sous le nom de modèle de Stern (figure 23). Ce modèle suppose que les cations ont des dimensions finies. La charge négative des argiles est compensée par les charges adsorbées dans la couche de Stern et dans la couche diffuse. Cité par (Fagel, 2015)

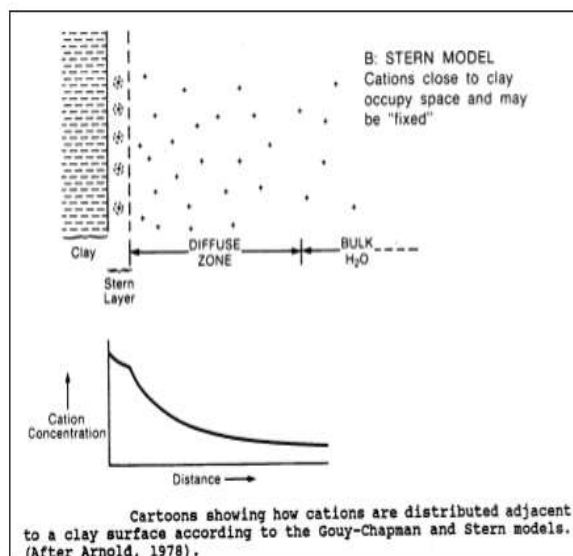


Figure 23: Modèle de Stern (Eslinger&Peaver, 1988)

2.4.4) Capacité d'échange cationique

La capacité d'échange cationique (CEC) mesure la capacité d'une argile à échanger des cations. Elle mesure la concentration en cations non fixés dans la couche diffuse et dépend de la charge totale. La CEC est fonction du pH, elle est généralement donnée pour un pH neutre. Le principe de la mesure est illustré à la figure 24.

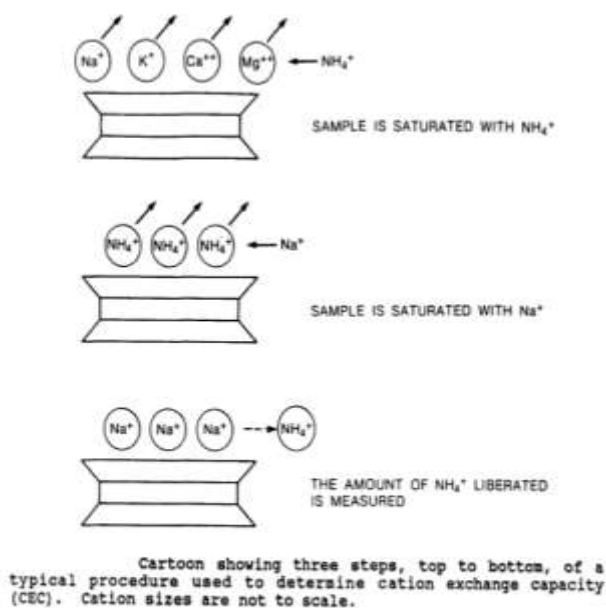


Figure 24: Mesure de la CEC (Eslinger&Peaver, 1988)

Un échantillon est saturé d'un cation en le mélangeant dans une solution de chlorures. Les cations qui se trouvaient dans la couche de diffusion seront échangés et seuls les cations ajoutés seront fixés. Le cation en excès est éliminé par lavage et remplacé par un autre cation. Le nombre de cations libérés est ensuite mesuré. Les valeurs de CEC pour les principales familles d'argiles sont rapportées dans le tableau 2.

Tableau 2 : CEC des minéraux argileux (Eslinger&Peaver, 1988).

Capacités d'échange cationique (meq/100 g) des minéraux argileux		
Smectites		80-150
Vermiculites		120-200
Illites		10-40
Kaolinite		1-10
Chlorite		<10
Capacités d'échange cationique et densités de charge surfacique		
Groupe de minéral argileux	Capacité d'échange cationique (CEC) (cmol(+).kg ⁻¹)	Densité de charge surfacique (τ) (cmol(-).m ⁻²)
Kaolinites	3-20	2-6 x 10 ⁻⁴
Illites	10-40	1-2 x 10 ⁻⁴
Smectites	80-120	1-1,5 x 10 ⁻⁴
Vermiculites	100-150	3 x 10 ⁻⁴

2.5) Microstructures des argiles

La microstructure de l'argile dépend du mode de dépôt et de l'état de consolidation. L'argile présente un arrangement des particules serrée et orientée des particules d'argile n'est pas capable de gonfler comme l'argile dont le processus de la sédimentation rapide et récent est responsable d'une distance maximale entre les plaquettes. Cette organisation minérale argileuse est l'une des principales causes de gonflement anisotrope.

2.5.1) Définitions et concepts de texture

En géologie la texture désigne « la forme, la dimension et la disposition d'un certain nombre de minéraux naturellement groupés en une population au sein de la roche ».

Le développement de méthodes telles que la diffraction de rayons X, le MET, le MEB, le BET, et la porosimétrie par injection de mercure, a permis de caractériser de façon qualitative et quantitative l'arrangement textural des matériaux argileux. L'observation des sols argileux au Microscope Electronique à Balayage a permis de décrire l'arrangement des particules argileuses et de caractériser certaines textures types. Les sols argileux naturels, en leur grande majorité, sont un mélange de particules de nature et de taille différentes. Elles sont le plus souvent agrégées et présentent des associations de constituants de taille croissante, emboîtées les unes dans les autres (Arnould et al., 1980; Delage et Lefebvre, 1984). Les différents travaux concernant l'étude de ces associations, font appel à un vocabulaire spécifique à chaque spécialité concernée (physico-chimie, géologie, pédologie, pétro-physique).

Les argiles sont constituées par un empilement de feuillets. On distingue 3 niveaux d'organisation:

- les feuillets (tétraédriques ou octaédriques) : est donc l'élément unitaire qui, avec son cation logé dans l'espace interfoliaire, donne une unité morphologique élémentaire. La cohésion des feuillets empilés est assurée par des forces de Van der Waals entre les feuillets et des forces électrostatiques entre le feuillet chargé négativement et le cation interfoliaire chargé positivement. (Figure 25)
- les particules : sont la superposition de feuillets parallèles adjacents qui peuvent être séparés par des couches d'eau et dont l'épaisseur (nombre de feuillets empilés) varie en fonction tout à la fois de la nature du feuillet et du cation, et bien entendu des conditions exercées.
- les agrégats : est l'assemblage relativement stable de particules formant un domaine homogène connecté et la porosité entre les agrégats est appelée porosité interagrégats.

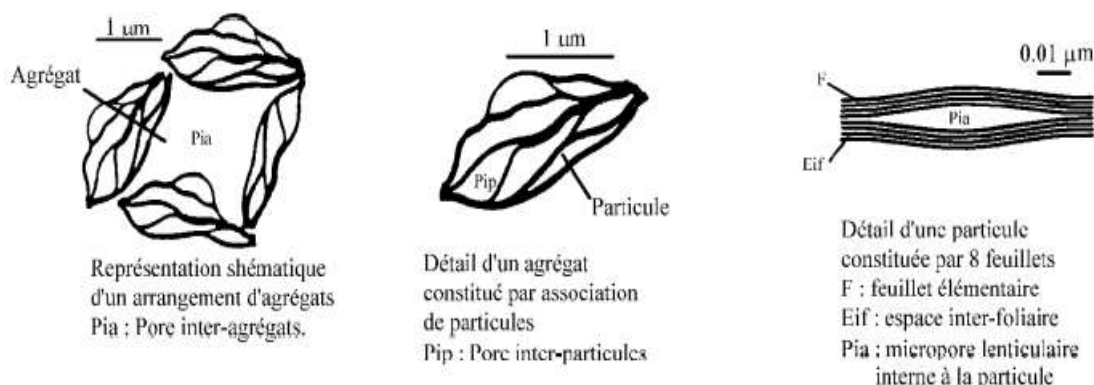


Figure 25: Représentation schématique de l'organisation texturale d'une argile (Touret, 1988)

2.5.2) Classification des différentes textures

A partir des unités constitutives, différentes classifications de la texture des sols ont été proposées.

Van Olphen (1963) a proposé une classification basée sur l'association de particules d'argile en suspension. Cette classification n'est pas basée sur l'observation directe, mais sur la possibilité d'ensembles géométriques. Le modèle suppose que, dans une suspension d'argile, trois modes de liaison, liés aux charges de surface et de bord des feuillets d'argile, peuvent être considérés : bord-face (B-F), bord-bord (B-B) et face-face (FF). (Figure 26)

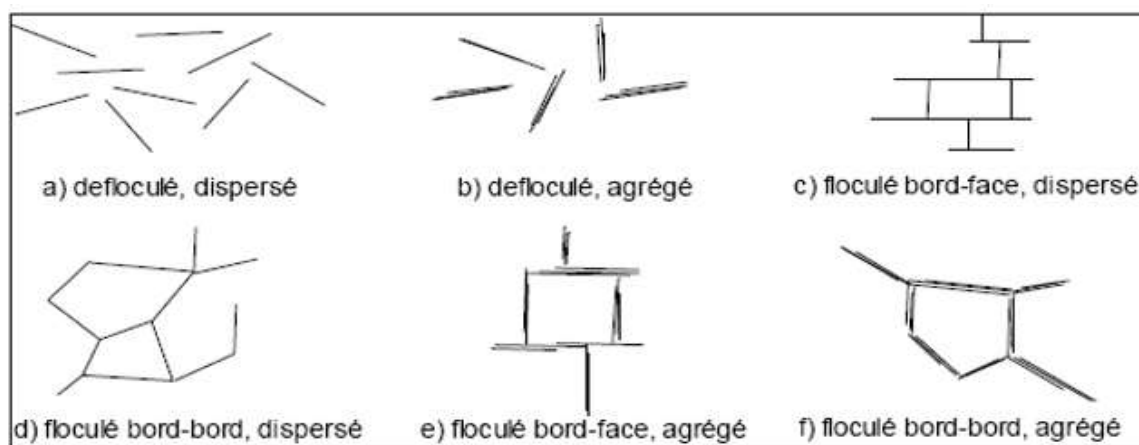


Figure 26: Arrangement des particules d'argile en suspension (d'après Van Olphen, 1963, modifié par Bultel, 2001)

Collins et McGown (1974), travaillant sur des sols naturels et utilisant le MEB, ont tenté de compléter la schématisation de Van Olphen dans le cas de sols contenant une proportion non négligeable de grains non argileux. Ils ont introduit dans leur classification les relations existant entre particules argileuses et grains sableux ou silteux (figure 27) : connexions argileuses entre grains silteux (a, b, c), agrégats irréguliers en nid d'abeille (d, e), agrégats réguliers (f, g), particules argileuses entrelacées avec ou sans inclusion silteuse (h, j), matrice argileuse (k) ou matrice granulaire (l).

Le Roux (1975) distingue, à partir de l'observation d'une marne au Microscope Electronique à Balayage trois classes principales de textures : une texture homogène où tous les minéraux sont intimement mélangés et où aucune direction n'est privilégiée, avec des sous-classes : homogène à dominante argileuse ou à dominante carbonatée, et homogène compacte ou lâche suivant la compacité et la continuité. Une texture orientée où une direction privilégiée apparaît dans l'arrangement des grains, en particulier des phyllites. Une texture floconneuse ou en microagrégats où la phase argileuse se présente sous forme de flocons grossièrement sphériques, soit seule, soit associée aux carbonates. Lorsque la dimension des flocons devient importante de l'ordre de 100 μm on passe à une texture en microagrégats.

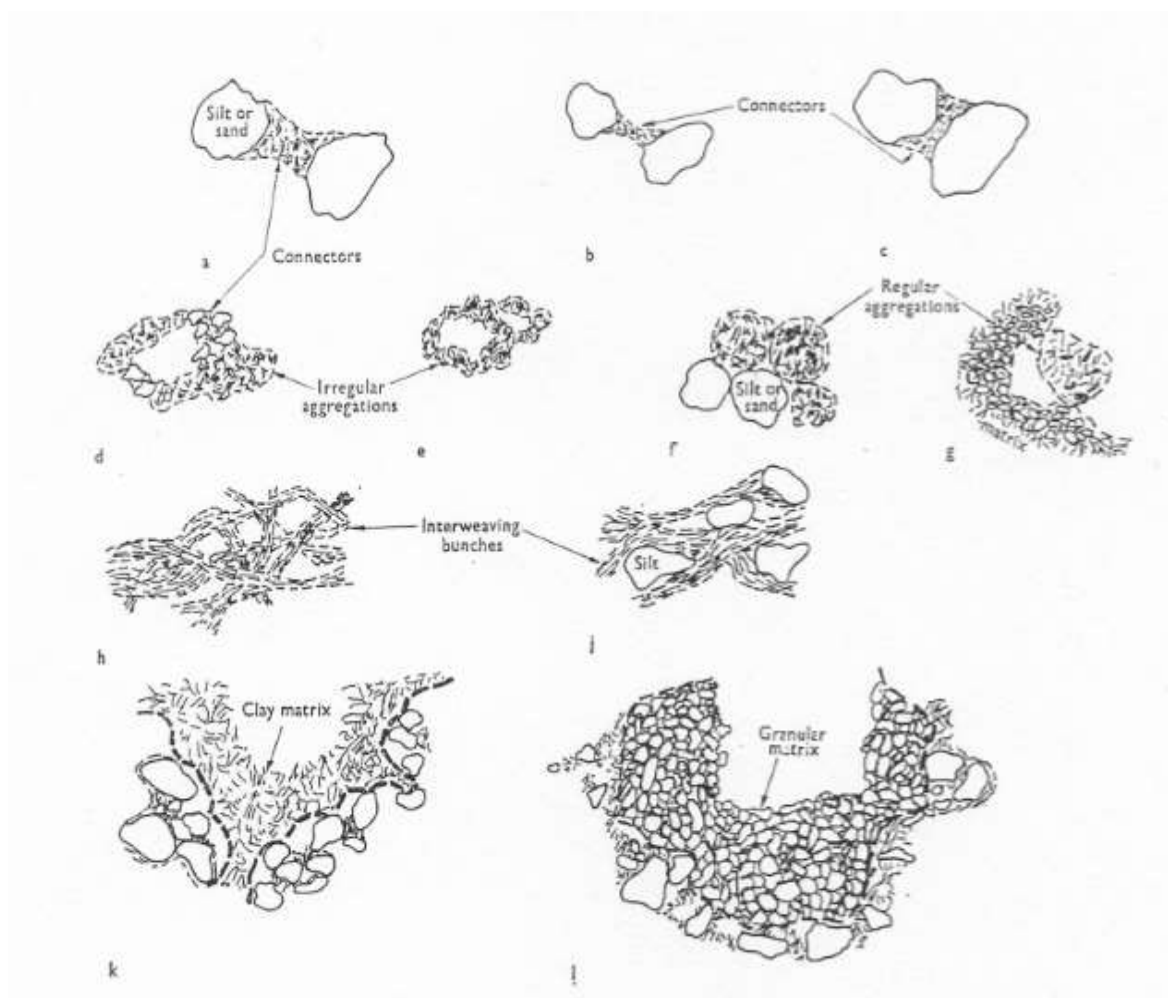


Figure 27: Représentation schématique d'assemblages de particules argileuses et grains non argileux (d'après Collins et Mc Gown, 1974)

Sergeyev et al. (1978), à partir d'observations au MEB d'un profondément volumineux nombre de sols différents, ont établi une classification de la texture des sols argileux en relation avec leur formation et leur degré de compaction (figure 28). Ils ont défini ainsi cinq types de textures pour les sols d'origine sédimentaire :

- en nid d'abeille : prédominant dans les dépôts d'origine marine et lacustre récents et n'ayant pas subi de forte compaction ;
- en squelette : prédominant dans les dépôts glaciaires ne contenant que peu d'argile ;
- matricielle : prédominant dans les dépôts alluviaux et glaciaires peu compactés ;
- fluidale : prédominant dans les dépôts alluviaux fortement compactés ;
- laminaire : prédominant dans les dépôts glacio-lacustres.

Ils ont aussi défini trois types de textures pour les sols d'origine éluviale, en domaines : prédominant dans les kaolinites provenant de l'altération des granites ; pseudoglobulaire et en éponge : prédominant dans les montmorillonites et nontronites provenant des serpentines.

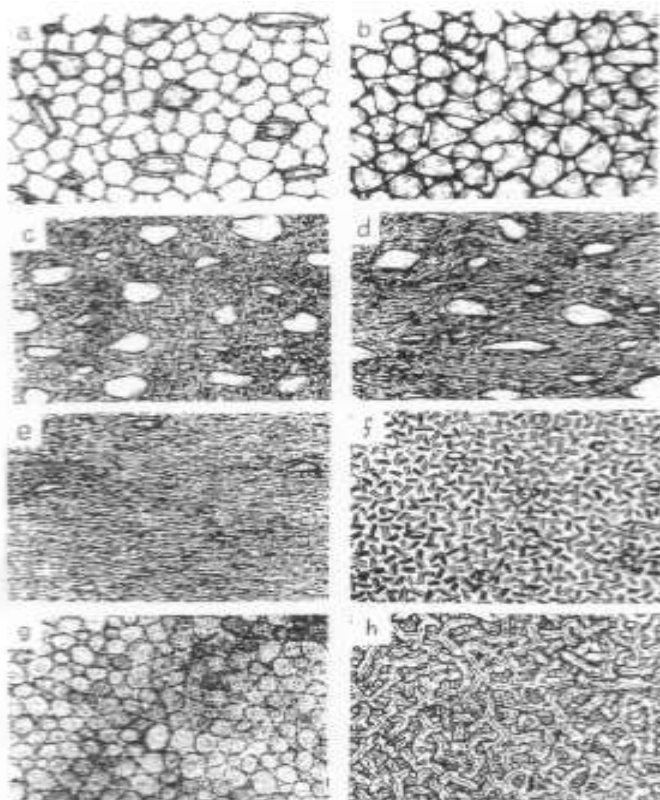


Figure 28: Classification des textures des sols d'origines sédimentaire et éluviale (d'après Sergeev et al, 1978) : texture en nid d'abeille (a), en squelette (b), matricielle (c), fluidale « turbulent » (d), laminaire (e), domaines (f), pseudoglobulaire « pseudoglobular » (g) et en éponge (h). (Sergeev et al., 1978)

La texture des minéraux argileux dépend du mode de sédimentation et de l'état de consolidation. Une roche argileuse qui présente une organisation serrée et orientée des particules d'argiles n'a pas le même gonflement qu'un sol argileux dont la sédimentation a été rapide et récente et pour le quel la distance entre les plaquettes est maximale. Cette organisation des minéraux argileux est la principale cause du gonflement anisotrope (Wakim, 2005).

La texture des matériaux argileux se superpose aux organisations des autres minéraux non argileux. Cette hétérogénéité rend la structure et la texture extrêmement complexes, surtout lorsque les minéraux argileux sont cimentés par d'autres minéraux carbonatés (Wakim, 2005).

Cette organisation peut faire l'objet de différentes classifications (Van Olphen, 1963 ; Collins et McGown, 1974 ; Le Roux, 1975 ; Sergeev et al., 1978). Ces classifications sont valables pour les sols argileux. Gens et Alonso (1992) ont établi une classification pour les sols gonflants, à partir des travaux de (Collins et McGown, 1974). Cette classification se base sur l'organisation des particules élémentaires argileuses (figure 29) : (Maison, 2011)

- Texture « matricielle »: texture dont la base est une pâte homogène avec les particules élémentaires disséminées dans cette pâte. Cette texture est caractéristique des sols naturels ou des sols compactés du côté humide de l'optimum Proctor (figure 30 a).
- Texture « agrégée » ou « compactée »: texture compactée avec les particules élémentaires assemblées sous forme de mottes ou d'agrégats. Cette texture est caractéristique des sols compactés, du côté sec de l'optimum Proctor (figure 30 b).



Figure 29: Texture des sols gonflants (d'après Gens & Alonso, 1992)

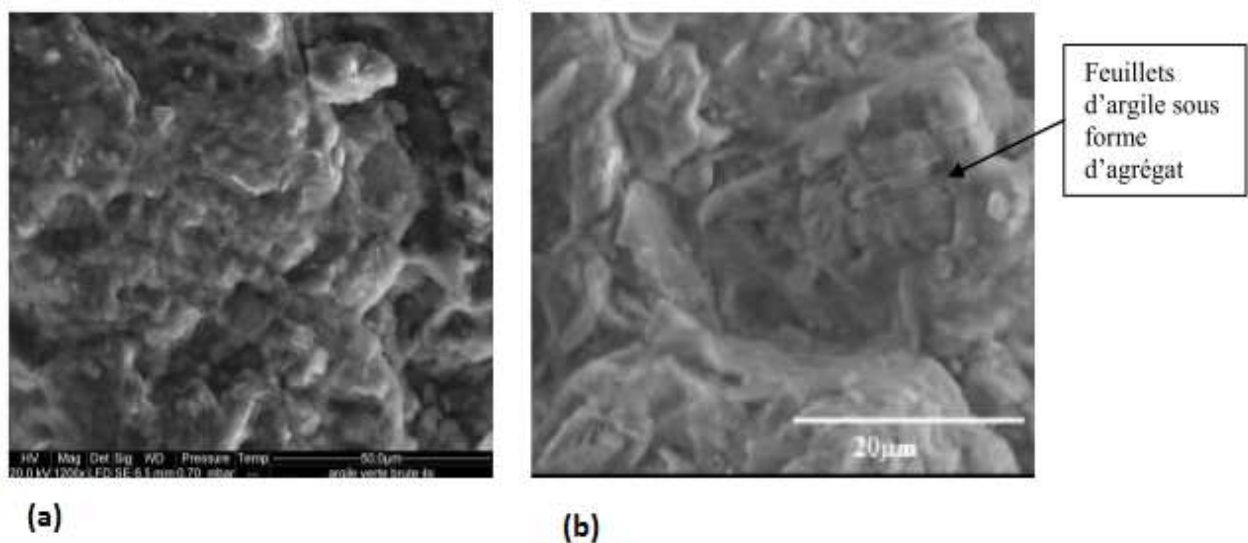


Figure 30: Photographies MEB de texture matricielle (a; Argile Verte de Romainville) et texture agrégée (b; Argile de Bavent) (Vincent et al. 2009)

3) Traitement des sols gonflants par les liants hydrauliques

Plusieurs inconvénients économiques et environnementaux peuvent survenir lorsque des sols caractérisés par de faibles propriétés mécaniques utilisés dans la construction de génie civil. Des techniques de stabilisation et d'amélioration des sols à l'aide de différents additifs peuvent en principe

être envisagées, car le remplacement des sols inadaptés par des sols de bonne qualité devient de plus en plus une pratique non rentable et non écologique.

Pour la stabilisation des sols, deux méthodes sont souvent utilisées, à savoir les stabilisations mécaniques et chimiques. Chacune des deux méthodes peut être utilisée indépendamment ou simultanément, dans le but d'optimiser chaque avantage. Pour les sols gonflants comme l'argile, les ingénieurs préfèrent la modification physico-chimique du sol pour atteindre la durabilité. C'est-à-dire que les changements de volume de consolidation par retrait-gonflement sont calibrés en maintenant ou en améliorant les propriétés liées à la résistance pendant une période prolongée, ce qui est généralement obtenu par stabilisation chimique.

Les additifs chimiques préexistants et bien établis utilisés dans la stabilisation des sols expansifs sont souvent appelés agents traditionnels. Ces agents comprennent la chaux, le ciment et ils sont généralement à base de calcium. En conséquence, en présence d'eau, ils subissent à la fois des réactions chimiques instantanées et prolongées en fonction du temps avec le sol ou d'autres additifs, entraînant une amélioration globale de la matrice du sol en termes de réduction de leur gonflement et d'amélioration de leur résistance.

L'ajout de chaux et/ou ciment à une argile a eu un impact important sur ses propriétés physiques et mécaniques au fil du temps (Bell, 1996, Locat et al., 1996; Sivapullaiah et Manju, 2005; Rao et Shivananda, 2005).

Les réactions cinétiques contrôlant l'évolution chimico-physique du système argile-liants hydrauliques-eau dépendent de la minéralogie de l'argile (Al-Mukhtar et al., 2010). L'échelle de temps des réactions chimiques qui se produisent après l'addition de chaux/ciment joue un rôle clé dans l'interprétation de l'évolution macroscopique des propriétés de l'argile et n'a pas été suffisamment étudiée dans la littérature.

3.1) Les effets des liants hydrauliques dans le sol

Plusieurs études sur les mécanismes de réaction basique liants hydrauliques -argile ont été largement rapportées dans la littérature (Eades et Grim, 1960; Diamond et Kinter, 1965; Maubec, 2010; Delavernhe, 2011; Chemedda et al., 2015), permettant de mieux comprendre l'évolution chimio-physique du système et les caractéristiques microstructurales induites après l'ajout des liants hydrauliques chaux.

3.1.1) Les effets à court terme

3.1.1.1) Flocculation – agglomération des particules du sol

Lorsque de la chaux/ciment est ajoutée au système d'eau argileuse, une modification de la chimie de l'eau interstitielle se produit. Pour la chaux vive, la première réaction qui se produit est une réaction d'hydratation, hautement exothermique, conduisant à la formation de chaux hydratée (portlandite) dans le système aqueux argileux. La réaction de dissociation de la chaux hydratée formée due à l'hydratation de la chaux vive conduit à une augmentation du pH et à une concentration élevée en ions calcium dans l'eau interstitielle. L'augmentation du pH modifie la répartition de la charge sur les plaquettes d'argile, tandis que les ions calcium libérés par la chaux remplacent les cations échangeables de l'argile, ce qui entraîne une réduction de l'épaisseur des particules d'argile à double couche (Rogers et Glendinning, 1996). Ce processus, appelé réaction d'échange de cations, provoque la flocculation et l'agglomération des minéraux argileux, entraînant des changements rapides de la plasticité, de l'ouvrabilité et de la distribution granulométrique.

La plupart des minéraux argileux ont la particularité de posséder une charge de surface non nulle, qui résulte : d'une part, de substitutions isomorphiques au sein des couches tétraédriques et octaédriques. D'autre part, de l'ionisation des groupements silanols (Si – OH) et aluminols (Al –OH), situés à la surface des particules.

Les charges développées par les minéraux argileux sont compensées par l'adsorption d'ions de charges opposées (les contre-ions) afin de garder une structure globalement neutre. La particularité des contre-ions est d'être faiblement liés à la surface et de pouvoir être échangés par d'autres cations présents en solution, c'est l'échange cationique. (Maubec, 2011) considère un échange entre les cations X^{n+} et Y^{m+} et les atomes de surface chargés négativement S^- , peut décrire cette réaction de la manière suivante (eq.2), où, au cours de la réaction, la neutralité structurale est conservée :



Généralement, les cations présentant une faible valence sont remplacés par les cations présentant une forte valence. Lorsque deux cations de même valence, c'est celui qui présente le rayon ionique hydraté le plus important qui remplace celui qui présente le plus faible.

Dans le cas du traitement des argiles par les liants hydrauliques la libération d'ions de calcium par les liants hydrauliques et favorisera la déprotonation de la surface des minéraux argileux et la création de charges négatives. Cet apport en ions calcium peut également conduire à une réaction d'échange

cationique, en fonction de la nature des cations initialement adsorbés à la surface des minéraux argileux. Cependant, les différents types des minéraux argileux ne possèdent pas la même capacité à échanger leurs cations, de par leur différence de structure et de leur taux de substitution au sein des feuillets (Maubec, 2011). Par exemple, la kaolinite et le chlorite ne possèdent pas de cations interfoliaires. Pour ces minéraux, seuls les cations localisés sur les surfaces externes basales ou latérales peuvent être échangés. Pour les autres minéraux, qui possèdent des cations dans l'espace interfoliaire, la capacité d'échange cationique est beaucoup plus élevée. Pour l'illite, la structure possède une forte charge qui est compensée par du potassium. Outre cette forte charge qui entraîne une forte interaction entre les feuillets et le potassium, ce cation possède un diamètre correspondant au diamètre de la cavité des tétraèdres. Ces interactions réduisent la mobilité de ce cation et empêchent toute réaction d'échange avec un autre cation. Cité par (Maubec, 2011).

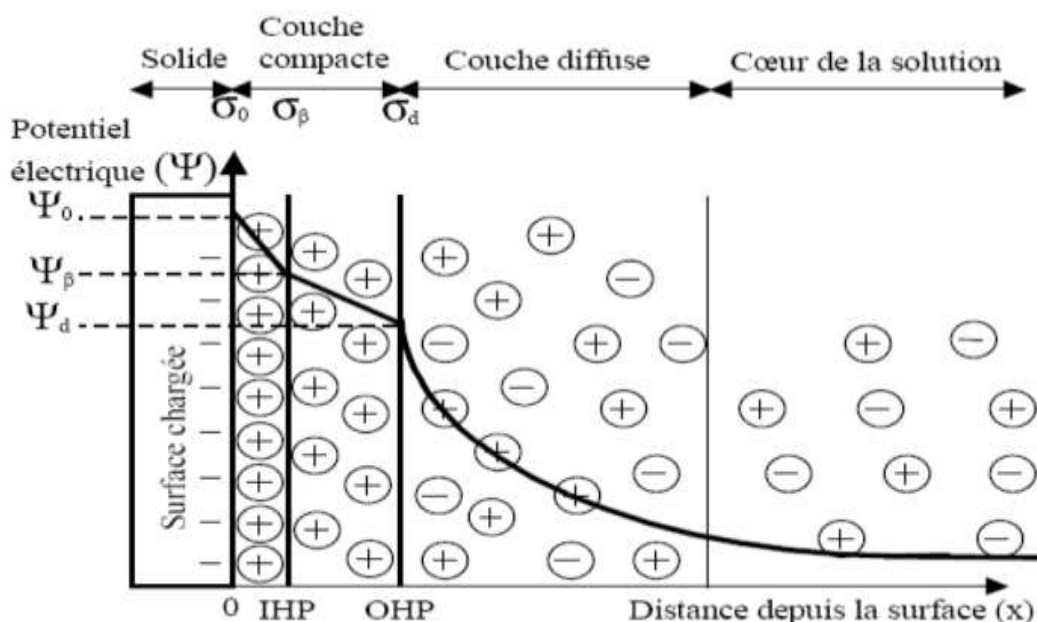


Figure 31: Représentation du modèle triple couche. IHP représente le plan interne d'Helmholtz, OHP le plan externe d'Helmholtz. $\psi_0, \psi_\beta, \psi_d$ sont les potentiels électriques au plan OHP et IHP. σ est la densité de charge. Cité (Maubec, 2011)

Le modèle de triple couche de Gouy-Chapman-Stern (figure 31), permet également d'estimer l'énergie potentielle d'interaction entre la particule chargée et les ions en solution. On peut décomposer ce modèle en deux parties : la couche compacte de Stern (entre la surface de la particule et le plan externe d'Helmholtz OHP) et la couche diffuse.

La couche compacte de Stern peut être subdivisée en deux sous espaces. Le premier est situé entre la surface chargée de la particule et le plan interne d'Helmholtz (IHP). Dans cet espace, peuvent se loger les ions présentant une forte interaction avec la surface. Le second espace se situe entre le plan interne

(IHP) et le plan externe d'Helmutz (OHP). Ce dernier est aussi appelé plan de Stern, dans lequel se trouvent les ions hydratés retenus par les forces électrostatiques.

Cette couche est suivie d'une couche appelée couche diffuse où se trouvent des ions mobiles. Au fur et à mesure de l'éloignement de la surface, la concentration en contre ions diminue. Dans cette couche le potentiel électrique ψ décroît de façon exponentielle avec la distance.

Les particules chargées auront tendance à se repousser ou à s'attirer, en fonction de l'épaisseur de la couche diffuse (Muller, 2005). L'épaisseur de la couche diffuse, aussi appelée longueur de Debye-Hückel, dépend de la force ionique I de la solution, définie par la relation (eq. 5), et par conséquent de la concentration et de la nature des cations présents dans cette couche. Cité par (Maubec, 2011)

$$I = \frac{1}{2} \sum_i Z_i^2 [C_i] \tag{eq.3}$$

Où Z_i et C_i sont respectivement la charge et la concentration de l'ion i .

Plus la force ionique sera importante et plus l'épaisseur de la couche diffuse sera faible. La conséquence de l'échange cationique et de la grande quantité d'ions calcium présents à la surface, suite à l'ajout de des liant hydraulique, est une réduction de l'épaisseur de la couche diffuse, qui conduit à un rapprochement des particules et une plus forte attraction qui va engendrer la floculation des particules (Little, 1995; Rogers and Glendinning, 2000). Ce processus prend place dans les quelques heures qui suivent l'ajout de la chaux (Locat et al., 1990).

D'après les travaux de Diamond et Kinter (1965) ainsi que ceux de Rossi et al.,(1983), la floculation pourrait résulter aussi d'une réaction immédiate entre la chaux adsorbée à la surface des particules argileuses, et les sites aluminols (Al-OH) et silanols (Si-OH) des minéraux argileux, qui entraînerait la formation, en très faibles quantités, de phases de type silicates et aluminates de calcium hydratés. Ces composés pourraient assurer les liens entre les particules et être responsables de ces effets instantanés (Maubec, 2011).

Toutes les études s'accordent à montrer un processus de floculation aux premières heures de traitement.

3.1.2) Les effets à long terme

L'environnement à pH élevé induit par la chaux permet la dissolution des constituants aluminosilicate de minéraux argileux, favorisant ainsi le développement des réactions pouzzolaniques. La

silice et l'alumine libérées par les minéraux argileux réagissent avec la chaux, entraînant la précipitation de l'hydrate de silicate de calcium (CSH), l'hydrate d'aluminate de calcium (CAH) ou l'hydrate de silicate d'aluminate de calcium (CASH). Ces phases amorphes cristallisent avec le temps, formant des composés cimentaires liant des particules d'argile (Bell, 1996; Little, 1995). La présence d'un environnement à pH élevé, à savoir une valeur de pH de 12,4 à 12,6 (pH d'une solution de chaux saturée) ou supérieure, est essentielle pour garantir l'efficacité de la stabilisation à la chaux (CaO ou $\text{Ca}(\text{OH})_2$) des argiles au moyen de réactions pouzzolaniques. A ces pH élevés, la solubilité de la silice et de l'alumine est largement accrue. Ainsi, tant que la chaux est disponible dans le système et que le pH reste suffisamment élevé pour maintenir la solubilité, les réactions pouzzolaniques se poursuivent avec le temps pour former des composés de liaison qui entraînent une augmentation de la résistance à long terme (Al-Mukhtar et al., 2010; Locat et al., 1996; Sivapullaiah et al., 2000b; Rao et Shivananda, 2005). La réaction pouzzolanique est donc une réaction dépendant du temps, dont la cinétique dépend de la minéralogie du sol, de la quantité de Portlandland ($\text{Ca}(\text{OH})_2$) non consommée dans le système et de la température de durcissement (Little, 1995; Rao et Shivananda, 2005; Al-Mukhtar et al., 2010). Une analyse multi-échelle des effets à court et à long terme du traitement à la chaux a été réalisée dans plusieurs études pour mettre en évidence le lien entre les réactions en cours et l'évolution macroscopique des propriétés de l'argile.

3.1.2.1) Les réactions pouzzolaniques

De nombreuses études ont été effectuées dans le cadre des traitements des sols aux liants hydrauliques, tel que (Bell, 1996; Diamond et al., 1963; Eades and Grim, 1960; Lasledj, 2009; Locat et al., 1990; Rossi et al., 1983) ont démontré la formation des composés hydratés, de type silicate de calcium hydratés (CSH), aluminates de calcium hydratés (CAH) et aluminosilicate de calcium hydratés (CASH), identique à ceux des ciments lors de leurs hydratation. Elles augmentent la cohésion entre les particules des sols, et donnent une meilleure propriété mécanique.

En générale la plupart des études montrent que dans le cas où la quantité de la chaux ajoutée au début est insuffisante, ces phases n'apparaissent pas (Eades, 1966; Khattab, 2002; Little, 1995; Locat et al., 1996). Selon les résultats de ces études, la quantité de chaux ajoutée doit être supérieure à un seuil, appelé « point de fixation de la chaux » (PFC). Ce seuil correspond à la quantité minimale de chaux qu'il faut ajouter au sol pour satisfaire complètement l'échange cationique. Au-delà de ce seuil (PFC), une partie de la chaux ajoutée est utilisée pour satisfaire l'échange cationique et l'autre partie pour le développement des réactions pouzzolaniques.

Des facteurs influencent la cinétique des réactions pouzzolaniques tel que la température (Bell, 1996, Little, 1995), et aussi la teneur en eau des matériaux traités. La figure 32 schématise la cimentation

des particules, d'après Locat et al., (1990), la cimentation apparaît plus uniforme pour une teneur en eau plus élevée. Cité par (Maubec, 2011)

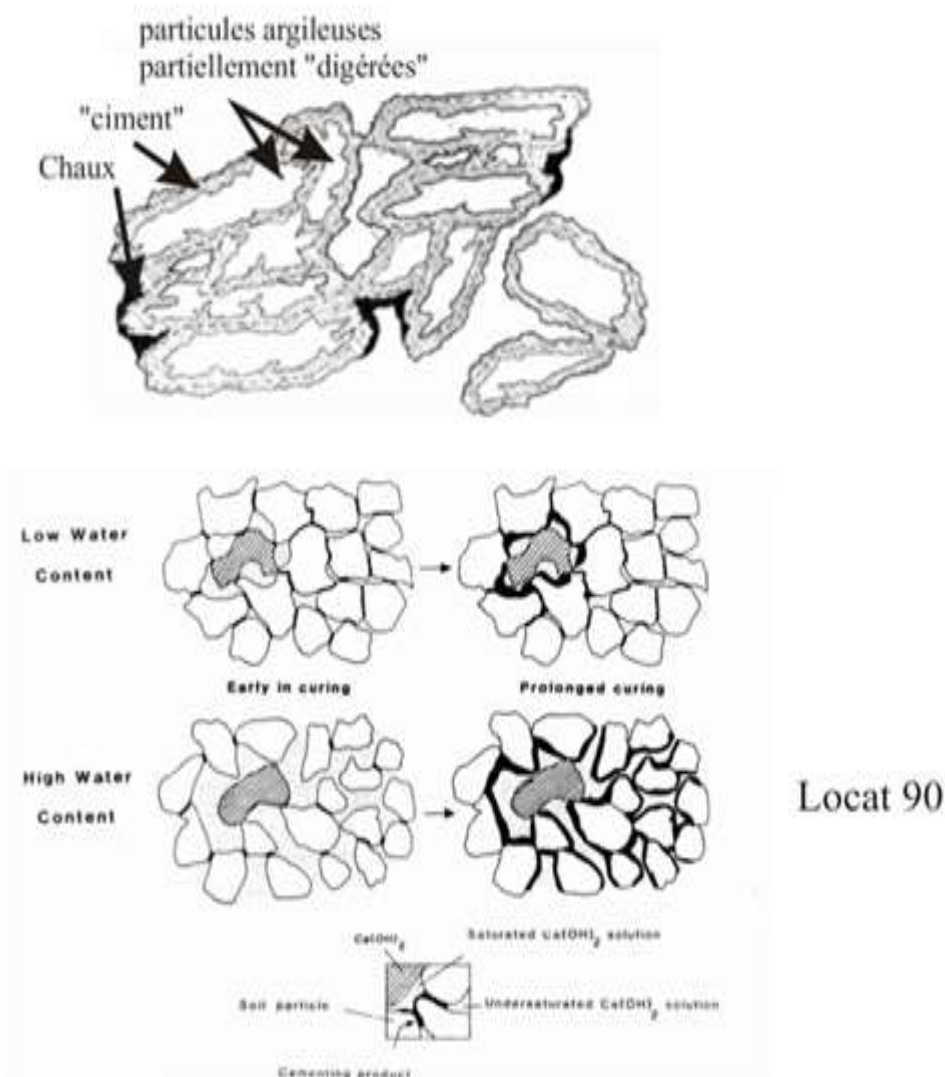


Figure 32: Schémas du mécanisme de la stabilisation de sols. Locat et al. (1990)

La chaux attaque les particules du sol et accompagne le développement de nouveaux minéraux formant un ciment liant les particules. L'eau interstitielle autorise le transfert des ions libérés par les argiles et favorise la formation de ciment au sein d'une zone plus ou moins étendue autour des grains de chaux. (Maubec, 2011)

3.1.2.2) La carbonatation

Lors du traitement des sols à la chaux les études ont prouvé la formation de calcite (CaCO_3) (Bell, 1996; Le Runigo, 2008; Rossi et al., 1983), qui est dûe à la carbonatation de la chaux avec le dioxyde

de carbone de l'air. Cette formation peut être décrite par une succession de deux réactions. La réaction de dioxyde de carbone dans l'eau interstitiel avec les ions hydroxyles pour former des ions carbonates (eq.6). Les ions carbonates peuvent ensuite réagir avec les ions calcium apportés par la chaux pour former du carbonate de calcium. Cité par (Maubec, 2011).



Les carbonates possèdent une faible propriété liante (Diamond et Kinter, 1965). La carbonatation est considérée comme une réaction perturbatrice du traitement, du faite qu'elle consomme une partie de la chaux destinée aux réactions pouzzolaniques, sans améliorer les performances mécaniques des matériaux traités (Maubec, 2011).

(a) *Les aluminates et silicates de calcium hydratés :*

(i) *Les silicates de calcium hydratés (CSH) :*

Les phases cimentaires de type (CSH) regroupent une gamme de phases, décrites par le rapport Ca/Si, en fonction de la concentration de calcium en solution jusqu'à une concentration limite dépendant du produit de solubilité de la portlandite, de l'ordre de 22 mmol.L-1 à 25°C. Trois phases sont remarquées, les C-S-H α , C-S-H β et les C-S-H γ (Lecoq, 1993 ; Scrivener et Nonat, 2011), la structure de ces phases dépend de la composition en calcium et en silicium (Taylor, 1986 ; Nonat, 2004 ; Richardson, 2008). La représentation générale de la structure des (CSH) est basée sur celle de minéraux naturels telles que la Tobermorite ($\text{Ca}_5\text{Si}_6\text{O}_{16}(\text{OH})_2 \cdot 4(\text{H}_2\text{O})$) et la Jennite ($\text{Ca}_9\text{Si}_6\text{O}_{18}(\text{OH})_6 \cdot 8(\text{H}_2\text{O})$). Ces phases présentent une structure lamellaire avec un double plan d'ions calcium coordonnés de part et d'autre par les oxygènes des tétraèdres de silicium (figure 33). Cité par (Delavernhe, 2011).

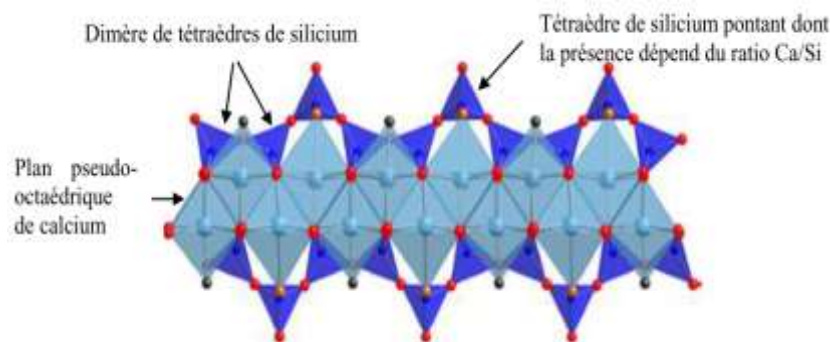


Figure 33 : Schéma de la structure de la tobermorite (Richardson 2008) cité par (Delavernhe, 2011)

La dénomination de gel de (CSH) est souvent employée afin de rendre compte de leur aspect amorphe à grande échelle. Comme dans le cas des minéraux argileux, des substitutions isomorphes peuvent se produire avec la présence d'aluminium donnant lieu à des phases dites (CASH) (Faucon et al., 1999 ; Andersen et al., 2003 ; Sun et al., 2006 ; Skibsted et Hall, 2008). Cité par (Delavernhe, 2011)

(ii) *Les aluminates de calcium hydratés :*

Les phases de type (CAH) se divisent en deux principaux groupes : les (CAH) lamellaires et les (CAH) cubiques encore appelés hydrogrenats. Le premier groupe est subdivisée en phases de type AFm ($\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Fe}_2\text{O}_3\text{- mono}$) et phases de type AFt ($\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Fe}_2\text{O}_3\text{- tri}$) avec la présence principale du minéral ettringite. Les phases AFm présentent une structure lamellaire hexagonale dérivant de la structure des feuillets de portlandite avec des feuillets constitués aux deux tiers de calcium et d'un tiers d'aluminium. Ces phases présentent dans leur espace interfoliaire des anions compensateurs de charge de différentes natures, ions hydroxyles, chlorures et carbonates par exemple (figure 34a) (Damidot et Glasser, 1993 ; Renaudin, 1998 ; Matschei et al., 2007 ; Matschei et al., 2007). Les (CAH) cubiques, les hydrogrenats notamment, sont des phases couramment rencontrées lors de l'hydratation de ciment variant entre les deux pôles minéralogiques C_3AH_6 et C_3ASi_3 (figure 34b). Ces phases cubiques sont thermodynamiquement plus stables en comparant avec les aluminates de calcium hydratés de type lamellaire. Ainsi la conversion des autres phases de type (CAH) vers cette structure cubique correspond à une stabilisation naturelle du système (Delavernhe, 2011).

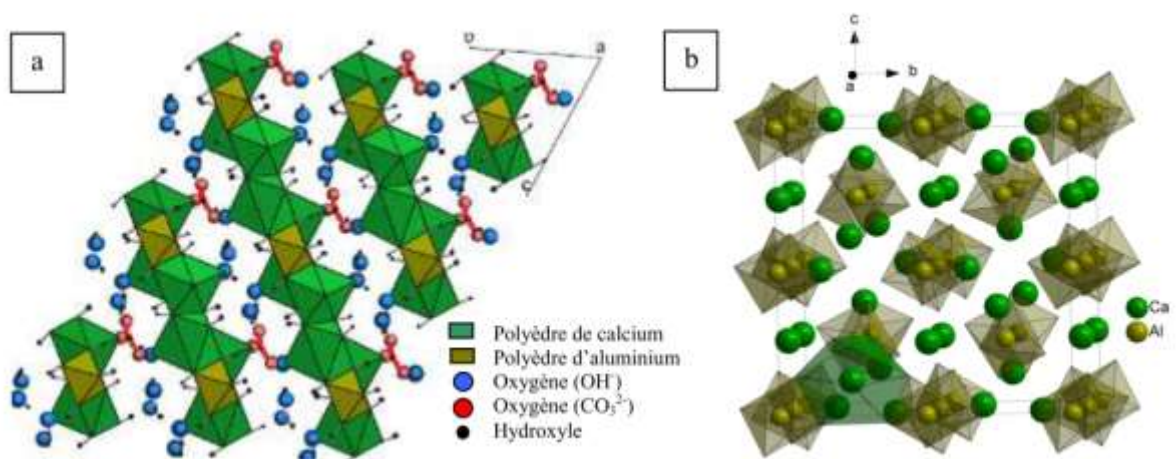


Figure 34: Schéma des structures des phases C-A-H de type lamellaire et de type cubique (a) Structure lamellaire de l'AFmmonocarboaluminate (Renaudin 1998) ; (b) Structure cristalline de l'hydrogrenat C3AH6 (fiche amcsd numéro : 0001827) cité par (Delavernhe, 2011)

Un nombre important de phases a été constatée lors du traitement à la chaux des matériaux riches en kaolinite telles que des silicates de calcium hydratés (CSH), des aluminates de calcium hydratés de structure lamellaire (C_4AH_{13} , C_3AH_{11}) et de structure cubique (C_3AH_6) et des aluminosilicates de calcium hydratés (C_2ASH_8) (Diamond et Kinter, 1965 ; Gaucher et Blanc, 2006 ; Maubec, 2010). Aussi lors des sols riches en illite et muscovite, un nombre important de différents produits sont également identifiés tels que des silicates de calcium hydratés (C-S-H) et des aluminosilicates de calcium hydratés (C-A-S-H) (Eades et Grim, 1960 ; Ninov et Donchev, 2008). Suite au traitement de quartz par la chaux, la formation de silicates de calcium hydratés (C-S-H) de différentes stoechiométries a été constatée (Hartmann et al., 2007). Cité par (Delavernhe, 2011)

3.2) Effets des liants hydrauliques sur les caractéristiques physico-chimiques, microstructure et mécanique des sols

Lors du traitement des argiles aux liants hydrauliques, la plupart des études s'accordent à dire qu'il y a deux effets. Un premier effet qui se produit immédiatement et qui conduit à la floculation et un second qui intervient plus tardivement et qui conduit à la formation de composés hydratés aux propriétés liantes. De cette manière, ils forment des liaisons de plus en plus nombreuses et dures. Le mélange chaux/ciment et argiles durcit et atteint des résistances mécaniques élevées, une grande résistance et une bonne imperméabilité, et plusieurs études confirment le rôle positif qu'a cet ajout sur la réduction du gonflement des sols expansifs.

En effet, plusieurs auteurs ont démontré que le traitement à la chaux peut réduire le potentiel de gonflement des sols (Ashraf et Walker, 1963; Besma et Tuncer, 1991; Derriche et Lazzali, 1997; Hachichi et Fleureau, 1999; Afés et Didier, 2000; Nalbantoglu et Tuncer, 2001; AlRawas et al., 2005; Al-Mukhtar et al., 2010; De Windt et al., 2014; Vitale et al., 2016, 2017; Guidobaldi et al., 2017; El Shinawi, 2017).

par exemple, Achraf et Walker (1963) ont observé que l'ajout de chaux à un sol argileux expansif réduit le potentiel de gonflement mesuré au cours de l'essai de (CBR). Comme un supplément exemple, Nalbantoglu et Tuncer (2001) effectuées en laboratoire des essais de gonflement sur un sol argileux expansif (indice de plasticité égal à 46 %) traitées avec différentes teneurs en chaux (0% , 3 % , 5 % et 7% de chaux), Leurs résultats ont montré que le potentiel de gonflement des sols a été considérablement réduite de 20 % pour l'échantillon traité à 2% de chaux. En outre, Al-Rawas et al. (2005) a formulé des conclusions similaires en effectuant des expériences sur argile gonflante traité à la chaux.

(Hachichi et al., 2011), ils sont intéressés au comportement des sols gonflant et a apprécié l'influence de l'ajout de chaux à différents pourcentages sur le potentiel de gonflement, la pression de gonflement et les limites de consistance ainsi l'influence du temps de mûrissement sur la pression de gonflement. Les résultats montrent que La limite de liquidité diminue et la limite de plasticité augmente avec le pourcentage de chaux ajouté. En conséquence, l'indice de plasticité (IP) subit une diminution très importante avec le traitement. D'après (Hachichi et al., 2011) la chaux est un réducteur efficace du potentiel et de la pression de gonflement, et plus le pourcentage d'ajout augmente plus le gonflement et sa pression diminuent.

Khatab (2002) s'intéresse dans son étude aux principaux paramètres tels que la teneur en eau et le poids volumique à l'état sec. Ainsi la pression de gonflement et le gonflement libre dans des échantillons non traitée et traitée à la chaux, ont été mesurés dans des conditions de compactage et d'hydratation et à de temps de mûrissement contrôlés.

L'étude de (Lasledj, 2009), sur un sol argileux de type bentonite très plastique, les échantillons non traités ou traités à la chaux (0 à 10 %) sont initialement préparés de compactage à l'optimum Proctor normal (OPN) du sol argileux non traité ($w = 40,5 \%$ et $\gamma_d = 11,87 \text{ KN/m}^3$). Les résultats mènent à conclure que l'ajout de 6 % de chaux peut être considéré comme un dosage optimal pour modifier les propriétés géotechniques du sol testé. La figure 35 donne l'évolution de la pression de gonflement en fonction du dosage en chaux ajoutée et du temps de maturation. On remarque que la pression de gonflement diminue avec la chaux ajoutée notamment pour les dosages \geq à 6%. La pression de gonflement continue de diminuer avec le temps de maturation. Cette pression devient négligeable pour les échantillons traités à 8 %, 10 % après 7 jours. D'après Lasledj (2009), la diminution du gonflement à court terme est due principalement à l'échange cationique qui est d'autant plus accentuée que le pourcentage en chaux est important. Le remplacement progressif des cations de sodium par les cations de calcium induit une force de cohésion importante. Ainsi, les particules du sol deviennent plus hydrophobes. La diminution du gonflement avec le temps s'explique par la poursuite d'échange cationique et/ou par le développement des liants de cimentation issus de la réaction pouzzolanique.

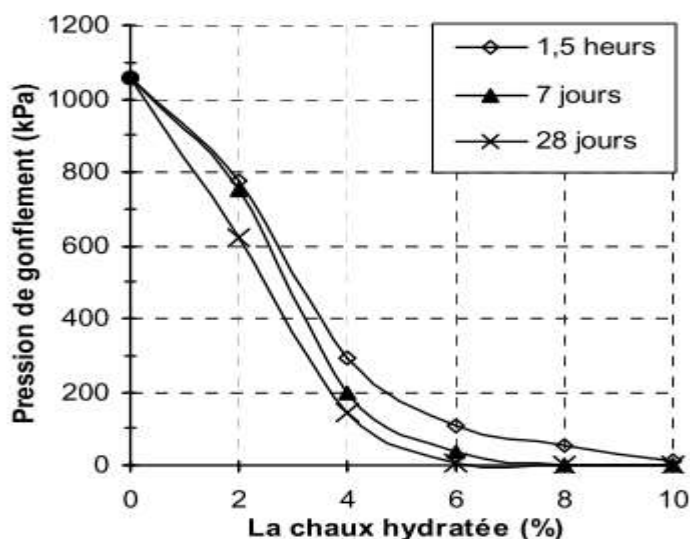


Figure 35: Effet de la chaux sur la pression de gonflement (Lasledj 2009)

Des conclusions ont été tirées dans une autre étude sur un sol argileux gonflant par (Bouasker et al., 2011) ont effectué des tests sur deux types d'argile qui sont: la bentonite calcique et la kaolinite dite « Polwhite ». Les pourcentages de chaux ajoutés sont respectivement, 0%, 2%, 3% et 5% pour la kaolinite et 0%, 2%, 5%, 6% et 10 % pour la bentonite. Les résultats obtenus montrent que la chaux ajoutée réduit remarquablement la pression de gonflement, celle-ci s'annule à 3% de chaux pour la kaolinite et 6% de chaux pour la bentonite. La pression de gonflement et la résistance à la compression croissent avec l'augmentation du poids volumique sec. Quant à la variation de la teneur en eau, elle n'a pas d'effet significatif sur la résistance à la compression, son augmentation réduit la pression de gonflement.

Des expériences faites par Afès et al., 1999 ont montré que le traitement modifie les caractéristiques physico-chimiques du sol et donne des résultats tout à fait satisfaisants en réduisant considérablement les phénomènes de gonflement. L'étude du potentiel de gonflement a porté sur l'argile naturelle et sur l'argile traitée à la chaux ayant fait l'objet des modes de conservations différentes. Afès et al., 1999 montrent que le pourcentage de chaux introduit diminue le potentiel de gonflement final pour un même temps de cure quel que soit le mode de conservation du mélange.

Aldaood et al., 2014 ont étudié L'influence des conditions de cure (période de cure et température de cure) et des cycles d'humidification-séchage sur le potentiel de gonflement des sols à grain fin avec (0, 5, 15 et 25%) de gypse pour évaluer le comportement à long terme de ce type de sol (c.-à-d. sol gypseux). Leurs résultats montrent que l'augmentation de la teneur en gypse diminue le potentiel de gonflement des échantillons de sol non traités (Figure 36). D'autre part, les valeurs de potentiel de gonflement des échantillons de sol ont commencé à diminuer après le premier cycle de mouillage-

séchage puis ont atteint l'équilibre. Les résultats du traitement à la chaux montrent que la suppression du gonflement dans les échantillons de sol traités à la chaux sans gypse a été partiellement perdue après le premier cycle, en particulier pour les périodes de durcissement courtes et pour les deux valeurs de température (20 °C et 40 °C), tandis que les périodes de durcissement à long terme (plus de 28 jours) ont donné de bons résultats en ce qui concerne la suppression des valeurs de potentiel de gonflement.

Le traitement à la chaux des échantillons contenant du gypse a montré un effet néfaste sur le potentiel de gonflement. Les valeurs de potentiel de gonflement ont augmenté avec la période de durcissement et la température de durcissement, en raison de la formation d'ettringite. Enfin, les cycles d'humidification-séchage ont entraîné une augmentation des valeurs de potentiel de gonflement des échantillons contenant du gypse, annulant l'effet bénéfique du traitement à la chaux pour contrôler le gonflement. (Figure 37)

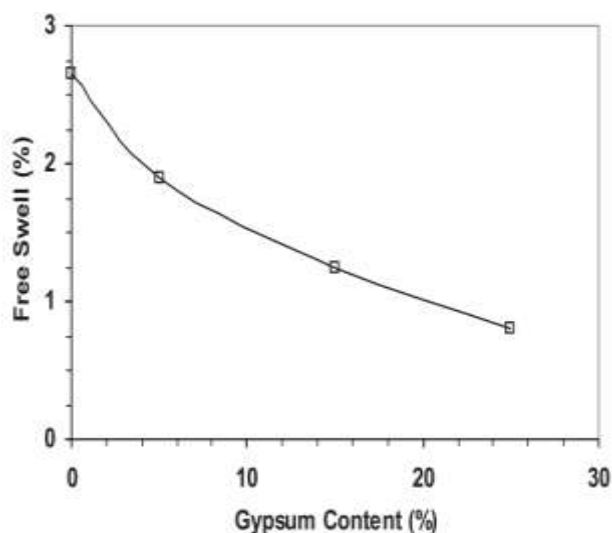


Figure 36: Le gonflement libre des échantillons de sol non traité avec différentes teneurs en gypse. (Aldaood et al., 2014)

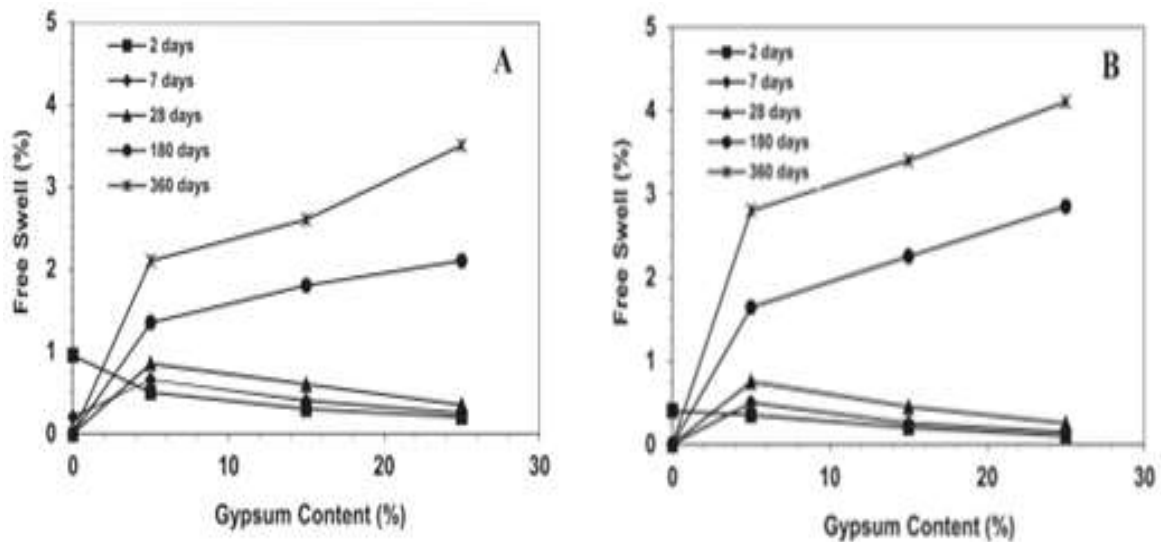


Figure 37: Gonflement libre des échantillons de sol traité à la chaux avec des périodes de durcissement (A) à 20 °C et (B) à 40 °C. (Aldaood et al., 2014)

De nombreuses études (Osula, 1996 ; Gueddouda et al., 2013; Khemissa et al., 2017; Bourokba et al., 2018; Cabane, 2004 ; Al-Rawas et al., 2005 ; Hachichi et al., 2009) confirment que l'ajout de ciment a un effet positif sur le potentiel de gonflement.

Par exemple Hachichi et al., 2009 se sont intéressés à la stabilisation des sols gonflant au ciment et à la chaux, d'où ils ont constaté que la réduction du gonflement est proportionnelle aux pourcentages de l'ajout de la chaux et du ciment et que le potentiel de gonflement diminue dans le temps avec l'augmentation de ce dernier. Les meilleures réductions sont obtenues pour des teneurs en chaux et de ciment de 6%, au delà cette valeur la réduction du potentiel de gonflement reste constante.

Il existe très peu d'études sur l'effet d'une solution de chaux (lait de chaux) sur les minéraux argileux. C'est une nouvelle technique qui est utilisée par Rao et Thyagaraj (2003) et a pour but de la stabilisation des sols in situ. Cité par (Azzouz, 2005)

Belabbaci et al., 2011, ont étudié l'effet de différents pourcentages de lait de chaux sur quelques paramètres géotechniques (optimum Proctor, limites d'Atterberg, ainsi que l'effet sur le caractère dispersif par l'essai d'émiettement et l'essai de sédimentation en parallèle. Les résultats montrent que le passage d'un sol très dispersif au sol non dispersif pour le sol étudié a été enregistré à ce seuil de 6%, et que l'effet le plus prépondérant sur l'indice de dispersion lors de l'essai de sédimentation en parallèle a été enregistré encore une autre fois à la valeur de 6%. L'indice passe de 67% à 10%. Ce qui met en évidence l'intérêt pratique de l'ajout à un pourcentage bien précis dans l'amélioration des caractéristiques du sol notamment la diminution de la dispersion. Donc le pourcentage de 6% est une valeur seuil d'optimisation dans ce cas. L'étude faite par (Belabbaci et al., 2011) montrent que le

traitement des sols au lait de chaux peut constituer une solution à envisager, parce que avec des faibles pourcentages il y'avait une diminution de l'indice de plasticité et l'amplitude et la pression de gonflement.

Plusieurs études sur le changement chimo-minéralogiques et microstructural du sol stabilisé ont été largement rapportées dans la littérature. Au vu de cela, l'analyse minéralogique et microstructurale fournit une explication convaincante des changements physico-chimiques. Une telle analyse peut être présentée sous la forme d'une analyse qualitative d'images numériques, par exemple MEB, ou cartes quantitatives comme dans la diffraction des rayons X (DRX). Ils aident à clarifier l'impact de la stabilisation sur le constituant du sol, le micro-tissu et la structure des pores.

Une série d'essais en laboratoire ont été réalisés par Al-Mukhtar et al., 2010 sur un sol argileux très expansif traité à la chaux afin d'étudier la réaction chaux-sol à court terme et la progression de la réaction pouzzolanique à plus long terme. Les résultats permettent de déterminer la concentration minimale de chaux réagissant avec les minéraux argileux afin d'induire une amélioration substantielle à long terme du sol argileux traité. Des tests de diffraction des rayons X ont été effectués pour tenter d'identifier les changements minéralogiques et les produits de réaction formés dans le sol traité (figure 38).

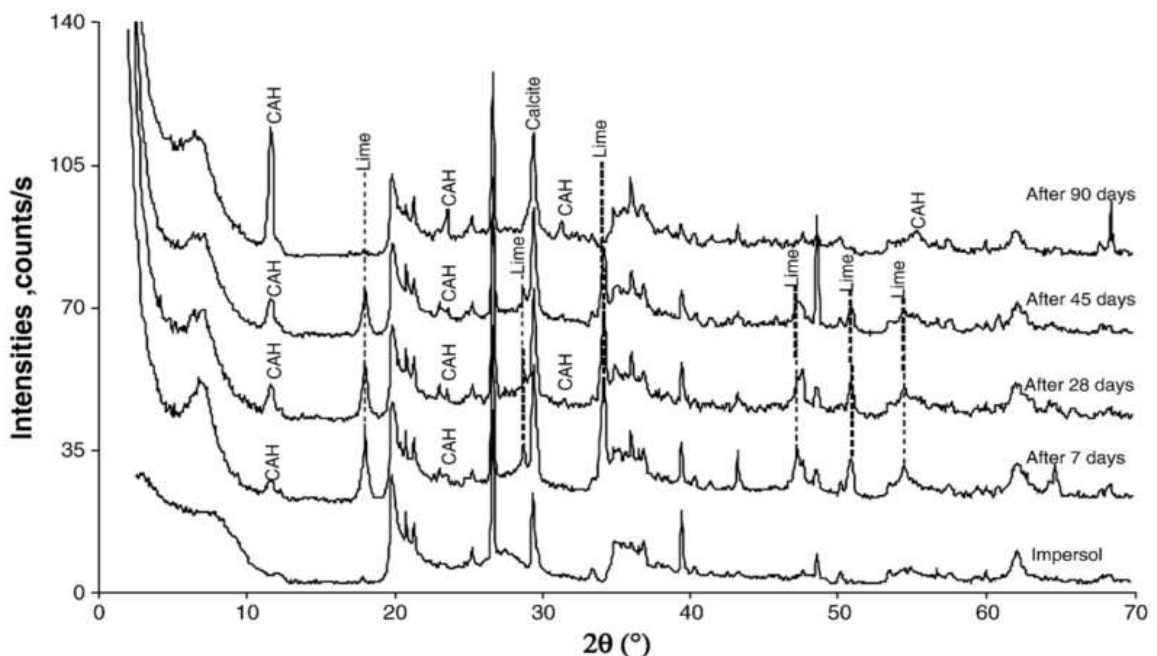


Figure 38: Diffraction des rayons X d'Impersol non traité et traité avec 20% de chaux avec temps de durcissement. (Al-Mukhtar et al., 2010)

Les résultats expérimentaux de cette étude indiquent que 5% de chaux suffisent pour une réaction à court terme impliquant un échange de cations, dans ce sol. Cette quantité correspond à la quantité nécessaire pour une modification optimale des propriétés du sol après traitement. L'excès de chaux ajoutée favorise les réactions pouzzolaniques et produit de nouveaux minéraux, comme les hydrates d'aluminate de calcium (CAH). Ce nouveau minéral est identifié par diffraction des rayons X et ses intensités de réflexion caractéristiques augmentent avec l'ajout de chaux et le temps de durcissement. Les propriétés du sol continuent d'être améliorées avec l'ajout de chaux. Enfin, cette étude montre clairement que le traitement à la chaux peut être utilisé même pour des sols extrêmement expansifs.

Aldaood et al., 2014 se sont eux intéressés au comportement de potentiel de gonflement des sols gypseux traités à la chaux, des études minéralogiques et microstructurales (diffraction des rayons X et microscopie électronique à balayage) ont été réalisées pour évaluer les matériaux cimentaires et la présence d'ettringite. Ces auteurs ont remarqué deux observations à partir des diffractions des rayons X. La première est que les intensités de toutes les réflexions de la kaolinite diminuent au cours du durcissement, quelle que soit la teneur en gypse. Ce comportement est attribué au fait que la kaolinite est épuisée par la réaction pouzzolanique et est cohérent avec le comportement pouzzolanique de la kaolinite. La seconde est que l'illite est moins impliquée dans la réaction pouzzolanique que la kaolinite.

Pendant les conditions de durcissement (période de durcissement et température de durcissement), l'ajout de gypse a influencé la création (formation) de nouvelles réflexions telles que les hydrates de calcium dans les échantillons. Avec le durcissement, ces réflexions semblent se renforcer, ce qui signifie la cristallisation de ces nouveaux hydrates de calcium. Comme mentionné par Al-Mukhtar et al., (2010a,b, 2012), le Ca hydrate nouvellement formé ne peut pas être observé par DRX car les phases qui se forment pendant les périodes de durcissement à long terme (c'est-à-dire 180 et 360 jours) n'ont probablement pas une structure cristalline bien organisée, et donc les réflexions sont fortement affaiblies. Deuxièmement, il est possible que les réflexions de ces phases se chevauchent à la fois avec celles des minéraux primaires du sol naturel et/ou avec les réflexions formées pendant 28 jours. (Figure 39)

D'après Aldaood et al., (2014), les principaux composés cimentaires étaient les hydrates de silicate de calcium (CSH), les hydrates d'aluminate de calcium (CAH) et le minéral d'ettringite, qui ont été trouvés dans tous les échantillons de sol gypseux. L'ettringite est un minéral de type hydrate de sulfate de calcium et d'aluminium qui est responsable du gain de résistance précoce et est connu pour son potentiel de gonflement.

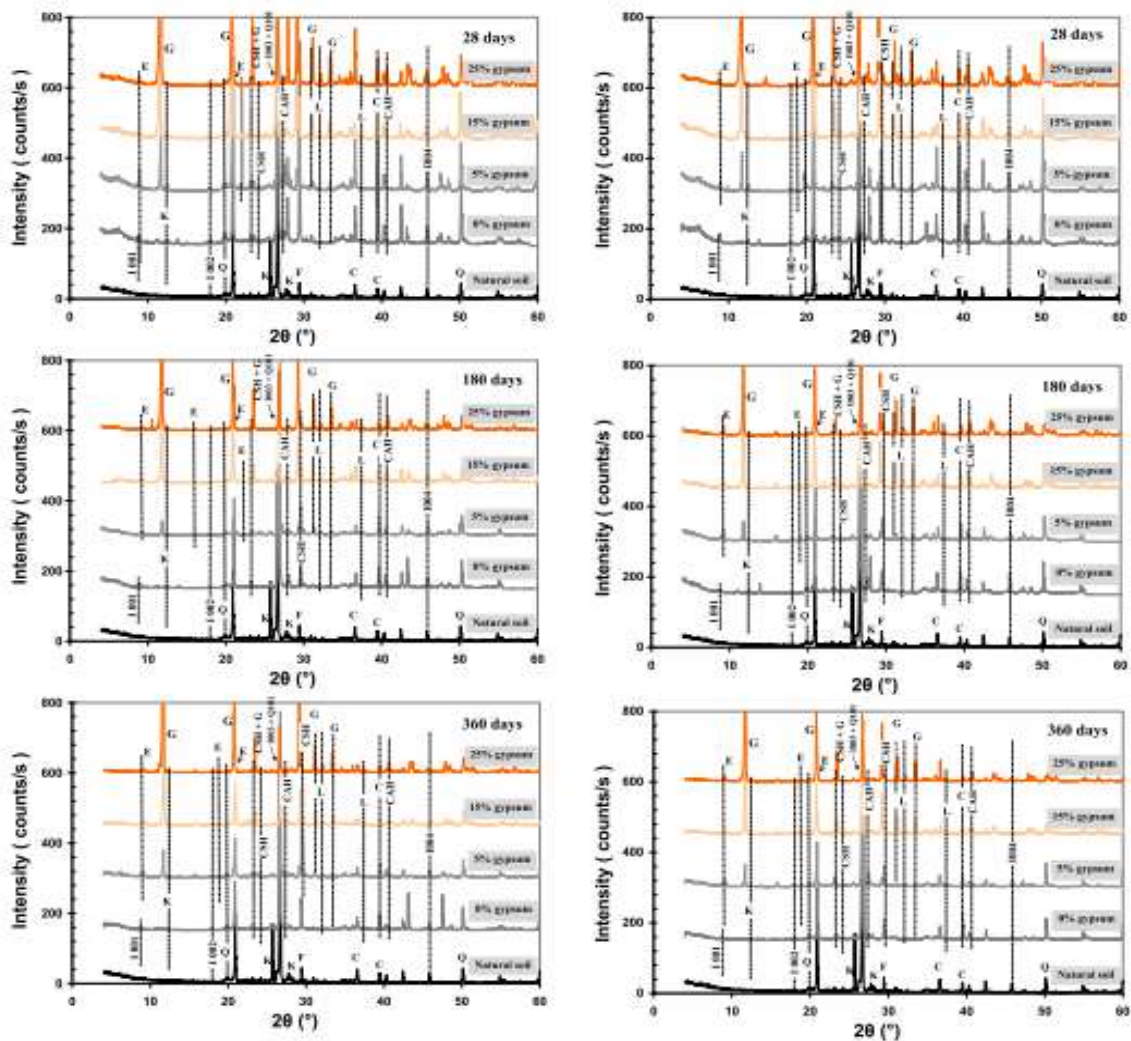


Figure 39: Modèles XRD d'échantillons de sol durcis à 20 °C et 40 °C. (Aldaood et al., 2014)

Des observations des images MEB faites par Aldaood et al., 2014 ont constaté que, sur des échantillons durcis à 20 °C, aucun cristal d'ettringite n'a été observé pour aucun des pourcentages de gypse utilisés. Les cristaux d'ettringite commencent à apparaître à 180 jours de cure et pour 25 % de gypse. La longueur moyenne de ces cristaux ne dépasse pas 5 μm . Dans les échantillons durcis à 40°C, les résultats sont presque les mêmes qu'à 20 °C mais une apparition précoce de cristaux d'ettringite à 28 jours pour 25 % de gypse peut être observée. De plus, les cristaux d'ettringite semblent être plus gros que ceux observés à 28 et 180 jours lorsque la température de durcissement était de 20°C. Cette augmentation de la dimension du balayage des cristaux d'ettringite s'explique par l'effet de l'activation thermique lorsque la température augmente de 20 °C à 40 °C (Al-Mukhtar et al., 2010b). Après 360 jours pour tous les échantillons durcis à 20 °C et 40 °C, les images MEB montrent une croissance significative de cristaux d'ettringite (longueur moyenne de 20 μm) et la texture du sol semble dense. (Figure 40 et 41)

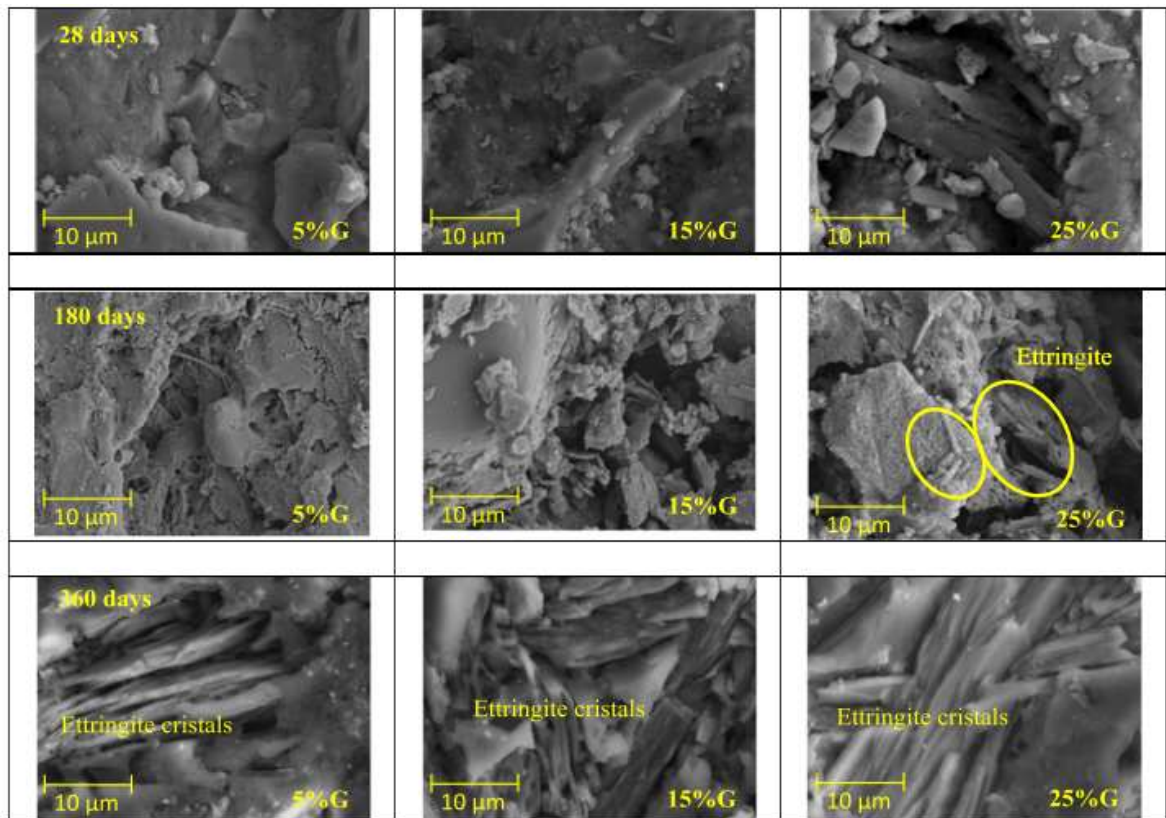


Figure 40: les images MEB montrent des matériaux cimentaires et le développement de l'ettringite pour des échantillons de sol durcis à 20 °C. (Aldaood et al., 2014)

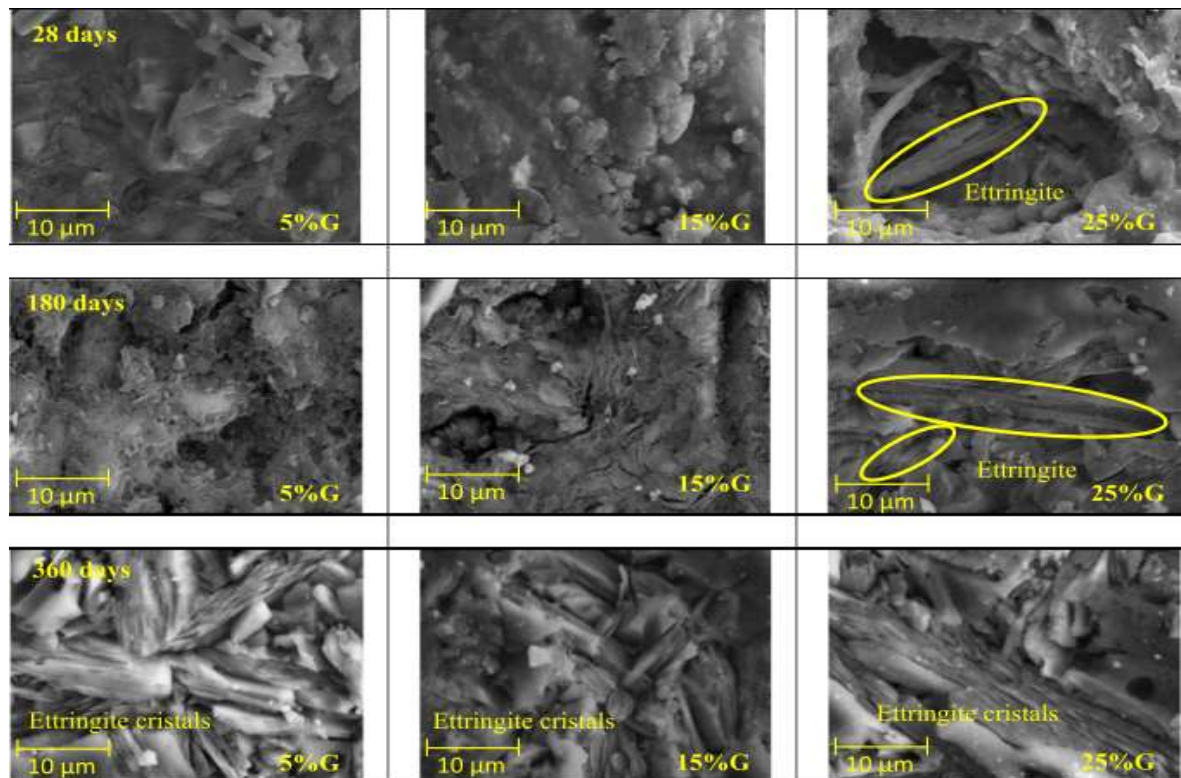


Figure 41: Les images MEB montrent des matériaux cimentaires et le développement de l'ettringite pour des échantillons de sol durcis à 40 °C. (Aldaood et al., 2014)

Une vaste analyse expérimentale multi-échelle a été réalisée par Guidobaldi et al., (2018) sur un sol pyroclastique, pour étudier le lien entre l'évolution minéralogique et microstructurale du système et les améliorations mécaniques induites par le traitement à la chaux. L'évolution chimio-minéralogique et microstructurale du système chaux hydratée-sol a été suivie au moyen de l'analyse thermogravimétrique, de la résonance magnétique nucléaire ^{29}Si , de la diffraction des rayons X, de la porosimétrie par intrusion de mercure et de la microscopie électronique à balayage.

L'analyse de la diffraction des rayons X a permis une évaluation quantitative de la phase amorphe et des composants minéralogiques au fil du temps (figure 42). Les résultats obtenus à partir des analyses de diffraction des rayons X ne montrent aucune modification pertinente de la composition minéralogique du sol après traitement et suggèrent la contribution mineure des phases cristallines à la génération de produits secondaires, confirmant que les produits secondaires se forment principalement aux dépens de la phase amorphe. (Guidobaldi et al., 2018)

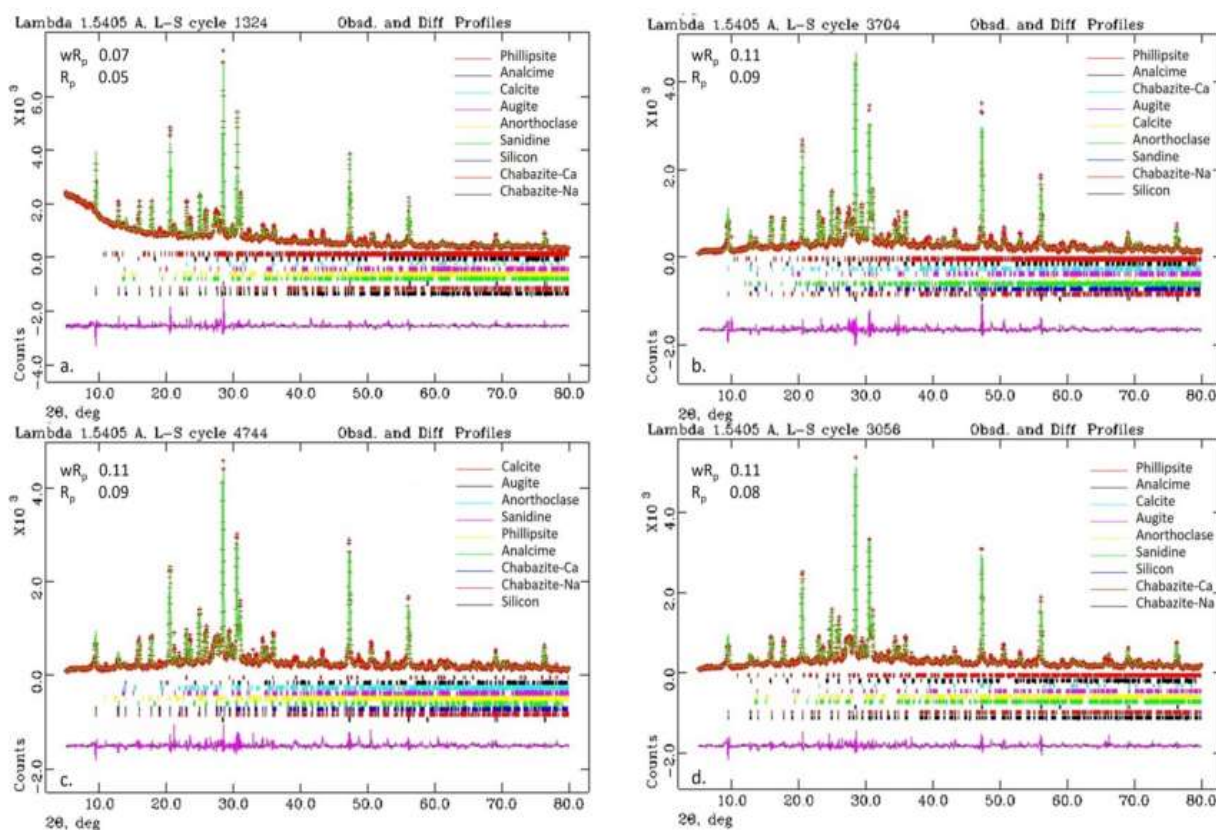


Figure 42: Modèles XRD d'échantillons. (Guidobaldi et al 2018)

Les résultats du MIP réalisé par Guidobaldi et al., (2018) montrent que les échantillons bruts compactés ont une distribution bimodale, avec deux classes principales de pores bien définies caractérisant la structure des agrégats (figure 44). Après l'ajout de chaux, les échantillons traités

présentent toujours une distribution bimodale, sans changements substantiels de tailles modales, soulignant qu'aucune réorganisation microstructurale ne se développe dans l'échantillon, comme cela se produit normalement en raison de la floculation des sols formés par l'échange de minéraux argileux. A très court terme (24 heures de durcissement) une augmentation de fréquence dans la gamme des pores les plus petits (diamètre d'entrée < 0,1 μm) indique la superposition d'une nouvelle classe de pores due à la formation de phases d'hydrates secondaires sous forme de gel. En augmentant le temps de durcissement, la taille modale des deux principales classes de pores n'est pas modifiée de manière pertinente, mais un remplissage progressif des cavités et des vides dû à la formation de phases secondaires provoque la réduction progressive de la fréquence caractérisant chaque classe. Ceci est particulièrement évident pour la classe de pores avec un diamètre d'entrée compris entre 0,3 et 3 μm , qui s'efface progressivement au cours des 28 premiers jours de durcissement. Pour la classe de pores plus grande (diamètre d'entrée dans l'intervalle de 3 à 12 μm), le remplissage est moins pertinent, en raison de l'effet antagoniste de la formation de fissures des phases vitreuses, clairement détecté par les images MEB et responsable d'une augmentation de la fréquence modale. Le revêtement progressif des agrégats dû à la formation d'hydrates est cohérent avec la formation de la plus petite classe de pores qui est totalement développée et stable après 28 jours, car elle est clairement détectable sur les images MEB (figure 43).

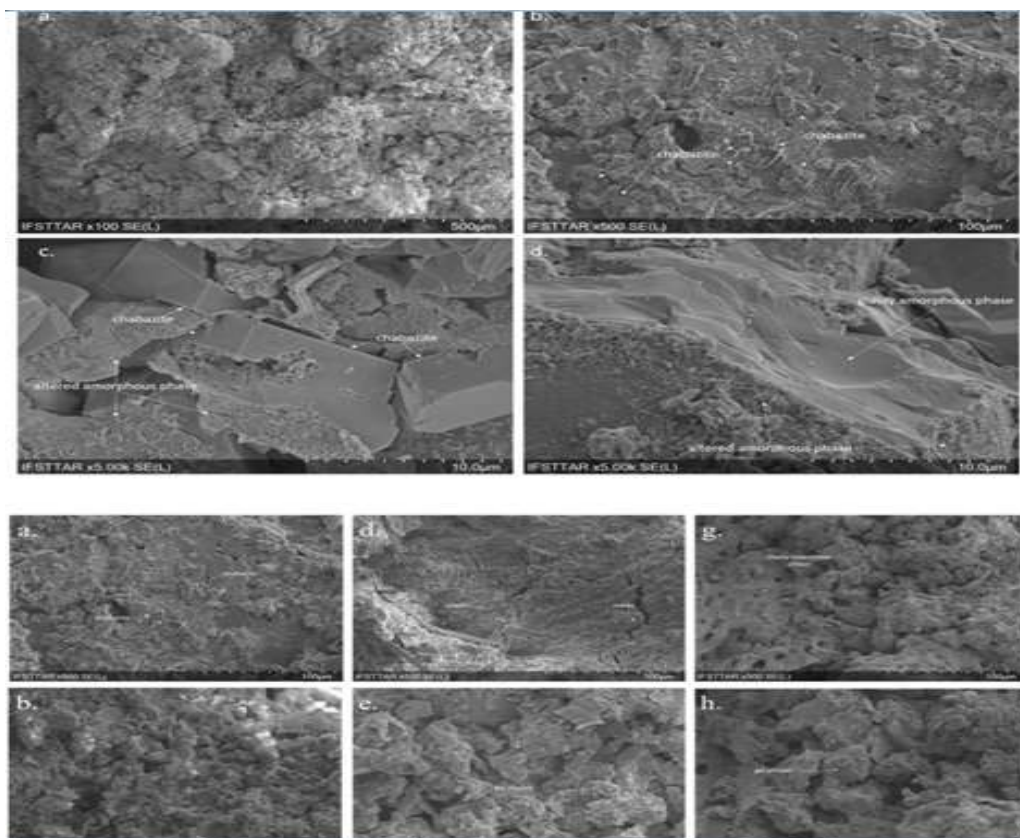


Figure 43: Les images MEB MIP montrent que les échantillons bruts compactés ont une distribution bimodale. (Guidobaldi et al 2018)

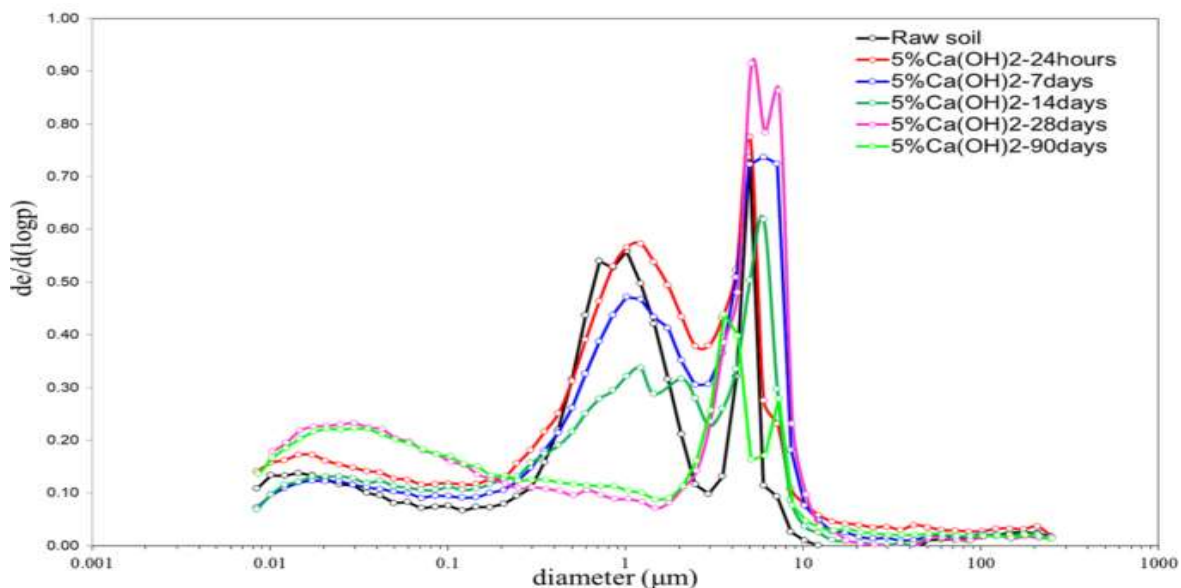


Figure 44: MIP montrent que les échantillons bruts compactés ont une distribution bimodale. (Guidobaldi et al., 2018)

Ces auteurs ont observé la formation de nouvelles phases induit des modifications microstructurales du système, principalement détectées dans les 28 jours suivant le durcissement (figure 43). Selon Guidobaldi et al. (2018) L'évolution chimio-minéralogique du système et les modifications microstructurales affectent le comportement macroscopique des échantillons traités à la chaux vers un comportement structuré, avec une diminution de la compressibilité et une augmentation de la limite d'élasticité.

Lemaire et al., (2013) ont étudié les effets d'un traitement combiné chaux+ciment sur les caractéristiques et les propriétés d'un limon plastique. Une approche multi-échelle a été mise en œuvre et les changements mécaniques, microstructuraux et physico-chimiques ont été étudiés. Ont constaté qu'au sein du limon, des particules d'argile entourent les particules les plus grossières pour former des agglomérats millimétriques, autour desquels se déposent des liants.

Pendant la période de durcissement, la formation de C-(A)-S-H devient facilement apparente. Ces phases sont détectées sous la forme d'un gel qui assure une continuité dans tout le matériau ; à ce titre, le matériau présente une microstructure de type « nid d'abeilles ». Les propriétés mécaniques du sol traité sont en effet affectées par cette organisation microstructurale. L'amélioration post-traitement des performances mécaniques s'avère donc significative. (Figure 45, 46 et 47)

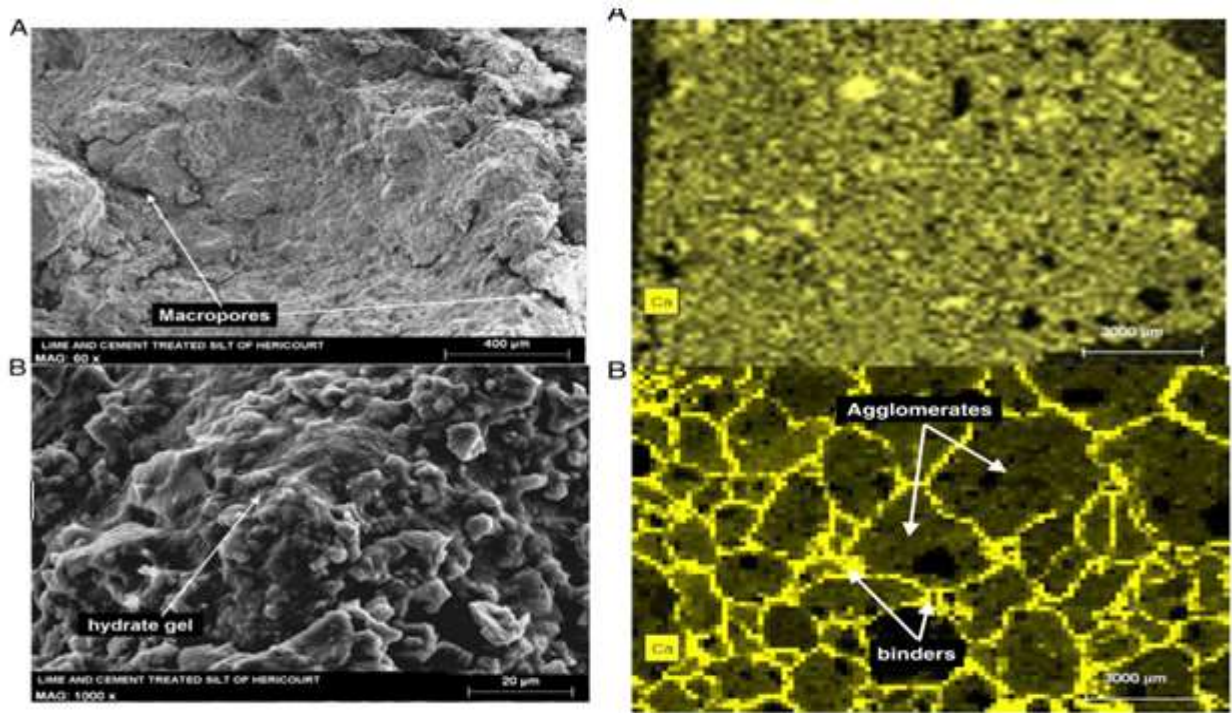


Figure 45: Images MEB de 1% de chaux +5% de limon traité au ciment d'Héricourt (28 jours de cure à 20 °C). (Lemaire et al., 2013)

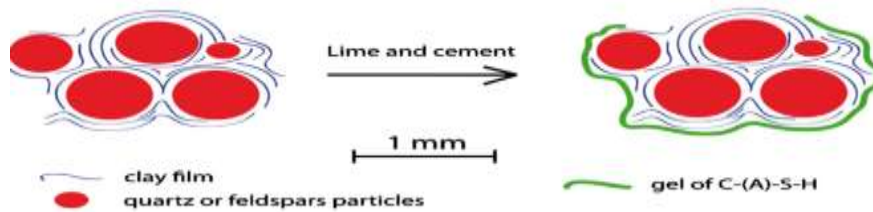


Figure 46: Modèle conceptuel proposé pour la constitution d'agglomérat en limon à la chaux et au ciment d'Héricourt. (Lemaire et al., 2013).

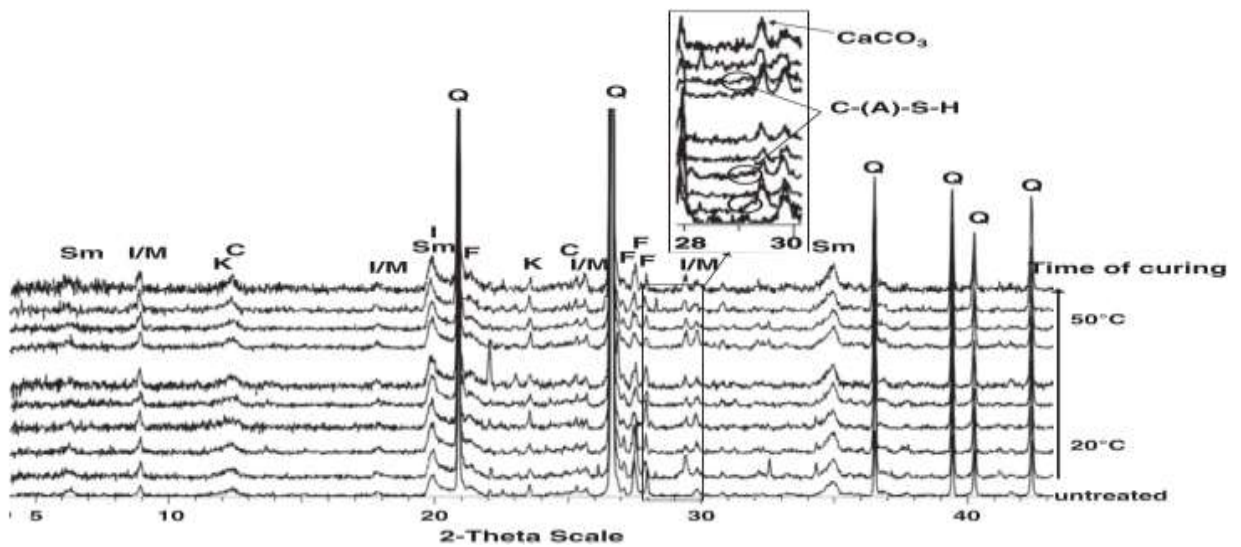


Figure 47: Diagramme RX des limons traités à la chaux et au ciment d'Héricourt. De bas en haut : non traité, 20 °C (1, 7, 28, 90, 300 jours), 50 °C (3, 28, 90, 300 jours). (Lemaire et al., 2013)

Vitale et al., 2016 expliquent l'influence de la chimie de l'eau interstitielle sur le comportement à court terme du sol traité à la chaux est présentée. Ont réalisé des tests de sédimentation sur des suspensions de kaolin sous différents environnements chimiques ont été réalisés et interprétés en tenant compte des effets des interactions des particules d'argile sur la formation du squelette du sol. Les preuves expérimentales à l'échelle volumique des échantillons ont été directement liées aux résultats d'enquêtes à micro-échelle. La modification de la charge de surface et son influence sur la structure du sol ont été étudiées par ces auteurs au moyen de mesures de potentiel zêta, de diffusion dynamique de la lumière (DLS) et de microscopie électronique à balayage (MEB). Les effets de la teneur en chaux, de la valence des cations et de la source d'ions calcium sur la charge superficielle des particules de kaolin ont été pris en compte par ces auteurs. L'ajout de chaux a augmenté la taille moyenne des agrégats de particules à court terme. L'évolution du tissu a affecté la formation du squelette du sol pendant la sédimentation, influençant son taux de vide et sa compressibilité, mettant en évidence le lien entre les caractéristiques microstructurales et le comportement mécanique des échantillons traités à la chaux (figure 48 et 49).

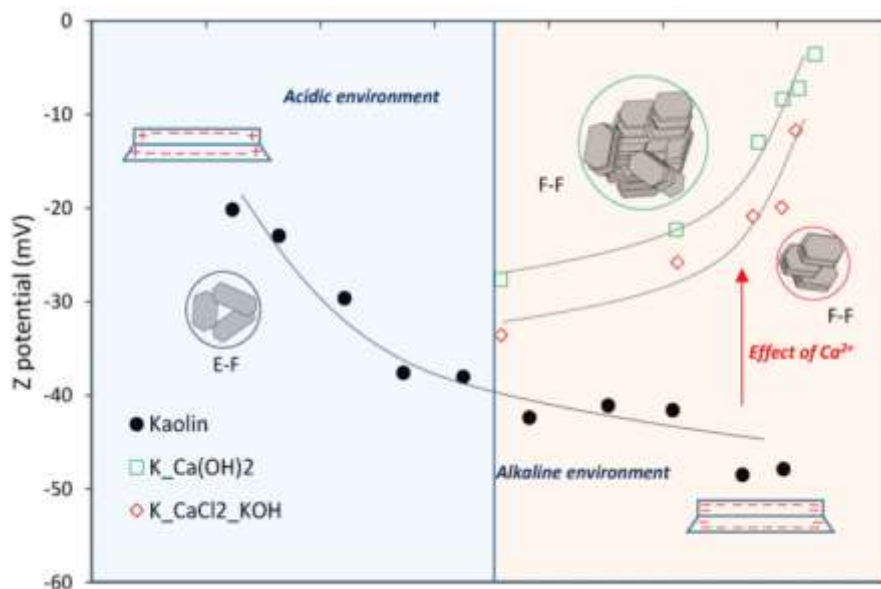


Figure 48: Effets du pH et du Ca^{2+} sur la charge de surface des suspensions de kaolin. (Vitale et al., 2016)

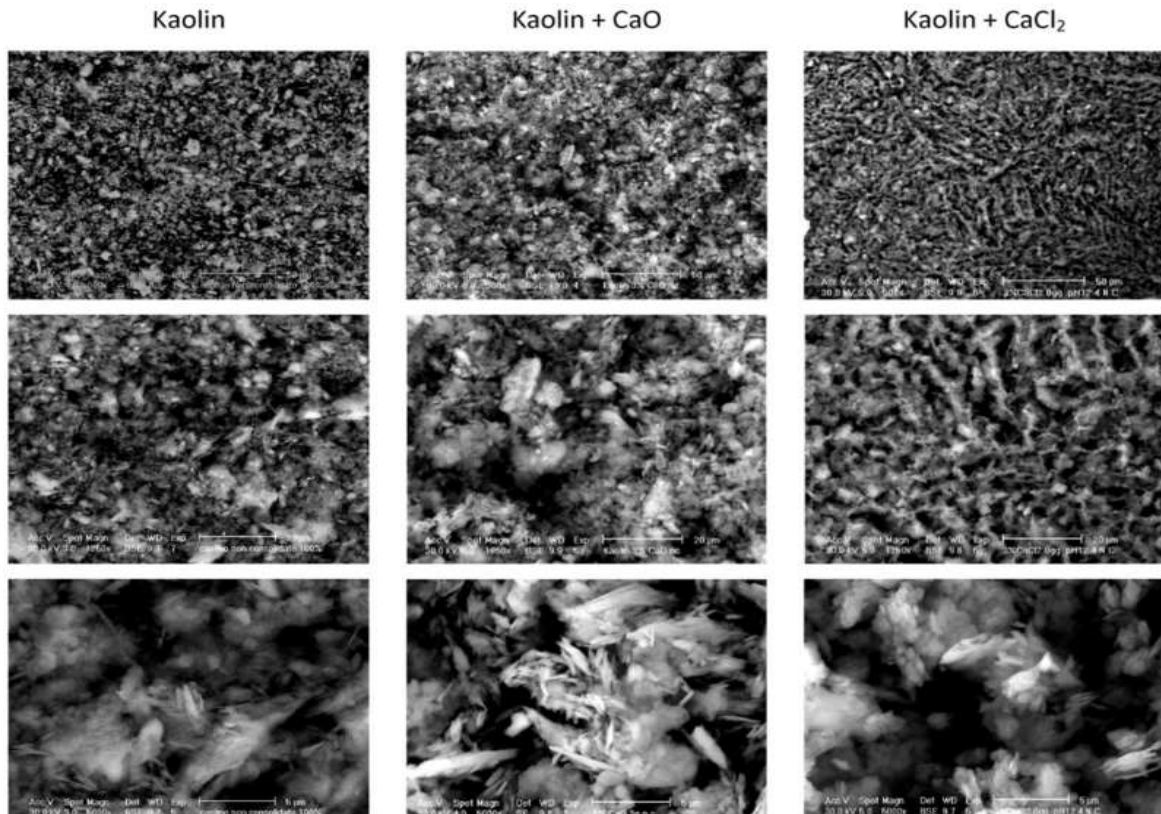


Figure 49: Images MEB aux grossissements croissants (soit 500×, 1250×, 5000×) d'échantillons de kaolin non traités, chaux et CaCl₂. (Vitale et al., 2016)

De nombreuses études ont intéressé aux réaction des minéraux argileux avec la chaux (Bauer et Berger, 1998; Kohler et al., 2003; Rozalen et al., 2009). Ces études ont montré que les minéraux argileux se dissolvaient au contact de la chaux. Les études portant sur l'effet de traitement à la chaux sur l'argile est fortement étudié mais sur l'effet du traitement sur les minéraux de la fraction argileuse sont assez récentes.

La cinétique de dissolution dépend également de la nature du minéral argileux. Nous montrons sur la figure 50 l'évolution de la cinétique de dissolution de trois minéraux argileux en milieu alcalin à 25°C. Pour des valeurs de pH supérieures à 10, on constate que la kaolinite est plus soluble que les deux autres minéraux cités dans (Maubec, 2011). Ces résultats sont cohérents avec ceux de Bauer et Berger (1998) qui ont étudié la cinétique de dissolution de la kaolinite et de la montmorillonite à 35°C et 80°C, et ont montré la vitesse de dissolution de la kaolinite à ces deux températures. Nous avons également remarqué que sur la figure 50, la cinétique de dissolution de l'illite est très proche de la cinétique de dissolution de la montmorillonite. Selon Bauer et Berger (1998), les différences observées entre la kaolinite et les deux autres minéraux sont dues à des différences structurales. Comme nous l'avons vu précédemment, la dissolution des minéraux facilite la déprotonation des

groupes hydroxyles, ce qui augmente la charge de surface. Selon Walther (1996), dans le cas de la kaolinite, lorsque le pH est supérieur à 11, les groupes Al-O- dominant.

Sur la base de cette hypothèse, Bauer et Berger (1998) ont proposé que les surfaces en aluminium soient plus fortement chargées que les surfaces en silicium et donc plus réactives. La couche octaédrique se dissout plus rapidement. Dans le cas de la kaolinite, cela conduit à la dissolution initiale de la couche octaédrique, ce qui conduit à une hydrolyse parallèle à la couche tétraédrique. Contrairement à la kaolinite, la couche minérale argileuse d'aluminium octaédrique à structure T-O-T est située entre deux couches de silicium tétraédrique. Dans ce cas, la dissolution de la couche octaédrique prise en sandwich entre les deux tétraèdres semble être plus difficile. Par conséquent, Bauer et Berger (1998) ont expliqué que la dissolution de ces minéraux est contrôlée par la faible dissolution de la couche tétraédrique. (Maubec, 2011)

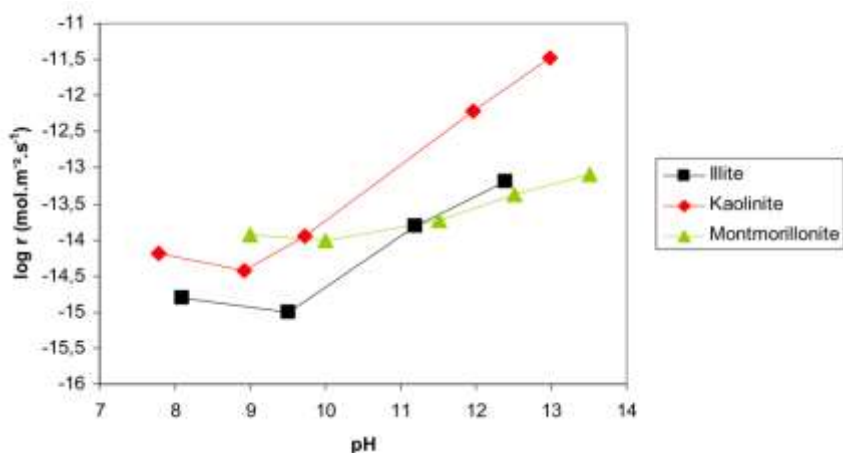


Figure 50: Cinétique de dissolution, en milieu alcalin à 25°C, de trois minéraux argileux, kaolinite dans NaOH (D'après Huertas et al., 1999) illite dans NaOH (d'après kohler et al., 2003) et montmorillonite dans KOH (d'après Rozalen et al., 2008), calculées à partir des concentrations en silicium. Cité par (Maubec, 2011)

L'effet d'une solution de chaux est beaucoup moins documenté. On peut mentionner Claret (2004) et Elert et al., (2008). Ces derniers ont étudié la réactivité d'un sol argileux, composé d'illite, kaolinite, montmorillonite et quartz, dans trois solutions différentes : KOH, NaOH et Ca(OH)₂. Dans chaque cas, 5 g d'argile, étaient mises en suspension dans 100 ml de solution pour une période allant de 1 à 360 jours, à température ambiante. Leurs résultats, au terme d'un an de traitement, par diffraction des rayons X sont présentés sur la figure 51.

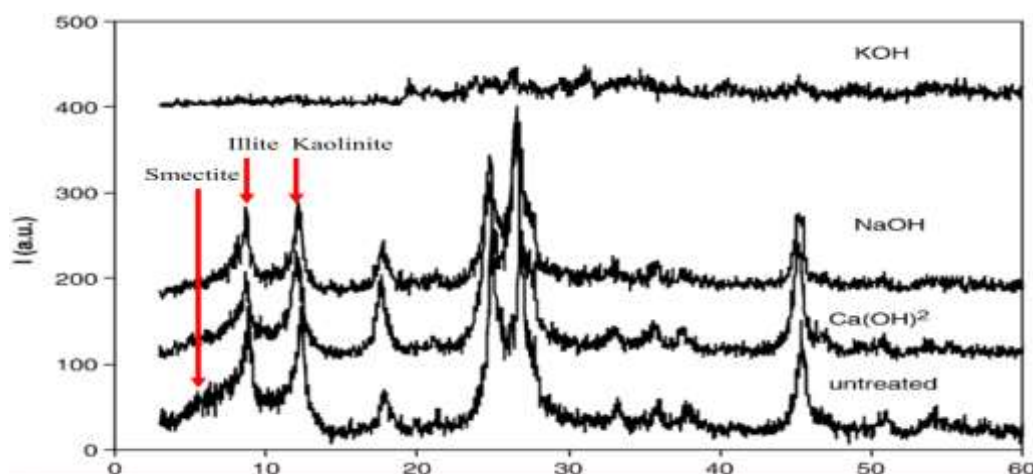


Figure 51: Diffraction des rayons X d'un sol argileux traités avec Ca(OH)_2 , NaOH et KOH pendant un an. (Elert et al., 2008)

Cette étude montre que l'hydroxyde de potassium KOH a un effet important sur la minéralogie du sol, puisque tous les minéraux argileux ont disparu et il reste seulement des traces de quartz et de calcite. En revanche, avec NaOH ou Ca(OH)_2 , quasiment aucune modification n'a été observée. On note seulement la disparition de la smectite avec NaOH. L'explication donnée par ces auteurs est la différence de pH des solutions. Selon ces auteurs La diminution du pH a ralenti, voire stoppé, l'altération des minéraux. L'absence d'effet notable avec la solution de chaux, est due à un trop faible pH de la solution qui n'induit pas de modifications significatives du matériau. (Maubec, 2011)

Konan et al. (2007) se sont eux intéressés au comportement des minéraux argileux, illite et kaolinite, dans une solution de chaux à partir de 15 g de minéral argileux, mis en suspension dans 30 g de solution pendant 45 minutes. Le pH initial était de 12,6. Pendant la période étudiée, ils ont estimé que la dissolution des minéraux était nulle. En revanche, ils ont montré l'adsorption d'une couche d'hydrate de calcium de composition Ca^{2+} , 2OH^- , $4\text{H}_2\text{O}$, sur les surfaces basales et latérales des minéraux. Ils ajoutent que l'adsorption du calcium était plus prononcée dans le cas de l'illite, à cause de sa plus grande surface spécifique. Selon Konan et al., (2009), la présence du composé adsorbé à la surface peut empêcher la dissolution des minéraux argileux. Ceci pourrait être une seconde explication possible pour interpréter l'absence de modifications observée dans l'étude d'Elert et al., (2008). Cité par (Maubec, 2011)

Maubec et al., 2017 ont traité les effets de l'ajout de chaux sur les propriétés des minéraux argileux, en termes d'évolution mécanique et physico-chimique. Un couplage entre ces deux aspects a été entrepris afin d'expliquer les comportements mécaniques des matériaux argileux traités à la chaux. L'étude a été réalisée sur deux argiles différentes, un kaolin et une Ca^{2+} bentonite. Maubec et al., 2017 montrent que l'ajout de chaux conduit à une augmentation des propriétés mécaniques de ces argiles. Ces améliorations sont plus rapides avec le Ca^{2+} bentonite, même si à long terme les performances

atteintes pour la kaolinite sont plus élevées. Le couplage entre les aspects macroscopiques et physico-chimiques montre que ces améliorations sont liées au développement de composés secondaires tels que les phases hydrates de silicate de calcium, d'hydrogrenat et de carboaluminate de calcium hydraté. (Figure 52 et 53)

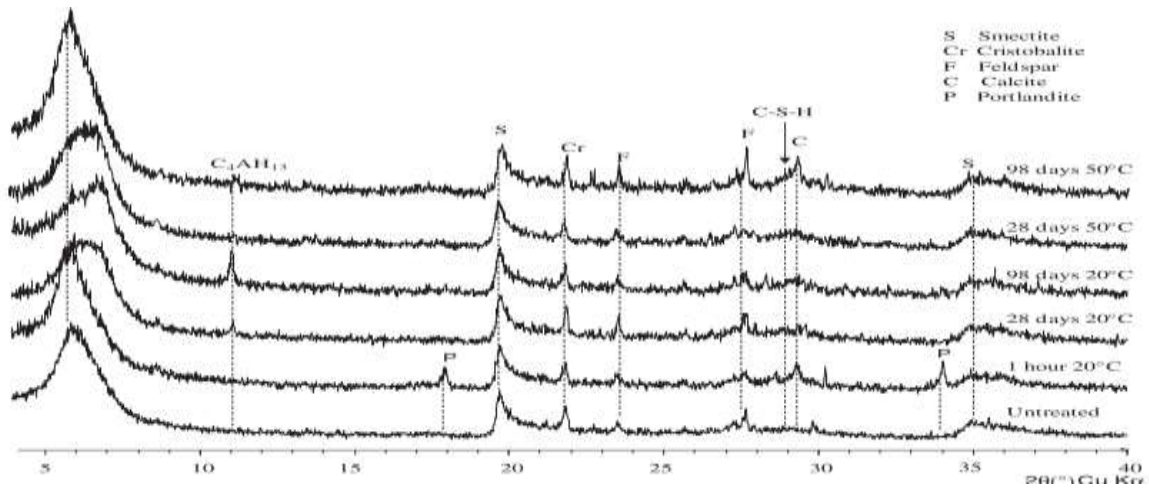


Figure 52: Diagramme de diffraction des rayons X d'échantillons de bentonite calcique avant et après un traitement à la chaux à 10% à 20°C et 50°C pour différents temps de durcissement. (Maubec et al., 2017)

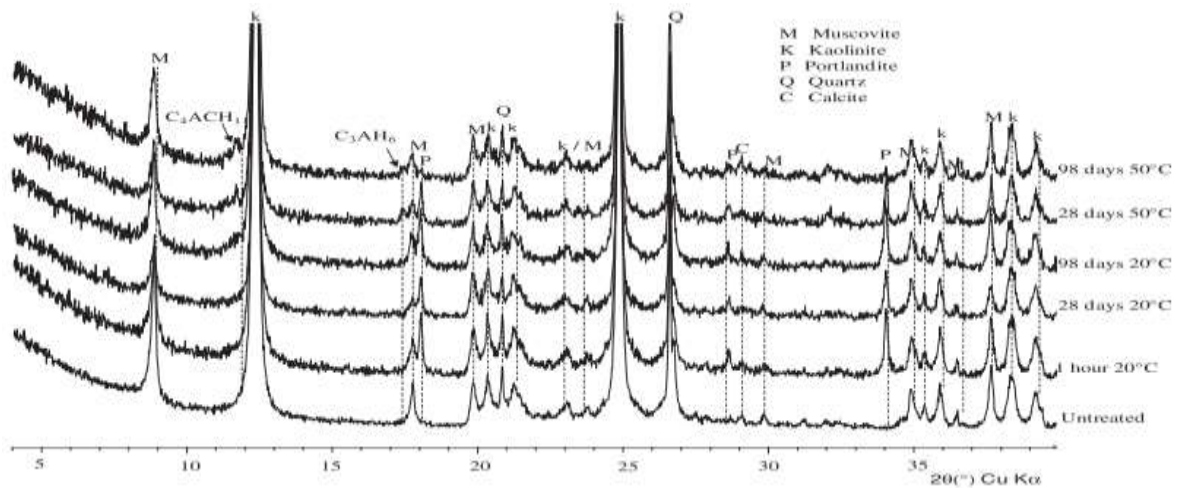


Figure 53: Diagrammes de diffraction des rayons X de l'échantillon de Kaolinite avant et après un traitement à la chaux à 10% à 20°C et 0°C pour différents temps de durcissement. (Maubec et al., 2017)

3.3) La spécificité des traitements des sols marneux

Fondamentalement, de nombreux types de sols sont sujets au gonflement du sol, et les sols marneux ne font pas exception. En effet, les marnes et les argiles marneuse sont largement répandues dans la nature, ce sont des roches intermédiaires entre les argiles et les calcaires (les proportions de carbonate

varient entre 10% et 65%) (Filliat, 1981), elles ont une grande résistance à la sécheresse quelle que soit leur comportement est différent lorsqu'ils entrent en contact avec l'eau (ils deviennent gonflés et fragiles), ce qui constituerait un obstacle géotechnique.

Les recherches sur l'utilisation de la chaux pour stabiliser les sols marneux sont insuffisamment étudiées. Des études rapportées par Cardoso et MaranhadasNeves, (2012) ont montré que le traitement à la chaux améliore également les propriétés des sols marneux classés comme sols problématique.

Cardoso et MaranhadasNeves, (2012) expliquent l'effet d'un traitement à la chaux prescrit pour le matériau placé sur les épaules afin de le protéger des actions des intempéries. Deux préoccupations majeures ont émergé au cours de la construction. Le premier était la possibilité de fissuration induite par la différence de rigidité de l'âme et des épaulements traités, permettant ainsi l'accès des eaux de pluie au matériau de l'âme, ce que le traitement avait justement pour but d'éviter. La seconde était la difficulté d'estimer l'amplitude des déformations à long terme, ce qui est prévisible du fait du caractère évolutif des marnes utilisées. Le programme de recherche comprenait l'instrumentation d'un remblai sélectionné et des essais en laboratoire sur des échantillons de marnes compactées traitées et non traitées. L'instrumentation a permis de mesurer les déplacements verticaux et la distribution de la teneur en eau pour déterminer si les déplacements à long terme seraient un problème pendant l'exploitation. Les essais en laboratoire ont caractérisé le comportement hydromécanique du matériau et ses évolutions avec le traitement à la chaux (figure 54). Cette recherche a également stimulé la discussion de certaines idées sur la performance attendue du remblai au cours de son cycle de vie.

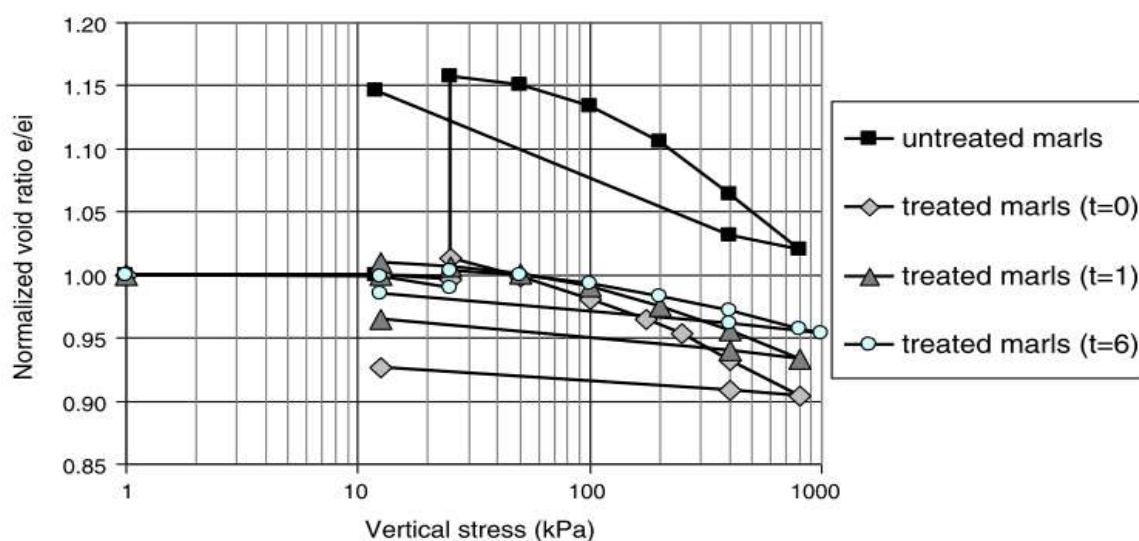


Figure 54: Essais œnométriques de marnes traitées saturées avec différentes périodes de cure. (Cardoso e al 2012)

En revanche, d'autres études ont montré l'effet inverse, notamment avec la présence de carbonates. Selon certains auteurs, il a été prouvé que l'utilisation de la chaux dans les sols marneux donne des résultats décourageants et insuffisants (Ureña et al., 2015 ; Sol-Sánchez et al., 2016 ; Al-Amoudi et al., 2010).

Des études récentes (Elert et al., 2017 ; 2018) ont mis en doute l'efficacité à long terme de la chaux, car un traitement prolongé à la chaux provoque une désagrégation des particules et diminue la taille des particules dans les marnes et conduit donc à la dégradation de la propriétés mécaniques. Ce comportement anormal des sols marneux est principalement dû à leur forte teneur en carbonates (Elert et al., 2017). Les diminutions de la taille des particules sont principalement attribués à la teneur élevée en carbonates des marnes qui favorise la dissolution du C-(A)-S-H, car les carbonates diminuent rapidement les valeurs de pH et arrêtent la réaction pouzzolanique.

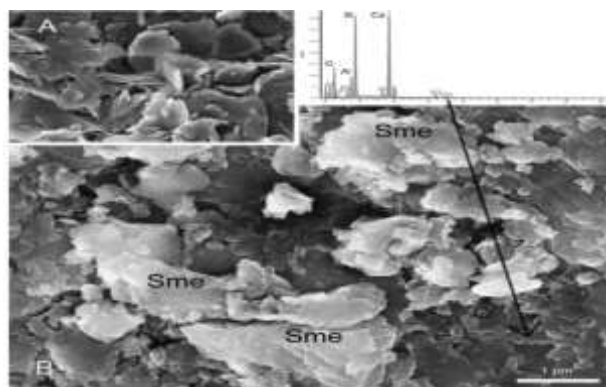


Figure 55: Images MEB et spectre EDX de (A) échantillon traité avec 15% en poids de chaux calcitique pendant 201 jours. Elert et al., (2017 ; 2018)

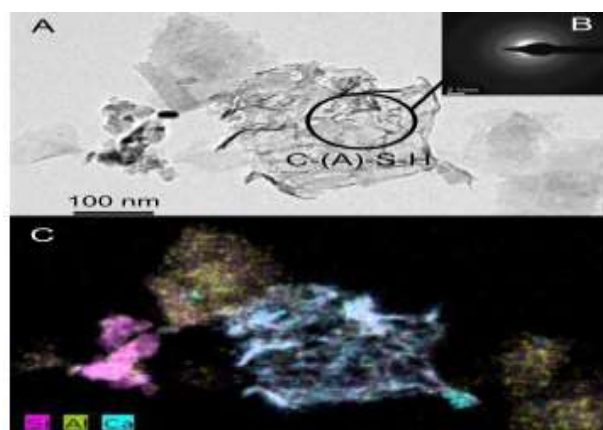


Figure 56: Image TEM de C-(A)-S-H dans un échantillon traité avec 15% en poids de chaux calcitique pendant 7 jours. (B) Diffraction électronique à zone sélectionnée montrant le caractère amorphe de C-(A)-S-H. (C) Carte chimique correspondant à l'image A. Elert et al., (2017 ; 2018)

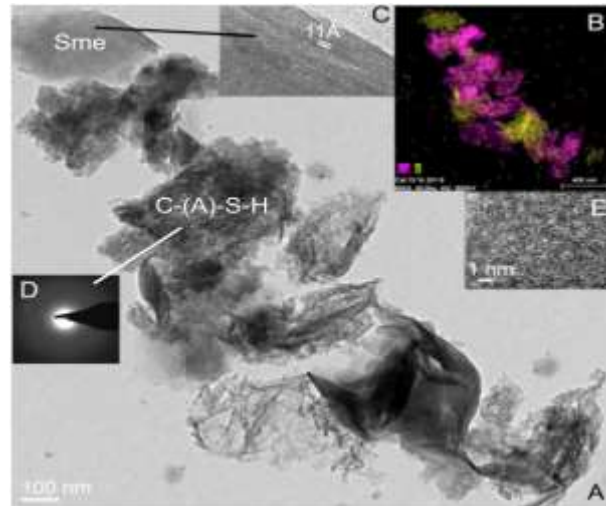


Figure 57 : (A) Image MET à faible grossissement représentative des grains mélangés trouvés dans l'échantillon traité avec 15% en pois de chaux calcitique pendant 201 jours, composé de cristaux de smectite entourés de C-(A)-S-H amorphe. (B) Carte chimique correspond. Elert et al., (2017 ; 2018)

Elert et al., (2017 ; 2018) se sont eux intéressés au traitement d'une argile marneuse traitée avec de la chaux calcitique et riche en magnésium afin de déterminer l'influence de la teneur élevée en carbonate de l'argile sur l'efficacité de la stabilisation. L'évolution des propriétés minéralogiques et physiques au cours du traitement a été étudiée par DRX, MET, SEM, analyse élémentaire, TG, granulométrie et sorption d'azote et corrélées avec l'amélioration du comportement géotechnique de l'argile marneuse (figure 55, 56 et 57). Seule une petite partie des smectites et autres minéraux argileux se sont dissous lors du traitement à la chaux. Selon Elert et al., (2017 ; 2018) l'évolution de la minéralogie des argiles n'a donc eu qu'une influence très limitée sur l'amélioration de la plasticité et du comportement au gonflement du matériau, qui a été plutôt modifié par une augmentation de la taille des particules. Cette augmentation était principalement causée par l'agrégation induite par la formation d'hydrate de silicate de calcium et d'aluminium (C-(A)-S H), alors que la floculation n'avait qu'un effet mineur. Après l'amélioration initiale, une désagrégation des particules d'argile s'est produite, ce qui a entraîné une diminution de la taille des particules, très probablement causée par la carbonatation des phases C-(A)-S-H. Ces résultats remettent en cause l'efficacité de la stabilisation à la chaux des marnes à l'aide des protocoles de traitement standard actuellement appliqués.

Elert et al., (2018) proposent que pour obtenir un traitement de stabilisation efficace de la chaux pour les sols marneux, il est important de modifier les protocoles conventionnels en ajoutant un compactage supplémentaire, en prolongeant la phase de mouillage et en utilisant des additifs tels que le KOH.

4) **Conclusion**

Plusieurs études menées sur les mécanismes de réaction entre les liants hydrauliques et l'argile rapportées dans la littérature, permettant de mieux comprendre l'évolution chimico-physique du système et les caractéristiques microstructurales induites après l'ajout des liants hydrauliques. Ces études montrent que les réactions contrôlant l'évolution chimico-physique du système sol-liant hydraulique-eau dépendent de la minéralogie de l'argile. Lorsque le liant hydraulique est ajouté au système eau-sol, la première réaction qui se produit est une réaction d'hydratation, hautement exothermique, conduisant à la formation de chaux hydratée (portlandite) dans le système aqueux argileux. La réaction de dissolution de la chaux hydratée conduit à une augmentation du pH et à une concentration élevée en ions calcium dans l'eau interstitielle. L'augmentation du pH modifie la répartition de la charge sur les particules de l'argile, tandis que les ions calcium remplacent les cations échangeables de l'argile, ce qui entraîne une réduction de l'épaisseur des particules d'argile à double couche. Ce processus, appelé réaction d'échange de cations, provoque la floculation et l'agglomération des minéraux argileux, entraînant des changements rapides de la plasticité et donc de gonflement. L'addition d'une quantité suffisante de liant hydraulique induit en outre une réaction pouzzolanique entre les minéraux du sol, le calcium apporté par les liants hydrauliques et l'eau, produisant des composés à base de ciment dotés de propriétés liantes telles que les hydrates de silicate de calcium et d'hydrates d'aluminate de calcium. L'apparition de ces composés dépend de la température, du dosage de l'additif ajoutée et de la minéralogie des sols et se déroule sur une longue période.

Deuxième chapitre : Matériels et méthodes

1) Introduction

Dans ce chapitre, nous présentons les différentes méthodes et protocoles expérimentaux mises en œuvre pour évaluer l'effet des liants hydrauliques aussi bien sur le comportement de gonflement des sols que sur l'évolution physico-chimique.

Les essais expérimentaux peuvent être répartis en deux groupes : Les essais réalisés à l'échelle microscopique avec le Microscope Electronique à Balayage (MEB) et des essais minéralogique par diffraction des rayons X (DRX) et thermo-gravimétrique (ATG) thermique différentielle (ATG) ; Les essais réalisés à l'échelle macroscopique utilisant l'essai de gonflement libre.

Le protocole de mise en œuvre de la préparation des matériaux traités aux liants hydrauliques pour les essais de gonflement libre à l'Oedomètre utilisés au cours de cette étude sont présentés dans ce chapitre.

2) Analyses minéralogiques par diffraction des rayons X

Le principe de l'analyse minéralogique par diffraction des rayons X est basé sur la diffraction des rayons X par le réseau cristallin selon la loi de Bragg. L'état cristallin est une répartition tridimensionnelle dans l'espace d'un motif atomique. Cet arrangement forme des plans parallèles et équidistants appelés plans réticulaires (h, k, l) séparés l'un de l'autre par une distance d qui est fonction de la nature du minéral concerné. La méthode générale consiste à bombarder l'échantillon avec des rayons X issus d'une anode métallique et lesquels sont premièrement colmatés par une fente de divergence afin de produire un faisceau sub-parallèle. Ce dernier est dirigé sur l'échantillon selon un angle Θ et est diffracté lorsque les conditions de la loi de Bragg (Figure 58).

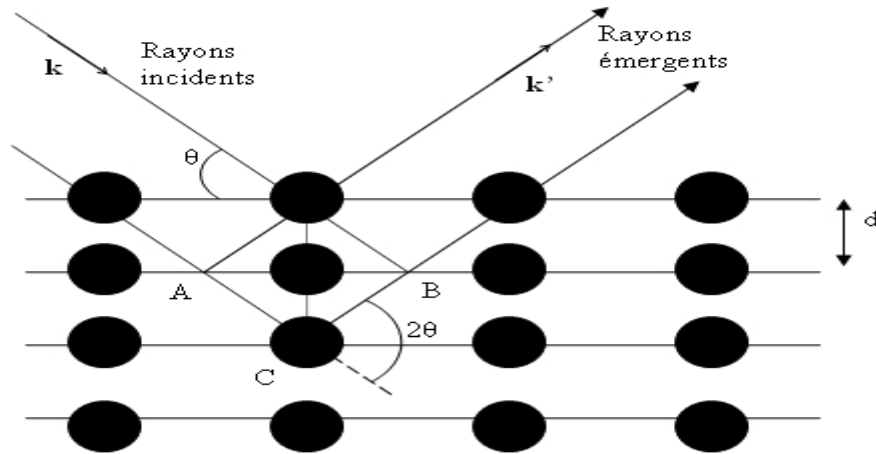


Figure 58: Réflexion des rayons X par une famille de plans réticulaires espacés d'une distance d .

Un cristal peut être vu comme la répétition périodique tridimensionnelle d'éléments (atomes ou molécules), appelés nœuds, repérés par des disques noirs sur la figure 58. Le schéma représente une coupe de plans réticulaires passant par les centres de ces éléments, espacés d'une distance d . L'angle θ (angle de Bragg) détermine l'incidence d'un faisceau parallèle de rayons X sur ces plans réticulaires. Notez que θ est le complémentaire de l'angle d'incidence usuel en optique. La différence de chemin optique entre les deux rayons lumineux particuliers représentés vaut $AC + CB = 2d \sin\theta$. Ils interfèrent de manière constructive lorsque la différence de marche est égale à un nombre entier p de longueur d'onde. C'est la loi de Bragg :

$$2d \sin \theta = p\lambda \quad (\text{eq.8})$$

La nature minéralogique a été déterminée à partir des spectres de diffraction des rayons X effectués sur un échantillon représentatif du matériau et sur des lames d'argiles de la fraction inférieure à $2 \mu\text{m}$. Cette loi impose aussi que l'angle entre le faisceau incident et le réseau cristallin soit égal à celui entre le réseau et le faisceau diffracté. Il faut donc, pour une rotation de Θ° de la platine porte-échantillon, amener le système d'analyse à un angle double de $2\Theta^\circ$. C'est le goniomètre qui assure ce rôle. En faisant varier l'angle Θ , les conditions de la loi de Bragg sont satisfaites pour différentes valeurs de d dans les matériaux polycristallins. Après leur passage dans les différents réseaux de fentes, les rayons X diffractés sont reçus sur un détecteur. Le signal amplifié est reçu par le détecteur puis transmis à un ordinateur qui présente les résultats sous forme d'un graphe, le diffractogramme, représentant

l'intensité des pics diffractés en fonction des positions angulaires c'est-à-dire de l'angle de déviation 2θ (deux-thêta) du faisceau. Ce diffractogramme est caractéristique de l'échantillon analysé et l'intensité des pics (et/ou la surface selon les hauteurs) est fonction de la quantité de chaque phase minérale présente dans cet échantillon (HOLTZAPFFEL, 1985).

2.1) Appareillage :

La composition minéralogique du sédiment total (poudre désorientée) et la composition de la fraction argileuse (<2 m) ont été analysées par diffraction des rayons X au Département de Géologie, AGE, Université de Liège, Belgique.

Le diffractomètre utilisé est de type Bruker D8 Advance (Figure 59) opérant sous une tension de 40 kV et à une intensité de 25mA, utilisant le rayonnement Cu-K α 1 ($\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$). La vitesse de diffraction utilisée est de 0,6 s/pas, vitesse de rotation $2^\circ 2 \theta/\text{min}$, couvrant une gamme angulaire « 2θ » allant de 2° à 45° . Après diffraction, on a obtenu un spectre d'énergie du faisceau diffracté en fonction de l'angle de diffraction 2θ . Dans ce spectre, on a pu convertir les valeurs angulaires en espace basal d (en angströms) en appliquant la Loi de Bragg.

Pour l'identification des raies caractéristiques des différents minéraux on a basé sur le repérage des réflexions principales (001) interprétés par un logiciel de traitement de type DIFFRAC plus Release 2000-EVA 6.0 et les données fournies par les fichiers PDF (Powder Diffraction File).

Les estimations semi-quantitatives sont basées sur la mesure de l'intensité des pics caractéristiques mesurés sur des diagrammes des rayons X. L'estimation semi-quantitative a été estimée en utilisant les facteurs de correction de (Cook et al., 1975 et Boski et al., 1998) pour la poudre désorientée totale et ceux de (Holtzapffel, 1985; Fagel et al., 2007) pour les minéraux argileux.



Figure 59 : Diffractomètre Bruker D8 Advance. (Département de Géologie, AGE, Université de Liège).

2.2) Préparation des échantillons

La nature minéralogique a été déterminée à partir de deux méthodes par diffraction des rayons X effectués sur un échantillon représentatif c'est-à-dire une poudre totale sèche et désorientée et sur des lames d'argiles de la fraction inférieure à $2\ \mu\text{m}$, extraite du matériau et préparée sous forme d'agrégats orientés (figure 60).

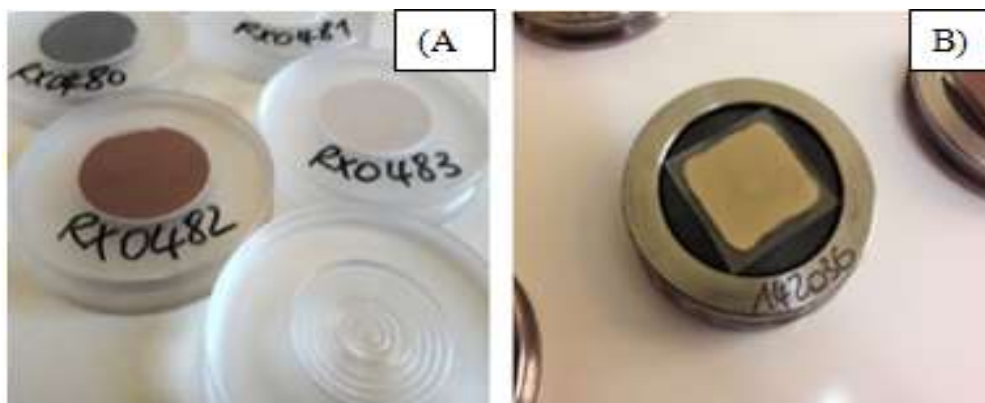


Figure 60 : A) Porte-échantillons avec poudres désorientées. B) Les lames d'argile (échantillon orienté)

2.2.1) Préparation des échantillons pour analyse de la minéralogie totale (poudre) :

La préparation des poudres comporte les étapes suivantes (figure 60A):

- Sécher les échantillons à l'étuve à 40°C jusqu'à ce qu'ils soient totalement secs.
- Broyer manuellement au mortier en agate ou en porcelaine.
- Passer Les poudres obtenues au tamis de maille 250µm.
- Introduire les échantillons de poudre dans un porte échantillon en PVC. Les échantillons de poudre sont ensuite légèrement compactés par l'arrière puis les supports sont refermés de manière à ne pas influencer l'orientation préférentielle des particules minérales contenues.
- Ils sont enfin soumis à un rayonnement X balayant un angle de 2° à 45°2θ pour la détermination de la composition minéralogique totale.

2.2.2) Préparation des échantillons pour analyse de la fraction argileuse :

Les lames d'argiles (échantillon orienté) sont préparées par dépôt direct d'une suspension diluée, de particules inférieures à 2 µm, sur une lame de verre dépoli, suivi d'un séchage à l'air libre (figure 60B). La préparation des agrégats orientés comporte les étapes suivantes :

- Mettre l'échantillon en suspension dans de l'eau déminéralisée.
- Tamiser à 63µm. La fraction inférieure à 63µm est ensuite introduite dans des piluliers pour y subir la sédimentation.
- Les préparations argileuses sont réalisées sur la fraction inférieure à 2µm. Cette fraction est obtenue par prélèvement à la pipette de 1,5 cc à la profondeur de 1cm après un temps de sédimentation de 50 minutes selon la loi de Stockes.
- Les solutions de 1,5 cc contenant les particules argileuses ont été déposées sur des lames de verre de 25x25mm à l'abri de toute vibration puis soumises à un séchage à l'air pendant une nuit.
- L'orientation de la préparation se fait alors naturellement, par sédimentation des phyllites, qui se déposent à plat sur la lame de verre.
- Ces dépôts communément appelés « agrégats orientés » et obtenus par séchage à l'air libre (Normal : N) ont été soumis à un rayonnement X pour des valeurs de l'angle 2θ compris entre 2 et 30°.
- Après l'acquisition du spectre normal, transférer le même échantillon dans un porte objet en Al, que l'on place dans une cloche avec de l'éthylène-glycol.

- Mettre la cloche sous vide pendant 22 heures.
- Après 22 heures, ouvrir la cloche, remettre les échantillons sur le porte objet et le faire passer au diffractomètre, pour l'acquisition du spectre -EG- entre 2° et 23° . 2θ .
- Après l'acquisition du spectre -EG- retirer les lames des porte-objets et les disposer sur une plaque réfractaire.
- Mettre la plaque à l'étuve sous une température de 500°C pendant quatre heures.
- Après un temps de refroidissement, remettre les lames sur les portes en plexiglas.
- Passer les échantillons au diffractomètre, pour l'acquisition du spectre C 500 (chauffé) entre 2° et $15^\circ 2\theta$.

2.2.3) Prétraitement de la fraction inférieure à $63\mu\text{m}$:

Certains traitements permettent d'améliorer l'extraction des minéraux argileux, ou améliorer la DRX de ces minéraux, ou s'avèrent même être nécessaires pour compléter la détermination. Mais attention, tous les traitements chimiques sont agressifs à des degrés divers vis-à-vis des minéraux argileux. Il est souvent difficile d'en connaître les effets, donc toujours opérer avec circonspection et être attentif aux DRX finaux.

L'objectif de cette opération de prétraitement est d'éviter la floculation de la suspension argileuse lors de l'extraction de la fraction inférieure à $2\mu\text{m}$ et concerne essentiellement (figure 61) :

2.2.3.1) La décarbonatation :

L'opération comporte les étapes suivant :

- Décarbonater l'échantillon en ajoutant HCL dilué sous légère agitation magnétique.
- Vérifier le PH de la solution à l'aide du papier pH et ajouter de petites quantités d'acide tant que la solution n'est pas acide. Lorsque la solution devienne acide, attendre et vérifier à nouveau que la réaction soit complète.
- Retirer l'erlenmeyer de la plaque d'agitation et retirer le barreau aimanté.
- Ajouter de l'eau déminéralisée et laisser décanter la solution.
- Vider le surnageant clair et centrifuger au moins deux fois afin de rincer correctement.

2.2.3.2) Elimination des sulfates

- Remplir l'erlenmeyer contenant la suspension argileuse d'eau chaude et laisser décanter.
- Vider le surnageant transparent, rincer au moins trois fois.
- Centrifuger au moins deux fois.

2.2.3.3) Elimination de la matière organique

- Mettre l'échantillon dans un erlenmeyer et sous légère agitation en ajoutant de l'eau oxygénée (H_2O_2 à 1N)
- Ajouter d'une façon continue l' H_2O_2 tant que l'effervescence se poursuit.
- Une fois l'effervescence s'arrête, rincer l'excès d' H_2O_2 avec de l'eau déminéralisée.
- Centrifuger au moins deux fois.



Figure 61 : échantillon préparé pour analyse de diffraction des rayons X méthode fraction argileuse.

2.3) Procédure du traitement et l'analyse des diffractogrammes

Quatre formes de diffractogrammes ont été produites sur deux types de matériaux naturels: les spectres sur poudres désorientées d'une part et d'autre part sur les agrégats orientés séchés à l'air libre (N), saturés à l'éthylène-glycol (E.G) et chauffés à 500°C (CH 500). Le traitement et l'analyse des diffractogrammes ont été, principalement, réalisés à l'aide du logiciel de type EVA 6.0 selon les étapes suivantes :

- Soustraction du bruit de fond (Background curvature : 0 ou 0,1) dû à l'instrument;
- Lissage du spectre afin de faire disparaître les aspérités dues à la haute résolution instrumentale (Smooth factor : 0,1) ;
- repérage automatique des pics caractéristiques (Peaksearch) correspondant aux espèces minérales des préparations. Une Base de Données minéralogique internationale a été consultée et a permis de détecter de façon automatique les minéraux présents dans chaque préparation. Au cas où un ou plusieurs pics ne sont pas attribués à un des minéraux de la Base de Données internationale, une recherche plus approfondie est menée sur les valeurs de ces pics dans d'autres documentations notamment la liste des 34 minéraux les plus fréquemment rencontrés et déterminables dans les spectres des poudres (COOK et al., 1975 ; Tableau 3).
- superposition des trois spectres classiques des préparations orientées (N, EG, CH500) permet, par l'observation à la fois de la forme, du nombre et de la position des réflexions, d'avoir une vision globale de l'échantillon en vue d'en déterminer aisément les minéraux argileux selon les positions des pics (001) et leurs harmoniques correspondants. Les positions de ces raies (001) des principaux minéraux argileux sont reprises dans le tableau n°58 (THOREZ J., 1976).
- La détermination des interstratifiés réguliers a consisté à identifier les pics dont la position, sur au moins un des trois essais, est intermédiaire entre celle des minéraux argileux simples. La position de la réflexion principale et ses variations après traitements permettent donc d'identifier la nature des feuillets qui composent le minéral (HOLTZAFFEL T., 1985).
- L'estimation semi-quantitative de l'abondance relative des minéraux identifiés dans chaque échantillon se fait par la règle de trois simple en multipliant les intensités mesurées (sur le spectre d'EG pour les préparations orientées) par un facteur correctif. Ce dernier tient à la fois compte de (COOK et al., 1975 ; THOREZ J., 1976 ; FAGEL N., 2004) :
- L'élargissement expérimental des réflexions qui affecte surtout les réflexions étroites (surface limitée);
- variations d'incidences du faisceau sur la préparation, surtout pour les petits angles où la surface analysée est grande.

Cette méthode semi-quantitative relative présente une précision estimée à $\pm 10\%$ (HOLTZAFFEL T., 1985)

2.4) Traitement des spectres et identifications des minéraux

2.4.1) L'argile totale (poudre désorientée)

La détermination qualitative des minéraux de l'argile totale est basée sur le repérage des réflexions principales (001), caractéristique de chaque minéral. Dans cette méthode (poudres désorientée) le diffractogramme fournit l'identification de tous les minéraux présents (quartz, feldspaths, oxydes et hydroxydes de Fe, carbonates, ainsi que les phyllosilicates, sans possibilité toutefois de bien différencier minéralogiquement les minéraux argileux.

Ainsi la présence de quartz, de feldspaths, de calcite, de dolomite, et des oxydes de fer est identifiée à partir des réflexions principales respectivement à 3,3 Å, 3,25 Å, 3,03 Å, 2,89 Å et 2,71 Å. La fraction totale regroupant minéraux argileux et phyllosilicates est détectée par la présence de raies vers 4,6 Å. Le tableau 2 fourni la liste des 34 minéraux les plus fréquemment rencontrés et déterminables dans les spectres des poudres (Cook et al., 1975).

L'estimation semi-quantitative est obtenue en appliquant à l'intensité mesurée un facteur correctif multiplicatif (Cook et al., 1975) (tableau 2). Les intensités corrigées sont sommées et le pourcentage relatif de chaque minéral est calculé par rapport à une somme ramenée à 100%.

Tableau 3 : Principaux minéraux déterminables dans les spectres des poudres

Minéraux	$2\theta^\circ$ (CuK α)	d (Å)	Facteur de correction
Amphibole	10,30-10,70	8,59-8,27	2,50
Analcite	15,60-16,20	5,68-5,47	1,79
Anatase	25,17-25,47	3,54-3,50	0,73
Anhydrite	25,30-25,70	3,52-3,46	0,90
Apatite	31,80-32,15	2,81-2,78	3,10
Aragonite	45,65-46,00	1,96-1,97	9,30
Augite	29,70-30,00	3,00-2,98	5,00
Barite	28,65-29,00	3,11-3,08	3,10
Calcite	29,25-29,60	3,04-3,01	1,65
Chlorite	18,50-19,10	4,79-4,64	4,95
Clinoptilolite	9,70-9,99	9,11-8,84	1,56
Cristobalite	21,50-22,05	4,13-4,05	9,00
Dolomite	30,80-31,15	2,90-2,87	1,53
Erionite	7,50-7,90	11,70-11,20	3,10
Goethite	36,45-37,05	2,46-2,43	7,00
Gypse	11,30-11,80	7,83-7,50	0,40
Halite	45,30-45,65	2,00-1,99	2,00
Hématite	33,00-33,40	2,71-2,68	3,33
Kaolinite	12,20-12,60	7,25-7,02	2,25
Feldspath-K	27,35-27,79	3,26-3,21	4,30
Magnétite	35,30-35,70	2,54-2,51	2,10
Micas	8,70-9,10	10,20-9,72	6,00
Montmorillonite	4,70-5,20	18,80-17,00	3,00
Palygorskite	8,20-8,50	10,70-10,40	9,20
Phillipsite	17,50-18,00	5,06-4,93	17,00
Plagioclase	27,80-28,15	3,21-3,16	2,80
Pyrite	56,20-56,45	1,63-1,62	2,30
Rhodochrochite	31,26-31,50	2,86-2,84	3,45
Quartz	26,45-26,95	3,37-3,31	1,00
Sépiolite	7,00-7,40	2,60-11,90	2,00
Sidérite	31,90-32,40	2,80-2,76	1,15
Talc	9,20-9,55	9,61-9,25	2,56
Tridymite	20,50-20,75	4,33-4,28	3,00
Gibbsite	18,00-18,50	4,93-4,79	0,95

2.4.2) Les lames des échantillons orientées

La détermination des minéraux argileux est basée sur la connaissance de la distance réticulaire des plans (001) ou de leurs harmoniques (002), (003), etc... qui sont des fractions entières de la distance basale (001).

Le tableau (Tableau.4) résume la position des réflexions principales et l'intensité des réflexions d'ordre supérieurs pour les différentes familles argileuses. En ne considérant que le spectre normal, certains minéraux ne sont pas dissociables.

Tableau 4 : Tableau de diagnose (Eslinger&Peaver, 1988).

Spacings in A, and intensities for preliminary identification of clay minerals							
Minerals	d (001)	Intensity of (00L)			4	5	d (060)
		L = 1	2	3			
Kaolinite group	7.15-7.20	100	90	15	10	4	1.489
Mg-serpentine	7.25-7.35	100	100	-	20	20	1.536-1.540
Fe-serpentine	7.04	100	100	-	-	5	1.555
Berthierine							
Pyrophyllite	9.20	80	30	100	5	10	1.493
Talc	9.35	vs	w	s	vw	m	1.527
Smectites							
(dioctahedral)			variable				1.49-1.50
(trioctahedral)			variable				1.52-1.54
Vermiculite	14.3	100	10	15	30	40	1.541
Muscovite	10.0-10.05	>100	55	>100	20	75	1.499
Phlogopite	10.0-10.05	>100	20	>100	30	65	1.538
Biotite	10.0	100	20	90	10	10	1.530
Celadonite	9.95	50	-	70	-	10	1.510
Glaucosite	9.95	100	-	60	-	20	1.511
Paragonite	9.62	30	20	100	-	30	1.481
Chlorites	14.15-14.35	70	100	50	80	30	1.549
(magnesian)							
Chlorite (iron-rich)	14.10-14.25	20	100	20	50	10	1.560

Sepiolite d(110) = 12.1-12.3, I=100; d(131) = 4.30, I = 25-40
Palygorskite d(110) = 10.4-10.5, I = 100; d(121) = 4.25, I = 10-30
(after Brown and Brindley, 1980)

Ainsi, l'illite est détectée par la présence de raies à 10 Å, 5 Å et 0,34 Å qui correspondent aux réflexions (001), (002) et (003) d'une phase illitique non affectée par le traitement à l'éthylène-glycol et le chauffage à 550°C (Brindley & Brown, 1980). La kaolinite est mise en évidence par la présence de réflexions (001) et (002) à 7,15 Å et 3,5 Å à l'état naturel, non modifiées par le traitement à l'éthylène-glycol, mais qui disparaissent après un chauffage à 550°C, (déshydroxylation de la kaolinite).

La composante smectitique est diagnostiquée par la présence, dans le diffractogramme glycolé, d'une réflexion (001) développée aux environs de 17 Å, qui s'établit vers 10 Å après chauffage à 550°C, par départ de l'eau interfoliaire.

La chlorite est détecté par sa réflexion à 14 Å dans le diffractogramme naturel et/ou glycolé et peut être confirmée par la réflexion (003) à 4,7 Å dans le diffractogramme glycolé. L'intensité de la réflexion à 14 Å peut augmenter ou diminuer lors du chauffage, en relation avec son degré de dégradation.

Les tableaux 5 donnent les effets des traitements N, EG, CH sur les principales espèces argileuses.

Tableau 5 : Effet des traitements sur la position des réflexions (Thorez, 1986).

MINERAL	SYMBOL	d-spacing in Å														
		7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17				
Kaolinite	K	N EG														
Chlorite	C												N EG 500			
Swelling Chlorite	C _g												N 500		EG	
Illite	I				N EG 500											
Smectites (Montmorillonites)	M				500		N ←						→ N			EG
Vermiculite	V				500								N EG			
Palygorskite	PAL				N EG 500											
Sepiolite	SEP				500		N EG									

Values of the basal reflection, in d(Å), for the current clay minerals, after the classical identification essays (N = natural, untreated sample ; EG = ethylene glycol ; 500 = heating to 500°C).

Les tableaux 6 et 7 donnent la position des réflexions (001) et l'évolution en fonction des traitements pour des interstratifiés réguliers.

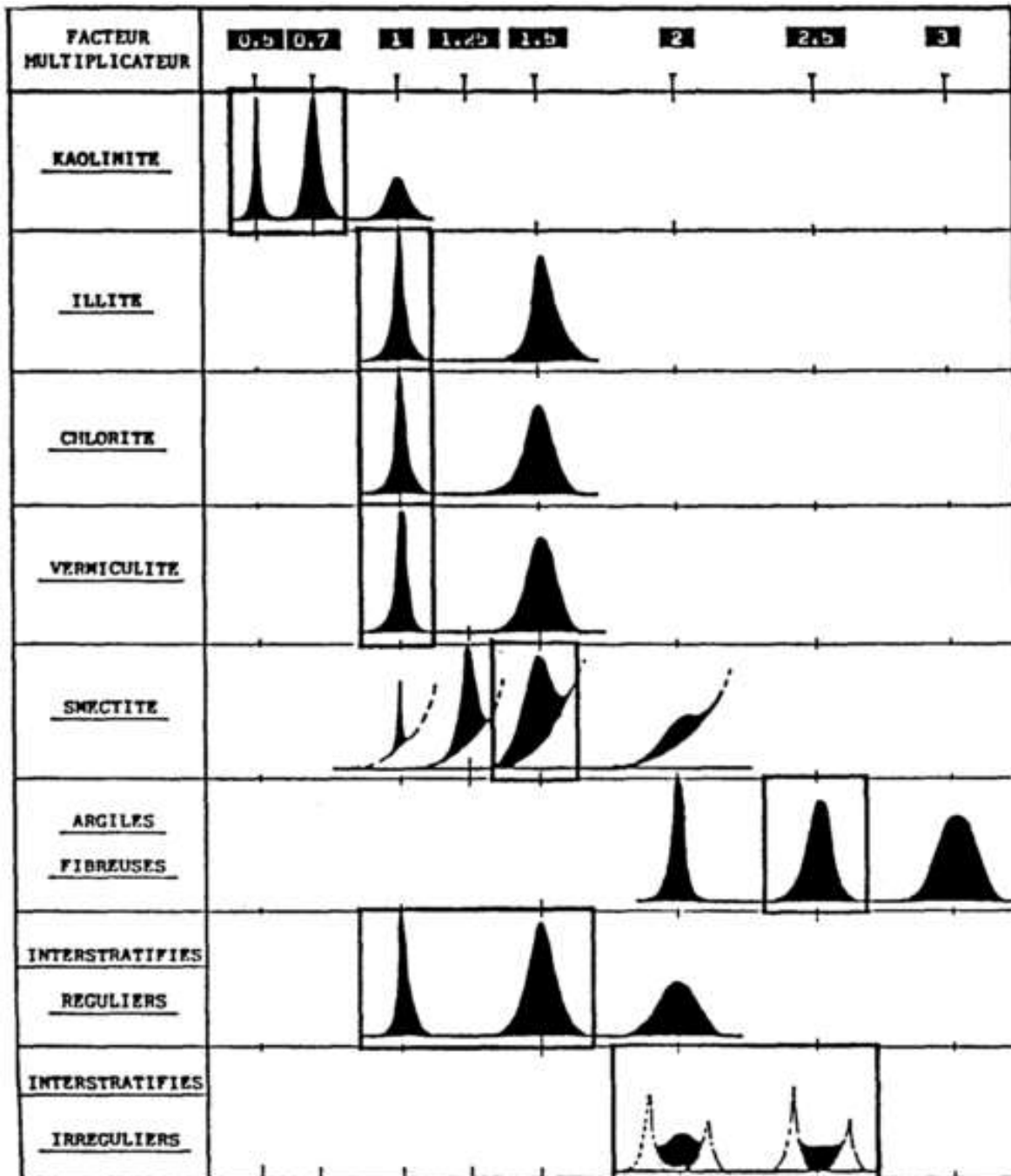
Tableau 6 : Effets des différents traitements sur les minéraux argileux interstratifiés (Thorez, 1986).

MINERAL	d(002) in Å	10	11	12	13	14	15	16	17
(I-C)				N EG 500					
(I-C _g)				N 500		EG			
(I-V)		500		N EG					
(I-M)		500			— N —			EG	
(C-V)				500		N EG			
(C-M)				500		— N —		EG	
(C-C _g)						N 500		— EG —	
(V-M)		500			— N —			EG	
(V-C _g)				500		N		EG	
(C _g -M)				500		N			EG

Position in Å and behaviours of the (002) reflection in some of the main types of regularly interstratified minerals after glycolation and heating to 500°C.

Une analyse semi-quantitative basée sur la hauteur de pics et la cristallinité a été effectuée pour les minéraux principaux. L'abondance relative de chaque minéral identifié est estimée semi-quantitativement en multipliant l'intensité mesurée (après glycolage) par un facteur correctif tenant en compte la forme du pic et donc l'état de cristallisation du minéral (Holtzapffel, 1985; Fagel et al., 2007).

Tableau 7 : Estimation semi-quantitative : Facteur correctif à appliquer aux intensités mesurées (Holtzapffel, 1985).



3) Analyse thermo-gravimétrique (ATG) et analyse thermique différentielle (ATD)

L'analyse thermo-gravimétrique (ATG) est basée sur la mesure de la perte de masse d'un matériau en fonction de la température, permettant ainsi l'étude des transformations internes, comme les transferts de masses associés à des réactions chimiques de déshydratation et déshydroxylation et une libération ou une absorption d'énergie. La mesure se fait avec une balance de très haute précision. La courbe de la figure 62 comporte différents paliers correspondant à la perte des différents types d'eau : Cité par (Fagel, 2015)

- Perte de l'eau adsorbée, généralement vers 80-90°C, correspondant à une perte en poids de 1% ;
- Perte de l'eau zéolitique, c'est à dire l'eau comprise dans les canaux des argiles fibreuses, il s'agit d'une quantité fixée et limitée se produisant vers 100-150°C ;
- Perte de l'eau adsorbée dans l'espace interfoliaire, disposée en 1 ou 2 couches, vers 100-200°C ;
- Perte des ions OH de la structure (eau cristalline), débutant à partir de 500°C.

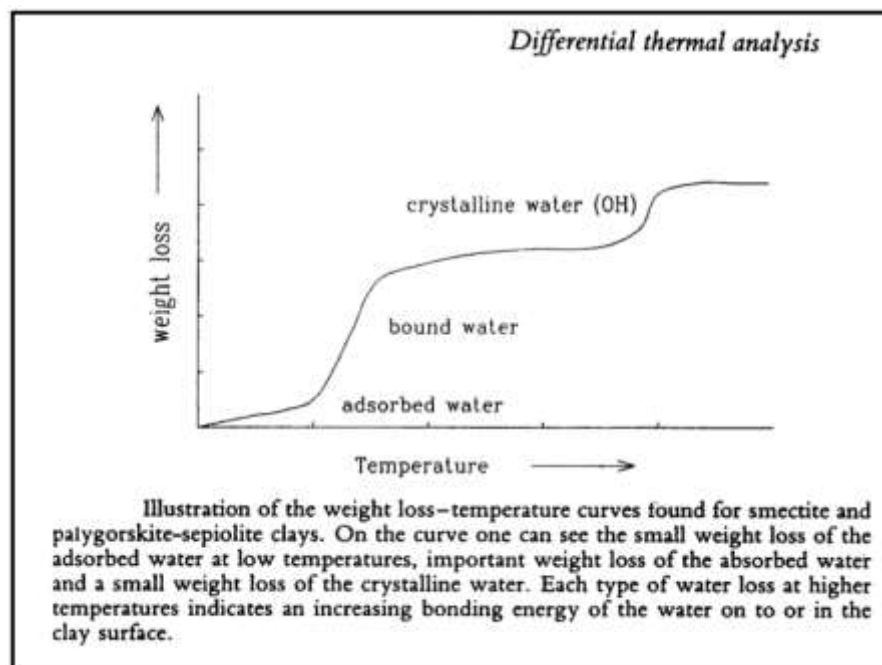


Figure 62 : Courbe de perte en poids lors d'une analyse thermo-gravimétrique (Velde, 1992).

L'analyse thermique différentielle est basée sur les réactions thermiques qui se produisent lorsqu'un minéral est chauffé (Figure 63). Les variations de températures sont reportées en fonction du temps et de la température. La courbe enregistre les pertes d'eau (réactions endothermiques généralement, (-) sur la figure 63) mais aussi les recristallisations et les recombinaisons (réactions exothermiques, (+) sur la figure 63). Cité par (Fagel, 2015)

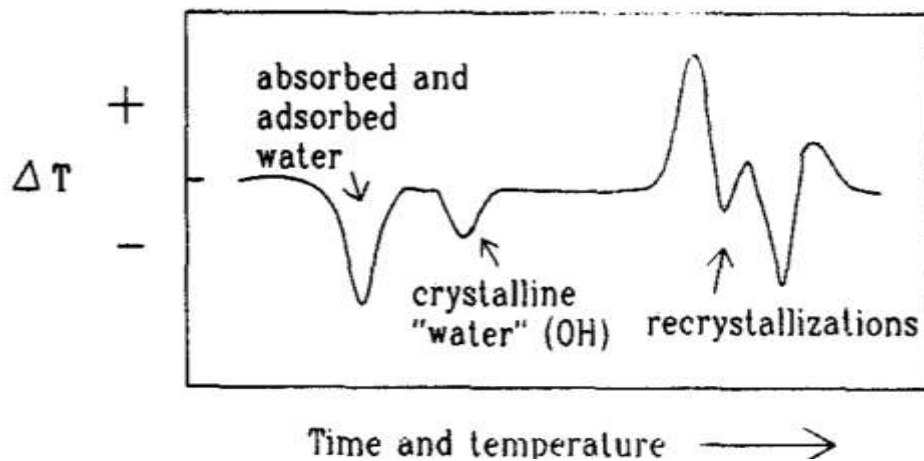


Figure 63: Mesure des variations de la température lors d'une analyse thermique différentielle (Velde, 1992).

Les mesures ont été effectuées sur un appareil ATD-ATG, mesures couplées, de type TGA 2000 brand (Département de Géologi, AGE, université de Liège, Belgique). (Figure 64)



Figure 64 : TGA 2000 brand.

Le matériau à étudier est placé dans une coupelle en platine, les quantités utilisées varient de 0,5 à 30 mg. Le taux de chauffe est de 5°C.min⁻¹. Le gaz vecteur est l'argon. Les tableaux 8 et 9 résument les données DTA (tableaux 8) et TGA (tableaux 9) pour différentes argiles.

Tableau 8 : ATD (Eslinger&Peaver, 1988).

Thermal Data for Selected Minerals				
Mineral	Weight Loss 300-1000°C	Converted Constituent	Reaction	DTA Differential Thermal Peak (°C)
Kaolinite	14%	OH-Al	- dehydroxylation	- 550 - 600
Dickite	14%	OH-Al	- dehydroxylation	- 680 - 700
Nacrite	14%	OH-Al	- dehydroxylation	- 680 - 700
Serpentine	14%	OH-Mg	- dehydroxylation	- 650 - 820
Illite	5%	Adsorbed H ₂ O	- dehydration	- 150 - 160
		OH-Fe,Al	- dehydroxylation	- 500 - 800
		OH-Mg	- dehydroxylation	- 900 - 920
Montmorillonite	5%	Adsorbed H ₂ O	- dehydration	- 100 - 250
		OH-Al	- dehydroxylation	- 670 - 710
		OH-Mg	- dehydroxylation	- 850 - 900
Nontronite	5%	Adsorbed H ₂ O	- dehydration	- 150 - 170
		OH-Fe	- dehydroxylation	- 500 - 600
Chlorite	14%	OH-FE	- dehydroxylation	- 250 - 550
		OH-Al	- dehydroxylation	- 500 - 750
		OH-Mg	- dehydroxylation	- 650 - 850

Tableau 9 : ATG (Eslinger&Peaver, 1988).

TGA analyses				
<i>Weight loss (%)</i>				
	<i>10–20°C</i>	<i>200–300°C</i>	<i>500–600°C</i>	<i>>600°C</i>
Smectites				
Montmorillonite	}	3	4	–
Beidellite				
Nontronite				
Saponite				
Stevensite				
Vermiculite	6	2	4	–
Sepiolite	}	2–4	2–3	–
Palygorskite				
Mica-like				
Illite	1	2	5	–
Glauconite	2	3	12	–
Kaolinite				
Kaolinite	1	–	14	–
Halloysite	7	–	13	–
2:1 + 1 chlorite	–	–	–	8–12
Berthiérine	}	–	–	8–12
Chamosite				
Talc	–	–	–	6
Pyrophyllite	–	–	5	–

4) Analyse chimique par fluorescence X (XRF)

La spectrométrie par fluorescence X ou XRF est une technique analytique permettant d'obtenir des analyses quantitatives élémentaires des échantillons solides et liquides. L'échantillon est bombardé par des photons émis d'un tube à rayon X. Des électrons appartenant aux couches internes des atomes sont alors éjectés. Il s'agit de la phase d'absorption du rayonnement primaire. Les atomes de la matière ainsi ionisés par leur électron 'manquant' se trouvent en état instable. Les couches internes de ces atomes se réorganisent afin de tendre vers un état plus stable. Les électrons des couches plus externes supérieures comblent les couches internes insaturés, il s'agit de la phase d'émission (faisceau de rayon X secondaire émis). Cette relaxation électronique libère une énergie sous la forme d'un photon caractéristique pour chaque atome et pour chaque transition de chaque atome. Du flux de photons reçus, l'analyseur peut aussi déduire en temps réel la concentration correspondante. Lorsque les photons sont traités séquentiellement, il s'agit d'une analyse

dispersive en énergie. La spectrométrie par fluorescence X est une technique analytique non destructive.

L'analyse chimique des éléments majeurs a été réalisée sur perle de Li à l'aide d'un spectromètre ARL 9400 XP XRF (URPGE, Université de Liège).

5) La Microscopie Electronique à Balayage (MEB) :

La microscopie électronique à balayage MEB, ou « Scanning Electron Microscopy » SEM, est une technique puissante d'observation de la topographie des surfaces. Cette technique est fondée principalement sur la détection des électrons secondaires émergents de la surface sous l'impact d'un très fin pinceau d'électrons primaires qui balaye la surface observée. Elle permet d'obtenir des images avec un pouvoir séparateur souvent inférieur à 5 nm et une grande profondeur de champ. Cette technique donne des informations sur le relief de l'échantillon, la morphologie des grains et leur agencement.

L'échantillon est placé dans le porte échantillon et calé au moyen de mastic, et sa position est soigneusement repérée afin de connaître la trace du plan horizontal sur les sections verticales. On pulvérise ensuite sous vide une fine couche d'or sur la section et l'on relie l'échantillon au bord de la porte échantillon, car celui-ci se charge sous l'impact des électrons.

On a utilisé dans ce travail le microscope électronique à balayage JEOL JSM-U3 du CRAPC Alger. L'ordinateur associé permet de visionner toute la surface de l'échantillon et de choisir une plage représentative. (Figure 65)



Figure 65 : Photos du Microscope Electronique à Balayage MEB type JEOL JSM-U3 (CRAPC ALGER).

6) Mesure de gonflement libre:

6.1) Méthode de mesure:

Les essais géotechniques adoptent en général deux approches pour estimer les propriétés de gonflement d'un sol, la première approche consiste à étudier la fraction argileuse dans le sol et à considérer que cette fraction est principalement responsable du gonflement/retrait. Les essais utilisés dans cette première approche sont :

- Analyse granulo-sédimentométrique : la détermination de la fraction argileuse ;
- Essai au bleu : détermination de l'activité de la fraction argileuse ;
- Les limites d'Atterberg : détermination des paramètres mécaniques intrinsèques.

La deuxième méthode consiste à étudier un aspect du comportement mécanique du sol vis-à-vis du retrait/gonflement. Nous disposons d'essais de caractérisation du gonflement du sol. Ils utilisent l'appareil de l'essai œdométrique mais dans ce cas, le sol est libre de gonfler lors de son humectation. Ces essais sont au nombre de quatre et permettent chacun de déterminer un paramètre de caractérisation géotechnique, l'échantillon de sol étant testé après avoir été remanié ou laissé dans son état naturel selon les cas :

- Essai de gonflement libre : il s'agit de l'essai le plus simple. Il consiste en un essai œdométrique « inversé », c'est à dire que l'échantillon de sol est soumis à une imbibition, ce qui entraîne son gonflement. Lors de cet essai, on peut observer une modification de l'arrangement des particules argileuses avec l'augmentation de la teneur en eau, c'est ce qui produit le gonflement du sol. Lorsque celui-ci est stabilisé, on procède à la charge de l'échantillon qui va alors tasser jusqu'à retrouver sa hauteur initiale pour une charge définie comme la pression de gonflement.
- Essais de gonflement en parallèle : cet essai offre un gain de temps par rapport au précédent car il se déroule sur plusieurs éprouvettes simultanément. En effet, celles-ci sont toutes sollicitées différemment et sont ensuite humidifiées. Il en résulte une augmentation de volume si la charge est inférieure à la pression de gonflement, ou bien encore un tassement de l'échantillon si la charge est trop importante. Le problème réside essentiellement dans le fait d'avoir des échantillons identiques pour pouvoir comparer les résultats obtenus. Pour cela, on a généralement recours à des éprouvettes de sol remanié et préalablement compacté. Cette méthode reste toutefois un bon indicateur du comportement réel du sol car on peut lui appliquer des conditions proches de celles de la réalité, en particulier au plan de la préconsolidation. Dans cet essai, la charge appliquée à l'éprouvette est constante.
- Essai à volume constant : cet essai prend le volume de l'échantillon en le maintenant constant dans un œdomètre. Pour ce faire, la charge se fait par très petits paliers successifs en compensant le gonflement dû à la réhumidification. La charge est donc toujours celle de la pression de gonflement. Cette méthode, bien que fournissant des résultats intéressants n'est que peu utilisée. Cela est essentiellement dû à son temps de réalisation, car le chargement est très lent, ainsi qu'à la difficulté qu'il y a pour obtenir un équilibre entre la pression de gonflement et la charge appliquée.
- Essai de Huder-Amberg : la procédure de Huder-Amberg (essai recommandé par la Société Internationale de Mécanique des Roches et par l'AFTES) consiste à exercer sur l'échantillon de sol un cycle de charge/décharge préliminaire pour diminuer les effets du remaniement et avoir un échantillon le plus proche de l'état initial. L'essai est ensuite réalisé avec un chargement mécanique puis une humidification qui entraîne son gonflement ou son retrait. Si l'éprouvette gonfle, on la décharge pour étudier l'évolution de son gonflement. Malheureusement, la durée des paliers (de quelques semaines jusqu'à un mois pour les matériaux de très faible perméabilité) créent souvent des temps

d'essais bien trop longs. Le résultat de cet essai est l'obtention d'un coefficient de gonflement (C_g) qui est un bon indicateur de potentialité de mouvement du sol.

Généralement, trois notions caractérisent le gonflement, elles sont néanmoins très largement utilisées. Ces notions ne sont pas considérées comme des caractéristiques intrinsèques du matériau gonflant et ne peuvent pas recevoir de définition objective, car elles dépendent des conditions dans lesquelles se déroule le gonflement. Ces notions sont :

- Pression de gonflement (P_g) : peut être définie comme l'état de contrainte à exercer pour maintenir le volume constant pendant l'imbibition sans distorsion jusqu'à sa saturation complète.
- Le potentiel de gonflement (ϵ_g) : est la déformation maximale ($\Delta h/h$) que provoque l'imbibition de cet élément soumis à un état de contrainte nulle ou quasi-nulle jusqu'à sa saturation complète.
- L' coefficient de gonflement (C_g) : traduit l'importance de la déformation de gonflement induit par un déchargement par rapport à un état de contraintes donné. La déformation par gonflement est obtenue au bout d'un temps d'équilibre.

Notre travail est basé seulement sur la détermination de la pression de gonflement qui est obtenu sur la base des essais œdométriques selon la norme NF P P 94-091.

Des essais de gonflement libre ont été menés sur des échantillons naturels et traités aux liants hydrauliques. La pression de gonflement est déterminée par la méthode de gonflement libre, après montage de l'éprouvette dans une cellule œdométrique, elle est soumise au processus d'imbibition sous une contrainte correspondant au poids du piston variant entre 0,7 et 6,3 KPa (figure 66). Les déformations verticales sont mesurées, la déformation maximale rapportée à la hauteur initiale correspond au potentiel de gonflement. Une fois la déformation du gonflement stabilisée, le chargement s'effectue de manière progressive, par paliers, selon un taux de chargement choisi. La pression de gonflement correspond à la charge qu'il est nécessaire d'appliquer pour ramener l'éprouvette à sa hauteur initiale. Le tableau 10 présente la classification du potentiel de gonflement d'après Chen (1988).

Tableau 10 : Potentiel de gonflement d'après Chen (1988)

P<74 μ m	WL (%)	Pression de gonflement	Potentiel de gonflement
>95	>60	10	Très élevé
60-95	40-60	2.5-5	Elevé
30-60	30-40	1.5-2.5	Moyen
<30	<30	<0.5	Faible

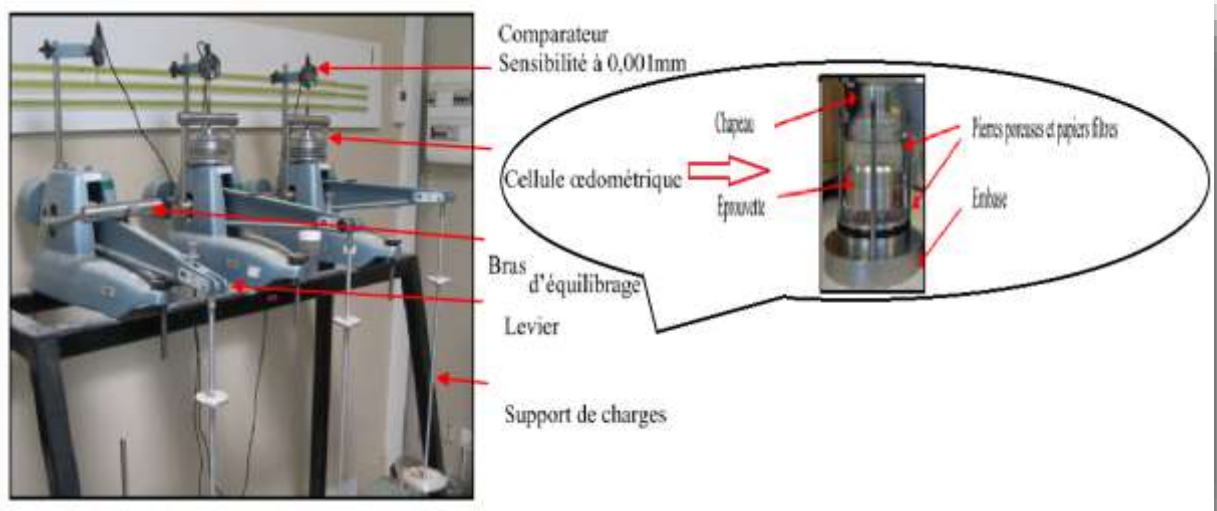


Figure 66 : Dispositif expérimental pour l'essai Oedométrique.

6.2) Protocole de préparation des échantillons :

6.2.1) La chaux

La chaux utilisée dans cette étude est la chaux vive commerciale (CaO) produite par une usine locale algérienne. Il se compose essentiellement de CaO avec d'autres impuretés comme la montre la diffraction des rayons X (DRX) (figure 67).

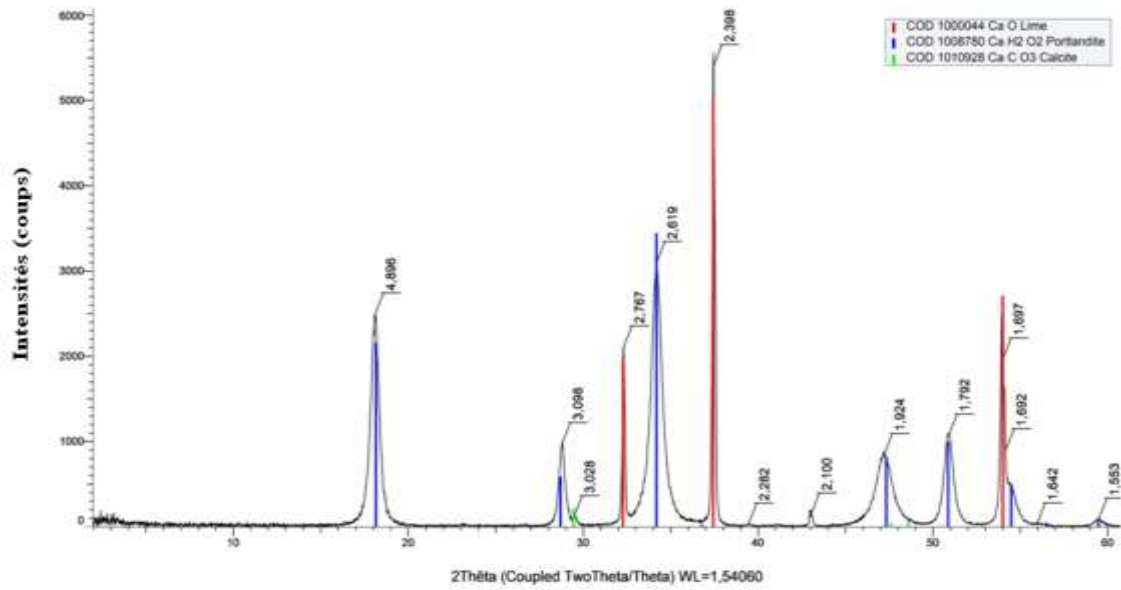


Figure 67 : Diagrammes de diffraction des rayons X de la chaux vive utilisée.

6.2.2) Le ciment

Le ciment utilisé est le ciment Portland composé (CPJ - CEMII / A 42,5 avec un minimum de 65% de clinker), fabriqué à la cimenterie d'Ain Touta W/Batna et disponible sur le marché. Les diffractogramme des rayons X du ciment utilisé est présenté sur la (figure 68).

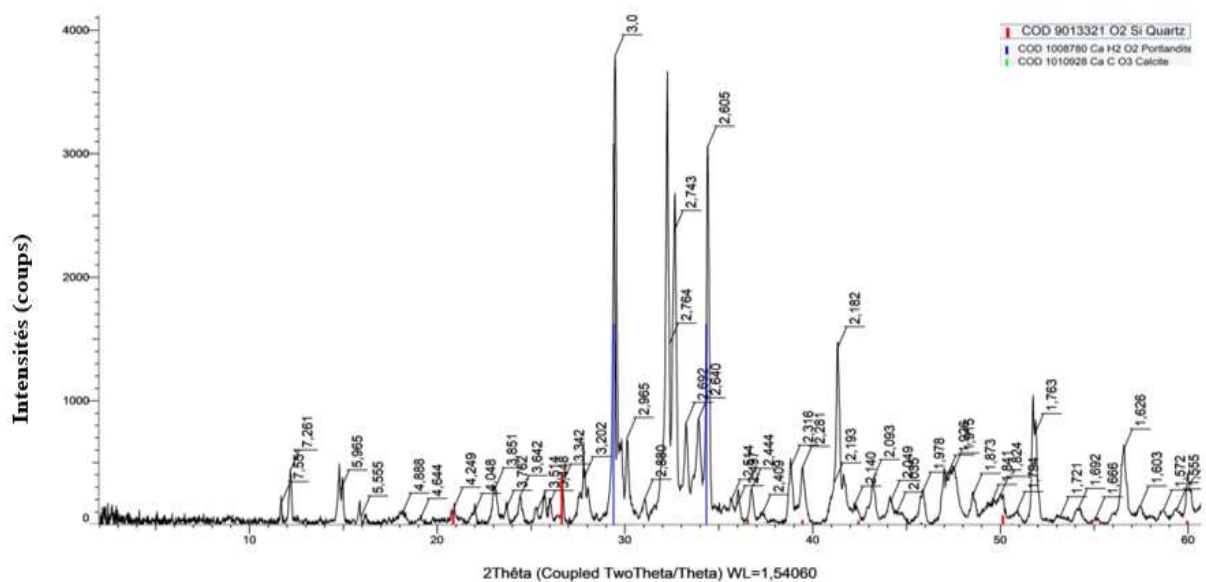


Figure 68 : Diagrammes de diffraction des rayons X du ciment utilisé.

- Dans le cas des matériaux traités, la quantité de l'additif (ciment, chaux ou bien lait de chaux) correspondant au dosage considéré est ajoutée au matériau préalablement humidifié. Le mélange est malaxé. La quantité de l'additif à introduire est calculée selon l'expression suivante:

$$\% \text{ de liant hydraulique} = \frac{\text{masse de l'additif}}{\text{masse de l'additif} + \text{masse sèche de sol}} \quad (\text{eq.6}) \quad (\text{Lasledj, 2009})$$

- Dans le cas des matériaux traités, le mélange obtenu après malaxage est mis en repos dans un sac hermétique pendant 1 heure à température ambiante.
- Les éprouvettes pour essais de gonflement libre à l'œdomètre sont réalisées par technique de compactage statique par presse de 50 kN à une vitesse lente de 2 mm/min. (Figure 70)

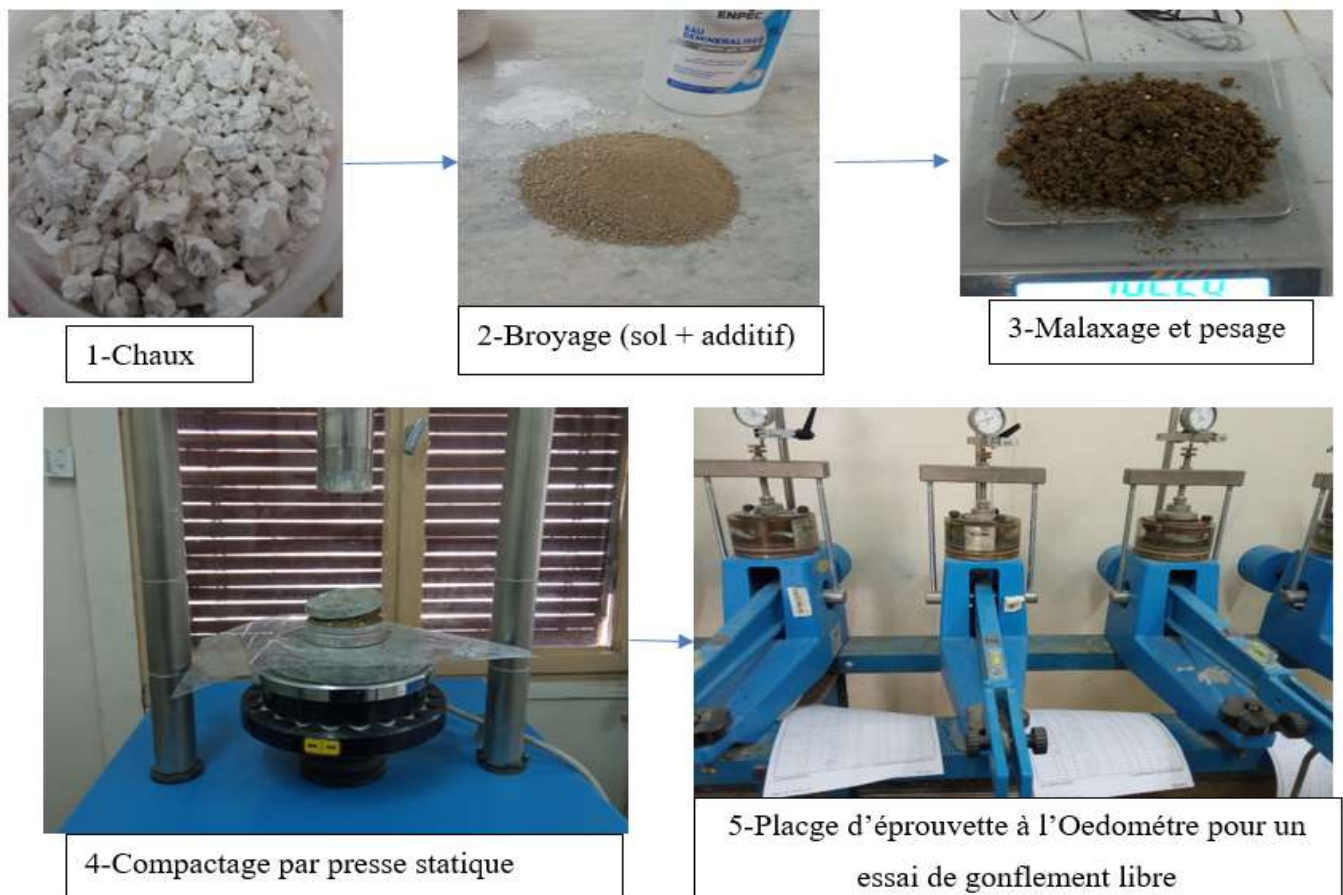


Figure 70: Préparation des éprouvettes pour un essai de gonflement libre.

- Immédiatement après le malaxage de l'argile et de liant hydraulique, on procède à la fabrication des éprouvettes pour les essais de gonflement. Ces éprouvettes sont ensuite protégées par un film de paraffine avant d'être stockées à 20°C pendant 28 jours.

6.2.5) Confection des éprouvettes

Les éprouvettes de matériaux non traités et traités aux liants hydrauliques, ont été confectionnées par compactage à des conditions proches à son état naturel.

Dans un moule cylindrique de volume connu (70 mm de diamètre, 19 mm de hauteur), une masse de matériau correspondante au volume du moule est introduite. La masse est calculée selon la formule suivante :

$$M = \rho_d \times V \times [1 + W] \quad (\text{eq.7})$$

Où ρ_d est la densité sèche du matériau, V le volume de l'éprouvette et W la teneur en eau naturelle du sol.

Le matériau est ensuite compacté à l'aide d'une presse CBR par compression axiale avec une vitesse de compactage de 2 mm/min.

Après compactage, les éprouvettes sont conditionnées dans du film plastique et du papier aluminium avant d'être stockées à 20°C pendant 28 jours. Ces conditions permettent à la fois de maintenir constante la teneur en eau des éprouvettes et d'éviter les contacts avec l'air.

7) Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons présenté l'ensemble des essais expérimentaux : minéralogiques, microscopiques et géotechniques, réalisés sur les échantillons non traités et traités aux liants hydrauliques pour évaluer l'effet des liants hydrauliques sur le comportement de gonflement et sur l'évolution physico-chimique de ces sols gonflants.

Plusieurs techniques ont été utilisées dans ce travail pour déterminer les propriétés physico-chimiques et géotechniques des sols non traités et traités aux liants hydrauliques : La diffraction des rayons X (DRX) pour déterminer la minéralogie des sols, l'analyse thermogravimétrique (ATG) et analyse thermique différentielle (ATD) pour suivre le comportement thermique des sols, l'analyse chimique par fluorescence X ou XRF pour estimer leur composition chimique, la microscopie électronique à balayage MEB pour obtenir des informations sur le relief de l'échantillon, la morphologie des grains et leur agencement et des essais de gonflement libre à l'Oedomètre pour déterminer la pression de gonflement des sols non traités et traités.

Troisième chapitre : caractérisation des matériaux étudiés

1) Introduction

L'argile est un sol d'assise pour un grand nombre de constructions, donc la construction sur les sols argileux présentant une sensibilité particulière au phénomène retrait-gonflement provoque des dégâts matériels importants à travers le monde.

Les phénomènes de retrait-gonflement provoqués par la variation de la teneur en eau des sols argileux peuvent produire des désordres sur les ouvrages et les constructions de génie civil. Dans les régions, de N'gaous, de Boumagueur (Wilaya de Batna) et de Zorg (Wilaya d'Oum El-Bouaghi), la présence des formations argileuses (marne d'âge Miocène) a conduit la sensibilité de ces régions à ce type de phénomène (retrait-gonflement).

Les résultats des essais de caractérisation réalisés sur ces formations, d'un point de vue géologique, géotechnique, minéralogique et microscopique sont présentés dans ce chapitre.

2) Contexte géographique :

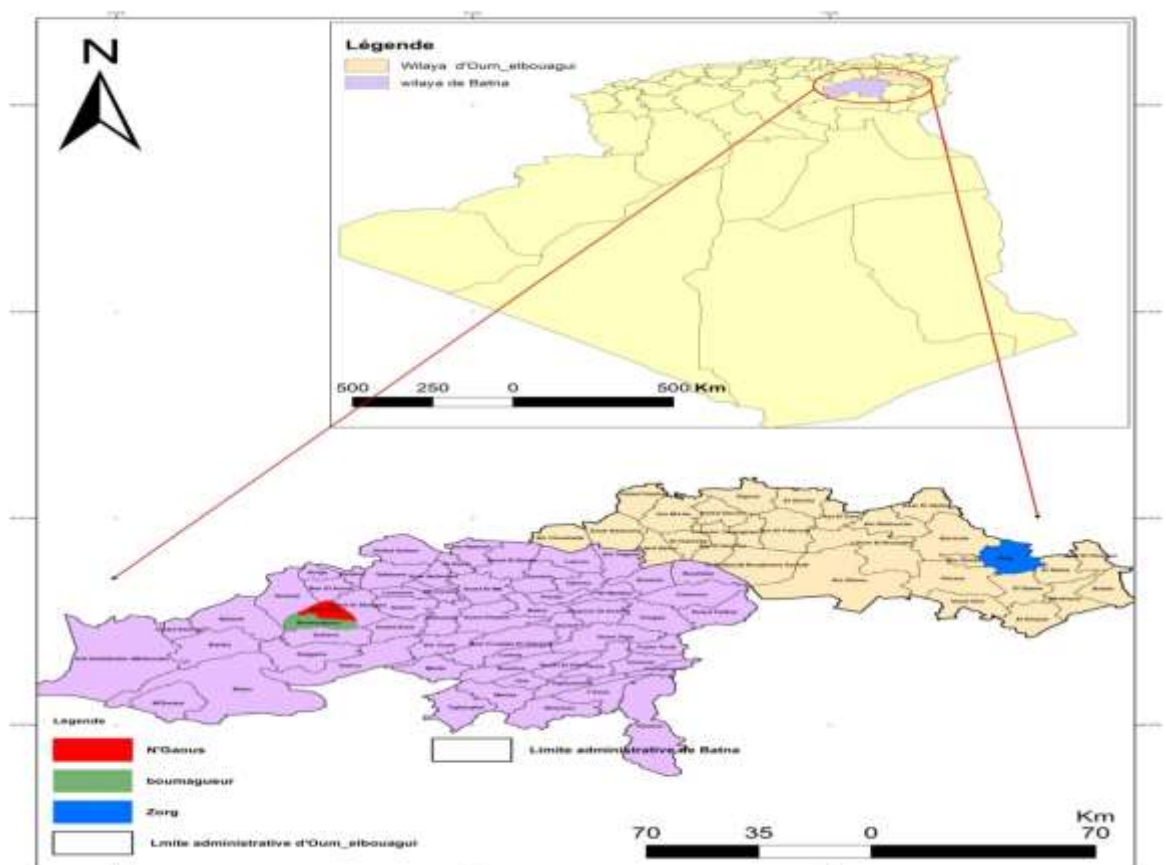


Figure 71: Situation géographique des sols prélevés.

2.1) Région de N'gaous:

La région de N'gaous est une commune de la Wilaya de Batna (Algérie), située à 31 km au Nord-Est de Barika et à 92 km au Sud-Ouest du chef-lieu de la Wilaya de Batna, limitée par les méridiens $5^{\circ},35'$ et $5^{\circ},38'$ et les parallèles $35^{\circ},32'$ et $35^{\circ},36'$. Sa bordure Nord est limitée par la Daïra d'Ouled Si Slimane et Ras El Aioun, au Sud par la Daïra de Seggana, à l'Ouest par Djebel Djezzar et à l'Est par la commune d'Ouled Aouf (Daïra AinTouta) (figure 71).

Le site sur lequel il a été procédé au prélèvement de nos échantillons se trouve au centre-ville de la commune de N'gaous, limitée par les logements d'habitations et la Route RN 78 reliant N'gaous et Ras El Aioun à l'Ouest, par l'hôpital de N'gaous au Nord, à l'Est par une forêt et au sud par un cimetière. Dans ce site, on a choisi un échantillon (N1).

2.2) Région de Boumageur

Boumageur est une commune de la wilaya de Batna en Algérie, située à 5 km au sud de la daïra de N'Gaous et à 85 km à l'ouest de wilaya de Batna. Elle est comprise entre les latitudes $35^{\circ}31'$ et $35^{\circ},33'$ et longitudes $5^{\circ},33'$ et $5^{\circ},36'$ (figure 71).

Le terrain faisant l'objet de cette étude est situé au lieu appelé El-Guarnoug dans la commune de Boumaguer sur lequel on a choisi un échantillon (Boum 2).

2.3) Région de Zorg

La commune de Zorg fait partie des hautes plaines constantinoises, se trouve à 47Km au Nord-Est de la Wilaya d'Oum El Bouaghi, elle est située entre les méridiens $7^{\circ},28'$ et $7^{\circ},33'$ et les parallèles $35^{\circ},45'$ et $35^{\circ},48'$. Limitée géographiquement au Nord par la Wilaya de Souk Ahras, au Nord-Ouest par la commune de Berriche, au Sud par les commune Djazia et Fkirina, à L'Est et au Sud Est par la commune de Rahia et à l'Ouest par la Daïra de Ain Beida (figure 71).

Le site sur lequel nous avons focalisé notre étude se trouve au niveau de la commune de Zorg à côté du projet du centre de regroupement sportif (en cours de réalisation), limité au Nord par la route RN10 reliant Ain Beida à Meskiana, à l'Est par des anciennes constructions, à l'Ouest par le projet du centre de regroupement sportif et au Sud par des terrains vagues. Dans ce site, on a aussi choisi un échantillon (OMB3).

3) **Caractéristique géologique :**

3.1) **Région de n'gaous :**

La région de N'gaous appartient au domaine externe aux séries de l'avant pays autochtone plissé dans la partie occidentale des monts de Bellezma. Ces derniers ferment à l'Est le Bassin du Hodna dans la zone de convergence de l'Atlas Saharien prolongé par les Aurès au Sud, et de l'Atlas Tellien prolongé par les Monts du Hodna au Nord.

D'après la carte géologique 1/50000 de N'gaous et sa notice établie par (Bellion, 1976) avec collaboration de Ballais pour le Quaternaire et R Guiraud, on peut établir un aperçu stratigraphique de la région (Figure 72) comme suit :

3.1.1.1) Le tertiaire

Le miocène débute par des assises rouges anté-burdigaliennes peu épaisses atteignant 40 m au maximum composées de poudingues et marnolites rouge. La meilleure coupe s'observe à l'Ouest du Kef Fercha. Ces formations sont surmontées par des calcaires conglomératiques, des marnes gréseuses, relevées à l'Ouest du Kef Fercha en rive droite de l'Oued Saboun, son épaisseur atteint les 100 m. Le miocène se termine par des marnes brunes à rougeâtres sableuses (300 m), riches en gypse. Cette série affleure au flanc sud du Djebel Guetiane.

3.1.1.2) Quaternaire :

L'origine du Quaternaire de la région de N'gaous résulte de la présence d'un dépôt des niveaux détritiques (glacis, cône et terrasses). Les dépôts détritiques représentent une grande diversité dans leur âge et leur contenu, généralement, ces dépôts représentant des glacis cônes et des terrasses, composés essentiellement de graviers, sables, et galets.

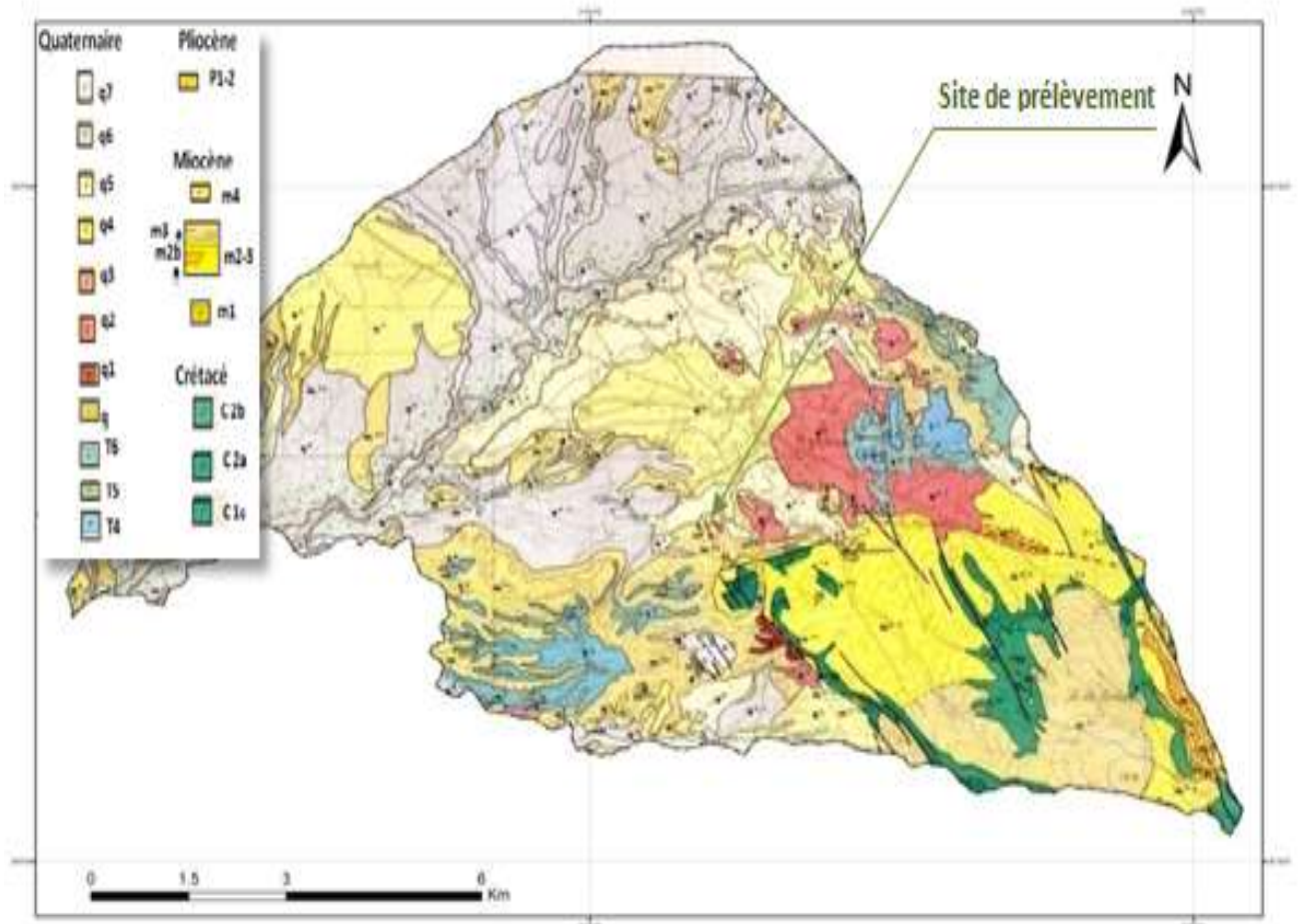


Figure 72: Extrait de la carte géographique de N'Gaous (1/50000(d'après Bellion, 1976)

Concernant la formation argileuse étudiée, elle affleure à la surface de la région par une couleur verte (marne verte de miocène m^{3b}) feuilletée et peu compacte à la profondeur avec la présence parfois des concrétions gypseuses (Figure 73). La sensibilité de ce type de formation géologique au phénomène retrait-gonflement à l'origine des désordres et des fissurations importantes de plusieurs constructions, ce qui oblige les responsables à trouver des solutions rapides et à prendre les mesures nécessaires pour réduire les effets de ce phénomène sur les constructions et les ouvrages.



Figure 73: Photos prise sur site.

3.2) Région de Boumagueur:

D'après la carte géologique 1/50000 de N'gaous et sa notice, nous constatons que les formations géologiques se trouvant dans la région de Boumagueur s'échelonnent du miocène au Quaternaire : (Figure 74)

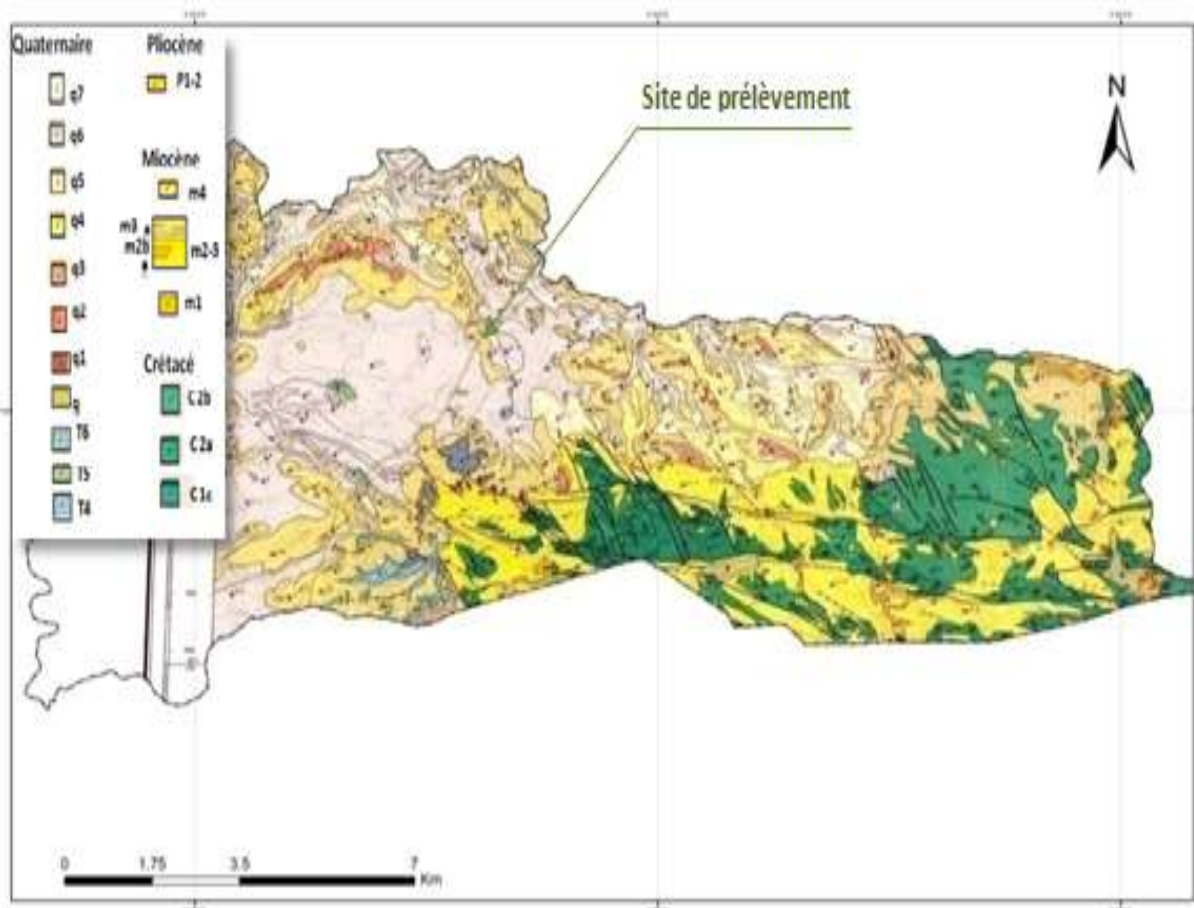


Figure 74: Extrait de la carte géologique de N'Gaous (1/50000 d'après Bellion, 1976)

- Miocène: débute par des assises rouges composées de poudingues et marnolites rouge. Ses formations sont surmontées par des calcaires conglomératiques, des marnes gréseuses. Le miocène se termine par des marnes brunes à rougeâtres sableuses, riches en gypse.
- Quaternaire : l'origine de Quaternaire de la région résulte de la présence de deux grands dépôts : les travertins de source d'origine chimique qui sont bien développés dans cette région, caractérisés par des compositions et des encroûtements très variables, et une diversité dans les couleurs. Les dépôts détritiques, ils représentent une grande diversité dans leurs âges et leurs contenus, ils sont généralement des dépôts de cônes glaciaires et terrasses. Ces dépôts sont composés essentiellement de galets, brèches, sables, limons, argiles sableuses, conglomérats et graviers, et ils recouvrent la majeure partie de la région de Boumagueur.

Pour la formation marneuse étudiée, il s'agit des marnes vertes d'âge miocène (m^{3b}), ces marnes sont identiques à ceux de la région de N'gaous (Figure 75).



Figure 75: Photos prise sur site.

3.3) Région de Zorg :

Les sols étudiés prélevés de la Commune de Zorg Daïra d'Ain Beida sont constitués essentiellement des terrains d'âge Crétacé et Quaternaire.

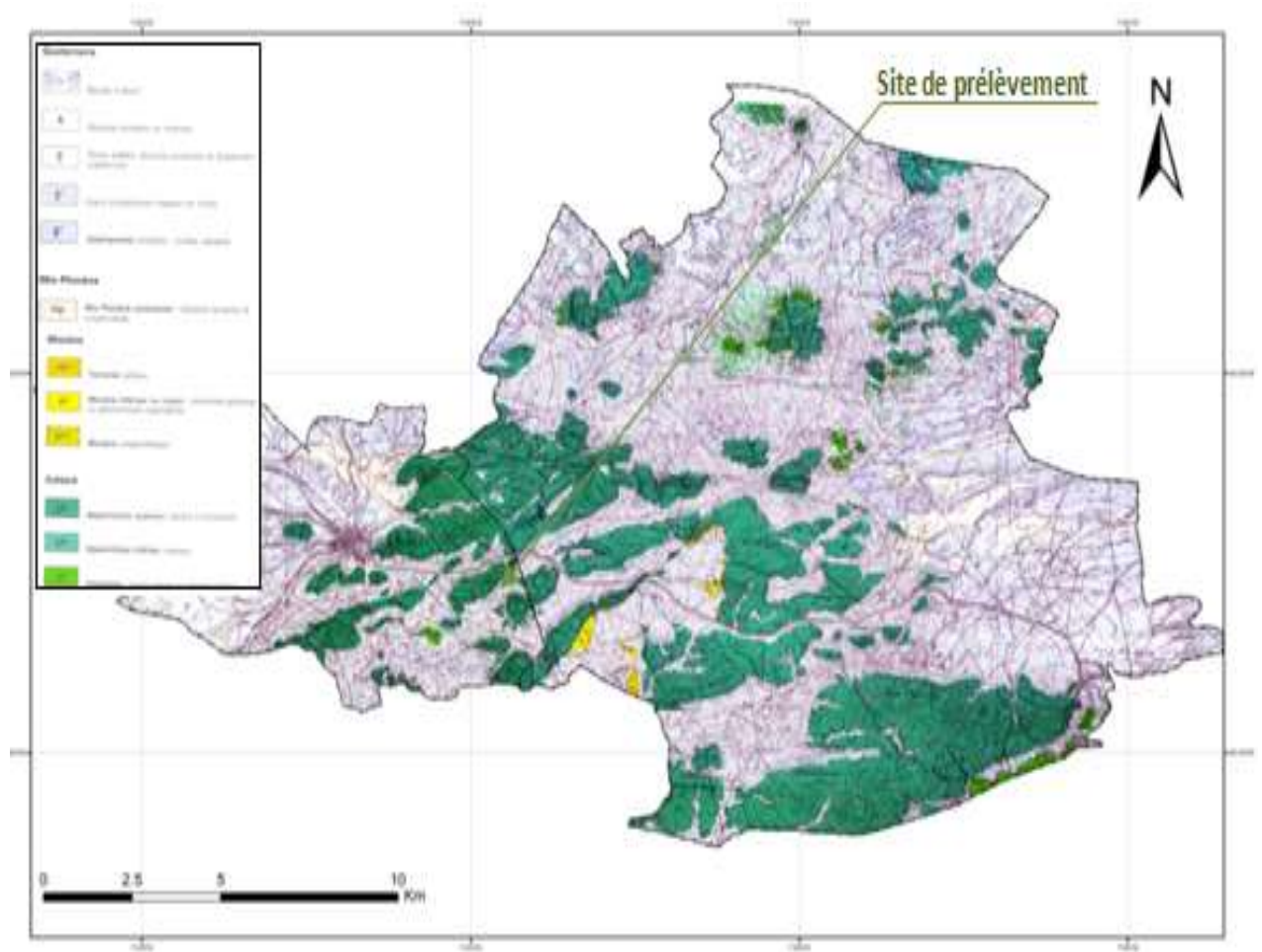


Figure 76: Extrait de la carte géographique d'Ain El Beida 1/50000.

Dans la commune de Zorg, les formations géologiques se présentent de haut vers le bas de la façon suivante (Figure 76) :

- Formations Quaternaires représentées essentiellement par des limons et des alluvions, se répartissent sur la quasi-totalité de la commune notamment au Sud.
- Formations d'âge Maestrichtien sont formés de calcaires qui dominent la commune à l'Ouest (centre Ain Ben Iyad et Ain Ferhat) et de Marnes qui apparait dans certains endroits d'où l'endroit de notre site de prélèvement.
- Le Campanien représenté par des alternances de marnes et de calcaire qui apparaissent au Nord de la commune, ainsi que les compositions marneuses affleurent au centre d'Ain Ben Iyad et des intercalations de sable et de marne à l'Ouest du centre d'Ain Ferhat.
- Des compositions de calcaire et de marnes gris de Santonien apparaissent au Nord Est et au Sud-Ouest de la commune.

La formation de la région de Zorg étudiée est la marne beige Maestrichtien étage de crétacé supérieur. Des études de sol récentes menées par des laboratoires géotechniques et surtout sur le projet à côté du site de prélèvement de notre échantillon ont classé ces formations dans la catégorie des sols argileux gonflants à très gonflants à partir des résultats obtenus par les essais géotechniques.

Dans ce site les marnes de crétacé de couleur beige à jaunâtre sont de structure feuilletée. Elles deviennent parfois sableuses et contiennent par endroits des niveaux de gypses saccharoïde ou fibreux. (Figure 77)

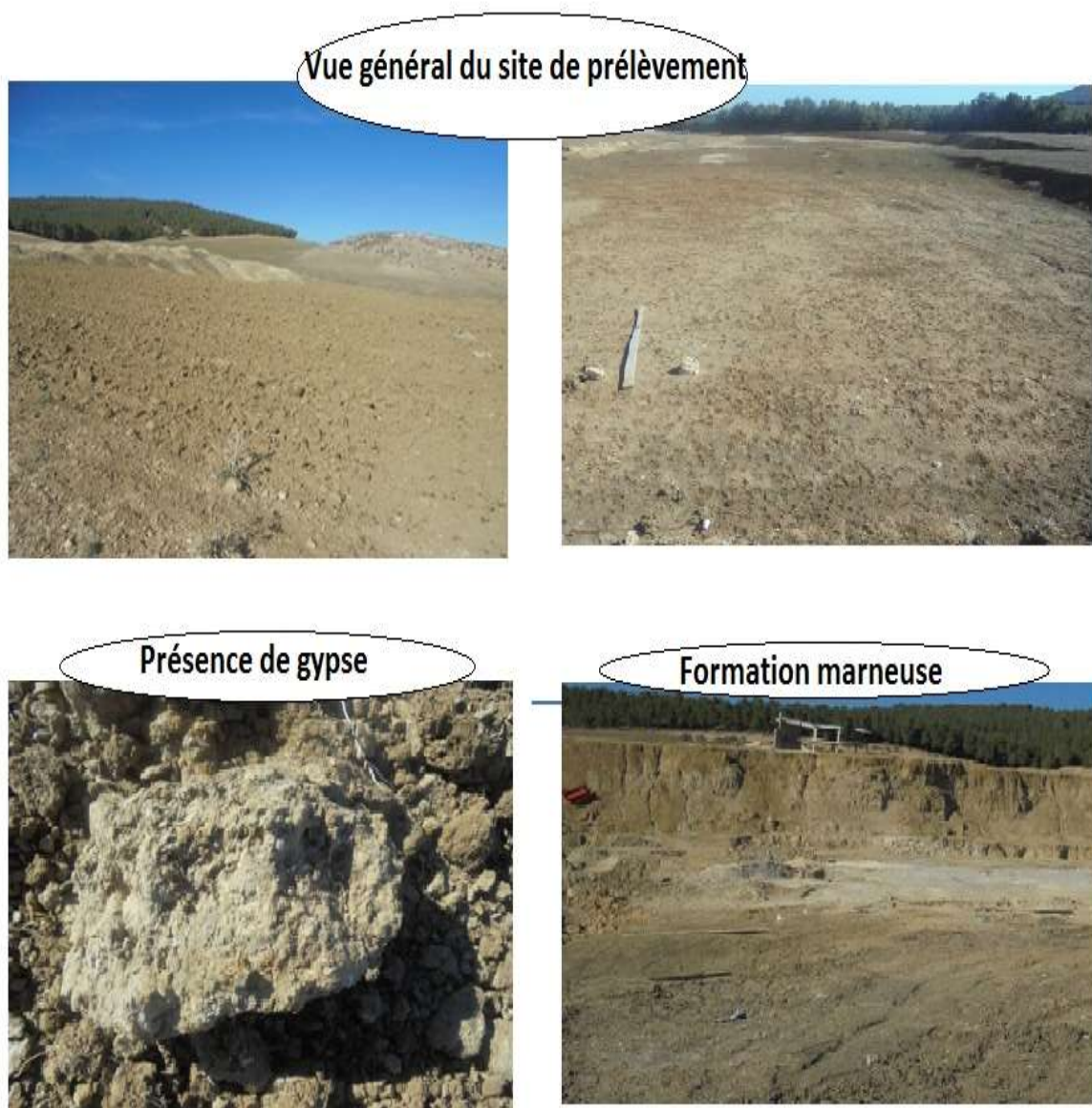


Figure 77: Photos prise sur site.

4) Caractéristique climatologique

L'échelle spatiale correspondant au cycle hydrologique peut être locale ou régionale, d'une extension de la taille d'un ouvrage à l'échelle d'un continent. La zone non saturée forme la transition inévitable entre l'atmosphère et les grandes nappes aquifères situées en profondeur. L'écoulement de l'eau dans cette petite partie du cycle est très important. (Maison 2011)

La figure 78 représente un zoom plus détaillé du schéma de l'environnement du milieu non saturé et de son rôle dans le cycle hydrologique naturel.

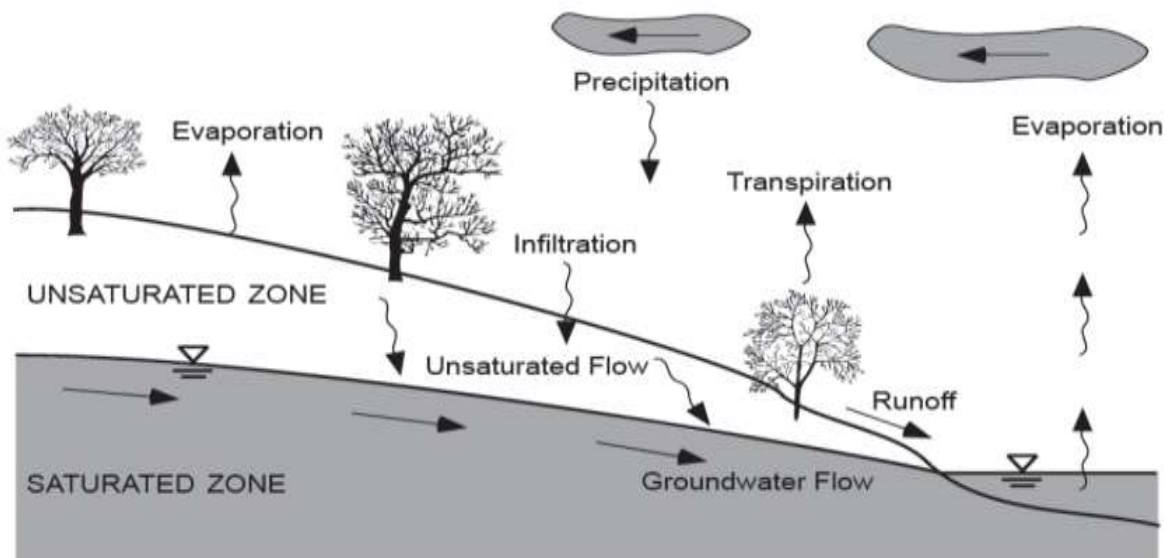


Figure 78: Rôle de la zone non saturée dans le cycle hydrologique (Lu & Likos, 2004).

Si l'on exclut toute sollicitation d'origine mécanique agissant à la frontière du sol, alors dans les sols non saturés, les déformations sont principalement provoquées ou régies par des changements d'humidité du sol ou de pression hydraulique. La déformation des sols non saturés induite par l'humidification et le séchage est souvent dénommée gonflement et retrait du sol et est un phénomène important (Vincent et al., 2009).

L'étude des données climatologiques est une opération indispensable dans toute étude de sol. Le cycle de l'eau étant l'une des composantes majeures du climat, les implications de ces changements sur les régimes pluviométriques sont importantes. Les précipitations et les températures représentent les facteurs les plus importants du climat. Elles sont faciles à

mesurer. Autant de raisons qui font que la plupart des études et analyses portent sur les précipitations et les températures bien plus que sur d'autres paramètres du climat.

D'après la carte des précipitations annuelles de l'Est de l'Algérie réalisé par l'ANRH en 1993 (figure 79), nous constatons que la wilaya de Batna et d'Oum El Bouaghi bénéficie d'un climat semi-aride, avec quatre saisons bien distinctes. Généralement, la moyenne des précipitations annuelles oscille entre 350 mm et 500 mm.

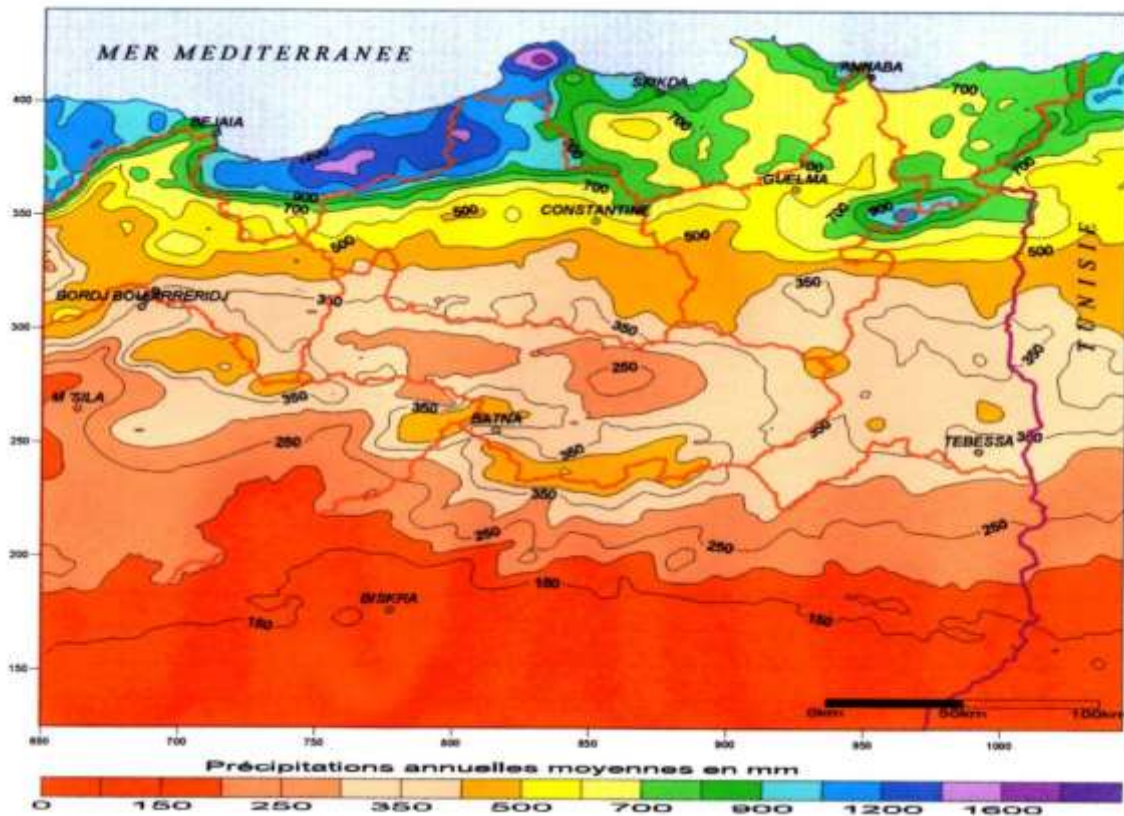


Figure 79: carte des précipitations moyennes annuelles de l'est de l'Algérie (ANRG 1993)

4.1) Région de N'gaous :

Pour bien classer la région de notre étude, on a étudié les variations des précipitations et des températures moyennes.

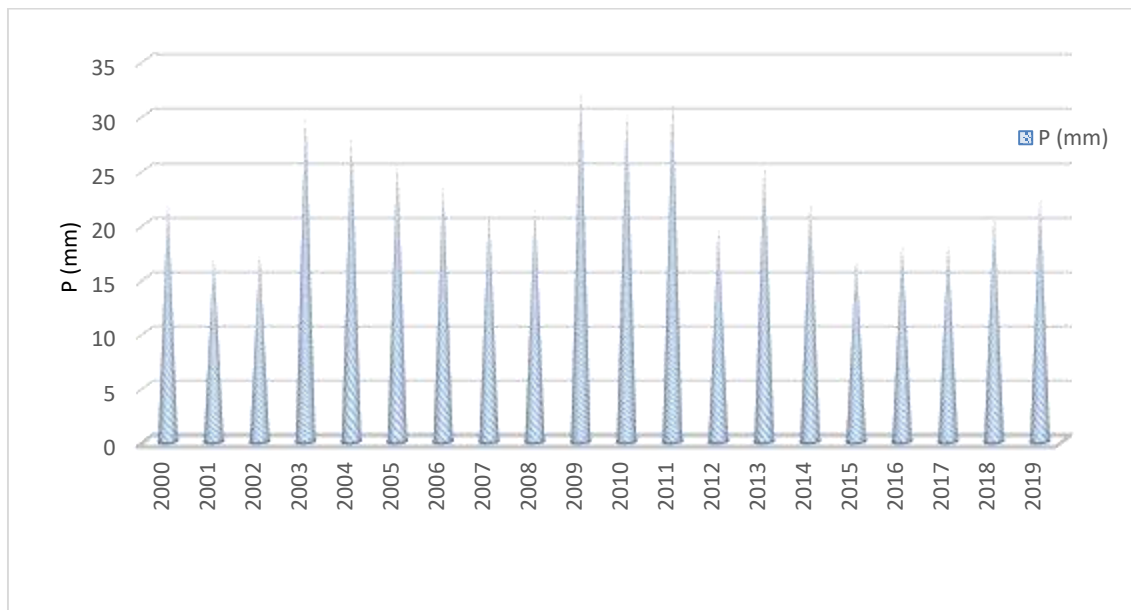
4.1.1) Précipitation

La variation annuelle des précipitations pour la période de 1999 à 2019 est représentée dans le tableau 12.

Tableau 12 : les précipitations moyennes annuelles (station Ain skhouna)

Année	2000	2001	2002	2003	2004	2005	2006	2007	2008	2009	2010	2011	2012	2013	2014	2015	2016	2017	2018	2019
P (mm)	21,9	17	17,1	30	27,7	25,6	23,4	21	21,3	32,2	30,1	31,2	19,4	25,3	21,9	16,7	18,1	18	20,8	22,4

Les variations inter-annuelles de la précipitation montrent que l'année la plus pluvieuse est l'année 2009 avec des précipitations moyenne de l'ordre de 32,2 mm par contre l'année la plus sèche est celle de 2015 avec des précipitations moyenne de l'ordre de 16,7 mm. (Figure 80)

**Figure 80: Les précipitations moyennes interannuelles (station Ain skhouna)**

La variation mensuelle des précipitations pour la période de 1999 à 2019 est représentée dans le tableau 13.

Tableau 13 : précipitation moyennes mensuelles (station Ain skhouna).

Mois	Sept	Oct	Nov	Dec	Janv	Fev	Mar	Avr	Mai	Juin	Juill	Aout
P (mm)	27,56	33,76	34,93	35,87	32,05	22,34	28,46	30,17	35	13,25	3,91	6,98

Les précipitations connaissent de grandes fluctuations d'un mois à l'autre et d'une année à une autre. Généralement, la région d'étude connaît une grande concentration des précipitations au cours des périodes du mois de septembre, octobre et novembre jusqu'au mois de janvier. Le mois le moins arrosé coïncide généralement avec le mois de juillet avec une précipitation moyenne mensuelle de l'ordre de 3,91 mm et le mois le plus arrosé est le

mois de décembre avec une précipitation moyenne mensuelle de l'ordre de 35,87 mm. (Figure 81)

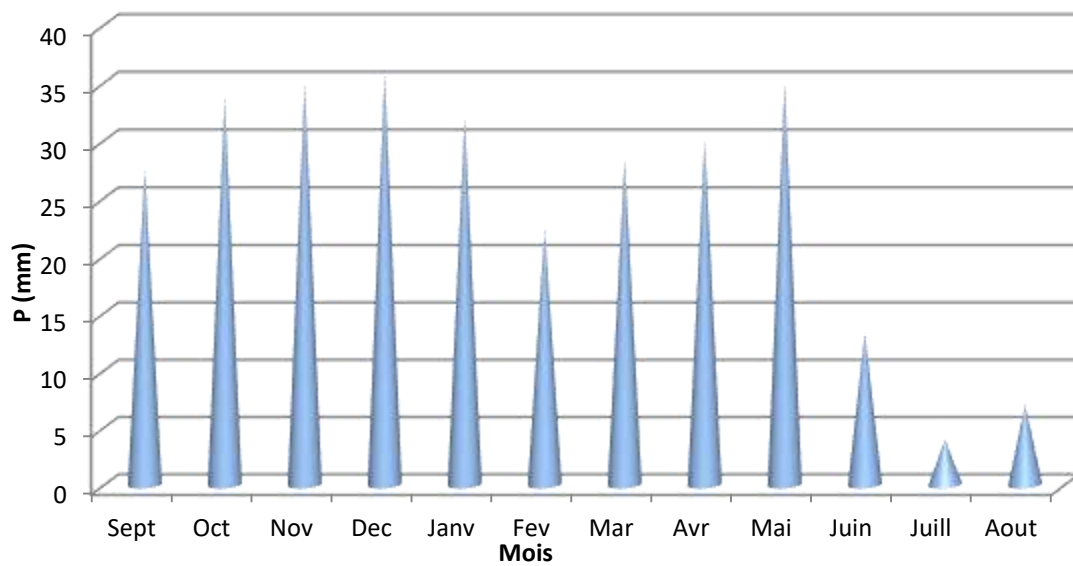


Figure 81: Les précipitations moyennes mensuelles (station Ain skhouna)

4.1.2) Température

Les températures sont l'un des facteurs qui caractérisent le climat de la région. Les valeurs moyennes de la température de la période 1999-2019 consignées dans le tableau 14 permettent de suivre l'évolution moyenne du régime thermique au niveau de la ville de N'gaous.

Tableau 14 : Températures moyennes mensuelles (station Ain skhouna).

Mois	Sept	Oct	Nov	Dec	Janv	Fev	Mar	Avr	Mai	Juin	Juill	Aout
T min (°C)	14,97	11,43	6,21	2,14	1,51	1,77	5,29	8,1	12,77	15,43	18,74	17,73
T max (°C)	28,08	23,38	16,38	12,17	10,57	11,64	17,83	20,19	23,4	30,18	34,48	33,1
T moy (°C)	21,52	17,4	11,29	7,15	6,04	6,68	11,56	14,14	18,08	22,8	26,61	25,41

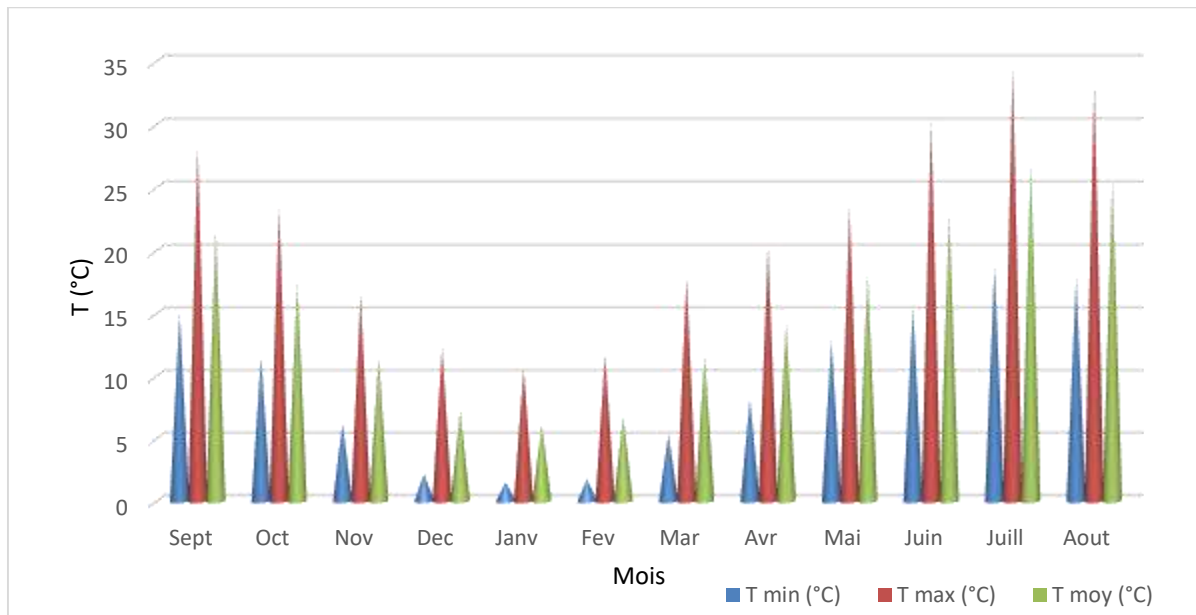


Figure 82: Variation des températures moyennes mensuelles (station Ain skhouna).

Les températures moyennes mensuelles au niveau de la ville de N'gaous varient entre 26,61 °C et 6,04 °C avec le mois janvier le plus froid et juillet le mois le plus chaud. (Figure 82)

4.1.3) Le diagramme Ombrothermique de Gaussen

Le diagramme Ombrothermique permet d'estimer les éléments de climat d'une région de points de vue précipitation et température pendant une période donnée et facilite également de préciser les périodes sèches et humides. La sécheresse s'établit lorsque la pluviosité mensuelle (P) exprimée en mm est inférieure au double de température moyenne exprimée en degrés Celsius.

Le tableau 15 représente les précipitations et les températures moyennes mensuelles de la station Ain Skhona.

Tableau 15 : Les précipitations et les températures moyennes mensuelles.

Mois	Janv	Fev	Mar	Avr	Mai	Juin	Juill	Aout	Sept	Oct	Nov	Dec
T moy (°C)	6,04	6,68	11,56	14,14	18,08	22,8	26,61	25,41	21,52	17,4	11,3	7,15
P (mm)	32,05	22,34	28,46	30,17	35	13,25	3,91	6,98	27,56	33,76	34,9	35,87

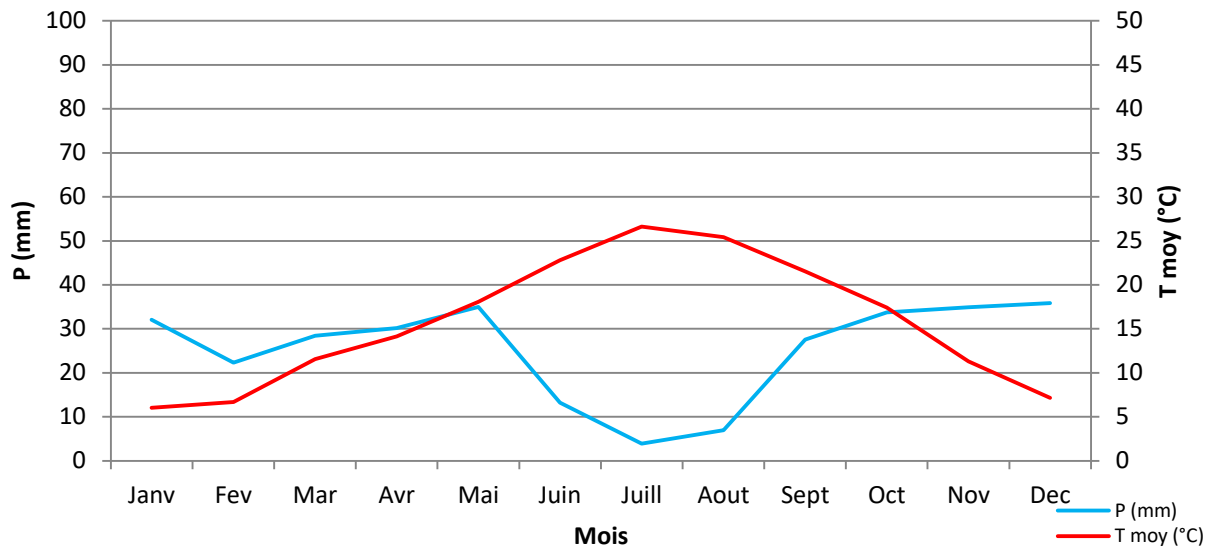


Figure 83: Diagramme Ombrothermique station Ain skhouna.

D'après le graphe de la figure 83 nous constatons que la région de N'gaous est caractérisée par une période sèche de cinq mois qui s'étale du mois de juin au mois d'octobre; et une période humide de sept mois qui s'étale du mois de novembre au mois de mai.

4.2) Région de Boumageur

En ce qui concerne les caractéristiques climatologiques de la ville de Boumageur, on a constaté que les résultats de la précipitation et les températures sont identique à ceux de la ville de N'gaous car il se trouve dans la même région.

4.3) Région Zorg

4.3.1) Précipitation

Les données de précipitation mensuelle et interannuelle de la région de Zorg pour une période de vingt ans (1999/2019) sont représentées dans le tableau 16 :

Tableau 16 : Les précipitations moyennes annuelles (station Oum El-Bouaghi)

Année	2000	2001	2002	2003	2004	2005	2006	2007	2008	2009	2010	2011	2012	2013	2014	2015	2016	2017	2018	2019
P (mm)	35,76	31,46	31,14	52,75	47,12	45,93	37,6	37,29	31,8	49,48	41,88	49,06	37,28	35,84	36,77	40,71	29,83	27,68	40,19	46,0

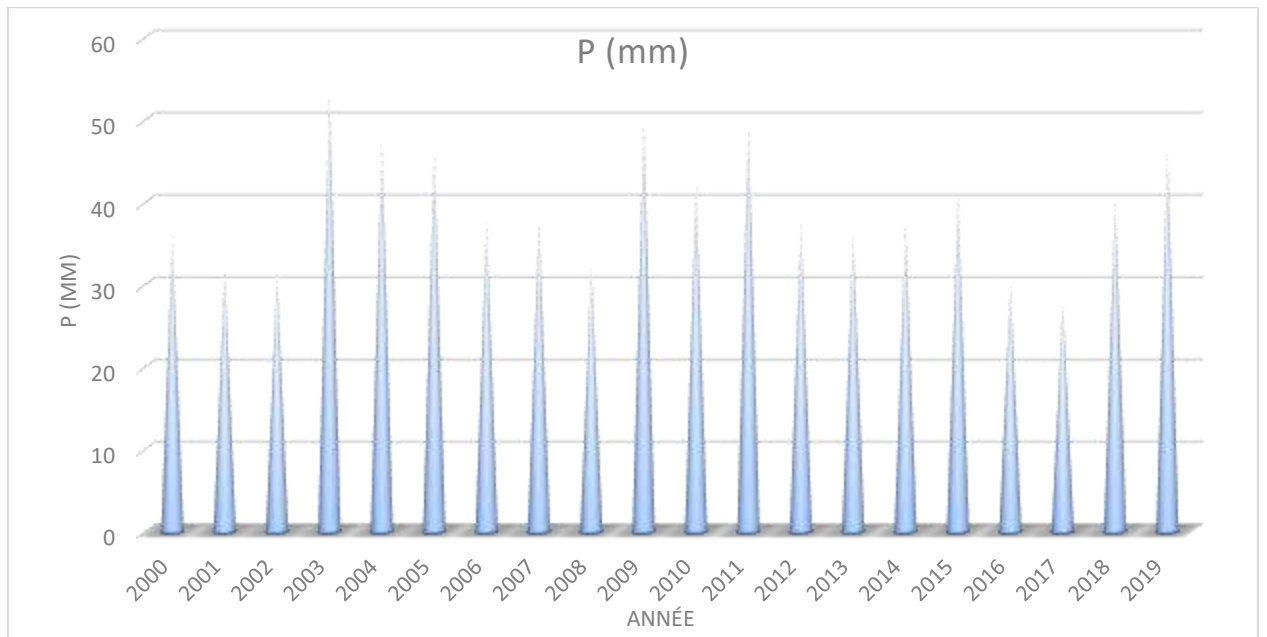


Figure 84: Les précipitations moyennes interannuelles (station Oum El-Bouaghi)

On remarque bien qu'il y a une irrégularité dans la répartition des précipitations durant la période 1999/2019. L'examen des données montre que l'année 2003 est l'année, la plus pluvieuse et l'année 2017 est l'année la moins pluvieuse (figure 84).

Tableau 17 : Précipitation moyennes mensuelles (station Oum El-Bouaghi).

Mois	Sept	Oct	Nov	Dec	Janv	Fev	Mar	Avr	Mai	Juin	Juill	Aout
P (mm)	40,90	39,27	47,38	47,69	44,8	32,09	35,05	41,77	54,03	13,26	12,21	16,95

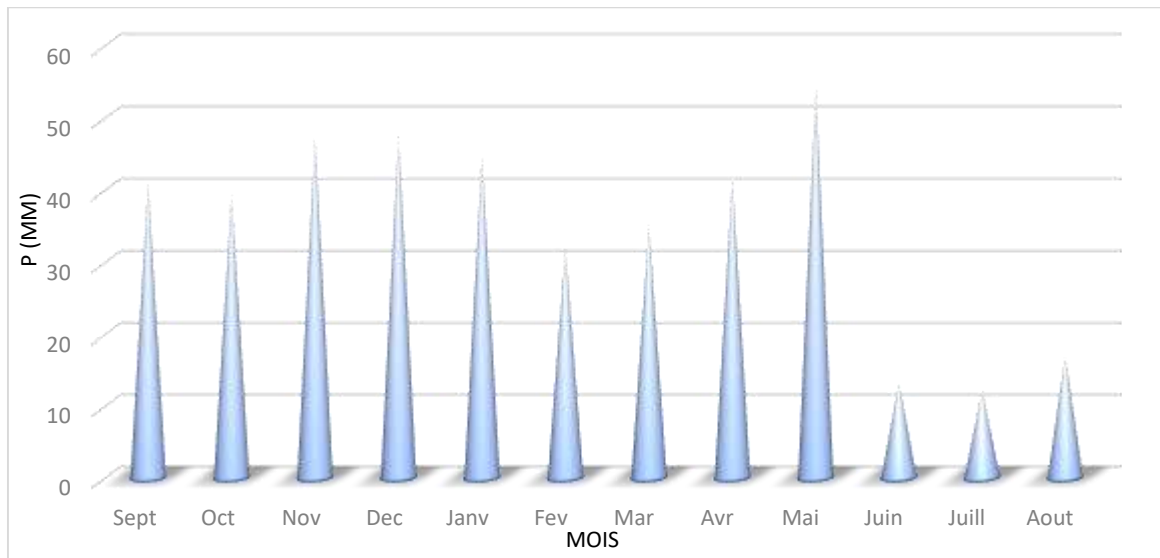


Figure 85: précipitation moyennes mensuelles (station Oum El-Bouaghi)

D'après les données du tableau 17 e la figure 85, nous relevons que dans notre zone d'étude, le mois de mai constitue le mois le plus pluvieux avec une précipitation moyenne de l'ordre de 54,03 mm par contre le moins pluvieux est le mois de juillet avec une précipitation moyenne de l'ordre de 12,21 mm.

4.3.2)Température

Le tableau 18 et la figures 86 représentent les minima, les maxima et les moyennes des températures mensuelles en degrés Celsius dans la région de Zorg.

Tableau 18 : Les températures moyennes mensuelles (station Oum El-Bouaghi).

Mois	Sept	Oct	Nov	Dec	Janv	Fev	Mar	Avr	Mai	Juin	Juill	Aout
T min (°C)	13,55	10,89	6,05	1,82	1,2	1,04	3,94	6,96	10,73	14,55	18,02	17,34
T max (°C)	29,46	24,3	16,8	12,02	10,95	11,91	16,67	21,56	25,92	32,29	36,94	34,09
T moy (°C)	21,5	17,59	11,42	6,92	6,07	5,97	10,3	14,26	18,32	23,42	27,48	25,71

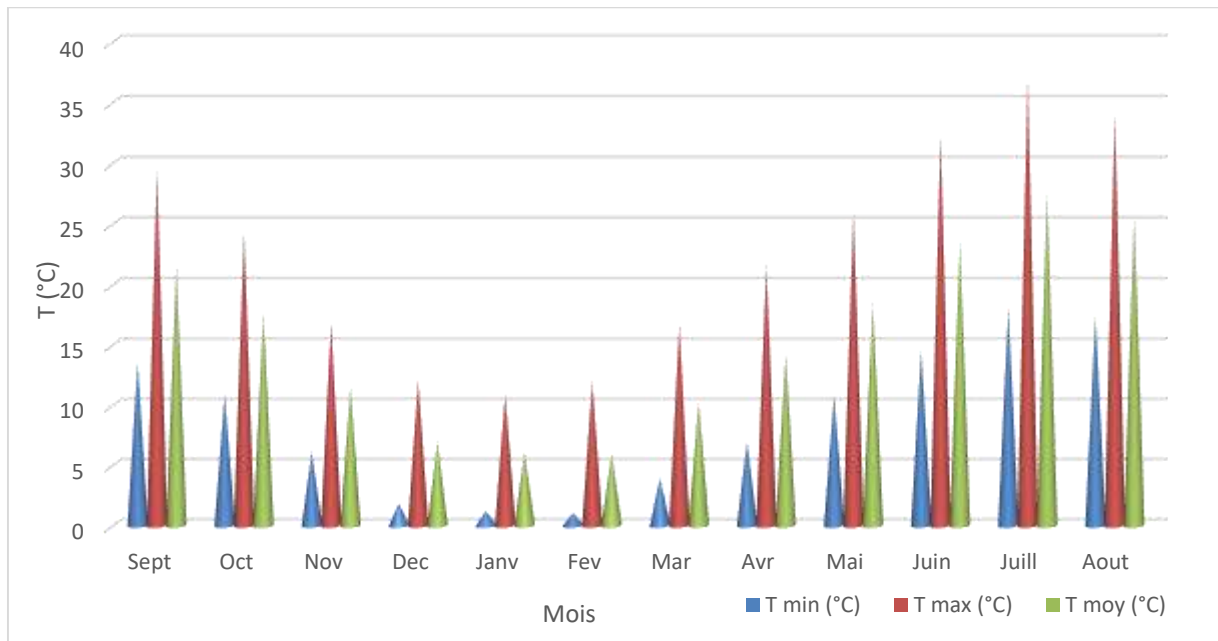


Figure 86: Températures moyennes mensuelles (station Oum El-Bouaghi).

L'examen des données montre que le maximum des températures moyennes est atteint au mois de juillet avec une valeur égale 27,48 °C (le mois le plus chaud), alors que le minimum est observé au mois de février avec une valeur égale 5,97 °C.

4.3.2.1) Diagramme Ombrothermique :

Le tableau 19 résume les précipitations et les températures moyennes mensuelles de la station Ain Skhona.

Tableau 19 : Les précipitations et les températures moyennes mensuelles station Oum El-Bouaghi.

Mois	Sept	Oct	Nov	Dec	Janv	Fev	Mar	Avr	Mai	Juin	Juill	Aout
P mm	40,91	39,274	47,38	47,7	44,8	32,1	35,06	41,77	54,04	13,27	12,21	16,92
T moy (°C)	21,5	17,59	11,42	6,92	6,07	5,97	10,3	14,26	18,32	23,42	27,48	25,71

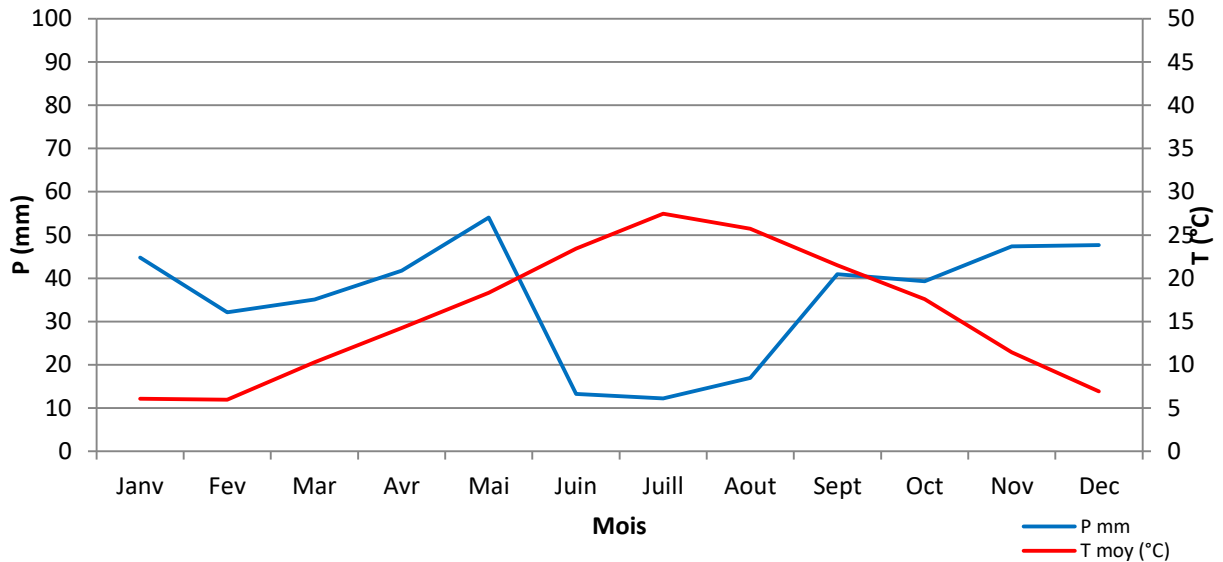


Figure 87: Diagramme Ombrothermique station Oum El-Bouaghi.

L'examen des données du diagramme ombrothermique de la région d'Oum El-Bouaghi montre que cette région est caractérisée par une période sèche s'étalant du mois de juin au mois d'octobre alors que la période humide dure sept mois du mois de novembre au mois de mai (Figure 87).

5) Caractéristiques minéralogiques, microstructurales et géotechniques

5.1) Analyse par diffraction des rayons X (DRX)

Les caractéristiques minéralogiques des trois échantillons (N1, Boum2 et OMB3) sont présentées dans le tableau 20. Les résultats de l'analyse minéralogique montrent que les trois échantillons N1, Boum2 et OMB3 ont une composition minéralogique à peu près similaire.

Tableau 20 : Minéralogie de l'argile totale et de la fraction argileuse.

Paramètres mesurés	N1		Boum2		OMB3	
Minéraux argileux %	65%	26 % Smectite	60%	63 % Smectite	53%	64 % Smectite
		28 % Kaolinite		25 % Kaolinite		23 % Kaolinite
		15 % Illite		12 % Illite		13% Illite
		5% Smectite + illite				
		26 % chlorite				
Minéraux non argileux %	34%	16 % Quartz	40%	18 % Quartz	47%	9 % Quartz
		13 % Calcite		20 % Calcite		34 % Calcite
		6 % Gypse		2 % Gypse		1 % Gypse
				0,5 % Dolomie		1,5 % Dolomie
		0,5 % Feldspath	1,5 % Feldspath			

5.1.1) Echantillon de N'gaous :

Les diffractogrammes obtenus, sur les lames de poudres et sur les lames d'argiles sont présentés sur la figure 88. Les résultats de l'analyse minéralogique montrent que l'échantillon N1 de la marne de N'gaous est constitué de 65 % d'argile, de quartz (16 %), de calcite (13 %) et de gypse (6 %) avec des traces de dolomie et de feldspath. La fraction argileuse est constituée de 26 % de smectites, 28 % de kaolinite, 15 % d'illite, 5 % d'interstratifiés (smectites+illite) et 26 % de chlorite.

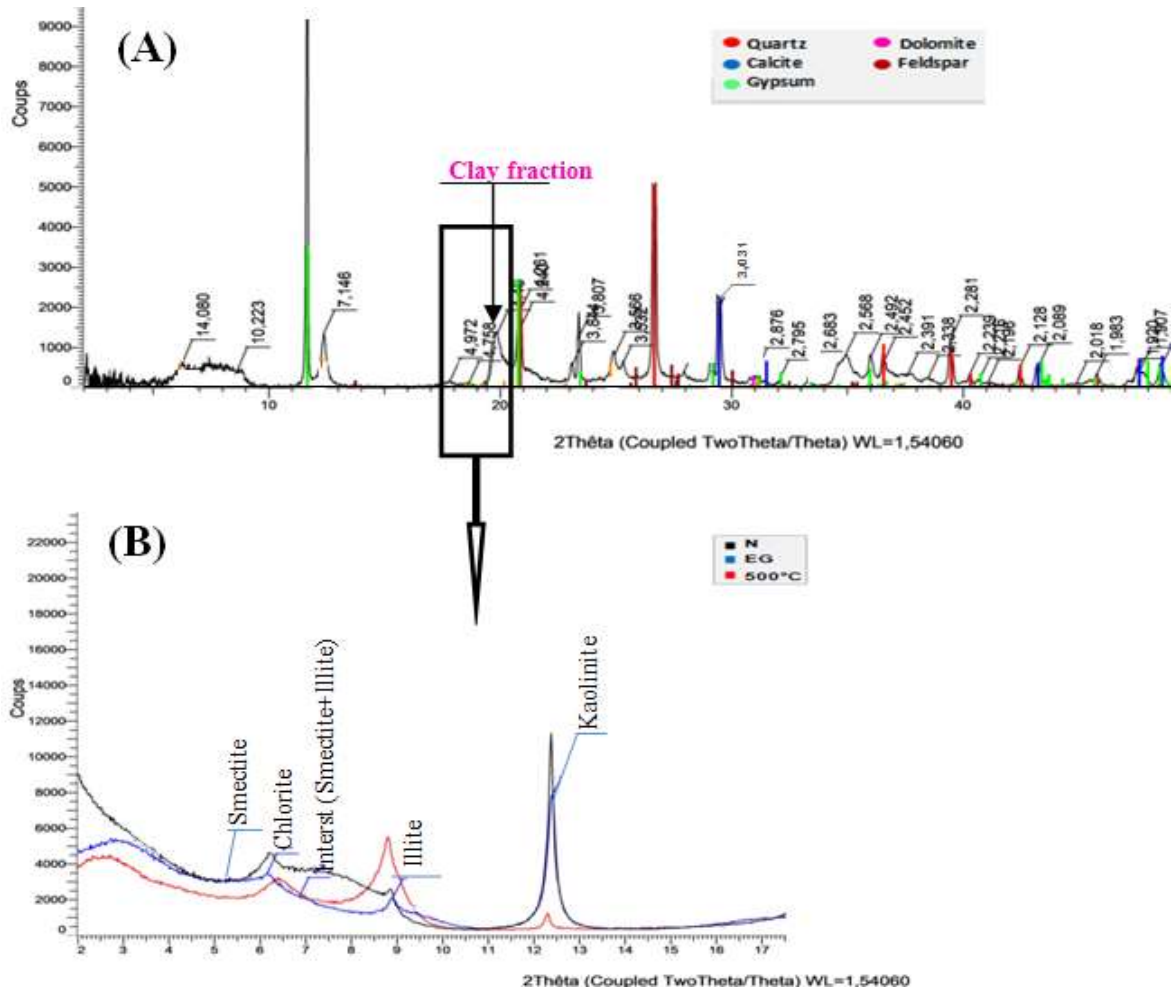


Figure 88: Diffractogrammes de diffraction des rayons X : (A) argile totale de l'échantillon N1; (B) fraction d'argile de l'échantillon N1.

5.1.2) Echantillon de Boumagueur :

Les minéraux non argileux existant dans la marne de la région de Boumagueur sont représentés par du quartz, de calcite de gypse avec des traces de feldspaths et de la dolomite. Tandis que les minéraux argileux, contenus dans cet échantillon, sont composés essentiellement de smectite, de kaolinite et d'illite. (Figure 89)

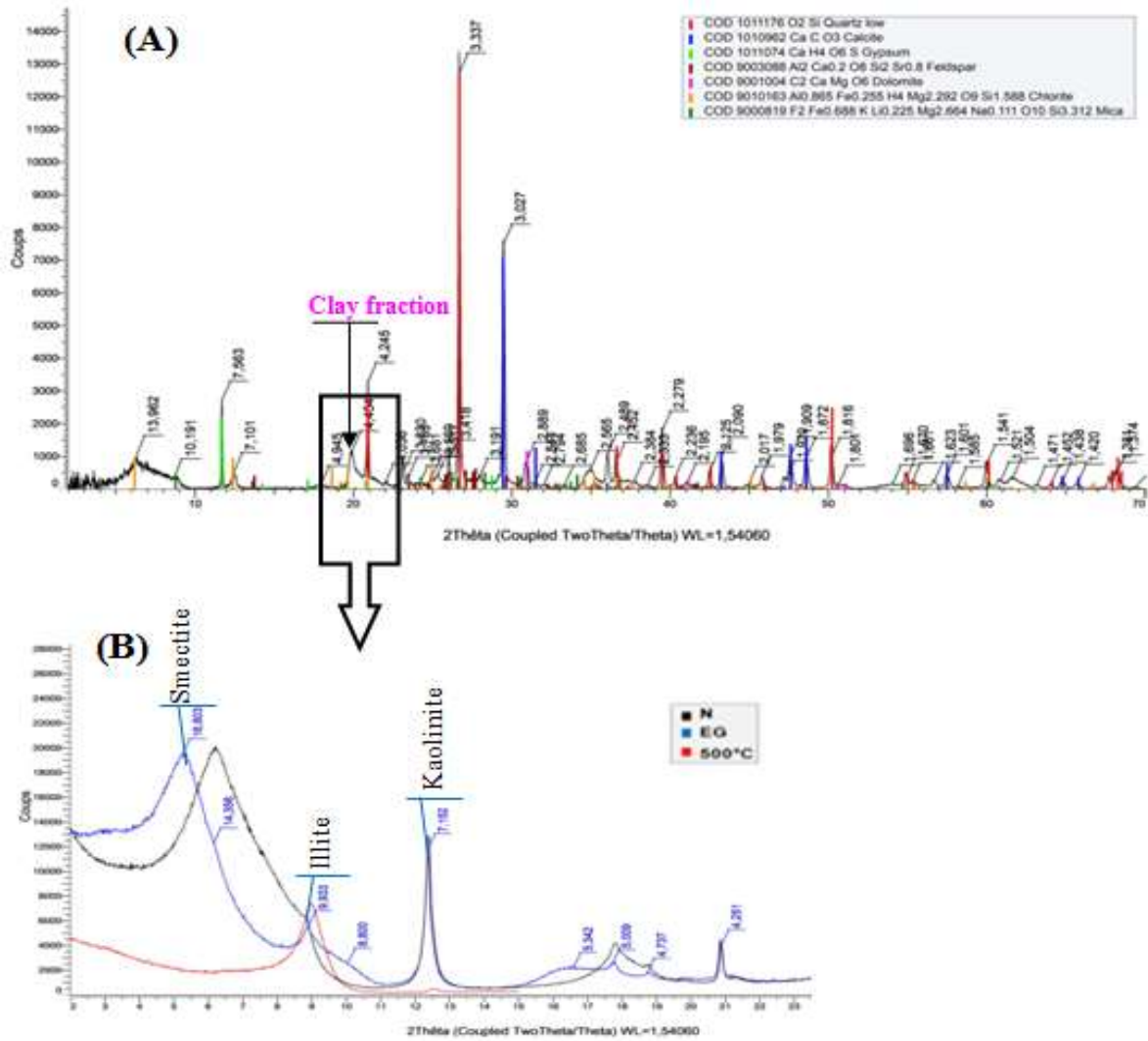


Figure 89: Diffractogrammes de diffraction des rayons X : (A) argile de l'échantillon Boum2; (B) fraction d'argile de l'échantillon Boum2.

5.1.3) Echantillon de Zorg (OMB3):

La Marne de la région de zorg contient essentiellement 53 % d'argile (64 % de smectite, 23 % de kaolinite, 13 % d'illite), 9 % quartz, 34 % calcite avec une faible quantité de gypse dolomie et de feldspath. (Figure 90)

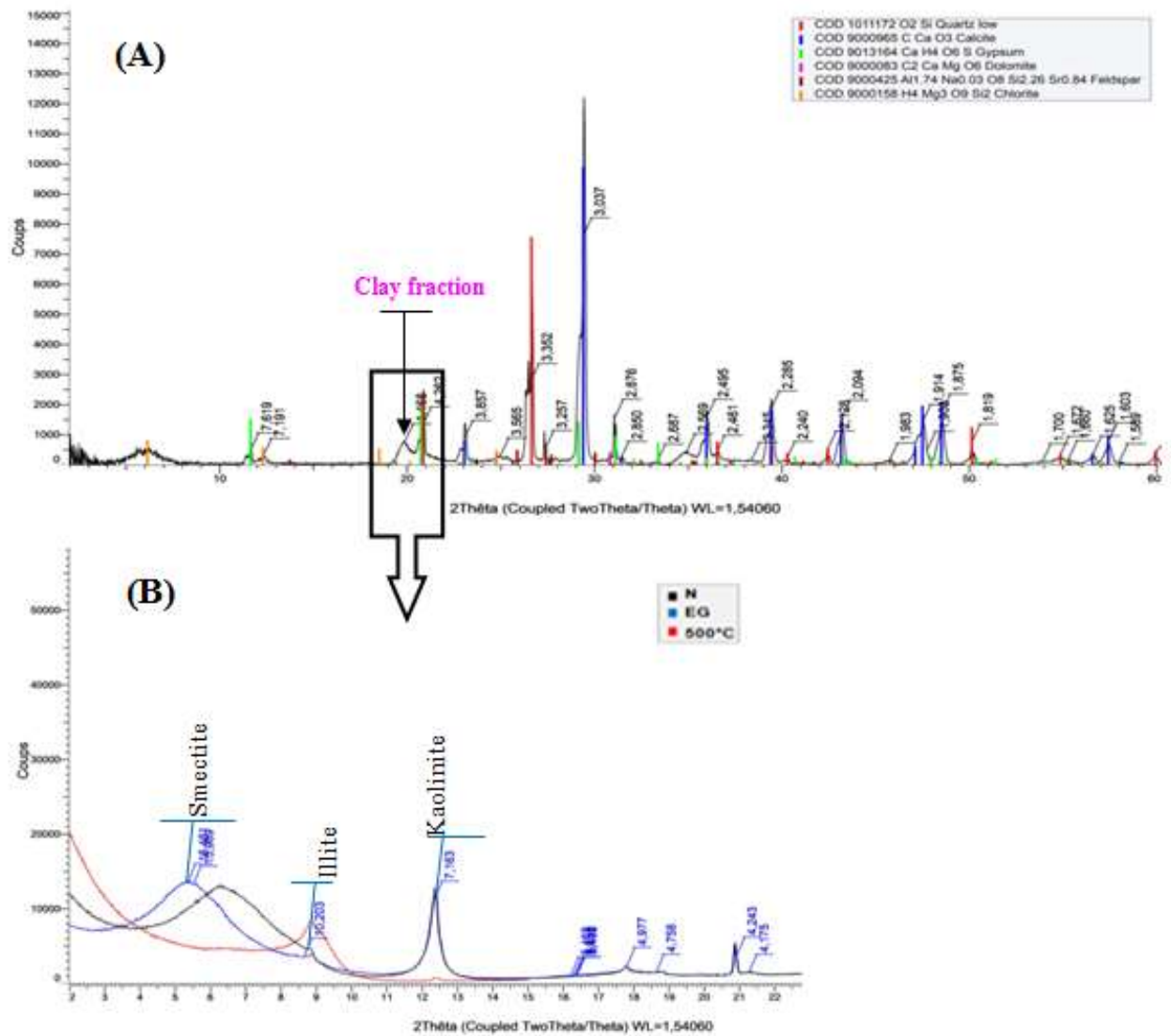


Figure 90 : Diffractogrammes de diffraction des rayons X : (A) argile totale de l'échantillon OMB3; (B) fraction d'argile de l'échantillon OMB3.

5.1) Analyse thermo-gravimétrique (ATG) et analyse thermique différentielle (ATG)

Des analyses ATG et DTA ont été réalisées sur les trois échantillons et illustrées sur les figures 91, 92 et 93.

5.1.1) Echantillon de N'gaous (N1)

Les thermogrammes de la formation marneuse de la région de N'gaous, présentés sur la figure 91 montrent

- Des pics endothermiques entre 100 et 200°C, due au départ d'eau hygroscopique à la surface des particules (déshydratation). (Velde, 1992)

- Des pics endothermiques entre 475 et 550 °C correspondent à la déshydroxylation des minéraux argileux (réaction au cours de laquelle les minéraux argileux perdent leur hydroxyle) (Eslinger&Peaver, 1988).
- Un pic endothermique situé entre 725 et 750 °C correspond à une décarbonatation, indiquant la présence de carbonates dans cet échantillon.
- Un pic aux alentours de 875 °C, typique d'une destruction et d'une recristallisation du réseau silicaté et relatif à une smectite. (Eslinger&Peaver, 1988).

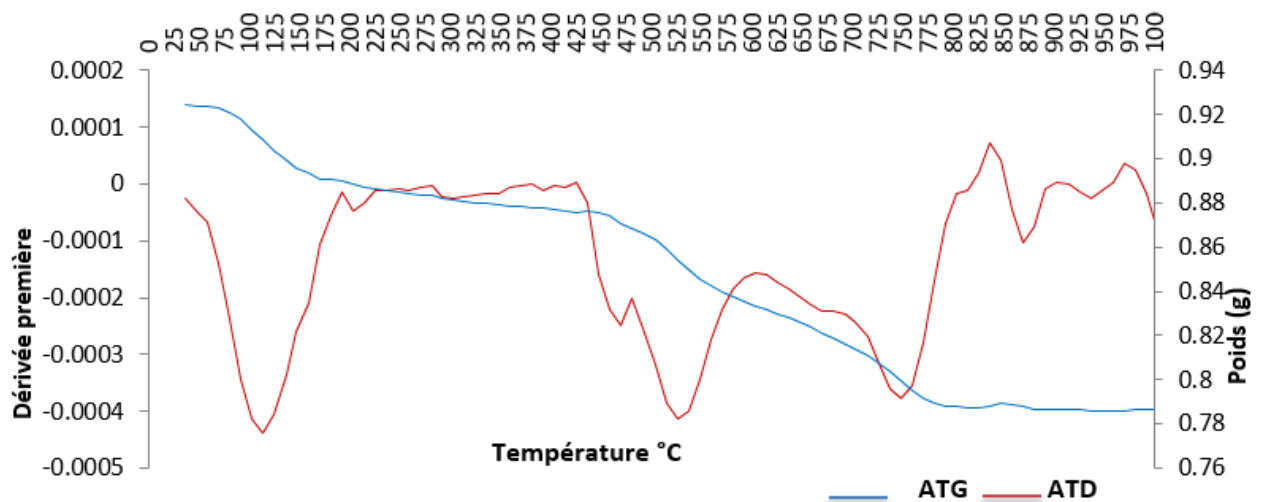


Figure 91 : Thermogrammes de l'échantillon N1.

5.1.2) Echantillon de Boumagueur (Boum2):

Le thermogramme de cette marne montre l'existence de trois pics endothermique (figure 92) :

- Le premier pic entre 90 et 125°C, due au départ d'eau hygroscopique à la surface des particules (déshydratation). (Velde, 1992)
- Le deuxième pic entre 475 et 900 °C, est liée à la déshydroxylation des groupes OH structuraux de la smectite, illite et de la kaolinite. (Eslinger&Peaver, 1988)
- Le dernier pic situé entre 775 et 825 °C correspond à une décarbonatation, indiquant la présence de carbonates dans cet échantillon.

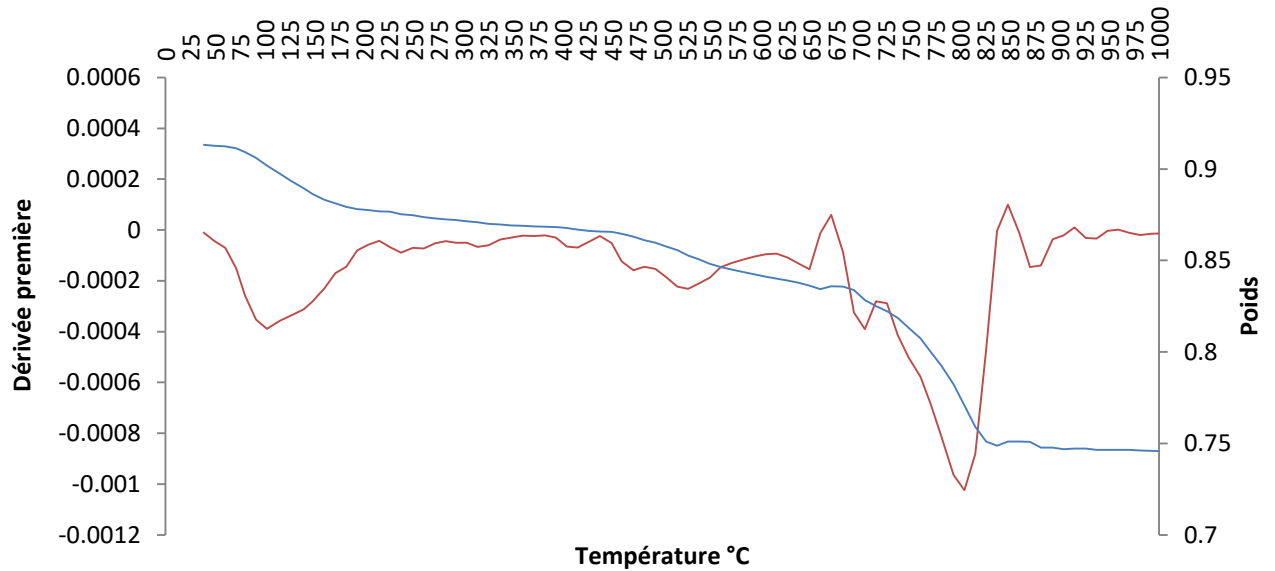


Figure 92 : Thermogrammes de l'échantillon Boum2.

5.1.3) *Echantillon de Zorg(OMB3):*

Le thermogramme de l'échantillon OMB3 montre l'existence de trois pics endothermiques (figures 93) :

- Un pic endothermique entre 90 et 125 °C, accompagnés d'une perte de masse correspondant au départ d'eau hygroscopique (déshydratation). (Velde, 1992)
- Des pics endothermiques entre 475 °C, 725 °C et 900 °C, accompagnés d'une perte massique typique de la déshydroxylation des feuillets de la kaolinite, de l'illite et de la smectite respectivement. (Eslinger&Peaver, 1988)
- Un pic endothermique à 800 °C correspondant à une décarbonatation, et reflétant la grande quantité de carbonates au niveau de l'échantillon.

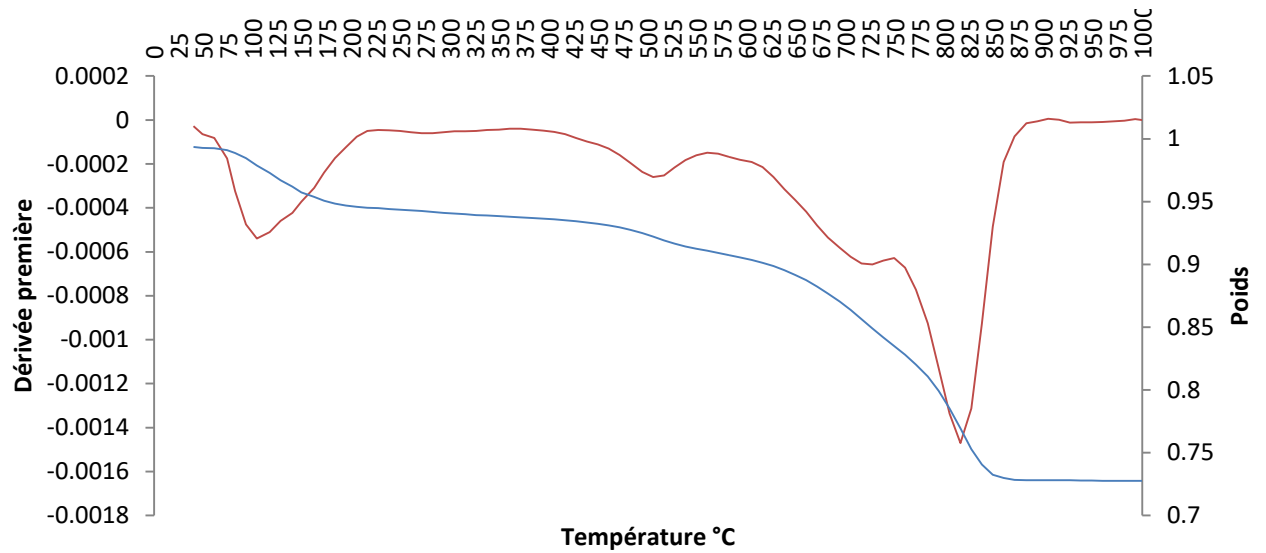


Figure 93 : Thermogrammes de l'échantillon OMB3.

5.2) Microscope électronique à balayage (MEB)

5.2.1) Echantillon de N'gaous (N1)

Les observations au microscope électronique effectuées à différents agrandissements confirment les résultats de l'analyse minéralogiques (DRX). La figure 94 montre une image qui a été prise au MEB, l'observation de la microstructure de la formation marneuse, à l'état naturel, montre que l'échantillon (N1) présente une microstructure en forme d'empilement de feuillets d'orientation inclinée. Elles montrent un aspect laminaire caractérisé par l'assemblage des particules argileuses formées d'illite, de kaolinite et d'interstratifiés illite-semectite. Les pores sont plus visibles dans cette formation marneuse et sont parfois allongés.

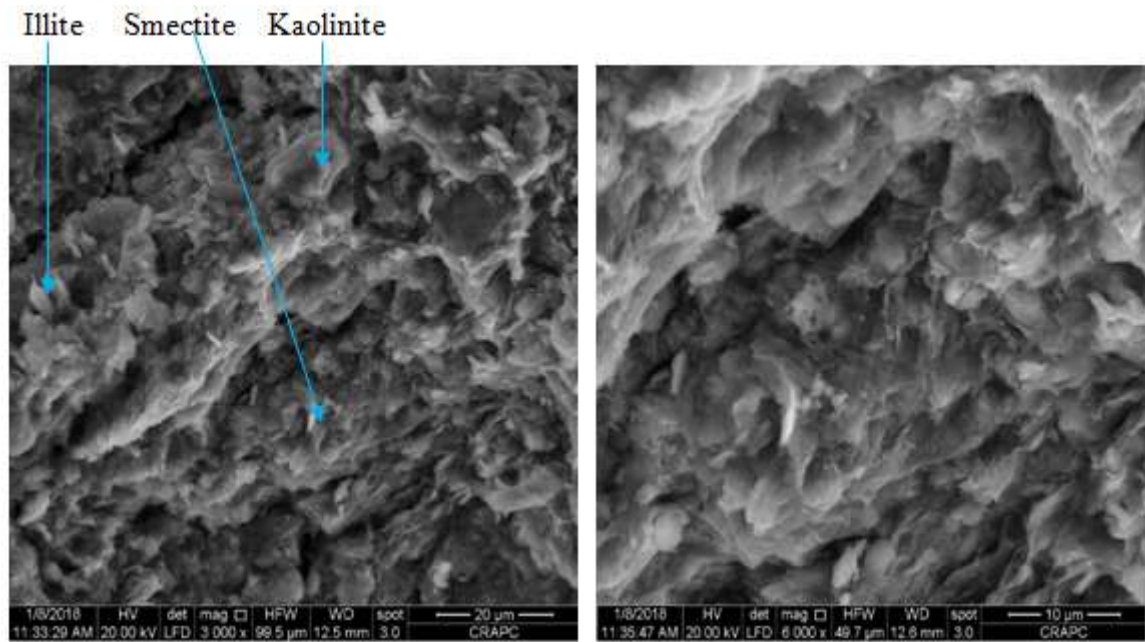


Figure 94 : Image MEB de l'échantillon naturelle N1.

5.2.2) Echantillon de Boumageur (Boum2) :

La figure 95 montre des images qui ont été prises au MEB, La texture s'apparente globalement au type matriciel, à dominante argileuse. La microstructure est formée par une matrice argileuse homogène et la dominance de la smectite avec une structure lamellaire. Les observations au microscope électronique effectuées sur cet échantillon confirment l'abondance du minéral du smectite par rapport aux deux autres minéraux (kaolinite et illite). L'échantillon montre une orientation inclinée des particules par rapport au plan horizontal. Certains pores entre les grains en contact sont observés sous forme de microfissures

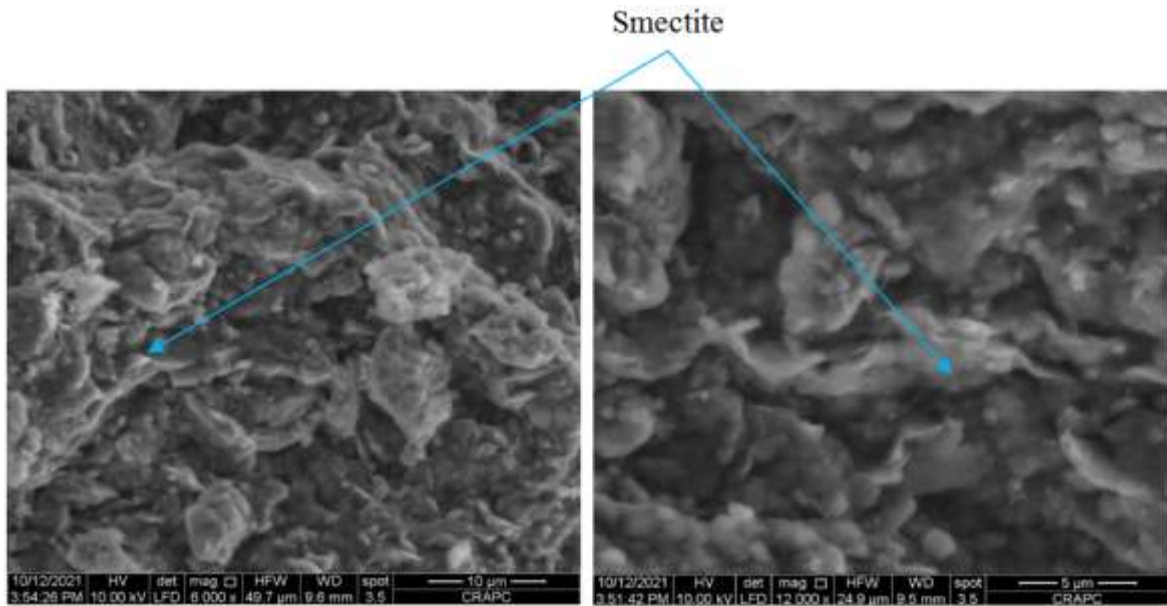


Figure 95 : Image MEB de l'échantillon naturelle Boum2

5.2.3) Echantillon de Zorg (OMB3)

D'après la photo MEB (figure 96), nous pouvons dire que l'échantillon montre une orientation inclinée par rapport au plan horizontal, un espace poreux entre ces particules est observé. La texture s'apparente globalement au type matriciel, à dominante argileuse, l'image confirme l'abondance de la smectite présentée, une structure lamellaire en rosette.

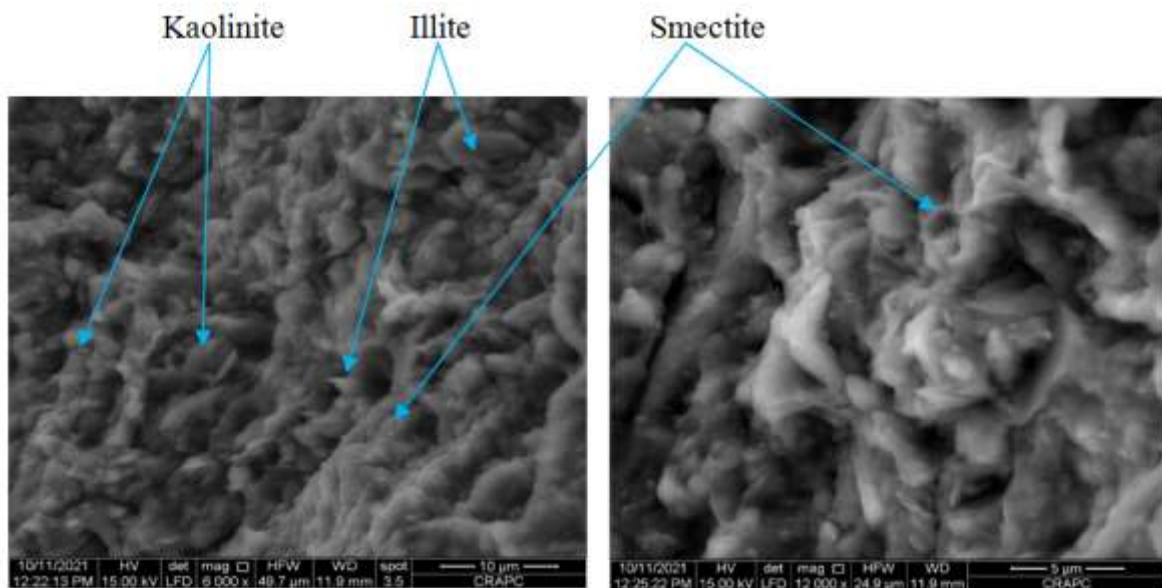


Figure 96 : Image MEB de l'échantillon naturelle OMB3.

5.3) Analyse chimique

La composition chimique des échantillons est reportée dans le tableau 21.

Tableau 21 : Résultats de fluorescence X sur perle (Intégration de loi) en %.

Nom d'échantillon	SiO ₂	TiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	MnO	MgO	CaO	Na ₂ O	K ₂ O	P ₂ O ₅	LOI	SOMME
N 1	48,02	0,79	17,02	6,56	0,37	2,57	7,25	0,52	2,06	0,22	14,56	99,93
Boum2	45,23	0,60	11,83	4,75	0,03	2,50	13,18	0,45	1,61	0,24	18,47	98,89
OMB3	30,18	0,52	9,66	4,02	0,03	1,52	23,99	0,23	0,74	0,08	27,93	98,89

Les résultats des analyses chimiques des trois échantillons confirment les résultats de l'analyse minéralogique DRX. L'échantillon N1 contient 48% de silice (SiO₂), 17 % d'alumine (Al₂O₃) et 7 % de carbonate (CaO), l'échantillon Boum2 contient 45% de silice (SiO₂), 11 % d'alumine (Al₂O₃) et 13% de carbonate (CaO) alors que l'échantillon OMB3 contient un taux de silice égale 30 %, d'alumine égale 9 % et 23 % de carbonate.

Le taux élevé de silice et d'alumine et la proportion faible du carbonate dans les deux échantillons N1 et Boum2 indique la forte proportion des aluminosilicates dans les deux échantillons par rapport à l'échantillon OMB3 qui présente un taux moindre de silice et d'alumine avec une forte proportion de carbonate.

5.4) Caractéristique géotechnique

Des essais géotechniques ont pour but de déterminer les propriétés physiques et mécaniques des sols et de connaître leur potentiel de gonflement ont été effectués sur les trois échantillons prélevés.

Les résultats des différents essais géotechniques sont présentés dans le tableau 22 et les figures 97, 98, 99 et 100, comprennent un résumé des résultats de tous les essais pour les sites (N1), (Boum2) et (OMB3), respectivement. Le tableau comprend, pour chaque échantillon de sol : la Fraction fine ($d < 2\mu$) obtenue à partir de l'analyse granulométrique, la teneur en eau naturelle, Densité humide et sèche, limite plastique (PL), limite de liquidité (LL), indice de plasticité (IP), la pression e le coefficient de gonflement, le pourcentage de carbonate, Sulfate et de chlorure.

Tableau 22 : Caractéristiques géotechniques des échantillons N1, Boum2 et OMB3

Paramètres mesurés	N1	Boum2	OMB3
Fraction fine ($d < 2\mu$) % (NF P 94-056 et NF P 94-057)	64	54	50
Teneur en eau naturelle W_n (%) (NF P 94-050)	22,09	20,18	16,54
Densité humide γ_h (NF P 94-053)	2,02	2,06	2,17
Densité sèche γ_d (NF P 94-053)	1,65	1,71	1,86
Degré de saturation S_r (%)	95,64	94,06	98,94
Limite de liquidité W_L (%) (NF P 94-051)	74,8	58,50	60,98
Limite de plasticité W_p (%)	33,3	23,40	21,00
Indice de plasticité I_p (%)	41,5	45,10	39,98
Coefficient de gonflement C_g (NF P 94-071)	6,60	8,08	9,26
pression de gonflement (bars) (XP P 94-091)	2,58	1,94	1,61
Valeur de bleu VBS (NF P 94 – 068)	8,6	7,8	7
carbonate	29	32	36
sulfate	1,24	1,22	1,24
chlorure	0,10	0,14	0,12

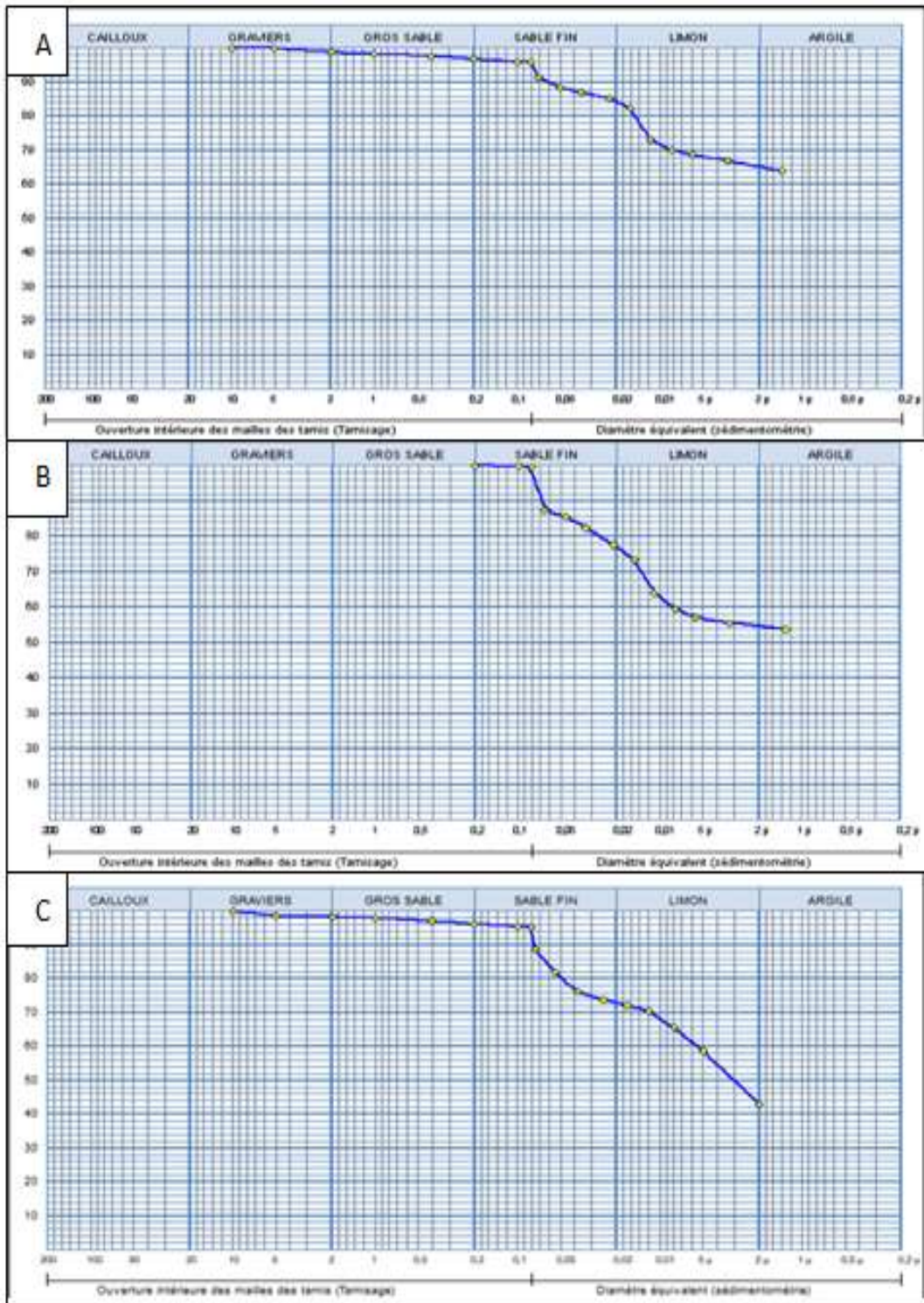


Figure 97 : Courbes granulométriques des échantillons étudiés (A) N1, (B) Boum2, (C) OMB3.



Figure 98 : Limite de liquidité et indice de plasticité des sols étudiés reportés sur le diagramme de plasticité de Casagrande

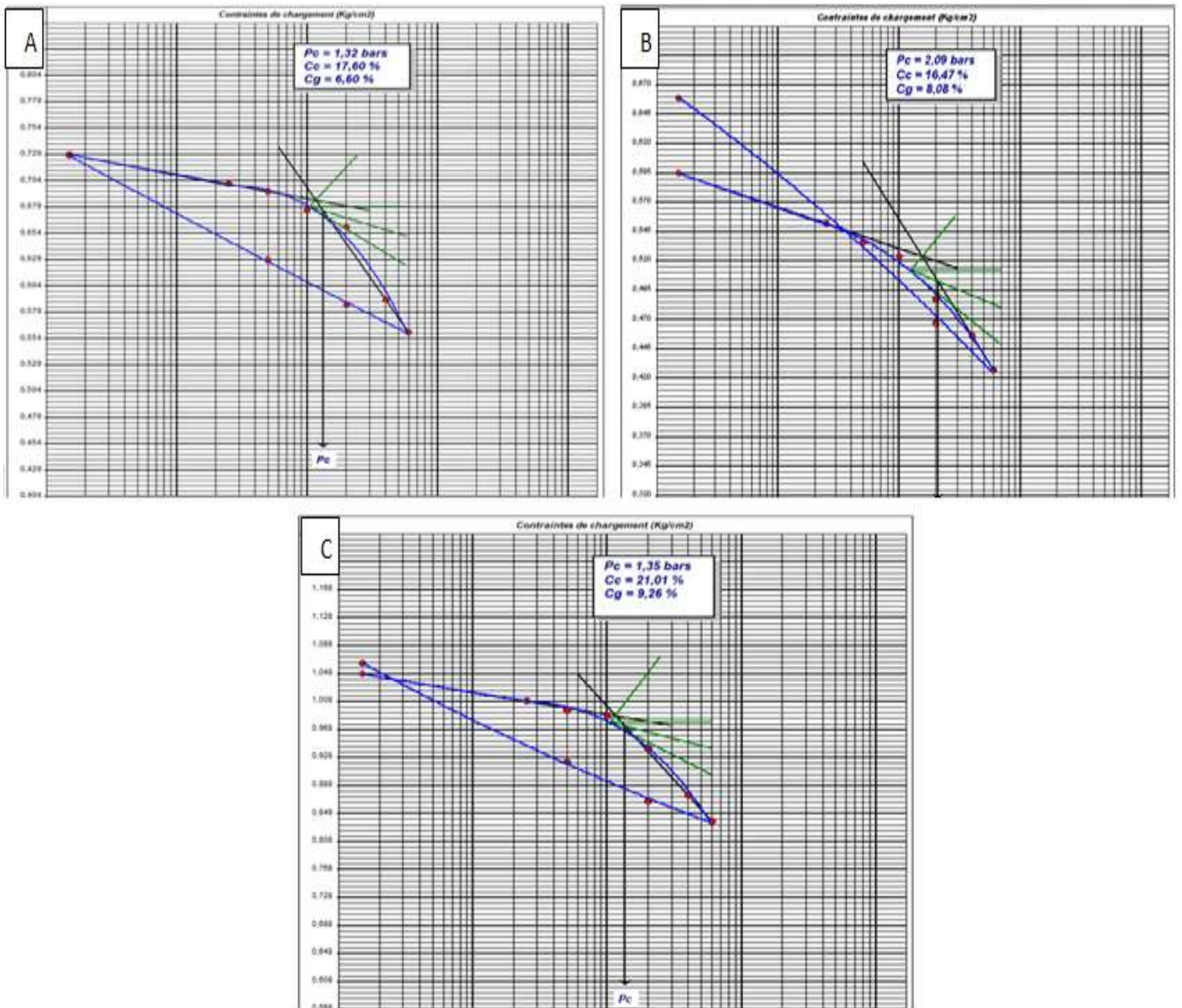


Figure 99 : Pression de gonflement des trois échantillons : (A) N1; (B) Boum2; (C) OMB3.

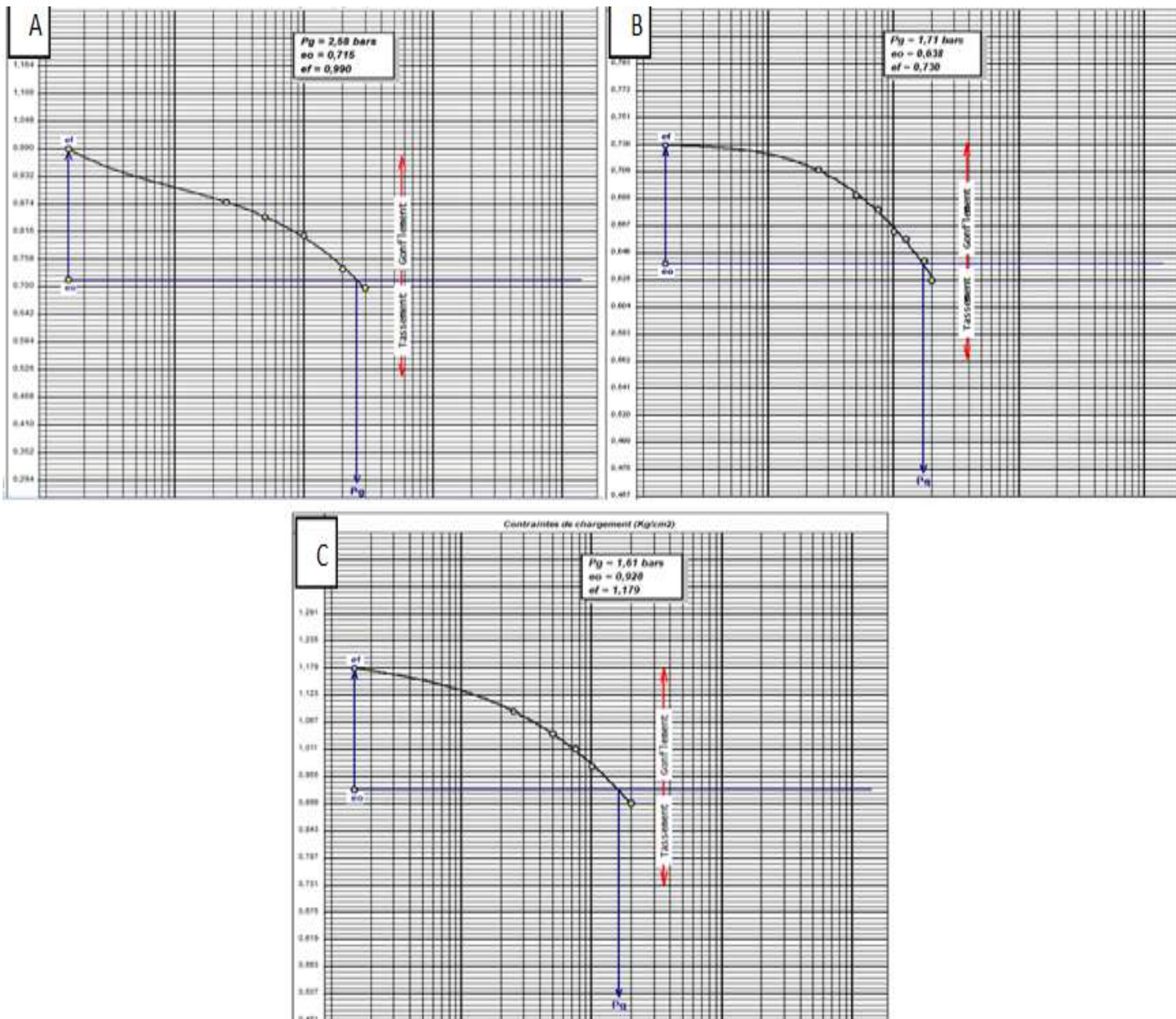


Figure 100 : Courbes Oedométriques des trois échantillons: (A) N1; (B) Boum2; (C) OMB3.

Les résultats de l'analyse granulométrique montrent que les trois échantillons de marnes ont une granulométrie fine (la fraction < 2 présente plus de 50 %), c'est donc un matériau fin. La limite de liquidité varie entre 71,68 et 73,30 et la limite de plasticité varie entre 19 et 33,3, d'après le diagramme de Casagrande (Figure 98), cette argile est considérée comme très plastique. Les valeurs du test au bleu de méthylène (VBS) sont comprises entre 5,8 et 7,5. La teneur en eau naturelle est comprise entre 16,40 et 22,09 % et la densité sèche est comprise entre 1,63 et 1,73. Le coefficient de gonflement varie entre 6,57 % et 7,81 % et la pression de gonflement varie entre 2,36 et 1,71 bars.

Ces résultats montrent que les trois formations marneuses sont très plastiques, qu'elles ont une granulométrie à dominante argileuse et un potentiel de gonflement élevé.

6) **Conclusion**

La caractérisation par des analyses minéralogique, chimico-physique, microstructural et géotechnique des trois échantillons prélevés N1 (région de N'gaous), Boum2 (région de Boumageur), et OMB3 (région d'Oum El-Bouaghi) ont été étudié dans cette partie de thèse. L'analyse de l'ensemble des résultats de ces études permet d'énoncer plusieurs caractéristiques principales de ces échantillons de sol. Les résultats de l'étude minéralogique montrent que les trois échantillons, ont une composition minéralogique très proche avec majoritairement de la smectite et de la kaolinite, en quantité moindre d'illite. On observe aussi la présence du chlorite et une très faible quantité des minéraux argileux interstratifiés (smectite-illite) pour l'échantillon N1. Des minéraux non argileux de type calcite, quartz, et gypse sont présents et d'autres minéraux accessoires de type feldspaths et dolomite sont présents en faibles quantités dans les trois échantillons. Les résultats des analyses physiques et géotechniques montrent que les trois échantillons prélevés ont une granulométrie fine, ils sont très plastiques et ils sont classés comme des sols très gonflants.

Quatrième chapitre : Résultats et discussion

1) Introduction

Ce chapitre présente l'ensemble des résultats tirés de l'étude expérimentale, de la mesure de gonflement et de l'étude minéralogique-microstructurale réalisé en se basant sur la diffraction des rayons X et sur l'observation microscopique au MEB. Dans la première partie de ce chapitre, les principaux résultats obtenus aux effets de l'ajout des liants hydrauliques sur le gonflement des sols prélevés exactement sur sa pression de gonflement seront présentés. La deuxième partie sera consacrée aux résultats de l'étude minéralogique et microstructurale, nous étudierons l'évolution chimio-minéralogique des échantillons traités aux liants hydrauliques et nous insisterons sur les relations entre le comportement macroscopique (gonflement) des sols étudiés et l'évolution minéralogique et microstructural.

2) Résultats

2.1) L'effet de l'ajout des liants hydrauliques sur la pression de gonflement des marnes

Quatre teneurs en liants hydrauliques (chaux, ciment, chaux +ciment) ont été utilisées dans cette étude, 3 %, 5%, 7 % et 9 %, et des teneurs en lait de chaux, 2 %, 3 %, 5 %,7 % et 9 % pour les trois échantillons N1, Boum2 et OMB3. L'échantillon traité sera comparé à un échantillon non traité qui est considéré comme un échantillon témoin. Les éprouvettes réalisées pour les mesures de la pression de gonflement ont été confectionnées de manière à nous placer dans des conditions proches de leur état naturel.

2.1.1) Echantillon de N'gaous

L'ensemble des résultats obtenus par les différents traitements sont regroupés dans le tableau 23 et les figures 101, 102.

Tableau 23 : L'effet des différents traitements sur la pression de gonflement de l'échantillon N1.

Chaux %	Ech	Lait de chaux %	Ech	Ciment %	Ech	Chaux+Ciment %	Ech
	Pg (bars)		Pg (bars)		Pg (bars)		Pg (bars)
0	2,58	0	2,58	0	2,58	0	2,58
3	1,73	2	1.27	3	2,20	3	1,90
5	1,08	3	0.60	5	1,50	5	1,30
7	0,67	5	0.36	7	1,14	7	0,98
9	0,47	7	0.21	9	0,80	9	0,65
		9	0.08				

Echantillon non traité



3% Chaux

Avant l'essai de gonflement libre



Après l'essai de gonflement libre

Avant le passage à l'étuve



Après séchage à l'étuve



5% Chaux

Avant l'essai de gonflement libre



Après l'essai de gonflement libre

Avant le passage à l'étuve



Après séchage à l'étuve



7% Chaux

Après l'essai de gonflement libre

Après le passage à l'étuve



3% Ciment

Avant l'essai de gonflement libre



5% Ciment

Avant l'essai de gonflement libre



2% Ciment

Après l'essai de gonflement libre

Après séchage à l'étuve



<p><u>Après l'essai de gonflement libre</u> Avant le passage à l'étuve</p>  <p>Après le passage à l'étuve</p> 	<p><u>Après l'essai de gonflement libre</u> Avant le passage à l'étuve</p>  <p>Après le passage à l'étuve</p> 	<p><u>7% Ciment</u> <u>Après l'essai de gonflement libre</u> Après le passage à l'étuve</p> 
<p><u>3% Chaux + Ciment</u> <u>Avant l'essai de gonflement libre</u></p>  <p><u>Après l'essai de gonflement libre</u> Avant passage à l'étuve</p>  <p>Après séchage à l'étuve</p> 	<p><u>5% Chaux + Ciment</u> <u>Avant l'essai de gonflement libre</u></p>  <p><u>Après l'essai de gonflement libre</u> Avant passage à l'étuve</p>  <p>Après séchage à l'étuve</p> 	<p><u>7% Chaux + Ciment</u> <u>Après l'essai de gonflement libre</u></p> 

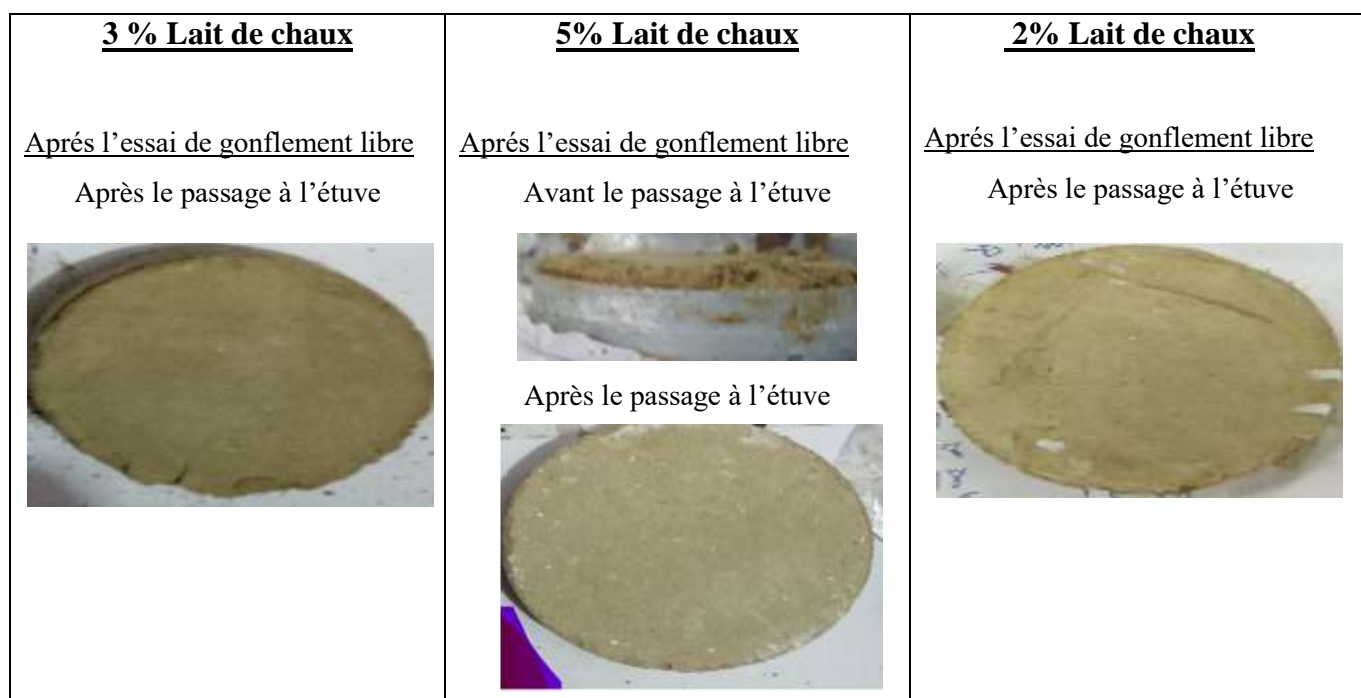


Figure 101: Photos de l'échantillon N1 non traité et traité aux liants hydrauliques avant et après l'essai de gonflement libre

La figure 102 montre l'effet de différents pourcentages de chaux sur le comportement du gonflement de l'échantillon de la marne N1 durcis pendant 28 jours. Les résultats montrent que l'échantillon naturelle est classé comme échantillon fortement gonflant avec une pression de gonflement de 2,58 bars. Comme la montre la figure, lorsque le dosage de chaux est faible (3 %), la pression diminue à 1,73 bar. Lorsqu'on utilise des doses plus élevées, 5 %, 7 % et 9 %, une réduction significative de la pression de gonflement a été observée, et les échantillons ont montré des valeurs de 1,08, 0,67 et 0,47 bar, respectivement. Donc l'augmentation de la teneur en chaux réduit considérablement le gonflement de cet échantillon de marne.

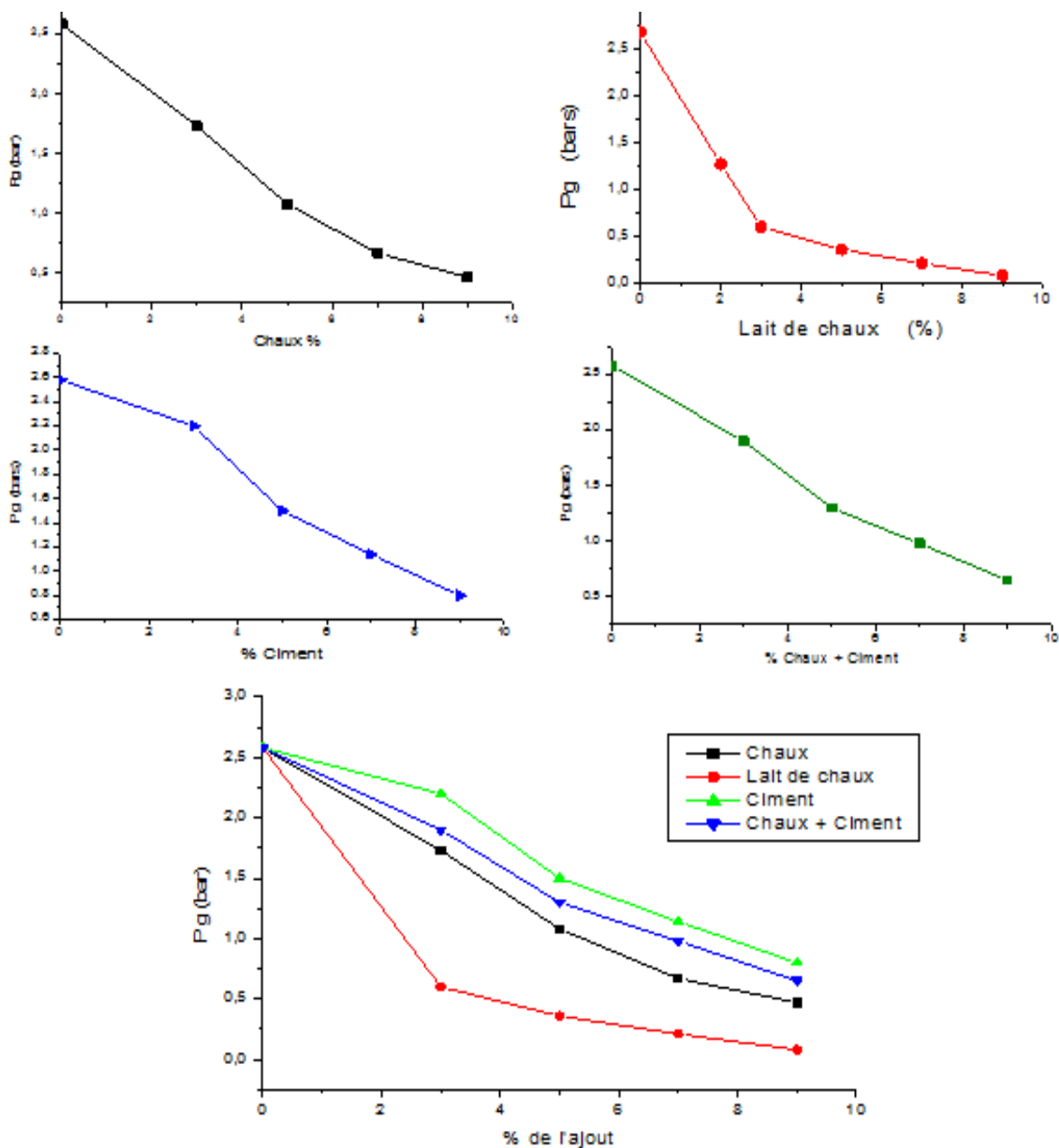


Figure 102: L'influence de l'ajout des liants hydrauliques sur la pression de gonflement de l'échantillon de marne N1.

Le changement de la pression de gonflement du sol non traité et traité à différentes teneurs en ciment est illustré à la Figure 102. Par rapport au traitement à la chaux, les échantillons traités au ciment ont montré une réduction de la pression de gonflement moindre. Après l'ajout de ciment, le gonflement du sol est immédiatement réduit. Il est évident qu'une addition de 5 % de ciment était suffisante pour stabiliser ce sol en réduisant la pression de 2,58 bars à 1,50 bar.

La valeur de la pression de gonflement du même échantillon de sol traité avec un mélange de chaux et de ciment est illustrée à la figure 102. D'après les résultats, nous avons remarqué que l'influence du mélange de chaux et de ciment sur la pression de gonflement est significative, et que le gonflement le plus faible est obtenu pour l'argile stabilisée à 5 % de chaux+ciment. L'augmentation de la teneur

en chaux+ ciment au-delà de 5 % n'a eu qu'un effet marginal sur la réduction de la pression de gonflement.

Les mesures de la pression de gonflement des échantillons stabilisées par le lait de chaux sont représentées sur la figure 102. D'après les résultats, nous voyons que la pression de gonflement diminue sensiblement avec un faible pourcentage de lait de chaux (3 %), au-delà de ce pourcentage, le gonflement devient négligeable.

2.1.2) Echantillon de Boum2

Les valeurs de la pression de gonflement de l'échantillon Boum2 non traité et traité par la chaux, ciment, chaux + ciment et le lait de chaux sont rassemblées dans le tableau 24 et les figures 103 et 104.

Tableau 24 : L'effet des différents traitements sur la pression de gonflement de l'échantillon Boum2.

Chaux %	Ech	Lait de chaux %	Ech	Ciment %	Ech	Chaux+Ciment %	Ech
	Pg (bars)		Pg (bars)		Pg (bars)		Pg (bars)
0	1,71	0	1,71	0	1,71	0	1,71
3	1.20	2	1.17	3	1.24	3	1.27
5	0.94	3	1.09	5	1.10	5	1.06
7	0.71	5	0,95	7	0.96	7	0,91
9	0.50	7	0.72	9	0,81	9	0,72
		9	0.46				














La figure 103 montre l'influence de l'ajout de chaux sur le comportement de gonflement des échantillons de marnes durcies pendant 28 jours. Comme l'illustre cette figure, sans chaux, l'échantillon présente une pression de gonflement de l'ordre de 1,71 bar et donc classé comme un sol fortement gonflant, une augmentation de la teneur en chaux a considérablement réduit le gonflement de l'échantillon de la marne Boum2.

Le traitement de cet échantillon au ciment ou bien au mélange de la chaux et du ciment donne des résultats proches à celui traité avec la chaux, mais l'action de la chaux semble plus importante que celle du ciment ou au mélange chaux/ciment pour la réduction de la pression de gonflement de l'échantillon. Les résultats de stabilisation montrent que l'addition de 3 %, 5 %, 7 % et 9 % de ciment à l'échantillon Boum2 donne des pressions de gonflement de 1,24 bar, 1,10 bar, 0,96 bar et 0,81 bar.

L'ajout du même pourcentage de mélange chaux+ciment à cet échantillon a réduit la pression de gonflement à 1,27, 1,06, 0,91 et 0,72 bar.

Concernant le traitement au lait de chaux, les résultats montrent que l'effet est plus important que les autres traitements, pour le même échantillon (Boum2) la pression de gonflement se stabilise à un faible pourcentage (2 % de lait de chaux).

<u>Echantillon non traité</u>		
		
<u>3% Chaux</u> <u>Avant l'essai de gonflement libre</u>  <u>Après l'essai de gonflement libre</u> Avant le passage à l'étuve  Après le passage à l'étuve 	<u>5% Chaux</u> <u>Avant l'essai de gonflement libre</u>  <u>Après l'essai de gonflement libre</u> Avant le passage à l'étuve  Après le passage à l'étuve 	<u>7% Chaux</u> <u>Après l'essai de gonflement libre</u> Après le passage à l'étuve  <u>9% Chaux</u> <u>Après l'essai de gonflement libre</u> Après le passage à l'étuve 

<p align="center"><u>3% Ciment</u></p> <p><u>Avant l'essai de gonflement libre</u></p>  <p><u>Après l'essai de gonflement libre</u> Avant le passage à l'étuve</p> 	<p align="center"><u>5% Ciment</u></p> <p><u>Avant l'essai de gonflement libre</u></p>  <p><u>Après l'essai de gonflement libre</u> Avant le passage à l'étuve</p> 	<p align="center"><u>2% Ciment</u></p> <p><u>Après l'essai de gonflement libre</u> Après le passage à l'étuve</p>  <p align="center"><u>7% Ciment</u></p> <p><u>Après l'essai de gonflement libre</u> Après le passage à l'étuve</p> 
<p align="center"><u>3% Chaux + Ciment</u></p> <p><u>Avant l'essai de gonflement libre</u></p>  <p><u>Après l'essai de gonflement libre :</u> Avant le passage à l'étuve</p>  <p>Après le passage à l'étuve</p> 	<p align="center"><u>5% Chaux + Ciment</u></p> <p><u>Avant l'essai de gonflement libre</u></p>  <p><u>Après l'essai de gonflement libre</u> Avant le passage à l'étuve</p>  <p>Après le passage à l'étuve</p> 	<p align="center"><u>Chaux + Ciment</u></p> <p><u>Après l'essai de gonflement libre</u> Après le passage à l'étuve</p> 

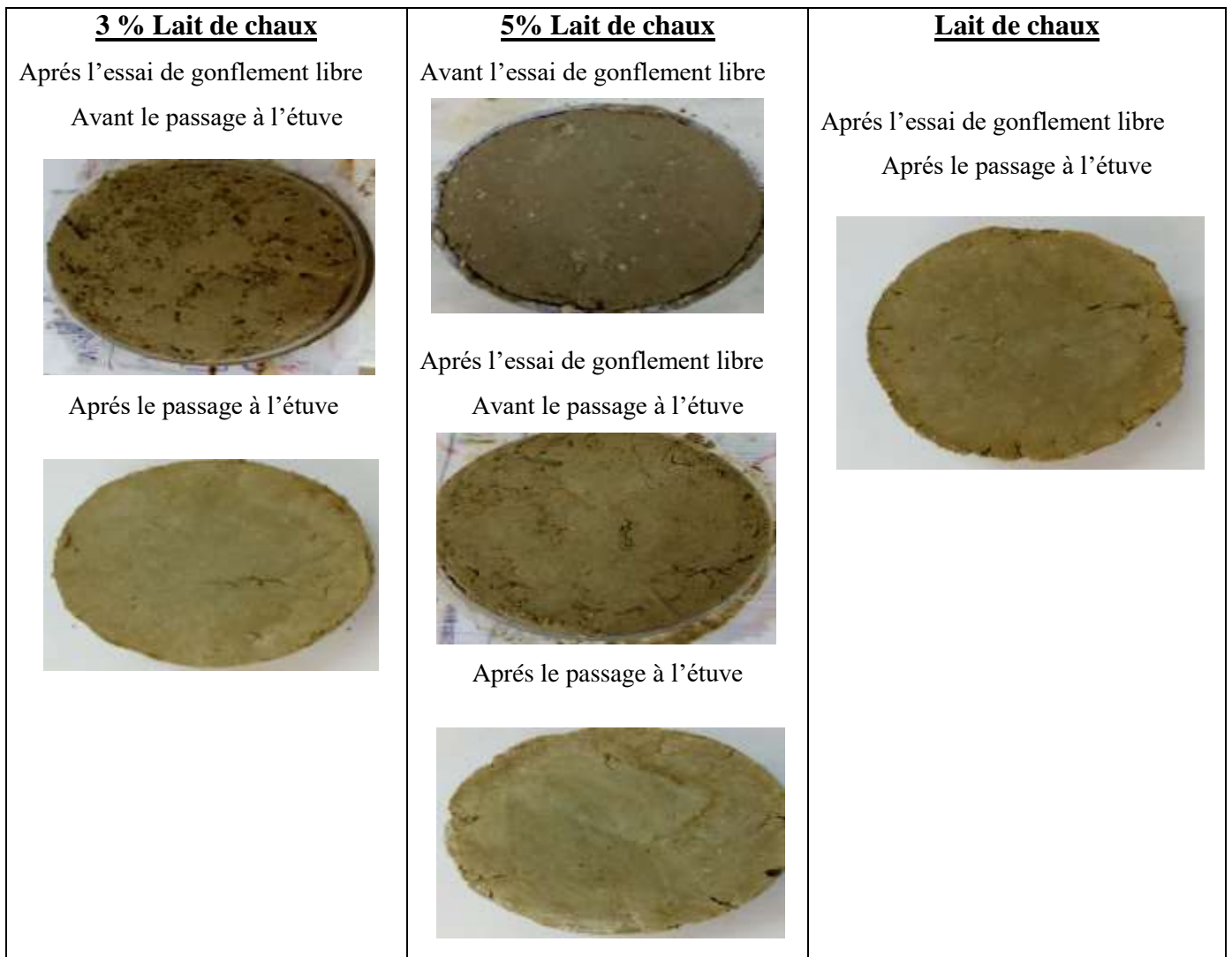


Figure 103 : Photos de l'échantillon Boum2 non traité et traité aux liants hydrauliques avant et après l'essai de gonflement libre

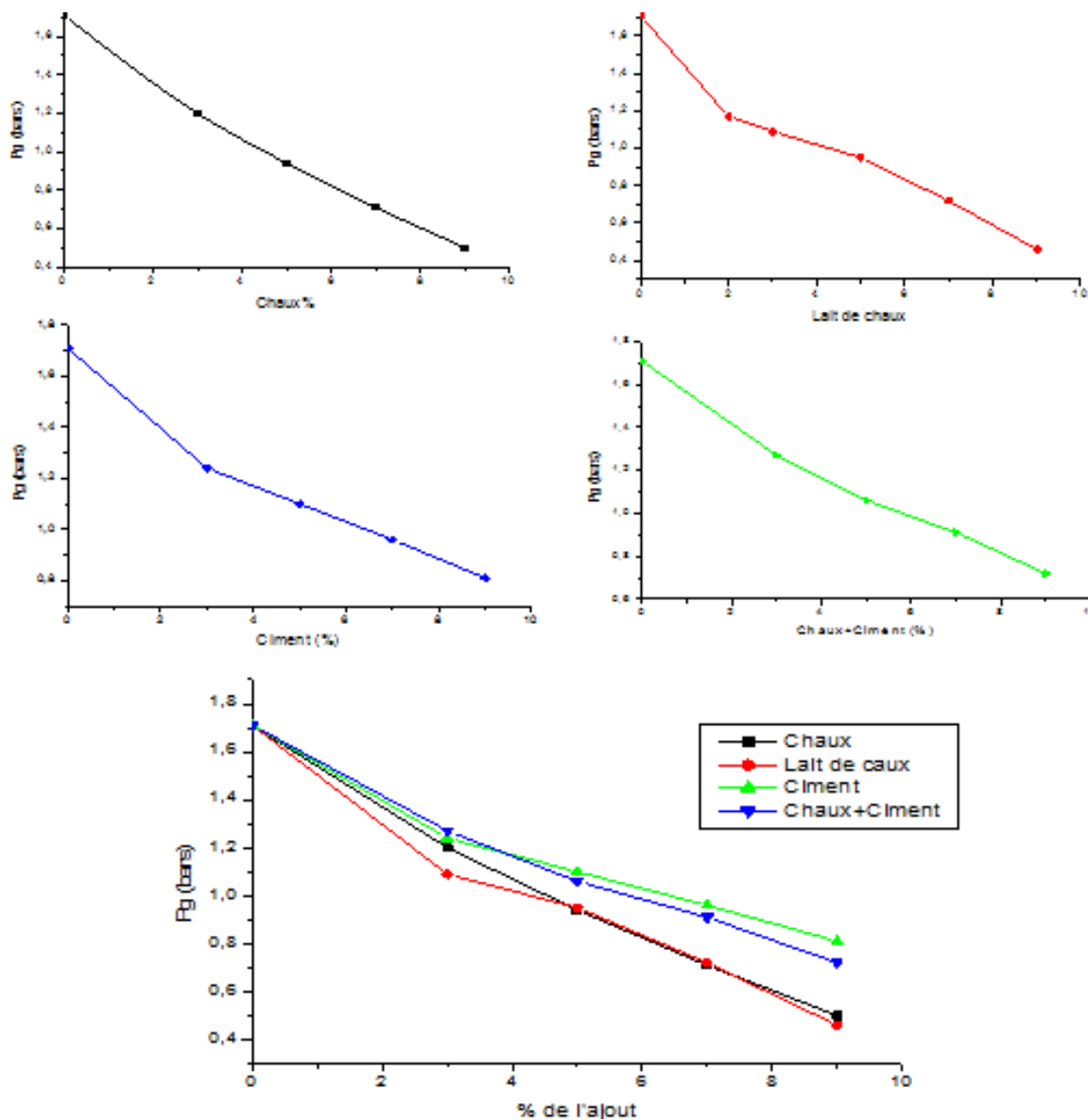


Figure 104 : L'influence de l'ajout des liants hydrauliques sur la pression de gonflement de l'échantillon de marne Boum2.

2.1.3) Echantillon de Zorg

Tableau 25 : L'effet des différents traitements sur la pression de gonflement de l'échantillon OMB3.

Chaux %	Ech	Lait de chaux %	Ech	Ciment %	Ech	Chaux+Ciment %	Ech
	Pg (bars)		Pg (bars)		Pg (bars)		Pg (bars)
0	1,61	0	1,61	0	1,61	0	1,61
3	0,58	2	0,47	3	1,00	3	0,84
5	0,37	3	0,34	5	0,69	5	0,50
7	0,25	5	0,11	7	0,37	7	0,41
9	0,12	7	0,09	9	0,11	9	0,24
		9					

La figure 106 montre l'évolution de la pression de gonflement de l'échantillon OMB3 traitée avec à la chaux. Les résultats montrent que l'ajout de 3 %, 5 %, 7 % et 9 % donne des pressions de gonflement de 0.58 bar, 0.37 bar, 0.25 bar et 0.12 bar. Les réductions de gonflement obtenues étaient proportionnelles à la quantité de chaux ajoutée. On constate donc que l'ajout de la chaux réduit le gonflement est se stabilise à 3 % d'ajout de chaux.

La figure 106 montre que la pression de gonflement de l'échantillon cette marne diminue avec l'augmentation du dosage de ciment. Pour 3 % de ciment le caractère gonflant du sol se situe dans la fourchette dite stable, elle passe de 1,761 à 1,00 bars.

La figure 106 présente l'évolution de la pression de gonflement en fonction du pourcentage de l'ajout de la chaux et du ciment. En général, l'action de la combinaison de chaux et de ciment conduit à des effets similaires à ceux de ciment seul.

La Figure 106 montre l'évolution de la pression de gonflement en fonction du pourcentage de lait de chaux. Pour un faible pourcentage de lait de chaux (2 %), la pression de gonflement passe de 1,61 bar à 0.47 bar. Cette méthode de stabilisation semble plus efficace pour la réduction de la pression de gonflement que les autres méthodes.



<p><u>Après l'essai de gonflement libre</u></p> <p>Avant le passage à l'étuve</p>  <p>Après le passage à l'étuve</p> 	<p><u>Après l'essai de gonflement libre</u></p> <p>Avant le passage à l'étuve</p>  <p>Après passer à l'étuve</p> 	
<p><u>3% Ciment</u></p> <p><u>Avant l'essai de gonflement libre</u></p>  <p><u>Après l'essai de gonflement libre</u></p> <p>Avant le passage à l'étuve</p> 	<p><u>5% Ciment</u></p> <p><u>Avant l'essai de gonflement libre</u></p>  <p><u>Après l'essai de gonflement libre</u></p> <p>Avant le passage à l'étuve</p>  <p>Après le passage à l'étuve</p> 	<p><u>2% Ciment</u></p> <p><u>Après l'essai de gonflement libre</u></p> <p>Après le passage à l'étuve</p>  <p><u>9% Ciment</u></p> <p><u>Après l'essai de gonflement libre</u></p> <p>Après le passage à l'étuve</p> 

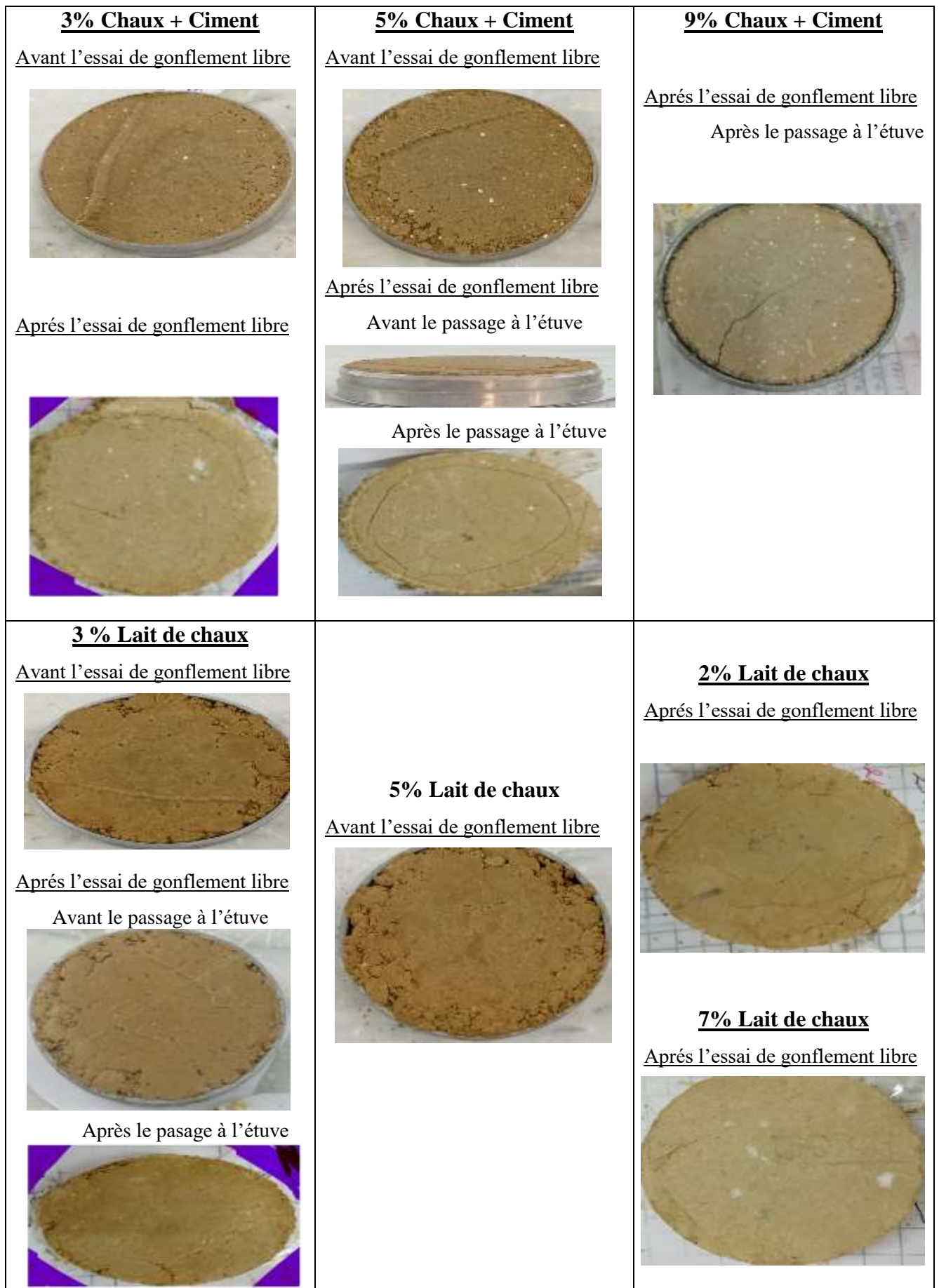


Figure 105: Photos de l'échantillon OMB3 non traité et traité aux liants hydrauliques avant et après l'essai de gonflement libre

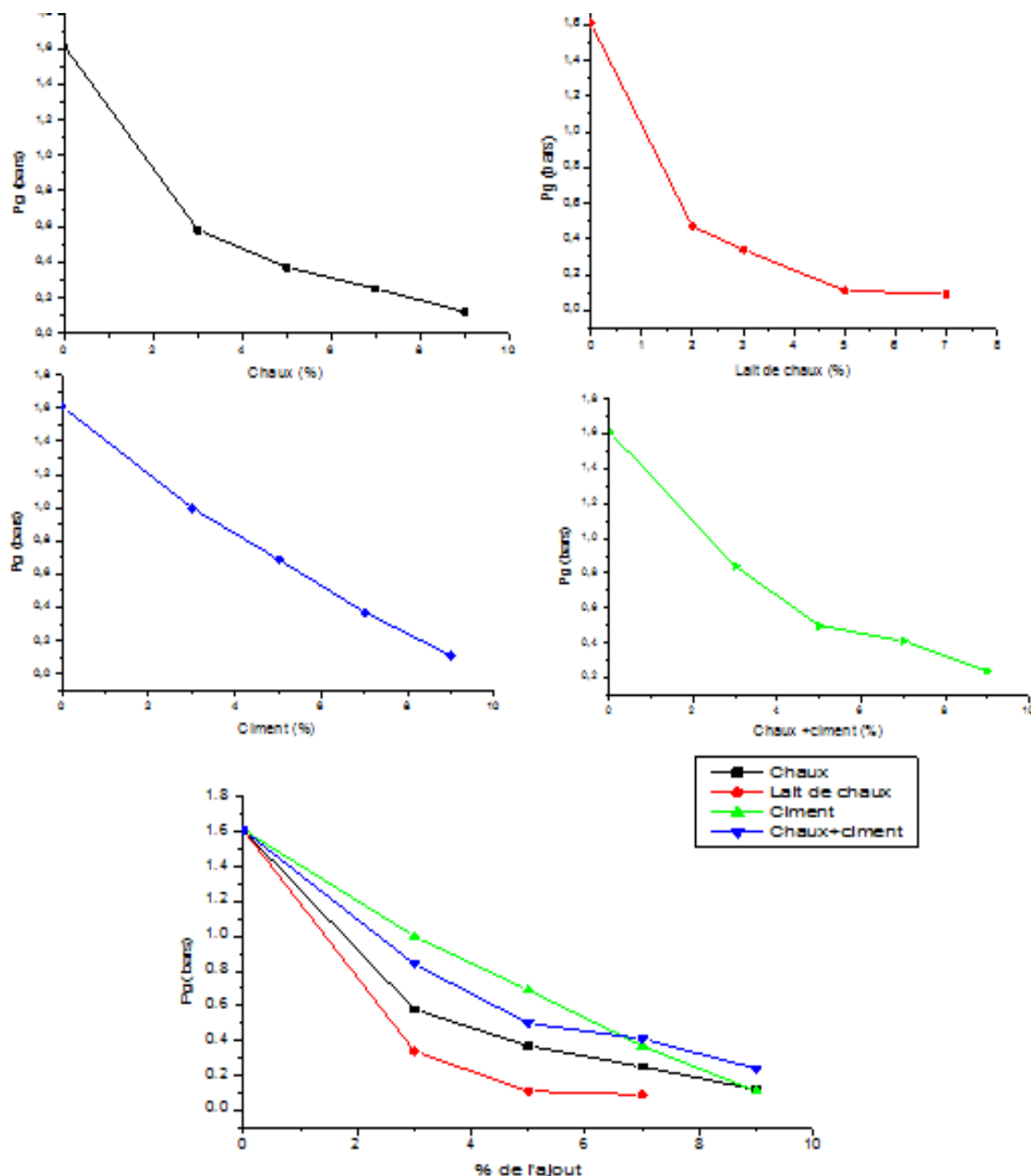


Figure 106 : L'influence de l'ajout des liants hydrauliques sur la pression de gonflement de l'échantillon de marne OMB3.

En résumé, une augmentation de la teneur de chaux a considérablement réduit le gonflement des trois échantillons de marnes (N1, Boum2 et OMB3). Cette diminution de la pression de gonflement est significative pour les trois échantillons testés et les meilleures réductions sont celles obtenues en ajoutant 5% de chaux pour l'échantillon N1, tandis que pour les échantillons Boum2 et OMB3 la meilleure réduction a été obtenue à 3% de chaux. L'effet de l'ajout de ciment ou du mélange de la chaux et du ciment est similaire à celui de la chaux. La méthode de stabilisation par le lait de chaux semble plus efficace pour la réduction de la pression de gonflement que les autres méthodes parce

qu'avec des faibles pourcentages d'ajout (2 %) il y a une diminution importante de la pression de gonflement.

Presque les mêmes effets de la chaux sont obtenus pour le ciment et le mélange chaux /ciment. Les composées hydratées relient les grains d'argile entre eux en formant des sortes de ponts nombreux et solides entraînant leur rigidification, et par conséquent, la diminution de gonflement. Le gonflement est inversement proportionnel aux pourcentages de chaux et/ou de ciment additionné. Un comportement similaire a été observé par Almokhtar et al. 2012, Lemaire et al. 2013 et Al-Rawas et al. (2005). La stabilisation par une solution de chaux (lait de chaux) semble plus efficace et donne des résultats très satisfaisants. Pour une faible concentration 2%, la réduction de la pression de gonflement est plus importante. Donc le lait de chaux est plus efficace pour la réduction de la pression de gonflement par rapport aux autres stabilisants.

2.2) Evolution chimio-minéralogique des marnes traités aux liants hydrauliques

Les formations marneuses des trois échantillons (N1, B2 et OMB3) non traités et traités à différents pourcentages d'ajout des liants hydrauliques sont caractérisées minéralogiquement afin d'évaluer la réactivité des minéraux (argileux et non argileux) avec les liants hydrauliques et de la formation de phases cimentaires.

L'évolution des propriétés chimio-minéralogiques au cours du traitement a été étudiée à l'aide d'analyses DRX et ATD/ATG, La diffraction des rayons X est utilisée pour mettre en évidence les phases cristallisées telles que la portlandite et les phases de type C-A-H, C-A-S-H et C-S-H.

2.2.1)Echantillon de N'gaous

2.2.1.1) L'effet du traitement sur l'argile totale (N1)

Les intensités reflètent l'abondance relative des différents minéraux argileux et non argileux dans le matériau. L'abondance relative des minéraux a été estimée à partir de la mesure de la hauteur caractéristique des réflexions du pic principal pour chaque minéral identifié, multipliée par un facteur de correction spécifique. Rappelons que la marne naturelle (non traitée) est essentiellement composée de 65 % d'argile (Smectite 26 %, Kaolinite 28 %, Illite 15%, Smectite+Illite 5% et Chlorite 26%), 16% de quartz, 13% de calcite et 6% de gypse. Pour évaluer l'effet des liants hydrauliques sur cette marne, nous présentons dans les figure107, 108, 109 et 110, les résultats obtenus après traitement, les principaux minéraux existant dans les échantillons traités avec 3 et 5% d'ajout (chaux, ciment, chaux + ciment et lait de chaux).

La figure 107 montre les diffractogrammes aux rayons X des sols non traités et traités à la chaux après 28 jours. La comparaison des trois diffractogrammes montre l'apparition de nouveaux pics indiquant la formation de produits pouzzolaniques (CSH) dans les marnes traitées. Le petit pic correspondant au CSH peut être observé dans les spectres des sols traités à côté du pic de calcite (identifié par la réflexion principale à 3.03\AA). Le pic de la fraction argileuse (phyllosilicates) est généralement identifié par sa réflexion commune à $4,46\text{\AA}$. L'absence de portlandite (résultant de l'hydratation de la chaux) dans les marnes traitées à 3 % de chaux après 28 jours confirme la consommation totale de la chaux par les réactions après 28 jours. De plus, le pic de portlandite à 5% est observable (Ca(OH)_2 à $2\theta = 18.00^\circ$) avec une très faible intensité. Il apparaît qu'avec une forte dose de chaux, la quantité d'eau interstitielle n'est pas suffisante pour hydrater la chaux ajoutée. Les résultats montrent qu'il existe des variations d'intensité et d'abondance relative de la fraction argileuse ($d = 4,46\text{\AA}$) au cours du traitement qui diminuent avec l'augmentation du pourcentage de la chaux, ce qui montre qu'il y a une réactivité de cette fraction au cours du traitement (Figure 107). Parallèlement à cette diminution, l'intensité de réflexion des composés cimentaires (CSH) augmente. En ce qui concerne l'intensité et l'abondance relative des autres minéraux non argileux (16 % quartz, 13 % calcite et 6 % gypse) n'ont pas été réduites lors du traitement à la chaux, elles indiquent que ces minéraux n'ont pas été influencés par la chaux. Les autres composés cimentaires de type (CAH et CASH) n'ont pas été observés dans les échantillons traités.

Les diagrammes DRX des marnes traitées avec 3% et 5% du ciment présentés sur la figure 108 à un temps de durcissement 28 jours ont montré que l'intensité des pics de la fraction argileuse (phyllosilicates) diminuait avec toutes les teneurs en ciment. Ce comportement est attribué au fait que les minéraux de la fraction argileuse sont effectués par le ciment. Le pourcentage d'ajout de cure a eu un effet significatif sur les changements minéralogiques des échantillons de cette marne. En d'autres termes, la réflexion des pics (CSH) dans les deux marnes traitées (3 % et 5 % au ciment) été observée sur les diagrammes DRX.

Pour les échantillons traités au mélange chaux + ciment, des résultats similaires ont été obtenus comme précédemment. La marne traitée à 3 % et 5 % à un temps de durcissement de 28 jours, montre que seul le pic (CSH) existe sous forme de nouvelle phase cristalline. On observe que l'intensité caractéristique de réflexion de la fraction argileuse change avec le dosage du mélange chaux+ciment, indiquant la réactivité de cette phase dans le matériau (Figure 109).

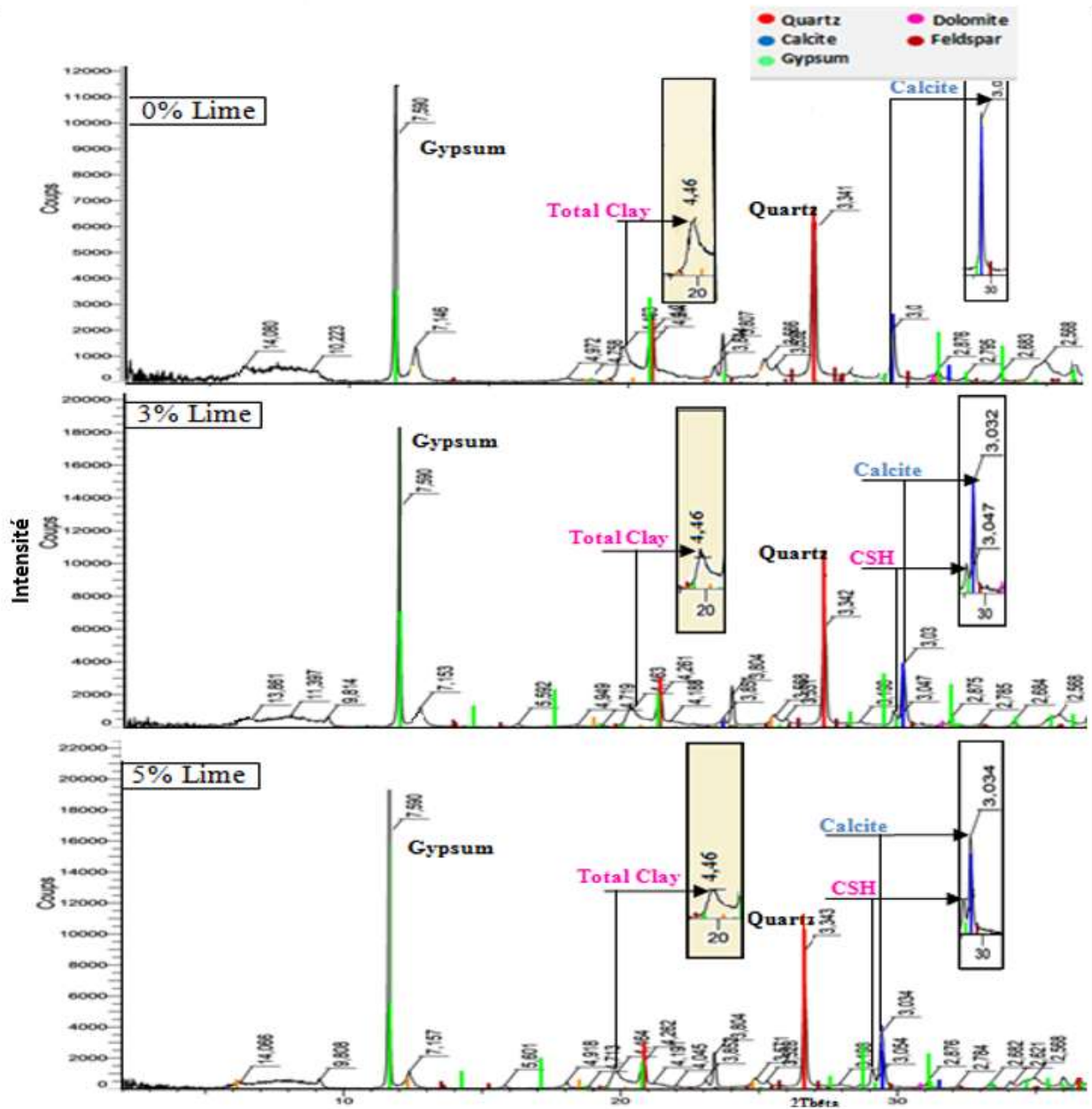


Figure 107: diffractogrammes aux rayons X de l'argile totale de l'échantillon (N1) non traité et traité à la chaux.

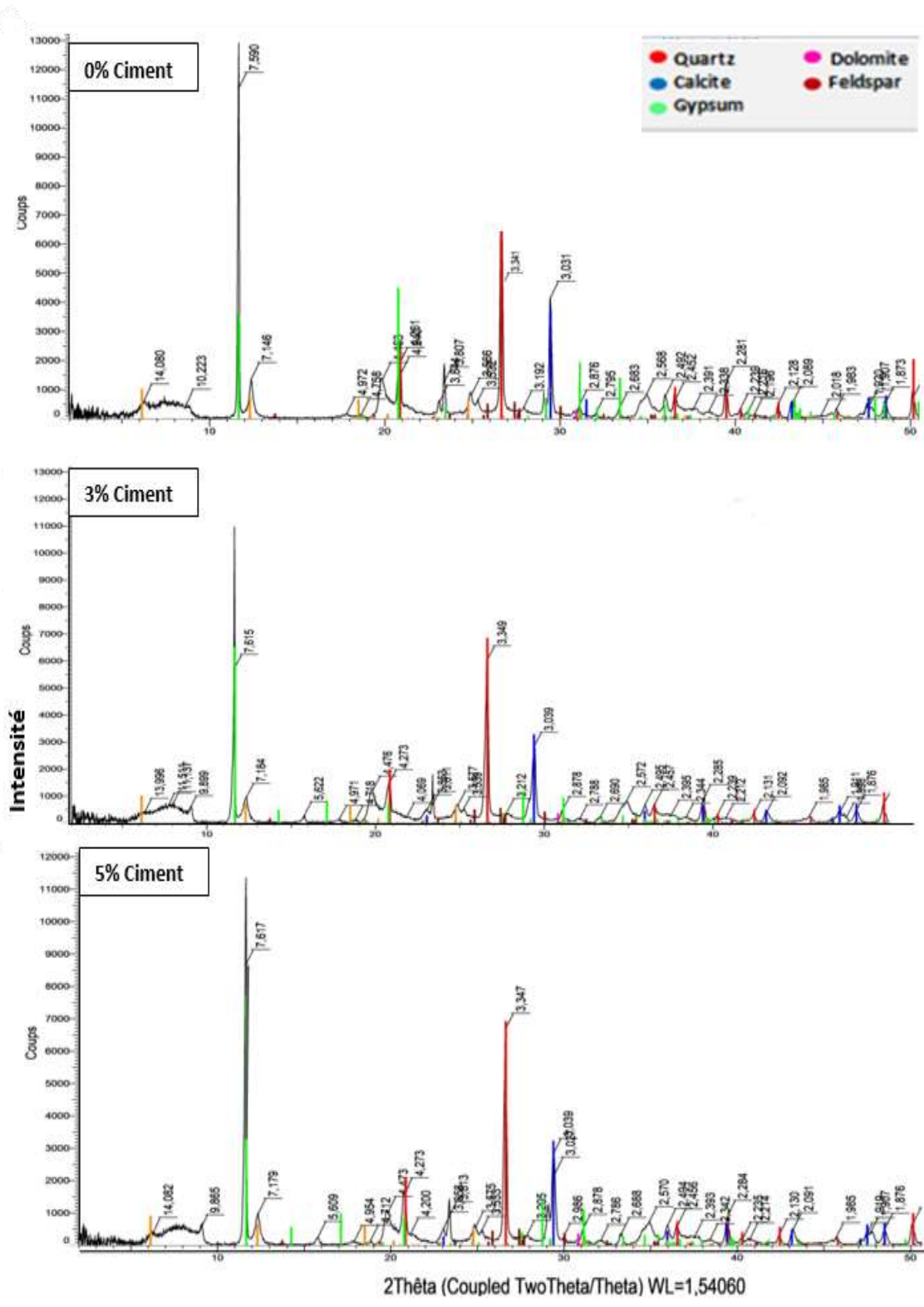


Figure 108: diffractogrammes aux rayons X de l'argile totale de l'échantillon (N1) non traité et traité au ciment.

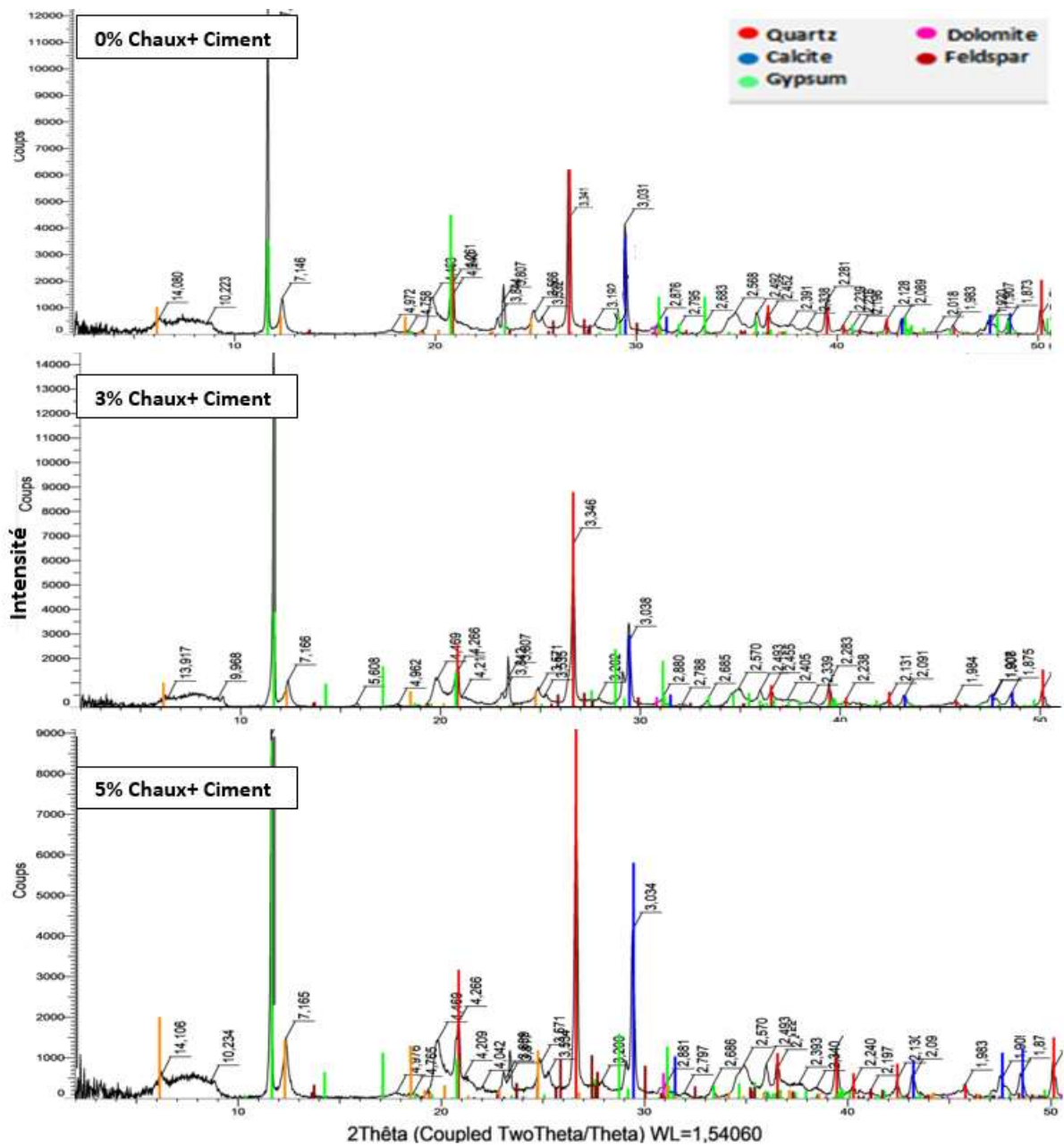


Figure 109: diffractogrammes aux rayons X de l'argile totale de l'échantillon (N1) non traité et traité au mélange chaux + ciment.

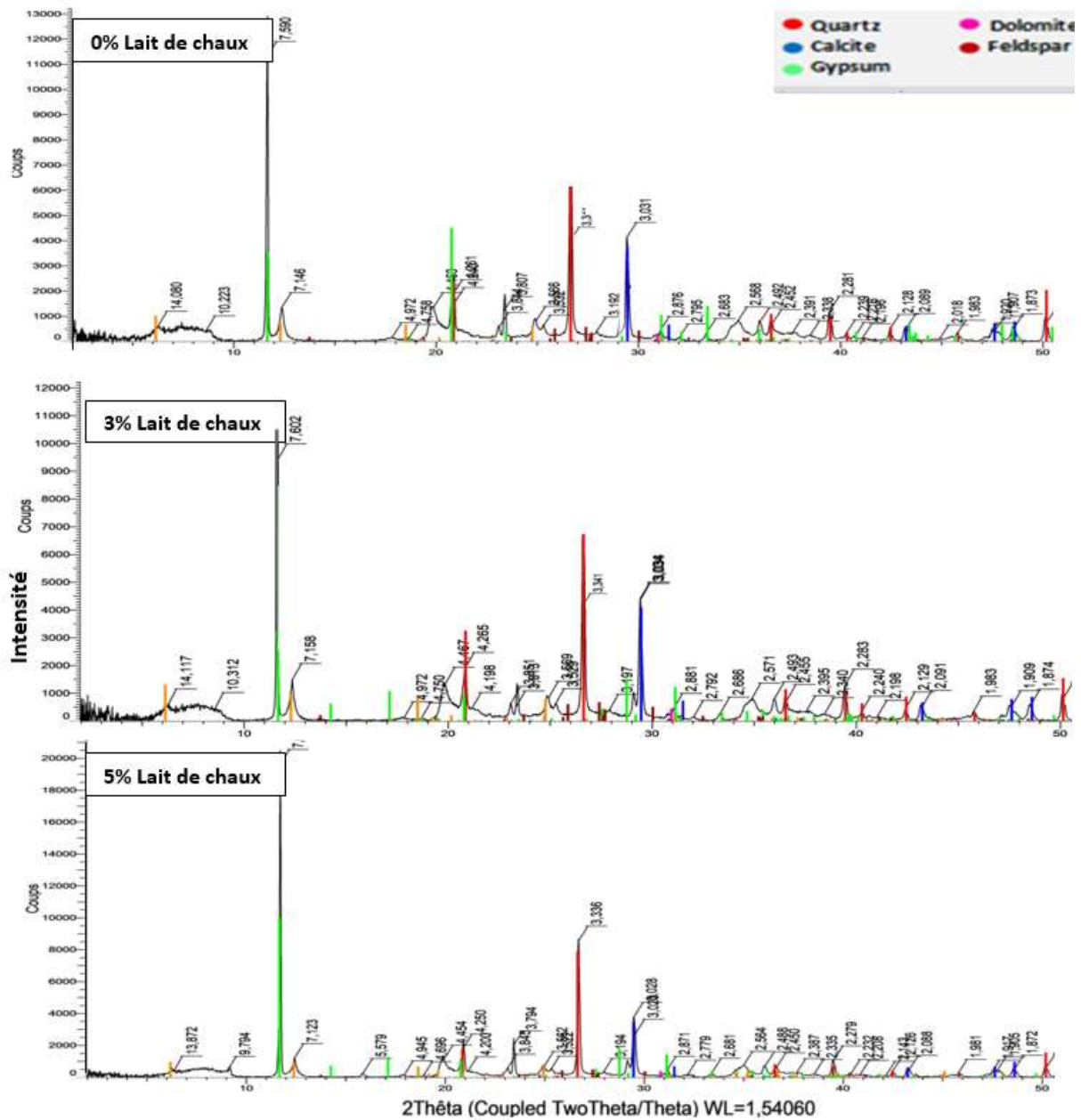


Figure 110: diffractogrammes aux rayons X de l'argile totale de l'échantillon (N1) non traité et traité au lait de chaux.

Il est de même pour l'échantillon traité au lait de chaux, sur les diagrammes des échantillons traités avec 3 % et 5 % de lait de chaux, les réflexions attribuées de la portlandite non consommée ont été détectées dans les échantillons traités. Les intensités des pics de la fraction argileuse diminuent avec l'augmentation du pourcentage de lait de chaux. De nouveaux pics correspondant à l'hydrate d'aluminate de calcium (CSH) ont été détectés après 28 jours de cure. Les intensités maximales des nouveaux hydrates augmentent avec l'augmentation du dosage de lait de chaux (Figure 110).

2.2.1.2) L'effet sur la fraction argileuse (N1)

Les effets du traitement aux liants hydrauliques sur les argiles sont la conséquence de réactions chimico-minéralogique, à savoir l'échange de cations entre les ions de calcium et la surface des minéraux argileux (smectite, illite, Kaolinite, muscovite,...etc) ainsi que les réactions pouzzolaniques, qui se développent avec le temps en raison de la forte disponibilité de calcium, aluminium et silicium dans le système sol-liant hydraulique.

La recherche sur l'effet du traitement des liants hydrauliques sur la stabilisation des sols argileux a été largement étudiée. Cependant, le mécanisme chimico- minéralogique, en particulier l'effet du traitement sur les minéraux argileux (smectite, illite, kaolinite, muscovite,...etc), n'est pas encore totalement compris. Dans cette partie de thèse, l'influence de l'ajout des liants hydrauliques sur la fraction argileuse a également été examinée.

Les diagrammes DRX d'une lame orientée de l'échantillon de la marne non traité et traité avec 3% et 5% aux liants hydrauliques à un temps de durcissement de 28 jours sont représentés sur les figures 111, 112, 113 et 114.

L'identification qualitative a été réalisée en se référant à l'espace intercalaire (Brown et Brindley, 1980) et aux valeurs d'intensité des principales réflexions entre les trois modèles de rayons X, caractéristiques de chaque minéral.

L'estimation semi-quantitative des minéraux argileux est basé sur la hauteur des réflexions spécifiques mesurées en général dans les runs EG, multipliée par des facteurs correctifs (Fagel et al., 2007), à l'aide du logiciel DIFFRACPlus.EVA. L'abondance relative des minéraux a été estimée à partir de la hauteur du pic principal multipliée par des facteurs de correction (Cook et al., 1975 et Boski et al., 1998).

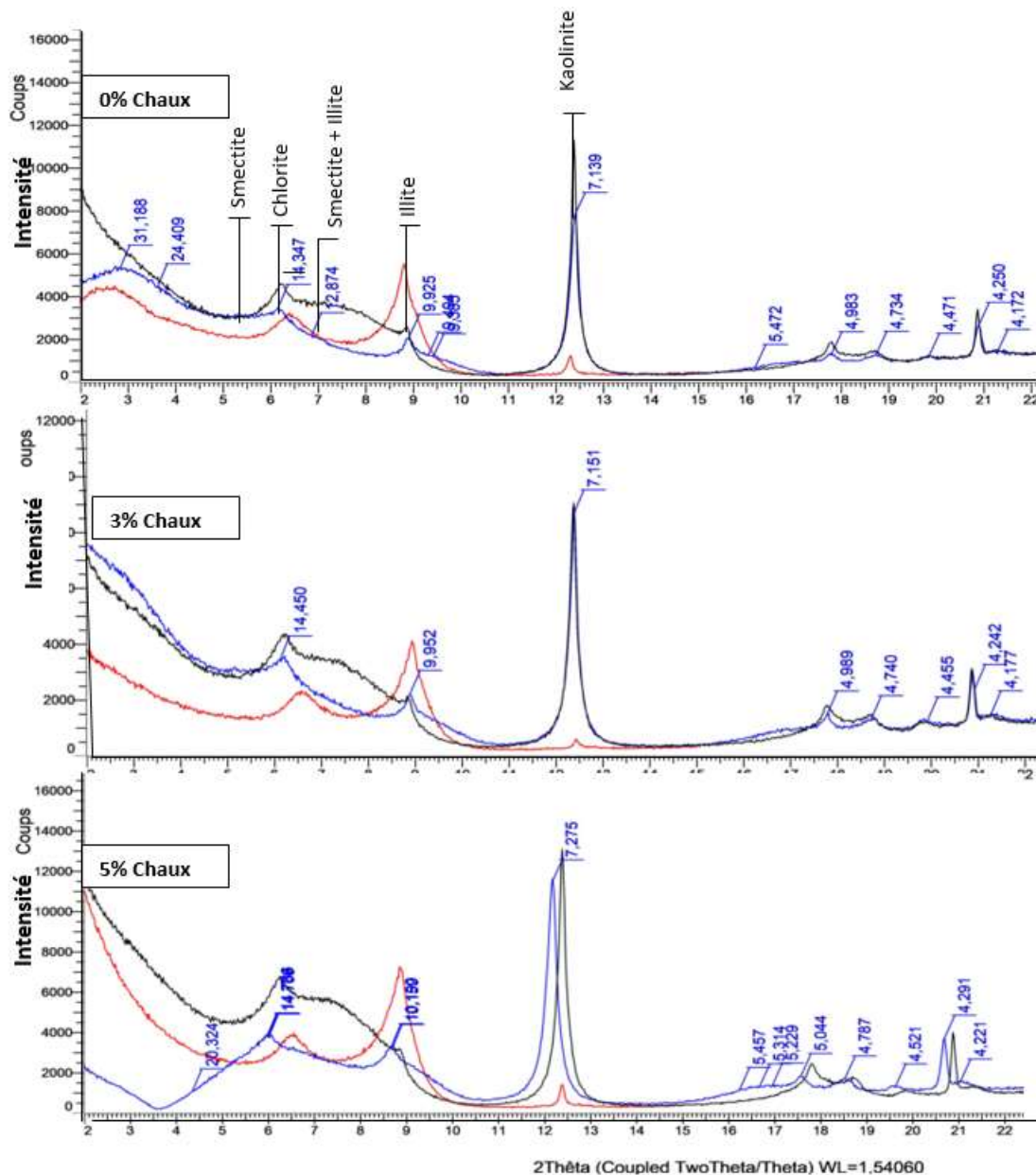


Figure 111: diffractogrammes aux rayons X d'une lame orientée de l'échantillon N1, non traité et traité à la chaux.

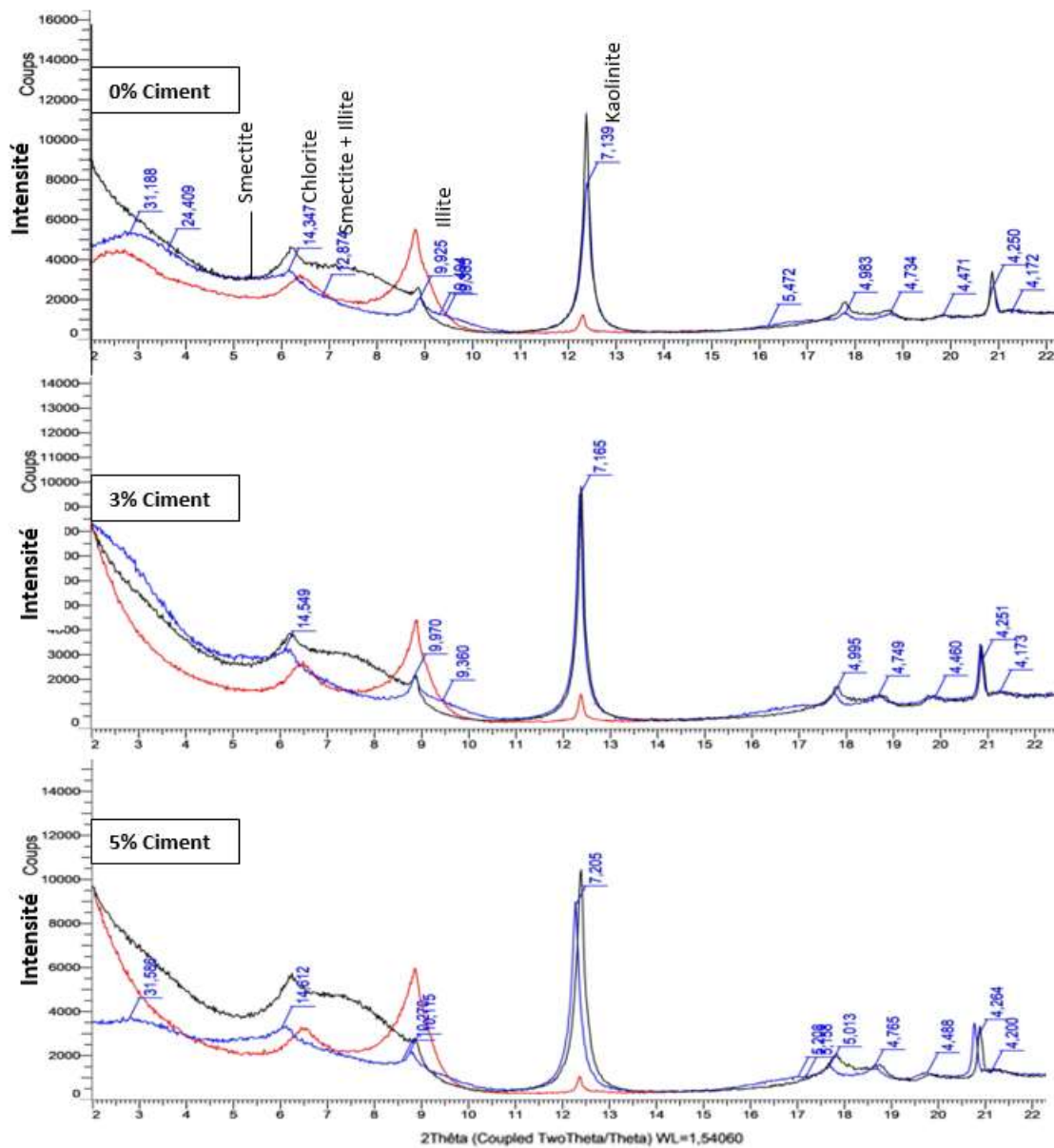


Figure 112: diffractogrammes aux rayons X d'une lame orientée de l'échantillon N1, non traité et traité au ciment.

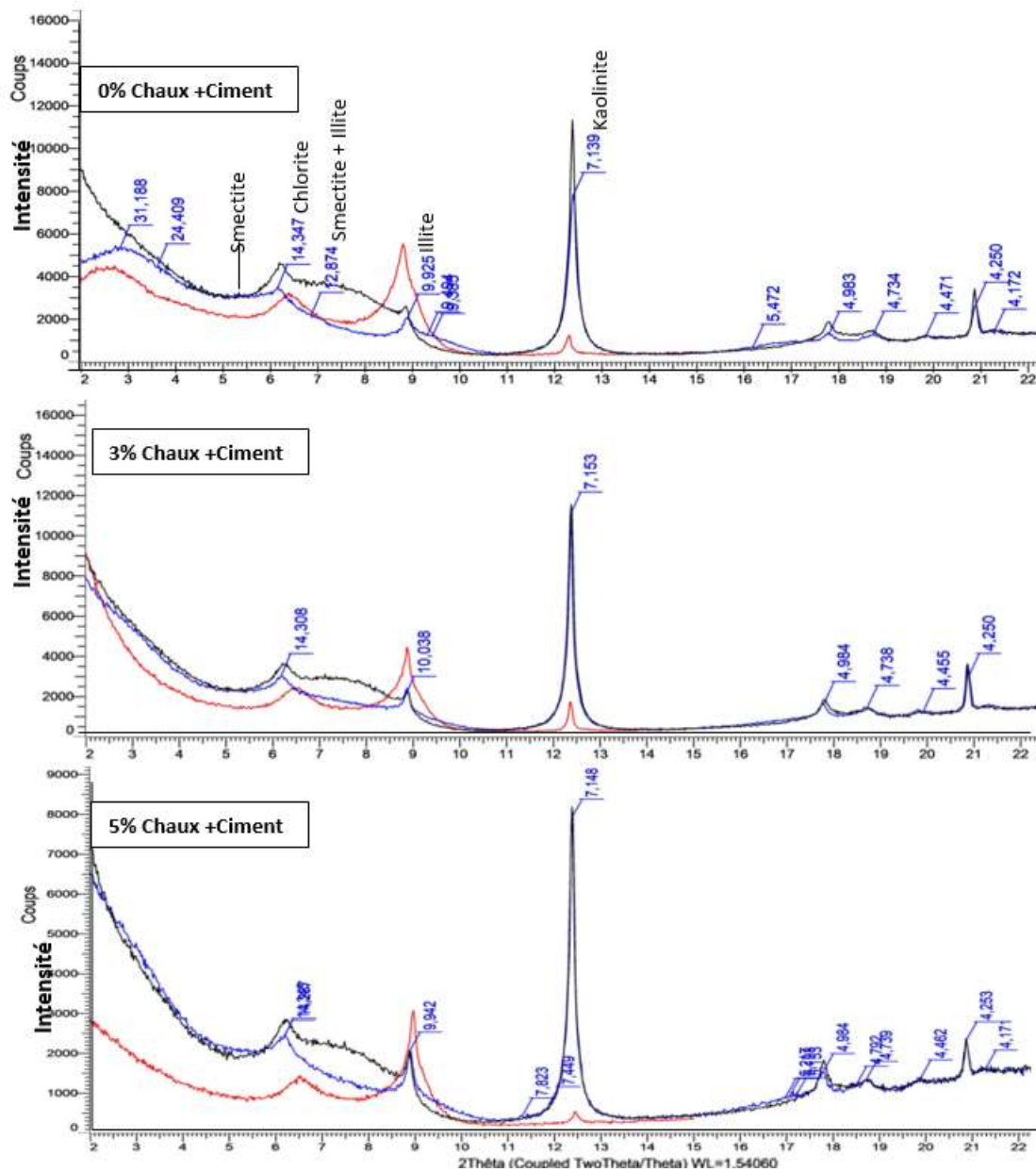


Figure 113: diffractogrammes aux rayons X d'une lame orientée de l'échantillon N1, non traité et traité au mélange chaux+ciment.

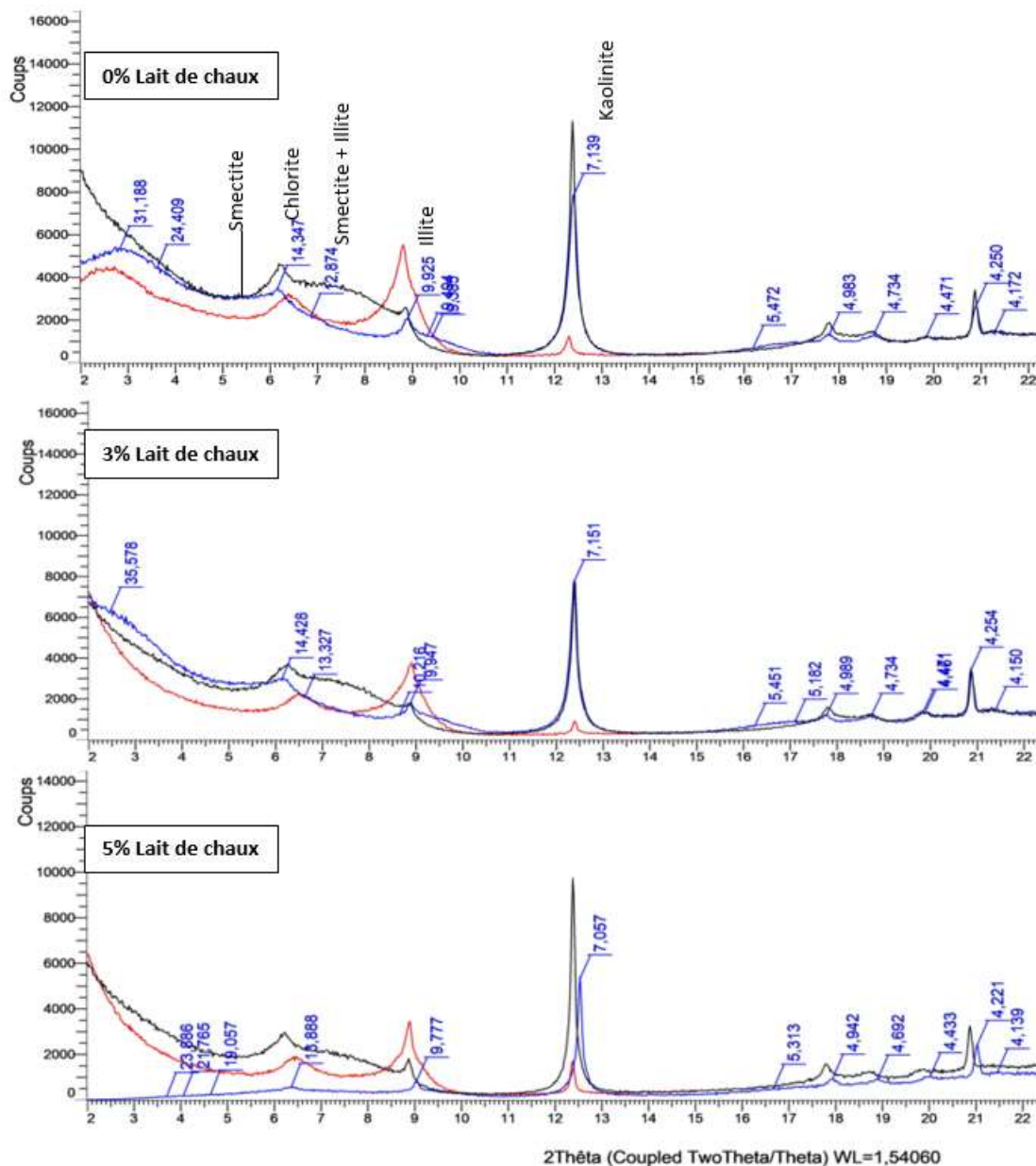


Figure 114: diffractogrammes aux rayons X d'une lame orientée de l'échantillon N1, non traité et traité au lait de chaux.

Les intensités reflètent l'abondance relative des différents minéraux argileux dans le matériau. L'abondance relative des minéraux a été estimée à partir de la mesure de la hauteur caractéristique des réflexions du pic principal pour chaque minéral identifié, multipliée par un facteur de correction spécifique.

Rappelons que la fraction argileuse de la marne naturelle (non traitée) est essentiellement composée de smectite 26%, de kaolinite 28%, %, d'illite 15%, de smectite+illite 5% et de chlorite 26%. La figure 111 montre la variation de l'abondance relative des minéraux argileux pour la marne non stabilisée et stabilisée à différentes teneurs en chaux (3% et 5%). La figure montre que l'ajout de chaux à la

marne naturelle a diminué l'intensité du smectites, d'illite et d'interstratifiés (smectites+illite) par contre la chlorite et la kaolinite reste stable. Ces résultats indiquent la réactivité des deux minéraux la smectites et l'illite avec la chaux.

Des résultats similaires pour la stabilisation de cet échantillon au ciment sont illustrés à la figure 112. Les intensités de smectites, d'illite et d'interstratifiés (smectites+illite) diminuent avec l'augmentation du dosage au ciment, aucune diminution n'a été observée des intensités de la chlorite et de la kaolinite.

Par contre les résultats de la stabilisation par l'ajout du mélange chaux et ciment n'a pas montré une claire modification de l'abondance relative des minéraux argileux par rapport à l'échantillon non traité. On note seulement une petite diminution des pics des minéraux argileux, indiquant l'existence d'une faible réactivité de ces minéraux avec ce type de stabilisant. (Figure 113)

La stabilisation par le lait de chaux conduit à la diminution des intensités de tous les minéraux argileux. Les pics des minéraux argileux diminuent avec l'augmentation du pourcentage de lait de chaux, les réductions de l'intensité du smectites, d'illite et du chlorite sont importantes et presque tous ces minéraux ont disparu pour un pourcentage de 5% lait de chaux, le pic de la kaolinite change peu avec le dosage de lait de chaux indiquant que la réactivité de cette phase dans le matériau est faible. Cette étude montre que le lait de chaux à un effet important sur la minéralogie de cet échantillon de marne. (Figure 114)

2.2.1.3) Analyses thermiques ATD \ATG

Des analyses thermiques permettent de compléter l'identification par suivi et quantification des pertes de masse en fonction des plages de température caractéristiques des différentes phases.

Les thermogrammes des marnes naturelles montrent l'existence des trois pics endothermiques. Le premier pic entre 100 et 200°C, due au départ d'eau hygroscopique à la surface des particules (déshydratation). Le deuxième pic entre 475 et 550°C correspond à la déshydroxylation des minéraux argileux (réaction au cours de laquelle les minéraux argileux perdent leur hydroxyle). Le dernier pic situé entre 700 et 800°C correspond à une décarbonatation, indiquant la présence de carbonates dans cet échantillon. Concernant les thermogrammes de marnes traitées, les résultats montrent l'apparition d'un nouveau pic dans la gamme de température de 250 à 300°C correspondant à la formation de composés hydratés de type (CSH), la perte de masse qui est associée à la formation de ces composés augmente avec l'augmentation de l'ajout des liants hydrauliques. On observe également la présence d'un second pic endothermique pour les marnes traitées à 5% de chaux avec une très faible intensité dans la gamme de température de 350 et 400°C, lié à la déshydratation de la portlandite ($\text{Ca}(\text{OH})_2$) qui a été observé lors des analyses minéralogiques. Il est à noter que la perte de masse des minéraux

de la fraction argileuse (smectite, chlorite, illite et la kaolinite) diminue avec l'augmentation de l'ajout des liants hydrauliques (chaux, chaux et/ou ciment et lait de chaux) figure 115, 116, 117 et 118.

Les résultats de l'analyse thermogravimétrique sont identiques aux résultats de l'analyse DRX. Ces observations sont similaires aux résultats rapportés par plusieurs études (Maubec et al. 2017; Guidobaldi et al. 2017).

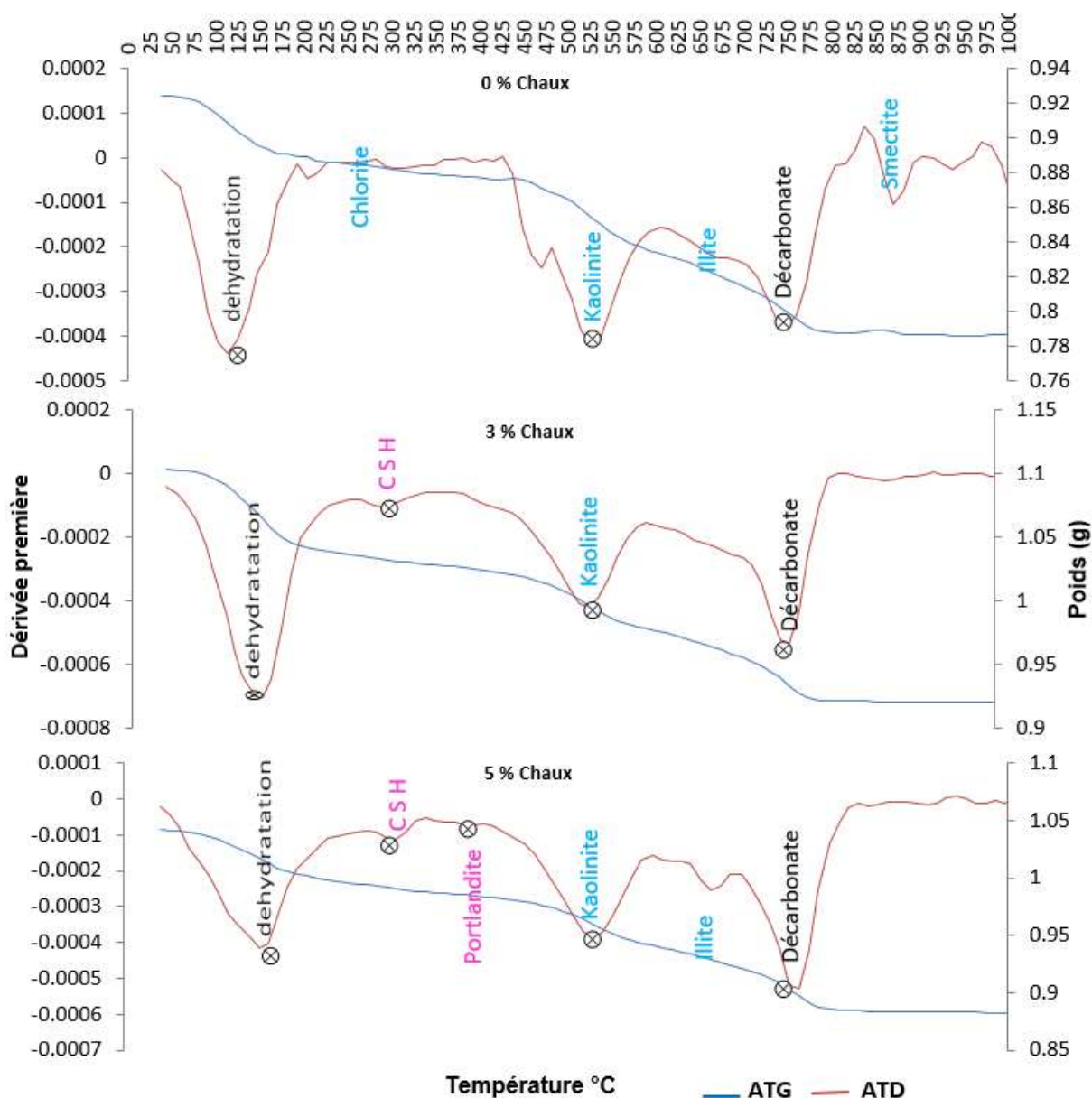


Figure 115: Courbes ATD et ATG de l'échantillon de la marne (N1) non traité et traité à la chaux

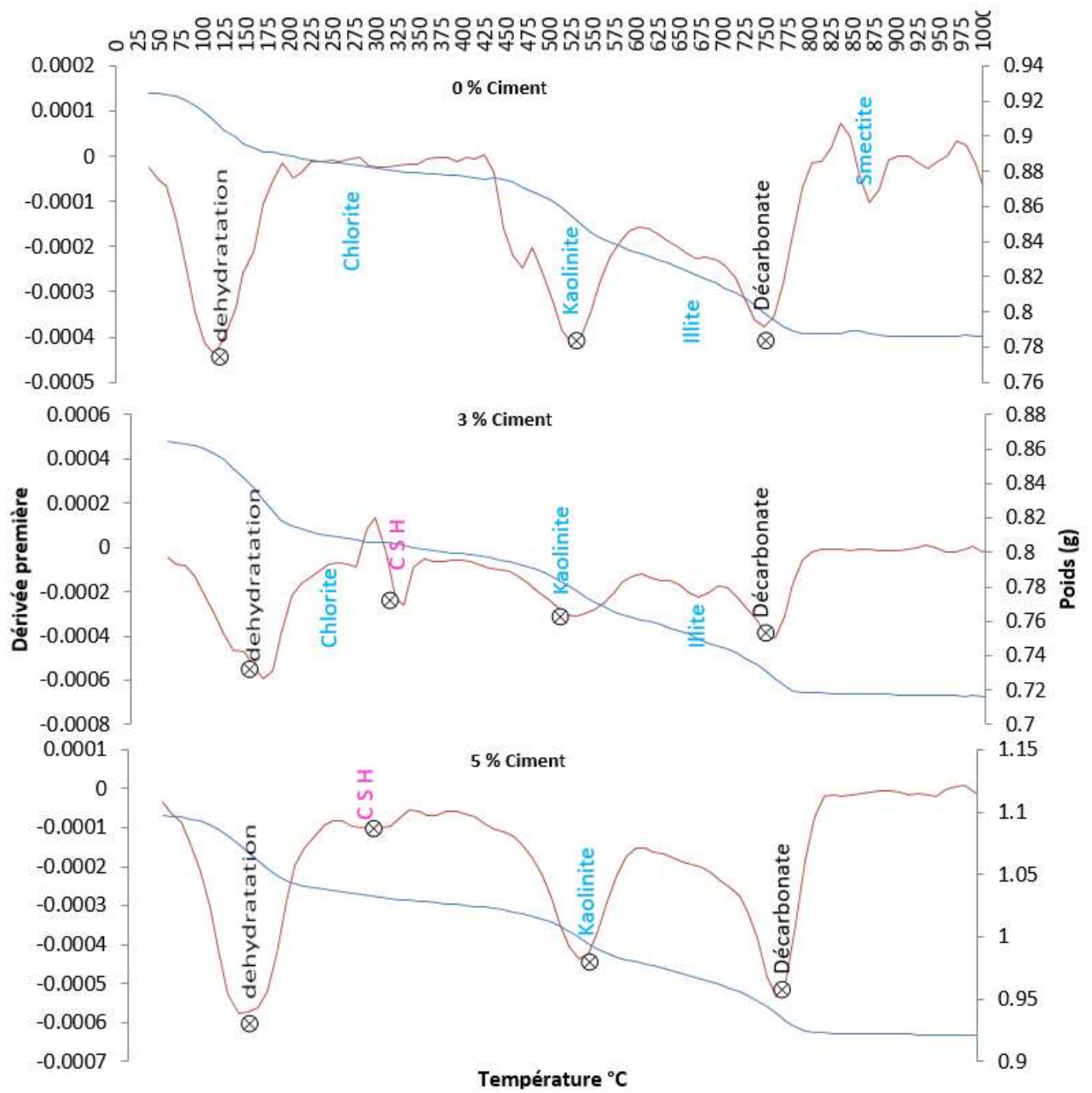


Figure 116: Courbes ATD et ATG de l'échantillon de la marne (N1) non traité et traité au ciment

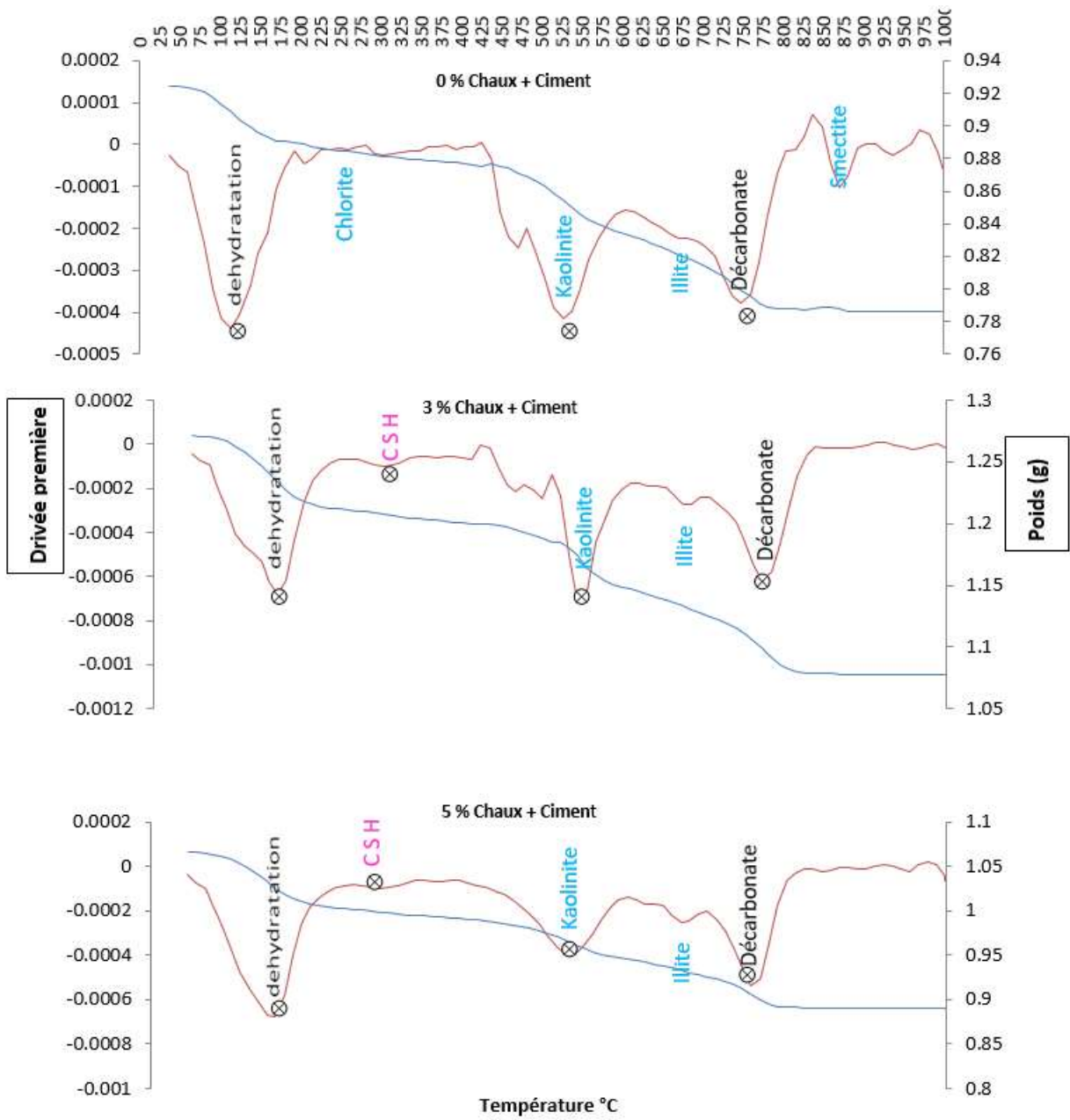


Figure 117: Courbes ATD et ATG de l'échantillon de la marne (N1) non traité et traité au mélange chaux+ciment

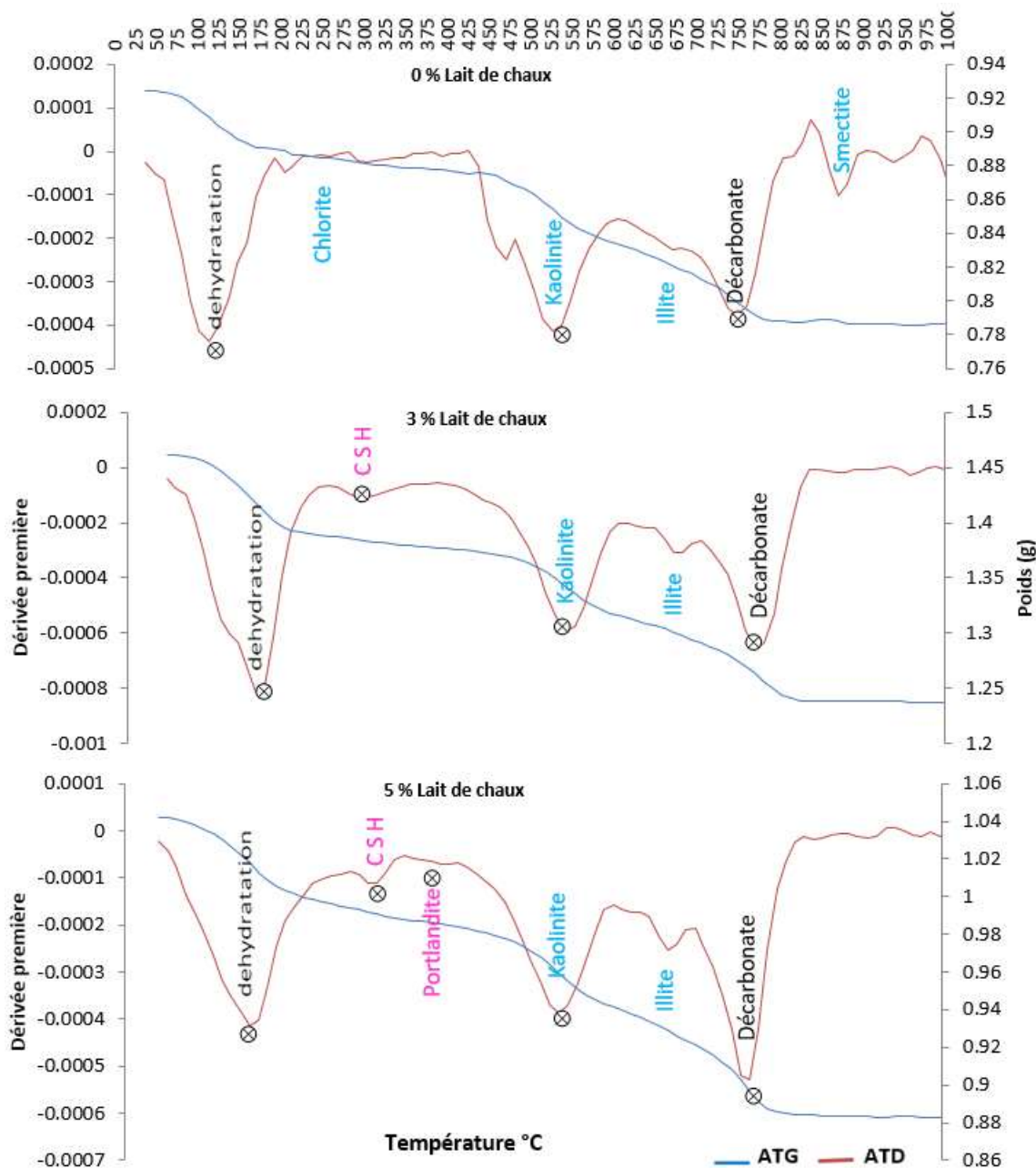


Figure 118: Courbes ATD et ATG de l'échantillon de la marne (N1) non traité et traité au lait de chaux

2.2.2) Echantillon de Boumegeur

2.2.2.1) L'effet du traitement sur l'argile totale (Boum2)

Une analyse par diffraction des rayons X a été réalisée sur l'échantillon de marne Boum2 pour confirmer la formation de nouveaux minéraux qui peuvent jouer un rôle significatif dans le comportement de gonflement des sols stabilisés aux liants hydrauliques. L'échantillon naturel est constitué essentiellement par 60% d'argile, 18% du quartz, 20% de calcite, 2% de gypse et des traces

de feldspaths et de la dolomite. Les résultats montrent que l'échantillon a été soumis à un changement minéralogique et à la formation de nouveaux minéraux après le traitement aux liants hydrauliques.

La figure 119 montre les diagrammes de diffraction des rayons X de l'échantillon traité à différentes teneurs en chaux (3 % et 5 % de CaO) avec un temps de durcissement de 28 jours. Comme la montre la figure la présence de portlandite non consommée a été détectée à l'ajout de 5 % de CaO. Les réflexions de la fraction argileuse diminuent avec l'augmentation des pourcentages de chaux. Un petit pic de réflexion correspondant à des composés de CSH a été observé dans les deux échantillons traités. A l'inverse, les autres composés cimentaires (CAH et CASH) n'ont pas été détectée dans les échantillons traités.

La caractérisation minéralogique du matériau traité au ciment (figure 120) et au mélange chaux + ciment (figure 121) montre que des réflexions de la fraction argileuse diminuent avec le pourcentage de traitement. Une réflexion correspondant à des composés de CSH a été observée dans tous les échantillons traités à 28 jours de durcissement. Par conséquent, les pics liés aux composés cimentaires de CAH et CASH ne sont pas observés dans les sols stabilisés.

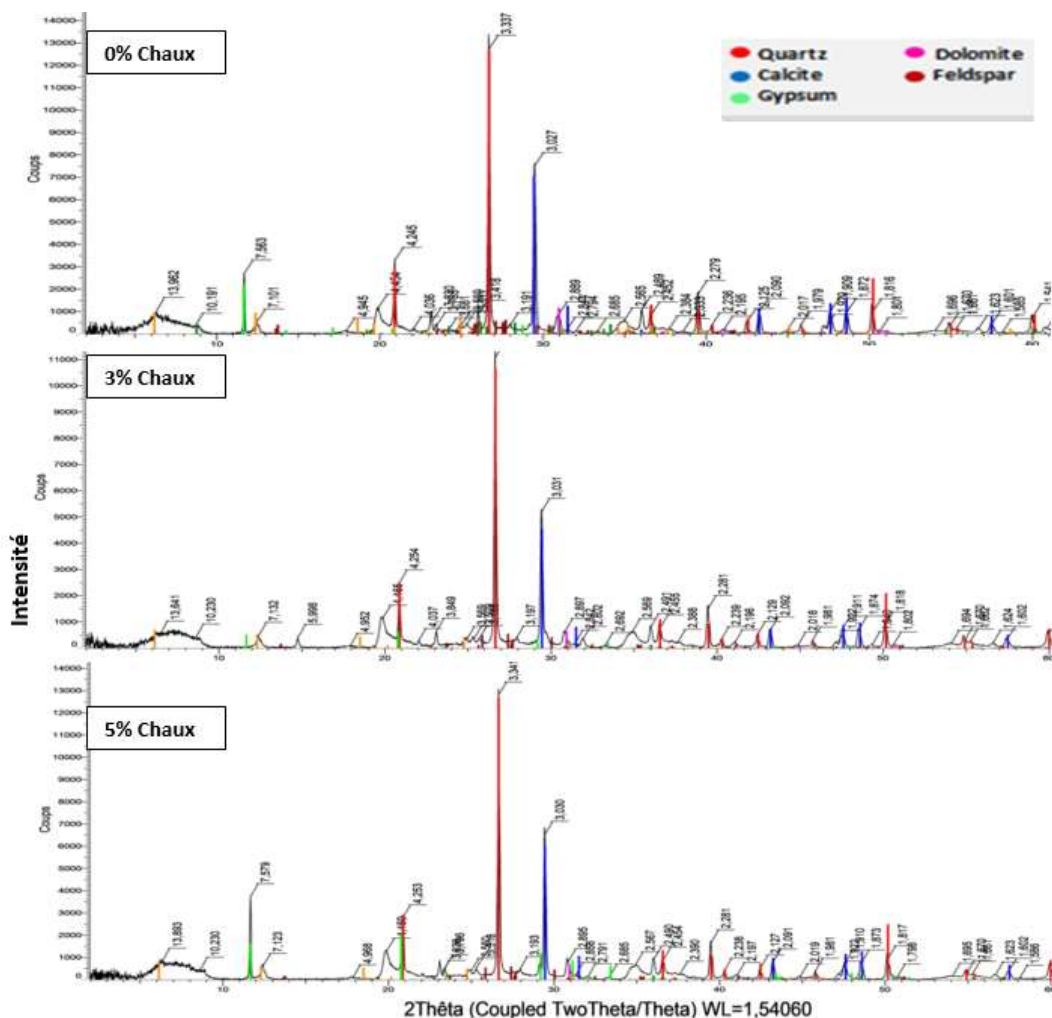
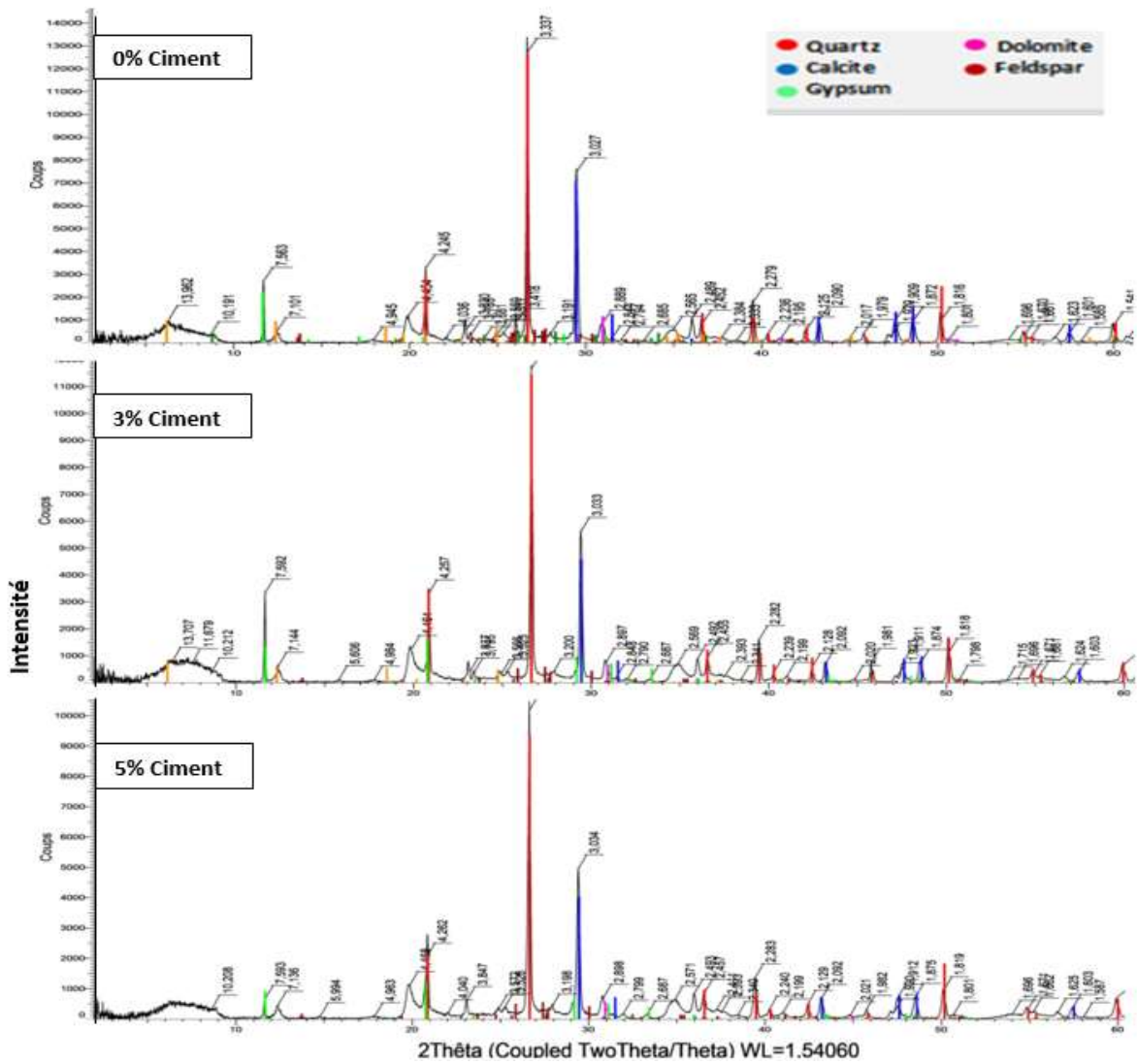


Figure 119: diffractogrammes aux rayons X de l'argile totale de l'échantillon (Boum2) non traité et traité à la chaux



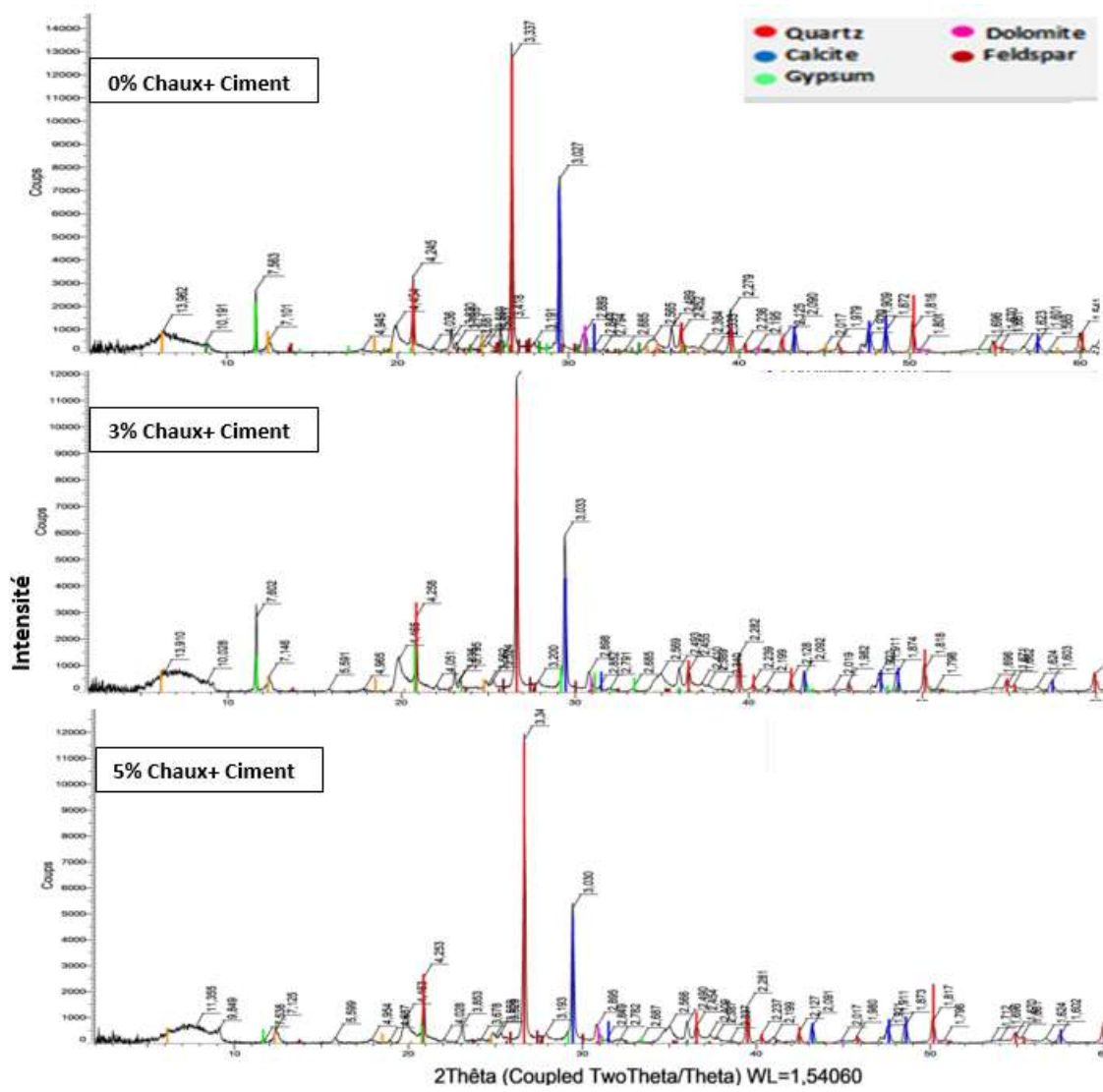


Figure 121: diffractogrammes aux rayons X de l'argile totale de l'échantillon (Boum2) non traité et traité au mélange chaux+ciment.

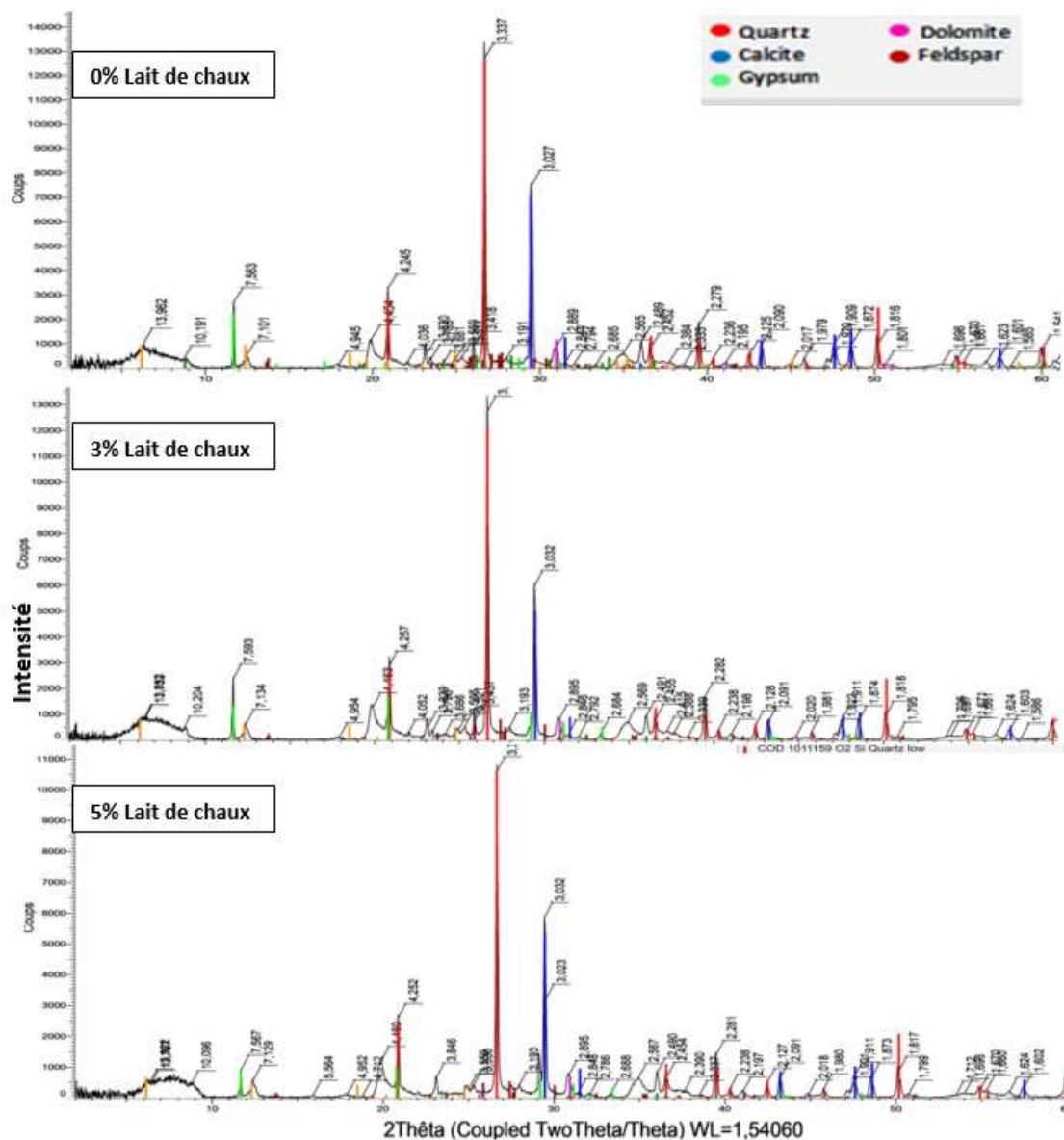


Figure 122: diffractogrammes aux rayons X de l'argile totale de l'échantillon (Boum2) non traité et traité au lait de chaux.

Les échantillons traités au lait de chaux montrent la formations de composés cimentaires de type CSH (figure 122). Cependant, l'intensité des pics liés aux composés cimentaires apparaît plus claire avec 5% de teneurs en lait de chaux.

2.2.2.2) L'effet sur la fraction argileuse (Boum2)

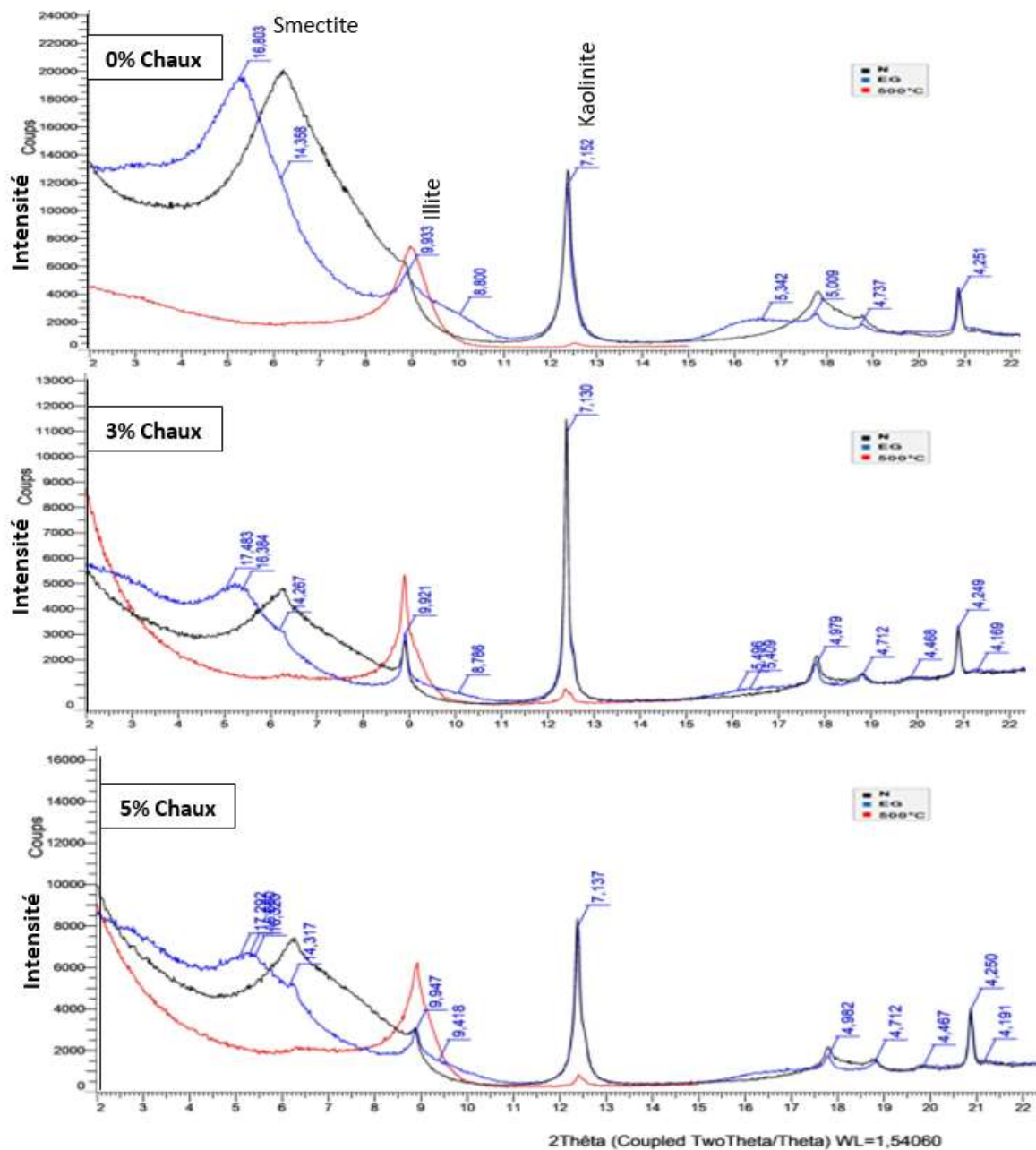


Figure 123: diffractogrammes aux rayons X d'une lame orientée de l'échantillon (Boum2), non traité et traité à la chaux

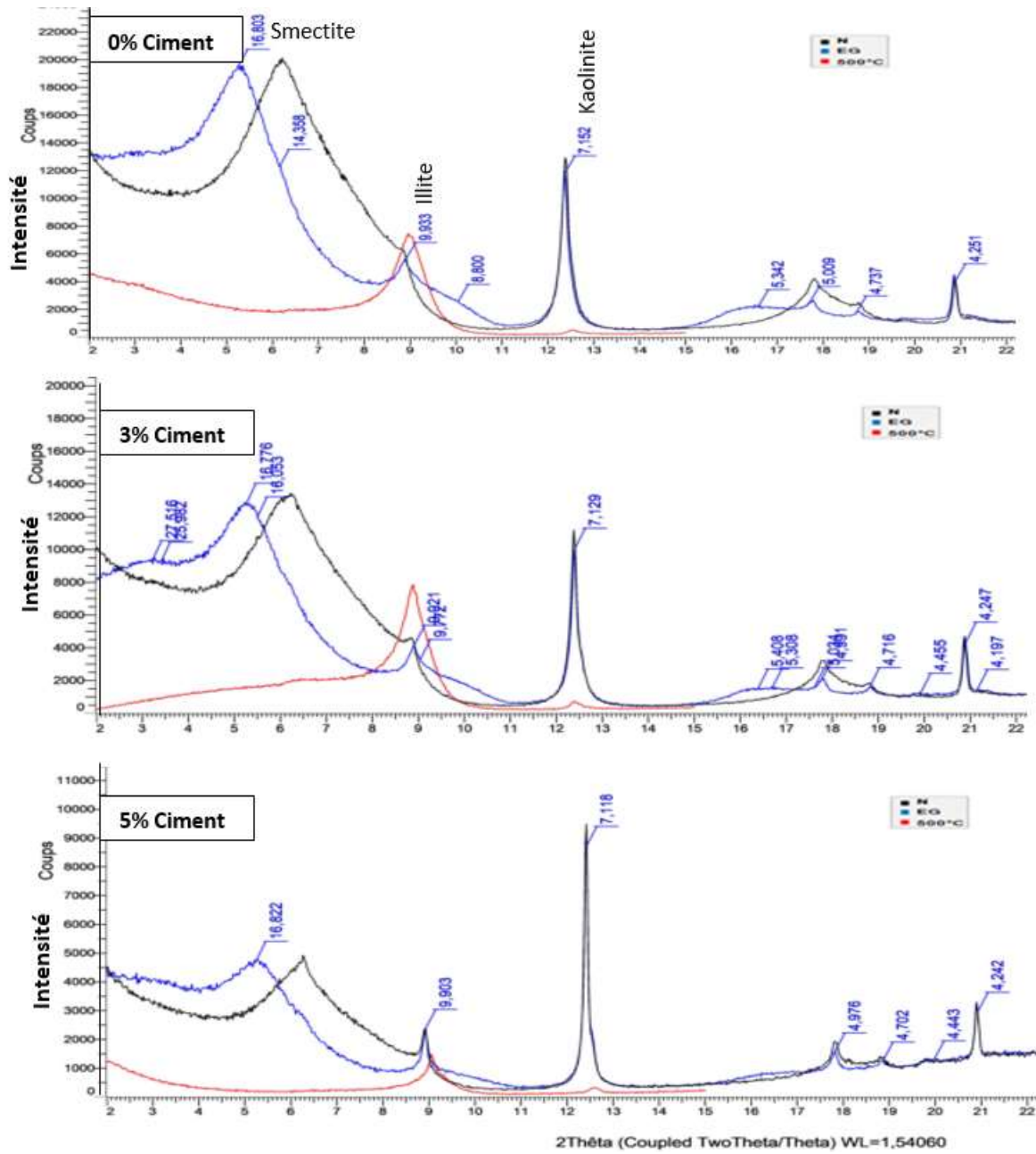


Figure 124: diffractogrammes aux rayons X d'une lame orientée de l'échantillon (Boum2) non traité et traité au ciment.

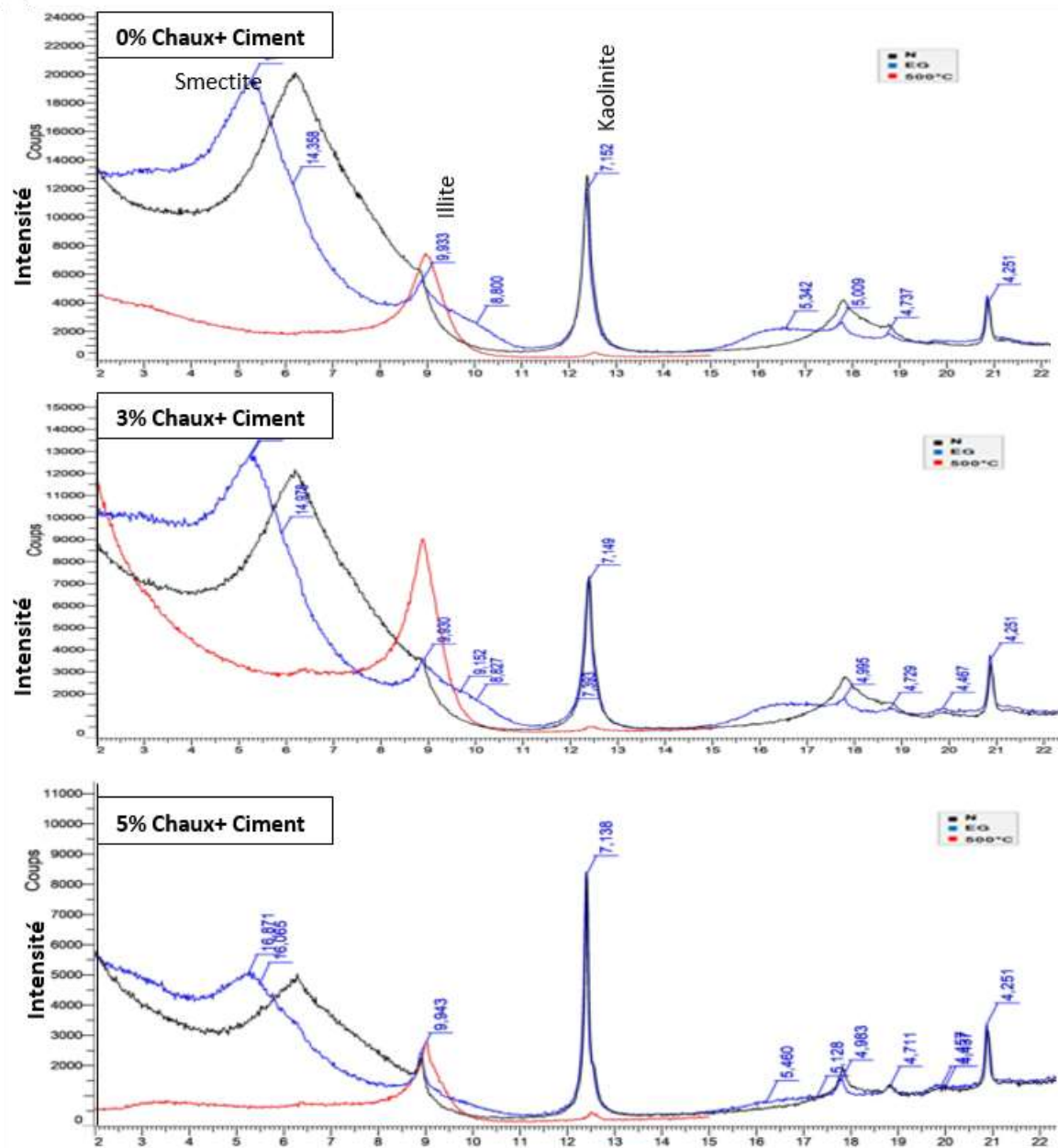


Figure 125: diffractogrammes aux rayons X d'une lame orientée de l'échantillon (Boum2) non traité et traité au mélange chaux+ciment

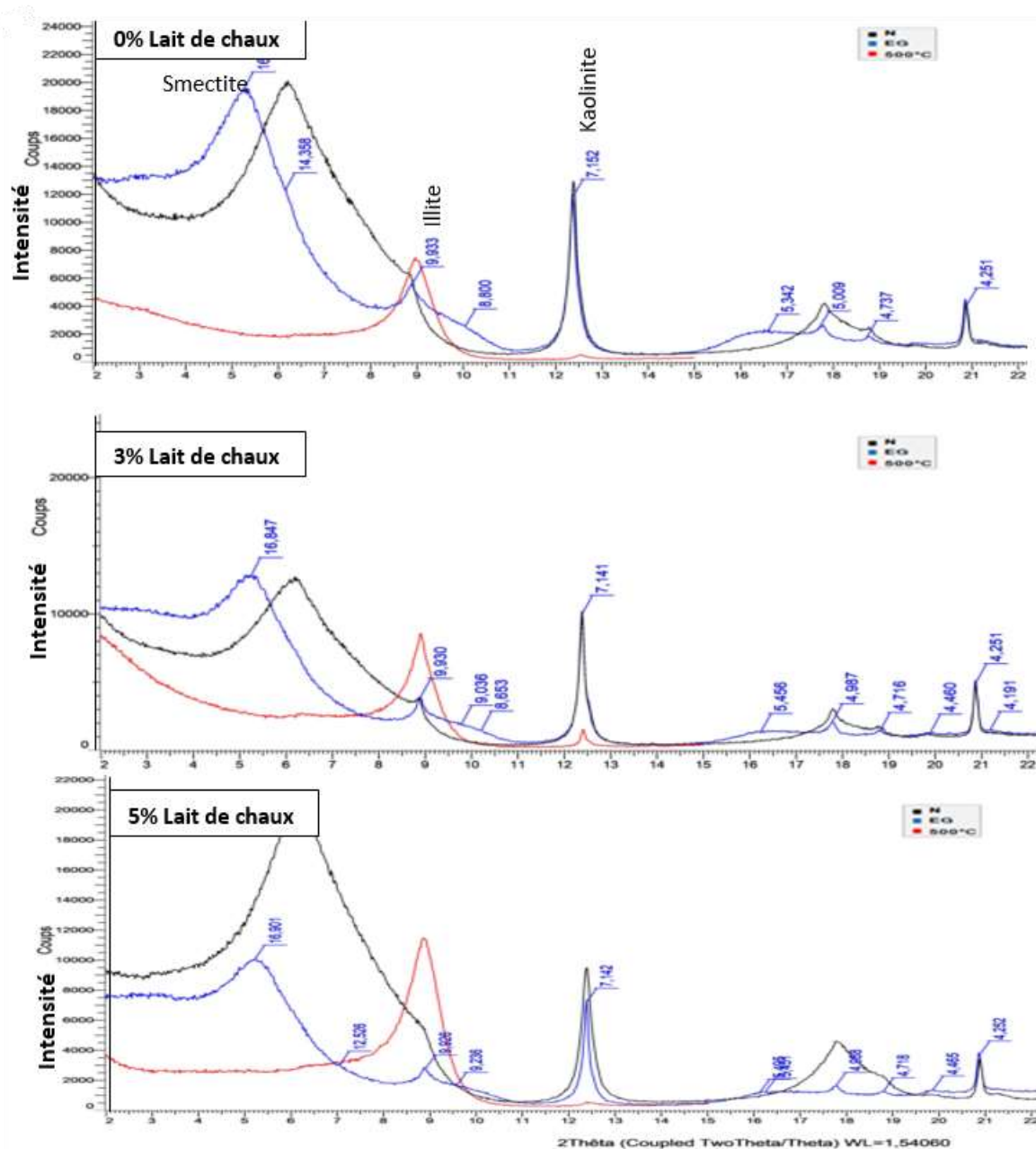


Figure 126: diffractogrammes aux rayons X d'une lame orientée de l'échantillon (Boum2) non traité et traité au lait de chaux.

La variation de l'intensité des minéraux argileux de l'échantillon Boum2 en fonction du pourcentage d'ajout de chaux, de ciment, de chaux + ciment et de lait de chaux (3% et 5%) est présentée sur les figures 123, 124, 125 et 126.

Les diagrammes de diffraction des rayons X des échantillons de la marne Boum2 traités avec 3% et 5% de chaux à un temps de durcissement de 28 jours ont été comparés à l'échantillon non traité qui est composé essentiellement de 63% smectite, de 12% l'illite et de 12% la kaolinite. Les résultats montrent qu'il y a des variations d'intensité et d'abondance relative des minéraux de la fraction argileuse, au cours du traitement qui diminuent avec l'augmentation du pourcentage de la chaux. A

3% de chaux on note que les intensités du smectite et de l'illite a diminué par contre l'intensité de la kaolinite reste stable, à un dosage plus élevé 5 % de chaux la diminution de l'intensité des trois minéraux (smectite, illite et kaolinite) beaucoup plus importantes qu'à 3% de chaux. (Figure 123)

Les diagrammes DRX représentatifs des échantillons Boum2 non traités et traités à 3% et à 5% en ciment (figure 124) montrent que les intensités des pics des minéraux argileux sont aussi affectées par l'ajout de ciment. Une augmentation du pourcentage de ciment entraîne une diminution des intensités des deux minéraux la smectite et l'illite par contre le pic de la kaolinite reste stable.

D'une manière tout à fait similaire à celle correspondant au traitement au ciment. L'augmentation du pourcentage de mélange chaux et ciment réduit les intensités des deux minéraux la smectite et l'illite. Inversement, pour le minéral de la kaolinite, ne montre pas une claire réduction après traitement. (Figure 125)

En ce qui concerne le traitement au lait de chaux, on remarque qu'il y a des variations d'intensité et d'abondance relative des trois minéraux, l'ajout de lait de chaux induise une réduction des deux minéraux la smectite et l'illite et un peu de la kaolinite ce qui montre qu'il y a une réactivité de ces minéraux au cours du traitement. (Figure 126)

2.2.2.3) Analyses thermiques ATD \ATG

Les données thermogravimétriques pour l'échantillon de la marne Boum2, sont présentées sur les figures 127, 128, 129 et 130. Le matériau initial montre trois pertes de masse. Le premier, entre 90 et 125° C, correspond à la fois à la désorption d'eau physiquement adsorbée à la surface des particules et l'eau intermédiaire des minéraux argileux. La deuxième perte de masse, située entre 475 et 900 °C, est liée à la déshydroxylation des groupes OH structuraux de la smectite, illite et de la kaolinite, la troisième perte de masse, située entre 775 et 825 °C, est liée à la décarbonatation de l'échantillon. L'analyse thermogravimétrique des échantillons traités aux liants hydrauliques montrent l'apparition d'un nouveau pic dans la gamme de température de 250 à 300°C correspondant à la formation de composés hydratés de type (CSH). Pour un échantillon traité à 3% et 5% de l'ajout, une consommation rapide et complète des stabilisants ajoutés ainsi qu'une formation rapide de nouvelles phases hydratées entre 250 à 300°C ont été observées. Il est à noter que le pourcentage de perte de masse des minéraux de la fraction argileuse surtout des deux minéraux, smectite et illite, diminue avec l'augmentation de l'ajout des liants hydrauliques (chaux, chaux et/ou ciment et lait de chaux).

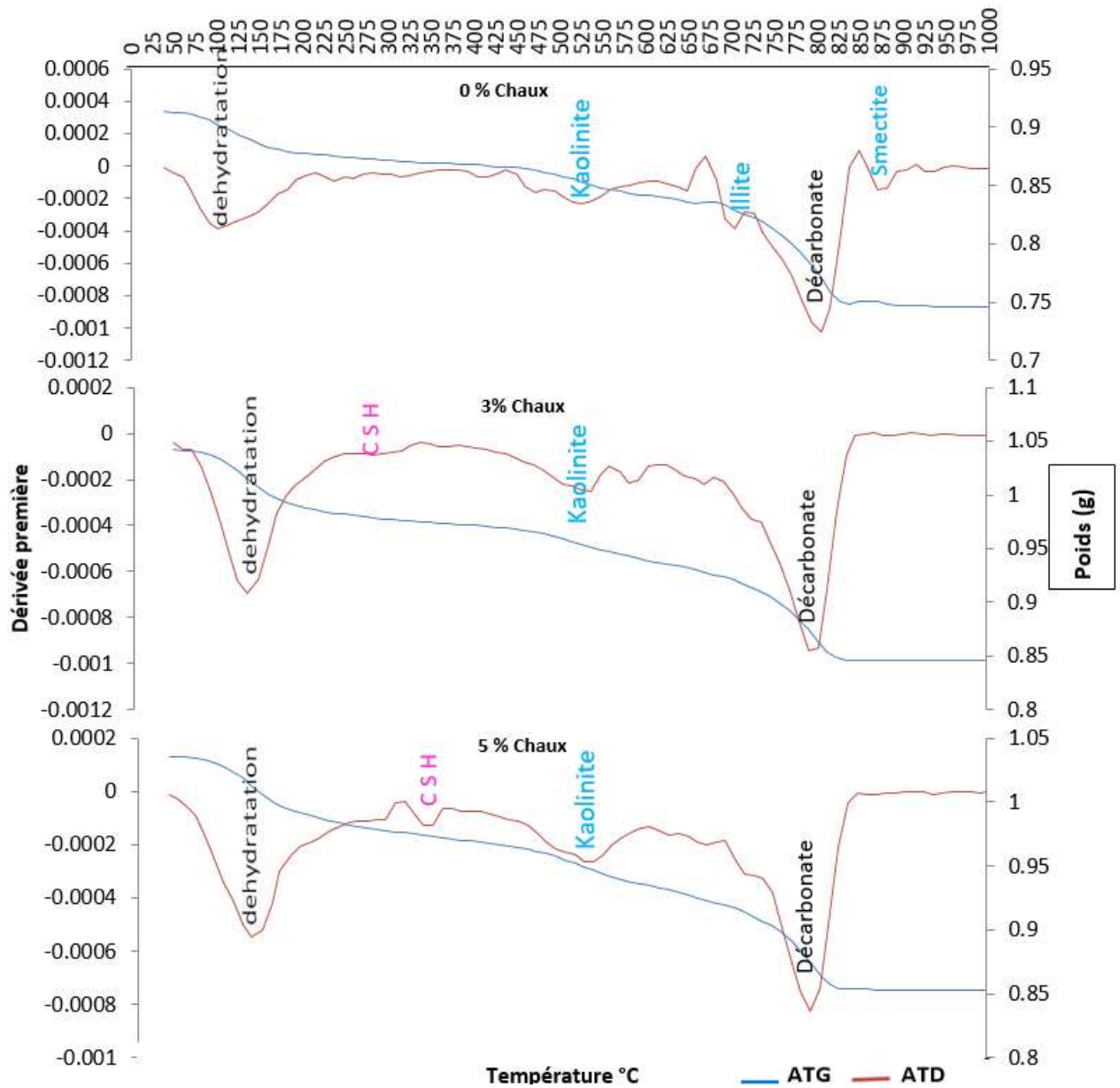


Figure 127: Courbes ATD et ATG de l'échantillon de la marne (Boum2) non traité et traité à la chaux.

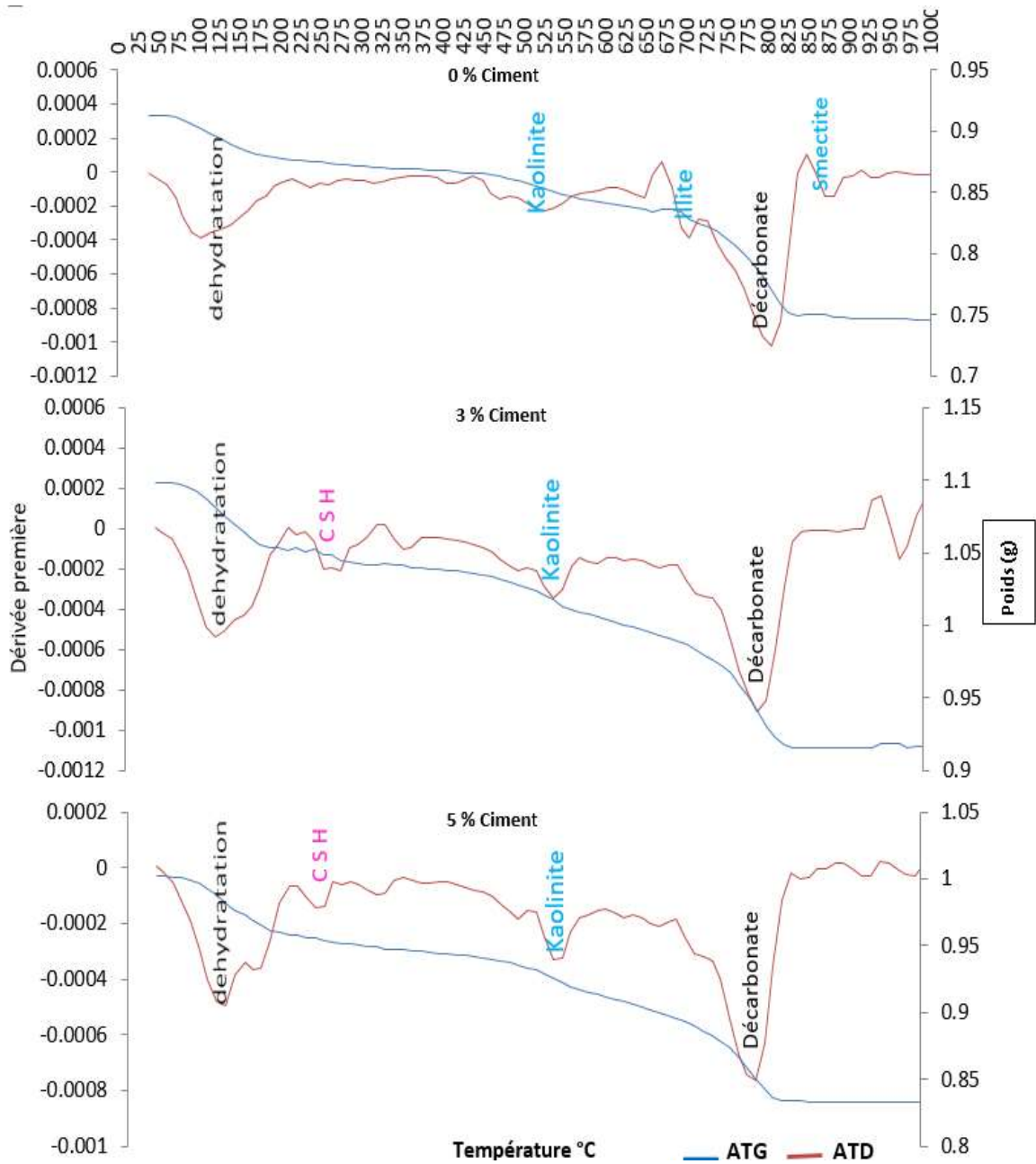


Figure 128: Courbes ATD et ATG de l'échantillon de la marne (Boum2) non traité et traité au ciment.

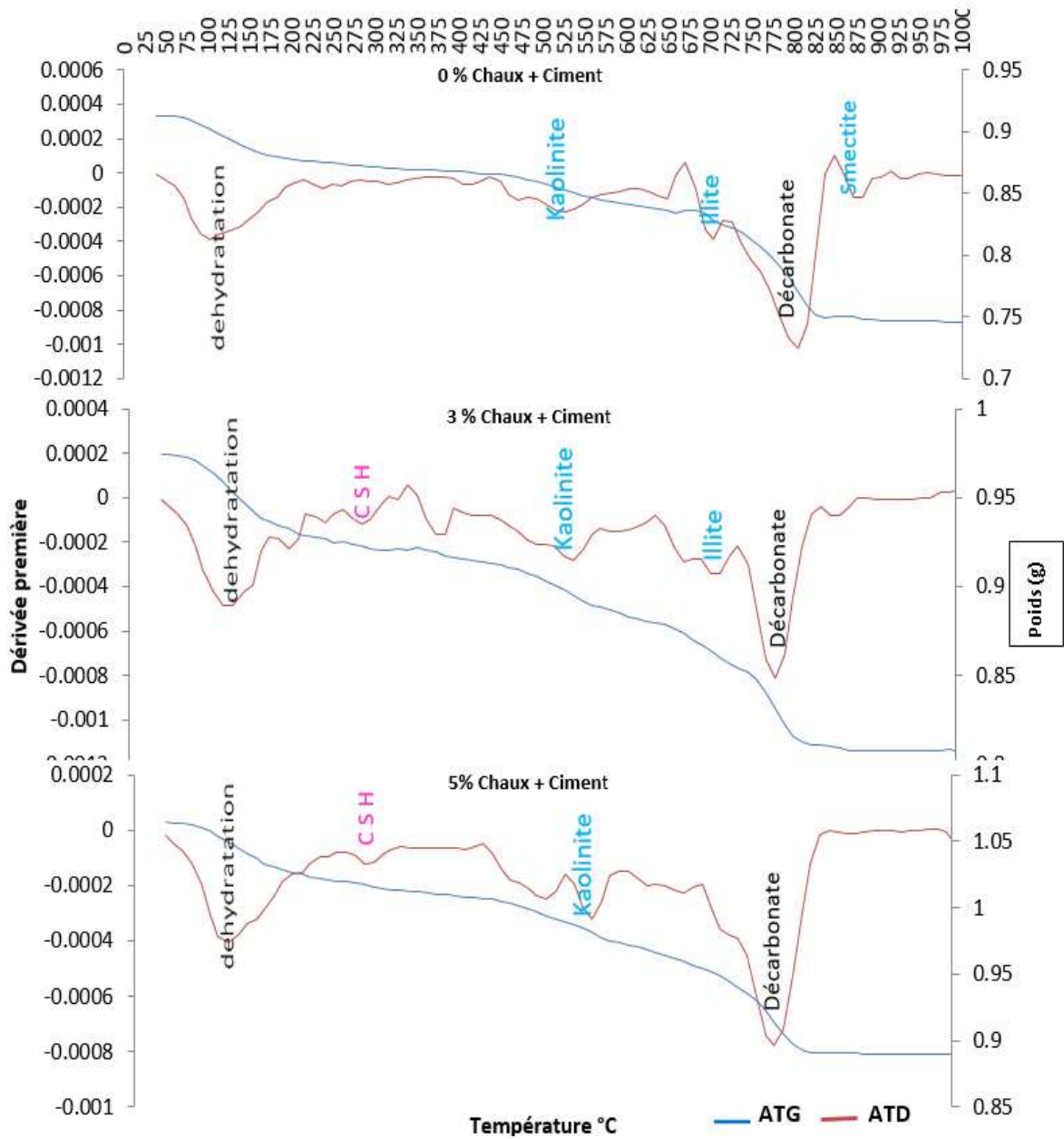


Figure 129: Courbes ATD et ATG de l'échantillon de la marne (Boum2) non traité et traité au mélange chaux+ciment.

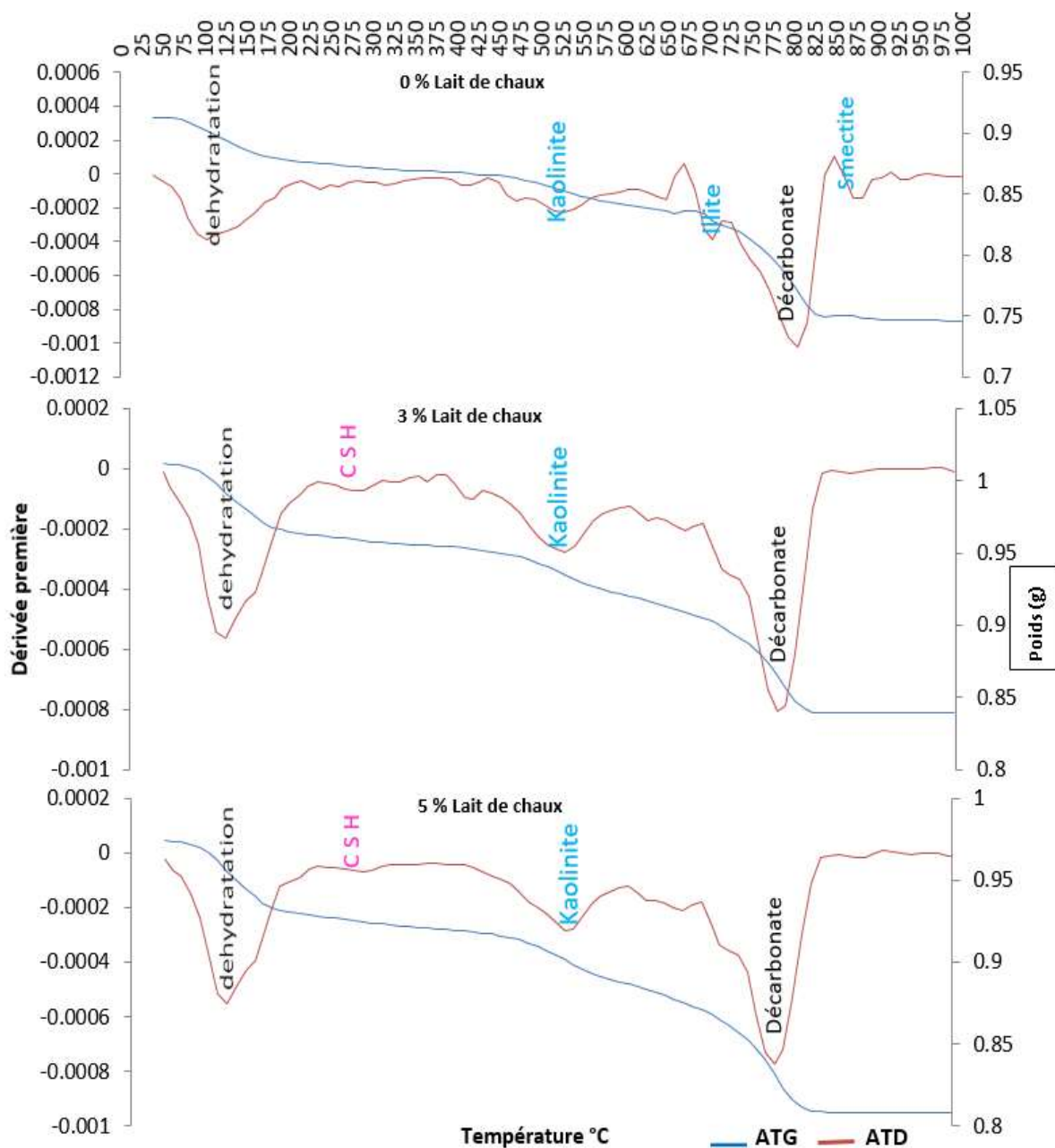


Figure 130: Courbes ATD et ATG de l'échantillon de la marne (Boum2) non traité et traité au lait de chaux.

2.2.3) Echantillon de Zorg

2.2.3.1) L'effet du traitement sur l'argile totale (OMB3)

Des résultats similaires aux deux échantillons précédents ont été obtenus. En effet, comme le montre les figure 131, 132, 133 et 134, la présence d'une très faible intensité des pics des composées CSH pour les échantillons traités à 5%. Les intensités de pics de la fraction argileuse diminuent avec l'augmentation de l'ajout des liants hydrauliques, la diminution de la réflexion de l'argile résultant de

réaction de cette fraction avec les différents ajouts de stabilisant est la principale modification minéralogique lors des traitements à 5 %. On observe l'augmentation du pic de la calcite lors du traitement peu expliqué par la carbonatation de cet échantillon car il présente un taux des carbonates élevé (36%).

L'absence de pic de portlandite dans les diffractogrammes des échantillons traités à la chaux vive prouvant la consommation complète de la chaux ajoutée.

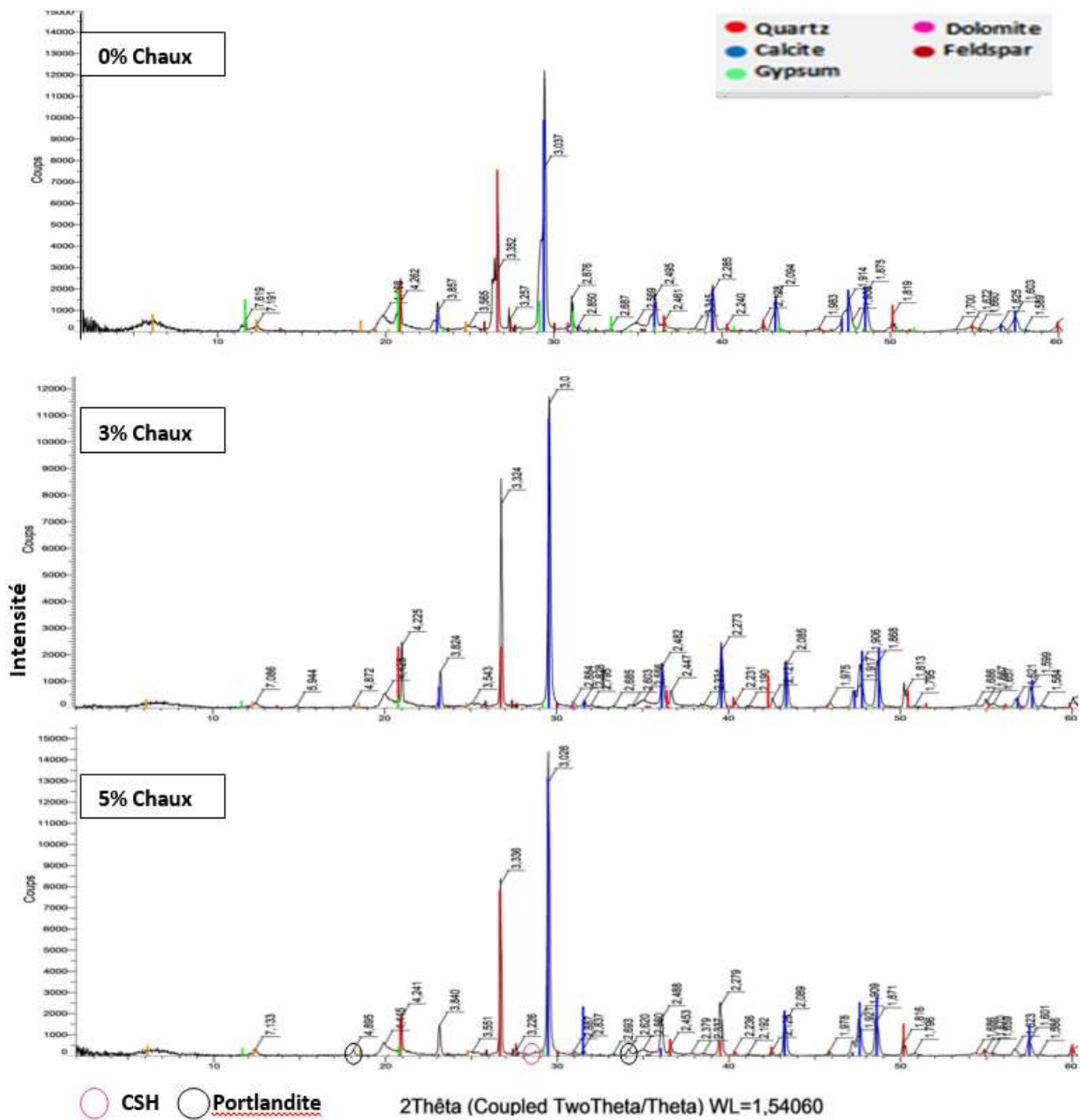


Figure 131: Diffractogrammes aux rayons X de l'argile totale de l'échantillon (OMB3) non traité et traité à la chaux.

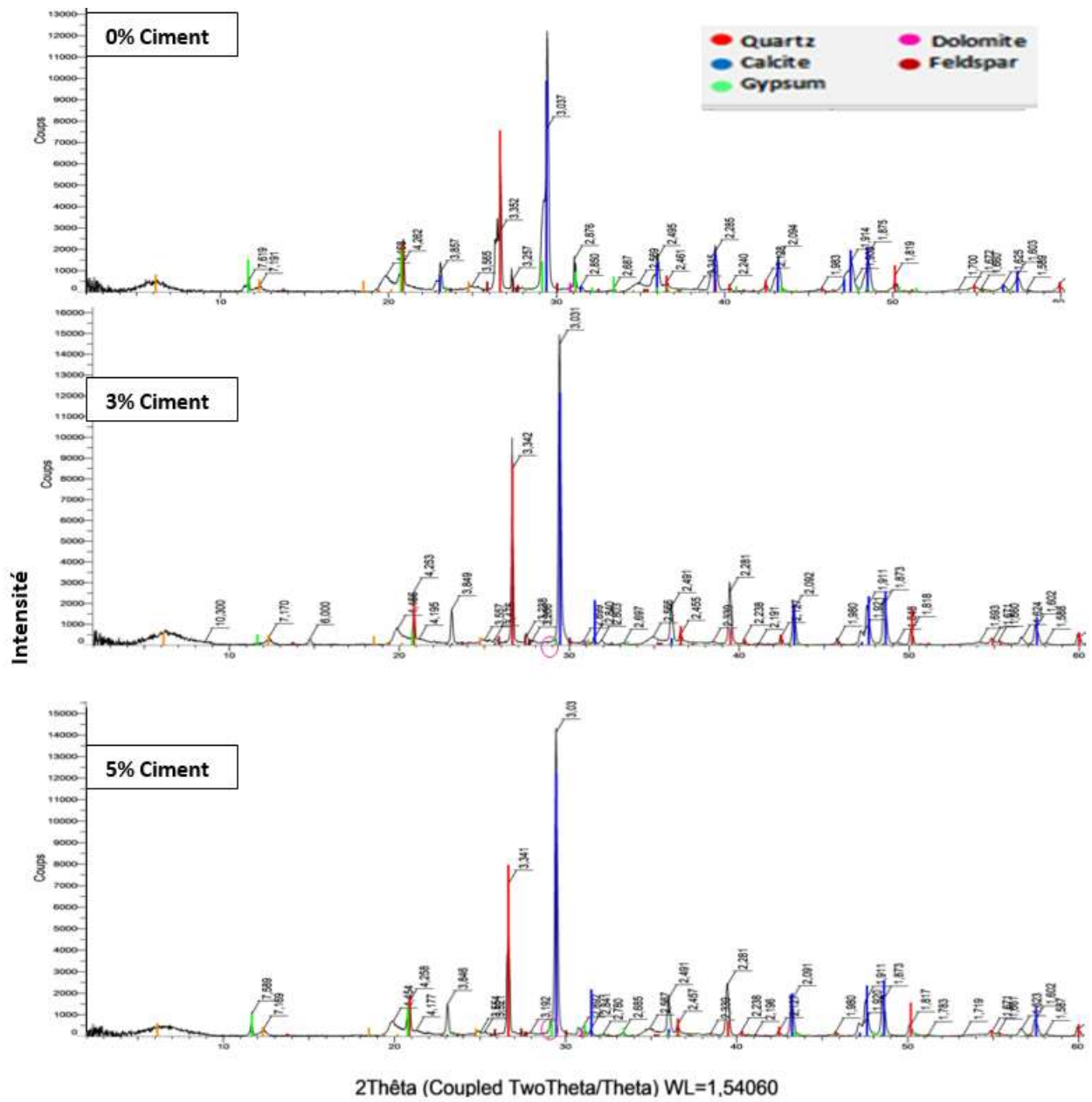


Figure 132: Diffractogrammes aux rayons X de l'argile totale de l'échantillon (OMB3) non traité et traité au ciment.

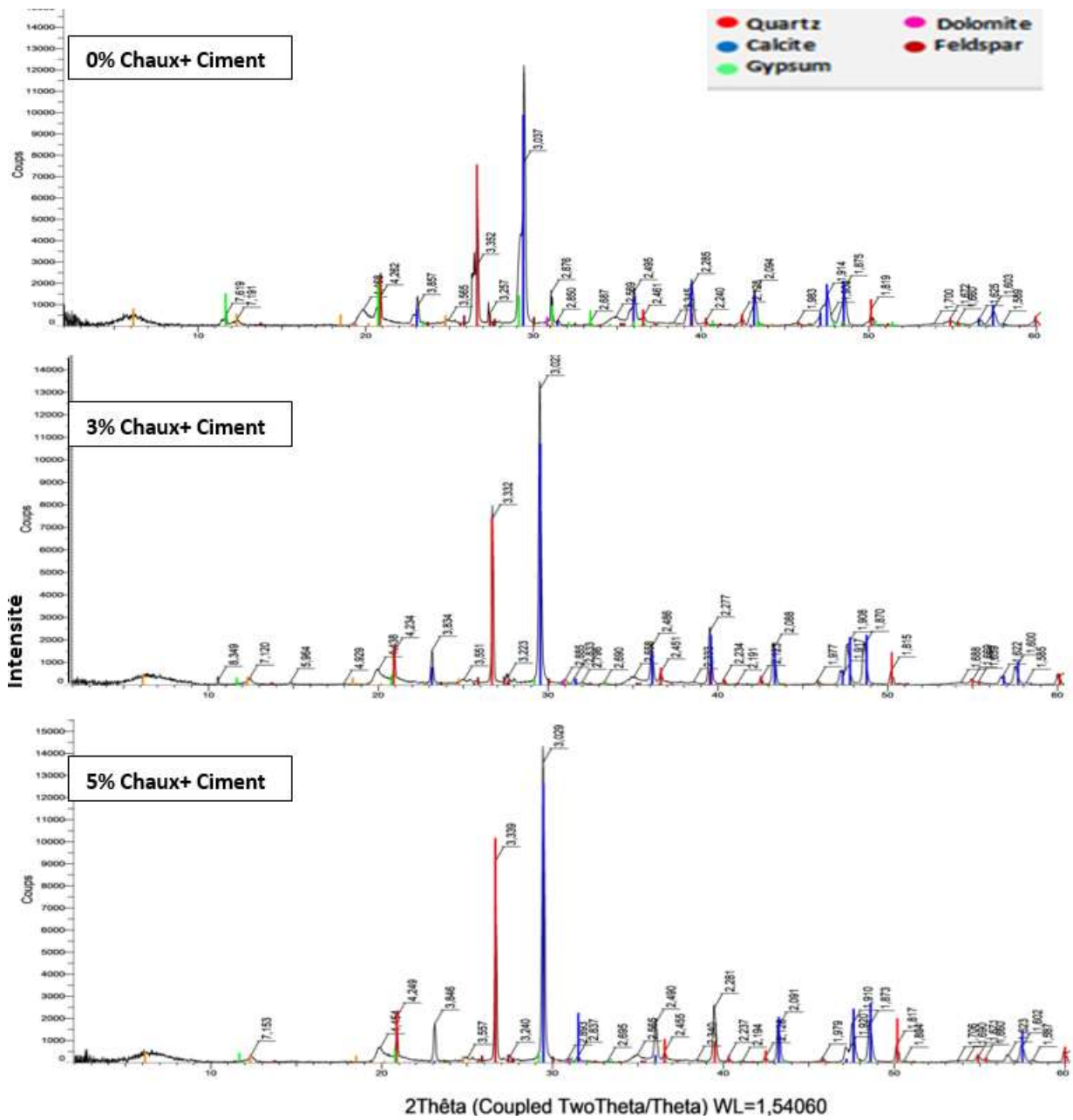


Figure 133: Diffractogrammes aux rayons X de l'argile totale de l'échantillon (OMB3) non traité et traité au mélange chaux+ciment.

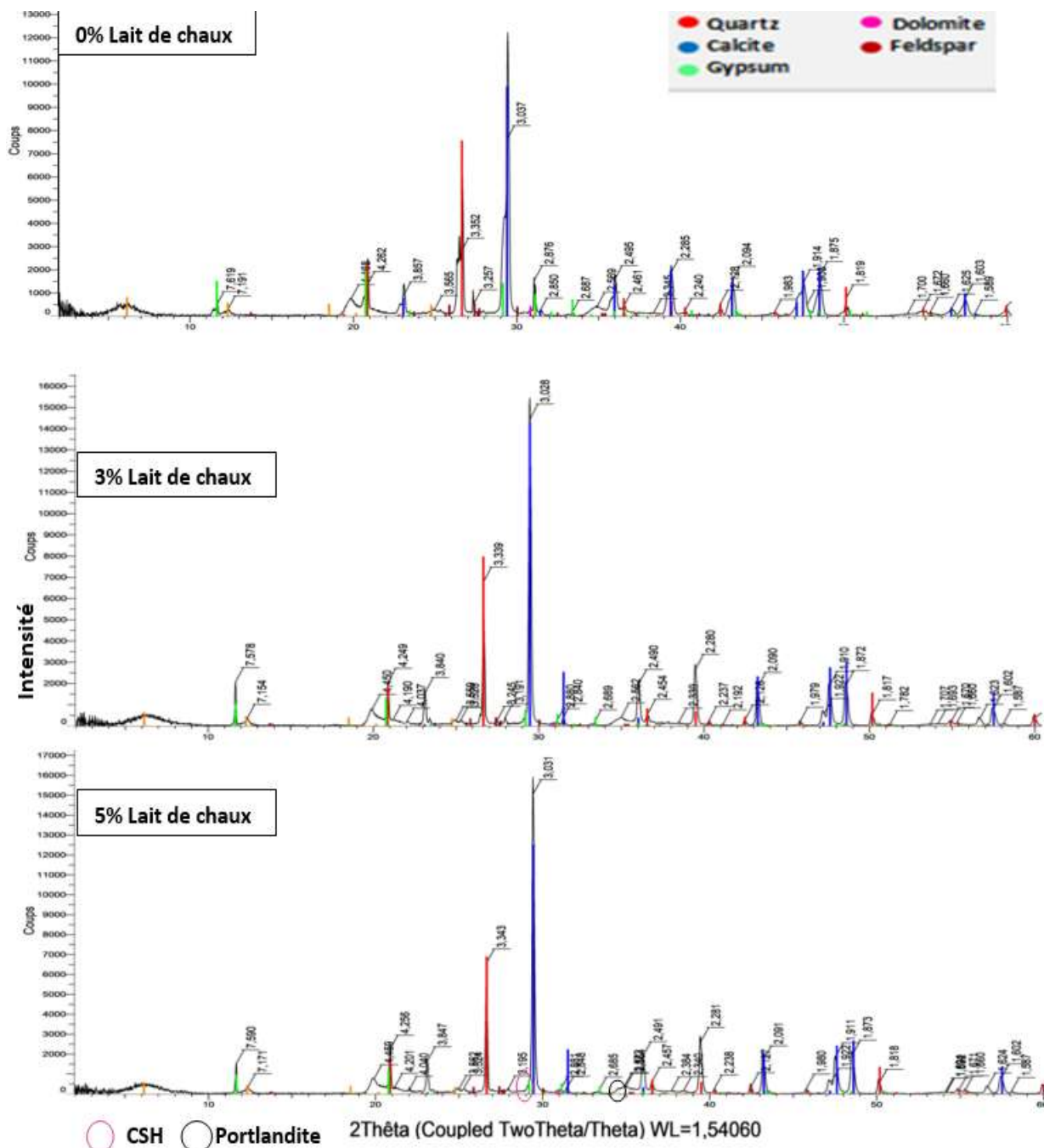


Figure 134: Diffractogrammes aux rayons X de l'argile totale de l'échantillon (OMB3) non traité et traité au lait de chaux.

2.2.3.2) L'effet sur la fraction argileuse (OMB3)

Les diagrammes de diffraction des rayons X de l'échantillon OMB3 traités à 3% et 5% de chaux à un temps de 28 jours de durcissement ont été comparés à l'échantillon non traité qui est principalement composée de 64% de smectites, 23 % de kaolinite, et 13 % d'illite (figure 135), comme le montre les résultats où il y a des variations d'intensité et d'abondance relative de smectite, au cours du traitement qui diminuent avec l'augmentation du pourcentage de la chaux et l'ajout de 5 % de chaux à la marne a diminué le pourcentage des minéraux, par rapport à celui de l'échantillon de la marne non stabilisé

ce qui montre qu'il y a une réactivité de ce minéral au cours du traitement. En ce qui concerne l'intensité des autres minéraux argileux l'illite et la kaolinite, n'ont pas été réduites lors du traitement à la chaux, elles indiquent que ces minéraux n'ont pas été influencés par la chaux.

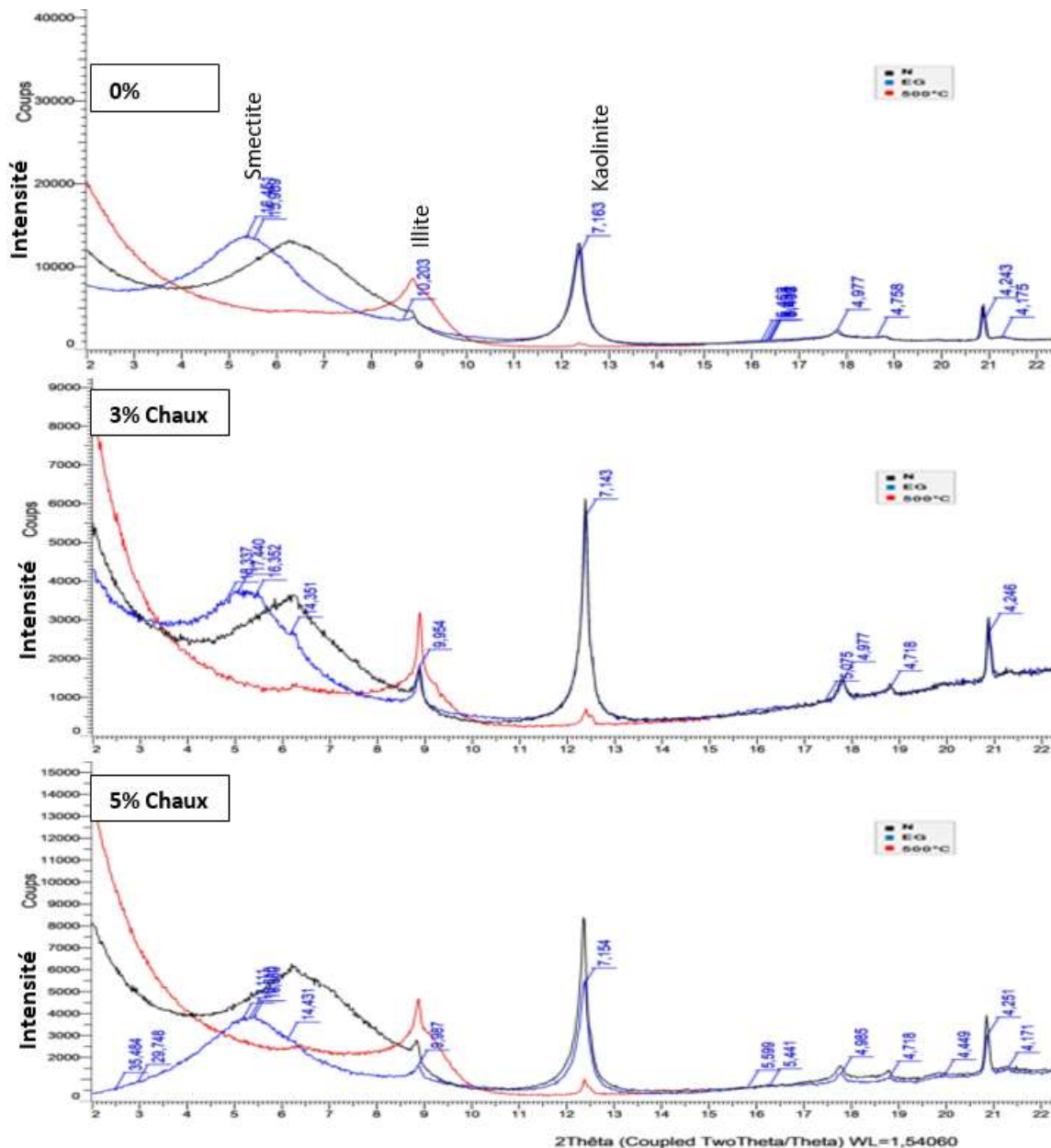


Figure 135: diffractogrammes aux rayons X d'une lame orientée de l'échantillon (OMB3) non traité et traité à la chaux.

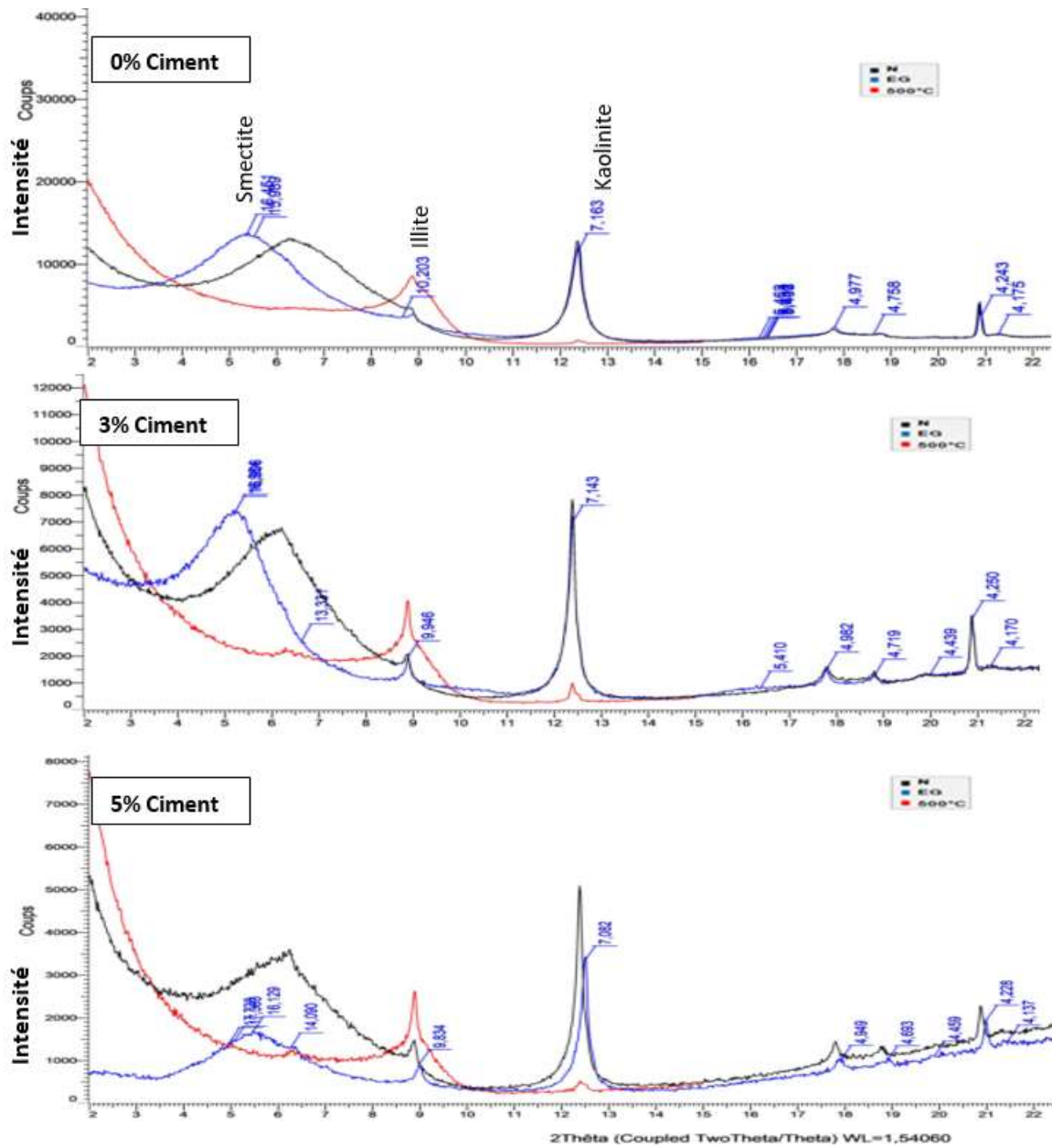


Figure 136: diffractogrammes aux rayons X d'une lame orientée de l'échantillon (OMB3) non traité et traité au ciment.

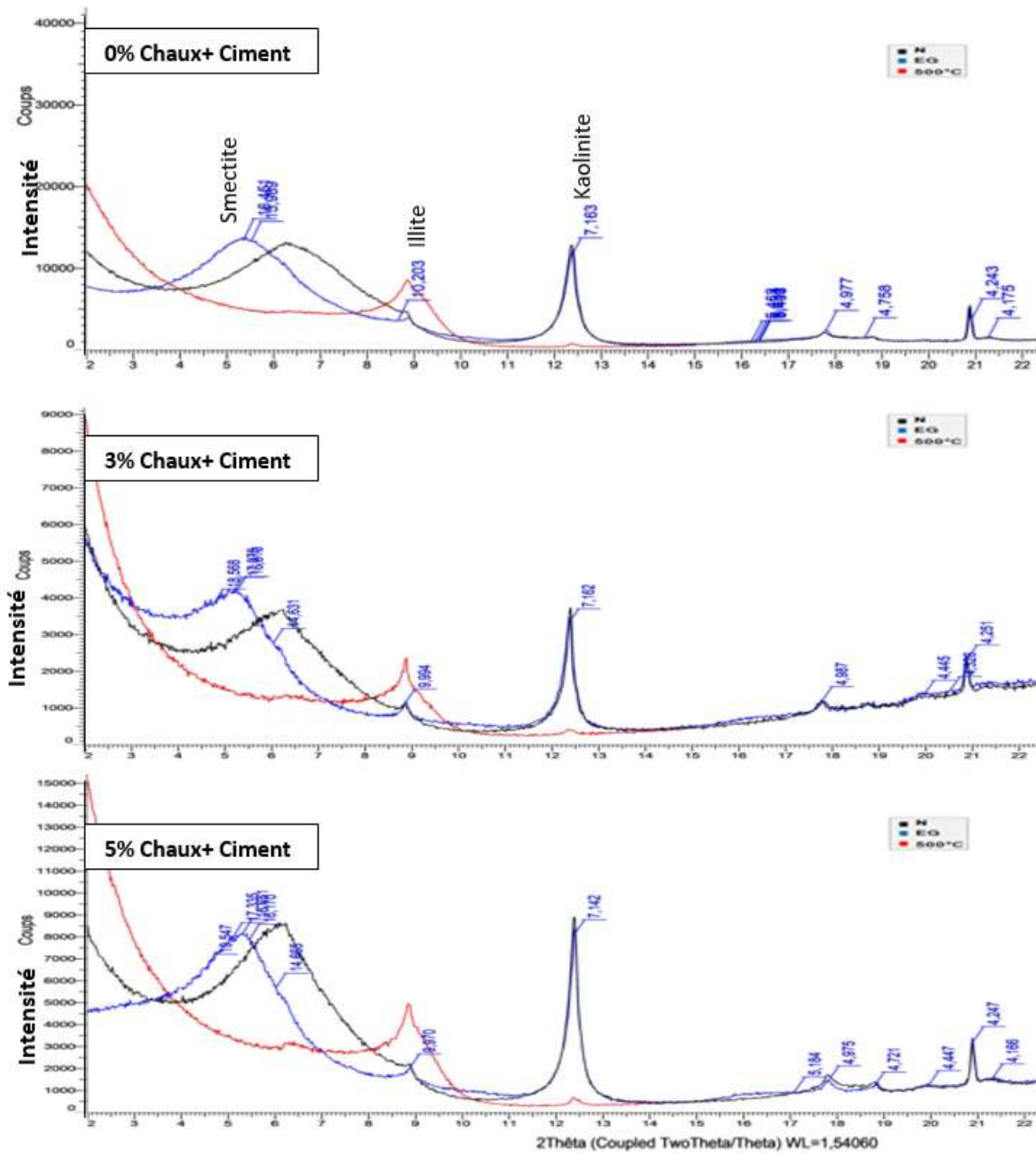


Figure 137: diffractogrammes aux rayons X d'une lame orientée de l'échantillon (OMB3) non traité et traité au mélange chaux+ciment.

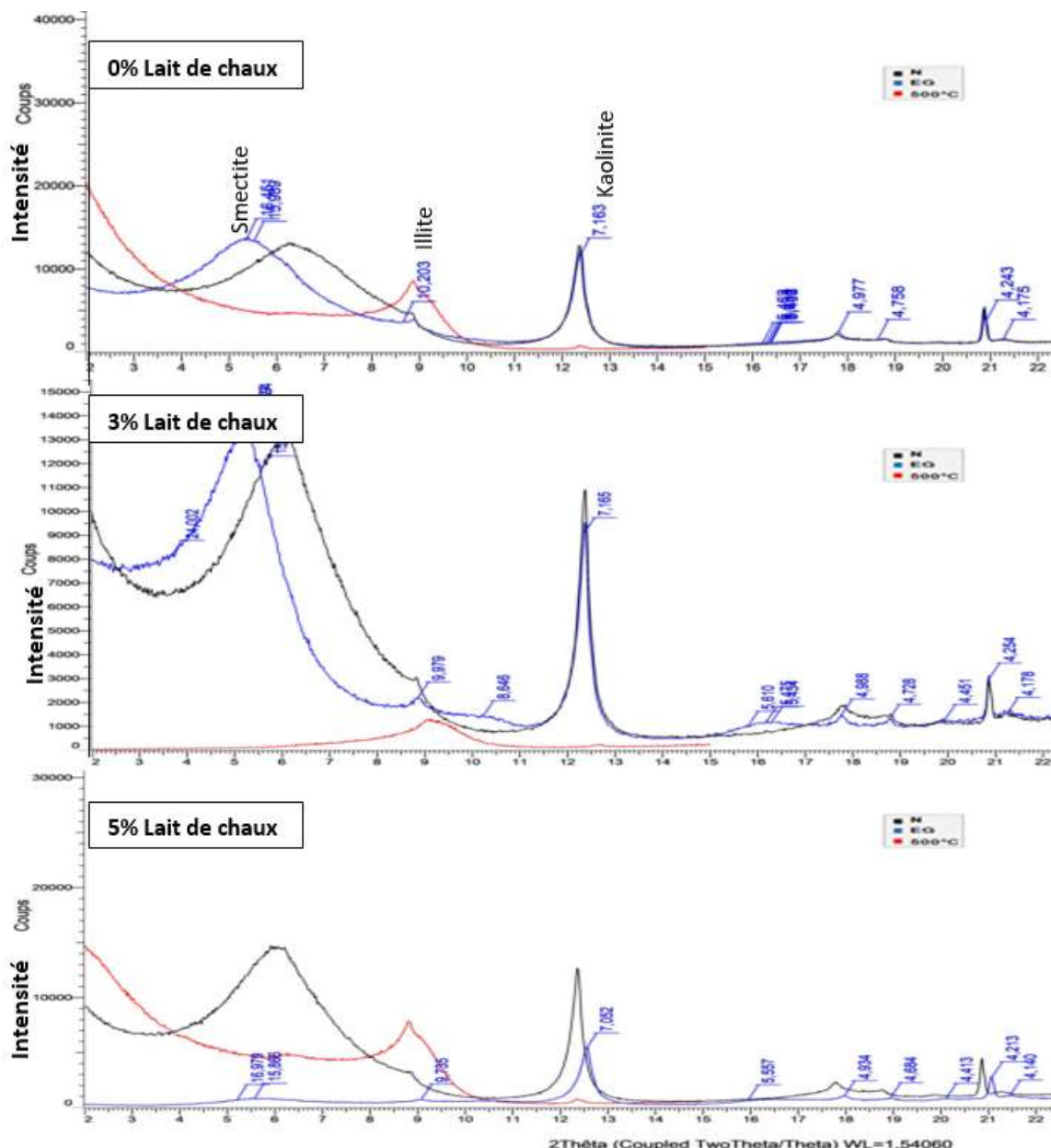


Figure 138: diffractogrammes aux rayons X d'une lame orientée de l'échantillon (OMB3) non traité et traité au lait de chaux.

Le même comportement a été observé pour le traitement de l'échantillon au ciment, les pics liés à la smectite diminuent avec l'augmentation du dosage de ciment, aucune diminution n'a été observée des intensités de l'illite et de la kaolinite. Il apparaît que la réactivité de la smectite est forte par rapport aux deux autres minéraux. (Figure 136)

Par contre pour la stabilisation combinée chaux + ciment n'a pas montré des modifications de l'abondance relative des minéraux existant dans la fraction argileuse des échantillons traités par rapport à l'échantillon non traité. (Figure 137).

En ce qui concerne la stabilisation au lait de chaux (figure 138) nous constatons que le lait de chaux conduit à la diminution des intensités de tous les minéraux argileux. Les pics des minéraux argileux diminuent avec l'augmentation du pourcentage de lait de chaux, les réductions des intensités des pics de la smectite, de l'illite et de la kaolinite sont importantes et presque tous ces minéraux ont disparu pour un pourcentage de 5% lait de chaux et il reste seulement le pic de la kaolinite avec une intensité plus faible que celui de l'échantillon non traité.

2.2.3.3) Analyses thermiques ATD \ATG

Deux plages de température peuvent être décrites pour l'échantillon OMB3 traitée à 3% et 5% aux liants hydrauliques. La première concernait la plage de température de 250 à 350 ° C, dans laquelle tous les échantillons traités présentaient une perte de masse supérieure à celle du matériau initial. Cet intervalle est principalement régi par la décomposition de phases hydratées telles que l'hydrate de silicate de calcium (CSH), qui a été identifié par l'analyse DRX. La deuxième plage de température est celle correspondant à la déshydroxylation de la smectite. L'absence de la portlandite confirme la consommation de portlandite et la formation de nouvelles phases cimentaires (CSH) à partir de 28 jours de cure. Ces résultats sont cohérents avec les résultats de la DRX. (Figure 139, 140, 141 et 142)

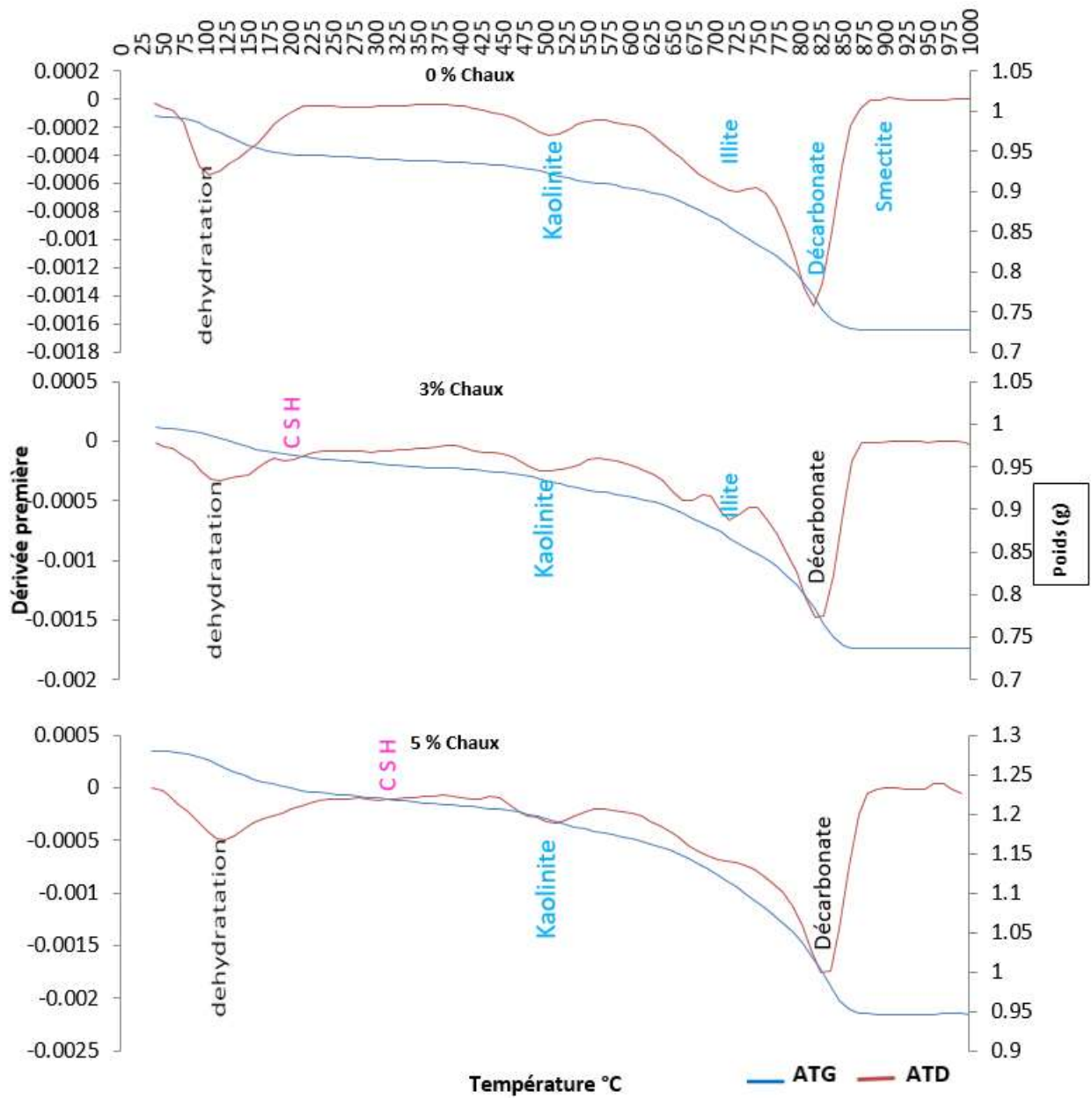


Figure 139: Courbes ATD et ATG de l'échantillon de la marne (OMB3) non traité et traité à la chaux.

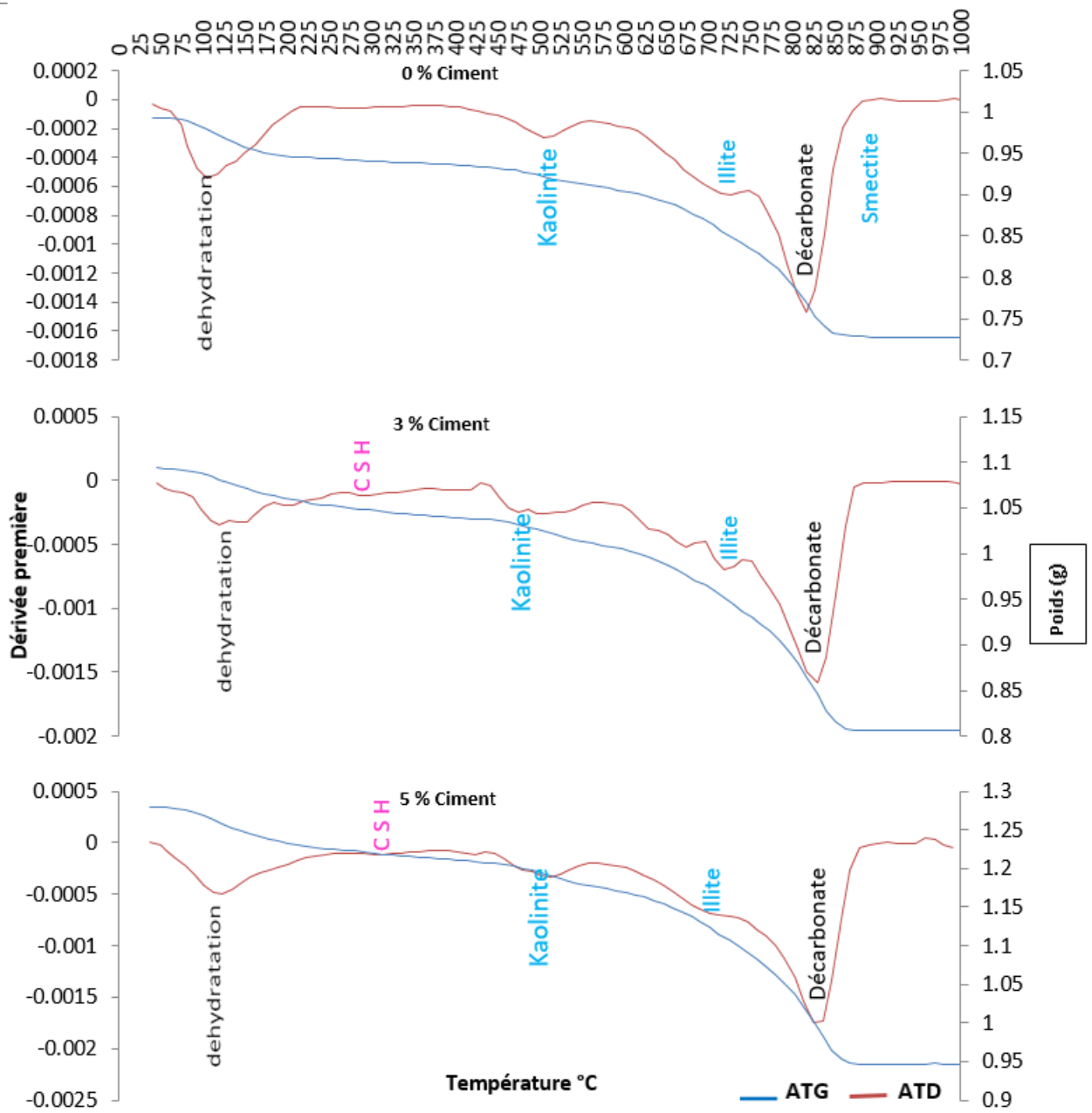


Figure 140: Courbes ATD et ATG de l'échantillon de la marne (OMB3) non traité et traité au ciment.

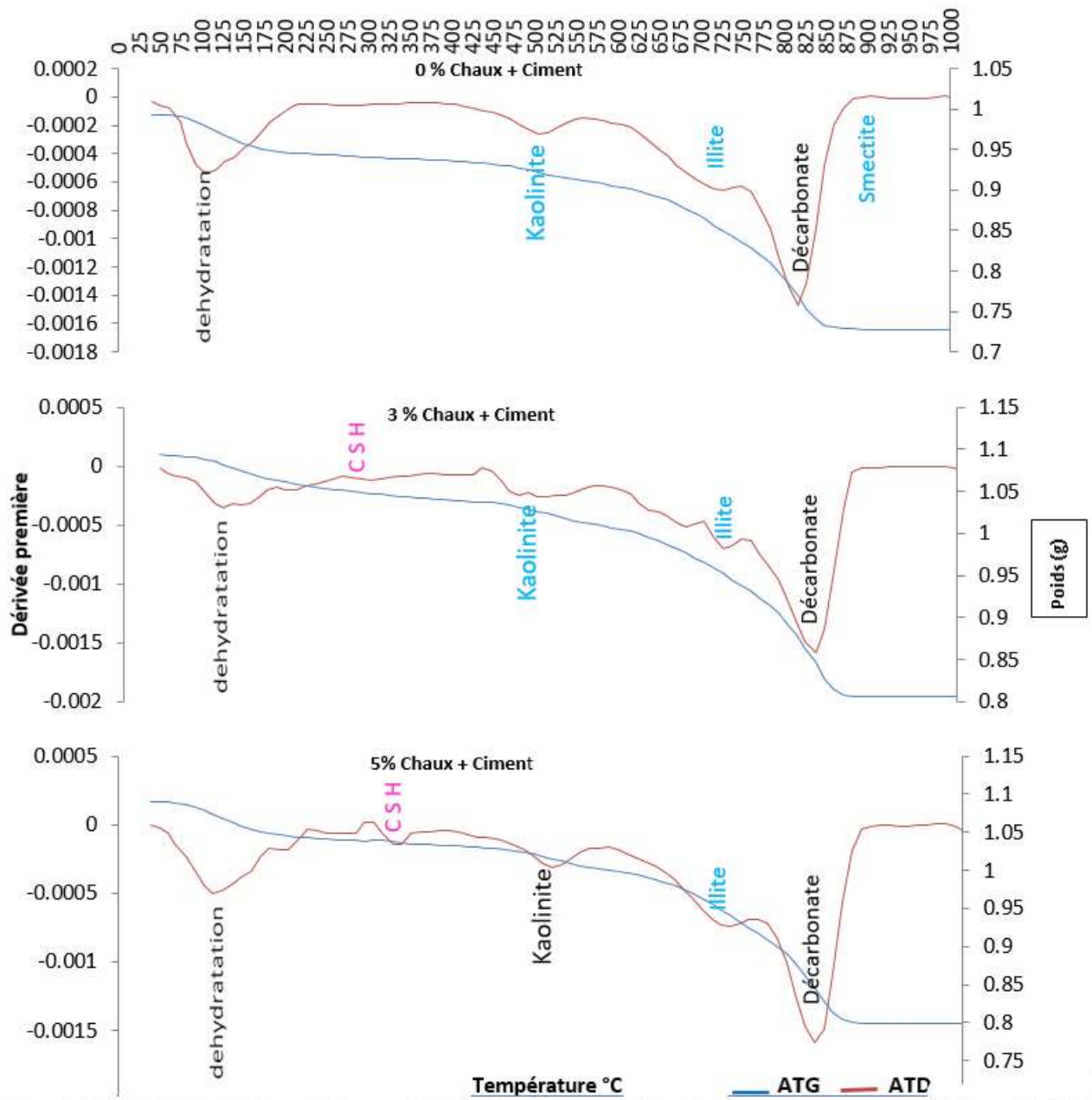


Figure 141: Courbes ATD et ATG de l'échantillon de la marne (OMB3) non traité et traité au mélange chaux+ciment.

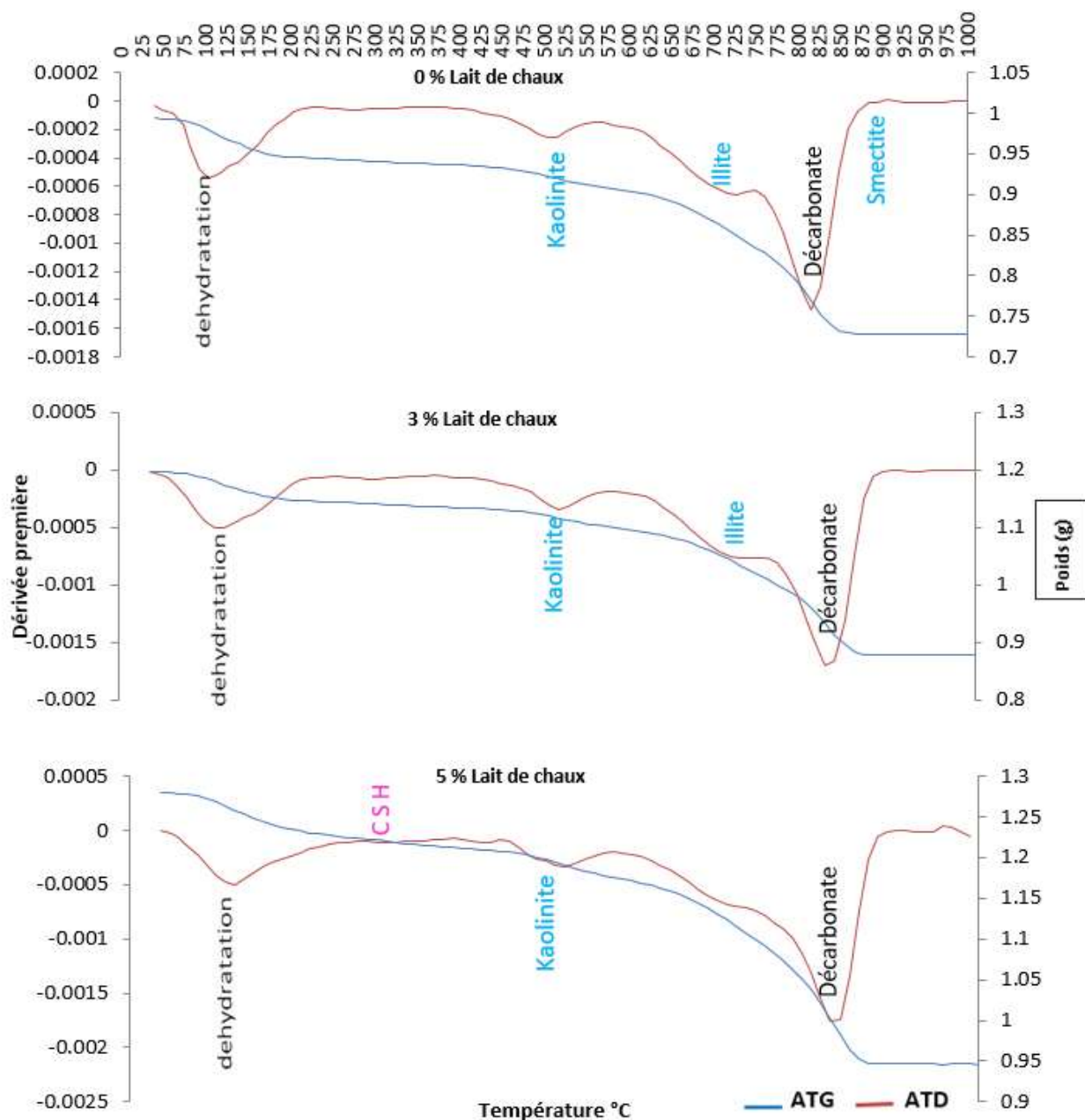


Figure 142: Courbes ATD et ATG de l'échantillon de la marne (OMB3) non traité et traité au lait de chaux.

En résumé, nous voyons que les résultats des trois échantillons traités sont très proches. L'étude des diffractogrammes de l'argile totale a souligné les réactions déclenchées par l'ajout des liants hydrauliques, montrant que les intensités des réflexions caractéristiques de la portlandite sont constamment consommées au cours du temps suggérant une forte réactivité de cette phase au sein du matériau. Les composés cimentaires de type hydrates de silicate de calcium CSH sont clairement détectables à 28 jours de cure, l'absence des autres composés CAH et CASH peut être due à la nature minéralogique des minéraux argileux. Les intensités de pics de la fraction argileuse diminuent avec l'augmentation de l'ajout des liants hydrauliques, la diminution de la réflexion de l'argile résultant de réaction de cette fraction avec les différents types de stabilisant.

2.3) Effet des liants hydrauliques sur le morpho-structural des marnes

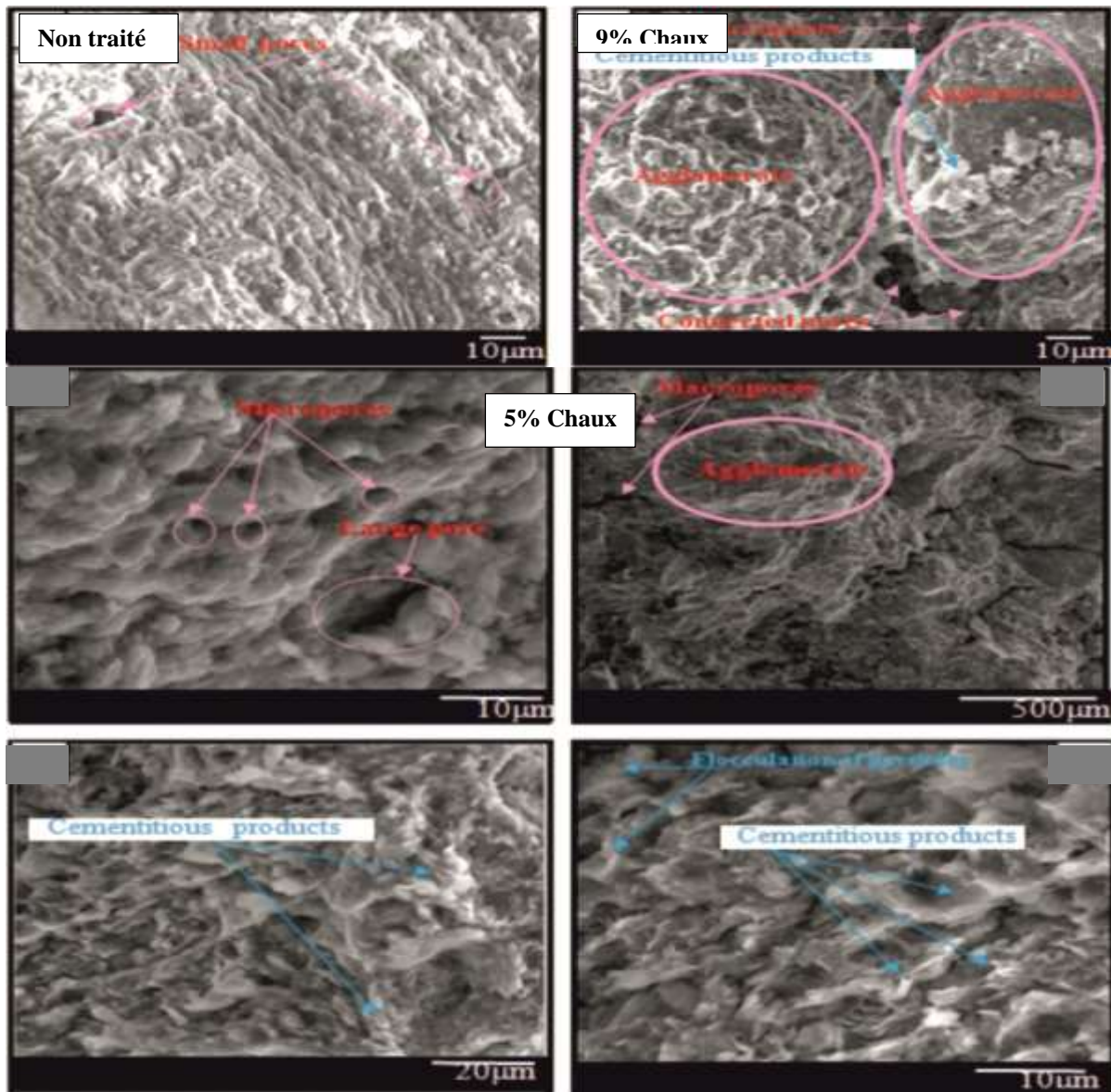


Figure 143: Image MEB de l'échantillon (N1) non traité et traité à 9% et 5% à la chaux.

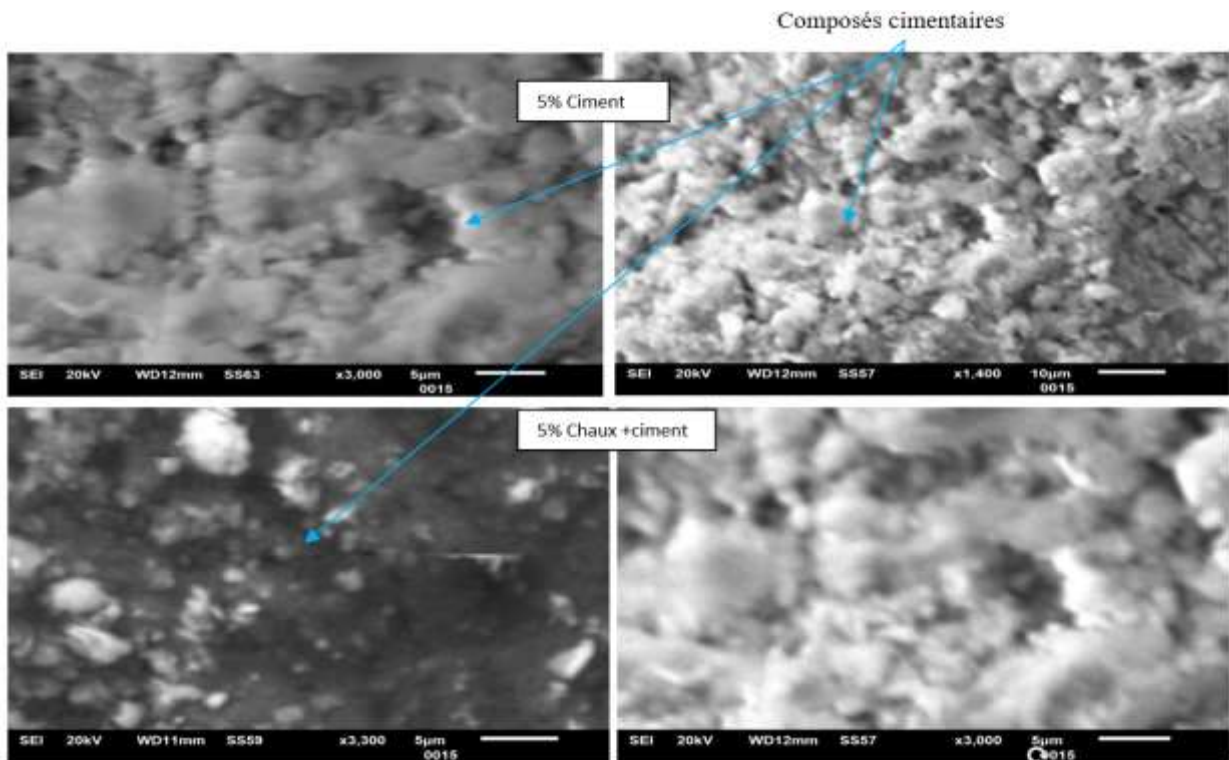


Figure 144: Image MEB de l'échantillon (N1) non traité et traité à 5% au ciment et au mélange chaux+ciment.

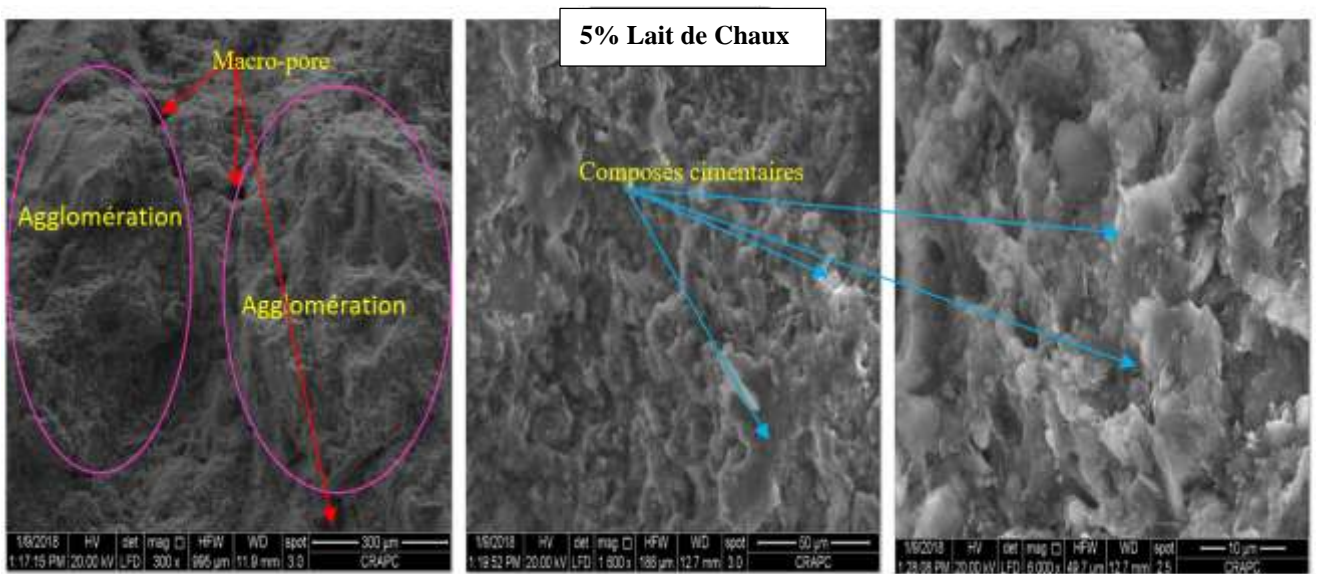


Figure 145: Image MEB de l'échantillon (N1) non traité et traité à 5% au lait de chaux.

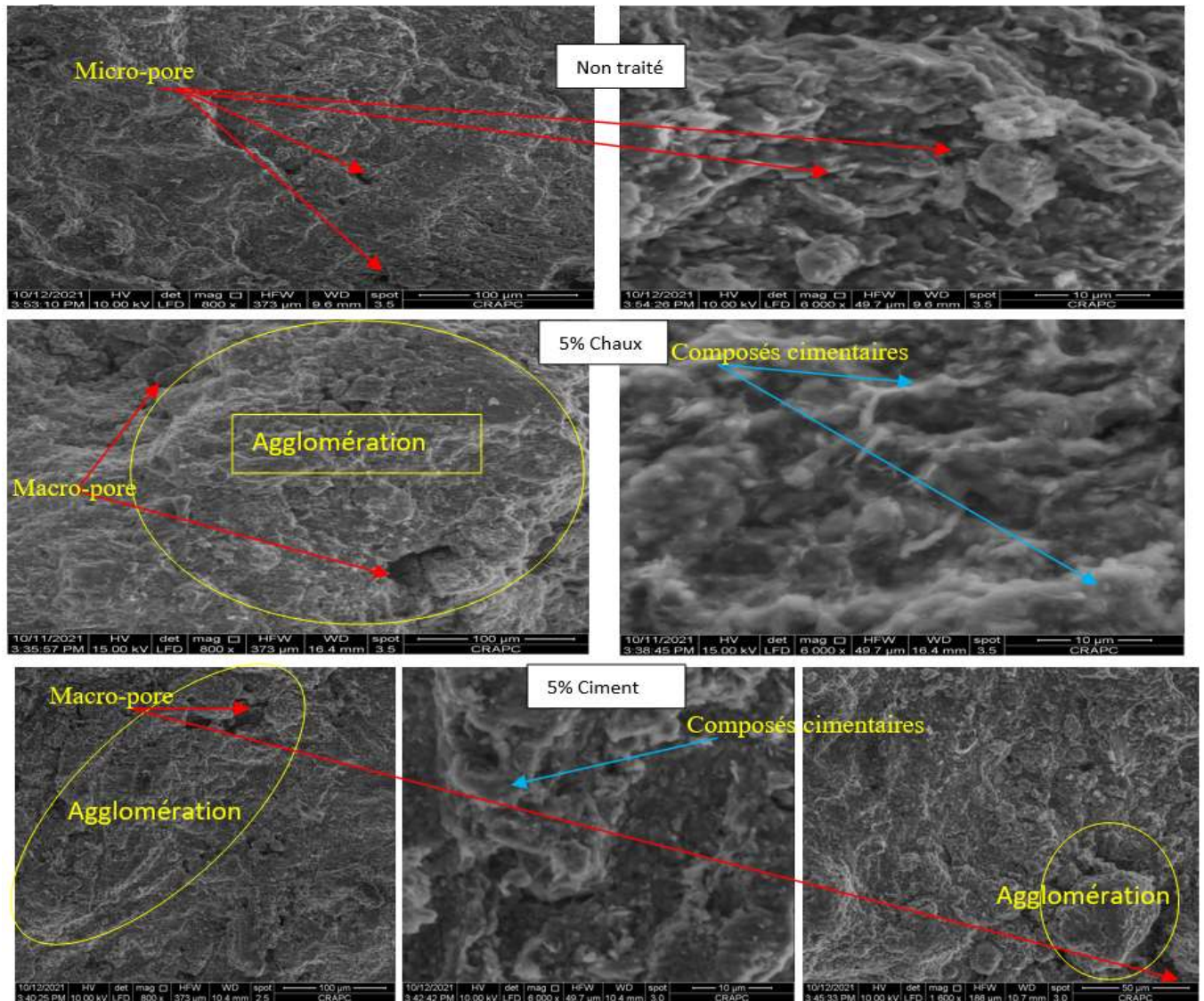


Figure 146: Image MEB de l'échantillon (Boum2) non traité et traité à 5% à la chaux et au ciment.

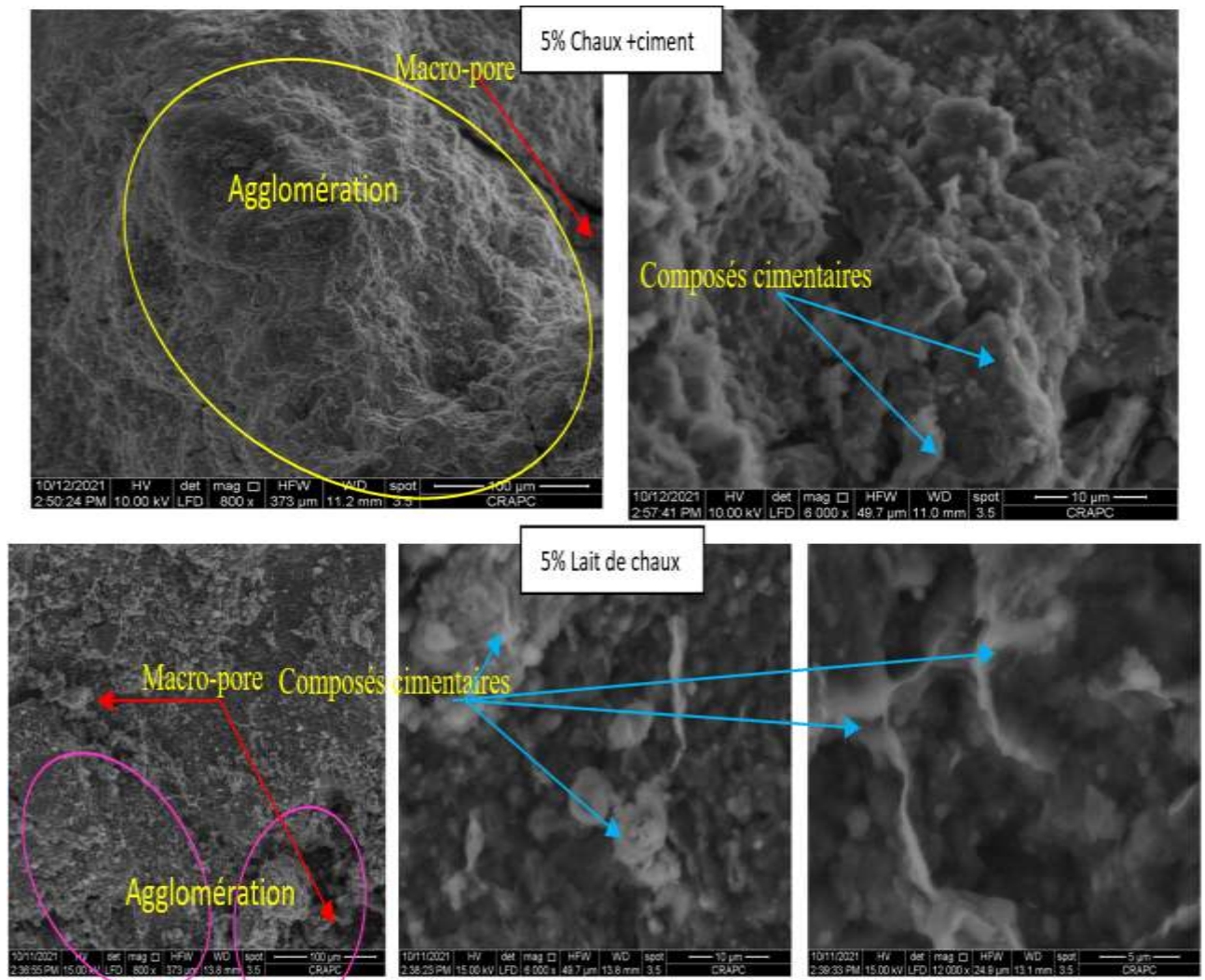


Figure 147: Image MEB de l'échantillon (Boum2) non traité et traité à 5% au mélange chaux+ ciment et au lait de chaux.

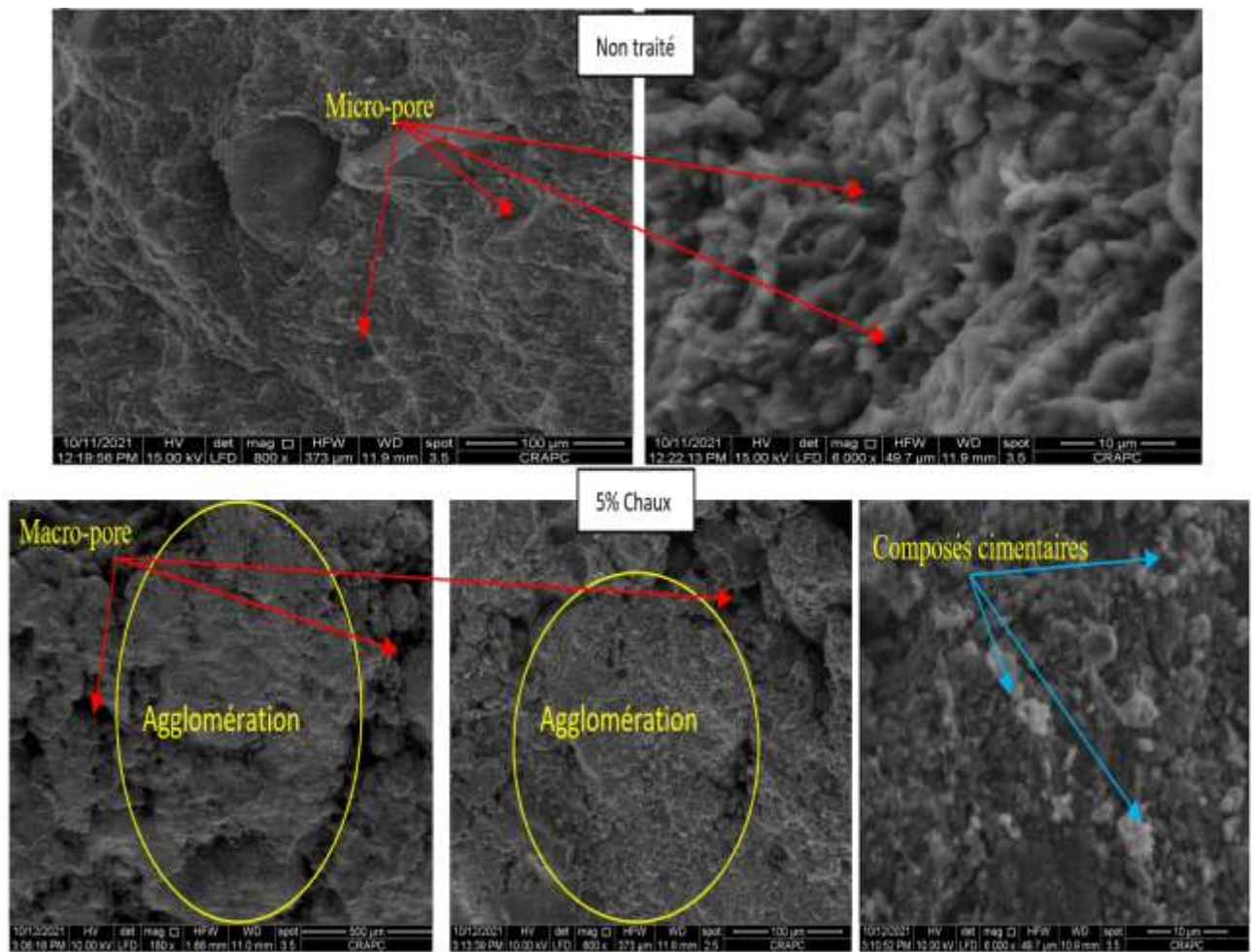


Figure 148 : Image MEB de l'échantillon (OMB3) non traité et traité à 5% à la chaux.

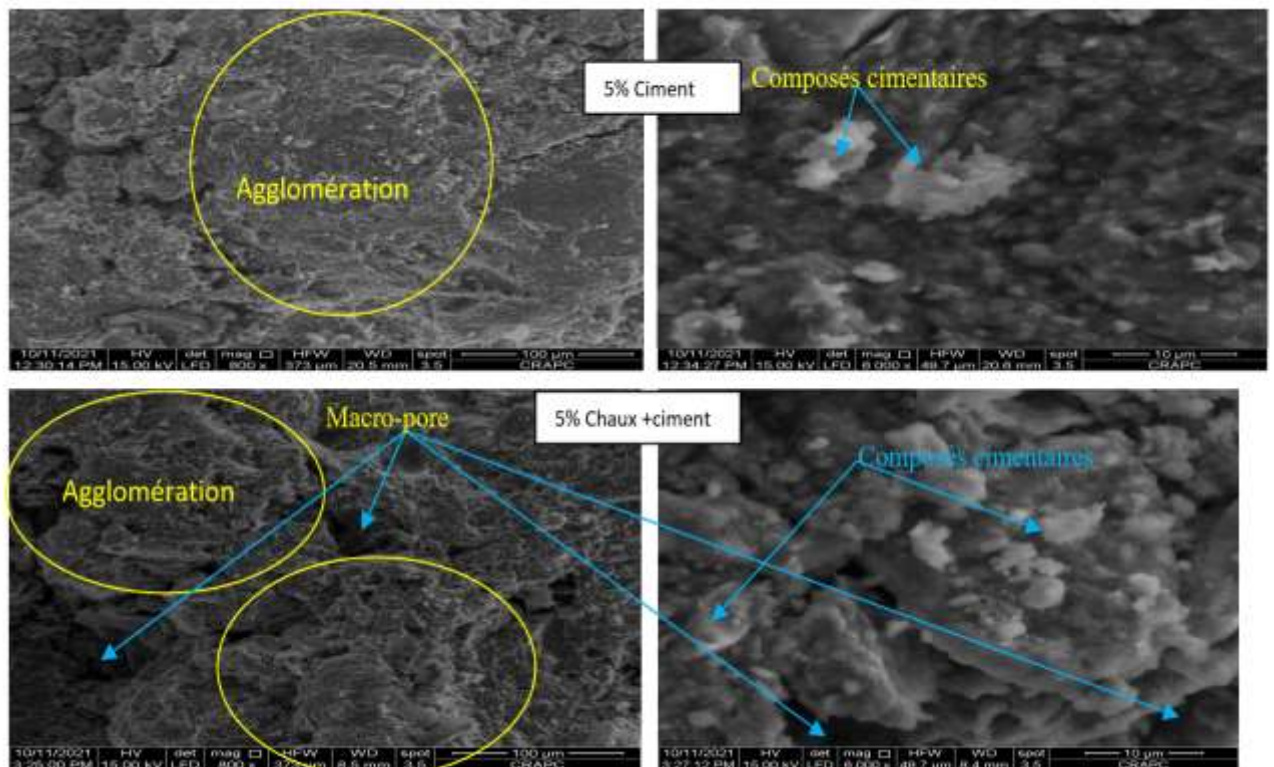


Figure 149 : Image MEB de l'échantillon (OMB3) non traité et traité à 5% au ciment et au mélange chaux+ciment.

La Microscopie Electronique à Balayage (MEB) permet d'observer l'effet du traitement aux liants hydrauliques sur la structure morphologique des particules des trois échantillons de la marne. Les figures (143, 144, 145, 146, 147, 148 et 149) montre les résultats des figures MEB des marnes non traitées et celles traitées avec 5% aux liants hydrauliques à petite et grande échelle (100 μ m et 10 μ m) des trois échantillons marneux N1, Boum2 et OMB3 après 28 jours. Les figures présentent des faces (taille, homogénéité, orientations...etc) et des trous (micropores, macropores ouverts ou fermés) (Al-Mukhtar et al., 2012).

Les figures de la marne non traités des trois échantillons montrent clairement que les trois échantillons ont une structure discontinue, où les pores sont plus visibles. Lors du traitement aux liants hydrauliques, une modification de la taille des granulats a été observée. La présence d'ions de calcium et un pH élevé augmentent la taille des agrégats des particules d'argile en raison des réactions d'échange cationique (réactions entre les cations associés aux surfaces des particules d'argile et le cation calcium) et de floculation. L'adsorption du calcium par les particules d'argile modifie l'ordre microstructural des particules (Chemedda et al., 2015 ; Vitale et al., 2016 ; Maubec et al., 2017), l'effet d'échange et d'attraction des cations conduit à rapprocher les particules d'argile pour former des floes. L'effet de la floculation immédiat des particules d'argile a une granulométrie plus disparate. La figure montre clairement que le traitement a abouti à une structure plus compacte dans l'échantillon traité (agglomération), cela réduit le nombre de pores tandis que leur volume devient de plus en plus large. Cette observation est cohérente avec celle rapportée par Al-Mukhtar et al., (2012).

La surface des échantillons traités observés à grande échelle apparaît qu'elle est couverte d'un produit de ciment tel que les hydrates de silicate de calcium (CSH). Ces produits sont dus à la réaction du calcium avec le silicium et l'aluminium libérés par les minéraux argileux, car cette réaction est une attaque basique qui favorise la destruction progressive des silicates d'aluminium et sa quantité augmente avec le temps. Ces produits de ciment conduisent à une plus grande cohésion à l'intérieur du matériau (Al-Mukhtar et al., 2012 ; Maubec et al., 2017). Des remplissages des micropores par ces produits cimentaires ont été observés, de plus, ces produits se sont également développés autour des agglomérats, cela apparaît clairement sur l'échantillon qui s'est stabilisé à 5% des liants hydrauliques (10 μ m). Ces observations sont similaires à celles trouvées par Lemaire et al., (2013).

Ces composants à base de ciment se caractérisent par leur haute résistance et leur faible changement de volume et ont la capacité d'améliorer les propriétés géotechniques (Bell 1996 ; Diamond et al., 1965 ; Eades et Grim, 1966). De nombreuses études ont suggéré que ces phases n'apparaissent pas si la quantité de stabilisant initialement ajoutée n'est pas suffisante (Eades et Grim, 1966 ; Bell, 1996 ; Rao et Shivananda, 2005 ; Al-Mukhtar et al., 2010).

3) Discussion

Les modifications des propriétés géotechniques des sols résultant de l'ajout de chaux, ciment, mélange chaux et ciment et de lait de chaux sont dû, d'une part à la dissolution des minéraux argileux qui sont considéré comme le principal facteur du gonflement de ces marnes, et d'autre part à la formation des composées cimentaire de type CSH. L'analyse microstructurales contribue à comprendre et à caractériser le développement de réactions chimico-minéralogique affectant les caractéristiques microstructurales du sol traité. Les résultats des investigations microstructurales ont été directement liés aux preuves expérimentales à l'échelle macroscopique des échantillons, permettant une interprétation de la stabilisation des argiles gonflantes traitées à différents stabilisants en fonction de l'évolution chimico-minéralogique du système.

Les analyses par DRX et l'ATD/ATG ont mis en évidence une réactivité différente des trois échantillons provenant de trois endroits différents. L'échantillon N1 est constitué de 65 % d'argile, de quartz (16 %), de calcite (13 %) et de gypse (6 %) avec des traces de dolomie et de feldspath. Sa fraction argileuse est constituée de 26 % de smectites, 28 % de kaolinite, 15 % d'illite, 5 % d'interstratifiés (smectites+illite) et 26 % de chlorite. L'échantillon Boum2 est composé d'argile (65%), de quartz (18%), de calcite (20%), de gypse (2%) et de traces de feldspath et de dolomie. Les minéraux argileux contenus dans cet échantillon sont principalement composés de 63 % de montmorillonite, 25 % de kaolinite et 12 % d'illite. L'échantillon OMB3 contient principalement 53 % d'argile (64 % de montmorillonite, 23 % de kaolinite, 13 % d'illite), 9 % de quartz, 34 % de calcite et une petite quantité de gypse dolomite et de feldspath.

Les diffractogrammes de poudre totale sèche et désorientée des trois échantillons traités aux liants hydrauliques (chaux, ciment et lait de chaux) et pour les deux pourcentages (3% et 5%), montrent l'apparition de nouveaux pics indiquant la formation de produits pouzzolaniques (CSH). Le petit pic correspondant au CSH peut être observé dans les spectres des sols traités à côté du pic de calcite (identifié par la réflexion principale à 3.03Å). Le pic de la fraction argileuse (phyllosilicates) est généralement identifié par sa réflexion commune à $4,46\text{Å}$. L'absence de portlandite (résultant de l'hydratation de la chaux) dans les marnes traitées à la chaux après 28 jours confirme la consommation complète de la chaux ajoutée par les réactions après 28 jours. De plus, le pic de portlandite à 5% est observable (Ca(OH)_2 à $2\theta = 18.00^\circ$ et à 34.00°) avec une très faible intensité. Il apparaît qu'avec une forte dose de chaux, la quantité d'eau interstitielle n'est pas suffisante pour hydrater la chaux ajoutée.

Les résultats montrent qu'il y a des variations d'intensité et d'abondance relative de la fraction argileuse ($d = 4,46\text{Å}$) au cours du traitement qui diminue avec l'augmentation du pourcentage des différentes types de stabilisations utilisées, ce qui montre qu'il y a une réactivité de cette fraction au

cours du traitement. Parallèlement à cette diminution, l'intensité de réflexion des composés cimentaires (CSH) augmente. La diminution de l'intensité de la fraction argileuse lors du traitement à la chaux est due à la formation de produits de réaction pouzzolaniques de type (CSH) lors des périodes de durcissement. Ces produits sont associés à la réaction des liants hydrauliques avec le silicium libéré par les minéraux argileux. En ce qui concerne l'intensité et l'abondance relative des autres minéraux non argileux, n'ont pas montré de nette réduction lors du traitement, elles indiquent que ces minéraux n'ont pas été influencés d'une manière importante par les liants hydrauliques. Il est à noter que le pic de quartz n'a pas montré de réduction significative, indiquant que le quartz n'était pas significativement attaqué par les réactions. Dans l'échantillon OMB3, on observe l'augmentation du pic de la calcite lors du traitement peu expliqué par la carbonatation de cet échantillon car il présente un taux des carbonates élevé (36%). Les carbonates ont également été détectés à très court terme après le traitement d'un limon avec de la chaux (Deneele et al., 2016). Selon (Maubec, 2011) la carbonatation, est considérée comme une réaction perturbatrice du traitement, puisqu'elle consomme une partie de la chaux destinée aux réactions pouzzolaniques, sans pour autant améliorer les performances mécaniques des matériaux traités.

Les diffractogrammes des rayons X de la fraction argileuse fraction inférieure à 2 μm (préparée sous forme d'agrégats orientés) mise en évidence une réactivité différente des minéraux argileux, comme indiqué précédemment qu'il y a une diminution de l'intensité et de l'abondance relative de la fraction argileuse traités aux liants hydrauliques. En présence de minéraux ayant une capacité d'échange cationique, dans les argiles, les cations de calcium (Ca^{2+}) rendus disponibles par dissolution de liant hydraulique peuvent être échangés avec les cations présents dans les minéraux non traités (Bell, 1996; Al-Mukhtar et al., 2010a, 2012; De Windt et al., 2014; Chemedda et al., 2015), déterminant la floculation et une modification conséquente de la distribution granulométrique, aussi l'activité pouzzolanique est liée à la présence dans la phase solide des argiles de silice et d'alumine rendue disponibles par l'environnement hautement alcalin induit par la dissolution des liants hydrauliques dans l'eau (Guidobaldi, 2018). L'évolution de l'activité pouzzolanique est fortement dépendante de la minéralogie des argiles (Deneele et al., 2016 ; Maubec et al., 2017 ; Vitale et al., 2016a ; Vitale et al., 2016b ; Vitale et al., 2017). Les résultats de l'analyse DRX sur cette fraction montrent que les intensités de toutes les réflexions de smectite ont diminué au cours du traitement, quel que soit le type de stabilisant. Ce comportement est attribué au fait que la smectite est affectée par l'activité pouzzolanique et l'illite est moins influencée par la réaction pouzzolanique que la smectite. Il faut noter que les pics de la kaolonite et de la chlorite n'ont pas montré de nette réduction pendant le traitement, indiquant que la kaolonite et la chlorite n'ont pas été attaqué de manière importante par l'activité pouzzolanique. Ce fait est en accord avec Eades et Grim (1966) qui ont étudié l'effet de la chaux hydratée sur plusieurs minéraux argileux (kaolinite, halloysite, bentonite calcique et sodique,

montmorillonite), ils ont montré que les minéraux argileux réagissent différemment avec la chaux et que l'illite et les montmorillonites sont plus fortement détruites que les kaolinites et halloysites. Maubec et al 2013 montrent que la dissolution continue de la montmorillonite lors des réactions pouzzolaniques devient la source de silice conduisant à la formation de (CSH) et que l'activité pouzzolanique des argiles traitées à la chaux dépend fortement de la minéralogie de l'argile, pour les échantillons de bentonite traités une consommation rapide de portlandite a été détectée pour des teneurs en chaux allant jusqu'à 20%, la réactivité élevée des minéraux argileux smectite et illite favorise la formation de composés de CSH à très court terme Vitale (2017).

Vitale et al., (2017) et Chemedda et al., (2015) qui montrent que la faible réactivité de l'argile kaolinite est compatible avec le retard de la consommation de portlandite et la formation de nouvelles phases hydratées. Selon Chemedda (2015), le revêtement de la surface de la kaolinite par une couche de calcium ou de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ adsorbé sur la surface de la kaolinite empêchent les réactions de dissolution favorisées par l'environnement à pH élevé, réduisant ainsi la libération de silicium et d'aluminium dans le système et retarder la cinétique des réactions. En conséquence, cette adsorption ralentirait la dissolution cinétique de la kaolinite et expliquerait une réactivité plus élevée de la bentonite en Ca^{2+} . Vitale et al., (2017) expliquent la cause de la forte réactivité de la bentonite par la consommation rapide et totale de la portlandite depuis le très court terme, ce qui peut être attribué à la plus grande capacité d'échange de cations de la montmorillonite et à sa grande surface spécifique (Boardman et al., 2001). Comme le confirment les analyses DRX, la portlandite est détectée dans le système pour des teneurs élevées en chaux (exemple par dans notre cas à 5% de chaux). Les différences observées entre la dissolution de la kaolinite, chlorite l'illite et les montmorillonites sont dues généralement à une différence structurale. Maubec et al., (2017) montrent que la précipitation de phases secondaires telles que l'hydrate de silicate de calcium et l'hydrate d'aluminate de calcium apparaissent plus clairement dans le cas du traitement de la bentonite Ca^{2+} suggérant une dissolution plus rapide de celle-ci.

Par contre Bauer et Berger (1998) montrent qu'une dissolution de la kaolinite est supérieure à celle de la montmorillonite, en solution alcaline. Cependant, dans notre cas, cette hypothèse semble contredite. Selon Maubec et al., (2017) cette contradiction peut être expliquée par un autre mécanisme qui se produit parallèlement à la dissolution de la kaolinite.

Chemedda e al montrent que les ions Ca à pH plus élevé (CaOH^+) favorisent principalement les liaisons Face –Face entre les particules de Kaolinite et sont efficaces pour former des flocs serrés avec une déformation plus faible. Les flocs se comportent comme des matériaux individuels à gros-grains (limon ou sable). Ainsi, leur réactivité avec l'eau devrait être réduite lors de l'exposition à l'humidité, ce qui à son tour réduit le potentiel de gonflement et de retrait et améliore leur maniabilité.

Cependant, dans le cas du traitement au lait de chaux, il semble que les ions (Ca) aient une influence importante sur la minéralogie des argiles, puisque tous les minéraux argileux, presque ont disparu et il reste seulement des traces de smectite, illite, chlorite et des petites quantités de kaolinite alors il est très clair dans les échantillons N1 et OMB3. La quasi-disparition des minéraux avec la solution de chaux est peut être liée au pH élevé de l'eau interstitielle, car l'augmentation du pH accélère, l'altération des minéraux. Donc le pH de la solution induit des modifications significatives du matériau, révèle la forte réactivité des minéraux lors de ce traitement, rappelons que le traitement au lait de chaux permet une réduction quasi-totale de la sensibilité à l'eau. Vitale et al., (2016) ont étudié l'influence de la chimie de l'eau interstitielle sur le comportement à court terme du sol traité à la chaux. Selon Vitale (2016) la disposition des particules de kaolin est fortement dépendante du pH, avec une disposition en face-à-face fendue à pH 4,6 qui se change en une dispersion à pH élevé et l'ajout d'ions calcium en suspension induit la formation d'agrégats de particules plus grosses, formés par un empilement multiple face à face de particules avec des arrangements face à face.

Les thermogrammes des marnes naturelles montrent l'existence de trois pics endothermiques. Le premier pic entre 100 et 200°C s'accompagne, due au départ d'eau hygroscopique à la surface des particules (déshydratation). Le deuxième pic entre 475 et 550°C correspond à la déshydroxylation des minéraux argileux (réaction au cours de laquelle les minéraux argileux perdent leur hydroxyle). Le dernier pic situé entre 700 et 800°C correspond à une décarbonatation, indiquant la présence de carbonates dans cet échantillon. Concernant les thermogrammes de marnes traitées, les résultats montrent l'apparition d'un nouveau pic dans la gamme de température de 250 à 300°C correspondant à la formation de composés hydratés de type (CSH), la perte de masse qui est associée à la formation de ces composés augmente avec l'augmentation de l'ajout de chaux. On observe également la présence d'un second pic endothermique pour les marnes traitées à 5% de chaux avec une très faible intensité dans la gamme de température de 350 et 400°C, liée à la déshydratation de la portlandite ($\text{Ca}(\text{OH})_2$) qui a été observé lors des analyses minéralogiques. Il est à noter que le pourcentage de perte de masse de la fraction argileuse diminue avec l'augmentation de l'ajout de chaux. Les résultats de l'analyse thermogravimétrique sont identiques aux résultats de l'analyse DRX. Ces observations sont similaires aux résultats rapportés par plusieurs études (Maubec et al., 2017 ; Guidobaldi et al., 2017).

En résumé, les principaux composés cimentaires retrouvés dans les échantillons de sols marneux traités étaient des hydrates de silicate de calcium (CSH), l'absence des autres composés CAH et CASH peut être due à la nature minéralogique des minéraux argileux, notamment la présence du smectite qui fournit du silicium pour former les composés CSH.

La réorganisation microstructurale des argiles traitées et la formation de composés à base de ciment affectent le comportement macroscopique des échantillons traités à la chaux. Le comportement structuré observé après l'ajout des liants hydrauliques (diminution de la pression de gonflement) est directement lié à l'évolution chimico-physique du système (Vitale et al., 2017). Des observations par microscopie électronique à balayage permettent de suivre le développement de ces phases au cours du temps.

Les figures des résultats des images MEB de marnes non traitées et traitées après 28 jours de durcissement, montrent que le traitement par les quatre types de stabilisant, chaux, ciment, chaux+ciment et lait de chaux, donne des résultats similaires pour les trois échantillons, une modification de la taille des agrégats a été observée. La présence d'ions de calcium et d'un pH élevé augmente la taille des agrégats des particules d'argile à la suite des réactions d'échange de cations et de floculation. L'effet de la floculation immédiat des particules d'argile a une granulométrie plus disparate. Le traitement modifie de manière significative la texture de l'argile, induisant un nombre élevé de petites particules connectées rendant une structure plus compacte dans l'échantillon traité. Cela diminue le nombre de pores et entraîne des modifications des propriétés de plasticité de l'argile avec une réduction des valeurs de gonflement.

Des zones importantes de la surface argileuse sont recouvertes de produits à base de ciment tels que les hydrates de silicate de calcium (CSH). Ces produits sont associés à la réaction du calcium avec le silicium et l'aluminium libérés par les minéraux argileux car cette réaction est une attaque basique qui favorise la destruction progressive des silicates d'aluminium. Ces composants à base de ciment se caractérisent par leur résistance élevée et leur faible changement de volume et ont pour effet d'améliorer les propriétés géotechniques. Ceci apparaît clairement sur la figure de l'échantillon N1, Boum2 et OMB3 stabilisé à 5% de chaux est caractérisé par une matrice bien structurée avec de très petits pores.

Les résultats des analyses de gonflement montrent une meilleure amélioration à la fois de la pression de gonflement pour l'échantillon de Boum2 et OMB3 par rapport à l'échantillon N1. Cette découverte peut s'expliquer par les processus expliqués ci-dessus et l'observation des micrographies MEB. Les images MEB de l'échantillon OMB3 et Boum2 avant tout traitement montre une structure lâche avec plusieurs pores ouverts dispersés dans le champ de vision (Figure 146 et 148). Après le traitement, cependant, il n'y a plus de pores et, en fait, plus de cimentation semble avoir eu lieu. Par conséquent, la structure devient plus dense et le matériau de cimentation apparaît sous forme de lignes blanches et d'agrégats couvrant le champ de vision. De même, les photomicrographies MEB de l'échantillon N1 montrent un matériau plus dense avec peu de pores et de vides avant le traitement (Figure 144), après l'ajout des liants hydraulique la structure reste

dense, mais avec un matériau de cimentation relativement moindre par rapport aux deux échantillons OMB3 et Boum2. Un matériau de cimentation relativement moindre entraîne une amélioration moindre par rapport aux deux échantillons OMB3 et Boum2.

4) **Conclusion**

Les résultats donnés dans ce chapitre permettent de se prononcer sur l'influence du traitement aux liants hydrauliques sur le gonflement et sur leur minéralogie et leur structure interne, s'intéresse aussi à la dissolution des minéraux de la fraction argileuse lors d'un traitement aux liants hydrauliques. Les modifications des propriétés géotechniques des sols résultant de l'ajout de chaux, ciment, mélange chaux et ciment et de lait de chaux sont dû, d'une part à la dissolution des minéraux argileux qui sont considéré comme le principal facteur du gonflement de ces marnes, et d'autre part à la formation des composés cimentaire de type CSH. L'analyse microstructurales contribue à comprendre et à caractériser le développement de réactions chimico-minéralogique affectant les caractéristiques microstructurales du sol traité. Les résultats obtenus par les images MEB nous ont permis de montrer l'existence des zones importantes de la surface argileuse sont recouvertes de produits à base de ciment de type hydrates de silicate de calcium (CSH), ces produits sont associés à la réaction du calcium avec le silicium et l'aluminium libérés par les minéraux argileux, ces composants à base de ciment se caractérisent par leur résistance élevée et leur faible changement de volume et ont pour effet d'améliorer les propriétés géotechniques. Ceci apparaît clairement sur la figure de l'échantillon N1, Boum2 et OMB3 stabilisé à 5% de chaux est caractérisé par une matrice bien structurée avec de très petits pores. Les résultats des analyses de gonflement montrent une meilleure amélioration à la fois de la pression de gonflement pour l'échantillon de Boum2 et OMB3 par rapport à l'échantillon N1. Cette découverte peut s'expliquer par l'observation des photos MEB. Les images MEB de l'échantillon OMB3 et Boum2 avant tout traitement montre une structure lâche avec plusieurs pores ouverts. Après le traitement, cependant, il n'y a plus de pores et, en fait, plus de cimentation semble avoir eu lieu. De même, les photos MEB de l'échantillon N1 montrent un matériau plus dense avec peu de pores et de vides avant le traitement, après l'ajout des liants hydraulique la structure reste dense, mais avec un matériau de cimentation relativement moindre par rapport aux deux échantillons OMB3 et Boum2.

Conclusion générale et perspective

Le comportement au gonflement des matériaux marneux a été étudié lors d'un traitement aux liants hydrauliques (chaux, ciment, mélange chaux et ciment et lait de chaux) afin de mettre en évidence l'influence de ces additifs sur la minéralogie et le gonflement de ces sols. L'analyse des résultats nous a permis de faire les constats suivants :

- L'étude minéralogique et microstructurale montre que les trois échantillons naturels ont une composition minéralogique similaire et sont majoritairement composés de kaolinite, de smectites d'illite avec la présence de chlorite dans l'échantillon N1. Les minéraux non argileux sont représentés par le quartz, la calcite et le gypse. Ils présentent toute une structure pratiquement similaire ; des amas de couches d'argile et de pores de taille variable. Les résultats géotechniques des échantillons de marnes naturelles montrent que les trois formations marneuses sont très plastiques et ont une granulométrie à dominance argileuse avec une pression de gonflement élevée.
- L'ajout des liants hydrauliques aux ces sols marneux réduit la sensibilité de ces sols à l'eau et crée des liaisons fortes entre les particules pour lutter contre le phénomène de gonflement. Les liants hydrauliques sont des réducteurs efficaces de gonflement et la teneur optimale en liants hydrauliques est estimée à 5% pour la chaux, ciment, et le mélange chaux et ciment, et à 2% pour l'ajout de lait de chaux.
- L'étude minéralogique par diffraction des rayons X sur la poudre totale des échantillons traités aux liants hydrauliques a identifié de nouvelles phases, telles que la portlandite et les silicates de calcium hydratés (CSH). Les résultats de l'analyse DRX sur la fraction argileuse des échantillons traités montrent que la formation d'une phase cimentaire de type silicate de calcium hydraté (CSH) est en relation avec la présence de smectite dans les minéraux argileux de ces sols. Les caractérisations réalisées par analyses thermiques montrent la formation des nouvelles phases de type CSH à partir de la dissolution des minéraux argileux.
- Les observations par microscopie électronique à balayage (MEB) montrent que le traitement aux liants hydrauliques modifie la microstructure des sols marneux. Les liants hydrauliques ont également provoqué, d'une part, la floculation et l'agrégation des argiles. Ensuite, l'effet de s'est poursuivi en cimentant les granulats déjà formés pour donner une masse plus rigide conduisant également à réduire le gonflement.

- On a également montré dans cette étude que l'efficacité du traitement aux liants hydrauliques sur le gonflement des trois échantillons marneux, est la conséquence de l'évolution chimio-minéralogique dans les matériaux traités. Il a été constaté que l'ajout du liant hydraulique a réduit les intensités des minéraux argileux notamment la smectite qui a été affecté d'une manière plus importante, l'illite et la chlorite étaient moindres, par contre, la kaolinite a montré une très faible réduction.
- La spécificité d'un traitement au lait de chaux avec la comparaison aux autres types de traitement a été clairement mise en évidence, que le lait de chaux est un réducteur efficace de la pression de gonflement. Les résultats obtenus sur l'ajout de lait de chaux au sol gonflant de ces régions montrent que le traitement de ce sol au lait de chaux peut constituer une solution à envisager, parce qu'avec des faibles pourcentages d'ajout il y a une diminution importante de la pression de gonflement. Cette utilisation de lait de chaux s'explique par le fait que cette technique est celle qui présente le maximum d'avantage, notamment en ce qui concerne le coût et les méthodes d'exécutions par rapport à celui des autres méthodes de traitement aux liants hydrauliques.

Dans cette étude, le comportement minéralogique, microstructural et géotechnique des trois formations marneuse traité aux liants hydrauliques (chaux, ciment, chaux+ciment, lait de chaux) ont été étudiés. Comme c'est le cas dans toute recherche, les résultats obtenus sont encore à affiner et à compléter, nous citons ci-dessous quelques perspectives:

- Une étude de comportement des matériaux traités aux liants hydrauliques sous sollicitations hydriques cycliques (séchage-humidification).
- Des analyses minéralogiques et microscopiques détaillées surtout sur la phase argileuse complémentaires seront nécessaires en vue d'approfondir ce travail, par exemple des caractérisations de surface permettraient d'approfondir la compréhension de la réactivité entre les liants hydrauliques et les minéraux argileux.
- l'utilisation des essais in situ comme l'essai pressiométrique pour déterminer le potentiel de gonflement sur site, et couplé par un traitement en lait de chaux (solution riche en calcium).
- Nous proposons l'utilisation d'un stabilisant alternatif riche en potassium tels que KOH comme stabilisant de gonflement des sols.

Référence bibliographique :

Afès, M., Didier, G., 2000. Stabilization of expansive soils: the case of clay in the area of Mila Algeria. *Bulletin of Engineering Geology and the Environment* 59, 75-83

AFNOR, « Norme française sol: reconnaissance et essais»:

NFP 94- 056: «Détermination de la teneur en l'eau pondérale des matériaux- Méthode par étuvage».

NFP 94- 050: Analyse granulométrique, méthode de tamisage par voie humide

NFP 94- 053: «Analyse granulométrique des sols par sedimentométrie ».

NFP 94- 051: Détermination des limites d'atterbeg la limite à la coupelle – limite de plasticité au rouleau.

NFP 94- 090-1: Essai Oedométrique – partie 1: Essai de compressibilité à sur matériau fins saturés avec chargement par paliers.

NFP 94- 091: Essai gonflement libre.

NFP 94- 068: Détermination de la valeur de bleu de méthylène d'un sol par l'essai à tache.

NFP 18-011: Détermination de la teneur en carbonate.

Aldaood A., Bouaskera M., Al-Mukhtara M., 2014. Free swell potential of lime-treated gypseous soil. *Applied Clay Science* 102 (2014) 93–103

Al-Amoudi, OSB., Khan K, Al-Kahtani NS., 2010. Stabilization of a Saudi calcareous marl soil. *Construction and Building Materials* 24:1848–1854

Al-Homoud, AS., Basma, AA., Husein, MAI., Al-Bashabsheh, MA., 1995. Cyclic swelling behaviour of clays. *Journal of Geotechnical Engineering* 121 (7), 562–565

Al-Mukhtar, M., Lasledj, A., Alcover, JF., 2010. Behavior and Mineralogy Changes in Lime-Treated Expansive Soil at 20°C. *Applied Clay Science* 50 (2): 191–198.

Al-Mukhtar, M., Khattab, S., Alcover, JF., 2012. Microstructure and geotechnical properties of lime-treated expansive clayey soil. *Engineering Geology* 139-140: 17–27.

- Al-Rawas, AA., Hagoa, AW., Hilal, AS., 2005. Effect of lime, cement and Sarooj (artificial pozzolan) on the swelling potential of an expansive soil from Oman. *International Journal of Building and Environment* 40: 681–687.
- Al-Swaidani, A., Hammoud, I., Meziab, A., 2016. Effect of adding natural pozzolana on geotechnical properties of lime-stabilised clayey soil. *Journal of Rock Mechanics and Geotechnical Engineering* 8(5):714e25
- Allen, 1997. *Earth surface processes*. Blackwell.
- Amri, S., Akchiche, M., Bennabi, A., Hamzaoui, R., 2019. Geotechnical and mineralogical properties of treated clayey soil with dune sand. *Journal of African Earth Sciences* 152, 140-150.
- Arnould M., Audiguier M., Delage P., Pellerin F.M., Struillou R., Vayssade B. (1980) Etude des sols argileux par la porosimétrie au mercure. Contrôle des variations de texture sous diverses conditions. *Bull. IAEG*, N° 22, pp 213-223.
- Ashraf, JM., Walker, R., 1963. Effect of lime moisture and compaction on a clay soil. *High way Research Record* 29: 1–12.
- 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.
- Azzouz F.Z., (2005) Contribution à l'étude de la stabilisation chimique de quelques argiles gonflantes de la région de Tlemcen. Mémoire de magister Université de Tlemcen. 179 p
- Belabbaci Z.; Aissa mamoune S M.; Bekkouche A., (2011) Stabilisation d'un sol gonflant par l'ajout de lait de chaux. Acte de la 29ème Rencontres Universitaires de Génie Civil. Tlemcen. Volume2, p.499–509.
- Bell, F.G., 1996. Lime stabilization of clay minerals and soils. *Eng. Geol.* 42 (p), 223–237.
- Bellion, Y., Balais, J., 1976. Explanatory notice of the scale geological map of N'gaous 1/50000.
- Bekkouche, A., Djedid, A., Aissa Mamoune, SM., 2002. An experimental investigation on the assessment of the swelling parameters. *International congress in Civil Engineering, Eastern Mediterranean University the Gazimagusa*.

- Basma, AA., Tuncer, E. R., 1991. Effect of lime on volume change and compressibility of expansive clays. *Transportation Research Record* 1295:52-61
- Bauer, A., Berger, G., 1998. Kaolinite and smectite dissolution rate in high molar KOH solutions at 35°C and 80°C. *Applied Geochemistry*, 13(7): 905-916.
- Bell, FG., 1996. Lime stabilization of clay minerals and soils. *Engineering Geology* 42: 223-237
- Bigot, G., Zerhouni, MI., 2000. Retrait Gonflement et Tassement des sols fins. *Bulletin des LPC* 229 : 105-114.
- Boardman, D.I., Glendinning, S., Rogers, C.D.F., 2001. Development of stabilisation and solidification in lime-clay mixes. *Geotechnique*, 51(6): 533-543.
- Bose, B., 2012. Geo-Engineering Properties of Expansive Soil Stabilized with Fly Ash. *EJGE* Vol. 17.
- Boski, T., Pessoa, J., Pedro, P., Thorez, J., Dias, JMA., Hall, IR., 1998. Factors governing abundance of hydrolyzable amino acids in the sediments from the N.W. European Continental Margin. *Prog Ocean* 42:145–164.
- Bouasker M.; Kharrat, A.; Al-Mukhtar, M.; (2011) Comportement hydromécanique des argiles traitées à la chaux. *XXIXe Rencontres Universitaires de Génie Civil*. Tlemcen.
- Bourokba, MSA., Djelloul, R., Hachichi, A., Fleureau, JM., 2018. Effect of Cement on Suction and Pore Size Distribution Before and After Swelling of a Natural Clay from Algeria. *Advances in Characterization and Analysis of Expansive Soils and Rocks, Sustainable Civil Infrastructures*.
- Cardoso, R., Maranha das Neves, E., 2012. Hydro-mechanical characterization of lime-treated and untreated marls used in a motorway embankment. *Engineering Geology* 133–134: 76–84
- Chemed, Y., Deneele, D., Christidis, G., Ouvrard, G., 2015. Influence of hydrated lime on the surface properties and interaction of kaolinite particles, *Applied Clay Science* 107: 1–13.
- Chamley, 1989. *Clay sedimentology*. Springer-Verlag.
- Chen, YL., 1988. *Foundations on expansive soils*. Elsevier Science publishing company Inc. New York pp: 714-728.
- Cheshomi, A., Eshaghi, A., Hassanpour, J., 2017. Effect of lime and fly ash on swelling percentage and Atterberg limits of sulfate-bearing clay. *Applied Clay Science* 135: 190–198

- Claret, F., Sakharov, B.A., Drits, V.A., Velde, B., Meunier, A., Griffault, L., Lanson, B., 2004. Clay minerals in the Meuse-Haute Marne underground laboratory (France): possible influence of organic matter on clay mineral evolution. *Clays and Clay Minerals*, 52(5): 515-532.
- Collins K., McGown A. (1974) The form and function of microfabric features in a variety of natural soils. *Géotechnique* 24, n° 2, pp 223-254
- Cook, HE., Johnson, PD., Matti, JC., Zemmels, I., 1975. Methods of sample preparation and X-ray diffraction analysis in X-ray mineralogy laboratory pp. 999 -1007. In: *Init. Repts. DSDP* (Hayes DE, Frakes LA. et al.), 28. Washington (U.S. Govt. Printing Office).
- CRR (centre de recherche routière)., (2010). Code de bonne pratique « pour le traitement des sols à la chaux et/ou aux liant hydraulique », Bruxelles.
- Cui, YJ., Yahia-Aissa, M., Delage, P., 2002. A model for the volume change behavior of heavily compacted swelling soils. *Engineering Geology* 64: 233-250.
- Cuisinier, O., Jean-Claude, A., Le Borgne, T., Deneele, D., 2011. Microstructure and hydraulic conductivity of a compacted lime-treated soil. *Engineering Geology* 123: 187–193.
- Deneele, D., Le Runigo, B., Cui, YJ., Cuisinier, O., Ferber, V., 2016. Experimental assessment regarding leaching of lime-treated silt. *Construction and Building Materials* 112: 1032–1040
- De Windt, L., Deneele, D., Maubec, N., 2014. Kinetics of lime/bentonite pozzolanic reactions at 20 and 50 °C: Batch tests and modelling. *Cement and Concrete Research* 59: 34–42
- Delage P., Lefebvre G. (1984) Study of the structure of a sensitive Champlain clay and its evolution during consolidation, *Can. Geotech. J.* 21, pp. 21-35.
- Delage, P., 2006. Some microstructure effects on the behaviour of compacted swelling clays used for engineered barriers. *Chinese Journal of Rock Mechanics and Engineering* 25(4): 721 -740.
- Delavernhe L., (2011) Étude multi-échelle de la réactivité des altérites lors du traitement à la chaux. Thèse de doctorat Université de Caen Basse Normandie. 183p
- Derriche, Z., Kaoua, F., 1994. Sols gonflants: Méthodologie pour la conception des ouvrages. *Revue Technique de l'ENTP Algérie Équipement* 12: 24-31.
- Derriche, Z., Lazzali, V., 1997. Analyse des mécanismes de stabilisation d'un sol gonflant par apport de chaux sous différentes formes. *International Proceedings on Engineering Geology and Environment*.

- Diamond, S., Kinter, EB., 1965. Mechanisms of soil–lime stabilization. *Highway Research Record* 92: 83–102.
- Eades, JL., Grim, RE., 1966. A quick test to determine lime requirements for lime stabilization. *Highway Research Board* pp: 61-72.
- Elert, K., Sebastian, E., Valverde, I., Rodriguez-Navarro, C., 2008. Alkaline treatment of clay minerals from the Alhambra formation: implications for the conservation of earthen architecture. *Applied Clay Science*, 39(3-4): 122-132.
- Elert, K., Nieto, JF., Azañón, M., 2017. Effects of lime treatments on marls. *Applied Clay Science* 135: 611–619.
- Elert, K., Azañón, JM., Nieto, F., 2018. Smectite formation upon lime stabilization of expansive marls. *Applied Clay Science* 158: 29–36.
- El Shinawi, A., 2017. Instability improvement of the subgrade soils by lime addition at Borg El Arab, Alexandria, Egypt. *Journal of African Earth Sciences* 130, 195-201
- Eslinger and Peaver, 1988. Clay minerals for petroleum geologists and engineers, SEPM Short course 22. Soc. Economic paleontologists and mineralogists, Tulsa, USA.
- Fagel, N., Thamó-Bózsó, E., Heim ,B., 2007. Mineralogical signatures of Lake Baikal sediments: source of sediment supplies through Late Quaternary. *Sedimentary Geology* 194: 37–59.
- Fagel, N., 2015. Cours Géologie des argiles, Département Géologie, Université de Liège. Belgique.
- Filliat, G., 1981. La pratique des sols et fondations. Editions du Moniteur.
- Fleureau, JM., Kheirbek, S., Soemitro, R., Taibi, S., 1993. Behavior of clayey soils on drying-wetting paths. *Canadian Geotechnical Journal* 30: 287-296.
- Gens A., Alonso E. E. (1992) A framework for the behaviour of unsaturated expansive clays. *Can. Geotech. J.* 29, pp 1013-1032
- Gueddouda, MK., Goual, I., Benabed, B., 2013. Effet de chaux, ciment et sel sur le potentiel de gonflement des argiles gonflantes des régions arides en Algérie. *European Journal of Environmental and Civil Engineering* 17 (5): 315–328.
- Guidobaldi, G., Cambi, C., Cecconi, M., Deneele, D., Paris, M., Russo, G., Vitale, E., 2017. Multi-scale analysis of the mechanical improvement induced by lime addition on a pyroclastic soil. *Engineering Geology* 221: 193–201

- Hachichi, A., Fleureau, JM., 1999. Caractérisation et stabilisation de quelques sols gonflants d'Algérie. *Revue Française de géotechniques* 86 : 37-51.
- Hachichi A.; Bourokba, S.A.; Benaïssa, A.; Fleureau, J.M. ; Hattab, M.; Taïbi, S., (2009) Etude des phénomènes retrait- gonflement et stabilisation des sols gonflants de la région d'Oran. 19ème Congrès Français de Mécanique Marseille.
- Hachichi A.; Bourokba Mrabent S.A.; Bengraa L; (2011) Influence de l'ajout de chaux sur le potentiel de gonflement et de la microstructure d'une argile naturelle d'Algérie. Séminaire international Innovation & Valorisation en Génie Civil & Matériaux de Construction, Maroc. 1P-259
- Holtz, WG., Gibbs, HJ., 1956. Engineering properties of expansive clays, *ASCE Transactions* 2814 (121): 641- 663.
- Holtzapffel, T., 1985. Les Minéraux Argileux : Préparation, Analyse diffractométrique et détermination. Société Géologique du Nord, France pp. 77-109. Publication n°12
- Khatab S.; (2002) Etude multi-échelle d'un sol plastique à la chaux». Thèse de doctorat Ecole Centrale de Paris.
- Khemissa, M., Mahamedi, A., Mekki, L., 2017. Laboratory investigation of the treatment effects by hydraulic binders on the physical and mechanical properties of an over consolidated expansive clay. *International Journal of Geotechnical Engineering*.
- Khemissa, M., Mahamedi, A., 2014. Cement and lime mixture stabilization of an expansive over consolidated clay. *Applied Clay Science* 95: 104–110.
- Kohler, S.J., Dufaud, F., Oelkers, E.H., 2003. An experimental study of illite dissolution kinetics as a function of pH from 1.4 to 12.4 and temperature from 5 to 50°C. *Geochimica and Cosmochimica Acta*, 67(19): 3583-3594.
- Konan, K.L., Peyratout, C., Bonnet, J.P., Smith, A., Jacquet, A., Magnoux, P., Ayrault, P., 2007. Surface properties of kaolin and illite suspensions in concentrated calcium hydroxide medium. *Journal of Colloid and Interface Science*, 307(1): 101-108.
- Konan, K.L., Peyratout, C., Smith, A., Bonnet, J.P., Rossignol, S., Oyetola, S., 2009. Comparison of surface properties between kaolin and metakaolin in concentrated lime solutions. *Journal of Colloid and Interface Science*, 339(1): 103-109.
- Lamas, F., Irigaray, C., Chacon, J., 2002. Geotechnical characterization of carbonate marls for the construction of impermeable dam cores. *Engineering Geology* 66: 283–294

- Lamas, F., Lamas-López, F., Bravo, R., 2014. Influence of carbonate content of marls used in dams: Geotechnical and statistical characterization. *Engineering Geology* 177: 32–39
- Laribi, S., Cojean, R., Audiguier, M., Grambin-Lapeyre, C., Geremew, Z., 2007. Essai d'adsorption de bleu de méthylène: influence de paramètres du protocole expérimental sur la valeur au bleu en fonction de la minéralogie des argiles. *Revue Française de Géotechnique* 120121: 83-90.
- Lasledj M.A.; (2009) Le gonflement et le traitement à la chaux des sols argileux éléments de synthèse des études réalisées au CRM. Thèse de doctorat Université d'Orléans, France.
- Lemaire, K., Deneele, D., Bonnet, S., Legret, M., 2013. Effects of lime and cement treatment on the physicochemical, microstructural and mechanical characteristics of a plastic silt. *Engineering Geology* 166: 255–261
- Le Roux A. (1975) Les différentes textures leur influence sur le comportement des sols argileux et marneux. *Géologia Applicata Indrogéologia* Vol. X part II, pp. 67-85.
- Le Runigo, B., Cuisinier, O., Cui, YJ., Ferber, V., Deneele, D., 2009. Impact of initial state on the fabric and permeability of a lime treated silt under long-term leaching. *Canadian Geotechnical Journal* 46 (11): 1243-1257.
- Little, D.N., 1995. Handbook for stabilization of pavement subgrades and base courses with lime. National Lime Association, Arlington, 219 p.
- Locat, J., Berube, M.A., Choquette, M., 1990. Laboratory investigations on the lime stabilization of sensitive clays - shear-strength development. *Canadian Geotechnical Journal*, 27(3): 294-304.
- Locat, J., Tremblay, H., Leroueil, S., 1996. Mechanical and hydraulic behaviour of a soft inorganic clay treated with lime. *Canadian Geotechnical Journal*, 33(4): 654-669.
- Locat, J., Berube, M.A., Choquette, M., 1990. Laboratory investigations on the lime stabilization of sensitive clays - shear-strength development. *Canadian Geotechnical Journal*, 27(3): 294-304.
- Luis, A., Deng, L., 2018. Development of mechanical properties of Edmonton stiff clay treated with cement and fly ash. *International Journal of Geotechnical Engineering*.
- Maison T., (2011) Analyse à l'échelle microscopique des phénomènes d'humectation et de dessiccation des argiles. Thèse de doctorat Ecole centrale Paris. 270p
- Maubec N., (2011) Approche multi-échelle du traitement des sols à la chaux études des interactions avec les argiles. Thèse de doctorat Université de Nantes. 217p

- Maubec, N., Deneele, D., Ouvrard, G., 2017. Influence of the clay type on the strength evolution of lime treated material. *Applied Clay Science* 137: 107–114
- Moghal, AAB., Chittoori, BCS., Basha, BM., Al-Mahbashi, AM., 2017. Effect of polypropylene fibre reinforcement on the consolidation, swell and shrinkage behaviour of lime-blended expansive soil. *International Journal of Geotechnical Engineering*.
- Nalbantoglu, Z., Tuncer, ER., 2001. Compressibility and hydraulic conductivity of a chemically treated expansive clay. *Canadian Geotechnical Journal* 38: 154–160.
- Nowamooz, H., Masrouri, F., 2007. Comportement hydromécanique des sols gonflants soumis aux cycles hydriques. *Revue Française de Géotechnique* 120-121 : 143-154.
- Osula, D.O.A., 1996. A comparative evaluation of cement and lime modification of laterite. *Engineering Geology*, 42(1): 71-81.
- Poppe, L.J., Paskevich, V.F., Hathaway, J.C., Blackwood, D.S., 2001. A laboratory manual for X-ray powder diffraction. U.S. Geological Survey, Open-File Report 01-041.
- Por, S., Nishimura, S., Likitlersuang, S., 2017. Deformation characteristics and stress responses of cement-treated expansive clay under confined one-dimensional swelling. *Applied Clay Science* 146: 316–324
- Quang, ND., Chai, JCh., 2015. Permeability of lime- and cement-treated clayey soils. *Canadian Geotechnical Journal* 52 (9): 1221-1227
- Rao, S.M., Shivananda, P., 2005. Role of curing temperature in progress of lime-soil reactions. *Geotechnical and Geological Engineering*, 23: 79-85.
- Rogers, C.D.F., Glendinning, S., 2000. Lime requirement for stabilization, in *Geomaterials 2000*. Transp. Res. Rec. 9–18.
- Rossi, P.L., Ildefonse, P., De Nobrega, M.T., Chauvel, A., 1983. Study of structural and mineralogical transformations caused by compaction with or without lime addition to lateric clays from Brazil. *Bull. Int. Assoc. Eng. Geol.* 28, 153–159.
- Rozalen, M., Huertas, F.J., Brady, P.V., 2009. Experimental study of the effect of pH and temperature on the kinetics of montmorillonite dissolution. *Geochimica and Cosmochimica Acta*, 73(13): 3752-3766.

- Schneider, J., Cincotto, M.A., Panepucci, H., 2001. ^{29}Si and ^{27}Al high-resolution NMR characterization of calcium silicate hydrate phases in activated blast-furnace slag pastes. *Cement and Concrete Research*, 31(7): 993-1001.
- Seed, H.B., Woodward, R.J., Lundgren, R., 1962. Prediction of swelling potential for compacted clays. *ASCE, Journal of the Soil Mechanics and Foundations Division* 88 (SM3): 53-87.
- Sergeyev Y. M., Osipov V. I., Sokolov V. N., Grabowska-Olszewska (1978) Types of microstructure of clayey soils. *Proc. 3rd Inter. Cong. Inter. Assoc. of Engineer. Geology*, 1, section II, pp. 319-327, Madrid.
- Sivapullaiah, P. V. et Manju, M. (2005). "Kaolinite-alkali interaction and effects on basic properties." *Geotechnical and Geological Engineering* 23(5): 601-614.
- Sol-Sánchez, M., Castro, J., Ureña, C.G., Azañón, J.M., 2016. Stabilisation of clayey and marly soils using industrial wastes: pH and laser granulometry indicators. *Engineering Geology* 200: 10–17
- Sposito G., Skipper N.T., Sutton R., Park S.H., Soper, A.K., Greathouse, J.A., 1999. Surface geochemistry of the clay minerals. *Proceedings of the National Academy of Sciences of the United States of America*, 96(7): 3358-336
- Thorez, J. 1976. Practical identification of clay minerals. A handbook for teachers and students in
- Thorez, 1985. Argillo genesis and the hydrolysis index. *Miner. Petrogr. Acta* 29, 313-338.
- clay mineralogy. Lelotte ed., Dison, Belgique. Touret O., Pons C. H., Tessier D., Tardy Y. (1990) Etude de la répartition de l'eau dans des argiles saturées Mg^{+2} aux fortes teneurs en eau. *Clay. Min.*, 25, pp. 217-233
- Ureña, C., Azañón, J.M., Corpas, F.A., Salazar, L.M., Ramírez, A., Rivas, F., Mochón, I, Sierra, M.J., 2015. Construcción de un terraplén con suelo estabilizado mediante el uso de agentes alternativos en la Autovía del Olivar. *Carreteras* 203: 63–72.
- Vakili, M.V., Chegenizadeh, A., Nikraz H., Keramatikerman, M., 2016. Investigation on shear strength of stabilised clay using cement, sodium silicate and slag. *Applied Clay Science* 124–125: 243–251
- Van Olphen H. (1963) Internal mutual flocculation in clay suspensions, *J. Colloid Sci.*, 19, pp.313-322.
- Velde, 1992. Introduction to clay minerals. Chapman and Hall.

- Velde, 1995. Origin and mineralogy of clays. *Clays and the environment*. Springer
- Vijayvergiya, VN., Ghazzaly, G., 1973. Prediction of swelling potential for natural clays. *Proceedings 3rd International Conference on Expansive Soil Haifa I*: 227-236.
- Vincent M., Cojean R., Fleureau J.-M., Cui Y. J., Jacquard C., Kazmierczak J.-B., Masrouri F., Tessier D., Alimi-Ichola I., Magnan J.-P., Blanchard M., Fabre D., Pantet A., Audiguier M., Plat E., Souli H., Taibi S., Tang A.-M., Morlock C., Maison T., Mrad M., Bréda N., Djeran-Maigre I., Duc M., Soubeyroux J.-M., Denis A., Proust D., Geremew Z., Le Roy S., Dumont M., Hemmati S., Nowamooz H., Coquet Y., Pothier C., Makki L., Chrétien M., Fontaine C. (2009). Rapport de synthèse final du projet ARGIC (Analyse du retrait/gonflement et de ses Incidences sur les Constructions) R Projet ANR-05-PRGCU005. Rapport BRGM/RP- 57011-FR en partenariat entre le Centre de Géosciences, le BRGM, le LMSSMat, le CERMES, Fondasol, l'INERIS, le LAEGO, l'INRA, le LGCIE, le LCPC, Météo-France, le GHYMAC et l'Université de Poitiers, 92 p., 29 ill., 6 tabl., 39 ann. (sur CD Rom).
- Vitale, E., Deneele, D., Russo, G., Ouvrard, G., 2016a. Short-term effects on physical properties of lime treated kaolin. *Applied Clay Science* 132-133: 223–231.
- Vitale, E., Russo, G., Deneele, D., 2016b. Multi-scale analysis on the effects of lime treatment on a kaolinite soil. 1st IMEKO TC-4 International Workshop on Metrology for Geotechnics, Benevento, Italy, March 17–18, 2016.
- Vitale, E., Deneele, D., Paris, M., Russo, G., 2017. Multi-scale analysis and time evolution of pozzolanic activity of lime treated clays. *Applied Clay Science* 141: 36–45.
- Wakim J., (2005) Influence des solutions aqueuses sur le comportement mécanique des roches argileuses. Thèse de doctorat école nationale supérieure des mines de Paris. France. 154p
- Walther, J.V., 1996. Relation between rates of aluminosilicate mineral dissolution, pH, temperature, and surface charge. *American Journal of Science*, 296(7): 693-728.
- Weaver, 1989. Clay, muds, and shale. *Developments in sedimentology* 44, Elsevier.