

## ANNEXE 2 : ARTICLES ISSUS DES TRAVAUX DE RECHERCHE

*Rapport final - Annexes Fondation MAIF*  
**ALEA ET RISQUE SECHERESSE**  
Armines – Centre de Géosciences,  
coordonnateur  
**Janvier 2009**



**Rapport final - Annexes Fondation MAIF**  
**ALEA ET RISQUE SECHERESSE**  
Armines – Centre de Géosciences,  
coordonnateur  
**Janvier 2009**



**Liste des publications**

Le projet de recherche sur « Aléa et risque sécheresse » a fait l'objet de plusieurs publications et présentations dont la liste est mentionnée ci-dessous. L'intégralité des articles, apparaissant dans le même ordre que la liste, fait l'objet du paragraphe suivant.

- Les quatre premiers articles (1 à 4) ont été publiés dans un numéro spécial de la RFG : Revue Française de Géotechnique consacré à la Sécheresse géotechnique et coordonné par Armines-Centre de Géosciences ;
  - Le 5<sup>ème</sup> a été publié dans le Bulletin of Engineering Geology and the Environment, le 6<sup>ème</sup> est en cours de publication dans la même revue ;
  - Les quatre dernières communications (7 à 10) ont été publiées dans le volume 1 du Symposium international SEC 2008.
1. Cojean R. (2007). *La sécheresse géotechnique*. Revue Française de Géotechnique, n° 120-121, pp.7-9
  2. 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, n° 120-121, pp.67-82
  3. 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, n° 120-121, pp.83-90
  4. Toulemont M., Cojean R. (2007). *La prévention des risques liés à la sécheresse géotechnique : une expérience transposable à d'autres aléas naturels*. Revue Française de Géotechnique, n° 120-121, pp.215-220
  5. Laribi S., Audiguier M., Cojean R. (2008). *Assessing shrink/swell properties of two argillaceous soils from the Paris Basin: a comparison of cation exchange determination methods*. Bulletin of Engineering Geology and the Environment, vol. 67, n°3, pp.415-424
  6. Geremew Z., Audiguier M., Cojean R. (2009). *Analyse du comportement d'un sol argileux sous sollicitations hydriques cycliques*. Bulletin of Engineering Geology and the Environment (A paraître).
  7. Laribi S., Audiguier M., Cojean R. (2008). *Influence du mode de séchage des sols argileux sur la détermination de la capacité d'échange cationique*. Symposium International Sécheresse et Constructions « SEC 2008 », vol.1 pp.215-222.

8. Audiguier M., Geremew Z., Cojean R. (2008). *Relation entre les microstructures de deux sols argileux de la région parisienne et leur sensibilité au retrait-gonflement*. Symposium International Sécheresse et Constructions « SEC 2008 », vol.1 pp.235-244.
9. Geremew Z., Audiguier M., Cojean R. (2008). *Comportement de sols argileux soumis à des sollicitations hydriques cycliques*. Symposium International Sécheresse et Constructions « SEC 2008 », vol.1 pp.245-256.
10. Cojean R. (2008). *Présentation de projets de recherche récents ou en cours se rapportant à la sécheresse géotechnique*. Symposium International Sécheresse et Constructions « SEC 2008 », vol.1 pp.427-430.

## Publications

### 1 RFG 1

## La sécheresse géotechnique

Cojean Roger

Centre de Géosciences, Ecole des Mines de Paris,  
Bâtiment IFI, UMLV, Cité Descartes, 77454 Marne-la-Vallée cedex 2  
[roger.cojean@ensmp.fr](mailto:roger.cojean@ensmp.fr)

### **La sensibilité des sols argileux au retrait-gonflement : facteurs de prédisposition, facteurs déclenchants, facteurs environnementaux, facteurs anthropiques**

Les processus de retrait-gonflement des sols argileux, générateurs de tassements différentiels et de dommages au bâti, trouvent leur origine dans des facteurs de prédisposition relatifs à la *composition minéralogique* et la *texture* des sols concernés. Ces facteurs résultent de l'histoire géologique des sols argileux - sédimentation, diagenèse, altération - et des sollicitations hydriques, thermiques et mécaniques correspondantes, passées et actuelles. Le déclenchement des processus de retrait-gonflement, de même que leur préparation, leur entretien ou leur réactivation, résulte de facteurs environnementaux : contexte climatique et scénarios climatiques, cadre géologique et géomorphologique, contexte hydrologique et hydrogéologique, type d'occupation du sol par le bâti, type de végétation présente à proximité du bâti. Certains de ces facteurs sont d'origine anthropique et l'homme doit parfois être reconnu comme un facteur aggravant ces processus de retrait-gonflement. Dans certains cas il faut admettre qu'il est directement à l'origine des dommages occasionnés au bâti par suite d'un manquement aux règles de l'art de la construction.

La majorité des sols argileux est sensible au phénomène de retrait-gonflement. Cette sensibilité, à l'échelle de l'échantillon de laboratoire, varie principalement en fonction de plusieurs facteurs :

- la nature et la proportion des *minéraux argileux* présents dans les sols argileux. Ces minéraux, de la famille des phyllosilicates, présentent une surface spécifique, une capacité d'échange de cations et une affinité pour les molécules d'eau dipolaires importante et très variable suivant leur espèce minéralogique.
- la *texture* des sols argileux et les caractéristiques géométriques du *milieu poreux*, contrôlant la plus ou moins grande facilité d'accès des molécules d'eau aux sites d'adsorption représentés principalement par les minéraux argileux et secondairement par des colloïdes.
- la présence d'*autres minéraux* (quartz, carbonates, etc.) et leur disposition en rapport avec la texture du sol argileux, pouvant contrarier les accès des molécules d'eau aux sites d'adsorption.

- la *densité initiale* du matériau. Plus la densité initiale du matériau est forte (ou son indice des vides faible), plus la capacité du matériau à développer des pressions de gonflement, s'il est mis en présence d'eau, est *a priori* forte, de même que l'amplitude de gonflement. A l'inverse, plus la densité initiale du matériau est faible (ou son indice des vides fort), plus son aptitude à donner lieu au phénomène de retrait en période de sécheresse est *a priori* élevée.
- la *teneur en eau initiale* du sol, par comparaison avec ses limites de retrait, de plasticité et de liquidité, qui contrôle évidemment la plus ou moins grande capacité du sol à se rétracter ou à gonfler suivant le type de sollicitation hydrique.

A l'échelle de la formation géologique et non plus de l'échantillon de laboratoire, la structure géologique contrôle également fortement l'accès de l'eau aux zones et sites d'adsorption. Des intercalations silteuses ou sableuses ou bien la présence de fissures verticales éventuellement colmatées de produits silteux favorisent les échanges hydriques au sein de la formation géologique et au niveau de l'interface sol-atmosphère.

Les *altérations et remaniements de surface* (présence d'altérites et de colluvions argileuses, développement de profils pédologiques) conduisent également à une structuration complexe des formations superficielles argileuses, cette structuration allant généralement dans le sens d'un plus facile accès de l'eau aux zones et sites d'adsorption et donc une plus grande sensibilité de ces formations argileuses aux processus de retrait-gonflement.

Enfin l'envahissement des sols argileux, en profondeur, par *le système racinaire* de la végétation arbustive ou arborée est à mettre en rapport avec des processus d'extraction d'eau *in situ* particulièrement efficace dans les processus de retrait des sols, cette extraction se réalisant au sein même de la formation argileuse sur de grandes profondeurs et non depuis la seule surface du terrain naturel.

Ainsi, ces différents facteurs, à considérer depuis l'échelle de l'échantillon de laboratoire jusqu'à l'échelle de la formation géologique sur le terrain, contrôlent les amplitudes et les cinétiques de retrait ou de gonflement des sols argileux.

Observons aussi que *l'état de référence des sols superficiels* est très variable suivant le *contexte climatique zonal*. Dans le cas des pays de climats tropicaux secs (régions désertiques ou semi-désertiques) et méditerranéens, où l'état de référence des sols est généralement un état de sol sec ou de faible teneur en eau la plus grande partie de l'année, la sollicitation hydrique à l'origine des dommages est très souvent représentée par un apport d'eau inhabituel, générateur de processus de gonflement des sols argileux. A l'inverse, dans le cas des pays de climats tempérés océaniques ou continentaux, où l'état de référence des sols est le plus souvent un état de sol humide, la sollicitation hydrique à l'origine des dommages est un assèchement des sols en surface, sollicitation d'origine climatique ou liée à l'action de la végétation, génératrice de processus de retrait des sols argileux.

Observons enfin que les processus de retrait et les processus de gonflement sont tous deux en cause dans la « sécheresse géotechnique », ces deux types de processus ayant évidemment leurs caractéristiques propres, à étudier spécifiquement, au travers d'essais de retrait et de gonflement conduits au laboratoire, d'essais sur modèles physiques, de suivis expérimentaux *in situ* des profils hydriques ainsi que des tassements ou des gonflements des sols, de simulations numériques adaptées.

L'ensemble de ces sujets fait actuellement l'objet de travaux de recherche qui ont contribué à alimenter ce numéro spécial. Il faut citer, parmi les travaux les plus récents ou en cours et dans l'ordre chronologique : le projet RGPU : « Retrait-gonflement des sols argileux » arrivé récemment à échéance, le projet en cours « Aléa et risque sécheresse » soutenu par la Fondation MAIF, le projet ANR-RGPU en cours : « Argic : Analyse du retrait-gonflement et de ses incidences sur les constructions », le projet en cours « Sécheresse géotechnique et bâti. Indicateurs de sécheresse géotechnique et de sinistralité sécheresse pour l'Île-de-France » du GIS R2DS Île-de-France, Réseau de Recherche sur le Développement Durable. Signalons aussi les différents travaux des bureaux d'étude, des entreprises, des assureurs et des différentes communautés administratives qui apportent leurs contributions à la connaissance générale des processus de retrait-gonflement des sols argileux, aux méthodes de prévention et aux techniques de réparation des dommages au bâti ou de limitation des effets néfastes de la sécheresse géotechnique.

### *Une synthèse provisoire réalisée à partir de multiples approches*

Ce numéro double de la RFG prend appui sur les communications présentées lors de la Journée technique commune CFGI-CFMS organisée le 18 janvier 2007, avec plus de 150 participants. Il a été enrichi par d'autres contributions sollicitées. Ce numéro spécial permet ainsi de donner une bonne illustration des préoccupations de recherche ou d'étude de différentes institutions académiques ou professionnelles dans le domaine de la sécheresse géotechnique. Les articles proposés rendent compte de la diversité des domaines scientifiques et techniques concernés par le sujet de la sécheresse géotechnique : climatologie et météorologie, géologie et géomorphologie, pédologie et botanique, géotechnique et engineering geology, technologie des constructions. Les différentes disciplines scientifiques ou techniques concernées interviennent dans la caractérisation de l'aptitude des sols au retrait-gonflement, dans l'analyse des processus physiques en cause, dans la définition des techniques constructives adéquates pour contrarier les phénomènes de retrait-gonflement ou en limiter les effets dommageables pour le bâti.

Ainsi, on trouvera les thèmes suivants développés ou illustrés par de nombreux auteurs, dans l'ordre de présentation du sommaire de ce numéro :

**Thème 1:** Typologie des sécheresses. Facteurs de préparation et de déclenchement. Indicateurs climatiques. Retours d'expériences sur les caractéristiques des sécheresses passées. Changement climatique global et événements extrêmes.

*Articles de M. Blanchard et al., H. De Solère, J.-M. Grésillon et al.*

**Thème 2:** Profils hydriques dans les sols argileux. Rôle de la végétation dans les processus de propagation de la sécheresse dans les sols argileux. Rôles du bâti et de son environnement sur les profils hydriques au voisinage du bâti. Mesures in situ et surveillance. Modélisation des échanges à l'interface sol-atmosphère et simulation numérique des profils hydriques.

*Articles de D. Tessier et al., M. Vincent et al., Y.-J. Cui et al.*

**Thème 3:** Minéralogie et texture des sols argileux et des marnes. Relations eau - argiles. Caractérisation de l'aptitude au retrait-gonflement des sols argileux. Caractérisations thermo-hydro-mécaniques des processus de retrait-gonflement. Approches expérimentales au laboratoire. Modélisation des essais de retrait-gonflement des sols argileux.

*Articles de M. Audiguier et al., S. Laribi et al., M. Chrétien et al., J.-F. Serratrice, M. Mrad et al., H. Souli et al., H. Nowamooz et al.*

**Thème 4:** Impacts de la sécheresse géotechnique sur les constructions. Pathologie des constructions soumises à la sécheresse géotechnique. Dispositions constructives et reprises en sous-œuvre. Retours d'expérience.

*Articles de C. Jacquard, A. Denis et al., D. Cousin et al., A. Monjoie et al.*

**Thème 5:** Cartographie de l'aléa sécheresse. Plans de Prévention des Risques. Politiques de gestion du risque de sécheresse géotechnique en France.

*Articles de M. Vincent et al., H. F. Kaveh et al., M. Toulemont et al.*

**Thème 6:** Rôle du secteur assurantiel dans l'indemnisation des dommages. Retours d'expérience des experts d'assurance.

*Articles de C. Roume, R. Nussbaum.*

*Remerciements aux auteurs qui ont construit ce numéro spécial « Sécheresse géotechnique ».*

*Remerciements aux relecteurs qui ont réalisé les évaluations des manuscrits : Ibrahim Alimi-Ichola, Roger Cojean, Yves Coquet, Yu Jun Cui, Pierre Delage, Michel Deveughèle, Myriam Duc, Jean-Louis Durville, Etienne Flavigny, Jean-Marie Fleureau, Stéphane Fortier, Jean-Michel Grésillon, Alain Guilloux, Florence Habets, Jean-Vivien Heck, Pierre Hubert, Catherine Jacquard, Emmanuel Ledoux, Jean-Pierre Magnan, Philippe Mestat, Jean-Marc Moisselin, Roland Nussbaum, Anne Pantet, Frédéric Pellet, Dominique Proust, Michel Segard, Patrick Simon, Eric Tadbir, Jean-Paul Tisot.*

## 2 RFG 2

### Caractérisation au laboratoire de la sensibilité au retrait-gonflement des sols argileux

#### Laboratory characterization of clayed soils to shrinkage-swelling susceptibility

Audiguier Martine, Geremew Zemenu, Laribi Saoussen, Cojean Roger

Centre de Géosciences, Ecole des Mines de Paris,  
Bâtiment IFI, UMLV, Cité Descartes, 77454 Marne-la-Vallée cedex 2  
[martine.audiguier@ensmp.fr](mailto:martine.audiguier@ensmp.fr), [zemenu.geremew@ensmp.fr](mailto:zemenu.geremew@ensmp.fr), [saoussen.laribi@ensmp.fr](mailto:saoussen.laribi@ensmp.fr),  
[roger.cojean@ensmp.fr](mailto:roger.cojean@ensmp.fr)

#### Résumé

La présence de plusieurs formations argileuses affleurantes ou sub-affleurantes en région parisienne classe cette région parmi les plus vulnérables à la sécheresse géotechnique. Deux formations sont plus particulièrement concernées : les Argiles vertes de Romainville et les Marnes bleues d'Argenteuil. Elles sont responsables du plus grand nombre de sinistres enregistrés sur le bâti depuis la loi du 13 juillet 1982 qui reconnaît la sécheresse géotechnique comme catastrophe naturelle. Une diminution anormale du taux d'humidité du sol entraîne un phénomène de retrait, suivi lors des précipitations suivantes, d'un phénomène de gonflement dû à une réhumidification. C'est la conjugaison de ces deux facteurs (retrait et gonflement) qui est responsable des désordres observés sur le bâti.

En prenant appui sur ces deux formations, une étude des facteurs de prédisposition au phénomène de retrait-gonflement des sols a été menée portant sur les caractéristiques minéralogiques, microstructurales, géotechniques et hydromécaniques. Cette étude met en évidence l'importance des minéraux argileux et plus particulièrement des smectites sur le phénomène de retrait-gonflement et sur les transformations microstructurales qui en découlent. Elle souligne aussi le rôle que peuvent jouer d'autres minéraux (carbonates, pyrite) présents dans le sol sur l'évolution microstructurale du matériau naturel ou remanié, lors de l'hydratation.

Les principaux paramètres géotechniques rendant compte de l'activité d'un sol argileux sont énoncés et quelques classifications basées sur ces paramètres sont données en exemple.

Enfin l'évolution de la microstructure de ces matériaux au cours des cycles séchage-humidification est analysée.

**Mots clés :** *sols argileux, sécheresse géotechnique, retrait-gonflement, minéralogie, microstructure, courbes de rétention, porosimétrie, microscope électronique à balayage, cycles séchage-humidification, gonflement libre.*

## Abstract

The presence of expansive soils in some parts of the Paris area makes this area one of the most highly affected by drought-induced geotechnical problems. Among these soils, the green clay of Romainville (“Argiles vertes de Romainville”) and the blue marls of Argenteuil (“Marnes bleues d’Argenteuil”) are responsible for the large amount of damage to buildings as recorded since the swelling – shrinkage phenomenon was recognized as a “natural catastrophe” according to the law dated 13<sup>th</sup> July 1982. The shrinkage of the clayey soils while water is abnormally evaporated during the summer season is followed by swelling while water infiltrates as a consequence of a long period of rainfall during the autumn or winter seasons. The combination of shrinkage and swelling results in damage observed on the buildings.

Both formations were analysed in the laboratory by reference to shrinkage and swelling susceptibility. For this purpose, the mineralogy, the microstructure, the geotechnical and some hydromechanical parameters were characterized. This study highlights the importance of clay minerals, more particularly smectites, on the swelling-shrinkage behaviour of soils as well as on the resulting microstructural transformations. It underlines also the role of other minerals (carbonates, pyrite) on the microstructural evolution of the intact or remolded soils during the hydration process.

The principal geotechnical parameters for characterising the activity of a clay soil are stated and some classifications based on these parameters are given as examples. Finally the microstructural evolution of these materials during cycles of wetting and drying is studied.

**Key words:** *clay soil, geotechnical drought, shrinkage-swelling, mineralogy, microstructure, soil water retention curve, porosimetry, scanning electron microscopy, wetting-drying cycles, free swelling.*

## Introduction

La sécheresse géotechnique est à l’origine de nombreux sinistres enregistrés en France sur les bâtiments et plus particulièrement sur les maisons individuelles fondées superficiellement.

Elle résulte de l’évolution anormale du profil hydrique des sols vers des faibles teneurs en eau après des périodes de sécheresse climatique relativement longues ou survenant alors que l’état hydrique du sol n’est pas encore revenu à son profil d’équilibre. La sécheresse géotechnique se traduit par un phénomène de retrait des sols argileux suivi, à l’épisode de précipitations suivantes, par un phénomène de gonflement dû à une réhumidification.

La répétition des cycles de retrait-gonflement est responsable des désordres observés sur le bâti. En effet, à la fin de chaque cycle le sol ne revient pas totalement à l’état précédent, il subit des transformations microstructurales irréversibles qui sont responsables de déformations à l’échelle macroscopique. Ces dernières ont pour conséquence des mouvements du bâti compensés en partie d’une saison à l’autre, mais qui globalement ont tendance à s’amplifier au cours du temps. Ainsi il peut s’écouler plusieurs mois, voire plusieurs saisons, avant que les premiers désordres n’apparaissent.

Un changement de l'état hydrique du sol se traduit généralement par des variations de volume dont l'origine provient de deux types de phénomènes :

- D'une part, des phénomènes physico-chimiques dus aux interactions entre l'eau interstitielle, la matrice poreuse et les particules argileuses ;
- D'autre part, des phénomènes hydromécaniques découlant de l'histoire des contraintes subies par le matériau au cours des temps géologiques.

Ainsi à un état de contrainte totale donné, un changement dans l'environnement hydrique d'un sol conduit à une modification de la pression interstitielle ou de la succion qui dans un sol saturé est directement liée à une variation de l'état de contrainte effective par la relation de Terzaghi. Cette variation de contrainte effective est responsable d'une variation de volume. Dès que le sol se désature il est nécessaire de prendre en compte les effets combinés liés aux variations de deux variables de contraintes indépendantes : la contrainte nette ( $\sigma - u_a$ ) et la succion ( $u_a - u_w$ ). La variation de volume est obtenue par le biais de modèles de comportement des sols non saturés de type surface d'état :  $e = F(\sigma - u_a, u_a - u_w)$  (Matyas et Radhakrisna 1968) ou élastoplastique (modèle BBM, Alonso et al. 1990).

L'Ile-de-France, constituée essentiellement de formations d'âge tertiaire où alternent des formations calcaires, gypseuses et argileuses (Figure 1) est une des régions les plus touchées avec la région Midi-Pyrénées et la région Poitou-Charentes.

Parmi ces formations argileuses deux sont plus particulièrement sensibles au retrait-gonflement. Il s'agit des Marnes bleues d'Argenteuil (MBA) appartenant au Bartonien, étage de l'Eocène supérieur et des Argiles vertes de Romainville (AVR) appartenant au Stampien, étage de l'Oligocène inférieur. Elles sont présentes sur l'ensemble de l'Ile-de-France et leur profondeur variable résulte du contexte géomorphologique. La vulnérabilité au retrait-gonflement de ces formations est d'autant plus grande qu'elles sont à l'affleurement, ou sous faible recouvrement, ou en situation de pente.

Les travaux présentés dans cet article s'appuient essentiellement sur l'Argile verte de Romainville. Les Marnes Bleues d'Argenteuil ne sont citées qu'à titre de comparaison pour souligner le rôle joué par la minéralogie dans le comportement des sols soumis à des sollicitations hydriques.

En prenant appui sur les résultats d'essais, les principales caractérisations au laboratoire de l'aptitude au retrait gonflement sont passées en revue et les conséquences de ce phénomène sur les modifications microstructurales sont étudiées. Les aspects hydromécaniques sont abordés à travers l'étude microstructurale d'échantillons d'Argile verte de Romainville soumis à des cycles successifs de séchage - humidification.

## Minéralogie des sols argileux

### Les minéraux argileux

De part leurs propriétés cristallo-chimiques et électriques, les minéraux argileux jouent un rôle déterminant dans le processus de retrait-gonflement. Ils font partie de la famille des phyllosilicates et présentent donc une structure en feuillets. Le feuillet élémentaire est constitué de deux couches :

- La couche tétraédrique (couche T) formée par des tétraèdres dont les bases sont coplanaires et les sommets orientés dans une même direction. Ils forment un réseau plan à

maille hexagonale. Les sommets sont occupés par des anions  $O^{2-}$  qui enserrant au centre un cation  $Si^{4+}$ .

- La couche octaédrique (couche O) constituée par deux plans d'anions  $O^{2-}$  ou  $OH^-$  disposés en assemblage hexagonal compact. Le centre des octaèdres est occupé généralement par un cation  $Al^{3+}$ .

Les cations peuvent être substitués par des cations de valence moindre,  $Si^{4+}$  par  $Al^{3+}$  ou  $Fe^{3+}$  ou  $Fe^{2+}$ ... ;  $Al^{3+}$  par  $Fe^{3+}$  ou  $Fe^{2+}$  ou  $Mg^{2+}$ ... Les deux couches sont interdépendantes : les  $O^{2-}$  des sommets des tétraèdres sont partagés avec un plan de la couche octaédrique.

L'assemblage de ces 2 couches permet de définir plusieurs types de feuillets élémentaires qui constituent différentes familles de minéraux argileux.

Trois familles principales seront abordées ici :

La famille de la kaolinite (Figure 2) est constituée d'une couche T et d'une couche O et ne présente que peu ou pas de substitution. L'épaisseur du feuillet élémentaire est de 7 Å.

Les particules argileuses se présentent sous forme de cristallites par association de plusieurs feuillets reliés entre eux par des liaisons hydrogènes ne laissant aucune possibilité de passage aux molécules d'eau (Tessier 1984). Elles forment ainsi des plaquettes rigides de quelques centaines de nanomètres à quelques microns d'extension et de quelques dizaines de nanomètres d'épaisseur.

La famille de l'illite (Figure 3) de type TOT est constituée d'une couche octaédrique entourée de deux couches tétraédriques. Le feuillet élémentaire a une épaisseur de 10 Å. Ce feuillet élémentaire présente des substitutions isomorphiques dans la couche T (Si par Al) et/ou dans la couche O (Al par Mg, Mg par Li, ...) créant ainsi un déficit de charge comblé par des cations  $K^+$  qui ont exactement la dimension des cavités de surface du feuillet où ils sont piégés et qui servent de lien entre les feuillets. Cette liaison par le cation  $K^+$  est si forte que les molécules d'eau ne peuvent accéder à l'espace interfoliaire. Les cations  $K^+$  sont non hydratés et non échangeables (Tessier 1984). Les particules d'illite se présentent aussi, comme la kaolinite, sous forme de cristallites de quelques dizaines de feuillets.

La famille des smectites (Figure 3) est de même configuration que la précédente mais présente un déficit de charge plus faible, comblé dans l'espace interfoliaire par des cations compensateurs hydratés tel que le sodium ( $Na^+$ ) ou le calcium ( $Ca^{++}$ ). L'épaisseur des feuillets varie généralement entre 12 et 20 Å selon la nature et l'hydratation du cation. La liaison entre les feuillets, de faible énergie, est assurée par les cations compensateurs. Les particules de smectite sont caractérisées par une grande extension (1µm) par rapport à l'épaisseur, leur conférant un aspect rubané (Figure 4).

A ces 3 familles principales s'ajoute celle des interstratifiés qui regroupe les minéraux argileux formés par une succession de feuillets élémentaires appartenant à 2 familles d'argiles différentes. Il existe 2 types d'interstratifiés, les interstratifiés réguliers : alternés (ABAB) ou ségrévés (AAABBB) et les interstratifiés irréguliers dont l'empilement des feuillets ne présente aucune périodicité. Les interstratifiés illite-smectite, de différents types, sont très fréquents dans les sols argileux présentant une aptitude au retrait-gonflement.

Les minéraux argileux contenus dans les Argiles vertes de Romainville et les Marnes bleues d'Argenteuil sont représentés par de l'illite, de la kaolinite, des smectites et des interstratifiés illite-smectite.

## Relation eau - particules argileuses

Comme il a été souligné dans le paragraphe précédent le processus d'hydratation affecte essentiellement les smectites. Il comporte différentes échelles :

- Le déficit de charge des particules argileuses leur confère un pouvoir d'adsorption de dipôles d'eau sur leur surface externe. Dans le cas des smectites, à la surface externe s'ajoute la surface interne (ou interfoliaire) qui, étant donné la morphologie des particules, peut être considérable. Ceci est mis en évidence par les travaux de Saiyouri et al (2000, 2004) synthétisés dans le graphe de la Figure 5 (Delage 2007). L'étude de la diffraction RX aux petits angles de l'hydratation d'une smectite MX80 compactée, dont les résultats sont analysés à partir du modèle probabiliste de Pons (Pons et al. 1981), montre qu'au fur et à mesure de l'hydratation (et de la diminution de la succion à laquelle est soumise l'échantillon), la distance entre les feuilletts élémentaires augmente par adsorption progressive de couches d'eau. Ainsi pour une succion inférieure à 50MPa l'hydratation intraparticulaire passe de une à deux couches d'eau, à partir de 7 MPa elle est de 3 couches pour atteindre 4 couches dans le cas d'une succion quasi nulle. Dans le même temps les particules se divisent et leur épaisseur passe de plusieurs centaines de feuilletts à une dizaine, augmentant ainsi de façon considérable l'espace interparticulaire accessible à l'eau.

- A l'échelle de l'agrégat, prend place l'eau adsorbée par condensation capillaire aux points de contact entre les particules ou les agrégats (Prost 1990, Van Damme 2002).

Certains auteurs (Durand 1995, Qi 1996) parlent d'eau interne à l'échelle de la particule et d'eau externe à l'échelle de l'agrégat et entre les agrégats. La proportion d'eau interne et externe dépend de la nature de l'argile, des cations échangeables, de la température et de la salinité de l'électrolyte. Ainsi la présence de  $\text{Na}^+$  et  $\text{Mg}^+$  favorise l'eau interne. A l'opposé les cations  $\text{Ca}^{2+}$  et  $\text{K}^+$  favorisent l'eau externe. De même, de fortes températures ou salinités sont défavorables à l'adsorption d'eau interne (Turki 1987).

## Minéraux non argileux

Les sols argileux sont composés, outre les argiles, d'autres minéraux en proportions variables qui sont susceptibles de jouer également un rôle dans le processus de retrait-gonflement. Ainsi, la plupart des sols argileux de la région parisienne contiennent des carbonates sous forme de calcite et de dolomite. Afin d'illustrer le rôle joué par ces minéraux dans le processus de retrait-gonflement, sont présentés ici des résultats d'essais réalisés sur les deux formations évoquées en introduction : l'Argile verte de Romainville (AVR) et la Marne bleue d'Argenteuil (MBA) (Tableau 1).

Ces deux formations sont des matériaux fins dont le pourcentage de particules inférieures à  $2 \mu\text{m}$  est supérieur à 80 %. Leur composition minéralogique est voisine ; outre les minéraux argileux évoqués dans le paragraphe précédent, les autres minéraux présents sont essentiellement du quartz et des carbonates : calcite et dolomite en proportions variables. Ces carbonates sont plus représentés dans les Marnes bleues d'Argenteuil. Les limites d'Atterberg ( $w_L$ ,  $I_p$ ,  $I_r$ ,...) les classent dans les matériaux à fort potentiel de gonflement (voir tableau 1).

Des essais de gonflement libre ont été réalisés sur des échantillons intacts et des échantillons remaniés à la limite de liquidité et ramenés à la teneur en eau initiale. Dans cet essai, un échantillon est placé dans un moule oedométrique, sous une charge très faible (de l'ordre du poids du piston) en contact, par l'intermédiaire d'une pierre poreuse, avec de l'eau à la

pression atmosphérique. Le taux de gonflement libre, rapport entre la déformation maximale de l'éprouvette et la hauteur initiale, est mesuré.

Les résultats de ces essais montrent que les gonflements libres des échantillons de AVR intacts et remaniés ne varient que de quelques pourcents avec cependant un résultat légèrement supérieur dans le cas de l'échantillon remanié. Pour les échantillons de MBA le gonflement de l'échantillon remanié est six fois plus grand que celui de l'échantillon intact. Ce résultat peut certainement être attribué à la présence des carbonates dont le pourcentage est plus important dans les échantillons de MBA que dans les échantillons de AVR. Ces minéraux contribuent à l'édification d'un squelette rigide qui s'oppose au gonflement, mais qui est néanmoins fragile puisque détruit par le remaniement.

La pyrite est présente de façon accessoire, généralement concentrée en amas ou lit (Figure 6). La pyrite s'oxyde en présence d'oxygène pour donner des sulfates qui par association avec des ions  $\text{Ca}^{++}$  forment de l'anhydrite ( $\text{CaSO}_4$ ). En présence d'eau l'anhydrite se transforme en gypse ( $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ). Ces transformations sont responsables de pressions de gonflement et de taux de gonflement importants, phénomènes connus et redoutés des géotechniciens car souvent à l'origine de désordres dans les terrassements.

## Microstructure des sols argileux

### Définitions

Dans les sols argileux, les particules argileuses et les grains minéraux non argileux, en proportions variables, forment un arrangement structural illustré par la représentation schématique de Collins et Mc Gown (1974) (Figure 7). Dans les sols de faible densité, les minéraux se rassemblent pour donner une structure en agrégats plus ou moins réguliers, formés par des argiles et/ou des grains minéraux. Ces agrégats sont reliés par des ponts argileux. Dans les sols plus denses, la notion de structure en agrégats n'est plus applicable car les agrégats ne sont plus distincts les uns des autres, on parle alors de structure matricielle à dominante argileuse ou granulaire.

La plupart des auteurs, sous des terminologies différentes (Yong 1999a, Gens et Alonso 1992), s'accordent à définir un schéma d'organisation des sols gonflants en trois niveaux structuraux qui jouent un rôle déterminant dans le processus de retrait-gonflement. (Figure 8) :

- Infrastructure = particule argileuse ;
- Microstructure = agrégats (clusters en anglais) formés par les particules argileuses et les autres composants du sol ;
- Macrostructure = assemblage macroscopique des agrégats formant les « pieds ».

Cet arrangement structural détermine la forme et la taille du réseau poreux associé. A partir d'un sol contenant essentiellement des minéraux argileux de type smectitique, Touret (1990) a défini trois classes ou familles de pores (Figure 9) qui sont aussi applicables à des sols contenant une phase granulaire.

- La porosité interfoliaire et lenticulaire ou intraparticulaire ;
- La porosité interparticulaire ou intra agrégat ;
- La porosité interagrégat.

La taille moyenne des différentes classes varie suivant les auteurs. Cependant, en s'appuyant sur une synthèse de résultats bibliographiques, Al-Mukhtar et al. (1996), Robinet et al. (1996)

donnent les valeurs moyennes suivantes : 1 à 2,5 nm pour la porosité intraparticulaire, 2,5 à 150-200 nm pour la porosité interparticulaire et supérieure à 150-200 nm pour la porosité interagrégat.

## Exemples

A titre d'exemple, les caractérisations structurales de l'état naturel de l'Argile verte de Romainville (AVR,  $w = 25\%$ ) et de la Marne bleue d'Argenteuil (MBA,  $w = 30\%$ ) sont présentées, ainsi que celles de l'Argile verte de Romainville sous 2 configurations lithologiques différentes. Ces caractérisations sont d'une part, qualitatives à partir de l'observation au microscope électronique à balayage (MEB) et d'autre part, quantitatives par la mesure de la distribution des diamètres d'accès de pores par porosimétrie au mercure, en se référant à la loi de Jurin appliquée à un modèle de pores cylindriques (Figures 10 et 11).

Les distributions obtenues sur les deux formations sont unimodales centrées entre 100 et 200 nm. Elles présentent une queue de distribution vers les petits diamètres, dénotant une porosité interparticulaire et intraparticulaire non accessible par la porosimétrie au mercure. Ces courbes sont caractéristiques d'une structure matricielle argileuse (Audiguier et Delage 1987) dans laquelle l'architecture en agrégats n'apparaît pas. L'observation des 2 formations au MEB montre que la microstructure est compacte et qu'elle présente un arrangement préférentiel des particules argileuses parallèlement au litage.

La comparaison des courbes de distributions de l'Argile verte de Romainville intacte ( $w = 25\%$ ) et sous forme de colluvions argileuses ( $w = 32\%$ ) (Figure 12) met en évidence l'existence d'une famille vers les très faibles diamètres (porosités inter et intraparticulaire), dans le cas des colluvions. Cette famille dénote une déstructuration du matériau qui favorise l'apparition de particules argileuses dispersées ou sous forme d'amas de quelques particules.

Afin de mettre en évidence les changements de microstructure au cours du séchage ou de l'humidification, 3 échantillons d'Argile verte de Romainville ont été étudiés à différents états hydriques :

- Séché à l'étuve ;
- Naturel (teneur en eau  $25\%$ ), lyophilisé : la lyophilisation est une méthode de déshydratation qui consiste en une congélation rapide des échantillons dans de l'azote liquide amené à son point de congélation ( $-210^{\circ}\text{C}$ ) par application du vide, suivi d'une phase de sublimation sous vide en plaçant les échantillons dans un lyophilisateur (Delage et Pellerin 1984) ;
- Après gonflement libre (teneur en eau  $39\%$ ), lyophilisé.

Sur les Figures 13a et 13b sont représentées respectivement les courbes porosimétriques cumulées et dérivées des 3 états hydriques et sur les Figures 14 a, b, c les images correspondantes obtenues au MEB.

Le volume poreux, rapporté au poids sec, de l'échantillon séché à l'étuve est de  $130\text{ mm}^3\text{g}^{-1}$  pour un diamètre moyen de 40 nm. La microstructure correspondante est très compacte et le réseau poreux pratiquement inexistant à l'échelle de l'observation au MEB. L'ensemble des amas de particules s'est rétracté à l'échelle microscopique, ce phénomène se traduisant par l'apparition de fissures de rétraction à l'échelle macroscopique.

L'échantillon naturel lyophilisé présente un volume poreux rapporté au poids sec de l'ordre de  $200\text{ mm}^3\text{g}^{-1}$  pour un diamètre moyen d'accès de pores de 150 nm. L'observation au MEB met en évidence l'ouverture de microfissures de gonflement (porosité bidimensionnelle) qui

initient dans la matrice argileuse la formation d'agrégats primaires ou qui révèlent une structure en agrégats déjà existante mais en partie oblitérée dans l'échantillon séché sous l'effet de la rétraction. Parallèlement à cela, les cristallites ou amas de particules commencent à se détacher les uns des autres.

L'échantillon gonflé librement a un volume poreux rapporté au poids sec de  $337 \text{ mm}^3 \text{ g}^{-1}$  pour une distribution des diamètres d'accès de pores présentant 2 classes bien individualisées ; une centrée sur 650 nm, l'autre vers 55 nm. L'analyse au MEB met en évidence des microfissures de grande extension, d'épaisseur micrométrique, recoupées par d'autres plus petites qui subdivisent les agrégats. Les cristallites se détachent les uns des autres et les grains de carbonates ou de quartz enrobés et disséminés dans la matrice argileuse sont mis à nus.

A partir de cette analyse les conclusions suivantes peuvent être établies :

- Au cours de l'hydratation la porosité augmente en taille et en volume par ouverture progressive et simultanée des porosités inter et intra-agrégat primaires, confondues à l'état déshydraté, générant ainsi des agrégats secondaires.
- Le processus de subdivision des agrégats se poursuit jusqu'à atteindre des amas de quelques particules, initiant ainsi une famille de pores intra-agrégat ou interparticulaires distincte.
- La queue de distribution vers les faibles diamètres commune aux 3 états d'hydratation dénote l'existence d'une porosité intraparticulaire non accessible par la porosimétrie au mercure.

## Caractéristiques géotechniques

Cette caractérisation repose d'une part, sur les mesures des paramètres d'état (teneur en eau, poids volumiques humide et sec, porosité ou indice des vides) et des paramètres de nature (granularité, minéralogie) et d'autre part, sur d'autres grandeurs qui rendent compte de l'activité du sol. En effet la fraction argileuse  $< 2 \mu\text{m}$  possède en présence d'eau des propriétés de surface (cohésion, plasticité, retrait, gonflement) regroupées sous le terme « activité ». Ces propriétés résultent à la fois de la finesse des particules (argile au sens granulométrique) qui leur confère une grande surface spécifique externe, mais aussi de leur structure en feuillets (argiles au sens minéralogique) qui leur permet de développer de grandes surfaces spécifiques externe et interne et qui présente un déficit de charge responsable des propriétés d'adsorption de cations et de molécules d'eau.

Trois principaux essais rendent compte de ces propriétés : les limites d'Atterberg, l'essai d'adsorption au bleu de méthylène, la mesure de capacité d'échange cationique.

- Les limites d'Atterberg sont des teneurs en eau mesurées de façon conventionnelle qui séparent différents états du sol. La limite de liquidité  $w_L$  sépare l'état liquide de l'état plastique et est mesurée par l'essai à la coupelle de Casagrande ou par la méthode du cône de pénétration. La limite de plasticité  $w_p$  sépare l'état plastique de l'état solide et est obtenue par la méthode du rouleau (NF : P 94-051). Enfin la limite de retrait  $w_r$  sépare l'état solide avec retrait de l'état solide sans retrait sur échantillon remanié ou intact. Elle est obtenue par la construction graphique volume - teneur en eau schématisée sur la Figure 15 et fait l'objet comme les essais précédents de deux normes (XP P94-060-1 et XP P94-060-2).

A partir de ces trois grandeurs d'autres paramètres sont définis :

- l'indice de plasticité :  $I_p = w_L - w_p$  ;
- l'indice de consistance :  $I_c = (w_L - w_{\text{nat}}) / I_p$  ;

- l'indice de retrait :  $I_r = w_L - w_r$  ;
- l'activité de Skempton :  $A = I_p / <2\mu\text{m}$ .

Un sol aura une aptitude au gonflement d'autant plus importante que  $w_L$ ,  $I_p$ ,  $I_r$ ,  $A$  seront grands et  $w_p$  et  $w_r$  petits. Le tableau 2 présente des valeurs de quelques paramètres concernant les familles d'argiles les plus courantes. Les smectites sodiques ont la plus grande aptitude au gonflement.

- L'essai d'adsorption de bleu de méthylène (NF P 94-068) mesure la quantité de bleu nécessaire pour recouvrir d'une couche monomoléculaire par chimisorption, les surfaces internes et externes des particules présentant un déficit de charge (minéraux argileux et colloïdes essentiellement). Cette quantité de bleu adsorbée permet de mesurer la surface spécifique développée par les minéraux (Tran 1977).

- La capacité d'échange de cations est due aux effets de bords des feuillettes et aux déficits de charge à l'intérieur de la structure provenant de substitutions d'ions de valence  $n$  par des ions de valence  $n-1$ . Cette mesure peut être réalisée par des essais normalisés (NF X 31-130) ou évaluée à partir d'un essai plus courant en géotechnique, l'essai au bleu de méthylène (Cuisset 1980, Laribi et al. 2007).

Des classifications permettant d'estimer le potentiel de gonflement d'un sol ont été élaborées en prenant appui sur ces différents paramètres. Elles ont fait l'objet de plusieurs synthèses notamment par Muntohar (2006) et Rao (2006). Les premières classifications concernant les sols gonflants ont été établies aux Etats Unis dans les années 50. Elles tenaient compte du pourcentage en particules colloïdales (d'après Holtz and Gibbs 1956 dans Rao 2006, Tableau 3). De nombreuses autres ont suivi, basées sur un ou plusieurs paramètres (quelques exemples sont donnés dans les Tableaux 4a à 4g), mais les résultats sont parfois discutables car le potentiel de gonflement d'un sol peut être qualifié de faible ou fort selon le paramètre considéré. Ainsi la classification de Holtz (dans Djedid 2001) conduit à placer l'argile verte de Romainville dans les sols argileux à fort potentiel de gonflement par référence aux valeurs de limite de liquidité et d'indice de plasticité et à faible potentiel de gonflement par référence à la limite de retrait.

Il existe aussi des chartes de potentiel de gonflement : un exemple est celle établie par Daksanamurthy et al. (1973) qui s'appuie sur le diagramme de Casagrande (Figure 16).

On peut noter que ces classifications ne font pas souvent référence à l'état initial du sol.

## Caractéristiques hydriques

Les courbes de rétention d'eau sont établies au laboratoire en soumettant le sol à des contraintes hydriques ou succions variables. La succion appliquée à un sol est la différence de pression entre l'air et l'eau ( $s = u_a - u_w$ ). Elle correspond à une énergie potentielle, somme de plusieurs termes : potentiels gravitaire, matriciel et osmotique. Elle s'exprime en unité de pression ou en pF (principalement chez les agronomes), le pF étant le logarithme décimal de la hauteur d'eau exprimée en centimètres, correspondant à la pression interstitielle dans le sol. Les courbes de rétention traduisent la relation entre la succion et la teneur en eau ou l'indice des vides. Ces courbes présentent un phénomène d'hystérésis pour les faibles succions correspondant à des teneurs en eau supérieures à la limite de retrait. Il n'existe donc pas de relation biunivoque entre la succion et la teneur en eau du sol, l'état hydrique étant susceptible de varier entre deux courbes enveloppes d'imbibition et de drainage.

L'obtention de ces courbes de rétention nécessite différentes méthodes qui dépendent de la gamme de succion appliquée (Delage et Cui, 2000).

- Les méthodes par plaque tensiométrique (0-100 kPa) et par translation d'axes (jusqu'à 1,5 MPa) ;
- La méthode des pressions osmotiques (jusqu'à 12 MPa) ;
- La méthode des solutions salines saturées qui permet d'atteindre des succions de l'ordre de 330 MPa. Elle offre l'avantage de couvrir une large gamme de succion, cependant elle présente l'inconvénient d'avoir des temps d'équilibre très grands dus aux transferts d'eau en phase vapeur.

Les courbes de rétention d'eau peuvent être représentées de façon globale (Biarez et al 1987) sous la forme de cinq diagrammes, un exemple obtenu sur l'Argile verte de Romainville par la méthode des pressions osmotiques et la méthode des solutions salines saturées couplée à la mesure du volume par pesée hydrostatique dans le mercure, est donné en Figure 17. Sur le graphe a est représenté l'indice des vides en fonction de la teneur en eau permettant de déterminer la limite de retrait ( $w\% = 14\%$ ,  $e_0 = 0,4$ ) correspondant à une succion de 20 MPa (graphe b). Le matériau est saturé jusqu'au point d'entrée d'air correspondant à une teneur en eau de 17% (graphe c) pour une succion de 4 MPa (graphe d). Le processus de séchage-humidification est réversible pour des succions supérieures à la limite de retrait (graphe e).

## Caractéristiques hydro-mécaniques

Cet aspect est abordé pour l'Argile verte de Romainville à travers des essais cycliques de gonflement libre à l'oedomètre dans lesquels la variation de hauteur de l'échantillon est mesurée au cours de cycles successifs de séchage-humidification. En parallèle, une étude structurale par porosimétrie au mercure est réalisée.

Le chemin hydrique suivi au cours des différents cycles est le suivant : l'échantillon mis en place dans le moule à l'état naturel (teneur en eau et indice des vides naturels) est soumis à une phase d'humidification jusqu'à ce que le gonflement soit quasi stabilisé, puis il est séché dans une étuve à 50°C jusqu'à stabilisation des déformations. L'opération humidification-séchage est ensuite reproduite plusieurs fois et les courbes de gonflement sont analysées.

Sur la Figure 18 sont représentées les courbes de gonflement obtenues sur un même échantillon au cours de cycles successifs. La courbe de 1<sup>er</sup> gonflement se détache des suivantes. Son allure et son amplitude sont influencées par l'état initial du matériau. La 2<sup>ème</sup> courbe présente une cinétique et une amplitude plus importantes qui peuvent être attribuées à la fissuration observée par ailleurs, au cours du 1<sup>er</sup> séchage. En effet l'ouverture de fissures de retrait au cours du séchage entraîne la création de chemins préférentiels empruntés par l'eau lors du processus de réhumidification suivant. Ce phénomène s'estompe ensuite pour les cycles suivants comme en témoigne la superposition des courbes de gonflement libre. La déformation se stabilise à partir du 3<sup>ème</sup> cycle (Figure 19). Néanmoins l'échantillon ne retrouve pas son état initial à la fin de chaque séchage, le phénomène n'étant pas entièrement réversible (Figure 20).

L'évolution structurale qui résulte de ces différentes sollicitations hydriques est mise en évidence par l'étude porosimétrique. Sur les Figures 21a et 21b sont représentées les courbes cumulées et dérivées de la distribution des diamètres d'accès de pores d'échantillons ayant subi 1, 3 et 5 cycles. On observe une augmentation du volume poreux cumulé entre le 1<sup>er</sup> et le 3<sup>ème</sup> cycle et une stabilisation entre le 3<sup>ème</sup> et le 5<sup>ème</sup> cycle. Ce résultat corrobore celui obtenu par les essais de gonflement libre où le taux de gonflement est constant à partir du 3<sup>ème</sup> cycle. Cependant, une modification de la microstructure est observée au cours des différents cycles, se traduisant par :

- une augmentation progressive du diamètre moyen de la famille de pores interagrégat ;
- une distribution de plus en plus étalée du cycle 1 au cycle 5 ;
- une augmentation de la porosité intraparticulaire du cycle 3 au cycle 5. En effet la comparaison du volume poreux mesuré et de la teneur en eau correspondant aux trois cycles mentionnée sur le graphe des courbes cumulées, dénote pour le cycle 5 une part plus importante de la porosité non accessible par l'essai porosimétrique ( $< 7$  nm). Elle correspond à un volume poreux par unité de poids de l'ordre de  $50 \text{ mm}^3 \text{ g}^{-1}$  pour les cycles 1 et 3 et de  $90 \text{ mm}^3 \text{ g}^{-1}$  pour le cycle 5.

Ces essais hydro-mécaniques mettent en évidence que le matériau soumis à des cycles séchage-humidification ne présente pas d'évolution sensible du taux de gonflement au-delà des 2 ou 3 premiers cycles mais qu'une transformation progressive et irréversible de la microstructure est observable en porosimétrie. Cette évolution microstructurale se traduit à la fois par une augmentation des diamètres d'accès de pores de la famille interagrégat, une distribution plus étalée, et une augmentation de la porosité intraparticulaire.

## Conclusions

Le travail qui fait l'objet de cet article, prend appui pour les applications, principalement sur les Argiles vertes de Romainville et secondairement sur les Marnes bleues d'Argenteuil. Il permet d'une part, de tirer des remarques générales concernant les facteurs de prédisposition au retrait-gonflement des sols argileux, et d'autre part, d'étudier de manière plus spécifique les modifications structurales de ce matériau lorsqu'il est soumis à des sollicitations hydriques. Les conclusions énoncées dans ce paragraphe sont structurées suivant ces 2 axes.

Les facteurs de prédisposition au retrait-gonflement sont nombreux et interdépendants. Il est impossible de les classer par ordre d'importance, chacun jouant un rôle déterminant à des échelles différentes. La liste qui suit, non exhaustive, correspond aux principaux critères permettant d'identifier les matériaux présentant des prédispositions aux variations de volume au cours de cycles séchage-humidification.

- La nature minéralogique du sol
  - o La présence de minéraux argileux et plus particulièrement de smectites et d'interstratifiés illite-smectite caractérisés par un déficit de charge et de très grandes surfaces spécifiques internes et externes responsables du phénomène d'adsorption de molécules d'eau.
  - o La présence de carbonates qui jouent un rôle modérateur (le taux de gonflement libre à l'état naturel de AVR est de 15 à 25% pour 15 à 20 % de carbonates ; celui de MBA est inférieur à 4% pour 30 à 60 % de carbonates). Ils contribuent à former un squelette rigide freinant le processus de retrait-gonflement. Cependant ce squelette est très fragile et les liaisons sont facilement détruites par remaniement du matériau (le taux de gonflement libre de MBA après remaniement est de 26 %), qui réagit alors en fonction des minéraux argileux présents dans la structure.
  - o La présence d'autres minéraux accessoires, sous forme d'amas ou lentilles, tels que la pyrite qui a été observée dans l'une des formations étudiées (Marnes bleues d'Argenteuil). Sous l'action de l'eau, la pyrite ( $\text{FeS}_2$ ) s'oxyde pour donner des sulfates qui en présence de calcium forment de l'anhydrite ( $\text{CaSO}_4$ )

et par hydratation du gypse ( $\text{CaSO}_4, 2\text{H}_2\text{O}$ ). Ce processus bien connu des géotechniciens est à l'origine de désordres par gonflement.

- L'état initial du matériau. Il est mesuré par les paramètres d'état que sont la teneur en eau, la densité, l'indice des vides et la succion. A minéralogie et granularité égales, plus la teneur en eau initiale est faible, ou l'état de succion grand, plus le matériau est susceptible de s'hydrater, entraînant ainsi un gonflement dont l'amplitude dépend de la nature des minéraux présents et de l'arrangement structural.
- L'arrangement structural directement lié à la granularité et à la nature minéralogique du matériau. Plus la structure est compacte avec une distribution d'accès de pores unimodale correspondant à une matrice argileuse très resserrée, plus la capacité à se diviser en agrégats primaires et secondaires au cours de l'hydratation est grande et plus les variations de volume observées sont importantes. Au contraire, une structure formée par une matrice granulaire ou par des agrégats où les minéraux non argileux sont dominants est moins sujette à des variations de volume.
- Un paramètre important, évoqué en introduction est l'état de consolidation directement lié à l'histoire géologique du sol (processus de diagenèse et évolution ultérieure). Plus un matériau est surconsolidé, plus il est susceptible de développer des pressions de gonflement importantes.
- La plupart de ces facteurs de prédisposition sont identifiables et mesurables par des analyses minéralogiques, par des essais géotechniques simples et par l'étude de la microstructure.
- Les nombreuses classifications géotechniques existantes permettent de placer les sols dans des catégories de sols au potentiel de gonflement nul à très fort. Cependant elles sont parfois discutables car basées sur seulement un, deux ou trois paramètres alors que le processus de retrait-gonflement est la conséquence de nombreux facteurs interdépendants (granularité, minéralogie, état initial, microstructure,...).
- L'étude microstructurale de l'Argile verte de Romainville met en évidence :
  - une augmentation de la porosité en taille et en volume au cours de l'hydratation du matériau naturel par ouverture progressive de la porosité inter et intra-agrégat primaire ;
  - une structuration du matériau lorsqu'il se présente sous forme de colluvion se traduisant par la destruction des agrégats et favorisant l'apparition d'amas de quelques particules ou de particules dispersées ;
  - une transformation progressive et irréversible de la microstructure au cours des cycles successifs séchage-humidification, qui se traduit par une augmentation du diamètre d'accès de pores de la famille interagrégat et une distribution plus étalée sans variation sensible du volume poreux dont la conséquence directe, à l'échelle macroscopique, est l'absence d'évolution du taux de gonflement d'un cycle à l'autre au-delà du 3<sup>ème</sup> cycle.
- Cette dernière remarque est vérifiée pour 6 cycles mais reste à confirmer pour un plus grand nombre. La structure du matériau semble évoluer lentement vers une déstructuration qui à terme pourrait ressembler à celle des colluvions argileuses.

## Remerciements

Ces travaux ont été réalisés dans le cadre du projet de recherche : « Aléa et risque sécheresse » soutenu par la Fondation MAIF, du projet ARGIC : « Analyse du retrait-gonflement et de ses incidences sur les constructions » soutenu par l'ANR et de la fiche

recherche « Sécheresse géotechnique et bâti » du Réseau de recherche sur le développement durable, soutenu par la région Ile-de-France.

## Bibliographie

AFNOR 1993. Sols : *Reconnaissance et essais. Détermination des limites d'Atterberg. Limite de liquidité à la coupelle – Limite de plasticité au rouleau.* NF P 94-051.

AFNOR 1995. Sols : *Reconnaissance et essais. Détermination des limites d'Atterberg. Limite de liquidité – Méthode du cône de pénétration.* NF P 94-052-1.

AFNOR 1995. Sols : *Reconnaissance et essais. Essai de dessiccation : Partie 1. Passant 400µm.* XP P 94-060-1.

AFNOR 1995. Sols : *Reconnaissance et essais. Essai de dessiccation : Partie 2. Sol non remanié.* XP P 94-060-2.

AFNOR 1998. Sols : *Reconnaissance et essais. Mesure de la capacité d'adsorption de bleu de méthylène d'un sol ou d'un matériau rocheux.* NF P 94-068.

AFNOR 1999. *Qualité des sols. Méthodes chimiques. Détermination de la capacité d'échange cationique (CEC) et des cations extractibles.* NF X 31-130.

Al-Mukhtar M., Belanteur N., Tessier D., Vanapalli S.K. 1996. *The fabric of a clay soil under controlled mechanical and hydraulic stress states.* Applied Clay Sciences, vol. 11, pp.99-115.

Alonso E.E., Gens A., Josa A. 1990. *A constitutive model for partially saturated soils.* Géotechnique, vol. 40 (3), pp. 405-430.

Audiguier M., Delage P. 1987. *Etude microscopique et porosimétrie de sols fins naturels dans une perspective géotechnique.* Actes de la VII<sup>ème</sup> Réunion Internationale de Micromorphologie des sols, Paris, juillet 1985, édité par N. Fedoroff, L.M. Bresson et M.A. Courty, pp.493-500, AFES.

Biarez J., Fleureau J.-M., Zerhouni M. I., Soepandji B. S. 1987. *Variations de volume des sols argileux lors des cycles drainage-humidification.* Revue Française de Géotechnique 41, pp.63-71.

Chassagneux D., Stieljes L., Mouroux P., Ménilliet F., Ducreux G. H. 1996. *Cartographie de l'aléa retrait-gonflement des sols (sécheresse-pluie) à l'échelle départementale. Approche méthodologique dans les Alpes de Haute-Provence.* Rapport BRGM n°R39218.

Chen F. H. 1975. *Foundations on expansive soils.* Amsterdam : Elsevier. ISBN : 0-444-41393-6. Developments in Geotechnical Engineering, vol.12.

Collins K., McGown A. 1974. *The form and function of microfabric features in a variety of natural soils.* Géotechnique, 24-2, pp. 223-254.

Cuisset O. 1980. *Propriétés électrocinétiques des particules argileuses, application de la méthode électrophonétique aux problèmes d'environnement et d'identification des sols,* Rapport LCPC n°96, pp. 48-49.

Dakshanamurthy V., Raman V. 1973. *A simple method of identifying an expansive soil. Soils and foundations*. Japanese Society of Soil Mechanics and Foundation Engineering, vol.13, n°1, pp. 97-104.

Delage P. 2007. *Microstructure Features in the Behaviour of Engineered Barriers for Nuclear Waste Disposal*. 5<sup>th</sup> International Conference on Unsaturated Soils, Weimar, Germany, (Proceedings à paraître).

Delage P., Audiguier M., Cui Y. J., Howat M. 1996. *Microstructure of a compacted silty clay*. Canadian Geotechnical Journal, vol. 33, pp.150-158.

Delage P., Cui Y. J. 2000. *L'eau dans les sols non saturés*. Techniques de l'Ingénieur, traité Construction, C 301, 20p.

Delage P., Pellerin FM. 1984. *Influence de la lyophilisation sur la structure d'une argile sensible du Québec*. Clay Minerals 19, pp. 151-160.

Djedid A., Bekkouche A., Aissa Mamoune S. M. 2001. *Identification et prévision du gonflement de quelques sols de la région de Tlemcen (Algérie)*. Bulletin des Laboratoires des Ponts et Chaussées, n°233, pp. 67-75.

Durand C., Forsans T., Ruffet C., Onaisi A., Audibert A. 1995. *Influence of clay on borehole stability : a literature survey, part one : Occurrence of drilling problems, physico-chemical description of clays and of their interaction with fluids*. Rev. IFP, vol. 50, n°2.

Gens A., Alonso E.E. 1992. *A framework for the behaviour of unsaturated expansive clays*. Canadian Geotechnical Journal, 29, pp. 1013-1032.

Holtz W. G., Gibbs H. J. 1956. *Engineering Properties of Expansive Clays*. Transactions, ASCE, vol. 121, pp.641-677.

Lambe T.W., Whitman R.V. 1969. *Soil Mechanics*. Series in Soil Engineering. John Wiley & Sons, Inc., New York.

Laribi S., Cojean R., Audiguier M., Grambin-Lapeyre C., Geremew Z. 2007. *Influence de paramètres du protocole de l'essai d'adsorption au bleu de méthylène sur la valeur au bleu en fonction de la composition minéralogique*. RFG numéro spécial sécheresse géotechnique, (à paraître).

Matyas E.L., Radhakrishna H.S. 1968. *Volume change characteristics of partially saturated soils*. Geotechnique, 18, n°4, pp.432-448.

Mitchell JK. 1976. *Fundamentals of Soils Behaviour*. Series in Soil Engineering, John Wiley & Sons, Inc., New York.

Mitchell JK, Soga K. 2005. *Fundamentals of Soils Behaviour*. John Wiley, New York.

Muntohar A. S. 2006 Chapitre 3 : *Prediction and classification of expansive clay soils. Recent advances in characterization and treatment*. Edited by Amer Ali Al-Rawas & Mattheus F. A. Goosen, Taylor & Francis Group, Balkema. Proceedings and Monographs in Engineering, Water and Earth Sciences.

Pomerol C., Feugueur L. 1974. *Bassin de Paris. Ile de France, Pays de Bray*. Guides géologiques régionaux, Masson & Cie, éditeurs.

Pons CH., Rousseaux F., Tchoubar D. 1981. *Utilisation du rayonnement synchrotron en diffusion aux petits angles pour l'étude du gonflement des smectites*. Clay Minerals 16, pp. 23-42.

Prian J. P., Donsimoni M., Vincent M. avec la collaboration de Denis L., Gallas J.-C., Marty F. Motteau M. 2000. *Cartographie de l'aléa retrait-gonflement des argiles dans le département de l'Essonne*. Rapport BRGM n° RP-50376-FR.

Prost R. 1990. *Relations eau-argile : structure et gonflement des matériaux argileux*. Matériaux argileux : structure, propriétés et applications, sous la direction de A. Decarreau, Société Française de Minéralogie et de Cristallographie, GFA.

Qi Yun 1996. *Comportement hydromécanique des argiles : Couplage des propriétés micro-macroscopiques de la laponite et de l'hectorite*. Thèse de doctorat, Université d'Orléans.

Ranganathan et Satyanarayana 1965. *A rational method of predicting swelling potential for compacted expansive clays*. Proceedings of the 6<sup>th</sup> International Conference on Soils Mechanics and Foundation Engineering, Montreal, pp. 92-96.

Rao S. M. 2006. Chapitre 2 : *Identification and classification of expansive soils*. In expansive soils. Recent advances in characterization and treatment. Edited by Amer Ali Al-Rawas & Mattheus F. A. Goosen, Taylor & Francis Group, Balkema. Proceedings and Monographs in Engineering, Water and Earth Sciences.

Robinet J. C., Rahbaoui A., Plas F., Lebon P. 1996. *A constitutive thermomechanical model for saturated clays*. Engineering Geology, 41, pp. 145-149.

Saiyouri N., Hicher P. Y., Tessier D. 2000. *Microstructural approach and transfer water modelling in highly compacted unsaturated swelling clays*. Mechanics of cohesive-frictional materials, 5, pp. 41-60.

Saiyouri N., Tessier D., Hicher P. Y. 2004. *Experimental study of swelling in unsaturated compacted clays*. Clays Minerals, 39, pp. 469-479.

Tessier D. 1984. *Etude expérimentale de l'organisation des matériaux argileux : Hydratation, gonflement et structuration au cours de la dessiccation et de la réhumectation*. Thèse de doctorat ès sciences, Université Paris VII.

Touret O., Pons C. H., Tessier D., Tardy Y. 1990. *Etude de la répartition de l'eau dans des argiles saturées Mg<sup>2+</sup> aux fortes teneurs en eau*. Clay Minerals 25, pp. 217-233.

Tran N.L. 1977. *Un nouvel essai d'identification des sols : l'essai au bleu de méthylène*. Bulletin de liaison. LCPC N°88. pp. 136-137.

Turki 1987. *Hydratation des minéraux argileux gonflants*. Thèse Université Louis Pasteur, Strasbourg.

Van Damme H. 2002. *L'eau et sa représentation*. Mécanique des sols non saturés, sous la direction de O. Coussy et J. M. Fleureau, Hermes Science publications, pp.23-68.

Yong R. N. 1999. a) *Soil suction and soil-water potentials in swelling clays in engineered clay barriers*. Engineering Geology, 54, pp.3-13.

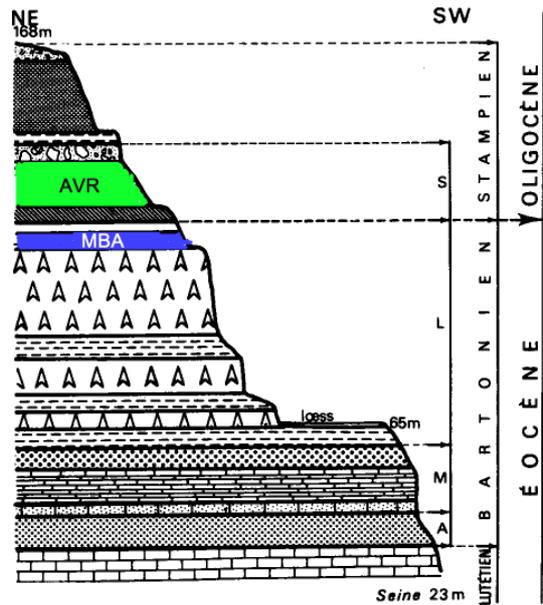


Fig 1 : Coupe géologique de la butte de Cormeilles-en-Parisis et localisation des Argiles vertes de Romainville (AVR) et des Marnes bleues d'Argenteuil (MBA)  
 Fig1: Geological section of Cormeilles- en- Parisis hill and location of Argiles vertes de Romainville (AVR) and Marnes bleues d'Argenteuil (MBA)

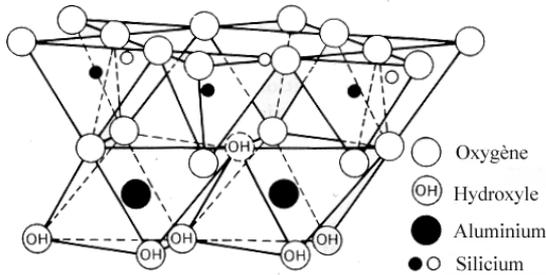


Fig 2 : Schéma structural de la kaolinite (d'après Mitchell et Soga 2005)  
 Fig 2: Diagram of the kaolinite structure (after Mitchell and Soga 2005)

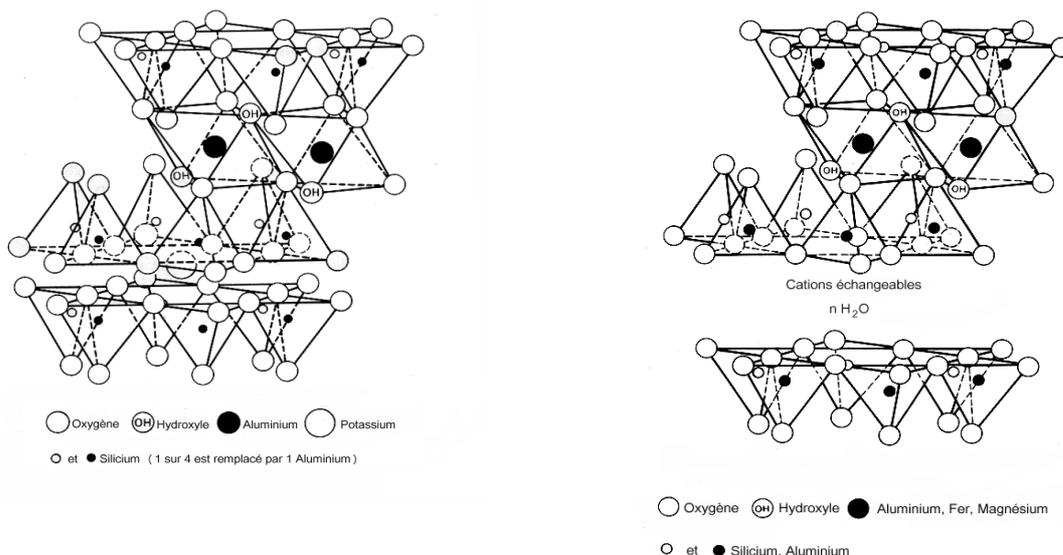


Fig 3 : Schémas structural de l'illite (gauche) et des smectites (droite), (d'après Mitchell et Soga 2005)

*Fig 3: Diagrams of the illite structure (left) and smectite structure(right), (after Mitchell and Soga 2005)*

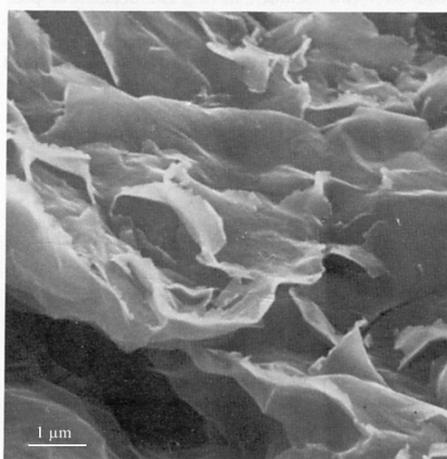


Fig 4 : Image en microscopie à balayage de smectite (d'après Tovey 1971, dans Mitchell J. K. 1976)

*Fig 5: SEM picture of smectite (after Tovey 1971, in Mitchell J.K. 1976)*

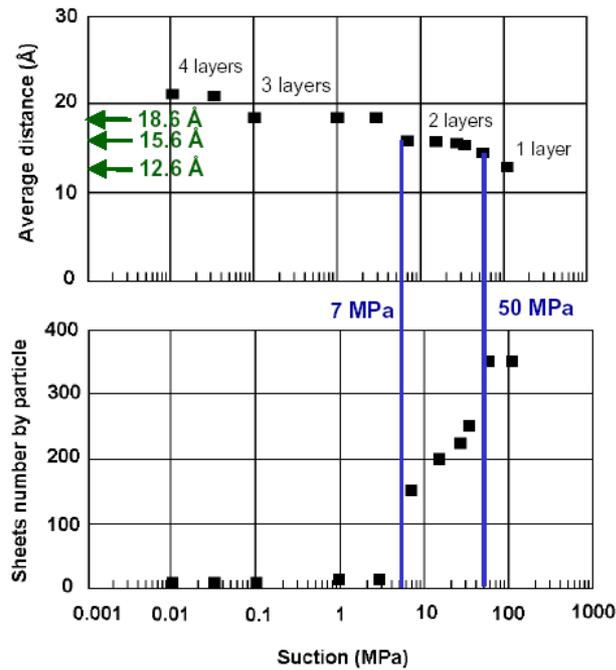


Fig 5 : Effet d'une diminution de la succion (par hydratation) sur l'argile MX80 : augmentation du nombre de couches d'eau adsorbée, diminution du nombre de feuillets par particule (d'après Saiyouri et al 2000, 2004, dans Delage 2007)

*Fig 5: Effect of a suction decrease (due to hydration) on the MX80 particles: increase in the number of adsorbed water layers, decrease in the number of stacked layers per particle (after Saiyouri et al 2000, 2004, in Delage 2007)*

Formations	Argiles vertes de Romainville	Marnes bleues d'Argenteuil
Argiles	K, I, Interstratifiés I/S.	K, I, S.
% Carbonates	15-20	30-60
% < 2 $\mu$ m	80-90	80-90
Limite de liquidité W <sub>L</sub> %	75	85
Indice de plasticité Ip %	30-35	40-50
Indice de retrait Ir %	55-60	65-75
Gonflement libre état naturel %	15-25	4
Gonflement libre état remanié %	>30	26

Tableau 1 : Caractéristiques minéralogiques, géotechniques et mécaniques de l'Argile verte de Romainville et de la Marne bleue d'Argenteuil.

*Table 1: mineralogical, geotechnical and mechanical characteristics of Argile verte de Romainville and Marne bleue d'Argenteuil*

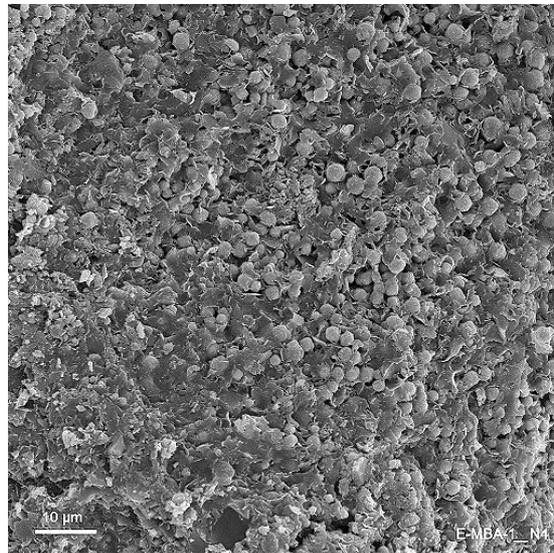


Fig 6 : Image prise au MEB d'amas de grains de pyrite dans la Marne bleue d'Argenteuil

*Fig 6: SEM picture of pyrite lens in Marne bleue d'Argenteuil*

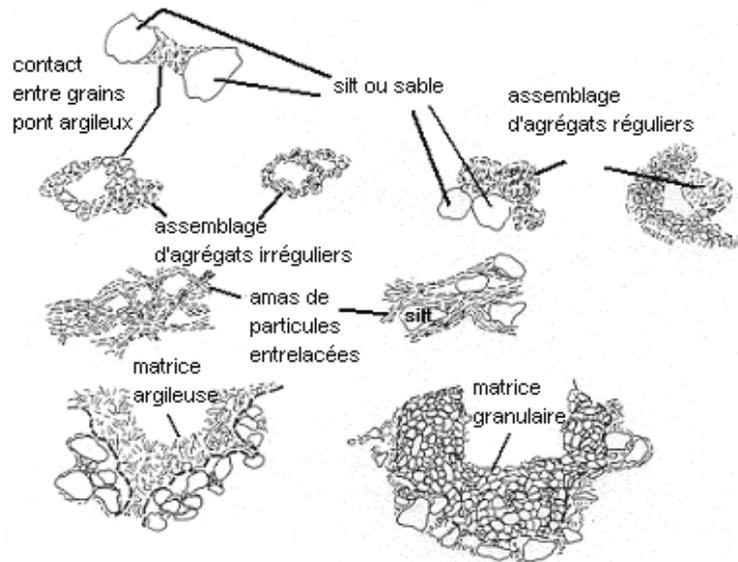


Fig 7 : Représentations schématiques d'assemblages de particules argileuses et de grains non argileux (d'après Collins et Mc Gown 1974)

Fig 7: Schematic representations of particle aggregations of clay particles and non clayey grains (after Collins and Mc Gown 1974)

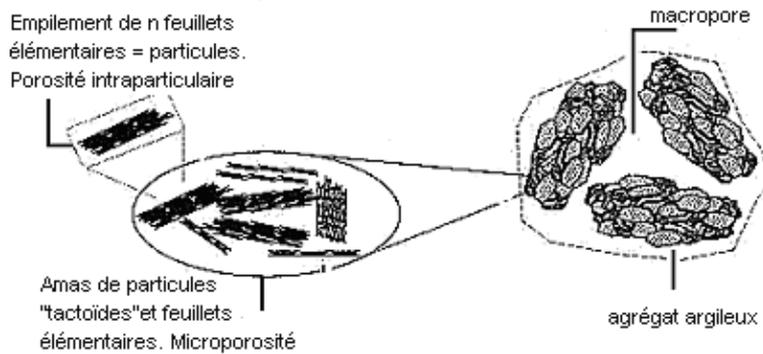


Fig 8 : Organisation des particules argileuses (d'après Yong 1999)

Fig8: Clay particles organization (after Yong 1999)

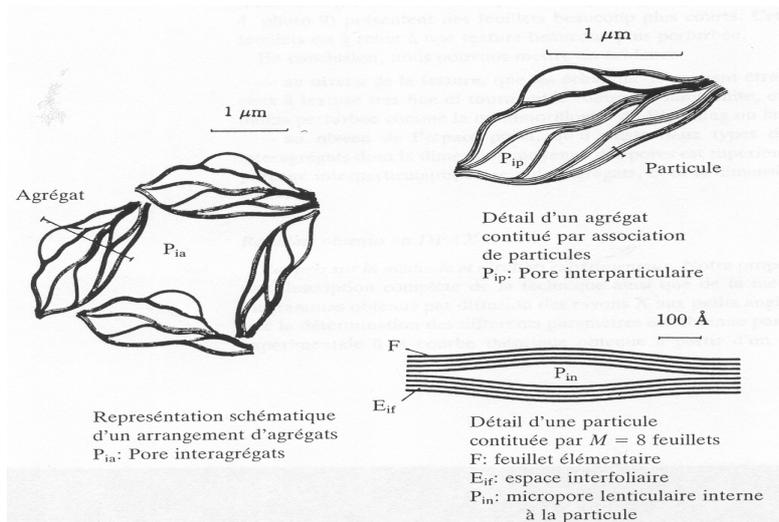


Fig 9 : Représentation schématique des différents types de pores dans des smectites (d'après Touret 1990)

Fig 9: Schematic representation of pore families in smectite (after Touret 1990)

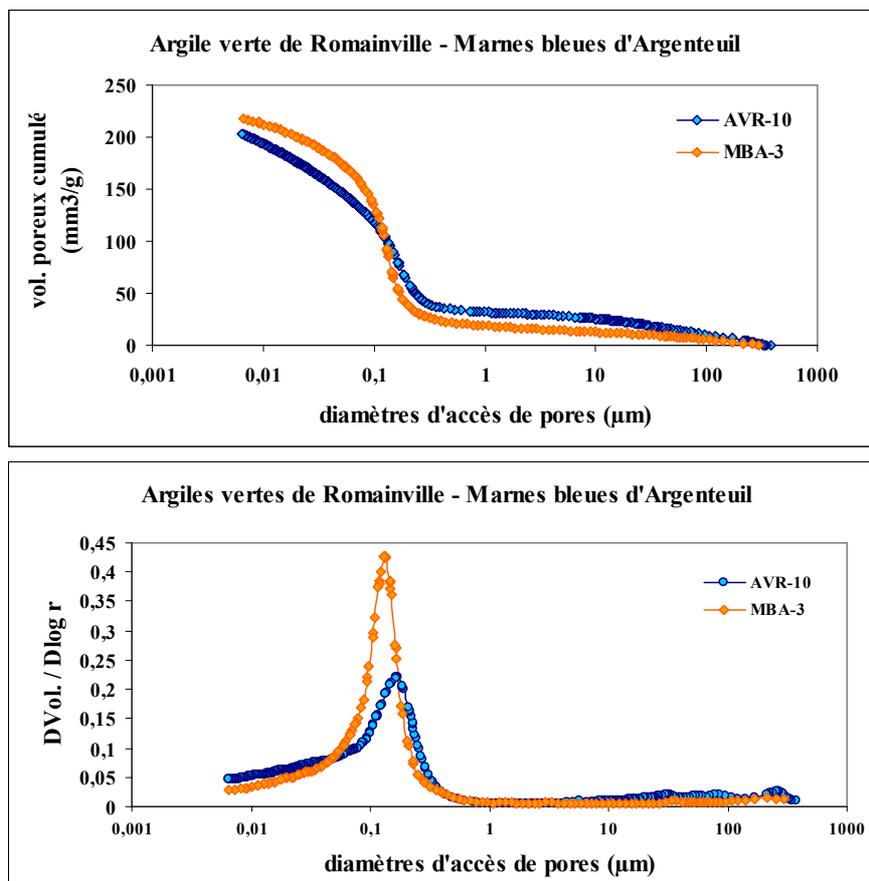


Fig 10 : Courbes cumulées et dérivées de distribution des diamètres de pores de l'Argile verte de Romainville et des Marnes bleues d'Argenteuil

Fig10 : Cumulative and derived curves of pore size distribution of Argile verte de Romainville and Marnes bleues d'Argenteuil

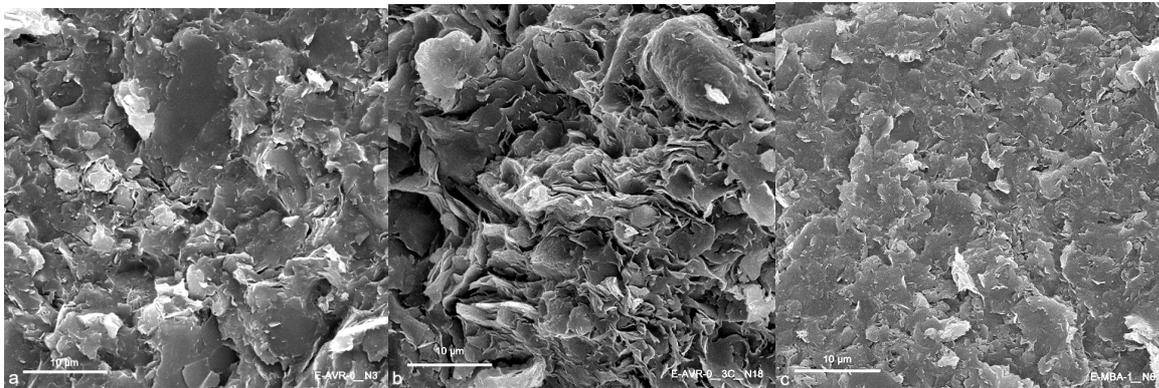


Fig 11 : Images au MEB : a) Argile verte de Romainville : plan parallèle au litage, b) Argile verte de Romainville : plan perpendiculaire au litage, c) Marne bleue d'Argenteuil : plan parallèle au litage

Fig 11: SEM micrograph a) Argile verte de Romainville : view parallel to the bedding, b) Argile verte de Romainville : view perpendicular to the bedding, c) Marne bleue d'Argenteuil : view parallel to the bedding

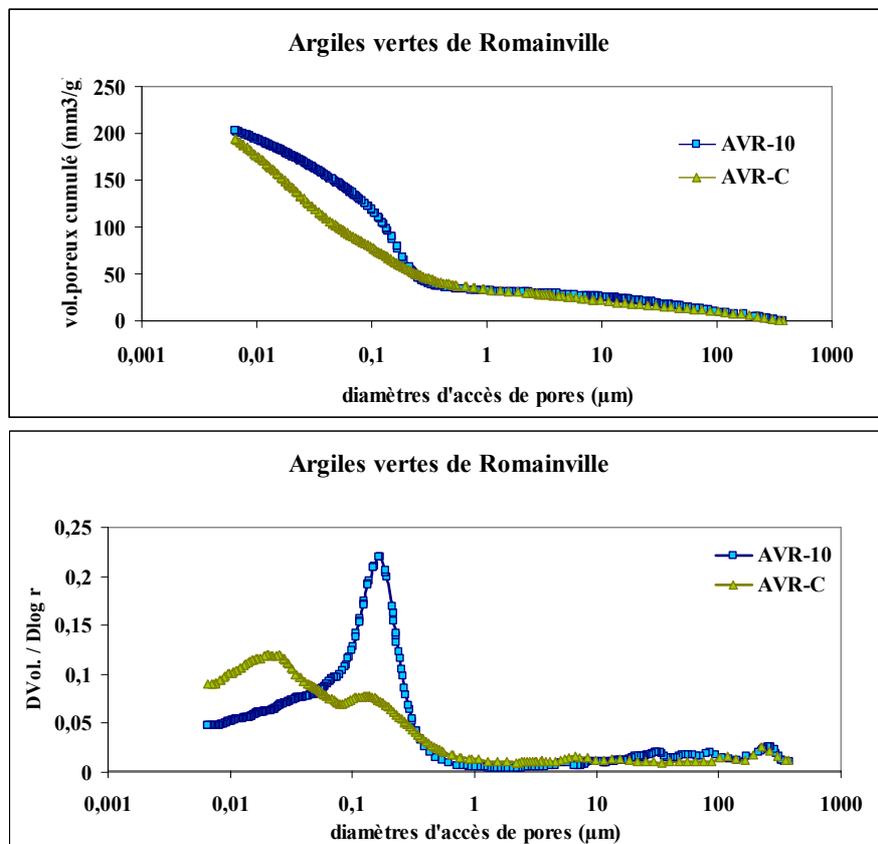


Fig 12 : Courbes cumulées et dérivées de distribution des diamètres de pores de l'Argile Verte de Romainville à l'état naturel (AVR-10) et à l'état de colluvion (AVR-C)

Fig 12: *Cumulative and derived curves of pore size distribution of Argile Verte de Romainville in natural state (AVR-10) and in colluvium state (AVR-C)*

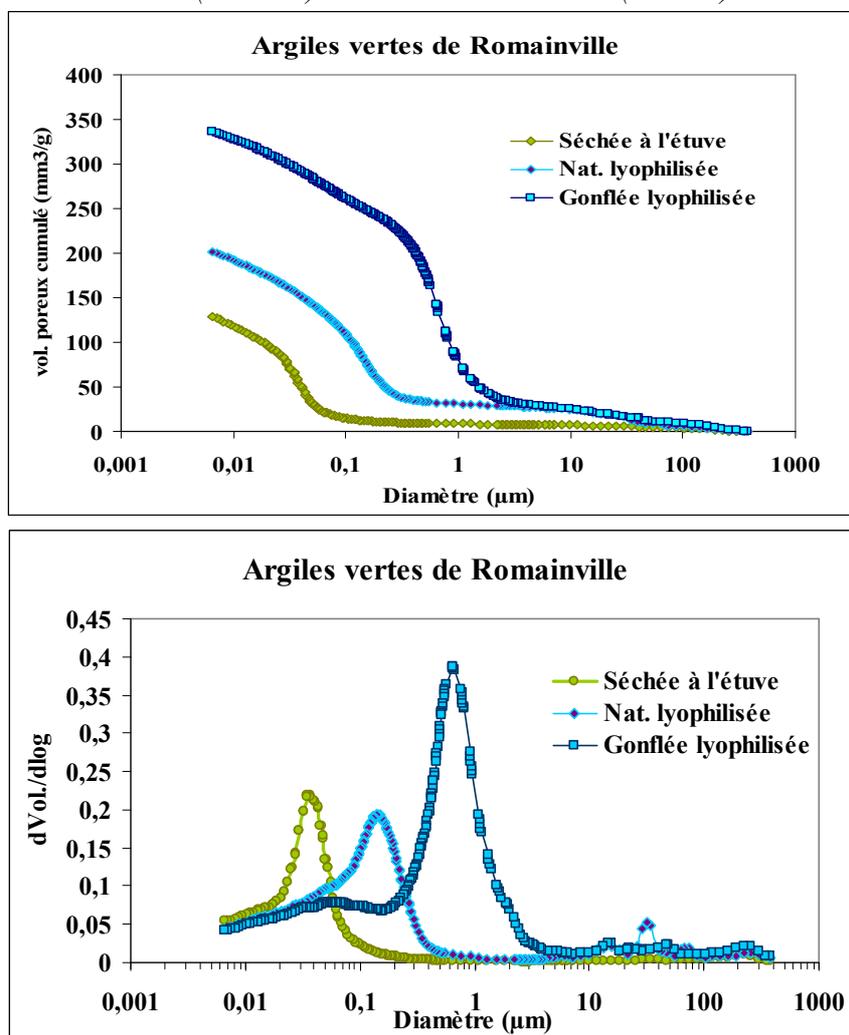


Fig 13 : Courbes cumulée et dérivée de distribution des pores de l'Argile verte de Romainville pour 3 états d'hydratation

Fig 13: *Cumulative and derived curves of pore size distribution of Argile verte de Romainville for three hydration states*

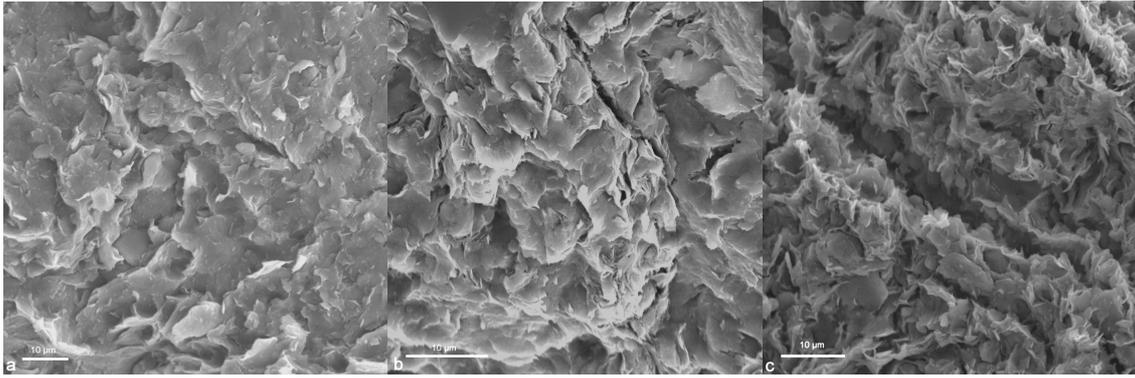


Fig 14 : Images au MEB de l'Argile verte de Romainville : a) état sec, b) état naturel lyophilisé, c) après gonflement libre et lyophilisation  
 Fig 14: SEM micrograph of Argile verte de Romainville: a) dry state, b) lyophilized natural state, c) after free swelling and lyophilization

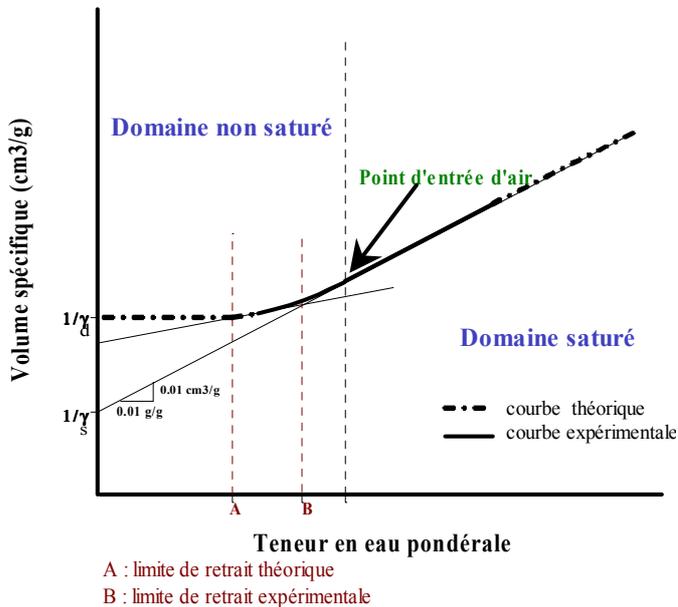


Fig15 : Représentation schématique de la courbe de retrait  
 Fig 15: Schematic representation of a shrinkage curve

Minéral	Cation échangeable	Limite de liquidité (%)	Limite de plasticité (%)	Indice de plasticité (%)	Limite de retrait (%)
Montmorillonite	Na <sup>+</sup>	710	54	656	10
	Ca <sup>++</sup>	510	81	429	11
Illite		120	60	60	18
Kaolinite		53	32	21	27

Tableau 2 : Valeurs des limites d'Atterberg d'argiles monominérales, (d'après Lambe et Whitman 1969)  
 Table 2: Values of Atterberg limits of mono-mineral clayey soils, (after Lambe and Whitman 1969)

Colloïdes (%)	Indice de Plasticité $I_p$ (%)	Limite de retrait (%)	Potentiel de gonflement	Gonflement estimé (variation de volume %)
<15	<18	<10	faible	<10
13-23	15-28	10-20	moyen	10-20
20-31	25-41	20-30	élevé	20-30
>28	>35	>30	très élevé	>30

Tableau 3 : Classification géotechnique des sols gonflants (d'après Holtz and Gibbs 1956)  
*Table 3: Geotechnical classification of expansive soils (after Holtz and Gibbs 1956)*

$w_L$ (%)	Classification	$w_L$ (%)	Potentiel de gonflement
0 à 20	non gonflant	> 60	très élevé
20 à 35	gonflement faible	40 à 60	élevé
35 à 50	gonflement moyen	30 à 40	moyen
50 à 70	gonflement élevé	< 30	faible
70 à 90	gonflement très élevé		
> 90	gonflement critique		

Tableau 4a, 4b : Potentiel de gonflement établi à partir de la limite de liquidité (d'après a) Dakshanamurthy et Raman 1973, b) Chen 1975)

*Table 4a, 4b: Liquid limit as an indicator of swelling potential (after a) Dakshanamurthy and Raman 1973; b) Chen 1975)*

$I_p$ (%)	Sensibilité
< 12	Faible
12 à 25	Moyenne
25 à 40	Forte
≥ 40	Très forte

Tableau 4c : Sensibilité d'une argile au retrait-gonflement déterminée à partir de l'indice de plasticité (d'après Prian et al. 2000)

*Table 4c: Plasticity index as an indicator of clay sensitivity to shrinkage-swelling (after Prian and al. 2000)*

$I_r$ (%)	Potentiel de gonflement
0 à 20	Faible
20 à 30	Moyen
30 à 60	Fort
> 60	Très fort

Tableau 4d : Potentiel de gonflement établi à partir de l'indice de retrait (d'après Ranganathan et Satyanarayana 1965)

*Table 4d: Shrinkage index as an indicator of swelling potential (after Ranganathan and Satyanarayana 1965)*

VBS	Sensibilité
< 2,5	Faible
2,5 à 6	Moyenne
6 à 8	Forte
> 8	Très forte

Tableau 4e : Sensibilité d'une argile au retrait-gonflement déterminée à partir de la valeur de bleu (d'après Chassagneux et al. 1996)

*Table 4e: Methylene blue value as an indicator of clay sensitivity to shrinkage-swelling (after Chassagneux and al. 1996)*

$w_r$ (%)	$w_L$ (%)	$I_p$ (%)	Potentiel de gonflement
7 à 12	50 à 70	25 à 35	fort
10 à 15	35 à 50	15 à 25	moyen
> 15	20 à 35	< 18	faible

Tableau 4f : Potentiel de gonflement (d'après Holtz et al. 1973)

*Table 4f: Swelling potential (after Holtz et al. 1973)*

$I_p$ (%)	% < 2 $\mu\text{m}$	Potentiel de gonflement
> 35	> 95	très élevé
22 à 35	60 à 95	élevé
18 à 22	30 à 60	moyen
< 18	< 30	faible

Tableau 4g : Potentiel de gonflement (d'après BRE 1980)

*Table 4g: Swelling potential (after BRE 1980)*

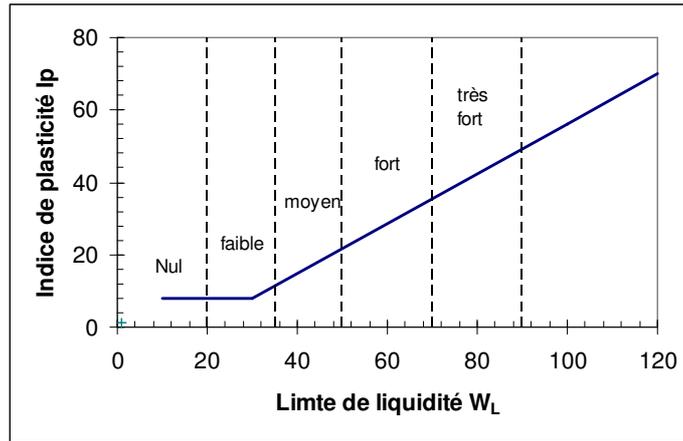


Fig 16 : Charte du potentiel de gonflement des sols (d'après Daksanamurthy et al. 1973)  
 Fig 16: Chart of swelling potential of soil (after Daksanamurthy et al. 1973)

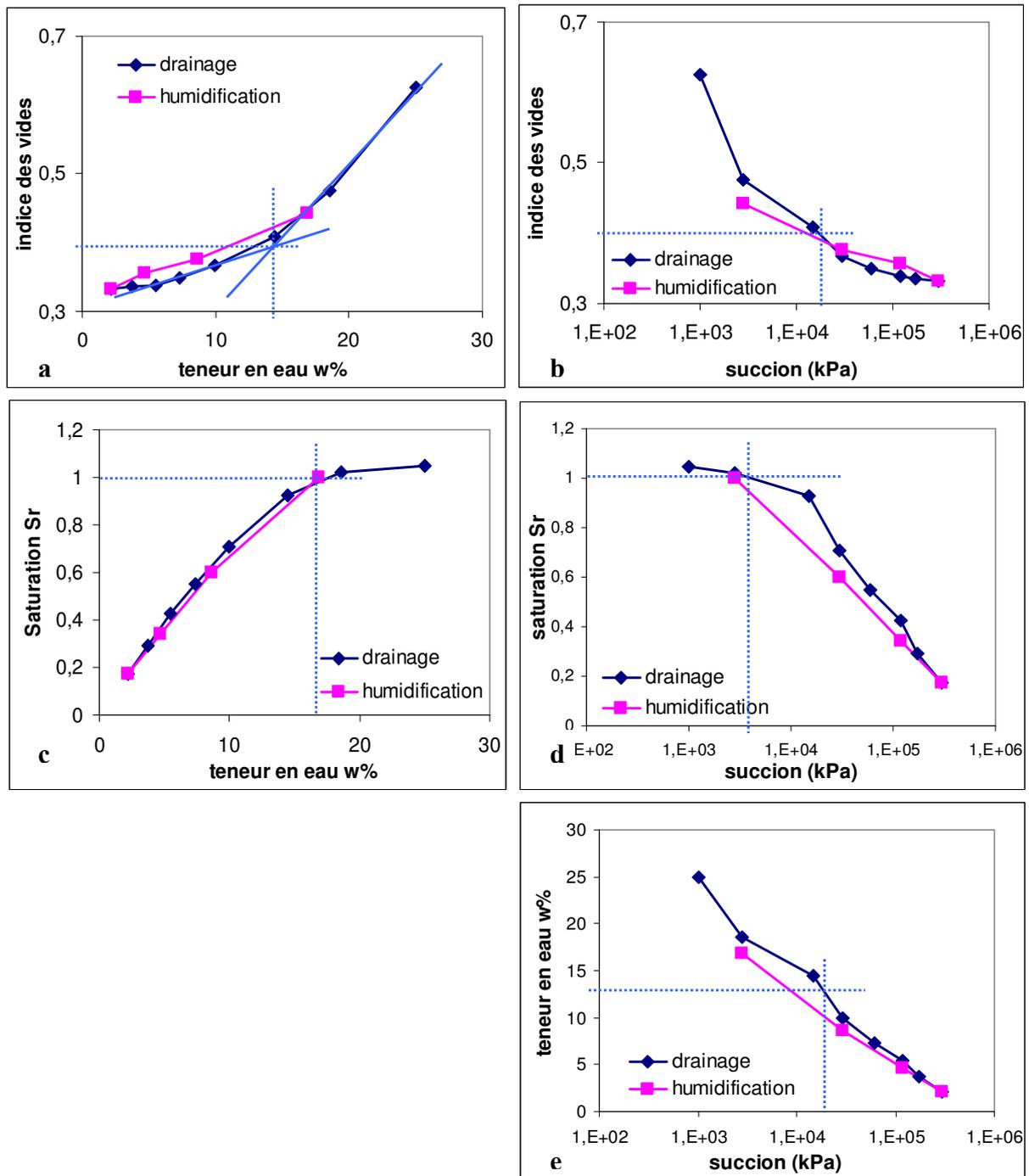


Fig 17a-17e: Représentation globale des courbes de rétention de l'Argile verte de Romainville

Fig 17a-17e: Synthetic representation of retention curves of Argile verte de Romainville

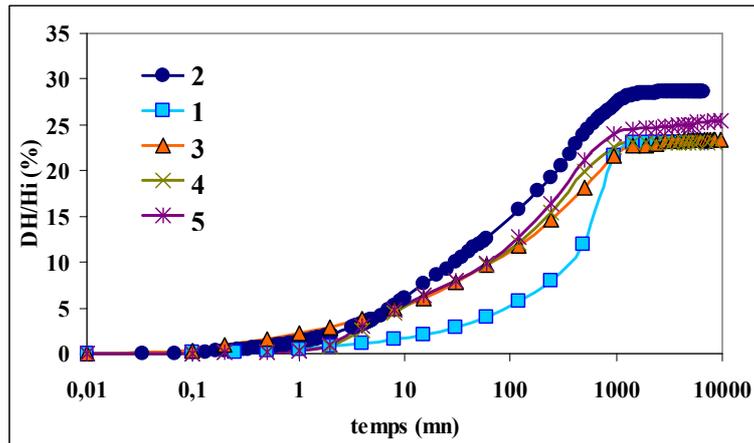


Fig 18 : Courbes de 5 cycles de gonflement libre à l'oedomètre (Argile verte de Romainville)  
 Fig 18: Free swelling oedometer curves of 5 cycles (Argile verte de Romainville)

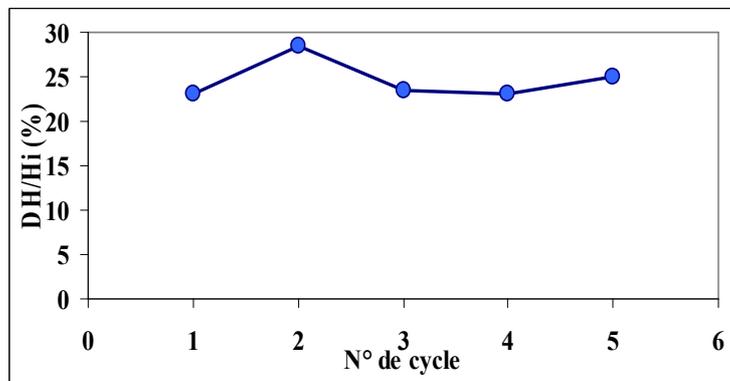


Fig 19 : Taux de gonflement au cours des 5 cycles (Argile verte de Romainville)  
 Fig 19: Swelling rate during the five cycles (Argile verte de Romainville)

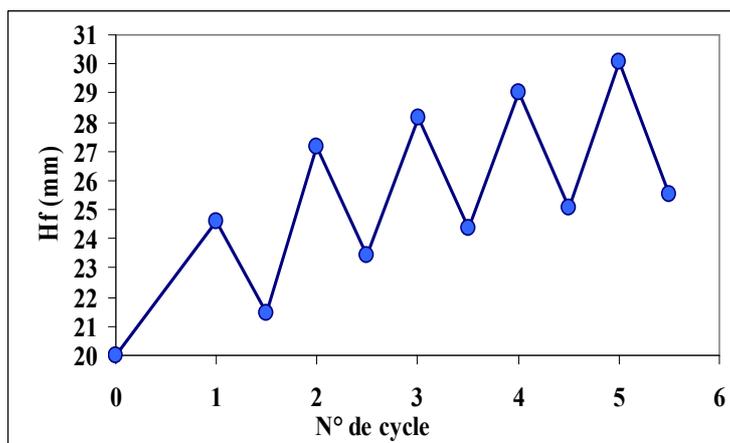


Fig 20 : Evolution de l'épaisseur de l'échantillon au cours des 5 cycles (Argile verte de Romainville)

Fig 20: Thickness evolution of sample during the five cycles (Argile verte de Romainville)

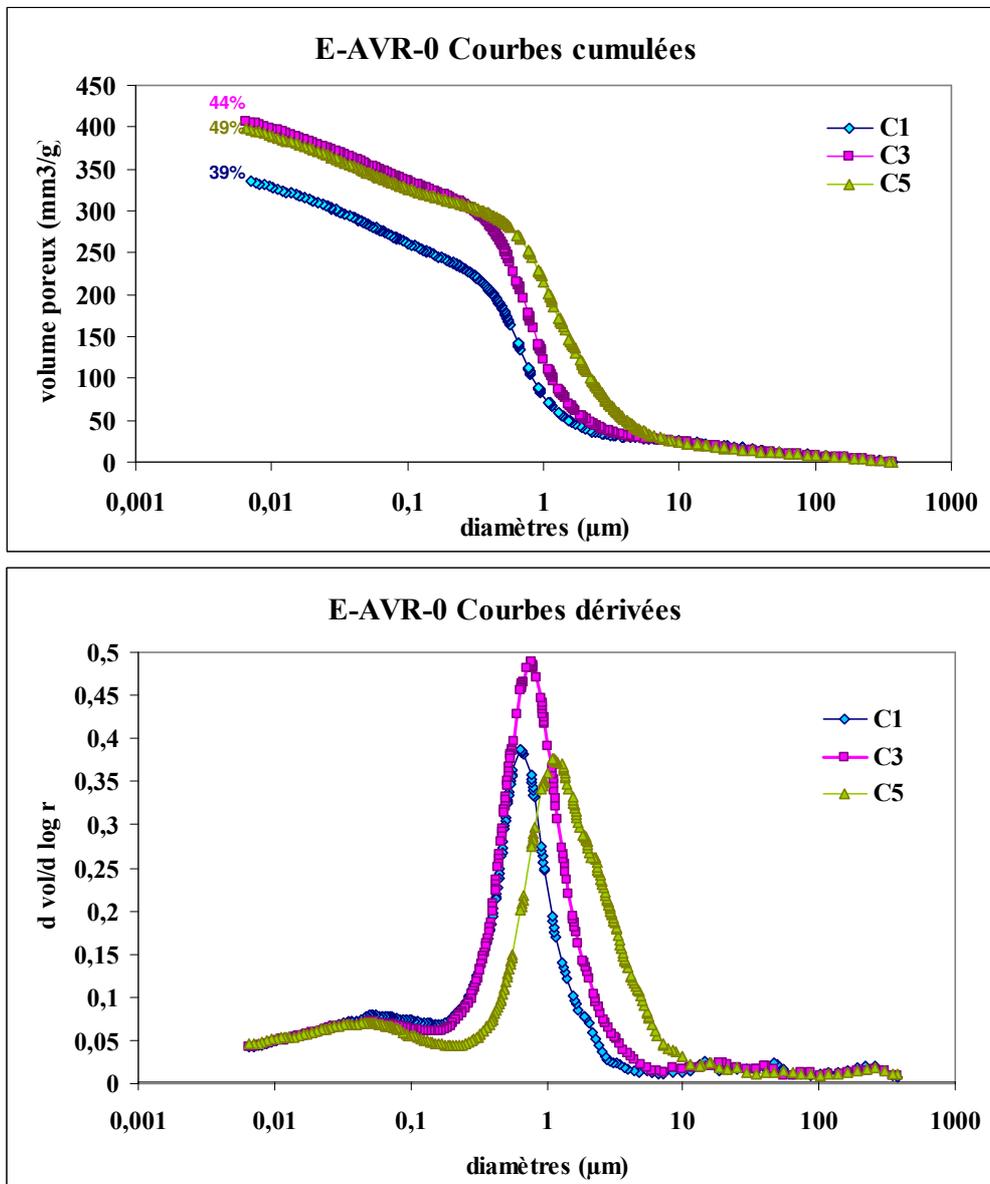


Fig 21a et 21b : Courbes cumulée et dérivée de distribution des pores de l'Argile verte de Romainville, pour les cycles 1, 2, 3

Fig 21a and 21b: Cumulative and derived curves of pore size distribution of Argile verte de Romainville for cycles 1, 2, 3

### 3 RFG 3

## **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**

### **Methylene blue adsorption method: influence of protocol parameters on the blue value as a function of clay mineralogy**

Saoussen Laribi, Roger Cojean, Martine Audiguier,  
Caroline Grambin-Lapeyre, Zemenu Geremew

Centre de Géosciences  
Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris  
Université Marne-la-Vallée; Bât IFI  
5 Bd Descartes; Champs-sur-Marne; 77454 Marne-la-Vallée cedex 2  
[saoussen.laribi@ensmp.fr](mailto:saoussen.laribi@ensmp.fr), [roger.cojean@ensmp.fr](mailto:roger.cojean@ensmp.fr), [martine.audiguier@ensmp.fr](mailto:martine.audiguier@ensmp.fr),  
[caroline.grambin-lapeyre@ensmp.fr](mailto:caroline.grambin-lapeyre@ensmp.fr), [zemenu.Geremew@ensmp.fr](mailto:zemenu.Geremew@ensmp.fr)

#### **Résumé**

L'influence du protocole expérimental relatif à la méthode d'adsorption de bleu de méthylène sur les valeurs de bleu mesurées a été étudiée sur deux formations argileuses de la région parisienne. Des comparaisons sont faites avec trois différents types d'argiles.

Les résultats de cette étude révèlent l'importance du protocole expérimental ainsi que la composition minéralogique du matériau :

- la valeur au bleu des matériaux argileux augmente avec le temps de dispersion et se stabilise à partir de 24 h environ ;
- le séchage par lyophilisation permet un meilleur accès aux surfaces développées par les minéraux argileux, par comparaison au séchage à l'étuve ;
- les matériaux bruts ou purifiés suivant un protocole bien précis présentent qualitativement le même comportement : une augmentation de la valeur au bleu avec le temps de dispersion. Cependant, d'un point de vue quantitatif, les valeurs au bleu sont plus importantes pour les argiles purifiées que pour les argiles brutes, pour un même temps de dispersion.
- la mixité des feuillettes des minéraux argileux interstratifiés influe sensiblement sur les résultats : en effet la présence de l'illite dans une argile interstratifiée illite/smectite retarde l'accessibilité aux feuillettes gonflantes de smectite pour un temps de dispersion inférieur à 24 h.

**Mots clés:** bleu de méthylène, adsorption, Argile verte de Romainville, Marne bleue d'Argenteuil, purification, lyophilisation, temps de dispersion, smectite, illite, interstratifié.

## Abstract

The influence of the experimental protocol parameters of the methylene blue method on the determination of the blue value was studied on two argillaceous formations from the Parisian Region. Comparisons are made with three distinct types of clays.

The results of this study reveal the importance of the protocol and the mineralogical composition of the material:

- the methylene blue value of the argillaceous materials increases with the dispersion time and is stabilized in after about 24h;
- drying by freeze-drying allows a better access to surfaces of clay minerals, by comparison with drying with the drying oven;
- the raw materials and the materials purified according to a precise protocol exhibit qualitatively the same behaviour, i.e., an increase in the methylene blue value with the dispersion time. However, for the same dispersion time methylene blue values are quantitatively higher for the purified clays than for the raw clays;
- the heterogeneity of the layers inside the mixed-layered clay minerals influences the results: the presence of illite component in a mixed-layered illite /smectite clay mineral delays the accessibility to the swelling layers of smectite for a time lower than 24 h.

**Key Words:** methylene blue, adsorption, Argile verte de Romainville, Marne bleue d'Argenteuil, purification, freeze-drying, dispersion time, smectite, illite, interstratified clay.

## 1. Introduction

Les argiles sont très utilisées dans différents domaines de l'activité humaine (génie civil, industrie pharmaceutique, céramiques, etc.). Elles doivent leur intérêt à leurs propriétés non seulement structurales mais aussi texturales et de surface, telles que la capacité d'adsorption, la capacité d'échange cationique et la surface spécifique. Ce sont ces dernières qui font l'objet de cette étude.

Les propriétés d'adsorption des argiles déterminent l'utilisation de ces matériaux dans un domaine donné (Tran et Million, 1984). Il était donc intéressant d'observer si la modification d'un ou de plusieurs paramètres expérimentaux relatifs à la méthode d'adsorption de bleu de méthylène utilisée couramment pour la détermination de la surface spécifique et de la capacité d'échange cationique des sols argileux engendrait de grandes disparités dans les valeurs au bleu mesurées.

Dans une première partie, une présentation des matériaux et du protocole expérimental suivie d'une caractérisation minéralogique et géotechnique de deux formations argileuses de la Région parisienne est réalisée. Une deuxième partie est consacrée à une étude comparative de l'influence de paramètres expérimentaux, relatifs à la méthode d'adsorption de bleu de méthylène, sur la détermination des propriétés texturales des deux argiles étudiées et de trois différents types d'argiles purifiées suivant des protocoles précis.

## 2. Matériaux

### 2.1. Origine des matériaux

Les cinq échantillons analysés sont désignés S, I, I/S, AVR et MBA.

Les argiles S et I proviennent de Source Clays Repository et sont commercialisées respectivement sous le nom SWy-1 et IMt-1.

L'argile I/S provient du gisement de Jebel Om El Khecheb dans le bassin de Gafsa au sud-est de la Tunisie.

Les matériaux AVR et MBA ont été prélevés dans deux formations argileuses de la Région parisienne : il s'agit respectivement des Argiles vertes de Romainville datées du Stampien inférieur et des Marnes bleues d'Argenteuil datées du Ludien supérieur.

Des études antérieures concernant les argiles du Source Clays Repository (Laribi et al., 2006) ont permis d'identifier les argiles S, I, et I/S comme étant respectivement une smectite, une illite et un minéral argileux interstratifié illite/smectite.

Les tableaux 1 et 2 résument les principaux résultats obtenus sur ces trois matériaux.

Ces matériaux ont été étudiés à l'état naturel et sous leurs formes purifiées afin d'éliminer les "impuretés" représentées par des minéraux autres que les minéraux argileux, et de ne récupérer que la fraction argileuse < 2µm.

### 2.2. Préparation des matériaux

Les argiles ont été finement broyées dans un broyeur mécanique à mortier en agate, la poudre a été tamisée à 100 µm et la fraction inférieure récupérée. La méthode de purification consiste en un échange sodique suivi d'une centrifugation, ce qui permet d'éliminer les "impuretés" et de substituer les cations échangeables par l'ion sodium (Van Olphen, 1977 ; Laribi et al 2006). Pour procéder à cette purification, 1g d'argile est mélangé à 100 ml d'une solution de NaCl normale (1N). Après agitation du mélange durant 12 heures, la suspension est centrifugée pendant 15 minutes à la vitesse de 5000 tours par minute. Le liquide surnageant est alors remplacé par une autre solution de NaCl (1N), le dépôt étant décollé de la paroi du flacon à l'aide d'une spatule et remis en suspension. Le cycle d'agitation-centrifugation est répété 7 fois. Un lavage à l'eau distillée suivi d'une centrifugation à 5000 tours par minute pendant 30 minutes permet alors d'éliminer l'excès d'ions chlorures. Ce lavage est répété aussi longtemps que la suspension sédimente par centrifugation. A la fin, la formation d'un gel est obtenue. L'excès d'ions chlorures est éliminé par dialyse. Pour cela, la suspension est mise dans des membranes de dialyse immergées dans de l'eau bidistillée, celle-ci étant changée plusieurs fois par jour. Le test par le nitrate d'argent permet de vérifier l'élimination des ions chlorures dont la présence éventuelle est marquée par la formation d'un précipité blanc de chlorure d'argent. La suspension est ensuite récupérée et séchée par lyophilisation, ou dans une étuve à 105°C. L'argile purifiée et séchée est alors broyée puis tamisée à 63 µm.

Dans la suite, les argiles purifiées séchées par lyophilisation seront repérées par l'indice "p" associé au nom du matériau.

### 3. Techniques expérimentales et appareillage

#### 3.1. Techniques de caractérisation géotechnique et essai d'adsorption de bleu de méthylène

Les limites d'Atterberg ont été déterminées selon la norme AFNOR NF P 94-050, SOLS, à l'aide de l'appareil de Casagrande pour la limite de liquidité. Les analyses granulométriques ont été effectuées sur un Micrometrics® Sédigraphe 5100 V3.08. La teneur en carbonates a été déterminée par la méthode volumétrique à l'aide d'un calcimètre Dietrich-Frühling.

La teneur en matière organique a été déterminée selon la norme AFNOR NF P 94-055. Les surfaces spécifiques totales ont été mesurées par adsorption d'éthylène-glycol monoéthyl éther (EGME) selon la méthode décrite par Carter et al. (1965 et 1980), et Heilman et al. (1965). Les échantillons sont d'abord séchés à l'étuve et pesés. Ils sont ensuite placés dans un dessiccateur relié au vide contenant du  $\text{CaCl}_2$  imprégné d'EGME (avec un recouvrement moléculaire de  $3,22 \text{ m}^2/\text{mg}$  d'EGME). Après évacuation sous vide, les échantillons sont laissés sous atmosphère d'EGME puis pesés à intervalles de 3 ou 4 heures jusqu'à obtenir une masse constante afin de connaître la quantité d'EGME adsorbée (Tessier et al. 1991). La surface spécifique totale exprimée en  $\text{m}^2/\text{g}$  est donnée par :

$$S_t = 3,22 \times m$$

où  $m$  est la masse d'EGME (en mg) adsorbée par un gramme d'échantillon.

Les essais au bleu sont effectués selon la norme AFNOR NF P 94-068. Cet essai consiste à mesurer, pour 100 g de matériau, la quantité de bleu de méthylène nécessaire pour recouvrir la surface externe et interne des particules présentant un déficit de charge.

Une suspension de sol est préparée et mise en agitation pendant 15 min. Puis, tout en maintenant l'agitation, un volume de bleu est ajouté à la suspension. Une goutte de la suspension est immédiatement prélevée et déposée sur un papier filtre normalisé. La tache obtenue est un dépôt de sol coloré en bleu. Cette opération est répétée un certain nombre de fois jusqu'à ce que le bleu soit en excès dans la suspension. La tache s'entoure alors d'une auréole bleu clair, persistante (Tran, 1977). On obtient ainsi la quantité de bleu maximale adsorbée par le sol.

La valeur de bleu représente la quantité de bleu (en g) adsorbée pour 100 g de sol sec lorsque le test de la tache est positif.

$$VB = 100 \times \frac{V_i \times C_b}{M_s}$$

VB : valeur de bleu ( $\text{g}_{\text{bleu}}/100\text{g}_{\text{sol}}$ )

$C_b$  : concentration de la solution du bleu de méthylène (g/ml), habituellement : 0,01g/ml

$M_s$  : masse d'argile (g)

$V_i$  : volume de bleu introduit (ml)

Connaissant la masse molaire du bleu de méthylène, et en admettant que le bleu est entièrement adsorbé sous forme monovalente (Clément, 1988), la capacité d'échange cationique de l'argile est déterminée par la relation suivante :

$$\text{CEC (meq/100g)} = VB \text{ (g/100g)}/374$$

Pour déterminer la surface spécifique totale, on considère que les molécules de bleu sont disposées d'une façon telle que la surface couverte est de  $130 \text{ \AA}^2$  par molécule (les molécules

de bleu de méthylène sont disposées parallèlement aux couches d'argile et forment une couche monomoléculaire. La surface spécifique totale est donnée par la relation suivante :

$$S_s \text{ (m}^2\text{/g)} = VB \times \frac{6,2310^{23} \times 13010^{20}}{374 \times 100} = 20,9 \times VB \text{ (g/100g)}$$

Dans ce travail, nous avons cherché à caractériser le rôle joué par certains paramètres relatifs au mode opératoire de l'essai au bleu sur la détermination de la valeur au bleu. Nous avons tout spécialement réalisé un ensemble d'essais, avec une phase préliminaire d'agitation et de dispersion de la suspension initiale d'une durée variable de 0 à 100 h, ce que ne prévoit pas le mode opératoire classique. Nous avons également préparé les échantillons, soit séchés à l'étuve suivant la norme, soit lyophilisés.

### 3.2. Techniques de caractérisation minéralogique

Les deux matériaux AVR et MBA ont été caractérisés minéralogiquement par diffraction des rayons X (DRX), analyse thermique différentielle et thermogravimétrie (ATD-ATG) et spectroscopie infrarouge (IR).

Les échantillons analysés par DRX ont été préparés de deux manières différentes :

- échantillon en poudre désorientée : l'échantillon séché est placé directement dans un porte-échantillon ; le diffractogramme de poudre obtenu fait apparaître les réflexions (hkl).
- échantillon orienté: l'échantillon est obtenu par dépôt direct de suspension diluée d'argile sur une lame de verre dépolie suivi d'un séchage à l'air libre. Le diffractogramme obtenu comporte uniquement les réflexions (001).

L'analyse thermo-gravimétrie (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 associées à des réactions chimiques de deshydratation et déshydroxylation et une libération ou une absorption d'énergie. La mesure se fait avec une balance de très haute précision.

L'analyse thermique différentielle (ATD) consiste à suivre l'évolution de la différence de température (due aux transformations allotropiques, aux changements d'état ou aux réactions de déshydroxylation et de déshydratation) entre l'échantillon étudié et un échantillon de référence thermiquement inactif dans le domaine de température exploré. Les mesures ont été effectuées sur un appareil ATD-ATG, mesures couplées, de marque TGA 92 de SETARAM. 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<sup>-1</sup>. Le gaz vecteur est l'argon.

La spectroscopie infrarouge est une technique locale qui permet d'identifier les espèces minérales en présence (Oinuma et Hayashi, 1968). Cette technique permet de confirmer et de compléter les données de la diffraction des rayons X en apportant des renseignements sur les vibrations des atomes dans une structure moléculaire. Elle est très sensible à la présence des hydroxyles dans la structure, ce qui permet d'utiliser les OH comme sonde infrarouge pour déterminer par exemple le caractère di ou trioctaédrique des argiles. Les échantillons ont été préparés sous forme de pastilles contenant 1% en masse d'argile dans environ 300 mg de bromure de potassium (KBr). et les spectres ont été enregistrés entre 600 et 4000 cm<sup>-1</sup> à l'aide d'un spectromètre FTIR PERKIN ELMER 1000.

## 4. Résultats et discussion

### 4.1. Caractérisation géotechnique et minéralogique

#### 4.1.1. Caractérisation géotechnique

Le tableau 3 montre les résultats de la caractérisation géotechnique de MBA et de AVR.

Les résultats révèlent la présence d'une quantité importante de carbonates au sein des deux matériaux et plus particulièrement de MBA. En revanche, le taux de matière organique est faible dans les deux sols.

Les valeurs des surfaces spécifiques totales des deux sols indiquent qu'ils sont probablement composés d'un mélange de plusieurs minéraux argileux. Cette conclusion sera confirmée grâce à la DRX.

L'abaque de Casagrande (Lambe et Whitman, 1973) permet de placer les deux matériaux dans le domaine des sols limoneux. Les résultats de l'analyse granulométrique associés à ceux des limites d'Atterberg (fraction argileuse  $< 2\mu\text{m}$  et indice de plasticité) permettent de dire que les deux matériaux d'étude ont un potentiel de gonflement très élevé (Chen, 1988).

#### 4.1.2. Caractérisation minéralogique

Les diffractogrammes DRX obtenus respectivement sur les argiles AVR et MBA (purifiées, traitées à l'éthylène glycol et chauffées à  $550^\circ\text{C}$ ) sont présentés en figures 1 et 2.

Les résultats obtenus révèlent la présence de smectite, d'illite et de kaolinite dans les deux matériaux d'étude. En effet, les deux diffractogrammes montrent une réflexion (001) à 1,27 nm pour AVR<sub>p</sub> et 1,25 nm pour MBA<sub>p</sub> caractérisant des smectites dont l'espace interfoliaire sodique ne retient qu'une couche d'eau. Cette réflexion passe à 1,7 nm quand les argiles sont traitées à l'éthylène glycol, confirmant ainsi l'existence des feuillets expansibles de type smectite qui, après chauffage à  $550^\circ\text{C}$ , sont déshydratés avec une épaisseur passant à 1,0 nm. (Glaser et al. 1968 ; Drits et Tchoubar, 1990 ; Reynolds, 1980).

La présence d'illite est prouvée par des raies à 1,0 nm, 0,5 nm et 0,34 nm 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  $550^\circ\text{C}$  (Brindley & Brown, 1980).

La kaolinite est mise en évidence par la présence de réflexions (001) et (002) à 0,7 nm et 0,35 nm non modifiées par le traitement à l'éthylène glycol. En revanche, elles disparaissent après un chauffage à  $550^\circ\text{C}$  qui provoque la déshydroxylation de la kaolinite.

Les résultats d'une étude complémentaire réalisée en spectroscopie infrarouge, présentés en figure 3, confirment les conclusions précédentes, et ceci par la présence de :

- une bande de vibration de valence des OH liés à l'aluminium vers  $3620\text{ cm}^{-1}$  suggérant ainsi la présence d'une argile 2/1. Il s'agit de la smectite et de l'illite pour ces deux matériaux AVR et MBA.

- des bandes de vibration de valence de Si-O et OH du réseau argileux vers  $1000\text{ cm}^{-1}$  et  $3680\text{ cm}^{-1}$  confirment la présence d'une kaolinite dans ces matériaux (Caillère et al. 1982, Dixon et Weed, 1977).

La bande vers  $1630\text{ cm}^{-1}$  est attribuable à la bande de vibration de déformation du groupement OH de l'eau d'hydratation de l'argile. La bande à  $915\text{ cm}^{-1}$  correspond à la bande de vibration de déformation de Al-OH confirmant ainsi le caractère dioctaédrique de l'argile.

Les bandes de vibration à  $800\text{ cm}^{-1}$  et  $780\text{ cm}^{-1}$  montrent la présence de quartz dans les deux sols. La présence des carbonates est confirmée par les bandes de vibration de valence et de

déformation vers  $1430\text{ cm}^{-1}$  et  $870\text{ cm}^{-1}$ . L'importante intensité de la bande vers  $1430\text{ cm}^{-1}$  sur le spectre de MBA reflète la grande quantité de calcite dans ce matériau, ce qui est en accord avec les précédents résultats.

Les thermogrammes des argiles AVR, MBA présentés sur les figures 4 et 5 montrent :

- des pics endothermiques à  $90^\circ\text{C}$  pour les deux échantillons, accompagnés d'une perte de masse correspondant au départ d'eau hygroscopique (déshydratation) (Dixon et Weed, 1977).
- des pics endothermiques entre  $500^\circ\text{C}$  et  $550^\circ\text{C}$  pour les deux argiles, accompagnés d'une perte massique typique de la déshydroxylation des feuillettes de kaolinite et /ou d'une smectite de type beidellite (Greene, 1957)
- un pic endothermique à  $760^\circ\text{C}$  et  $820^\circ\text{C}$  respectivement pour AVR et MBA correspondant à une décarbonatation, et reflétant la grande quantité de carbonates au niveau de l'échantillon MBA, ce qui est en accord avec les résultats obtenus par spectroscopie infrarouge.
- un pic exothermique aux alentours de  $900^\circ\text{C}$ , typique d'une destruction et d'une recristallisation du réseau silicaté et relatif à une smectite de type beidellite. (Weir et Greene, 1962).

En conclusion, la caractérisation géotechnique et minéralogique montre que les deux matériaux AVR et MBA sont des mélanges de smectite, illite et kaolinite, contenant du quartz et des carbonates en « impuretés ». On note une forte teneur en carbonates dans l'argile MBA. Le tableau 4 résume la composition minéralogique des cinq échantillons d'étude.

#### **4.2. Influence du temps de dispersion dans l'essai au bleu sur la mesure de la valeur au bleu, en fonction de la minéralogie**

Les figures 6 et 7 présentent la variation de la valeur au bleu en fonction du temps de dispersion initiale pour une illite (I), une smectite (S) et un interstratifié illite/smectite (I/S) ainsi que pour les matériaux AVR et MBA, à l'état brut et purifié.

Les résultats montrent que :

- qualitativement, les cinq matériaux, à l'état brut et purifié, présentent le même comportement : augmentation de la valeur au bleu avec le temps de dispersion jusqu'à une stabilisation aux alentours de 24 h. Cependant, d'un point de vue quantitatif, les valeurs au bleu des argiles purifiées sont nettement plus fortes que celles des argiles brutes pour les mêmes temps de dispersion. Ceci peut être expliqué par la présence d'"impuretés" (minéraux présents autres que des minéraux argileux), de très faible surface spécifique, dans la fraction argileuse  $< 2\mu\text{m}$  traitée.
- l'illite purifiée présente la valeur au bleu (VB), et donc la capacité d'échange cationique ainsi que la surface spécifique, les plus faibles des cinq matériaux. Ceci peut être expliqué par la structure minéralogique de l'illite où les cations potassium interfoliaires sont solidement intégrés à la structure et rendent les espaces interfoliaires quasiment inaccessibles aux molécules de bleu de méthylène (Charlet & Schlegel, 1999).
- le sol argileux MBA présente dans son état naturel brut les valeurs les plus faibles de VB par rapport aux quatre autres matériaux. Cependant, lorsqu'il est purifié, ces valeurs dépassent celles de l'illite ainsi que celles de AVR. Ceci est expliqué par l'importante quantité de calcite au sein de ce matériau brut (de l'ordre de 64%) qui, après purification, n'est plus présente dans la fraction argileuse pure, ce qui a pour conséquence d'augmenter les propriétés de surface du matériau analysé.
- contrairement aux argiles de type smectite et de type illite, les valeurs de VB de l'argile interstratifiée illite/smectite et des deux matériaux AVR et MBA (mélanges d'illite, smectite et de kaolinite), à l'état naturel et purifié, varient beaucoup entre leur état initial et après 24h

de dispersion. Cette variation pourrait être expliquée pour l'argile interstratifiée par la mixité des feuillets et pour les argiles AVR et MBA par le mélange de différents minéraux argileux. Cette mixité pourrait diminuer la vitesse de pénétration du solvant au sein des particules argileuses.

L'illite et la kaolinite se comportent comme des obstacles à l'accès à la totalité des feuillets gonflants. Ce retard à l'accessibilité des feuillets gonflants est estimé à 24 h. Au delà, la présence de l'illite et de la kaolinite n'a plus d'influence visible sur la valeur de bleu.

Compte tenu de ces résultats, un temps de dispersion de 24 h est pris en compte pour le reste des études expérimentales.

#### 4.3. Influence du mode de séchage sur la valeur au bleu

La figure 8 montre l'influence du mode de séchage sur la variation de la valeur au bleu de cinq matériaux purifiés : AVR, MBA, I, I/S et S.

Les résultats de cette étude montrent que les valeurs au bleu des argiles séchées par lyophilisation sont systématiquement supérieures à celles des argiles pures séchées à l'étuve. Cependant, l'influence de la lyophilisation n'est pas la même pour toutes les argiles. En effet, dans le cas de l'illite, l'augmentation de la valeur au bleu est inférieure à celle de la smectite.

Ceci peut être expliqué par le fait que la lyophilisation exfolie les feuillets et donc permet un meilleur accès aux surfaces développées par les minéraux argileux entraînant l'augmentation de la valeur au bleu. Dans le cas de l'illite toutefois, les liaisons entre les feuillets successifs sont si fortes que la lyophilisation ne parvient à exfolier que très peu des feuillets, contrairement aux smectites.

#### 4.4. Influence du pourcentage massique de l'argile lyophilisée sur la valeur au bleu

La figure 9 présente les résultats obtenus pour la variation de la valeur au bleu des cinq matériaux d'étude en fonction du pourcentage massique d'argile purifiée lyophilisée dans l'eau calculé par la formule suivante :

$$\% \text{massique} = \frac{m_{\text{argile}}}{m_{\text{argile}} + m_{\text{eau}}}$$

On a utilisé des suspensions de 1, 2 et 3 g d'argile dans 100g de masse totale (argile + eau)

Les résultats montrent que la valeur au bleu ramenée à 1g par 100 g d'argile diminue en fonction du pourcentage massique. Cette diminution suit approximativement une loi linéaire.

Les valeurs au bleu correspondant à un pourcentage massique de 1% d'argile purifiée séchée à l'étuve, ont été reportées sur la figure 9. Les résultats montrent que la valeur au bleu de l'argile séchée à l'étuve pour une concentration massique de 1%, correspond à la valeur au bleu pour les argiles lyophilisées, pour les concentrations massiques suivantes : 1,54 % (MBA<sub>p</sub>) 1,44 % (AVR<sub>p</sub>), 1,33% (I<sub>p</sub>), 1,82% (I/S<sub>p</sub>) et 1,77 % (S<sub>p</sub>).

On peut considérer qu'une augmentation du pourcentage massique entraîne un réarrangement des feuillets exfoliés qui diminue l'accessibilité aux surfaces développées par les feuillets d'argile.

## 5. Conclusion

L'étude de l'influence des paramètres expérimentaux sur la détermination de la capacité d'échange cationique et de la surface spécifique à partir de l'essai au bleu de deux formations argileuses de la région parisienne comparées à celles d'une smectite, d'une illite et d'un interstratifié smectite/illite a permis de conclure que :

- la valeur au bleu des matériaux argileux augmente avec le temps de dispersion et se stabilise aux alentours de 24 h (Figure 7).
- le séchage par lyophilisation permet un meilleur accès aux surfaces développées par les minéraux argileux, en comparaison avec le séchage en étuve (Figure 8).
- la concentration massique de la suspension intervient également : plus celle-ci est forte, plus l'accès aux surfaces des minéraux argileux est difficile et plus la valeur au bleu diminue (Figure 9).
- les matériaux bruts ou purifiés suivant un protocole bien précis, présentent qualitativement le même comportement : une augmentation de la valeur au bleu avec le temps de dispersion. Bien évidemment, d'un point de vue quantitatif, ces valeurs sont nettement plus importantes pour les argiles purifiées que pour les argiles brutes, pour un temps de dispersion donné ;
- la mixité des feuillets des minéraux argileux interstratifiés ou des mélanges d'argiles, influent sensiblement sur les résultats. En effet, la présence d'illite et /ou de kaolinite retarde l'accessibilité aux feuillets gonflants de smectite pour un temps de dispersion inférieur à 24 h. Ces travaux montrent, dans l'essai d'adsorption de bleu de méthylène, d'une part que les paramètres expérimentaux, mode de préparation des échantillons, concentration massique et temps de dispersion de la suspension, sont importants. D'autre part que l'influence de ces paramètres est fonction du type de minéraux argileux présents dans le sol.

En conséquence, le mode opératoire habituel de l'essai au bleu permet seulement une mesure, par défaut de la surface spécifique. Dans un sol naturel, la surface spécifique réelle, accessible aux solutions interstitielles, peut donc être significativement supérieure à celle calculée à partir de l'essai au bleu.

## Remerciements

Ces travaux ont été réalisés dans le cadre du projet de recherche : « Aléa et risque sécheresse » soutenu par la Fondation MAIF, du projet ARGIC : « Analyse du retrait-gonflement et de ses incidences sur les constructions » soutenu par l'ANR et de la fiche recherche « Sécheresse géotechnique et bâti » du Réseau de recherche sur le développement durable, soutenu par la région Ile-de-France.

## Références

- AFNOR. 1993. *Sols : Reconnaissance et Essais – Détermination des limites d'Atterberg – Limite de liquidité à la coupelle – Limite de plasticité au rouleau*. Association Française de Normalisation.
- Brindley G.W. et Brown G. 1980. *X-ray diffraction procedures for clay mineral identification*. In: *Crystal structures of clay minerals and their X-ray identification*. Mineralogical Society. London. pp. 305-359.
- Caillère S., Henin S., Rautureau M. 1982. *Minéralogie des argiles*. Tomes I & II. Masson, Paris.
- Carter D.L., Heilman M.D., Gonzalez C.L. 1965. *Ethylene glycol monoethylether for determining surface area of silicate minerals*. Soil Science. Vol. 100 n°5, pp. 356-360.
- Carter D.L., Mortland M.M., Kemper W.D. 1986. *Specific surface*: in *Methods of soil analysis, Part I. Physical and mineralogical methods*: 2nd ed. A. Klute ASA publication 9, Madison, Wisconsin, pp. 413-423.
- Charlet L. et Schlegel M. 1999. *La capacité d'échange des sols. Structure et charges à l'interface eau-particule*. CR. Acad. Agric. Fr., Vol. 85 n° 2, pp.7-24
- Chen F.H. 1988. *Foundations on expansive soils. Developments in Geotechnical Engineering*. Vol 54, Elsevier publishing Co., Amsterdam, 464 p.
- Clément C. 1988. *Etude de coulis hydrauliques pour la rétention de cations polluants : Pb, Cd, Hg, Sr, Cs*. Thèse de Doctorat de l'Ecole Supérieure des Mines Paris. pp. 40.
- Dixon J.B. et Weed S.B. 1977. *Minerals in soil environments*. Soil Science Society of America USA, 1976. NJ, US Patent, vol. 3, n°3 976. pp. 598.
- Drits V.A et Tchoubar C. 1990. *X ray diffraction by disordered lamellar structures: theory and application to microdivided silicates and carbons*. 371 p. Spinger Verlag, New-York, Berlin, Heidelberg.
- Glaser R. et Mering J. 1968. *Domaine d'hydratation homogène des smectites*. Compte Rendue d'Académie des Sciences. Paris. 267 Série D, pp. 463-466.
- Green-Keely R. 1957. *The montmorillonite minerals*. In: R.C. Mackenzie (Ed.), *The differential thermal investigation of clays*, Mineralogical Society, London.
- Grim R.E. 1962. *Applied clay mineralogy*. McGraw-Hill Book Company, INC, London.
- Hang P.T. et Brindley G.W. 1970. *Methylene blue adsorption by clays minerals*. Clays and clay minerals, Vol. 18, pp.203-212.
- Heilman M.D., Carter D.C., Gomzales C.L. 1965. *Ethylene glycol monoethylether (EGME) technique for determining soil-surface area of silicate minerals*. Soil Science, n° 100, pp. 409-413.
- Lambe T.W. et Whitman R.V. 1973. *Description of an assemblage of particules*. pp. 29-39; Normal stress between soil particles. pp. 52-60 in : *Soil Mechanics*. Wiley & Sons, New York.
- Laribi S., Fleureau J.M., Grossiord J.L., Ariguib N. 2006. *Effect of pH on the rheological behavior of pure and interstratified smectite clays*. Clays and Clay Minerals, n°54, pp. 29-37.
- Mitchell J.K. 1993. *Fundamentals of soil behaviour*. 2nd ed. Wiley & Sons, New York.
- Mouroux P. et Margon P. Pinte J.C. 1989. *La construction économique sur sols gonflants*. Manuels et Méthodes, 14, BRGM éditions, France.
- Oinuma K. et Hayashi H. 1968. *Infrared spectra of clay minerals*. J. Tokyo Univ., Gen. Educ. (Nat. Sci.) n°9, pp. 57-89.

Reynolds R. C. 1980. *Interstratified clay minerals*. In Crystal structure of clay minerals and their X-ray identification, G.W. Brindley and G. Brown, eds., Mineralogical Society, London pp. 249-303.

Source Clays Repository : <http://cms.lanl.gov>

Tessier D. 1991. *Behaviour and microstructure of clay minerals: in soil colloids and their associations in aggregates*. M.F De Boodt, M.H.B. Hayes, and A. Herbillon, eds, Plenum Press, New York, pp. 387-415.

Tran N.L. 1977. *Un nouvel essai d'identification des sols : l'essai au bleu de méthylène*. Bulletin de liaison. LCPC N°88. pp. 136-137

Tran N.L. et Millon-Devigne. P. 1984. *L'essai de bleu de méthylène turbidimétrique*. Bulletin de l'Association Internationale de Géologie de l'Ingénieur. N°29. pp. 453-456.

Van Olphen H. 1977. *Introduction to clay colloid chemistry*. Wiley and Sons, New York, 2<sup>nd</sup> edition.

Weir A.H. et Greene-kelly R. 1962. *Beidellite*. American Mineralogist. n° 47, pp.137-146.

## Liste des tableaux

Tableau 1 : Composition chimique (% d'oxydes) et surface spécifique externe de S et de I  
d'après Source Clays Repisotry

	S	I
SiO <sub>2</sub>	62,90	49,30
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	19,30	24,25
FeO	0,12	0,55
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	3,85	6,44
MgO	2,80	2,53
MnO	0,01	0,03
TiO <sub>2</sub>	0,16	0,55
Na <sub>2</sub> O	1,54	0
CaO	1,80	0,43
K <sub>2</sub> O	0,56	7,83
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,06	0,08
CO <sub>2</sub>	1,33	
Perte au feu	5,10	8,02
Total	99,5	100,01
Surface externe : S <sub>BET</sub> (m <sup>2</sup> /g)	31,82	40,10

Tableau 2 : Composition chimique (% d'oxydes) et propriétés physico-chimique de I/S et I/Sp (I/S purifiée) d'après Laribi et al. (2006).

	I/Sp	I/S
SiO <sub>2</sub>	57	56
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	16	11
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	5,0	4,4
MgO	2,6	3,3
TiO <sub>2</sub>	0,51	0,59
Na <sub>2</sub> O	3,2	2,7
CaO	3,6	5,7
K <sub>2</sub> O	1,1	1,3
Perte au feu	11	15
Total	100	99
Capacité d'échange cationique (meq/100g)	70	31
Surface spécifique totale (m <sup>2</sup> /g)	591	406
% de minéraux	88% Smectite 12 % Illite	60% Smectite 10% Illite 10% Zeolite 5% Quartz 15% Calcite w <sub>P</sub> = 61 % w <sub>L</sub> = 154 % I <sub>p</sub> = 93 %
Limites d'Atterberg		

Tableau 3 : Caractérisation géotechnique de AVR et de MBA

	AVR	MBA
Teneur en carbonate (%)	12,6	64,4
Teneur en matière organique (%)	0.12	0.46
Surface spécifique totale (m <sup>2</sup> /g)	170	101
Limite de liquidité w <sub>L</sub> (%)	75	86
Limite de plasticité w <sub>P</sub> (%)	40	44
Indice de plasticité I <sub>p</sub> (%)	35	42
Fraction < 2 μm	84	89

Tableau 4 : Minéraux présents dans les matériaux étudiés

S		I		I/S		AVR		MBA	
S	S <sub>p</sub>	I	I <sub>p</sub>	I/S	I/S <sub>p</sub>	AVR	AVR <sub>p</sub>	MBA	MBA <sub>p</sub>
SM	SM	IL	IL	SM	SM	SM	SM	SM	SM
Q		Q		IL	IL	IL	IL	IL	IL
C		C		Z		K	K	K	K
				Q		Q		Q	
				C		C		C	

SM : smectite, IL : illite, K : kaolinite, Q : quartz, C: carbonates, Z: zéolite

## Liste des figures

Figure. 1 : Diffractogramme des rayons X de l'argile AVR<sub>p</sub>

Figure. 2 : Diffractogramme des rayons X de l'argile MBA<sub>p</sub>

Figure. 3 : Spectres infra-rouge (IR) des argiles AVR et de MBA

Figure. 4 : Thermogramme de l'argile AVR

Figure. 5 : Thermogramme de l'argile MBA

Figure. 6 : Variation de la valeur au bleu en fonction du temps de dispersion des argiles pures

Figure 7 : Variation de la valeur au bleu en fonction du temps de dispersion des argiles brutes

Figure 8 : Influence du mode de séchage sur la valeur au bleu des argiles purifiées

Figure 9 : Influence du pourcentage massique sur la valeur au bleu des argiles purifiées

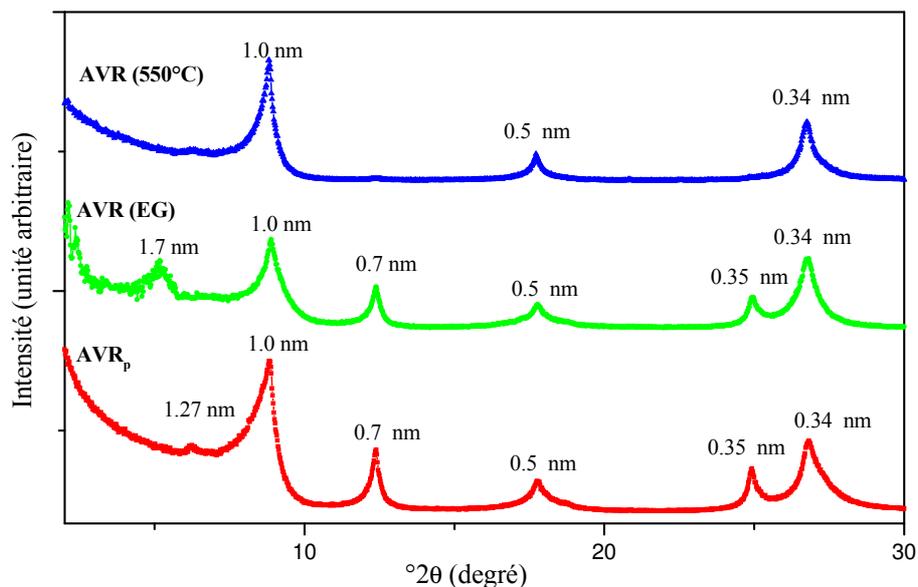


Figure 1 : Diffractogrammes de rayons X de l'argile AVR<sub>p</sub>

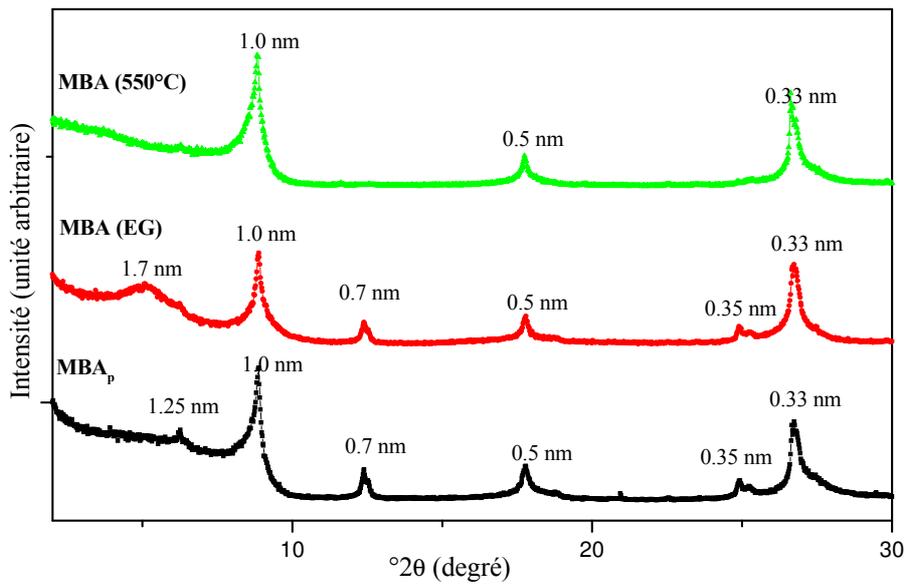


Figure 2 : Diffractogrammes de rayons X de l'argile MBA<sub>p</sub>

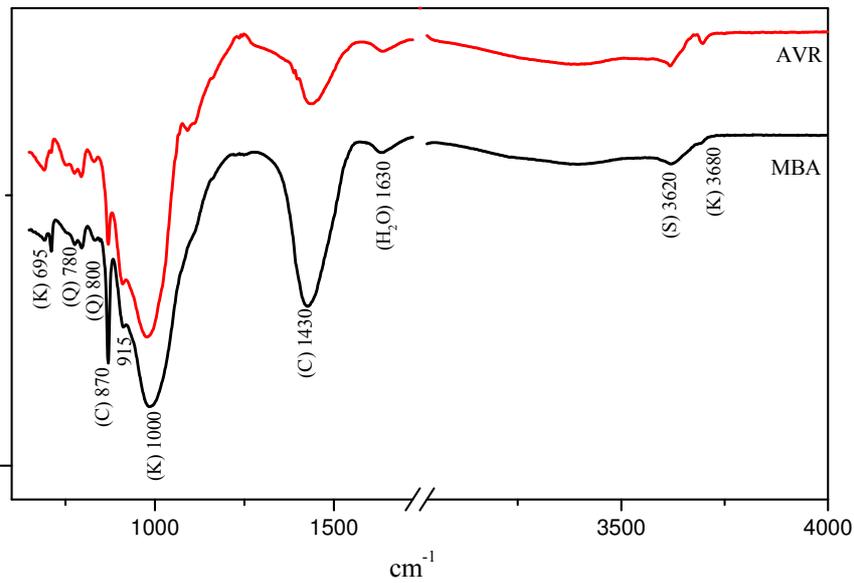


Figure 3 : Spectres infra-rouge (IR) des argiles AVR et de MBA

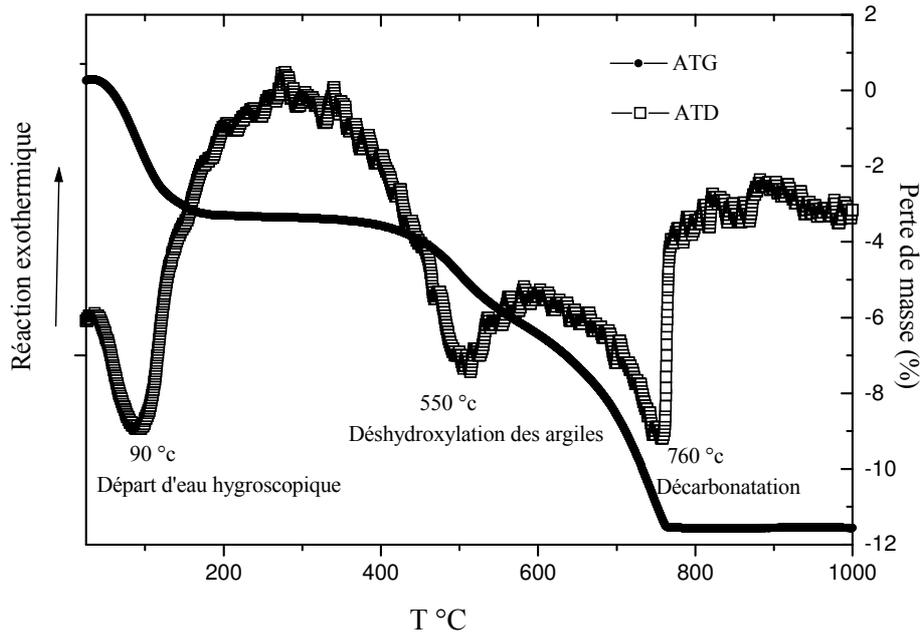


Figure 4 : Thermogramme de l'argile AVR

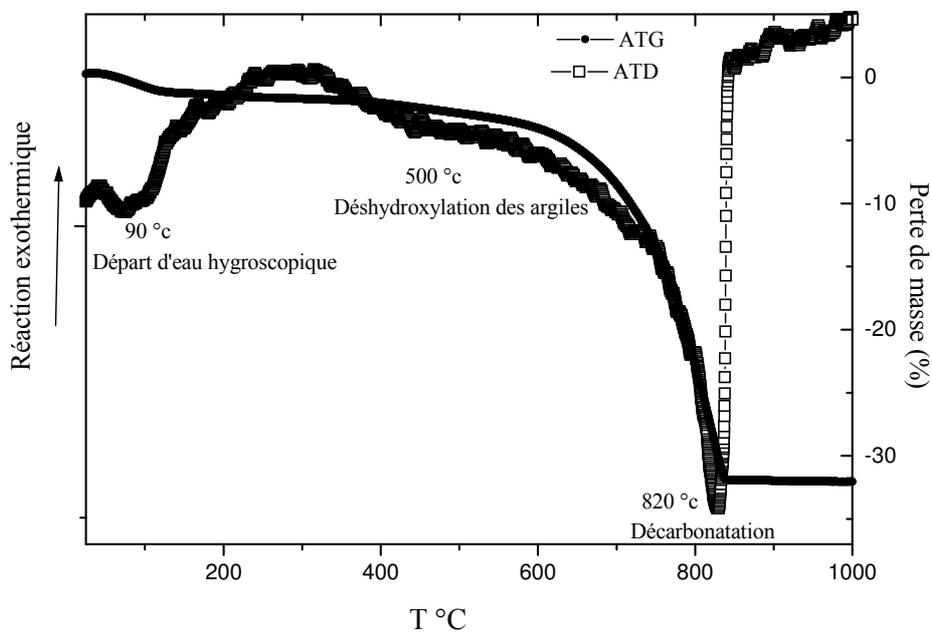


Figure 5 : Thermogramme de l'argile MBA

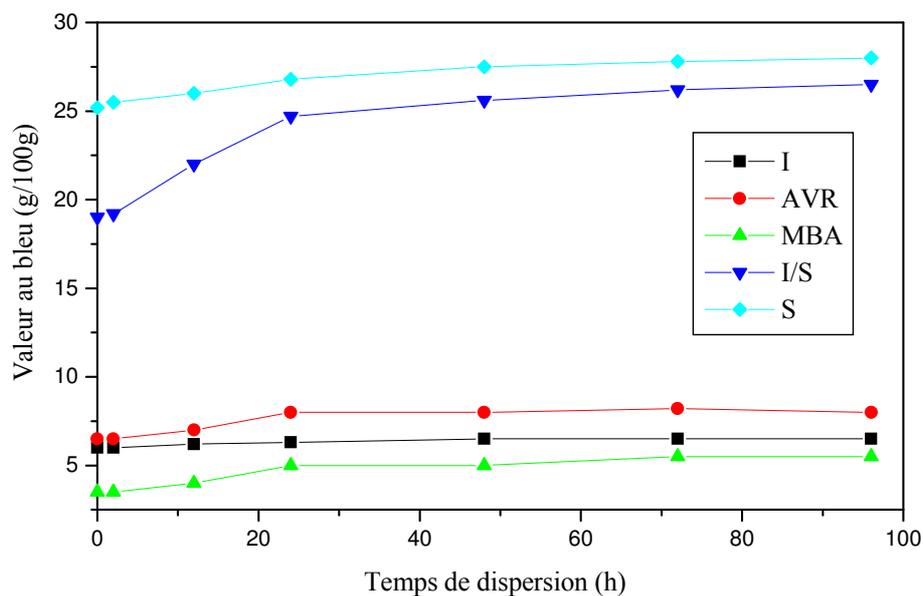


Figure 6 : Variations de la valeur au bleu en fonction du temps de dispersion des argiles brutes

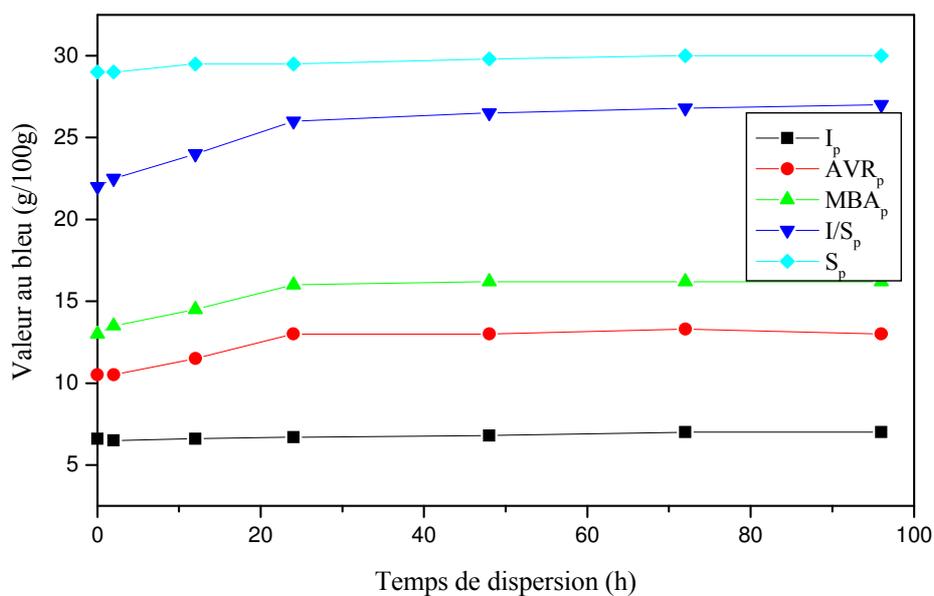


Figure 7 : Variations de la valeur au bleu en fonction du temps de dispersion des argiles purifiées

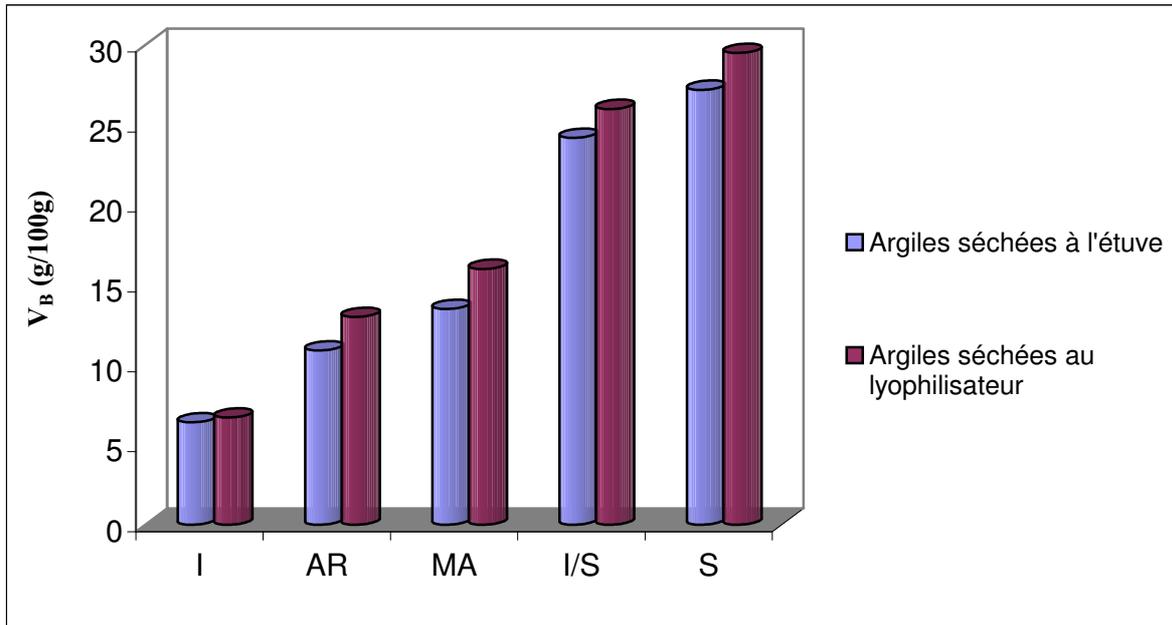


Figure 8 : Influence du mode de séchage sur la valeur au bleu des argiles purifiées

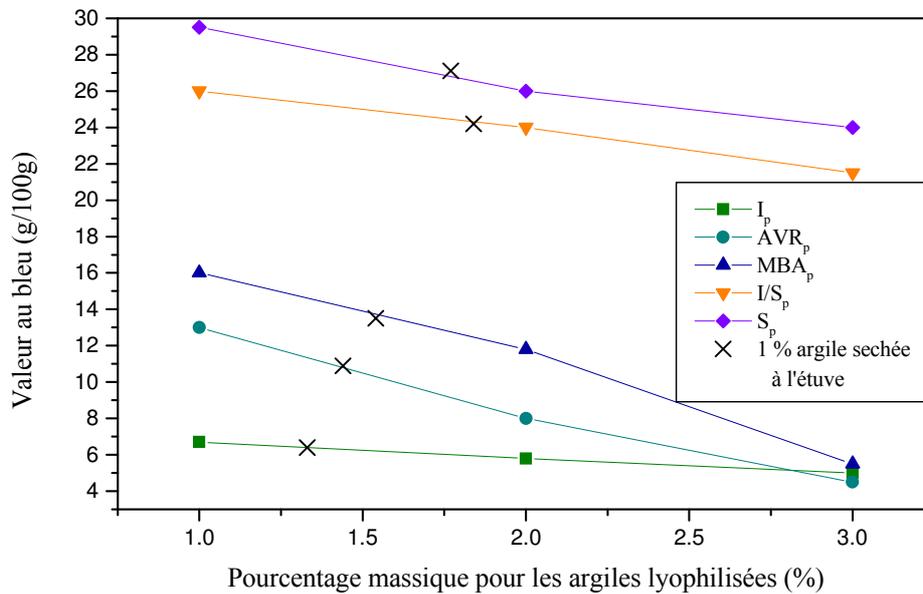


Figure 9 : Influence du pourcentage massique sur la valeur au bleu des argiles purifiées (Symboles I<sub>p</sub>, AVR<sub>p</sub>, MBA<sub>p</sub>, I/S<sub>p</sub> et S<sub>p</sub> pour les argiles lyophilisées, symbole « X » pour ces mêmes argiles séchées à l'étuve et pour des suspensions de concentration massique de 1%)



## 4 RFG 4

# La prévention des risques liés à la sécheresse géotechnique : une expérience transposable à d'autres aléas naturels

## Risk prevention related to shrink/swell hazard: an experience useful for other natural hazards

Marcel Toulemont\*, Roger Cojean\*\*

\* Géologue, ex-Chargé de mission au MEDD, DPPR  
49 boulevard de Port-Royal, 73013 Paris, [m.toulemont@wanadoo.fr](mailto:m.toulemont@wanadoo.fr)

\*\* Centre de Géosciences, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris  
Université Marne-la-Vallée; Bât IFI, 5 Bd Descartes; Champs-sur-Marne  
77454 Marne-la-Vallée cedex 2, [roger.cojean@ensmp.fr](mailto:roger.cojean@ensmp.fr)

### Résumé

Cette Note présente un point de vue sur l'expérience acquise dans l'analyse et la cartographie de l'aléa sécheresse géotechnique, la mise en oeuvre de politiques de prévention des risques associés, l'information apportée aux différents acteurs de l'acte de construire ainsi qu'aux particuliers sur le sujet du retrait-gonflement des sols argileux. Elle se conclut par une ouverture vers des préoccupations de prévention relatives à d'autres aléas naturels, considérés dans la perspective du changement climatique global.

**Mots-clés :** aléa sécheresse géotechnique, retrait-gonflement, sols argileux, cartographie, prévention, information, changement climatique global.

### Abstract :

This Note presents a point of view concerning the experience obtained in the analysis and mapping of natural hazards related to soil shrinking and swelling, the implementation of the adapted risk prevention policy, the information brought to people and different specialists involved in the field of construction when shrink/swell hazards are concerned. A conclusion is drawn for other natural hazards and prevention policies with a particular look to the global climatic change in progress.

**Keywords :** drought hazard, soil shrinking and swelling, clayey soils, mapping, prevention, information, global climatic change

## 1. Introduction

La Journée technique organisée le 18/01/2007, conjointement par le Comité Français de Géologie de l'Ingénieur et de l'Environnement (CFGI) et le Comité Français de Mécanique des Sols et de Géotechnique (CFMS), sur le thème de la sécheresse géotechnique a montré l'actualité des préoccupations scientifiques et techniques relatives à ce sujet, pour des domaines relevant de la géologie, de l'engineering geology et de la géotechnique, de la construction sur sols argileux et de la prévention des risques. L'importance des dommages dus aux phénomènes de retrait/gonflement des sols argileux depuis 1989 et la quasi-certitude de leur renouvellement en cas de nouveaux épisodes de sécheresse intense et durable, ont conduit à la mise en œuvre d'une politique de prévention destinée à réduire le niveau de sinistralité. Cette politique de prévention est aujourd'hui encore en cours d'adaptation dans un contexte naturel et technique d'une grande complexité. Cet article est un point de vue que les auteurs ont tenté de placer dans le cadre du changement climatique global.

## **2. Un bref historique de la démarche de prévention et d'information concernant la sécheresse géotechnique**

Les processus de retrait-gonflement des sols argileux font l'objet de travaux de recherche scientifique depuis de longues années : caractérisation des facteurs de prédisposition, identification des facteurs déclenchants, recherche d'indicateurs de sécheresse géotechnique pertinents. Les retours d'expériences et résultats d'expertises techniques sur le sujet de la sécheresse géotechnique apportent leur contribution à ces recherches. On ne citera, à titre d'exemple que quelques références sur ce sujet : Philipponnat (1991), Vandangeon (1992), Al-Rawas et al. (2006).

Les principales périodes de sécheresse ayant entraîné des dommages au bâti clairement identifiés sont connues : période 1989/1992, période 1996/1997, année 2003. De 1989 à 2002, le coût global d'indemnisation (dans le cadre du régime d'indemnisation Catastrophes Naturelles ou Cat-Nat) a été de 3,3 milliards d'euros, selon la CCR (Caisse Centrale de Réassurance), en deuxième poste de dépenses après les indemnisations concernant le risque inondation. La profession s'est très tôt intéressée à ce sujet technique avec différentes actions entreprises sous l'égide des ministères de l'environnement ou de l'écologie.

Ainsi, il faut rappeler que l'Agence Qualité Construction (AQC) a fait réaliser en 1990, par un réseau d'experts, une enquête statistique sur 356 bâtiments sinistrés, afin de préciser les causes de pathologie des maisons individuelles. En 1991, le CEBTP (Centre expérimental de recherches et d'études du bâtiment et des travaux publics) a réalisé une enquête sur 412 bâtiments endommagés par la sécheresse géotechnique. Ces études ont permis d'identifier le profil de la construction sinistrée. Il s'agit d'une maison individuelle en rez-de-chaussée (72%), avec dallage sur terre plein (68%), fondée entre 0,40 m et 0,80 m de profondeur (77%), sur un sol argileux (97%) et avec des arbres à proximité (30%). Il en a résulté, sous l'égide des organismes : AQC, APSAD, AFAC, CCR et FNB, l'édition d'un guide pratique sur « La détermination des solutions adaptées à la réparation des désordres des bâtiments provoqués par la sécheresse » (CEBTP, 1991). La Revue Française de Géotechnique a publié un article consacré au retrait-gonflement des argiles dans le N° 57 (octobre 1991) puis un ensemble de cinq articles dans le N° 58 (janvier 1992) passant en revue les aspects scientifiques et techniques du problème et présentant les conditions d'application de la loi du 13 juillet 1982 sur l'indemnisation des victimes des catastrophes naturelles.

En 1993, la Direction de la Prévention des Pollutions et des Risques (DPPR) du Ministère de l'Environnement a publié, à la Documentation Française, un guide de prévention

« Sécheresse et construction » (DPPR, 1993) présentant des recommandations à l'usage des constructeurs et énonçant les principes d'une cartographie de l'aléa et du risque sécheresse géotechnique. Ce guide, tiré à 5000 exemplaires, a été transmis en 1998 aux préfets des départements concernés et à l'ensemble des maires des communes reconnues sinistrées par arrêté interministériel portant constatation de l'état de catastrophe naturelle. En 1993, la DPPR a établi un document présentant la méthodologie d'une cartographie de l'aléa « sensibilité des sols à la sécheresse » et la carte correspondante au 1/1.000.000. Quatre classes d'aléa étaient distinguées, prenant en compte les caractéristiques lithologiques et géotechniques des formations géologiques ainsi que leur degré d'homogénéité et prenant appui sur l'analyse en retour des conséquences des événements « sécheresse géotechnique » disponibles à cette époque, au vu des dossiers des communes reconnues sinistrées par arrêté interministériel dans le cadre du régime d'indemnisation Cat-Nat. Les auteurs de cet article, à l'origine de cette cartographie, ont ensuite publié un article synthétique dans la revue Mappemonde (Toulemont et al., 1994).

En 1995, dans le cadre de la procédure spécifique de prise en compte des risques dans l'aménagement du territoire, au plan règlementaire, la DPPR du Ministère de l'Ecologie et du développement durable (MEDD) a lancé la réalisation des Plans de Prévention des Risques Naturels (PPRN). A la suite des sécheresses pluriannuelles de 1989-1992, de 1996-1997, puis de la canicule de 2003, le MEDD a mandaté le BRGM afin d'établir la cartographie départementale de l'aléa retrait-gonflement au 1/50 000ème sur la France entière (Vincent, 2003).

Les assureurs ont aussi progressivement apporté leur contribution à cette démarche d'information (MAIF, 2000, FFSA et GEMA, 2001).

Le Comité Français de Géologie de l'Ingénieur et de l'Environnement (CFGIE) a réalisé plusieurs séances techniques relatives au thème des sols sensibles à la sécheresse : en janvier 1991, sur le thème « Sécheresse, terrains argileux et fondations », puis en janvier 2003, sur le thème « Sols sensibles à l'eau, retours d'expérience ». En janvier 2007, une journée technique CFGIE-CFMS était organisée sur le thème « Sécheresse géotechnique », accueillant plus de 150 participants.

En Grande Bretagne, où la sécheresse de 1976 a occasionné des sinistres importants, une profondeur minimum de fondation de 1 mètre a été immédiatement rendue obligatoire pour les maisons individuelles. En France, malgré son intensité, cette sécheresse n'avait occasionné que peu de dommages du fait de sa brièveté, 4 mois environ, et de la faible profondeur de l'assèchement.

Il n'y a pas eu, par la suite, de modification des textes normatifs DTU 13-12 relatifs à la profondeur hors gel (0,50 m en zone tempérée) en dépit de la sécheresse géotechnique qui, depuis 1989, a constitué le premier facteur de pathologie des maisons individuelles. Cependant l'établissement des PPR Sécheresse géotechnique et la définition d'un règlement adapté à ce type d'aléa reste aujourd'hui encore un sujet de concertation entre spécialistes.

L'importance des dégâts immobiliers durant les dernières décennies et les risques de nouvelles périodes de sécheresse ont conduit à prendre en compte la nécessité d'une politique d'information volontariste en direction des collectivités territoriales, compte tenu de leur responsabilité en matière de prévention.

Depuis la loi du 30 juillet 2003 relative à la prévention des risques technologiques et naturels, les maires doivent en effet informer périodiquement, tous les 2 ans, la population dans le cas de l'existence d'un PPR, pour une meilleure prise en compte des mesures de prévention. En situation d'attente de réalisation de PPR, il a été jugé important de signaler à l'ensemble des maîtres d'ouvrage, constructeurs de pavillons, professionnels du bâtiment, les dispositions de

prévention et de protection des constructions par une information systématique et des actions de communication adaptées. C'est pourquoi le MEDD a décidé en 2004 de conduire des actions concertées avec l'Agence Qualité Construction (AQC) dont la mission essentielle est de réduire la sinistralité de 30% dans les années à venir et d'améliorer la qualité des constructions. L'AQC informe, sensibilise et motive l'ensemble des professionnels engagés dans l'acte de construire en leur faisant connaître les dispositions techniques d'ordre préventif spécifiques au phénomène de retrait-gonflement des sols argileux. L'AQC a produit à cet effet :

- une plaquette d'information sur la prévention de ces désordres qui s'adresse à l'ensemble des lotisseurs, maîtres d'œuvre, constructeurs, contrôleurs techniques et géotechniciens ;
- un diaporama « sécheresse et constructions sur sol argileux : nouvelles règles préventives ».

Un programme de plus de 10 rencontres interprofessionnelles régionales destinées aux professionnels et notamment aux constructeurs de maisons individuelles a été organisé et va être poursuivi. Les participants, de 100 à 200 par réunion, ont exprimé leur grande satisfaction à l'issue de ces réunions, ayant tout particulièrement apprécié le débat sur les dispositions constructives locales.

### **3. Des sols sensibles au retrait-gonflement sous toutes latitudes**

Les sols sensibles au retrait-gonflement ou sols gonflants (expansive soils) sont connus pratiquement dans toutes les régions du monde, les dommages aux constructions étant souvent très spectaculaires dans les régions arides et semi-arides. Les phyllosilicates de la famille des smectites ou d'autres minéraux argileux de la famille des interstratifiés (illite-smectite, ...) sont toujours présents dans ces sols et leur confèrent un fort potentiel de gonflement et de retrait. Dans le cas des pays de climats tropicaux secs (régions désertiques ou semi-désertiques) et méditerranéens, où l'état de référence des sols est généralement un état de sol sec la plus grande partie de l'année, la sollicitation hydrique à l'origine des dommages est représentée le plus souvent par un apport d'eau inhabituel, générateur de processus de gonflement des sols argileux avec les dommages au bâti qui en résultent. Dans le cas des pays de climats tempérés océaniques ou continentaux, où l'état de référence des sols est un état de sol humide, la sollicitation hydrique à l'origine des dommages est le plus souvent un assèchement des sols en surface, sollicitation d'origine climatique ou liée à l'action de la végétation, génératrice de processus de retrait des sols argileux avec les dommages au bâti qui en résultent. Dans ces situations, même lorsque les minéraux argileux gonflants ne sont pas prépondérants dans les sols concernés, comme pour certains sols argileux en Grande Bretagne ou en France par exemple, les dommages au bâti liés à la sécheresse peuvent être très importants.

On connaît des sols sensibles au retrait-gonflement en Afrique du Sud, en Allemagne, en Argentine, en Australie, en Birmanie, au Canada, en Chine, à Chypre, à Cuba, en Espagne, en Ethiopie, en France, au Ghana, en Grande-Bretagne, en Grèce, en Inde, en Iran, en Israël, au Japon, en Jordanie, au Maroc, au Mexique, en Norvège, en Oman, en Rhodésie, en Roumanie, en Russie, en Suède, en Turquie, aux USA, au Venezuela. Certains sols gonflants sont connus sous le nom de « black cotton soils » aux USA et en Inde. Les géologues et géotechniciens sont familiers de ces types de sols, de même que les pédologues qui décrivent les vertisols, sols argileux riches en argiles gonflantes, soumis à un brassage par les

« mouvements vertiques » liés aux variations saisonnières de volume des argiles, conduisant en période sèche à la formation de fentes de retrait, en période humide à la formation, en surface, de micro-reliefs dénommés gilgai et au sein du matériau à la formation de surfaces de friction ou « slickensides » caractéristiques (P. Duchaufour, 1977 et 1984, D. Tessier, 2006).

A titre d'exemple, la Chine est l'un des pays du globe où les sols gonflants sont très largement répandus. Ils sont présents dans 20 provinces et régions occupant environ 6.000.000 km<sup>2</sup>. Le retrait-gonflement des sols argileux représente le principal phénomène naturel responsable des problèmes de construction sur fondations peu profondes et de certains glissements de terrain. Selon des estimations incomplètes, le nombre de mètres carrés inhabitables pour cause de destruction suite à un gonflement du sol serait de 10 millions de mètres carrés, soit une perte économique pour la Chine estimée à environ 1 milliard de dollars par an d'après B. Shi et al (2002). Dans des pays comme les Etats Unis, le Canada, le Mexique, la Jordanie et dans une moindre mesure le Maghreb, les sols gonflants sont aussi très répandus. La forte présence des sols gonflants constitue la cause essentielle des dégâts immobiliers, par les processus de retrait-gonflement, entraînant des coûts considérables (2 à 7 milliards de dollars aux Etats-Unis certaines années).

#### **4. Retours d'expérience actuels transposables dans le cadre du changement climatique global**

Compte tenu de la quasi certitude, selon le GIEC (Groupement d'Experts Intergouvernemental sur l'Etude du Climat), du réchauffement climatique et de ses répercussions sur les phénomènes de sécheresse, il apparaît nécessaire, par mesure de précaution, d'accélérer les mesures de prévention et de protection actuellement en cours, afin de diminuer, à l'avenir, les effets de la sécheresse (Denhez, 2005 ; Durand, 2007 ; Pour la Science, 2007 ; Sciences et Avenirs, 2007).

D'une façon générale, d'après ce rapport, la concentration de gaz à effet de serre continue d'augmenter dans l'atmosphère, principalement du fait des activités humaines (IPCC-GIEC, 2007). L'impact sur le bilan radiatif de la Terre est important. Le climat change, avec pour la période 1995-2006 : 11 des 12 années les plus chaudes depuis 1850 et une augmentation de la température moyenne à la surface du globe de 0,76°C depuis 1860, dont 0,74°C depuis 1900 et 0,20°C depuis 1990. D'ici 2100, suivant les différents scénarios possibles quant aux émissions de gaz à effet de serre, selon les prévisions des modèles et hors événement naturel exceptionnel, la température moyenne de l'air à la surface du globe devrait augmenter de 1,1 à 6,4°C par rapport à 1990. De plus des changements significatifs pourraient apparaître quant aux caractéristiques de variabilité des climats, s'agissant de la fréquence et de l'intensité de certains événements climatiques extrêmes : précipitations et sécheresse (ONERC, 2003 ; Bard E., 2006 ; IPCC-GIEC, 2007).

On peut donc craindre, sous les latitudes des pays tempérés, que des processus actuellement connus mais se présentant avec de faibles intensités et des effets limités, viennent à se développer dans le futur avec de plus fortes intensités et des effets autrement dommageables, analogues à ce qui est observé aujourd'hui sous de plus basses latitudes.

Ce rapport signale aussi que le niveau des océans augmente, principalement par dilatation thermique des océans et fonte des glaces des inlandsis et des glaciers de montagne. Du fait de la grande inertie thermique des océans et de la lenteur de la fonte des glaces, cette montée des eaux se réalisera continûment pendant des siècles, même si le réchauffement était aujourd'hui maîtrisé. Le niveau des mers a monté en moyenne de 1,8 mm/an entre 1961 et

2003 et de 3,1 mm/an de 1993 à 2003. L'augmentation totale durant le XXème siècle est estimée à 0,17 m (Cazenave A., 2006).

Mais d'autres risques naturels peuvent être générés et accentués par les canicules estivales (type 2003) et les fortes précipitations hivernales et ils ne sont pas encore vraiment pris en compte :

- Recul du littoral principalement par submersion des côtes basses, localement par érosion des falaises, crayeuses ou argileuses, du fait de l'élévation accélérée du niveau de la mer. Des îles basses et des atolls sont voués à disparaître. Des régions de deltas seront submergées, les biseaux salés pénétreront plus avant dans l'arrière pays et contamineront les réserves en eaux douces. Les zones littorales basses constituées de marais maritimes se transformeront, les pratiques aquacoles et agricoles devront évoluer.
- Accroissement des incendies de forêt en période estivale et inondations en période hivernale.
- Baisse des nappes phréatiques superficielles et diminution des ressources en eau.
- Dépérissement agricole et forestier, eutrophisation et pollution des eaux.
- Augmentation des glissements de terrain et éboulements en rapport avec les précipitations.

En s'appuyant sur l'expérience de la sécheresse géotechnique, la même démarche générale et des mesures de prévention adaptées à chaque configuration d'aléa devraient être mises en œuvre pour ces autres risques liés au réchauffement du climat, sans attendre par mesure de précaution.

## 5. Conclusion

L'expérience acquise dans l'analyse de l'aléa sécheresse géotechnique et de ses effets sur les constructions mérite d'être confrontée aux perspectives du changement climatique global. Il faut espérer que, devant les changements à venir, les écosystèmes présenteront la résilience nécessaire pour s'adapter. Les communautés administratives et sociologiques, confrontées à un milieu naturel de plus en plus stressant, devront définir dans l'urgence les bases d'un développement soutenable. La mise en œuvre des politiques de prévention des risques, incluant l'information et la formation des citoyens, doit participer de cette réaction positive.

### Bibliographie :

- Al-Rawas A. A. & Goosen M. F. A. Ed. 2006. *Expansive soils. Recent advances in characterization and treatment*. 526p.
- AQC (Agence Qualité Construction). 2004. *Fondations de maisons individuelles. Principales pathologies* - CD Rom Pédagogique à partir d'études de cas concrets. Diaporama retrait gonflement des sols argileux et brochure d'information.
- Bard E. 2006. *L'Homme face au climat*. Collège de France, Odile Jacob éd . 446p., Paris.
- Cazenave A. 2006. *Les variations actuelles du niveau de la mer : observations et causes*. pp85- 101, in Bard E. (2006).
- Durand F. 2007. *Le réchauffement climatique en débats*. 188p. Collection Ellipse.
- FFSA et GEMA. 2001. *Fascicule sécheresse*. 24p.

- CEBTP. 1991. *Guide pratique : Détermination des solutions adaptées à la réparation des désordres des bâtiments provoqués par la sécheresse*. Sous l'égide de AQC, APSAD, AFAC, CCR, FNB. Fascicule 1 : Bases de référence. 48p., Glossaire. Fascicule 2 : Principes et méthodologie : 8p., Tableaux guides, Tableaux des solutions élémentaires, Schémas de désordres et de principe de réparation, Glossaire. Fascicule 3 : Annexes techniques, 123p. Edition SEDITTA, Paris.
- Denhez F. 2005. *Atlas de la menace climatique*. 80p. Editions Autrement. Collection Atlas/Monde.
- DPPR. 1993. *Sécheresse et construction : Guide de prévention*. 51p. La Documentation Française.
- Duchaufour P. 1977. *Pédologie. 1. Pédogénèse et classification*. Masson, 477p.
- Duchaufour P. 1984. *Pédologie*. Abrégés Masson, 220p.
- IPCC – GIEC. 2007. *Climate Change 2007: The Physical Science Basis*. Summary for Policymakers. 18p.
- MAIF. 2000. *La méthodologie de l'expertise « sécheresse »*. 19p. et Annexes.
- ONERC (Observatoire National sur les Effets du Réchauffement Climatique en France et dans les Dom-Tom). 2003. *Conséquences du réchauffement climatique sur les risques liés aux événements météorologiques extrêmes*. Actes du Colloque du 22-23 juin 2003, ONERC, Paris, octobre 2003.
- Philipponnat G. (1991). *Retrait-gonflement des argiles, proposition de méthodologie*. Rev. Franç.Géotech. n° 57, pp. 5-22
- Pour la Science. 2007. *Dossier Climat, comment éviter la surchauffe*, janvier/mars 2007. 120p.
- Revue Française de Géotechnique n°57. octobre 1991.
- Revue Française de Géotechnique n°58. janvier 1992.
- Sciences et Avenir. 2007. *Le réchauffement climatique*. 82p.
- B. Shi, H. Jiang, Z. Liu, H.Y. Fang. 2002. *Engineering geological characteristics of expansive soils in China*. Engineering Geology 67 (2002), PP. 63-71.
- Tessier D. 2006. *Analyse comparative des politiques de prévention du risque de « sécheresse géotechnique »*. Modélisation et visualisation du phénomène. Rapport INRA. 287p.
- Toulement M., Cojean R., Faccendini J-P. 1994. *Cartographie prévisionnelle des sols sensibles à la sécheresse : un outil d'information préventive*. Mappemonde 4/94. pp2-5.
- Vandangeon P. 1992. *Exemples de sinistres en région parisienne*. Rev. Franç.Géotech. n° 58, pp. 7-14.
- Vincent M. 2003. *Retrait-gonflement des sols argileux : méthode cartographique d'évaluation de l'aléa en vue de l'établissement de PPR*. 3<sup>ème</sup> Conférence SIRNAT – Forum des Journées pour la Prévention des Risques Naturels, Orléans, janv. 2003. Actes du Colloque, 7 p.

Remerciements : Cette Note a été établie en prenant appui sur le retour d'expérience acquis par l'un des auteurs (M. Toulement) au sein du MEDD qui est remercié. De même l'AQC est remerciée pour les informations transmises.



## 5 BEGE 1

# Assessing shrink/swell properties of two argillaceous soils from the Paris Basin: a comparison of cation exchange determination methods

Saoussen Laribi, Martine Audiguier, Roger Cojean

Centre de Géosciences, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris,  
Université Marne-la-Vallée; Bât IFI, 5 Bd Descartes; Champs-sur-Marne  
77454 Marne-la-Vallée cedex 2, France

Address correspondence to this author at the Centre de Géosciences, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, Université Marne-la-Vallée; Bât IFI, 5 Bd Descartes; Champs-sur-Marne; 77454 Marne-la-Vallée cedex 2, France.  
Tel : +33 (0) 149329011 ; Fax : +33 (0) 149329128

### Abstract

A comparison between three methods of determining cation exchange capacity values has been undertaken in order to evaluate the applicability of methylene blue for characterization of clayey soils. The Argiles vertes de Romainville, Marnes bleues d'Argenteuil (two very plastic, loamy soils from the Paris Basin which are known to experience shrink/swell) were tested on natural and purified states, as well as samples of smectite, illite and interstratified illite/smectite. The results from the methylene blue, turbidimetric and cobalt hexamine methods were similar, although the methylene blue gave slightly higher values. It is concluded that the differences seen are likely to be due simply to the degree of accuracy available with the various methods. Hence the quicker and more convenient methylene blue method was realistic for use by geotechnical engineer. However, attention is drawn to the need to continue these tests to the "end point" which is some 24 hours after the solution has stabilised.

**Keywords:** Argiles vertes de Romainville. Marnes bleues d'Argenteuil. Shrink/swell. Cation exchange capacity. Methylene blue test

### Résumé

Une comparaison entre trois méthodes de détermination de la capacité d'échange de cations a été réalisée afin d'évaluer la méthode d'adsorption de bleu de méthylène pour les sols argileux. Les Argiles vertes de Romainville, les Marnes bleues d'Argenteuil (deux formations argileuses plastiques du bassin de Paris réputées pour leur aptitude au retrait-gonflement) ont

été testées en état naturel et purifié, ainsi que des échantillons de smectite, d'illite et d'interstratifié illite/smectite. Les résultats obtenus à partir de la méthode au bleu de méthylène, la méthode turbidimétrique et la méthode au cobalt hexamine sont semblables, bien que la méthode au bleu de méthylène donne des valeurs légèrement plus fortes. On conclut que les différences observées sont probablement dues au niveau de précision attaché à chaque méthode. De ce fait, la méthode d'adsorption de bleu de méthylène, plus rapide et pratique, apparaît correcte pour les caractérisations géotechniques. Cependant, l'attention est attirée sur la nécessité de poursuivre ces tests à terme, ce qui correspond à une durée de 24h après stabilisation de la solution.

Mots clés: Argiles vertes de Romainville. Marnes bleues d'Argenteuil. Retrait-gonflement. Capacité d'échange de cations. Essai au bleu de méthylène

## Introduction

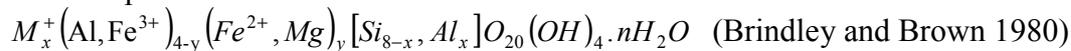
After a period of drought, clayey soils which experience shrink/swell may cause important problems with and considerable damage to foundations, with engineering structures on expansive soils suffering heave and cracking which persists even when the weather returns to normal. In view of the major economic impact, the identification of clays with a shrink/swell potential and an understanding of the swelling phenomenon are essential in order to predict and avoid such problems.

Geotechnical engineers use the term “clay” to designate particles smaller than  $2\mu\text{m}$ . This fine material (with a clay grade) may be composed of inert particles but more generally consists of hydrous silicates or aluminosilicates. Such clay minerals belong to the family of phyllosilicates and have a layered structure, with each layer composed of two more or less continuous tetrahedral sheets (T - composed of  $(\text{SiO}_4)^{4-}$ ) and octahedral sheets (O – consisting of  $(\text{AlO}_6)^{3-}$ ) which can also contain either  $\text{Al}^{3+}$ ,  $\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{Fe}^{2+}$  or  $\text{Mg}^{2+}$  cations.

There are three important groups of clay minerals:

- a) Kaolinite group: generally has no swelling potential. Its structure consists of two-sheet phyllosilicates where the T:O ratio = 1 and its ideal formula is  $\text{Si}_4\text{Al}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_8$  (Brindley and Brown 1980).
- b) Mica-like group (illites): this group has a low swelling potential and does not create important problems. The illite structure consists of three phyllosilicate sheets. The tetrahedral to octahedral ratio is 2:1 and the layer charge is  $\leq 2$  elementary charges per unit cell. It is structurally similar to smectites, but the replacement of  $\text{Si}^{4+}$  by  $\text{Al}^{3+}$  in the tetrahedron creates a large charge deficiency. This deficiency is balanced by  $\text{K}^+$  cations within the interlayer space. Its ideal formula is  $\text{K}_{<2}\text{Al}_4[\text{Si}_{>6}\text{Al}_{<2}]\text{O}_{20}(\text{OH})_4.n\text{H}_2\text{O}$  (Brindley and Brown 1980).
- c) Smectite group (montmorillonites): this group has a very high swelling potential. Its structure consists of two tetrahedral layers separated by an octahedral layer.  $\text{Si}^{4+}$  ions occupy the tetrahedral sites while the octahedral sites contain  $\text{Al}^{3+}$ . The thickness of the sheet is about 1.0 nm. Isomorphic substitutions in the tetrahedral layer (replacement of  $\text{Si}^{4+}$  ions by  $\text{Al}^{3+}$ ) and/or in the octahedral layer ( $\text{Al}^{3+}$  by  $\text{Mg}^{2+}$ ,  $\text{Mg}^{2+}$  by  $\text{Li}^+$ ) generate a negative electrical

charge on the faces of the sheets. For charge compensation, cations ( $M^+$ ) such as  $Na^+$ ,  $Ca^{2+}$  or  $Mg^{2+}$  are attracted into the interlayer space. These cations are exchangeable and can be hydrated, thus allowing the system to swell with water (Blanc and Van Damme 1995). The ideal composition of common smectites is



One of the fundamental differences between clay minerals is the amount of exchangeable cations present in the interlayer space. The property of ion exchange is of great importance near the surface of clay minerals (cation exchange capacity and specific surface area). Several studies have shown that the swelling potential of clays is related to the surface area (Low, 1980; Dasog et al 1988) and to the CEC (Al-Rawas 1998; Christidis 1998). Many researchers have also found that the CEC and the surface specific area show a linear relationship (Farrar and Coleman 1967; Tanaka and Locat 1999; Yilmaz 2006). Hence a knowledge of the CEC is necessary for calculating some parameters useful in the prediction of engineering properties. As a consequence, several methods of determining CEC values have been developed.

The first part of the paper considers the mineralogical, textural and geotechnical characterization of two argillaceous formations from the Paris region which are very sensitive to shrink/swell. It then discusses a comparison between the methylene blue stain test (often used as it provides fast results) and the turbidimetric and cobalt hexamine exchange methods in order to evaluate the applicability of the methylene blue for characterization of clayey soils.

## Materials and methods

### Materials

The samples used in this study can be divided into two groups:

1. Two argillaceous soils from the Paris region.
  - a) The green clays of Romainville “Argiles vertes de Romainville” (AVR) dated from the Lower Stampian (Rupelian, Oligocene), and
  - b) The blue marls of Argenteuil “Marnes bleues d’Argenteuil,” (MBA) dated from the Upper Ludian (Priabonian, Eocene).
2. Three clay minerals: a smectite (S), an illite (I), and an interstratified illite/smectite (I/S).
  - a) The smectite was obtained from the Source Clays Repository and referred to as Na-Montmorillonite Wyoming SWy-1. This is commonly known as bentonite.
  - b) The illite was also from the Source Clays Repository and referred to as Illite Imt-1.
  - c) The interstratified illite/smectite clay came from a deposit located on the southeastern side of the Jebel Om El Khecheb anticline in the region of Gafsa in Southwest Tunisia.

Table 1 shows the chemistry of the smectite and illite (Source Clay Repository) and Table 2 presents the chemical composition and the physico-chemical analysis of natural and purified illite/smectite (Laribi et al. 2006).

Natural soils are difficult to deal with because of the presence of impurities such as quartz and carbonates and hence they were purified by the sodium exchange method (Van Olphen 1977). In order to distinguish the purified samples, they were referred to as AVRp, MBAp, Ip, Sp and I/Sp.

As a conclusion, the following materials were considered: AVR, AVRp, MBA, MBAp, I, Ip, S, Sp, I/S and I/Sp.

### ***Preparation***

The samples were tested in both the natural and purified states. The natural material was ground with an agate mortar and sieved through a 100 µm mesh. Part of the powder was used as bulk material and the rest was purified following Van Olphen's (1977) sodium exchange method. This method involves:

- a) 1 g of natural clay is mixed with 100 ml of a sodium chloride solution (1 M).
- b) After approximately a 12-hour agitation, the suspension is centrifuged for 30 min at 3600 rpm.
- c) The supernatant liquid is removed and the deposited solids are re-suspended in an additional 100 ml of 1 M NaCl solution.
- d) The agitate-centrifuge cycle is repeated several times in order to ensure that the possible exchange of cations by sodium is complete.
- e) It is then washed with de-ionised water, followed by further centrifuging at 5000 rpm for 30 min to eliminate excess chloride ions and remove remaining impurities.
- f) Washing is repeated until the clay has a stable dispersion. At this stage, the excess chloride ions are eliminated by dialysis. A silver nitrate test is conducted to confirm the absence of Cl<sup>-</sup> ions.
- g) The suspension (fraction <2 µm) of the purified material is then freeze-dried in order to eliminate all the water from the sample.

The final product is similar to very light foam with a very low density. Laribi, Jouffrey and Fleureau (2005) show it is typically about 4 to 5 nm and does not exceed a few elementary smectite layers. The advantage of freeze-drying is that it allows better access to the surfaces of clay minerals than oven drying.

### ***Mineralogy, texture and geotechnical characterization***

The mineralogical, textural and geotechnical characterisation was determined by several methods:

- a) X ray diffraction: The X-ray diffractograms were obtained using a Philips PW1710 diffractometer with a Cu anti-cathode ( $\lambda_{CuK\alpha} = 0.154040 \text{ nm} - 0.154438 \text{ nm}$ ) at 40 kV and 20 mA. The experiments were carried out on both natural and purified powders as well as on orientated samples. For the latter tests, the slides were prepared from wet purified clay. Because of the difficulty in distinguishing between the clays in the X-ray diffractograms, the samples were both treated with ethylene glycol which causes an alteration of the lattice spacing so that the diffractogram peak changes position and also heated to 550°C which reduces the lattice spacing (Moore and Reynolds 1997).
- b) Infrared spectroscopy: The Fourier-transform infrared (FTIR) spectra were recorded with a 1000 spectrophotometer Perkin-Elmer FTIR spectrum on pressed KBr pellets. The IR spectrum ranges from 350 to 4000  $\text{cm}^{-1}$ .
- c) Thermal and thermo-gravimetric analyses (DTA-TGA): The thermograms were performed on a SETARAM TG-TDA92. The heating rate was 2°C/min and gas used was argon.
- d) Scanning electron microscopy (SEM) combined with energy dispersive X-ray analysis (EDX): SEM is the best technique to investigate the morphology of clay minerals while EDX is used to qualitatively and quantitatively analyse the elements present in a selected area of the SEM image. SEM observations were carried out on a GEOL JSM-840A microscope on two preparations:
- i) Small amounts of the freeze-dried natural powders were placed on sticky carbon tape on standard Al mounts and coated with a thin conductive layer of gold.
  - ii) The second preparation consisted of a very small amount of freeze-dried purified material, extracted from the foam directly onto a copper folding grid thus avoiding the use of any metal which could affect the charge of the material.
- e) The carbonate content was obtained using the Dietrich-Frühling calcimetre. The percentage of organic matter was established using the French standardized tests (AFNOR 2003).
- f) The specific surface area (ST) was measured using the ethylene glycol monoethyl ether method (Carter, Heilman and Gonzalez 1965).
- g) Grain size distribution analysis was carried out using a Micrometrics® Sedigraph 5100.
- h) Atterberg limits were measured with a Casagrande® apparatus following AFNOR (1993) relating to the Casagrande dish.

## Cation exchange capacity methods

The cation exchange capacity (CEC) is defined as the quantity of cations reversibly adsorbed by clay particles, expressed as milliequivalents (meq) per 100 g of dry clay mineral. In this study, the CEC was determined by three methods:

### 1. Methylene blue stain test:

In this study, the procedure followed the French Standard (AFNOR) NF P94-068 and involved the measurement of the adsorption of methylene blue by clay. This is calculated as

the “soil blue value” (VB), a parameter that measures the overall quantity of the clayey fraction expressed in g /100 g of the 0/50mm fraction of dry soil, and is given by:

$$VB = 100 \times \frac{V_i \times C_b}{M_s}$$

VB: blue value (g/100g<sub>soil</sub>)

C<sub>b</sub>: the methylene blue solution concentration

M<sub>s</sub>: weight of the soil (g)

V<sub>i</sub>: volume of the methylene blue solution used (ml)

VB is in fact correlated with the cation exchange capacity of soil particles and given by:

$$CEC (meq/100g) = VB (g/100g) / 374 \quad (\text{Clement 1988})$$

Where 374 is the molecular weight of methylene blue.

The test procedure can be briefly described as follows:

- A soil suspension is prepared and maintained in suspension by a stirrer for 15 min.
- A methylene blue solution is added to the clay suspension in unit doses of ml.
- After each addition of methylene blue, the solution is stirred and a small amount of clay suspension removed by a glass rod and dropped onto standard filter paper. This produces a dark blue stain surrounded by a colourless wet area.
- The “end point” is expected to be reached when a permanent light blue halo around the wet soil spot is formed by the unabsorbed methylene blue in excess of the amount required to replace the exchangeable cations of the clay particles (Figure 1).

Laribi et al (2007) showed that the methylene blue value of argillaceous materials increases with dispersion time and stabilizes after about 24 h. For this reason another methylene blue spot test was done on samples which had been dispersed for 24 h.

2. Cobalt hexamine exchange method: (CEC<sub>Co</sub>) at natural soil pH is determined following the French Standard (AFNOR<sub>7</sub> 1999). The CEC value is obtained directly by measuring the cobalt hexamine concentration using an ultra-violet visible spectrophotometer.

3. The turbidimetric method: following the French Standard (AFNOR 1990): “Agregates - Methylene blue value - Test with turbidimeter” in which the methylene blue (MB) molecule reacts with clays forming a turbid suspension. The scatter of light caused by this suspension is an indication of the MB concentration in the sample. Measurements are carried out on a spectrophotometer using a wavelength of 660 nm.

## Results and discussion

### Mineralogical characterization

X-ray diffractograms of AVRp and MBAp are presented in Figs 2 and 3, which illustrate the presence of smectite, illite and kaolinite in both clays.

- The presence of smectite is confirmed as the reflections at d = 1.27 nm for AVRp and 1.25 nm for MBAp move after heating at 550°C to 1.0 nm while the basal spacing

( $d_{001}$ ) is expanded to 1.7 nm in ethylene glycol (Glaser and Mering 1968; Drits and Tchoubar 1990).

- The presence of illite is shown by the presence of reflections at 1.0 nm, 0.5 nm and 0.34 nm corresponding to (001), (002) and (003) illite reflections. These are not affected by ethylene glycol and heating treatments (Brindley and Brown 1980).
- Kaolinite is highlighted by the presence of reflections (001) and (002) at 0.7 nm and 0.35 nm. They are not modified by ethylene glycol but disappear after a heating at 550°C as a consequence of the dehydroxylation of the kaolinite.

Figure 4 illustrates the infra-red spectra of both AVR and MBA as natural soils. The vibrations raised on the infra-red spectra of the two samples illustrate:

- The presence of 2/1 clay (smectite or illite) by the Al-OH stretching frequency band at 3620  $\text{cm}^{-1}$ . The deformation band at 915  $\text{cm}^{-1}$  is characteristic of dioctahedral smectites (Reynolds 1980; Dixon and Weed 1977).
- The vibration of the hydrated clay water indicated by the bands at 1630  $\text{cm}^{-1}$ .
- The presence of kaolinite by the band at 1000  $\text{cm}^{-1}$  and 3680  $\text{cm}^{-1}$  which is characteristic of the Si-O and OH lattice (Caillere, Henin and Rautureau 1982).
- The presence of calcite – note the band at 1430  $\text{cm}^{-1}$  and 870  $\text{cm}^{-1}$
- High amounts of carbonate in the sample indicated by the MBA spectrum.
- The presence of quartz – see the band at 800  $\text{cm}^{-1}$  and 780  $\text{cm}^{-1}$  in the two soils.

The AVR and MBA thermograms shown on Figure 5 and 6 reveal:

- An endothermic peak at 90°C accompanied by a weight loss shown on their TGA curves. These transformations indicate the release of adsorbed and exchangeable cation coordinate water (Dixon and Weed 1977; Caillere et al 1982).
- The endothermic peaks at 500°C and 550°C for both clays accompanied by a weight loss are related to the dehydroxylation of kaolinite and/or of beidellite (Caillere et al 1982).
- The endothermic peak at 860°C accompanied by a weight loss corresponds to the decomposition of carbonate. The MBA thermogram shows a high weight loss at this temperature which confirms the result found by the infrared technique.
- The exothermic peak at 900°C is related to the destruction and recrystallization of meta-phases of beidellite (Green-Keely 1957).

## Texture

Figure 7 shows the AVR micrographs of samples observed parallel (a) and perpendicular (b) to the bedding. Very irregular lamellae of different sizes can be seen, partly curled (c). This is probably related to the heterogeneity of the sample with smectite, illite and kaolinite present. Quartz coated with clay minerals particles can also be seen (d).

The SEM micrograph of AVRp (Fig. 8) shows superimposed and separated very fine dispersed layers indicating that the water which is normally between the layers has been eliminated and the clay is exfoliated to extremely thin mono-layers. Laribi et al. (2005) noted that this kind of preparation results in a sample thickness of only a few nanometers which are often bent with different radii of curvature due to the heterogeneity of the clay minerals present.

The MBA micrographs of samples observed parallel (a) and perpendicular (b) to the bedding, shown in Fig. 9, reveal the different morphologies of the clay particles. Pyrite particles (c) and calcite clusters (d) are observed and confirmed by EDX.

Figure 10 shows the SEM micrograph of MBAp and indicates curved, exfoliated clayey layers, which are similar to AVRp.

## Geotechnical Characterization

Table 3 shows the geotechnical results for AVR and MBA. The carbonate content in the “Marnes bleues d’Argenteuil” is 64%; much higher than in the green clays “Argiles vertes de Romainville”. However, the grain size distribution shows the clay fraction ( $< 2 \mu\text{m}$ ) is some 84% and 89% respectively.

Table 4 shows the relationship between the plasticity index and the clay fraction (Weir and Green-kelly, 1962). The  $I_p$  for the AVR clay is 35% and for the MBA clay 42%, indicating both clays have a high swelling potential if plotted using the classification of Williams and Donaldson (1980).

Figure 11 shows the two soils plotted on a Casagrande chart. As seen, they are very plastic loamy soils, falling below the A line.

## Comparisons between the three methods

Table 5 shows the cation exchange capacity values of the samples using the methylene blue (MB), turbidimetric and cobalt hexamine methods. The following observations are made:

- The CEC values determined by the MB method dispersed for about 24 h are greater than those where the samples had not been left after preparation. They are also higher than those determined by the turbidimetric and cobalt hexamine methods. This may be explained by the heterogeneity of the clay which delays the accessibility of the dye to the swelling layers for a period of up to 24 h.
- The MBA soil has the lowest CEC values determined by the different methods, probably associated with its carbonate content of 64%.
- The purified illite sample had the lowest CEC value, which can be explained by the illite structure which contains  $\text{K}^+$  ions between the tetrahedron sheets which form rigid platelets and do not expand in water.
- The natural samples gave lower values than the purified ones – presumably related to the presence of impurities. In addition, the freeze-drying of the purified samples allowed better access to the surfaces of the clay minerals.
- The two mineralogical methods (turbidimetric and cobalt hexamine) provided very similar results, generally lower than those obtained using the MB test. The difference is particularly marked in the smectite clay samples. The results are in good agreement with those obtained by Chiappone et al. (2004).

Table 6 shows the specific surface area (Ss) determined by the MB method with and without a 24 h of dispersion and by ethylene glycol. The results lead to similar conclusions to those found for cation exchange capacity:

- The MBA soil has the lowest specific surface area as determined by all the methods; purified illite has the second lowest Ss value;
- The samples dispersed for about 24 h have the highest Ss value.
- The specific surface area determined by methylene blue is distinctly higher than that obtained using ethylene glycol.

For both CEC and Ss, the difference in the results with the various methods appears to be related to the accuracy of the measurements. In view of this, the fact in the geotechnical field, the rapidity of the result and that fact that the test does not need to be undertaken in a laboratory are very important factors.

## Conclusion

The value of cation exchange capacity to indicate the shrink/swell characteristics has been considered using two natural clays from the Paris basin which are known to have shrink/swell characteristics. In order to establish the relevant properties of these clays, the three component clay minerals - smectite, illite and kaolinite - were also studied so that the significance of any impurities (such as a high carbonate content) could be assessed.

A comparison between the cation exchange capacity values determined using the methylene blue, turbidimetric and cobalt hexamine methods led to the following conclusions:

- All three methods gave similar CEC values, although the highest values were obtained using the methylene blue method and with increasing smectite content.
- The surface specific area determined by methylene blue and ethylene glycol were again similar, with the MB method giving slightly higher values.
- The observations can be explained by the degree of accuracy afforded by the different tests. With this in mind, the advantages of MB in that it is a generally quicker method which does not need to be undertaken in a laboratory, are important for geotechnical engineers. However, when using the methylene blue method, it is essential that the “end point” of the test is reached, which normally takes some 24 hours after stabilisation of the solution.

## Acknowledgements:

This work was carried out within the framework of the research project “Shrink/swell hazard and damage” supported by Fondation MAIF.

## References

- AFNOR (1990) NF P18-595. *Granulats - Valeur de bleu de méthylène - Méthode turbidimétrique*
- AFNOR (1993) *Sols. Reconnaissance et Essais – Détermination des limites d'Atterberg – Limite de liquidité à la coupelle – Limite de plasticité au rouleau*. Association Française de Normalisation
- AFNOR (1999) NF X 31-130. *Qualité des sols. Méthodes chimiques. Détermination de la capacité d'échange cationique (CEC) et des cations*
- AFNOR (2003) NF P 94-048. *Reconnaissance et Essais – Détermination de la teneur en carbonate – Méthode du calcimètre*
- Al-Rawas AA (1998) *The factors controlling the expansive nature of the soils and rocks of northern Oman*, Eng Geol 53: 327-350
- Brindley GW, Brown G (1980) *X-ray diffraction procedures for clay mineral identification*. In: *Crystal structures of clay minerals and their X-ray identification*. Mineralogical Society, London
- Caillère S, Henin S, Rautureau M (1982) *Minéralogie des argiles* Tomes I & II. Masson, Paris
- Carter DL, Heilman MD, Gonzalez CL (1965) *Ethylene glycol monoethyl ether for determining surface area of silicate minerals*. Soil Sci 100: 356-360
- Chiappone A, Marello S, Scavia C, Setti M (2004) *Clay mineral characterization through the methylene blue test: comparison with other experimental techniques and applications of the method*. Can Geotech J 41: 1168-1178
- Christidis GE (1998) *Physical and chemical properties of some bentonite deposits of Kimolos Island, Greece*. Appl Clay Sci 13: 79-98
- Clément C (1988) *Étude de coulis hydrauliques pour la rétention de cations polluants : Pb, Cd, Hg, Sr, Cs*. Thesis, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris
- Dasog GS, Acton DF, Mermut AR, DeJong E (1988) *Shrink-swell potential and cracking in clay soils of Saskatchewan*. Can J Soil Sci 68: 251-260
- Dixon JB, Weed SB (1977) *Minerals in Soil Environments*. Eds, Soil Sci Soc Am. Madison, Wisconsin, USA 948 p
- Drits VA, Tchoubar C (1990) *X ray diffraction by disordered lamellar structures: theory and application to micro-divided silicates and carbons*. Springer Verlag, New-York, Berlin, Heidelberg
- Farrar DM, Coleman JD (1967) *The correlation of surface area with other properties of nineteen British clay soils*. J Soil Sci 18: 118-124
- Glaser R, Mering J (1968) *Homogeneous hydration domains of the smectites*. C. R. Hebd. Séances Acad. Sci. 267: 436-466
- Green-Keely R (1957) *The montmorillonite minerals*, in: R.C. Mackenzie (Ed.), *The differential thermal investigation of clays*, Mineralogical Society, London
- Lambe TW, Whitman RV (1973) *Description of an assemblage of particles. Normal stress between soil particles*. Soil Mechanics. Wiley & Sons, New York
- Laribi S, Fleureau JM, Grossiord JL, Ariguib N (2006) *Effect of pH on the rheological behavior of pure and interstratified smectite clays*. Clay Miner 54: 29-37
- Laribi S, Jouffrey B, Fleureau JM (2005) *Observation of freeze-dried smectite plan views of nano-layers*. Appl Phys Lett 86: 231915
- Laribi S, Cojean R, Audiguier M, Grambin 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, 120-121: 85-93
- Low PF (1980) *The swelling of clay: II. Montmorillonites*. Soil Sci Soc Am J 44: 667-676

- Mitchell JK (1993) *Fundamentals of soil behaviour*. 2<sup>nd</sup> eds Wiley & Sons, New York
- Reynolds RC (1980) *Interstratified clay minerals, in Crystal structure of clay minerals and their X-ray identification*. Brindley GW, Brown G, eds., Mineralogical Society, London. 249-303
- Moore DM and Reynolds RC (1997) *X-ray diffraction and the identification and analysis of clay minerals*. 2<sup>nd</sup> eds Oxford University
- Source Clays Repository: <http://cms.lanl.gov>
- Tanaka H, Locat J (1999) *A microstructural investigation of Osaka Bay clay: the impact of microfossils on its mechanical behaviour*. Can Geotech J 36: 493-508
- Van Olphen H (1997) *Introduction to clay colloid chemistry*. Wiley and Sons, New York, 2<sup>nd</sup> ed.
- Weir AH, Greene-kelly R (1962) *Beidellite*. Am Miner 47: 137-146
- Williams AB and Donaldson GW (1980) *Building on expansive soils in South Africa: 1973-1980*. Proc of 4<sup>th</sup> int conf on expansive soils
- Yilmaz I (2006) *Indirect estimation of the swelling percent and a new classification of soils depending on liquid limit and cation exchange capacity*. Eng. Geol. **85**: 295-301

## TABLEAUX

Table 1: Chemical composition (% of oxides) and specific external surface of smectite (S) and Illite (I) from “Source Clays Repository”

	S	I
SiO <sub>2</sub>	62,90	49,30
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	19,30	24,25
FeO	0,12	0,55
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	3,85	6,44
MgO	2,80	2,53
MnO	0,01	0,03
TiO <sub>2</sub>	0,16	0,55
Na <sub>2</sub> O	1,54	0
CaO	1,80	0,43
K <sub>2</sub> O	0,56	7,83
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,06	0,08
CO <sub>2</sub>	1,33	
LOI	5,10	8,02
Total	99,5	100,01
External surface : S <sub>BET</sub> (m <sup>2</sup> /g)	31,82	40,10

Table 2: Chemical composition (% of oxides) and the physico-chemical properties of natural illite/smectite (I/S) and purified illite/smectite (I/Sp), from Laribi et al. (2006).

	I/S	I/Sp
<b>Composition</b>	60% Smectite 10% Illite 10% Zeolite 5% Quartz 15% Calcite	88% Smectite 12 % Illite
<b>Atterberg limits</b>	w <sub>p</sub> = 61 % w <sub>L</sub> = 154 % I <sub>p</sub> = 93 %	
<b>Cation Exchange Capacity (meq/100g)</b>	31	70
<b>Specific surface area (m<sup>2</sup>/g)</b>	406	591

Table 3: Geotechnical results of AVR and MBA

	<b>AVR</b>	<b>MBA</b>
Carbonate (%)	12,6	64,4
Organic matter (%)	0.12	0.46
Specific surface area St (m <sup>2</sup> /g)	98	50
V <sub>B</sub>	6.5	3.5
Liquid Limit w <sub>L</sub> (%)	75	86
Plastic Limit w <sub>P</sub> (%)	40	44
Plasticity Index I <sub>p</sub> (%)	35	42
< 2 μm (%)	84	89

Table 4: Geotechnical results of AVR and MBA by reference to the classification of Williams and Donaldson (1980) of swelling potential

	Plasticity Index I <sub>p</sub> (%)	< 2 μm (%)	Swelling potential
	< 18	< 30	Low
	18-22	30-60	Medium
	22-35	60-95	High
	> 35	> 95	Very High
<b>AVR</b>	<b>35</b>	<b>84</b>	
<b>MBA</b>	<b>42</b>	<b>89</b>	

Table 5: Cation exchange capacity results determined by different methods

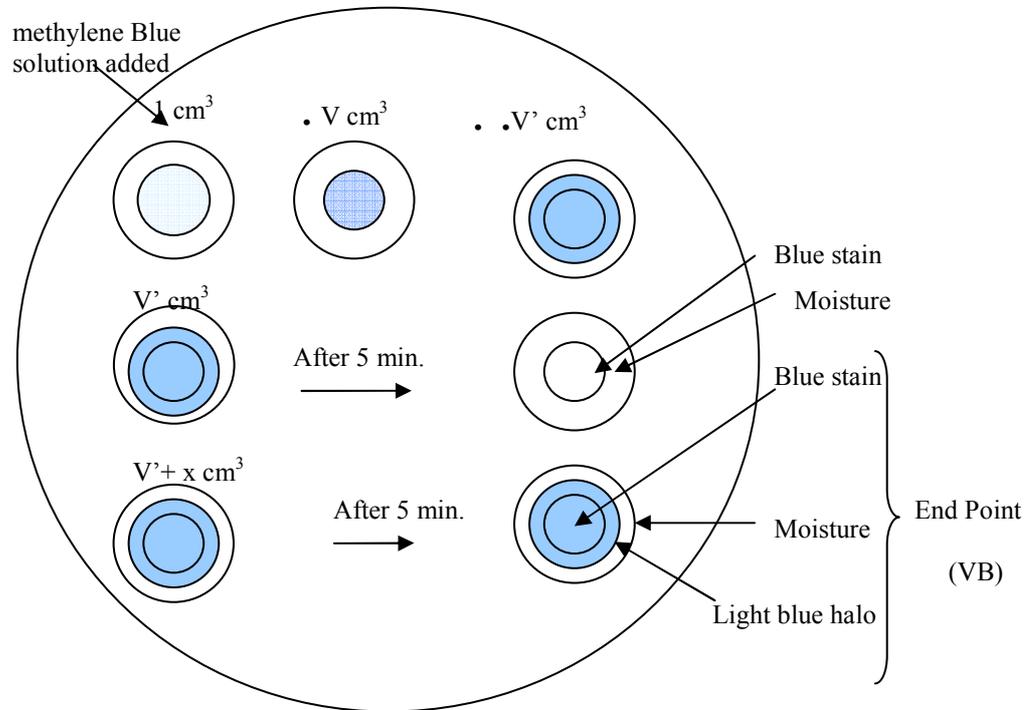
	<b>CEC MB method</b>	<b>CEC (after 24 h of dispersion) MB method</b>	<b>CEC turbidimetric method</b>	<b>CEC Cobalthexamine method</b>
<b>AVR</b>	17.38	21.40	15.4	16.2
<b>MBA</b>	9.36	13.35	8.2	9
<b>S</b>	67.38	71.65	61.22	60
<b>I/S</b>	50.80	66.04	44.78	46
<b>I</b>	16.04	16.84	15.5	15.2
<b>AVRp</b>	28.07	34.75	24.5	26.3
<b>MBAp</b>	34.76	42.78	31.55	32
<b>Sp</b>	77.54	78.87	70.3	72
<b>I/Sp</b>	62.83	69.56	55.6	58.4
<b>Ip</b>	17.65	17.92	15.8	16.5

Table 6: Specific surface area results determined by different methods

	<b>Ss</b> <b>MB method</b>	<b>Ss (after 24 h)</b> <b>MB method</b>	<b>Ss</b> <b>Ethylene glycol</b>
<b>AVR</b>	135.85	167.27	98
<b>MBA</b>	73.15	104.35	50
<b>S</b>	526.68	560	450
<b>I</b>	125.42	131.63	80
<b>I/S</b>	397.15	516.20	406
<b>AVRp</b>	219.45	271.62	140
<b>MBAp</b>	271.70	334.39	180
<b>Sp</b>	606.1	616.49	591
<b>Ip</b>	137.94	140.07	91
<b>I/Sp</b>	491.15	543.72	571

## List of captions

Fig.1. Methylene blue stain test



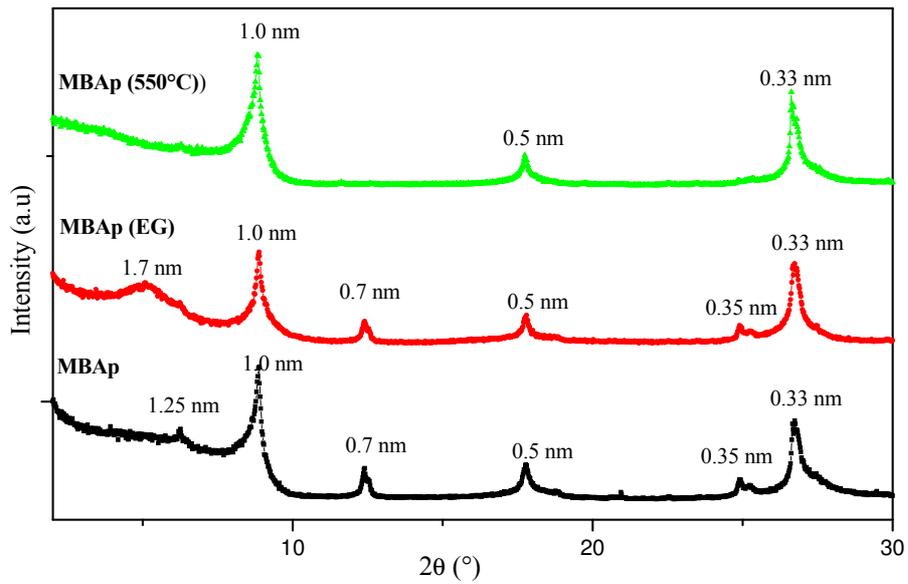


Fig.2. XRD patterns for clay minerals of purified AVR: (AVRp), glycolated (AVRp (EG)) and heated (AVRp (550°C))

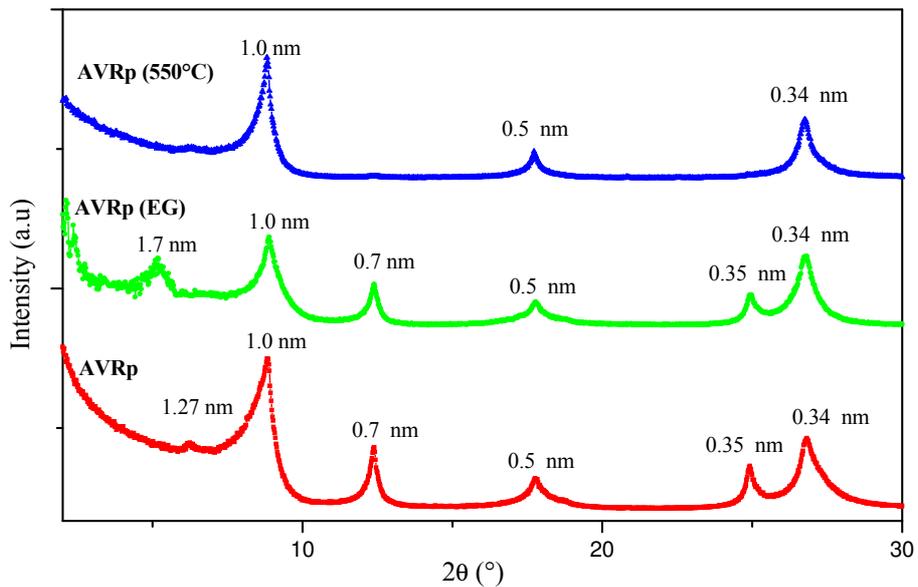


Fig.3. XRD patterns for clay minerals of purified MBA: (MBAp), glycolated (MBAp (EG)) and heated (MBAp (550°C))

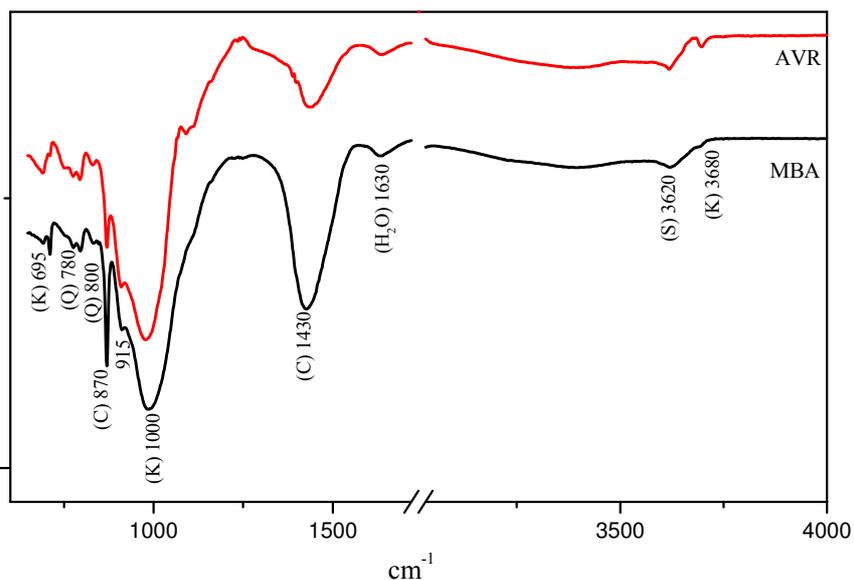


Fig.4. Infra-red spectra of natural AVR (AVR) and natural MBA (MBA)

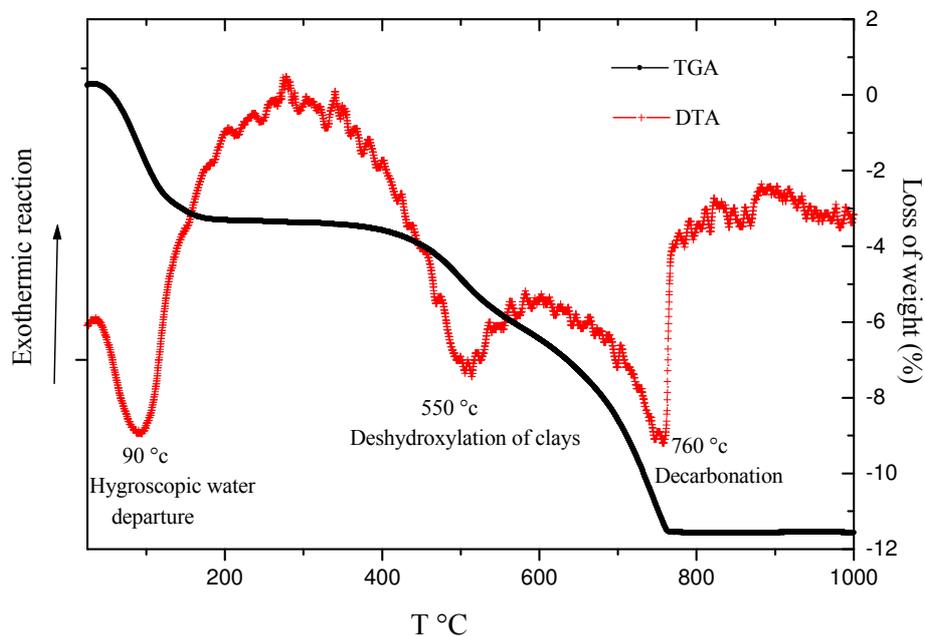


Fig.5. DTA-TGA thermogram of natural AVR (AVR)

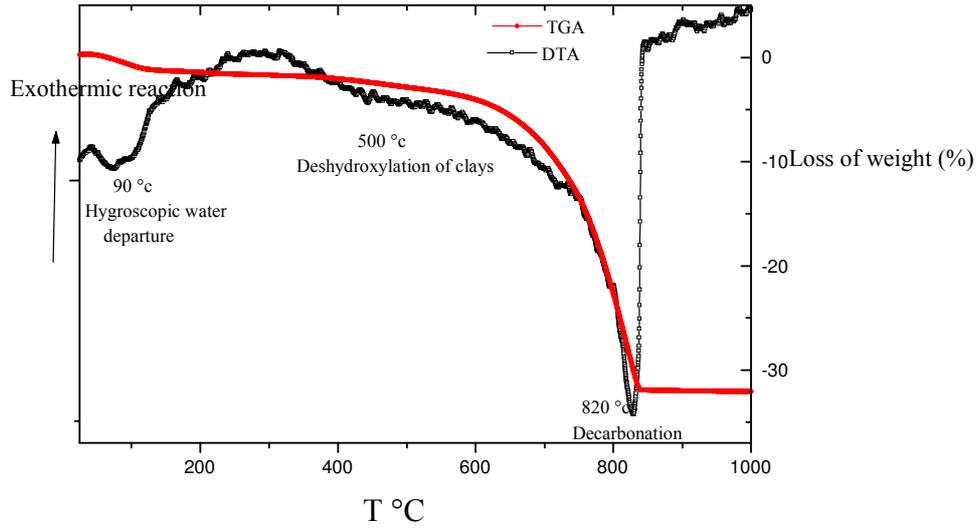


Fig.6. DTA-TGA thermogram of natural MBA (MBA)

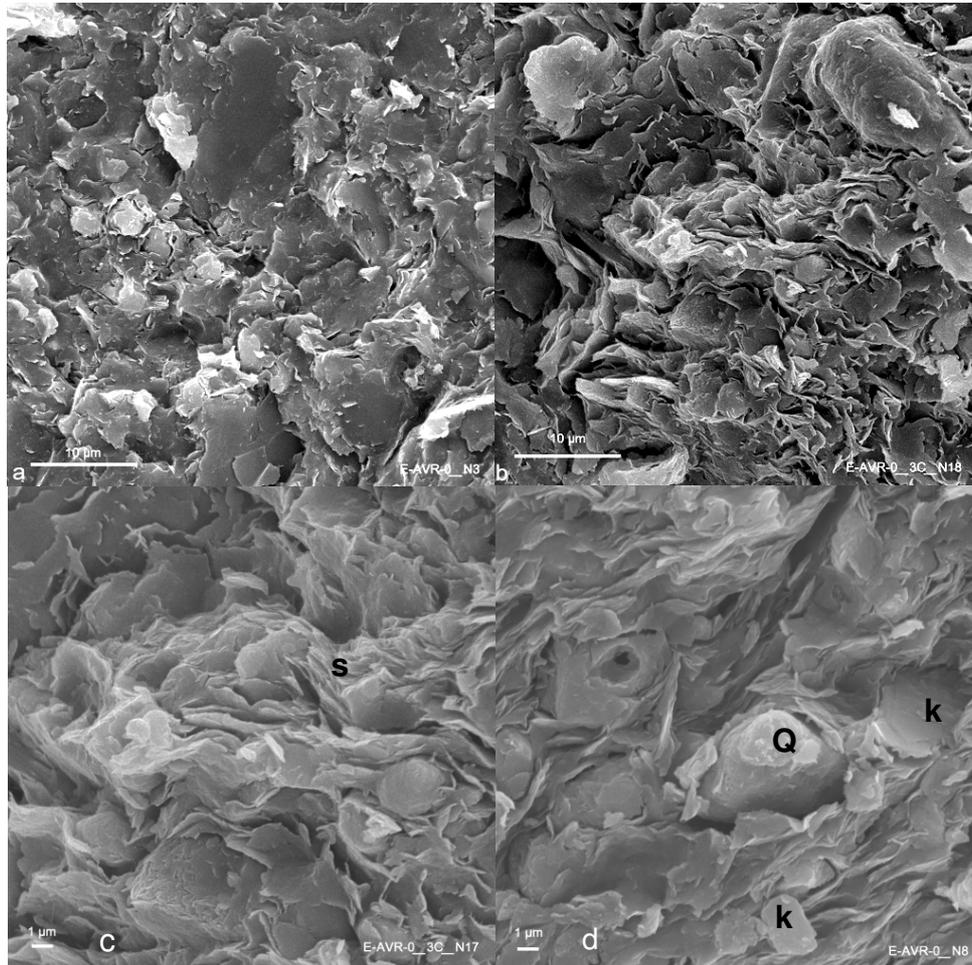


Fig.7. SEM micrograph of natural AVR (AVR): a) parallel to the bedding, b) perpendicular to the bedding, c) zoom of b), d) quartz coated with clay minerals particles

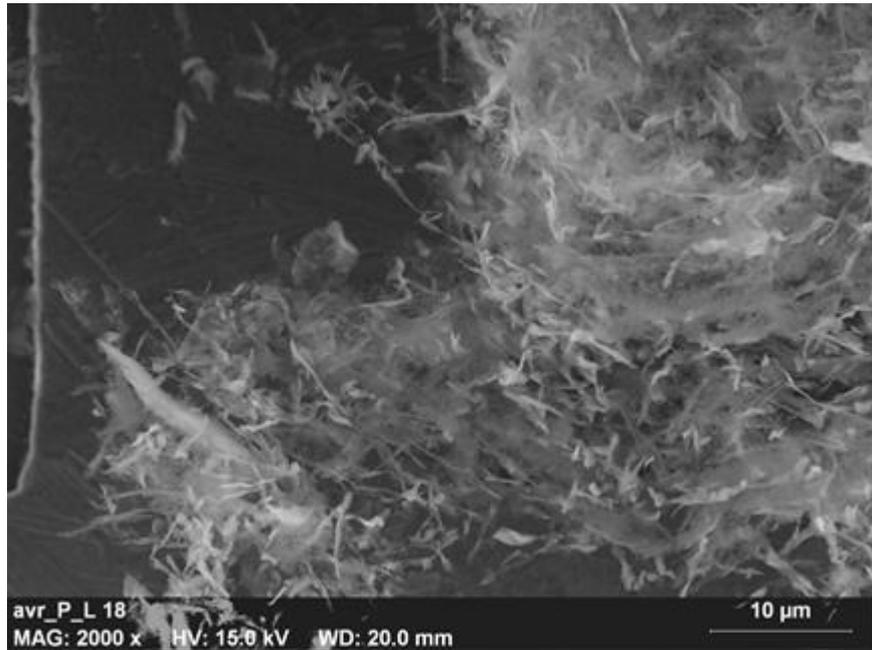


Fig.8. SEM micrograph of purified AVR (AVRp): separated very fine dispersed layers

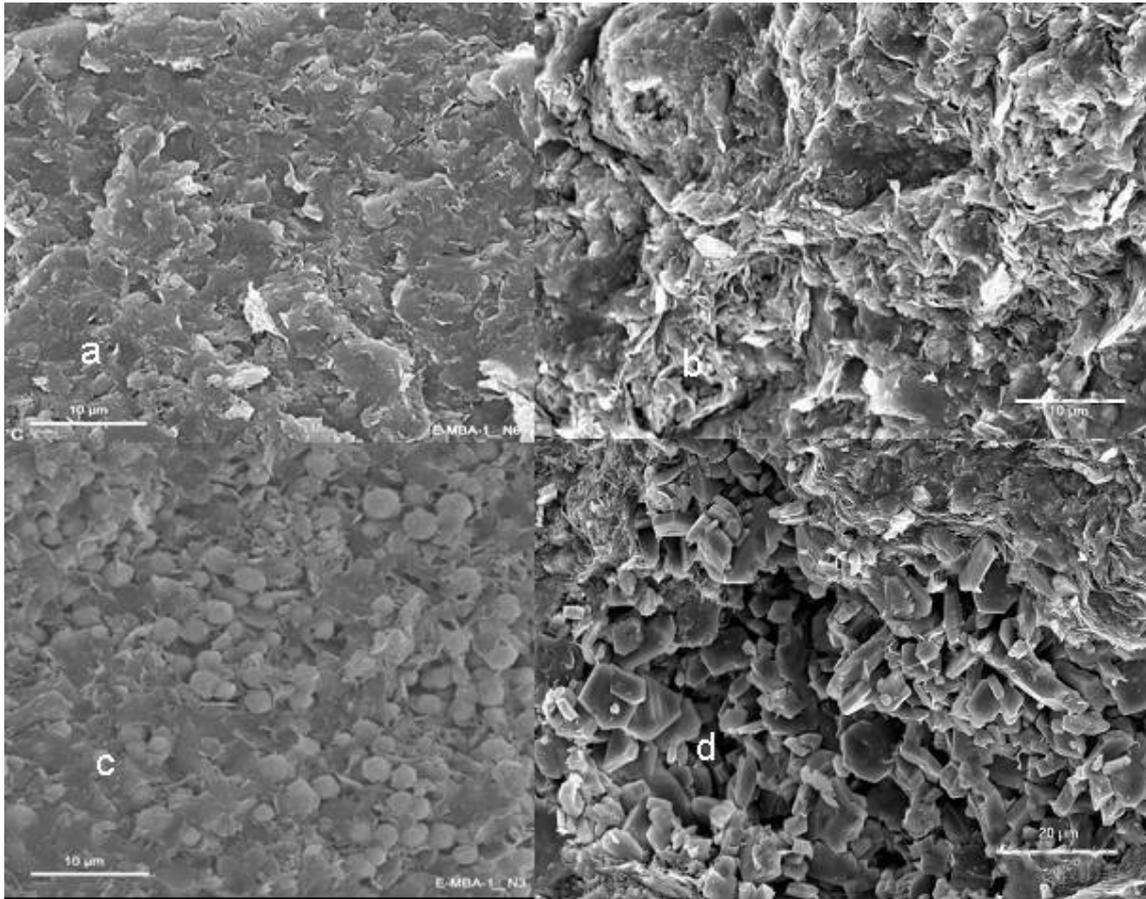


Fig.9. SEM micrograph of natural MBA (MBA) a) parallel to the bedding, b) perpendicular to the bedding, c) pyrite particles d) calcite clusters



Fig.10. SEM micrograph of purified MBA (MBAp): curved, exfoliated clayey layers

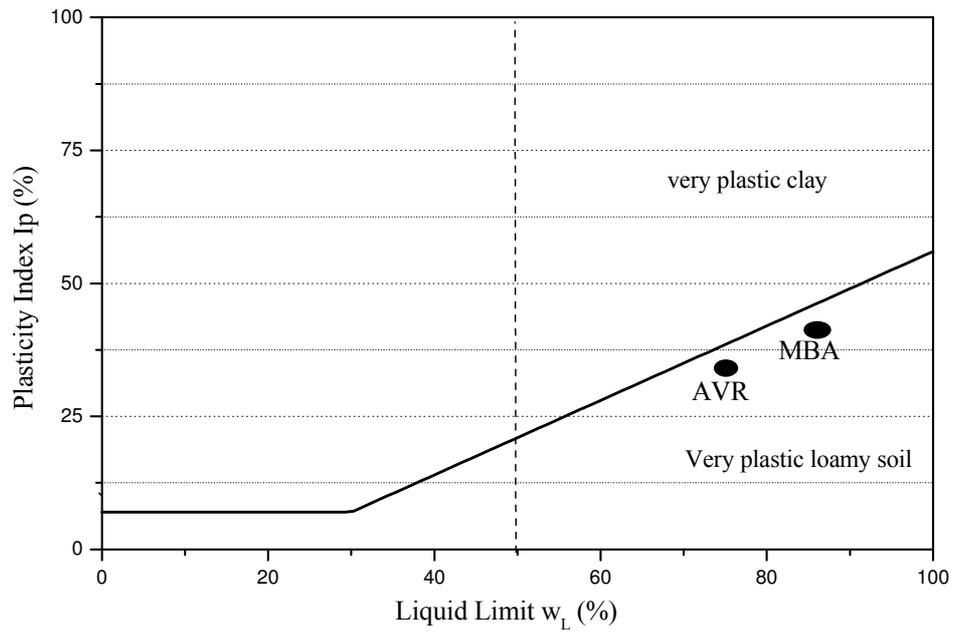


Fig.11. Classification of AVR and MBA on Casagrande abacus



## 6 BEGE 2

### Analyse du comportement d'un sol argileux sous sollicitations hydriques cycliques

#### Analysis of the behaviour of a natural expansive soil under cyclic drying and wetting

Geremew Zemen, Audiguier Martine, Cojean Roger

Centre de Géosciences, Ecole des Mines de Paris,  
35 rue Saint-Honoré, 77 305 Fontainebleau

[zemen.geremew@mines-paristech.fr](mailto:zemen.geremew@mines-paristech.fr), [martine.audiguier@mines-paristech.fr](mailto:martine.audiguier@mines-paristech.fr), [roger.cojean@mines-paristech.fr](mailto:roger.cojean@mines-paristech.fr)

#### Résumé

Une étude expérimentale des cycles de drainage-humidification a été réalisée sur les Argiles vertes de Romainville du bassin de Paris, afin de caractériser leur aptitude au retrait-gonflement par l'analyse de courbes de rétention, par la mesure de paramètres mécaniques (pression et taux de gonflement), et par une étude microstructurale (MEB, porosimétrie). Les résultats expérimentaux montrent que les déformations volumiques les plus grandes se produisent dans le domaine où le potentiel de l'eau est inférieur à 15 MPa, avec des valeurs de pression et de taux de gonflement élevées. Par ailleurs, au cours des cycles successifs de sollicitations hydriques, alors que les échantillons présentent une augmentation du taux de gonflement cumulé, une stabilisation des déformations de gonflement s'amorce à partir du troisième cycle, en rapport avec une réorganisation de la microstructure du sol mise en évidence par l'analyse microstructurale.

Enfin, l'étude menée sur la prévision du taux et de la pression de gonflement montre que les modèles de prévision ne sont pas systématiquement applicables à tous les sols.

**Mots clés :** sols argileux, retrait -gonflement, essais de gonflement, courbes de rétention, porosimétrie, cycles drainage-humidification.

**Key words:** clayey soils, shrink/swell, swell tests, retention curves, porosimetry, wetting-drying cycles

#### Abstract

Expansive soils swell and shrink regularly when subjected to moisture changes. Clayey soils are available worldwide and are a continual source of concern causing substantial damage to civil engineering structures. Cyclic expansion and shrinkage of clays and associated movements of foundations may result in cracking and fatigue to structures. In France, the damage caused by this phenomenon is estimated to more than 3.3 billion euros in 2002 (Vincent, 2003) and the Paris region is one of the most affected.

The objective of this study is to investigate the swell-shrink behaviour of a natural clayey soil considered to be responsible for a lot of damage observed on buildings in the Paris region, and thus contributing to the characterisation and understanding of expansive clayey soils.

## Materials and Methods

The studied soil, Argile verte de Romainville, is a lagoon-marine deposit and is part of the Paris Basin Tertiary (Oligocene) formations (Fig. 1). It is a stiff clayey soil sampled in the eastern region of Paris. The mineralogical and geotechnical properties of the soil are presented in Table 1. The soil contains quartz (15 to 20 %), carbonates (12 to 20 %) and traces of mica and feldspars. X-ray diffraction showed that carbonates are essentially dolomite and the clay minerals are dominantly illite, kaolinite and a small amount of smectite (Fig. 2). A grain size analyses shows that clay content ( $< 2 \mu\text{m}$ ) varies between 78 and 80 %. The study of its microstructure by means of the scanning electron microscope indicates that the clayey soil has structural elements oriented in the direction of bedding. The structure of the sample generally consisted of dense and continuous clay matrices with very limited visible pore spaces (Fig. 3). At its natural water content ( $w = 25 \%$ ), the soil shows mainly a unimodal pore size distribution with an average pore radius of  $0.07 \mu\text{m}$  (Fig. 4) and a very limited porosity with radii larger than  $10 \mu\text{m}$  (Fig. 4).

To assess the effect of suction on the simultaneous changes in void ratio and degree of saturation under zero external stresses, drying-wetting tests are performed on the natural samples. The osmotic technique (Polyethylene glycol solutions) and various salt solutions are used to control the suction values ranging from 1 to 300 MPa. Once equilibrium is reached at the given suction, the samples are weighed and their volume is measured. A synthesis of the drying-wetting paths is given on Figure 5.

The swelling potential of the soil is evaluated using both indirect (or empirical methods tables 2 & 3) and direct methods. Swell percentage and swell pressure of the soil are measured in a conventional oedometer apparatus according to ASTM (D 4546-85). The test specimens are 70 mm in diameter and the height varied between 12 and 24 mm. The swell percentage is measured under a nominal pressure of 0.7, 2 and 6.3 kPa. Swelling pressure of the soil is measured by the conventional consolidation test method (free swell and load, ASTM D 4546-85 method A) and by a constant volume method (ASTM D 4546-85 method C). The test parameters and results for each specimen are given in Tables 4 and 5, and on Fig. 7.

Cyclic swell-shrink tests are carried out on similar samples taken from the same monolith. A scheme that permits the study of the clayey soil behaviour at the extreme states of wetting and drying is chosen. The test begins by wetting the samples at their natural moisture content and density. When swelling is stabilized, the water is removed from around the samples and they are dried in an oven maintained at  $45^\circ\text{C}$  until the vertical deformation (shrinkage) is stabilised and are then rewetted and so on. Some experiments are stopped at different swelling phase for microstructural study of the soil. The test parameters of the specimens are given in Table 9 and the results are shown in Figure 9 and 10.

The evolution of the microstructure during wetting and drying cycles is investigated using scanning electron microscope and mercury intrusion porosimetry. Observations are made only on soil specimens taken at the end of the swelling phase of the selected cycles. In order to

preserve the microstructure, the specimens are cut in small pieces, frozen by liquid nitrogen and finally sublimated.

## Results and Discussion

The results of the drying-wetting path including the water retention curve are shown on Figure 5. The results show that on the drying path (in the void ratio versus water content plane) the soil first follows nearly the saturation line and then, as the water content decreases, the void ratio tends towards a constant value. A shrinkage limit of  $w=14.5\%$  and a corresponding suction value of 15 MPa is deduced from this path. An air entry value of 10 MPa is obtained from degree of saturation versus suction curve according to the method proposed by Fleureau et al. (1993). The wetting path shows that the wetting-drying path is reversible for suction values higher than 60 MPa.

The different indirect methods used to assess the swelling potential of the Argile verte de Romainville show a general agreement with respect to its swelling potential ranging from high to very high (Table 3).

Examination of the free swell test results shows that the Argile verte de Romainville exhibits swell percentage in the range of 15 to 26 % and that its degree of swelling depends on the initial conditions (water content, dry density) and the applied load (Table 4). The higher the water content and the applied load, the lower the swell percentage. A specimen taken parallel to the bedding plane shows similar values of swell percentage with a steep volume change versus time curve indicating an anisotropy of permeability.

The two direct methods used to assess the swelling pressure of the Argile verte de Romainville give different values (Table 5). The values obtained by the constant volume method are relatively close and are about 700 kPa. Lower values varying between 360 and 540 kPa are obtained by the conventional consolidation test (free swell-consolidation). This indicates that besides the initial conditions, the swelling pressure is strongly dependent on the stress path followed.

The results obtained from the wetting-drying cycle tests show that the magnitude of the first swell cycle is controlled by the initial water content, the maximum deformation occurring on the second cycle and the stabilization of swelling deformation from the third cycle (Fig. 9 and 10). Furthermore, the experimental data indicates that upon repeated wetting and drying, the swelling rate of the soil becomes faster which is explained by an increase in permeability of the soil due to the development of preferential flow paths (micro cracks) on drying. With an increasing number of cycles, a permanent increase in the volume of the samples is observed. This suggests that the swelling-shrinkage behaviour of expansive soils is not completely reversible.

Mercury intrusion porosimetry analysis and SEM observations before and after different numbers of cyclic swelling indicate that the swelling–shrinkage cycles are accompanied by a continual reconstruction of the soil structure (Fig. 11 and 12). The mercury intrusion porosimetry results show that with an increasing number of wetting-drying cycles the pore volume and the average diameter of the pores increase progressively (Fig. 11). Larger modifications are observed in the pores with radius in the range of 0.1 to 5  $\mu\text{m}$ . SEM observations also show further destruction of large aggregates and disorientation of structural elements as the number of cycles increases (Fig. 12). After the fifth cycle, the soil original

structure is totally lost and a disoriented homogeneous and loose structure with more homogeneous pore spaces is observed (Fig. 12 d).

## Introduction

Des problèmes géotechniques liés aux argiles gonflantes sont reconnus dans beaucoup de pays du monde incluant les zones tempérées comme la France métropolitaine. Les sols dits actifs subissent des changements de volume significatifs liés aux processus de retrait-gonflement découlant des variations hydriques du sol. Ces sollicitations cycliques peuvent être responsables de fissuration de la structure d'un bâtiment.

En France, depuis 1976, des périodes de sécheresse prolongée, accompagnées de déficits hydriques importants ont mis en évidence une grande vulnérabilité des maisons individuelles fondées sur des sols argileux (CEBTP, 1991). En effet, le retrait important de certaines argiles a provoqué des mouvements de terrain à l'origine de phénomènes de fissuration de plusieurs milliers de pavillons. Ainsi, en 2002, le coût cumulé des indemnités versées par les assurances au titre des dégâts liés au retrait - gonflement des argiles était estimé à plus 3,3 milliards d'euros (Vincent, 2003). L'Ile-de-France est une des régions les plus touchées.

Le phénomène de retrait-gonflement dépend d'un ensemble de propriétés mécaniques et physico-chimiques des matériaux. Ainsi, le gonflement d'un sol argileux peut résulter de la diminution des contraintes en place après une excavation, un déchargement ou l'imbibition du sol sous un état de contrainte donné (Parcevaux, 1980 ; Serratrice et Soyez, 1996). Mais le gonflement peut être aussi la conséquence d'interactions physico-chimiques fonctions de la composition minéralogique du matériau et de la composition chimique de l'eau. Le potentiel et la pression de gonflement des sols sont donc dépendants de nombreux facteurs comme le type et le pourcentage des minéraux argileux, la nature de l'eau interstitielle, le type de cations échangeables, la teneur en eau et le poids volumique du sol sec, la contrainte en place et l'effet de cycles d'imbibition et de séchage (Seed et al. 1962 ; Komornik et David, 1969 ; Yong et Warkentin, 1975 ; El-Sohby et Rabba, 1981 ; Sridharan et al., 1986 ; Day, 1994, 1995 ; Komine et Ogata, 1992, 1994, 1996 ; Al-Homoud et al., 1995 ; Basma et al., 1995).

Le potentiel de gonflement d'un sol est évalué au laboratoire en utilisant un appareillage oedométrique conventionnel. On permet généralement aux échantillons de gonfler sous une pression nominale et on détermine le taux de gonflement à partir d'un cycle. Dans la nature les matériaux argileux sont soumis à des cycles répétés d'humectation et de dessiccation pour lesquels l'état initial et l'état final changent d'un cycle à l'autre. Au laboratoire, les essais cycliques de retrait-gonflement sur des sols argileux ont montré que le taux de gonflement peut diminuer ou augmenter au cours des cycles successifs. Par conséquent, l'évaluation du comportement d'un sol au retrait-gonflement, sans considérer les sollicitations saisonnières cycliques, peut sur ou sous-estimer le potentiel de gonflement.

De nombreux travaux ont été menés pour simuler des déformations engendrées par des variations saisonnières de teneur en eau, ou sous l'effet de sollicitations hydriques cycliques. Ainsi de nombreux auteurs (Chen et Ma, 1987 ; Subba Rao et Satyadas, 1987 ; Al Homoud et al., 1995 ; Basma et al., 1996 ; Tripathy et al., 2002) ont étudié ces phénomènes sur des matériaux remaniés et compactés. Bien que ces travaux ne soient pas réalisés dans des conditions identiques, pour la majorité d'entre eux, on observe cependant une stabilisation du phénomène de gonflement-retrait après quatre ou cinq cycles. Les résultats de Tripathy et al. (2002), en particulier, montrent que l'effet des conditions initiales (densité et teneur en eau) est quasiment nul après quatre ou cinq cycles d'imbibition-dessiccation, ce qui est en accord avec les observations faites par Yong et Warkentin (1975) et Day (1995). Ces derniers ont noté que, sous l'effet répété de cycles d'imbibition et de dessiccation, les caractéristiques

héritées des conditions de dépôt disparaissent et le retrait-gonflement dépend alors essentiellement du type d'argile.

L'objectif de cette étude est d'apporter une contribution à la compréhension et à la caractérisation du gonflement des sols argileux, à partir de l'étude d'une formation argileuse reconnue comme étant responsable de nombreux dommages observés sur le bâti, en Ile-de-France.

## 1. Caractérisations minéralogique, géotechnique et microstructurale des sols étudiés

Les sols étudiés proviennent du bassin de Paris dont la géologie est constituée essentiellement de terrains d'âge tertiaire où alternent des formations calcaires, gypseuses et argileuses (Fig. 1). Affleurant sur les versants, en alternance avec des niveaux sableux et calcaires, les couches de sols marneux et argileux à minéraux gonflants ont été à l'origine de très nombreux désordres en région parisienne. Parmi ces formations argileuses, les Argiles vertes de Romainville appartenant au Rupélien inférieur, étage de l'Oligocène inférieur, sont plus particulièrement sujettes au phénomène de retrait-gonflement. Des études récentes menées par Donsimoni et al. (2003, 2004), placent ces matériaux dans la catégorie à forte susceptibilité au retrait-gonflement à partir de critères tenant compte de la composition minéralogique de la phase argileuse et des caractéristiques géotechniques simples qui ont servi à établir des cartes de susceptibilité.

Des prélèvements d'échantillons intacts (sous forme de bloc) de l'Argile verte de Romainville ont été réalisés sur un site d'exploitation à ciel ouvert de la société BPB Placoplâtre à Villeparisis-Le Pin (Seine-et-Marne). Dans cet article les travaux menés sur ces sols seront présentés et analysés.

[Figure1]

### 1.1 Caractérisations minéralogique et géotechnique

La caractérisation minéralogique est réalisée par diffraction aux rayons X et par calcimétrie à l'aide du calcimètre Dietrich-Frühling. Les Argiles vertes de Romainville de l'est du bassin de Paris sont composées principalement d'illite, de kaolinite et en plus faible proportion de smectite (Fig. 2). Les minéraux non argileux sont représentés par du quartz, de la dolomite, de la calcite, des traces de feldspaths et de micas. Les principales caractéristiques minéralogiques et géotechniques de ces argiles sont données dans le Tableau 1. Dans le diagramme de plasticité de Casagrande l'Argile verte de Romainville se place juste au-dessous de la ligne A et est classée ainsi dans le domaine des limons et sols organiques très plastiques. Cependant, les matières organiques, déterminées par voie chimique, représentent des valeurs très faibles (Tableau 1). Les valeurs de bleu et la surface spécifique totale sont en accord avec la minéralogie du sol déterminée par diffraction RX.

La teneur en eau naturelle, lors du prélèvement, est comprise entre 24 et 30 %. Par ailleurs, ces sols ont un poids volumique humide faible et peu variable, et une porosité élevée (Tableau 1).

[Tableau 1]

[Figure 2]

## 1.2 Caractérisation microstructurale

La caractérisation microstructurale a été réalisée par l'application conjointe de deux techniques : l'observation au MEB (Fig. 3) et la mesure de la distribution des rayons d'accès de pores par porosimétrie au mercure (Fig. 4).

Afin de conserver la microstructure initiale lors de la déshydratation, les échantillons ont été lyophilisés. Les surfaces observées ont été obtenues par fracturation après congélation de fragments d'échantillons de quelques mm<sup>2</sup> de section pris perpendiculairement et parallèlement au litage. Sur la Figure 3 sont représentées les images prises au MEB, suivant le plan du litage et perpendiculairement au litage, d'un échantillon dont la teneur en eau naturelle est de 25 %. Elles montrent une structure compacte et un arrangement préférentiel des particules argileuses parallèlement au litage. La microstructure est formée par une matrice argileuse relativement homogène dans laquelle les grains de quartz et de dolomite sont dispersés de façon aléatoire. Les agrégats ne sont pas bien individualisés. On remarque un assemblage compact d'agrégats aux frontières diffuses. Dans le plan du litage (Fig. 3a), il est difficile d'apprécier clairement la porosité, l'arrangement des particules suivant leur face masquant les pores. Sur le plan perpendiculaire au litage (Fig. 3b), des amas de particules argileuses de quelques µm sont visibles. Les pores observés sont de forme allongée, leur largeur est généralement inférieure à 0,2 µm.

La porosimétrie au mercure (Fig. 4) présente un volume poreux par gramme de matériau de l'ordre de 200 mm<sup>3</sup> pour un échantillon dont la teneur en eau est de 25 % et met en évidence une classe de pores centrée sur un rayon moyen de 0,07 µm avec une porosité supérieure à 10 µm faible. A l'état naturel, les Argiles vertes de Romainville ne présentent qu'une seule classe de pores qui est caractéristique de sols très consolidés (Arnould et al., 1980). La distribution de la microporosité se poursuit largement en-dessous de la limite d'investigation de l'injection de mercure (rayon d'accès inférieur à 3,5 nm). La porosité accessible par porosimétrie au mercure est de l'ordre de 80 % de la porosité totale calculée en supposant l'échantillon saturé. Une part de la porosité totale non mesurée par la porosimétrie au mercure n'est donc accessible que par des rayons d'accès inférieurs à 3,5 nm.

[Figure 3]

[Figure 4]

## 2. Caractéristiques hydriques des Argiles vertes de Romainville

Dans les matériaux poreux non saturés l'équilibre des ménisques d'eau présents dans les pores engendre des forces capillaires qui sont d'autant plus fortes que la dimension des ménisques est petite. Ces forces augmentent avec la désaturation et sont responsables du retrait des sols argileux (Yong et Warkentin, 1975).

Afin de mesurer la réponse à des sollicitations hydriques du sol étudié, des courbes de rétention (suction–teneur en eau), des courbes de retrait (teneur en eau–indice des vides) et des courbes degré de saturation – indice des vides ont été établies expérimentalement et sont présentées sur la Figure 5. Deux méthodes d'imposition de la suction ont été employées : la méthode osmotique qui couvre la plage des faibles succions et la méthode par phase vapeur pour les fortes succions. Pour cette dernière, des dessiccateurs hermétiquement clos, ont été placés dans un bain thermostaté à 25°C ± 0,2. La gamme totale de suction imposée est comprise entre 1 et 300 MPa. Chaque courbe de suction–teneur en eau est le résultat d'un

drainage (paliers de succion croissants) et d'une humidification (paliers décroissants). Parallèlement aux mesures de teneur en eau en fonction de la succion imposée, des mesures du volume total des échantillons sont effectuées pour certains paliers de succion, en utilisant un volumètre à mercure qui permet de calculer le volume total des échantillons à partir d'une pesée hydrostatique.

[Figure 5]

Sur le graphe donnant l'indice des vides en fonction de la teneur en eau  $[e(w)]$ , on observe une variation importante d'indice des vides avec la teneur en eau, visible aussi sur le graphe indice des vides en fonction de la succion  $[e(s)]$ . Ces deux graphes nous permettent de déterminer la limite de retrait ( $w\% = 14,5 \%$ ,  $e = 0,45$ ) correspondant à une succion d'environ 15 MPa. La Figure 6 donne une comparaison des courbes de retrait déterminées à partir de paliers de succion et de façon classique par mesure de volume lors du séchage de l'échantillon à l'air libre. On note des valeurs comparables de la limite de retrait. Lorsque la succion est inférieure à celle de la limite de retrait, la variation de teneur en eau correspond au changement d'indice des vides du sol, et l'échantillon reste saturé.

Les deux courbes, variation du degré de saturation en fonction de la teneur en eau et variation du degré de saturation en fonction de la succion, présentent deux parties quasiment linéaires correspondant d'une part à un degré de saturation proche de 1, d'autre part à une zone de désaturation très élevée du sol associée à une faible variation d'indice des vides. Selon Fleureau et al. (1993), l'intersection entre les deux droites caractérise le point d'entrée d'air, auquel correspond la succion de désaturation ( $S_{\text{désatu}}$ ), d'environ 10 MPa. Le processus de séchage-humidification est quasi réversible pour des succions supérieures à 60 MPa.

[Figure 6]

### 3. Potentiel et pression de gonflement

Afin d'apprécier l'aptitude au gonflement des sols étudiés, des méthodes indirectes et directes sont employées. Les méthodes indirectes sont basées sur des paramètres déterminés à partir d'essais géotechniques simples. Les méthodes directes s'appuient sur la mesure de paramètres expérimentaux de gonflement obtenus par l'essai oedométrique.

#### 3.1 Méthode indirecte

Le potentiel de gonflement, défini comme une mesure de l'aptitude et de l'amplitude du gonflement d'un sol lorsque son environnement hydrique change (Gromko, 1974), est apprécié d'abord en utilisant des approches empiriques qui relient ce potentiel à un seul ou plusieurs paramètres. Ainsi des systèmes de classification qui donnent le potentiel de gonflement respectivement en fonction de la limite de retrait  $w_r$ , de l'indice de retrait  $I_r$ , de l'indice de plasticité  $I_p$ , de la valeur de bleu  $VB$ , du pourcentage de la fraction argileuse, de l'indice de plasticité et du pourcentage de la fraction argileuse, de l'indice de plasticité et de la limite de retrait, de l'indice de retrait et de la limite de liquidité (Tableau 2), sont employés pour cette étude.

[Tableau 2]

[Tableau 3]

Du Tableau 3, on peut tirer les remarques suivantes : l'ensemble des classifications ne fournit pas la même appréciation du potentiel de gonflement, la classification devient difficile lorsque le nombre de paramètres augmente, le caractère gonflant de l'Argile verte de Romainville apparaît clairement à travers l'ensemble des classifications, sauf pour la classification d'Altmeyer.

### 3.2 Méthode directe

Dans la mesure directe, deux paramètres sont utilisés pour qualifier le gonflement : le taux de gonflement ou gonflement libre, défini par  $dh/h_0$ , et la pression de gonflement  $\sigma_g$ , pression qu'il faut appliquer à l'échantillon de sol pour empêcher son gonflement lors de l'hydratation.

A partir de blocs décimétriques d'Argile verte de Romainville prélevés en carrière, des échantillons cylindriques sont taillés et leurs faces sont dressées de façon à obtenir des surfaces planes, parallèles entre elles et perpendiculaires à l'axe de l'échantillon. Le diamètre est de 70 mm. La hauteur varie entre 12 et 24 mm.

Une fois l'échantillon taillé, il est placé dans l'oedomètre sous une pression verticale correspondant au poids de la pierre poreuse et du piston, l'éprouvette est ensuite mise au contact de l'eau. L'évolution du gonflement unidimensionnel est appréciée à l'aide de capteurs de déplacement au 1/1000 de mm. Les mesures sont enregistrées électroniquement, à des intervalles de temps croissants.

#### 3.2.1 Taux de gonflement

La mesure du taux de gonflement des Argiles vertes de Romainville a été effectuée selon la procédure définie par la norme ASTM (norme D 4546-85 méthode A). Après avoir placé l'éprouvette dans l'oedomètre, elle est soumise au processus d'imbibition. L'éprouvette gonfle librement sous une charge égale à 0,7, 2 ou 6,3 kPa. Les déformations verticales sont mesurées jusqu'à la fin du gonflement primaire et les mesures sont arrêtées lorsqu'une stabilisation du gonflement est observée. La déformation maximale rapportée à la hauteur initiale correspond au taux de gonflement.

[Tableau 4]

Les conditions initiales et les résultats obtenus sont regroupés dans le Tableau 4 et dans la Figure 7. Dans cette dernière, on observe des courbes de cinétique de gonflement classiques, un gonflement primaire relativement rapide suivi par un gonflement secondaire de très faible amplitude. On remarque également une dispersion des résultats due aux variations des conditions initiales. En effet, des échantillons prélevés côte à côte dans un même bloc peuvent présenter des conditions initiales différentes. En général, les échantillons d'Argiles vertes de Romainville ont un taux de gonflement voisin lorsque les conditions initiales sont relativement proches et lorsqu'elles sont soumises aux mêmes poids de piston. Le taux de gonflement est compris entre 15 % et 26 %. Un échantillon dont la surface de base est perpendiculaire au plan du litage montre un taux de gonflement similaire à celui observé pour un échantillon dont la surface de base est parallèle au plan du litage mais présente une cinétique de gonflement plus rapide. Cette différence de comportement résulte de l'anisotropie de perméabilité du matériau.

[Figure7]

### 3.2.2 Pression de Gonflement

Il existe plusieurs procédures d'essais pour la mesure de pression de gonflement. L'essai de gonflement libre puis chargement par paliers sous imbibition jusqu'à ramener l'éprouvette à sa hauteur initiale, l'essai de gonflement à volume constant, et l'essai de gonflement sous différentes charges constantes sont le plus souvent réalisés dans la pratique, et font l'objet de normes ASTM et AFNOR. Toutes ces méthodes ne donnent pas les mêmes valeurs de pression de gonflement. De nombreux auteurs, dont Sridharan et al. (1986) ont montré que, suivant le chemin de contraintes suivi au cours du gonflement, les valeurs de pression de gonflement obtenues peuvent être différentes. La pression de gonflement n'est donc pas une grandeur intrinsèque du matériau mais dépend fortement du chemin de chargement et des conditions initiales du sol.

La pression de gonflement de l'Argile verte de Romainville, est déterminée par la méthode du gonflement libre et par la méthode à volume constant selon les méthodes respectives A et C de la norme ASTM D 4546-85.

#### 3.2.2.1. Méthode du gonflement libre puis chargement

Dans la méthode du gonflement libre et chargement sous imbibition (ASTM, D 4546-85 méthode A), après montage d'une éprouvette dans une cellule oedométrique, celle-ci est soumise au processus d'imbibition sous une charge correspondant au poids du piston. Les déformations verticales sont mesurées, la déformation maximale rapportée à la hauteur initiale correspond au taux de gonflement. Une fois le phénomène de gonflement stabilisé, 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.

#### 3.2.2.2. Méthode à volume constant

Le principe de cette méthode est de procéder à l'imbibition d'une éprouvette tout en maintenant son volume constant. Au cours de cet essai, contrairement à la procédure du gonflement libre, la structure du sol est supposée ne pas trop évoluer. Selon la norme ASTM (D 4546-85 méthode C), l'échantillon est soumis, avant l'humidification, à une pression verticale voisine des conditions in situ ou d'une pression de gonflement estimée. Les déformations verticales sont empêchées en augmentant progressivement la charge appliquée. La pression nécessaire pour maintenir le volume constant est la pression de gonflement. Les résultats obtenus sont regroupés dans le Tableau 5. On note que les deux méthodes donnent des résultats assez éloignés et que pour une même méthode des valeurs différentes sont obtenues. Ainsi par la méthode à gonflement libre des valeurs comprises entre 360 à 540 kPa ont été obtenues. Cette dispersion est due aux différences des conditions initiales, démontrant la nature non intrinsèque du paramètre de gonflement. Les valeurs obtenues par la méthode à volume constant, sont moins dispersées et plus élevées (environ 700 kPa) que celles obtenues précédemment bien que les teneurs en eau de départ soient en général du même ordre de grandeur pour les deux méthodes.

[Tableau 5]

Afin d'évaluer l'applicabilité et l'utilité des nombreux modèles empiriques de prévision proposés par différents auteurs, une estimation des paramètres de gonflement de l'Argile verte de Romainville (taux de gonflement et pression de gonflement) a été effectuée, en utilisant quelques modèles empiriques qui font intervenir en plus des paramètres géotechniques simples les conditions initiales comme la teneur en eau et/ou le poids volumique sec (Tableau 6).

Les modèles empiriques utilisés ont été développés à partir d'analyses de résultats obtenus sur des sols compactés à l'optimum proctor (eq-1, -4, -6 et -9) et sur des sols naturels intacts à différentes teneurs en eau et différents poids volumique sec (eq -2, -3, -5, -7 et -8).

[Tableau 6]

Les résultats des estimations de taux de gonflement sont donnés dans le Tableaux 7. Un grand écart est constaté entre les valeurs des paramètres de gonflement directement mesurées et celles fournies par les modèles. Seul le modèle eq-1 (tableau 7), donne des résultats proches de ceux obtenus expérimentalement. Le taux de gonflement des Argiles vertes de Romainville estimé par ce modèle reste globalement dans l'intervalle des valeurs mesurées expérimentalement. Ce modèle fait intervenir des paramètres qui semblent déterminants dans le comportement gonflant des argiles : l'indice de plasticité, la fraction argileuse et la teneur en eau naturelle.

Les valeurs obtenues pour les pressions de gonflement à l'aide de ces modèles sont inférieures aux résultats expérimentaux (Tableau 8).

La plupart des modèles restant imparfaits dans leurs prévisions, il est nécessaire de se garder d'une utilisation abusive de ces expressions.

[Tableau 7]

[Tableau 8]

## 4. Sollicitations hydriques cycliques

Pour étudier l'effet de cycles de séchage - imbibition sur le comportement des Argiles vertes de Romainville, des essais sont menés dans des moules cylindriques de type oedométrique en plexiglas (Fig. 8) selon la procédure ASTM, D 4546-85 méthode A.

[Figure 8]

Les échantillons taillés à partir d'un même bloc sont mis en place suivant les procédures décrites précédemment. Les éprouvettes sont soumises alternativement à des phases d'imbibition totale et des phases de séchage complet. Le 1<sup>er</sup> cycle commence par une phase d'imbibition à partir de la teneur en eau initiale. Après stabilisation du gonflement pour chaque cycle, l'eau dans les moules est vidée et les échantillons sont mis dans une étuve à température contrôlée à 45°C. Le retrait des échantillons est suivi jusqu'à stabilisation des déformations sous une charge verticale correspondant au poids du piston. Le processus de séchage est très lent (faible surface d'échange entre l'échantillon et l'atmosphère), il prend environ six semaines, alors que le gonflement est stabilisé au bout de 24 heures environ. Même si des retraits latéraux et des fissures sont observés lors des cycles de séchage, ceux-ci ne sont pas pris en compte dans le calcul du gonflement pour le cycle suivant car l'éprouvette retrouve son diamètre de départ lors de l'imbibition. Il est bien entendu qu'un sol fissuré se déforme de façon tridimensionnelle, la déformation mesurée  $\Delta H$  est supposée inclure les

déformations uni- et tri-dimensionnelles (Dif et Blumel, 1991 ; Day, 1994, 1995 ; Basma et al., 1996). Par conséquent, les résultats de déformation sont donnés par le ratio de déformation axiale  $\Delta H/H_i$ .

Cinq échantillons sont taillés à partir d'un même bloc afin d'analyser la microstructure au cours des essais cycliques. Ainsi, EAVR0-1 est arrêté à la fin de la première phase de gonflement, EAVR0-2 à la fin de la troisième phase de gonflement, et EAVR0-3 à la cinquième. Les échantillons EAVR0-4 et EAVR0-5 sont soumis à des cycles supplémentaires. Les paramètres géotechniques : teneur en eau initiale, densité sèche initiale, et la pression verticale appliquée sont donnés dans le Tableau 9. Dans ce tableau, on note tout d'abord que même si tous les échantillons sont taillés à partir d'un même bloc, les conditions initiales ne sont pas identiques. Ceci peut être expliqué d'une part par une hétérogénéité de la distribution de la teneur en eau à l'état naturel et d'autre part par un séchage partiel lors de la taille et de la mise en place des éprouvettes. Cette disparité de l'état initial est supposée ne pas avoir d'influence à partir du deuxième ou troisième cycle de gonflement.

[Tableau 9]

Les cinétiques de gonflement des échantillons *EAVR0-4 et EAVR0-5* sont représentées dans la Figure 9. La cinétique de gonflement de la première phase est plus lente que les suivantes. Ceci témoigne de la faible perméabilité du matériau. A partir du deuxième cycle le gonflement est sensiblement plus rapide, suggérant une perméabilité plus élevée ou l'existence de chemins préférentiels.

La Figure 10 montre les taux de gonflement et de retrait pour les différents cycles de sollicitations hydriques. Dans le premier cycle, le taux de gonflement est contrôlé par la teneur en eau initiale, les échantillons présentant une faible teneur en eau montrant les taux de gonflement les plus grands. La déformation maximale se produit au deuxième cycle.

A partir du troisième cycle, le taux de gonflement semble se stabiliser, à l'exception du sixième cycle où on observe une légère augmentation du taux de gonflement par rapport aux cycles précédents. Ainsi l'effet des conditions initiales (la teneur en eau et le poids volumique sec) semble être éliminé à partir du troisième cycle, ce qui est en accord avec les observations faites par Yong et Warkentin, 1975 ; Day, 1995 et Tripathy et al. 2002.

Un tassement d'une amplitude de 0,4 mm est constaté lors de l'imbibition de l'échantillon *EAVR0-5* au sixième cycle de gonflement (Fig. 9b), sur une durée de 2 minutes environ suivi d'un gonflement dont l'amplitude se rapproche de celle 2<sup>ème</sup> cycle. Des phénomènes similaires sont constatés par Subba Rao et Satyadas (1987). Ces derniers ont noté que, sous des conditions physiques et environnementales particulières, des sols argileux secs présentent une phase d'effondrement immédiat en présence d'eau qui peut être liée à la microfissuration due à la destruction des liens formés au cours du séchage.

[Figure 9]

Pour tous les échantillons et pour chaque cycle, l'amplitude de gonflement est plus grande que l'amplitude de retrait (Fig. 10a, f). Dès le premier cycle, la hauteur des échantillons ne revient pas à sa valeur d'origine (Fig. 10b) et le phénomène augmente au cours des cycles. Ainsi, après cinq cycles, l'épaisseur de l'échantillon EAVR-5 après la phase de retrait est de 30 % plus grande que son épaisseur de départ alors que la déformation mesurée dans chaque cycle reste approximativement constante à partir de 3<sup>ème</sup> cycle (Figures 10c, d, et e). Les cycles successifs entraînent une augmentation progressive du volume qui se traduit par une augmentation de la capacité d'absorption d'eau : la teneur en eau moyenne de départ de 25 % passe à 39 % à la fin du 1<sup>er</sup> gonflement, puis à 43 %, 45 %, 47 %, et 49 % à la fin du

cinquième. La déformation engendrée par les cycles de retrait-gonflement n'est donc pas complètement réversible.

[Figure 10]

## 2 5. Evolution microstructurale au cours des cycles humectation-dessiccation

Durant les sollicitations hydriques cycliques, les minéraux argileux, la composition chimique de l'eau et les conditions environnementales restent inchangées. Seule la taille et l'arrangement des éléments structuraux, sont susceptibles d'évoluer. Afin d'apprécier l'évolution microstructurale trois échantillons d'Argiles vertes de Romainville soumis à un nombre de cycles imbibition totale - retrait total croissant ont été analysés au porosimètre au mercure et observés au MEB et les résultats ont été comparés avec ceux obtenus sur l'échantillon naturel.

[Figure 11]

Les distributions des pores obtenus par la porosimétrie au mercure (rayons compris entre 3,5 nm et 200  $\mu\text{m}$ ) sont présentées sur la Figure 11a. On note que le volume poreux accessible au porosimètre à mercure augmente (de 150 à 200 %) au cours des cycles de gonflement. L'écart entre le volume poreux mesuré et la teneur en eau correspond à des rayons d'accès inférieurs à 3 nm ou supérieurs à 200  $\mu\text{m}$  et n'est donc pas prise en compte par le porosimètre. Ainsi l'évolution de la porosité dite intra-particulaire (rayon de seuil < 3 nm, Al-Mukhtar et al., 1996) n'est pas analysée. Dans tous les échantillons, nous constatons que la porosité accessible par les pores de petite taille (rayon de seuil < 0,02  $\mu\text{m}$ ) et de grande taille (rayon de seuil de pore > 5  $\mu\text{m}$ ) n'est pas ou peu modifiée. Le gonflement libre dû aux humidifications cycliques se traduit principalement par une augmentation de la porosité accessible par des pores dont le rayon de seuil est supérieur à 0,1  $\mu\text{m}$ .

La Figure 11b présente les courbes dérivées des courbes de distribution des accès de pores pour les différents cycles de retrait-gonflement. La porosité comprise entre les rayons 0,02  $\mu\text{m}$  et 0,2  $\mu\text{m}$  qui est très bien classée à l'état naturel (courbe unimodale) évolue au cours des cycles de retrait-gonflement. Son volume augmente et son rayon modal se déplace vers les rayons d'accès croissants au cours des cycles successifs (rayon moyen 0,07  $\mu\text{m}$  → 0,28  $\mu\text{m}$  → 0,38  $\mu\text{m}$  → 0,55  $\mu\text{m}$ ) (Fig. 11b et c). A l'état naturel, les Argiles vertes de Romainville ne présentent qu'une seule famille de pores, les porosités inter et intra-agrégats sont confondues vers les très faibles rayons (0,07  $\mu\text{m}$ ); au cours de l'hydratation la porosité augmente en taille et en volume par ouverture progressive de cette porosité et par division des agrégats primaires en générant ainsi des agrégats secondaires constitués alors de quelques particules.

L'évolution de la microstructure des matériaux étudiés au cours de sollicitations hydriques cycliques, est mise en évidence aussi par l'observation au microscope électronique à balayage (MEB). Les échantillons sur lesquels ont été effectués les essais de gonflement cyclique ont été observés au MEB et comparés aux échantillons témoins (Fig. 12). A l'état initial (avant essais de gonflement) Figure 12a, on observe une microstructure matricielle (Audiguier et al., 2007) relativement homogène et dense. Elle est constituée par un assemblage compact d'agrégats argileux aux frontières diffuses et de dimensions variables. Après la première phase de gonflement (Fig. 12b), la matrice argileuse est encore relativement dense malgré l'apparition d'un réseau de discontinuités dû aux divisions et aux réarrangements des agrégats initiaux. La microstructure du sol n'est donc pas fondamentalement différente. Les différences observées, par rapport à l'état initial, se situent dans la dimension des agrégats qui est plus

réduite et dans la taille des pores qui a augmenté de manière significative lors du gonflement. Après le troisième cycle de gonflement (Fig. 12c), la microstructure initiale paraît encore conservée, mais le réseau de discontinuités de tailles identiques aux précédentes est plus dense et délimite des agrégats argileux plus petits.

La microstructure observée après la 5<sup>ème</sup> phase de gonflement est totalement différente de celle des autres échantillons (Fig. 12d). L'arrangement initial a disparu et une déstructuration de la microstructure initiale est observée. Elle est marquée par la dissociation des particules argileuses constitutives des agrégats argileux. Les particules argileuses individualisées sont alors prépondérantes dans l'arrangement microstructural, la matrice argileuse est plus lâche (très ouverte) avec des pores de forme et de taille différentes allant jusqu'à 3 microns d'ouverture.

Ces observations sont en accord avec les résultats obtenus par porosimétrie au mercure.

## 6. Discussion et conclusion

L'étude rapportée dans cet article présente les caractéristiques minéralogiques, géotechniques, hydriques et microstructurales des Argiles vertes de Romainville.

Les résultats d'analyses minéralogiques et microstructurales ont montré que les Argiles vertes de Romainville sont composées essentiellement d'illite et de kaolinite avec une présence faible de smectite. A l'état naturel elles présentent une structure compacte et un arrangement préférentiel des particules argileuses parallèlement au litage.

L'analyse des transferts hydriques menée conjointement à la mesure du volume des échantillons a montré que les déformations importantes sont produites pour des succions inférieures à 15 MPa, pour lesquelles la continuité du film d'eau entre les agrégats existe, les forces de tension superficielle au niveau des ménisques provoquant le rapprochement des agrégats responsable de la réduction du volume à l'échelle macroscopique. Au delà de 15 MPa les forces capillaires n'interviennent plus.

Une forte aptitude au gonflement a été observée grâce à la mesure de la pression de gonflement et du taux de gonflement. Cependant, les variations de ces grandeurs sont fonction de l'état initial du sol (teneur en eau, densité sèche), de la charge appliquée et du chemin de contrainte appliqué. L'étude menée sur la prévision du taux et de la pression de gonflement, en privilégiant les modèles basés sur des paramètres faciles à déterminer en laboratoire, a montré que les modèles de prévision ne sont pas automatiquement applicables à des sols autres que ceux qui ont servi à leur établissement. Globalement, les résultats des calculs effectués avec l'ensemble des modèles sont différents des mesures.

Les résultats obtenus sur des éprouvettes soumises alternativement à des phases d'imbibition totale et des phases de séchage complet montrent que la fissuration de l'échantillon au premier séchage, en augmentant la perméabilité du sol, influence la cinétique de gonflement lors du cycle suivant. Pour chaque sollicitation cyclique, une stabilisation des déformations s'amorce à partir du troisième cycle. Cependant, l'ensemble des échantillons présente une augmentation du gonflement cumulé avec les cycles. La déformation due au retrait-gonflement n'est donc pas complètement réversible. Ceci est corroboré par l'étude microstructurale.

Au cours des cycles d'hydratation la microstructure du sol évolue, la porosité augmente en taille et en volume par ouverture progressive de la porosité inter-agrégat.

Etant donné le fort potentiel de retrait-gonflement des Argiles vertes de Romainville, il est judicieux de prendre des mesures permettant de minimiser voire d'éliminer l'impact de ce phénomène sur les constructions fondées sur ce type de sol.

## Remerciements

Ces travaux ont été réalisés dans le cadre du projet de recherche : « Aléa et risque sécheresse » soutenu par la Fondation MAIF, du projet ARGIC : « Analyse du retrait-gonflement et de ses incidences sur les constructions » soutenu par l'ANR et de la fiche recherche « Sécheresse géotechnique et bâti » du Réseau de recherche sur le développement durable, soutenu par la région Ile-de-France.

## Références

- AFNOR (1995). *Sols, Reconnaissance et essais – Essai de gonflement à l'oedomètre - Détermination des déformations par chargement de plusieurs éprouvettes*. Normalisation française, XP P 94- 091, 13p.
- Al-Homoud A. S., Basma A. A., Malkawi A. I. H. (1995). *Cyclic swelling behaviour of clays*, Jour. Geotech. Engineer. 121 (7): 562-565.
- Al-Mukhtar M., Belanteur N., Tessier D., Vanapalli S.K. (1996). *The fabric of a clay soil under controlled mechanical and hydraulic stress states*, Applied Clay Sciences 11: 99 – 115.
- 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. Int. Assoc. of Engineering Geology, n° 22 : 213 – 223.
- ASTM (1986). *Standard test methods for one – dimensional swell or settlement potential of cohesive soils*, ASTM D 4546 – 85.
- 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, n° 120-121 : 67-82.
- Basma A. A., Al-Homoud A. S., Malkawi A. I. H., Al-Bashabsheh M. A. (1996). *Swelling – Shrinkage behavior of natural expansive clays*. Applied Clay Science, 11: 211-227.
- Basma A. A., Al-Homoud A. S., Malkawi A. H. (1995). *Laboratory assessment of swelling pressure of expansive soils*, Applied Clay Science, 9: 355-368.
- CEBTP (1991). *Détermination des solutions adaptées à la réparation des désordres des bâtiments provoqués par la sécheresse*. Guide pratique CEBTP sous l'égide de l'AQC, l'APSAD, l'AFAC, la CCR et la FNB, 3 fascicules.
- Chassagneux D., Stieljes L., Mouroux P., avec la coll. de Ducreux G.H. (1995). *Cartographie de l'aléa retrait-gonflement des sols (sécheresse/pluie) dans la région de Manosque (Alpes de Haute-Provence). Échelle communale et départementale. Approche méthodologique*. Rapport BRGM R 38695, 90p.
- Chen F. H., Ma G. S. (1987). *Swelling and shrinkage behaviour of expansive clays*. 6th Inter. Conf. Expansive soils, New Delhi, pp. 127-129.
- Day R. W. (1995). *Ultimate Density of a compacted clay subjected to cycles of wetting and drying*. Environmental & Engineering Geoscience, vol.1(2) : 229-232.
- Day R. W. (1994). *Swell – Shrink behaviour of Compacted Clay*, J. Geotech. Eng., 120 (3) : 618-623.
- Dif A. E., Bluemel W. F. (1991). *Expansive soils under cyclic drying and wetting*. Geotech. Testing. Jour., 14 (1): 96-102.

Donsimoni M., Clozier L., Motteau M., Vincent M. (2003). *Cartographie de l'aléa retrait – gonflement des sols argileux dans le département du Val-de-Marne*. BRGM/RP-52224-FR, 136p.

Donsimoni M., Hatton C., Giraud F., Vincent M. (2004). *Cartographie de l'aléa retrait– gonflement des sols argileux dans le département du Val d'Oise*. BRGM/RP-52598-FR, 170p.

El-Sohby M. A., Rabba E. A. (1981). *Some factors affecting swelling of clayey soils*. Geotechnical engineering, 12: 19-39.

Fleureau J.M., Kheirbek-Saoud S., Soemitro R., Taibi S. (1993). *Behaviour of clayey soils on drying- wetting paths*. Can.Geotech., 30: 287 – 296.

Gromko G. J. (1974). *Review of Expansive Soils*. J. Geotech. Eng.. Div., 100, GTG: 667-687.

Holtz, W.G., Gibbs, H.J. (1954). *Engineering Properties of Expansive Clays*. Proc. ASCE, Vol. 80, Separate No. 516.

Komine H., Ogata N. (1992). *Swelling characteristics of compacted bentonite*. Proc. 7<sup>th</sup> Int. Conf. on Expansive soils 1: 216- 221.

Komine H., Ogata N. (1994). *Experimental study on swelling characteristics of compacted bentonite*. Can. Geotech. J., 31: 478-490.

Komine H., Ogata N. (1996). *Prediction for swelling characteristics of compacted bentonite*. Can. Geotech. J. 33(1): 11 – 22.

Komornik A., David D. (1969). *Prediction of swelling pressure of clays*. Proc. ASCE, Journal of Soil Mech. & Found. Div., 95, n° SM1: 209-225.

Parcevaux P. (1980). *Etude microscopique et macroscopique du gonflement de sols argileux*. Thèse doctorat, Université Paris VI, Ecole Nationale Supérieure des mines de Paris.

Pomerol Ch. et Feugueur L. (1986). *Guides Géologiques Régionaux, Bassin de Paris*, 3<sup>e</sup> édition, Masson, Paris.

Seed H. B., Woodward R. J. Jr., Lundgren R. (1962). *Prediction of swelling potential for compacted clays*. Jour. of Soil Mech. & Found. Div., ASCE, 88 : 53-87.

Serratrice J. F., Soyez B. (1996). *Les essais de gonflement*. Bull. Labo. P. et C. 204 : 65-85.

Sridharan A., Rao A. S., and Sivapullaiah P. V. (1986). *Swelling pressure of clays*. Geotechnical Testing journal, GTJODJ, 9, 1: 24-33.

Subba Rao K. S., Satyadas G. G. (1987). *Swelling potential with cycles of swelling and partial shrinkage*. 6<sup>th</sup> Inter. Conf. Expansive soils, New Delhi, pp. 137-142.

Tripathy S., Subba Rao K. S., Fredlund D. (2002). *Water content-void ratio swell-shrink paths of compacted expansive soils*. Can. Geotech. J., 39: 938-959.

Vincent M. (2003). *Retrait-gonflement des sols argileux : méthode cartographique d'évaluation de l'aléa en vue de l'établissement de PPR*. 3<sup>ème</sup> conférence SIRNAT- Forum des journées pour la Prévention des Risques Naturels, Orléans, janv. 2003.

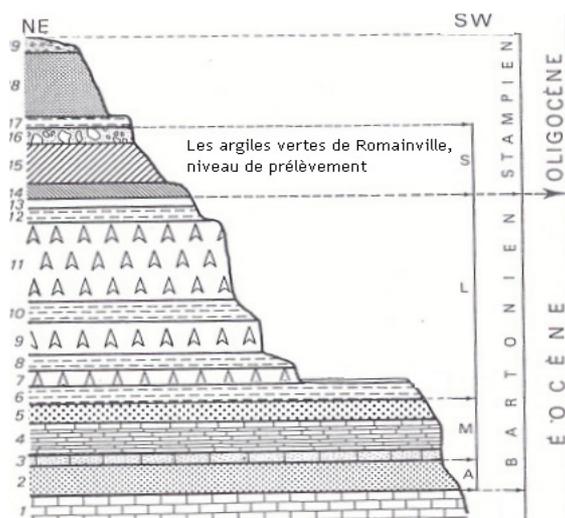
Vincent M., Bouchut J., Fleureau J.-M., Masrouri F., Oppenheim E., Heck J.-V., Ruaux N., Le Roy S., Dubus I., Surdyk N. (2006). *Étude des mécanismes de déclenchement du phénomène de retrait-gonflement des sols argileux et de ses interactions avec le bâti – rapport final*. BRGM/RP-54862-FR, 378 p.

Yong R. N., Warkentin B. P. (1975). *Soil properties and behaviour*. Elsevier, Amsterdam, pp. 197-222.

Zein A.K.M. (1987). *Comparison of measured and predicted swelling behaviour of a compacted black cotton soil*, 6<sup>th</sup> Inter. Conf. on expansive soils, New Delhi, pp. 121 – 126.

- Figure 1 *Coupe géologique du bassin de Paris*  
 Figure 1 *Geological section of Paris basin*  
 Figure 2 *Diffractogrammes de l'Argile verte de Romainville*  
 Figure 2 *X-ray diffraction patterns of clay size fraction of the Argile verte de Romainville with different treatments*  
 Figure 3 *Images de l'Argile verte de Romainville au MEB*  
 Figure 3 *SEM micrographs of the Argile verte de Romainville*  
 Figure 4 *Courbes cumulée et dérivée de distribution des pores de l'Argile verte de Romainville*  
 Figure 4 *Cumulative and derived curves of pore size distribution for the Argile verte de Romainville*  
 Figure 5 *Représentation globale d'un cycle de drainage– humidification sur l'Argile verte de Romainville*  
 Figure 5 *Global representation of a drying –wetting cycle on the Argile verte de Romainville*  
 Figure 6 *Comparaison des chemins de drainage mesurés par l'imposition de succion et par séchage à l'air libre*  
 Figure 6 *Comparison between drying paths measured by suction imposition and by simple open air drying*  
 Figure 7 *Cinétique du gonflement*  
 Figure 7 *Time-Swell curves of the Argile verte de Romainville samples*  
 Figure 8 *Appareillage*  
 Figure 8 *Schematic diagram of test apparatus*  
 Figure 9 *Cinétique de gonflement de l'Argile verte de Romainville soumise alternativement à des phases d'imbibition totale et des phases de séchage complet*  
 Figure 9 *Time-swell curves of the free swelling tests in several wetting and drying cycles for the Argile verte de Romainville*  
 Figure 10 *Taux de gonflement et retrait de l'Argile verte de Romainville soumise alternativement à des phases d'imbibition totale et des phases de séchage complet*  
 Figure 10 *Percent Swell or shrinkage in several wetting and drying cycles for the Argile verte de Romainville*  
 Figure 11 *Taux de gonflement cumulé et retrait de l'Argile verte de Romainville soumise alternativement à des phases d'imbibition totale et des phases de séchage complet*  
 Figure 11 *Accumulated swell and shrinkage percent in several wetting and drying cycles for the Argile verte de Romainville*  
 Figure 12 *Courbes cumulée et dérivée de distribution des pores de l'Argile verte de Romainville pour les cycles 1,3 et 5.*  
 Figure 12 *Cumulative and derived curves of pore size distribution of the Argile verte de Romainville for cycles 1, 3 & 5*  
 Figure 13 *Images de l'Argile verte de Romainville au MEB: état naturel et après 1, 3 et 5 cycles de gonflement libre*  
 Figure 13 *SEM micrographs of the Argile verte de Romainville : natural state and after 1, 3 et 5 cycles of free swelling*

Tableau 1	<i>Caractéristiques minéralogiques et géotechniques de l'Argile verte de Romainville</i>
Table 1	<i>Mineralogical et geotechnical characteristics of the Argile verte de Romainville</i>
Tableau 2	<i>Classification du potentiel de gonflement des sols argileux</i>
Table 2	<i>Swelling potential Classification schemes</i>
Tableau 3	<i>Potentiel de retrait-gonflement de l'Argile verte de Romainville</i>
Table 3	<i>Swelling Potential of the Argile verte de Romainville based on different classification schemes</i>
Tableau 4	<i>Résultats de gonflement libre pour différents poids de piston pour des échantillons d'Argile verte de Romainville</i>
Table 4	<i>Measured swell percent of the Argile verte de Romainville samples under different seating pressure</i>
Tableau 5	<i>Pressions de gonflement de l'Argile verte de Romainville</i>
Table 5	<i>Measured swell pressure of the Argile verte de Romainville samples</i>
Tableau 6	<i>Modèles de prévision testés pour le gonflement de l'Argile verte de Romainville</i>
Table 6	<i>Swelling potential and pressure prediction models tested for the Argile verte de Romainville</i>
Tableau 7	<i>Taux de gonflement mesuré et estimé pour l'Argile verte de Romainville</i>
Table 7	<i>Comparison between measured &amp; predicted swell percent for the Argile verte de Romainville</i>
Tableau 8	<i>Pression de gonflement mesurée et estimée pour l'Argile verte de Romainville</i>
Table 8	<i>Comparison between measured &amp; predicted swell pressure for the Argile verte de Romainville</i>
Tableau 9	<i>Paramètres d'essai cyclique</i>
Tableau 9	<i>Test parameters for cyclic tests</i>



1) Calcaire Grossier, 2) Sables de Beauchamp, 3) Calcaire du Ducy et grès de Mortefontaine, 4) Calcaire de Saint-Ouen, 5) Sables de Monceau, 6) Marnes à *Pholadomya ludensis*, 7) Gypse, 3<sup>e</sup> masse, 8) Marnes à Lucines, 9) Gypse pied d'alouette (2<sup>e</sup> masse), 10) Marnes d'Entre-deux-Masses, 11) Gypse saccharoïde (haute-masse), 12) Marnes bleues d'Argenteuil, 13) Marnes blanches de Pantin, 14) Glaises brunes à Cyrènes, 15) Argile verte de Romainville, 16) Caillasses d'Orgemont et calcaire de Sannois, 17) Marnes à huîtres, 18) Sables de Fontainebleau, 19) Argiles à meulière de Montmorency et limon lœssique.  
 A -Auversien, M -Marinésien, L -Ludien, S -Sannoisien

Figure 1 : Coupe géologique du bassin de Paris (modifié d'après Pomerol et Feugueur 1986)  
 Figure 1: Geological section of Paris basin (modified after Pomerol et Feugueur 1986)

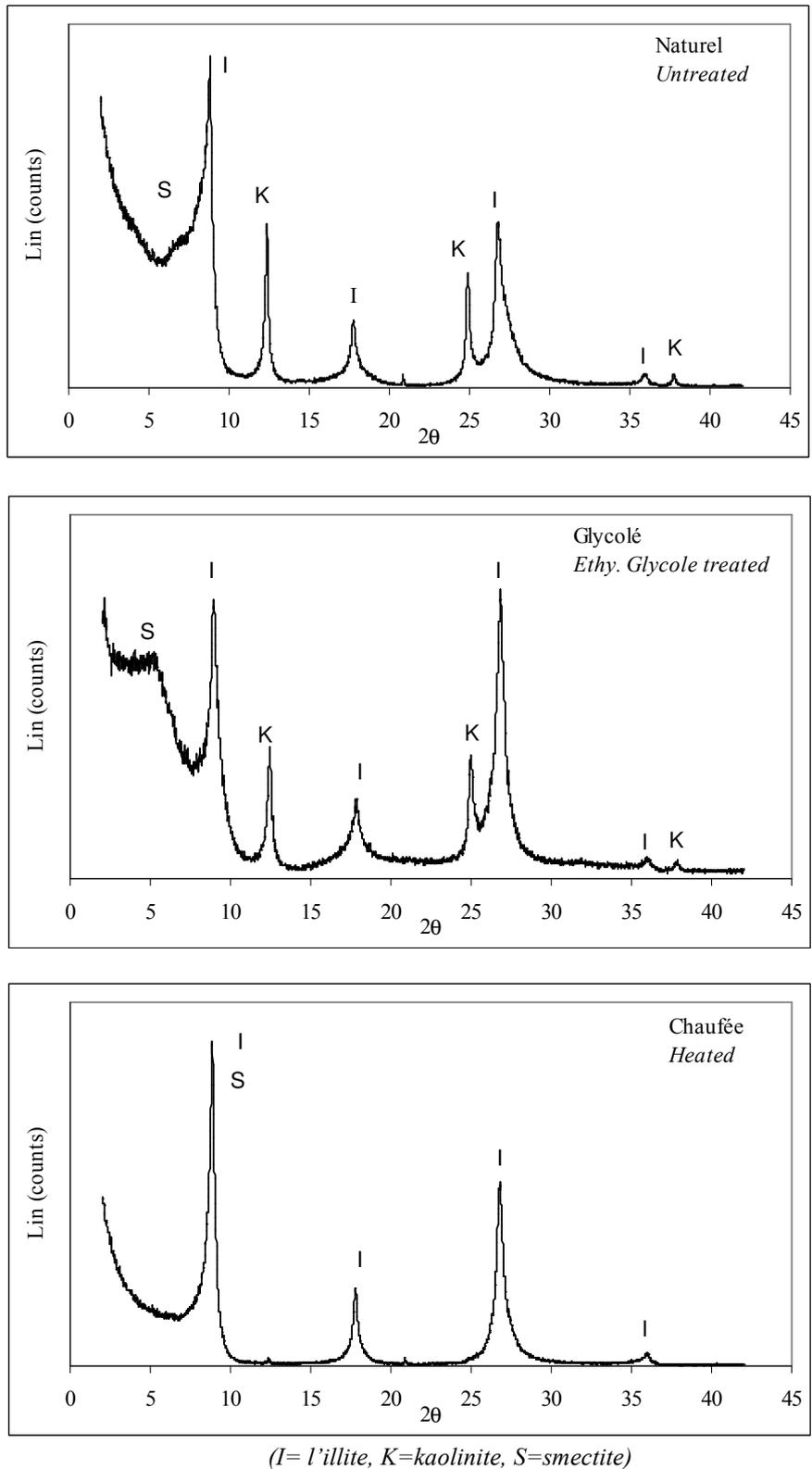


Figure 2. *Diffraction patterns of the Argile verte de Romainville*

Figure 2. *X-ray diffraction patterns of clay size fraction of the Argile verte de Romainville with different treatments*

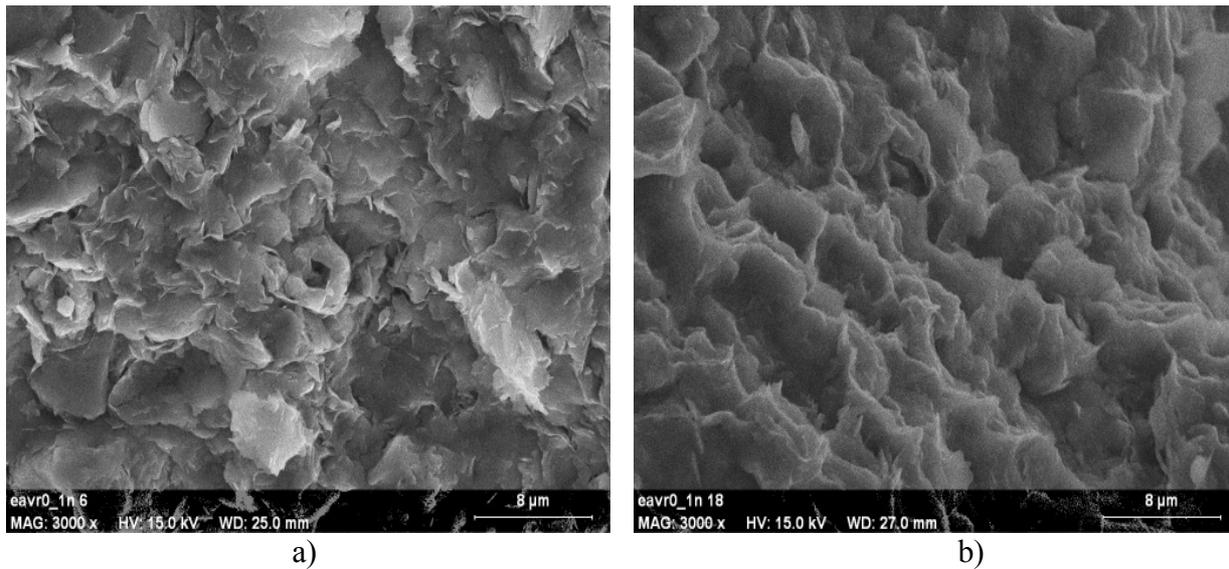


Figure 3: Images de l'Argile verte de Romainville au MEB (x 2000) : a) plan parallèle au litage, b) plan perpendiculaire au litage  
 Figure 3: SEM micrographs of the Argile verte de Romainville (x 2000) : a) surface parallel to the bedding, b) surface perpendicular to the bedding

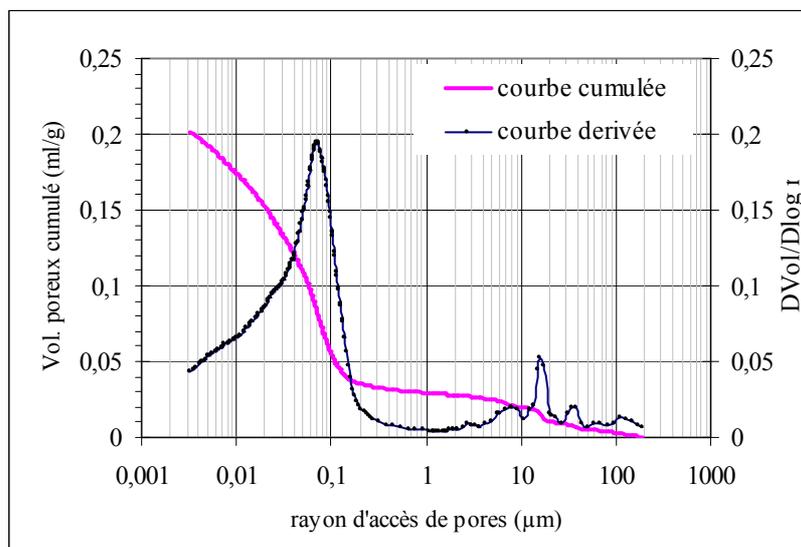


Figure 4 : Courbes cumulée et dérivée de distribution des pores de l'Argile verte de Romainville  
 Figure 4: Cumulative and derived curves of pore size distribution for the Argile verte de Romainville

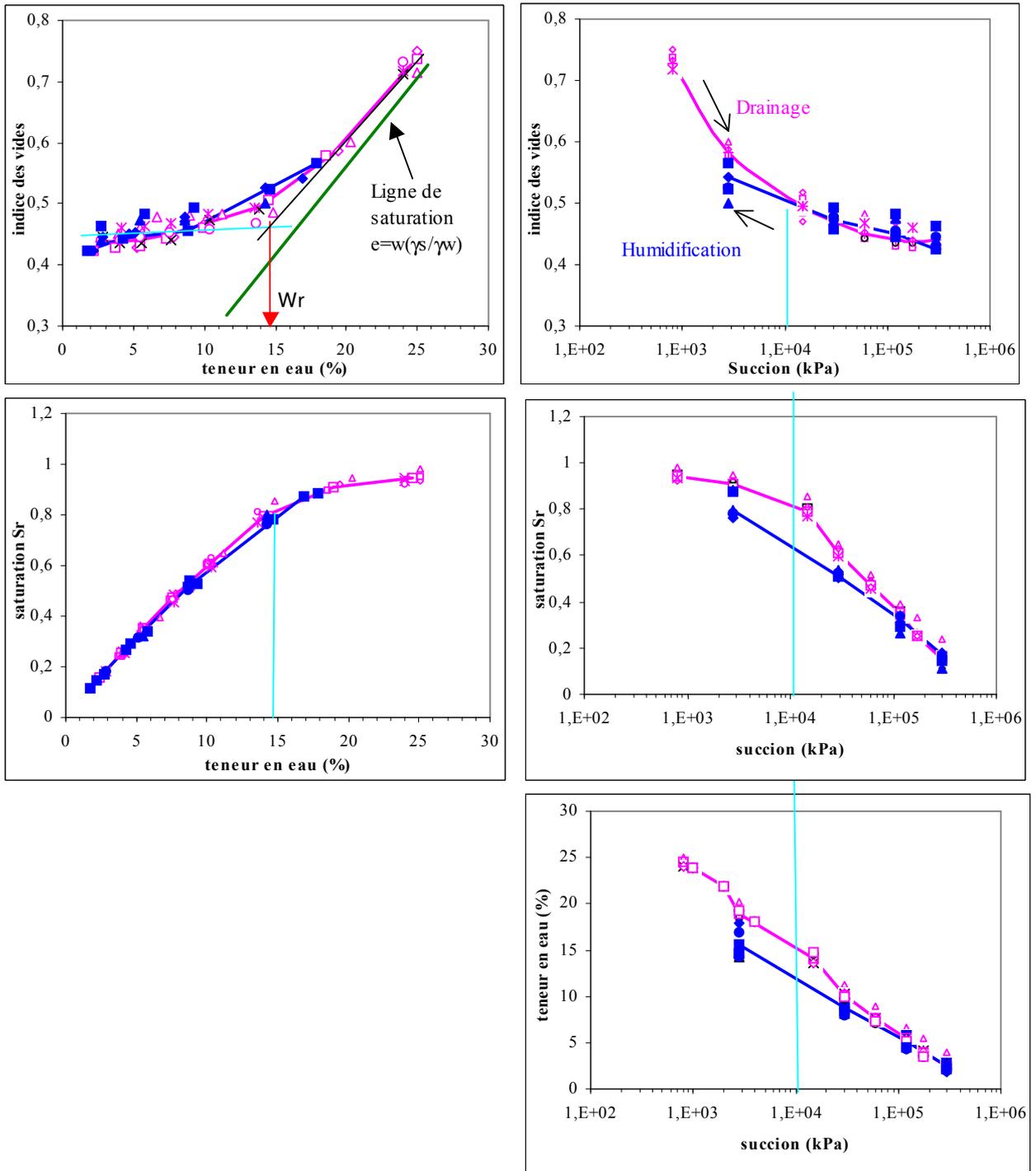


Figure 5. Représentation globale d'un cycle de drainage (□, Δ, x, ...) – humidification (■, ▲, ...) sur l'Argile verte de Romainville correspondant à 6 éprouvettes

Figure 5. Global representation of a drying (□, Δ) – wetting (■, ▲) cycle on the Argile verte de Romainville (6 samples)

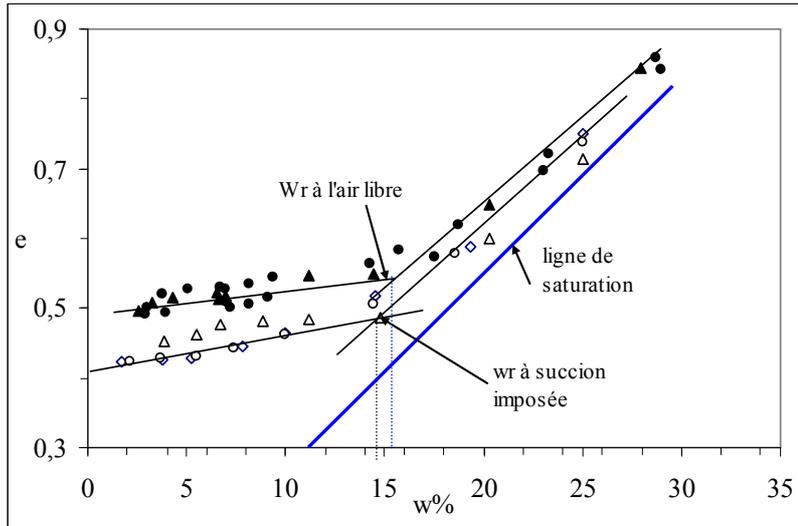
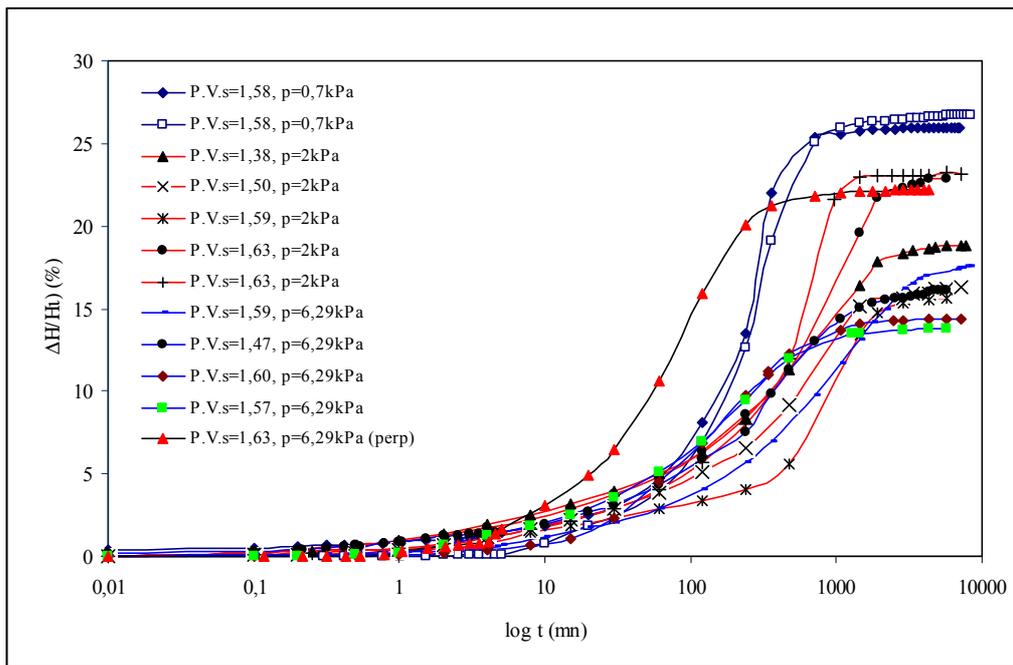


Figure 6. Comparaison des chemins de drainage mesurés par l'imposition de succion ( $\square, \Delta, \circ$ ) et par séchage à l'air libre ( $\blacksquare, \blacktriangle, \bullet$ )  
 Figure 6. Comparison between drying paths measured by suction imposition ( $\square, \Delta, \circ$ ) and by simple open air drying ( $\blacksquare, \blacktriangle, \bullet$ )



P.V.s= Poids volumique sec (dry unit weight)

Figure 7. Cinétique du gonflement – relation  $\Delta H/H_0 = f(\log t \text{ mn})$   
 Figure 7. Time-Swell curves of the Argile verte de Romainville samples

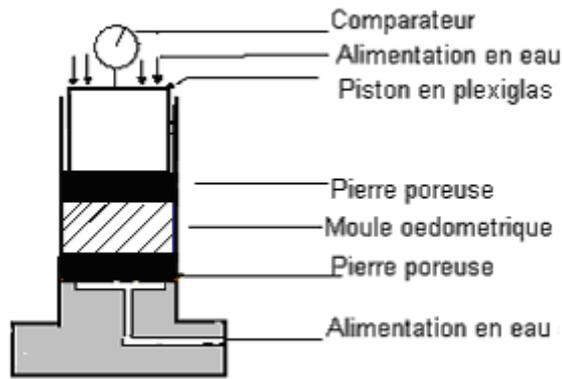


Figure 8: Appareillage  
Figure 8: Schematic diagram of test apparatus

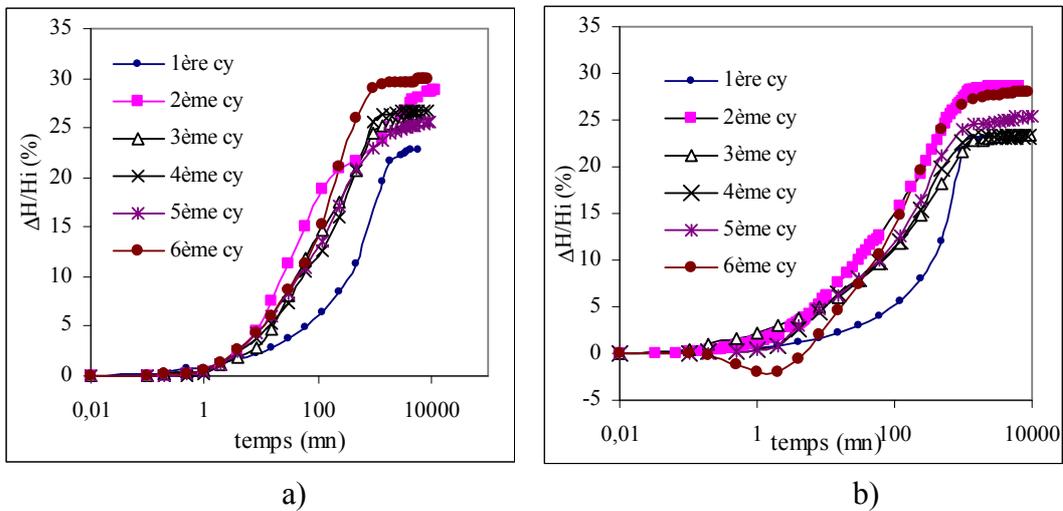


Figure 9. Cinétique de gonflement de l'Argile verte de Romainville soumise alternativement à des phases d'imbibition totale et des phases de séchage complet a) échantillon EAVR0-4 et b) échantillon EAVR0-5  
Figure 9. Time-swell curves of the free swelling tests in several wetting and drying cycles for the Argile verte de Romainville a) sample EAVR0-4 & b) sample EAVR0-5

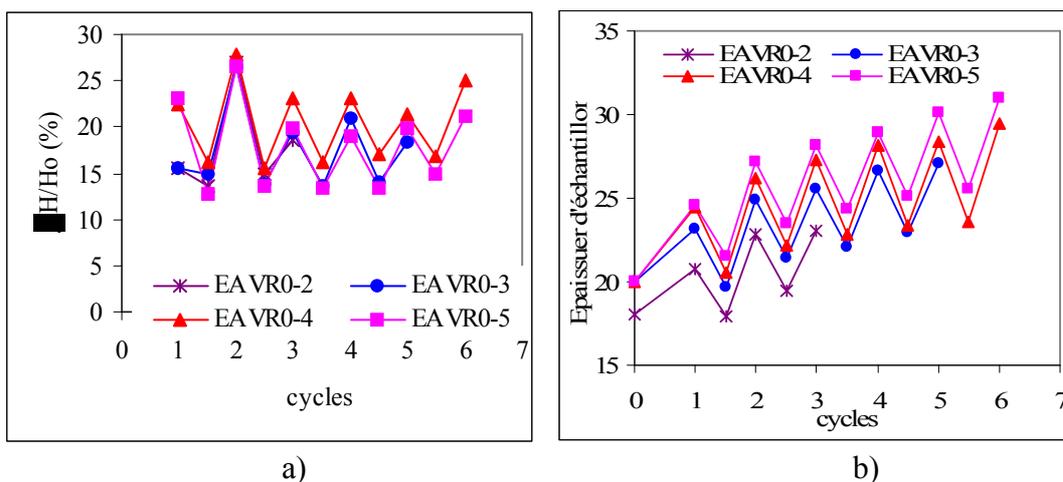


Figure 10. Taux de gonflement et retrait de l'Argile verte de Romainville soumise alternativement à des phases d'imbibition totale et des phases de séchage complet a) taux de gonflement et de retrait b) épaisseur des échantillons

Figure 10. Percent Swell or shrinkage in several wetting and drying cycles for the Argile verte de Romainville a) Percent swell or shrinkage versus number of cycles b) Sample thickness versus number of cycles

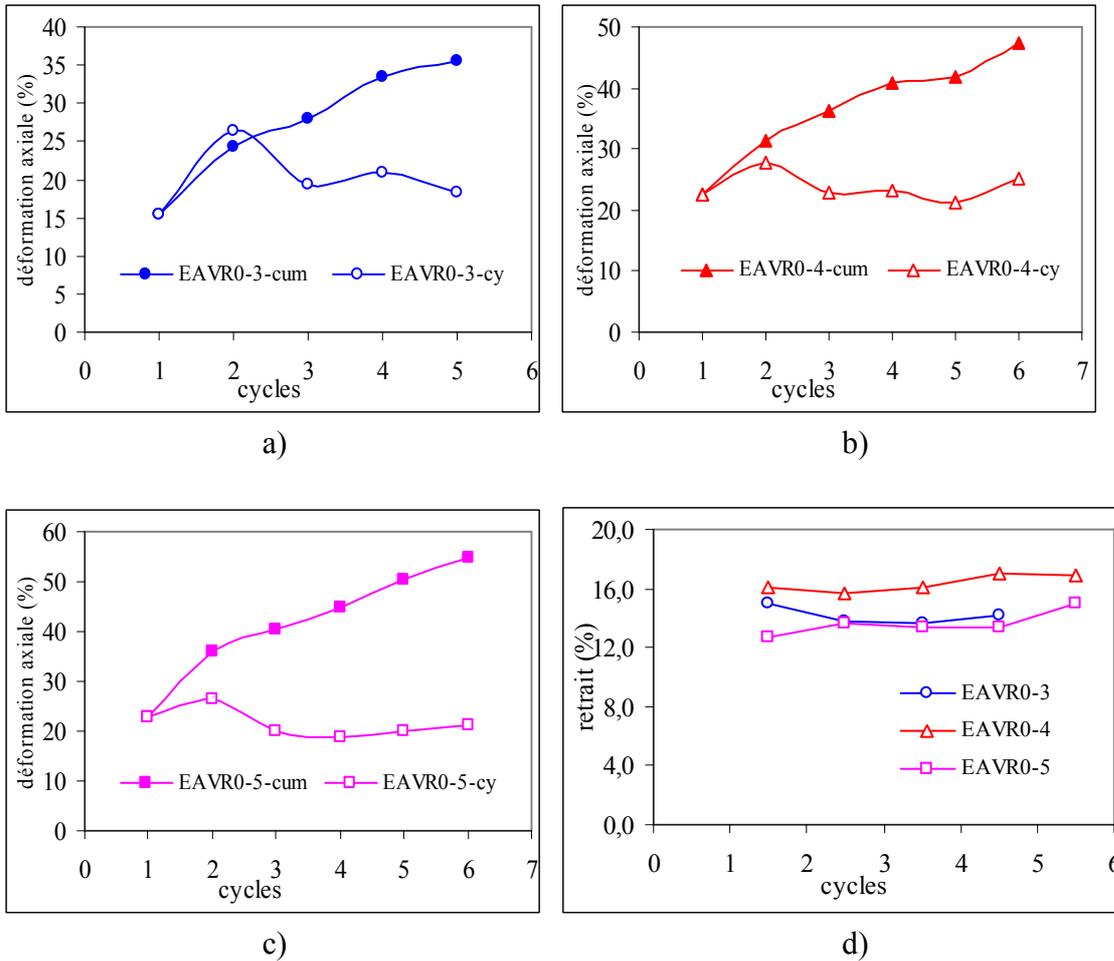
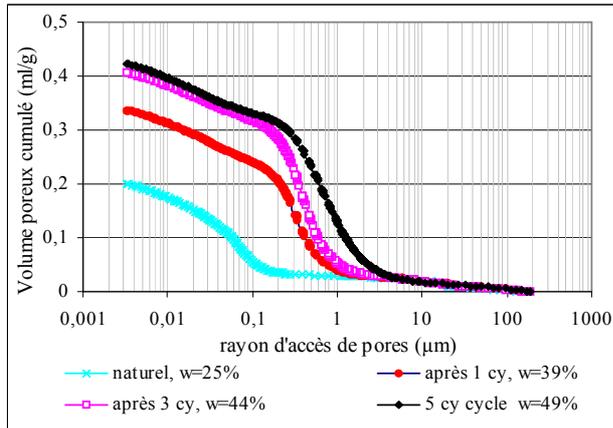
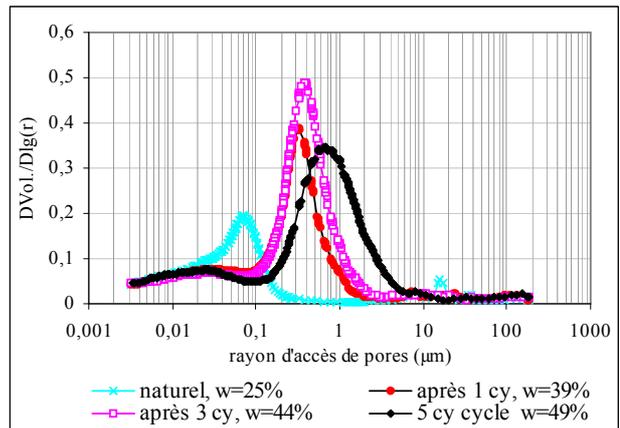


Figure 11. Taux de gonflement et retrait de l'Argile verte de Romainville soumise alternativement à des phases d'imbibition totale et des phases de séchage complet : a, b et c) Taux de gonflement cumulé et pour chaque cycle pour les échantillons respectivement EAVR-3, 4, 5 et d) taux de retrait pour chaque cycle.

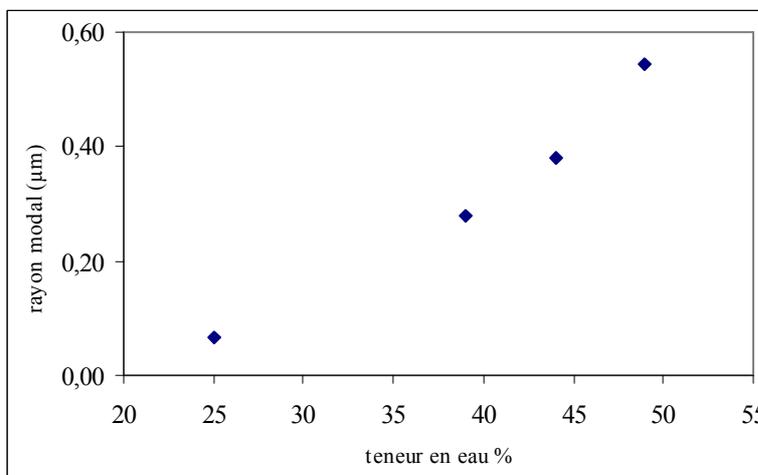
Figure 11. Percent Swell or shrinkage in several wetting and drying cycles for the Argile verte de Romainville: a, b et c) comparison between accumulated swelling strain and experienced in each wetting and drying cycles for samples EAVR-3, 4, 5 respectively d) Percent shrinkage for each drying cycles.



a)



b)



c)

Figure 12 : Courbes cumulée (a) et dérivée (b) de distribution des pores de l'Argile verte de Romainville pour les cycles 1, 3 et 5 ; c) variations du rayon modal au cours des cycles

Figure 12: a) Cumulative and b) derived curves of pore size distribution of the Argile verte de Romainville for cycles 1, 3 et 5 ; c) variation of modal radius for different cycles

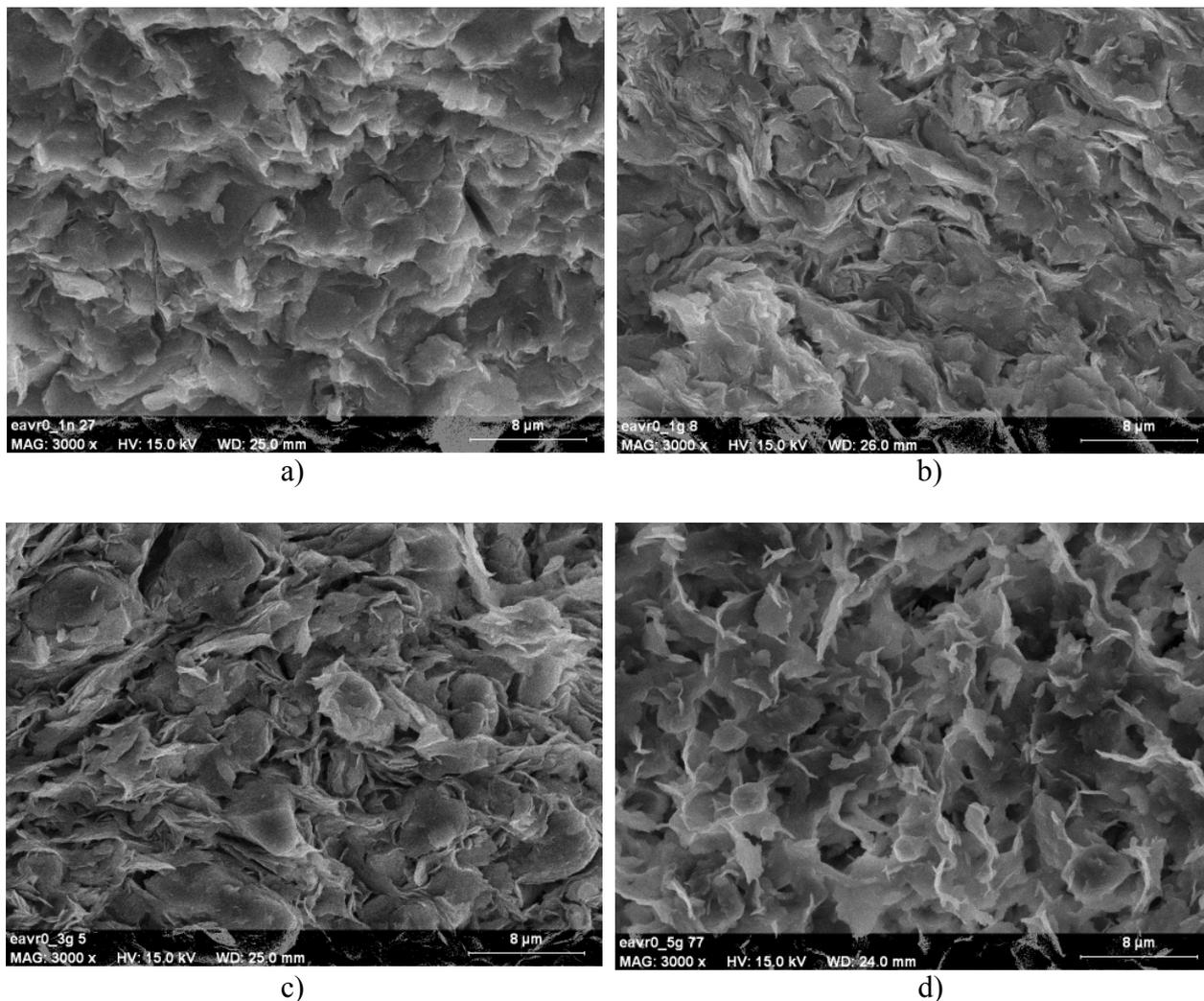


Figure 13: Images de l'Argile verte de Romainville au MEB: a) état naturel; b, c, et d respectivement après 1, 3 et 5 cycles de gonflement libre  
 Figure 13: SEM micrographs of the Argile verte de Romainville : a) natural state ; b, c, et d after 1, 3 et 5 cycles of free swelling respectively

Tableau 1 : Caractéristiques minéralogiques et géotechniques de l'Argile verte de Romainville  
 Table 1: Mineralogical and geotechnical characteristics of the Argile verte de Romainville

<i>Argile verte de Romainville</i>	
<b>Minéralogie</b>	
Phase argileuse	Illite, Kaolinite et Smectite
Quartz (%)	15 - 20
Carbonates (%)	12 - 20
matière organique (%)	< 0,25
<b>Limites d'Atterberg</b>	
Limite de liquidité $W_L$ %	75 - 78
Indice de plasticité $I_p$ %	35 - 38
Indice de retrait $I_r$ %	59 - 62
% < $2\mu\text{m}$	78 - 80
Valeur au bleu (g/100g)	8,0 - 9,3
Surface spécifique $\text{m}^2.\text{g}^{-1}$	167 - 195
<b>Paramètres d'état</b>	
Teneur en eau (%)	24 - 30
Poids volumique ( $\text{kN}.\text{m}^{-3}$ )	19,0 - 20,1
Porosité (%)	40 - 42
Densité des particules solides, $\rho_s$	2,79

Tableau 2. Classification du potentiel de gonflement des sols argileux selon différents auteurs  
 Table 2. Swelling potential Classification schemes

<b>Altmeyer (1955)*</b>	<b>Ranganathan et Satyanarayana (1965)*</b>	<b>Chassagneux et al (1995)</b>		<b>Potentiel de Gonflement</b>
$W_r$ (%) > 12	$0 < I_r$ (%) < 20	$I_p$ (%) < 12	$VB < 2,5$	Faible
$10 < W_r < 12$	$20 < I_r < 30$	$12 \leq I_p < 25$	$2,5 \leq VB < 6$	Moyen
$W_r < 10$	$30 < I_r < 60$	$25 \leq I_p < 40$	$6 \leq VB < 8$	Fort
	$I_r > 60$	$I_p \geq 40$	$VB \geq 8$	Très fort

<b>BRE (1980)*</b>			<b>Holtz &amp; Gibbs (1954)</b>		<b>Holtz et al (1973)*</b>			Potentiel de gonflement
$I_p$ (%)	< $2\mu\text{m}$ (%)	< 0,001 mm (%)	$I_p$ (%)	$W_r$ (%)	$W_L$ (%)	$I_p$ (%)	$W_r$ (%)	
< 18	< 30	< 17	< 20	> 13	20 - 35	< 18	> 15	Faible
18 - 22	30 - 60	12 - 27	12 - 34	8 - 18	35 - 50	15 - 25	10 - 15	Moyen
22 - 35	60 - 95	18 - 37	23 - 45	6 - 12	50 - 70	25 - 35	7 - 12	Fort
> 35	> 95	> 27	> 32	< 10				Très fort

\* Cité par Vincent et al. (2006)

Tableau 3. Potentiel de retrait-gonflement de l'Argile verte de Romainville selon différentes classifications  
 Table 3. Swelling Potential of the Argile verte de Romainville based on different classification schemes

<b>Classification</b>	<b>Argiles vertes de Romainville</b>
Altmeyer (1955)	Faible
Ranganatham et Satyanarayana (1965)	Fort
Prian et al (2000)	Fort
Chassagneux et al (1996)	Très fort
BRE (1980)	Fort
Holtz & Gibbs (1954)	Fort à très fort
Holtz et al (1973)	Moyen à fort

Tableau 4. Résultats de gonflement libre pour différents poids de piston pour des échantillons de l'Argile verte de Romainville ( $w_o$ : teneur en eau initiale,  $H_o$ : épaisseur d'échantillon,  $\gamma_d$ : poids volumique sec,  $\Delta H/H_o$ : taux de gonflement)

Table 4. Measured swell percent of the Argile verte de Romainville samples under different loading pressures ( $w_o$ : initial moisture content,  $H_o$ : sample thickness,  $\gamma_d$ : dry unit weight,  $\Delta H/H_o$ : swell percent)

$w_o$ (%)	$H_o$ (mm)	$\gamma_d$ (kN.m <sup>-3</sup> )	$\Delta H/H_o$ (%)	Poids du Piston (kPa)
29,1	12	14,7	15,8	6,3
23,6	12	16,3	21,7	6,3*
24,9	12	16,1	14,2	6,3
25,0	12	15,9	13,6	6,3
25,0	24	16,3	17,5	6,3
24,9	20	15,8	18,8	2,0
28,0	18	15,0	16,2	2,0
26,0	20	15,9	15,5	2,0
22,7	20	16,3	22,8	2,0
23,8	20	16,3	23,0	2,0
25,4	24,3	15,8	26,4	0,7
25,0	23	15,7	26,0	0,7

\* échantillon taillé parallèle au plan du litage

Tableau 5. Pressions de gonflement de l'Argile verte de Romainville ( $w_o$ : teneur en eau initial,  $H_o$ : épaisseur d'échantillon,  $\gamma_d$ : poids volumique sec,  $\sigma_g$ : pression de gonflement)

Table 5. Measured swell pressure of the Argile verte de Romainville samples ( $w_o$ : initial moisture content,  $H_o$ : sample thickness,  $\gamma_d$ : dry unit weight,  $\sigma_g$ : swell pressure)

$w_o$ (%)	$H_o$ (mm)	$\gamma_d$ (kN.m <sup>-3</sup> )	$\sigma_g$ (kPa)	méthode
29,1	12	14,7	360	GL-C
25,0	12	15,7	540	GL-C
24,9	12	16,0	500	GL-C
25,5	12	15,5	700	VC
23,6	12	15,8	670	VC

GL-C: méthode gonflement libre puis chargement (swell – consolidation method)

VC : méthode à volume constant (constant volume method)

Tableau 6. Modèles de prévision testés pour le gonflement de l'Argile verte de Romainville

Table 6. Swelling potential and pressure prediction models tested for the Argile verte de Romainville

Modèles empiriques*	Expression mathématique
<b>Taux de gonflement (Tg)</b>	
Nayak et Christensen (1971) (eq.1)	$Tg = 0.0229(IP)^{1,45} \frac{C2}{w_o} + 6,38$
Vijayvergiya et Ghazzaly (1973) (eq.2 et 3)	$\lg(Tg) = \frac{1}{19,5} (6,242\gamma_d + 0,65 w_L - 130,5) \dots; \lg(Tg) = \frac{1}{12} (0,4w_L - w_o + 5,5)$
Brackley (1975) (eq.4)	$Tg = (5,3 - \frac{147e_o}{Ip}) \cdot (0,525Ip + 4,1 - 0,85w_o)$
Weston (1980) (eq.5)	$Tg = 4,11 \cdot 10^{-4} (w_{LL})^{4,17} (p)^{-0,386} (w_o)^{2,33}; \text{ où } w_{LL} = w_L \left( \frac{\% < 40\mu m}{100} \right)$
<b>Pression de gonflement (Pg)</b>	
Nayak et Christensen (1971) (eq.6)	$Pg(t/m^2) = 0,035817 \cdot (Ip)^{1,12} \left( \frac{C2}{w_o} \right)^2 + 3,7912; \text{ méthode à volume constant}$
Vijayvergiya et Ghazzaly (1973) (eq.7 et 8)	$\lg(Pg) = \frac{1}{19,5} (6,242\gamma_d + 0,65 w_L - 139,5); \lg(Pg) = \frac{1}{12} (0,44w_L - w_o - 0,4)$ Pg (t/m <sup>2</sup> ), méthode à volume constant
Brackley (1975) (eq.9)	$\lg(Pg) = (5,3 - \frac{147e_o}{Ip}) \text{ Pg en kPa}$

\*cités par Zein 1987

IP : indice de plasticité, C2 : % < 2µm, w<sub>o</sub> : teneur en eau, poids volumique sec (kN.m<sup>-3</sup>), p : contrainte normale (kPa), e<sub>0</sub> : indice de vide

Tableau 7. Taux de gonflement mesuré et estimé pour l'Argile verte de Romainville

Table 7. Comparison between measured & predicted swell percent for the Argile verte de Romainville

w <sub>o</sub> (%)	γ <sub>d</sub> (kN.m <sup>-3</sup> )	Poids de Piston (kPa)	Taux de gonf. mesuré (%)	Taux de gonflement estimé (%)				
				Eq.1	Eq.2	Eq.3	Eq.4	Eq.5
29,1	14,7	6,3	15,8	17,0	3,3	3,4	-1,6*	4,8
23,6	16,3	6,3	21,7	19,5	10,6	9,8	3,6	7,7
24,9	16,0	6,3	14,2	18,8	8,5	7,6	1,8	6,8
25,0	15,7	6,3	13,6	18,8	6,8	7,5	1,7	6,8
25,0	15,9	6,3	17,5	18,8	7,9	7,5	1,5	6,8

\* le signe négatif indique un tassement

Tableau 8. Pression de gonflement mesurée et estimée pour l'Argile verte de Romainville  
 Table 8. Comparison between measured & predicted swell pressure for the Argile verte de Romainville

$w_o$ (%)	$\gamma_a$ ( $kN.m^{-3}$ )	Pression de gonflement mesurée (kPa)	Pression de gonflement estimée (kPa)			
			Eq.6	Eq.7	Eq.8	Eq.9
29,1	14,7	360	173	110	108	33
25,0	15,7	540	221	231	237	106
24,9	16,0	500	222	288	241	156
25,5	15,5	700	213	199	215	87
23,6	15,8	670	243	248	310	116

Tableau 9. Paramètres d'essai cyclique  
 Tableau 9. Test parameters for cyclic tests

Paramètres	EAVR0-1	EAVR0-2	EAVR0-3	EAVR0-4	EAVR0-5
Teneur en eau initiale, $w(\%)$	24,9	28,2	26	22,7	23,8
Poids volumique sec, initial, $\gamma_d$ ( $kN.m^{-3}$ )	15,8	15	15	16,3	16,3
Pression verticale due au piston (kPa)	2	2	2	2	2



## INFLUENCE DU MODE DE SECHAGE DES SOLS ARGILEUX SUR LA DETERMINATION DE LA CAPACITE D'ECHANGE CATIONIQUE

### *INFLUENCE OF DRYING PROCESS OF CLAYEY SOILS ON THE CATION EXCHANGE CAPACITY*

SAOUSSEN LARIBI, MARTINE AUDIGUIER, ROGER COJEAN

Centre de Géosciences, Ecole des Mines de Paris,  
35 rue Saint-Honoré, 77 305 Fontainebleau

**RESUME** - L'influence du protocole expérimental relatif au mode de séchage de matériaux argileux sur la détermination de la capacité d'échange cationique a été étudiée. Les résultats de cette étude montrent que les valeurs de la CEC des matériaux, séchés par lyophilisation sont supérieures à celles des matériaux séchés à l'étuve. C'est particulièrement le cas des matériaux contenant de la smectite. Les interprétations données ont été confortées par l'observation au MEB.

**ABSTRACT** – The influence of the experimental process related to the drying of clayey soils on the CEC determination is studied. The results of this study show that the CEC values of freeze-dried samples are higher than the ones of oven-dried samples. It is particularly verified for smectite-bearing materials. The proposed interpretations are well supported by SEM observations.

### 1. Introduction

Les phénomènes de retrait-gonflement des sols argileux sont responsables d'importants dommages affectant le bâti. La connaissance des propriétés physico-chimiques, géotechniques et texturaux de ces sols s'avère nécessaire et doit être améliorée.

Dans ce but, une étude comparative de facteurs de prédisposition au phénomène de retrait-gonflement est réalisée sur cinq sols argileux : deux formations du bassin de Paris, ainsi qu'une smectite, une kaolinite et une illite.

Dans une première partie, une caractérisation physico-chimique (DRX, ATD-ATG, SS ), géotechnique (limites d'Atterberg, analyse granulométrique, essai au bleu) des matériaux est présentée, et l'aptitude au retrait-gonflement est définie à partir des abaques géotechniques.

Dans une seconde partie, l'étude de l'influence du protocole expérimental, relatif au mode de séchage des matériaux argileux, sur la détermination de la capacité d'échange cationique a été menée, puis complétée par des observations au microscope électronique à balayage.

## 2. Matériaux

Les échantillons utilisés dans cette étude peuvent être divisés en deux groupes :

1. Deux sols argileux de la région parisienne sensibles au retrait-gonflement :

- a) L'Argile verte de Romainville (AVR) appartenant au Stampien inférieur, étage de l'Oligocène inférieur
- b) Les Marnes bleues d'Argenteuil, appartenant au Ludien supérieur, étage de l'Eocène supérieur.

Des études antérieures (Audiguier et al., 2007 ; Laribi et al., 2007) ont permis d'identifier les deux sols : AVR et MBA comme étant des mélanges de smectite, illite et de kaolinite.

2. Trois minéraux argileux : une smectite (S) du Wyoming (USA), une illite (I) de Silver Hill, Montana (USA), et une kaolinite (K) provenant de la région Rhône-Alpes (France).

Les sols naturels sont difficiles à traiter en raison de la présence d' "impuretés" comme le quartz et les carbonates. Par conséquent, ils ont été purifiés par la méthode d'échange de sodium (Van Olphen, 1977). La méthode de purification consiste en un échange sodique d'une poudre d'argile tamisée à 100  $\mu\text{m}$ , suivi d'une centrifugation, ce qui permet d'éliminer les "impuretés" et de substituer l'ion sodium aux cations échangeables et de ne récupérer que la fraction argileuse  $< 2\mu\text{m}$ . Les argiles purifiées sont séchées par deux méthodes : la lyophilisation et le séchage à l'étuve afin de voir l'influence du mode de séchage sur la détermination de la capacité d'échange cationique des argiles.

Par la suite, les argiles purifiées sont repérées par l'indice "p" associé au nom du matériau.

En conclusion, les matériaux d'études sont appelés : AVR, AVR<sub>p</sub>, MBA, MBA<sub>p</sub>, I, I<sub>p</sub>, S, S<sub>p</sub>, K et K<sub>p</sub>.

## 3. Techniques expérimentales et appareillages

- Les diffractogrammes de rayons X sont obtenus à l'aide d'un diffractomètre Philips automatisé PW1710 comportant une anticathode de cuivre ( $\lambda_{\text{CuK}\alpha} = 1,54040\text{\AA} - 1,54438\text{\AA}$ ) sous une tension de 40 kV et une intensité de 20 mA. La zone angulaire choisie pour les enregistrements est comprise entre  $2\theta = 2^\circ$  et  $2\theta = 30^\circ$ , elle est balayée à une vitesse de  $2^\circ/\text{min}$ .

- L'analyse thermique différentielle et thermo-gravimétrique (ATD-ATG) a été effectuée à l'aide d'un appareil ATD-ATG, de marque TGA 92 de SETARAM. Le taux de chauffe est de  $2^\circ\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$ . Le gaz vecteur est l'argon.

- Les observations microscopiques ont été réalisées sur un microscope électronique à balayage de marque JEOL JSM-840A.

- Les surfaces spécifiques totales ont été mesurées par adsorption d'éthylène-glycol monoéthyl éther (EGME) selon la méthode décrite par Carter et al. (1965).

- La capacité d'échange cationique est déterminée par la méthode au bleu selon la norme AFNOR NF P 94-068.

- Les limites d'Atterberg ont été déterminées selon la norme AFNOR NF P 94-050, SOLS, à l'aide de l'appareil de Casagrande pour la limite de liquidité.

- Les analyses granulométriques ont été effectuées sur un Micrometrics® Sédigraphe 5100 V3.08.
- La teneur en carbonates a été déterminée par la méthode volumétrique à l'aide d'un calcimètre Dietrich-Frühling.
- La teneur en matière organique a été déterminée selon la norme AFNOR NF P 94-055.

## 4. Résultats et discussions

### 4.1. Caractérisation minéralogique et géotechnique

Le tableau I résume les propriétés minéralogiques, géotechniques et de gonflement des cinq matériaux d'étude.

Les deux sols : AVR et MBA sont des mélanges de smectite, d'illite et de kaolinite et présentent un pouvoir de gonflement très élevé. Les limites d'Atterberg les classent dans les sols limoneux très plastiques (proches des argiles très plastiques) ;

L'argile S est une argile de type smectitique. Les limites d'Atterberg la classent dans la catégorie des argiles très plastiques avec un pouvoir de gonflement très élevé ;

L'argile I est une illite pure et l'argile K (essentiellement kaolinique, avec un peu d'illite). Les limites d'Atterberg les classent dans la catégorie des argiles peu plastiques avec un pouvoir de gonflement moyen.

Tableau I. Résumé des propriétés des matériaux d'étude

	<b>AVR</b>	<b>MBA</b>	<b>S</b>	<b>I</b>	<b>K</b>
<b>Composition de la fraction argileuse</b>	smectite Illite kaolinite	smectite Illite kaolinite	smectite	illite	kaolinite illite
<b>Teneur en carbonate (%)</b>	12,6	64,4	2,8	0,9	0,5
<b>Teneur en matière organique (%)</b>	0,12	0,46	1,33	0,1	0,2
<b>Surface spécifique totale (m<sup>2</sup>/g)</b>	98	50	517	89	12
<b>Limite de liquidité w<sub>L</sub> (%)</b>	75	86	567	45	40
<b>Limite de plasticité w<sub>P</sub> (%)</b>	40	44	32	24	20
<b>Indice de plasticité I<sub>p</sub> (%)</b>	35	42	535	21	20
<b>Fraction &lt; 2 μm</b>	84	89	95	35	60
<b>Classification du matériau</b>	sols limoneux	sols limoneux	argile très plastique	argile peu plastique	argile peu plastique
<b>Pouvoir de gonflement</b>	très élevé	très élevé	très élevé	moyen	moyen

### 4.2. Influence du mode de séchage sur la capacité d'échange cationique

La figure 1 montre l'influence du mode de séchage sur la variation de la valeur de la capacité d'échange cationique de cinq matériaux purifiés : AVR<sub>p</sub>, MBAP, Sp, Kp et Ip.

Les résultats de cette étude montrent que les valeurs de la CEC des matériaux séchés par lyophilisation sont nettement supérieures à celles des matériaux purs séchés à l'étuve. Cependant la lyophilisation n'influence pas de la même manière les résultats. En effet, dans le

cas de la smectite ou des deux sols (AVRp et MBAp) contenant des smectites, l'augmentation de la CEC est remarquable alors que dans le cas de la kaolinite et de l'illite elle est très faible.

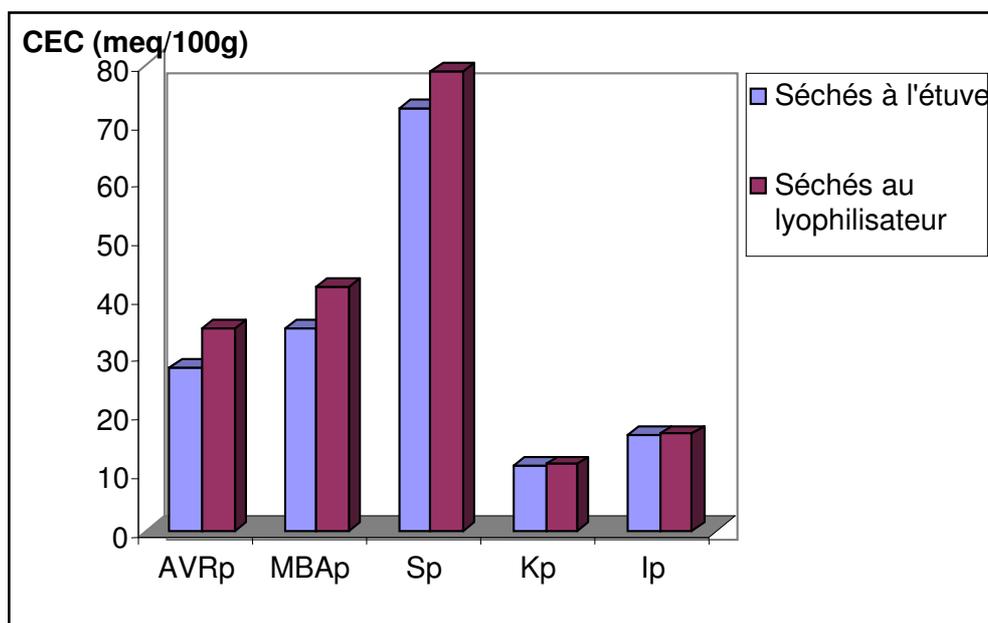


Figure 1. Influence du mode de séchage sur la valeur de la capacité d'échange cationique des argiles pures

Ces résultats peuvent être interprétés de la manière suivante :

L'augmentation des valeurs de la CEC pour les matériaux lyophilisés par rapport aux matériaux séchés à l'étuve peut être expliquée par le mode opératoire de la lyophilisation. La lyophilisation de suspension d'argile consiste à congeler l'eau de la suspension et donc l'eau interfoliaire des argiles à  $-110^{\circ}\text{C}$  avec de l'azote liquide, puis à sublimer la glace en faisant le vide.

Le fait de refroidir à l'azote liquide l'eau interfoliaire a pour effet de la transformer en glace qui occupe un plus grand volume que l'eau liquide. La glace a alors tendance à repousser les feuillets les uns des autres et en conséquence à favoriser l'exfoliation.

L'exfoliation des feuillets d'argiles permet un meilleur accès aux surfaces des argiles et donc une meilleure accessibilité aux cations interfoliaires et entraînant une augmentation de la valeur de l'échange cationique.

Cette interprétation est valable pour les argiles de type smectite (Sp) ou contenant de la smectite (AVRp et MBAp) mais elle n'est plus valide dans le cas des argiles de type kaolinite (Kp) ou illite (Ip).

Cette différence observée et cette dépendance lyophilisation/minéralogie des matériaux argileux peut être expliquée par la structure minéralogique et par les forces de cohésion des feuillets des argiles.

En effet, dans le cas des argiles de type smectite, les feuillets adhèrent les uns aux autres grâce aux forces de cohésion (force de Van der Waals) qui sont des forces relativement faibles, ce qui explique d'ailleurs la facilité de la pénétration des molécules d'eau dans l'espace interfoliaire et la capacité de gonflement de ce type d'argile (Davet, 1996). Comme les forces qui lient des feuillets successifs sont faibles, la pression exercée durant la lyophilisation

parvient à rompre facilement ces liaisons et permet en conséquence une exfoliation des feuillets de smectite.

Dans le cas des illites, les cations potassium interfoliaires ont la particularité de posséder exactement la dimension des cavités de surface du feuillet où ils sont piégés, formant ainsi un complexe de sphère interne avec les feuillets entre lesquels ils sont emprisonnés. Cette liaison des feuillets par le potassium est si forte que les feuillets de l'illite s'empilent, solidement pour former des cristallites rigides en forme de plaquettes et qui rendent les espaces interfoliaires quasiment inaccessibles aux molécules du solvant (Charlet et Schlegel, 1999), ce qui explique que la lyophilisation ne parvient à exfolier que très peu des feuillets, contrairement aux smectites.

Dans le cas des argiles de type kaolinite, les particules constituant les minéraux de type 1/1 ont leurs feuillets successifs empilés de telle sorte que le plan d'oxygène d'un feuillet se trouve en face des groupements hydroxyles du feuillet voisin. Ainsi, les liaisons hydrogène s'établissent entre les groupements hydroxyle de la couche octaédrique et les atomes d'oxygène de la couche tétraédrique du feuillet adjacent. La conséquence d'une telle disposition est la stabilisation du réseau par liaison hydrogène et la formation des plaquettes rigides dont l'extension latérale est de l'ordre de quelques centaines de nm et l'épaisseur de quelques dizaines de nm.

#### 4.3. Observations microscopiques

Les observations faites au microscope électronique à balayage ont été réalisées afin de compléter les résultats précédents.

Les photos des échantillons de smectite, d'Argile verte de Romainville et de Marne bleu d'Argenteuil purifiées et séchées par lyophilisation (Figure 2) montrent leur extrême minceur. Laribi et al., (2005) ont montré que les échantillons obtenus par ce genre de préparation ont une épaisseur de l'ordre de 4 à 5 nm ce qui ne dépasse donc pas 3 à 4 feuillets.

A l'échelle macroscopique, ces argiles apparaissent comme une sorte d'écume très peu dense avec des couches minces enchevêtrées, courbées avec différents rayons de courbures ce qui permettrait des orientations aléatoires entre feuillets élémentaires. Au niveau cohésion, ces argiles apparaissent très souples, peu liées et légèrement collantes grâce aux forces de Van der Waals.

Les photos des échantillons de kaolinite et d'illite (Figure 3) montrent distinctement des feuillets d'argile, avec une densité de matière plus importante et donc des feuillets beaucoup moins dispersés que Sp, AVR P et MBap. Les clichés de MEB montrent des organisations anisotropes sous forme de plaquettes superposées et juxtaposées et qui s'associent entre elles avec des empilements importants ce qui est en accord avec les résultats précédents. La lyophilisation ne permet guère de séparer les feuillets d'argile de type kaolinite ou illite alors que dans le cas des minéraux contenant de la smectite, la séparation et l'exfoliation des feuillets sont beaucoup plus faciles.

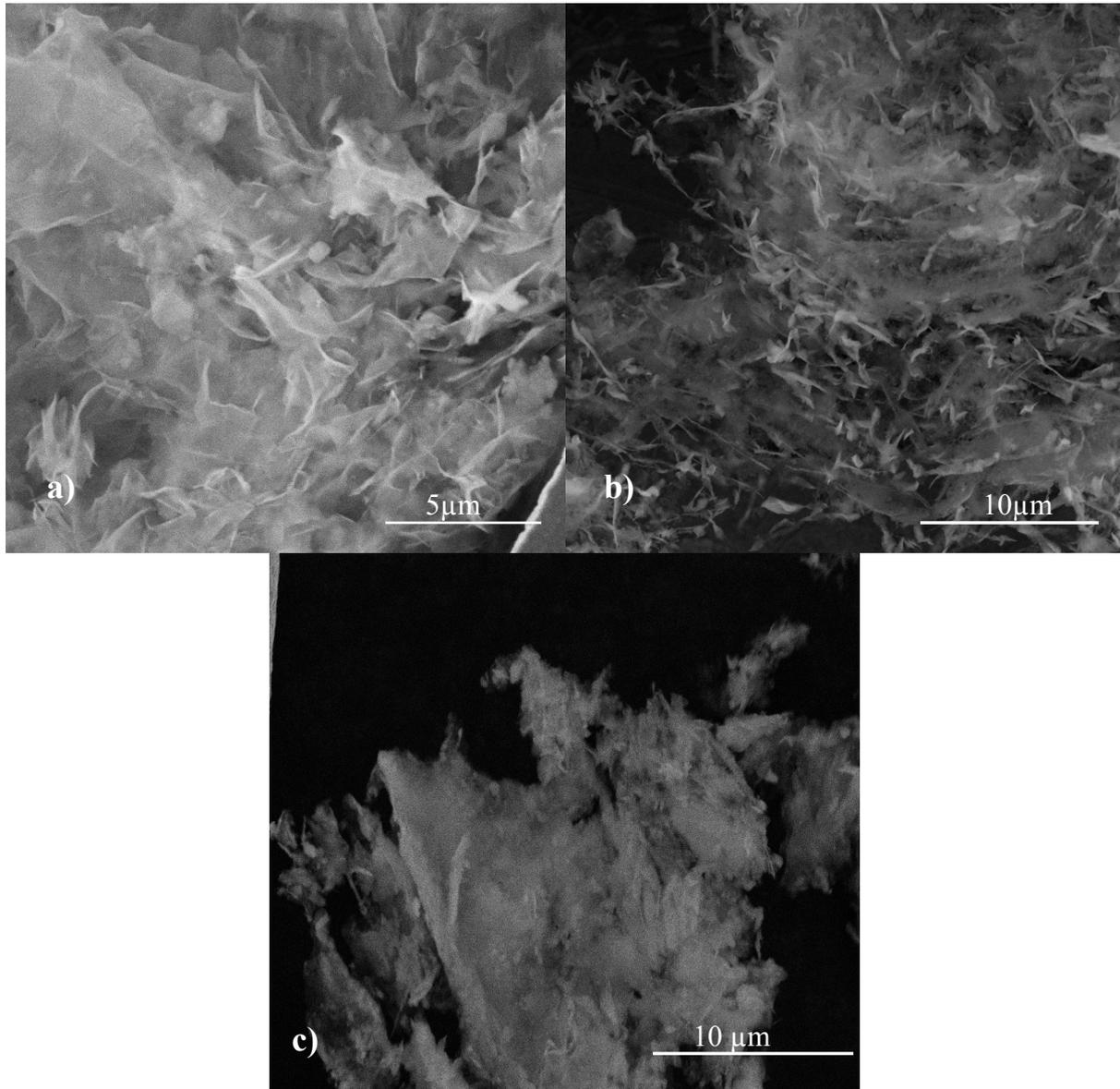


Figure 2. Photos de MEB des matériaux contenant de la smectite :  
 a) Sp, b) AVRp, c) MBAp

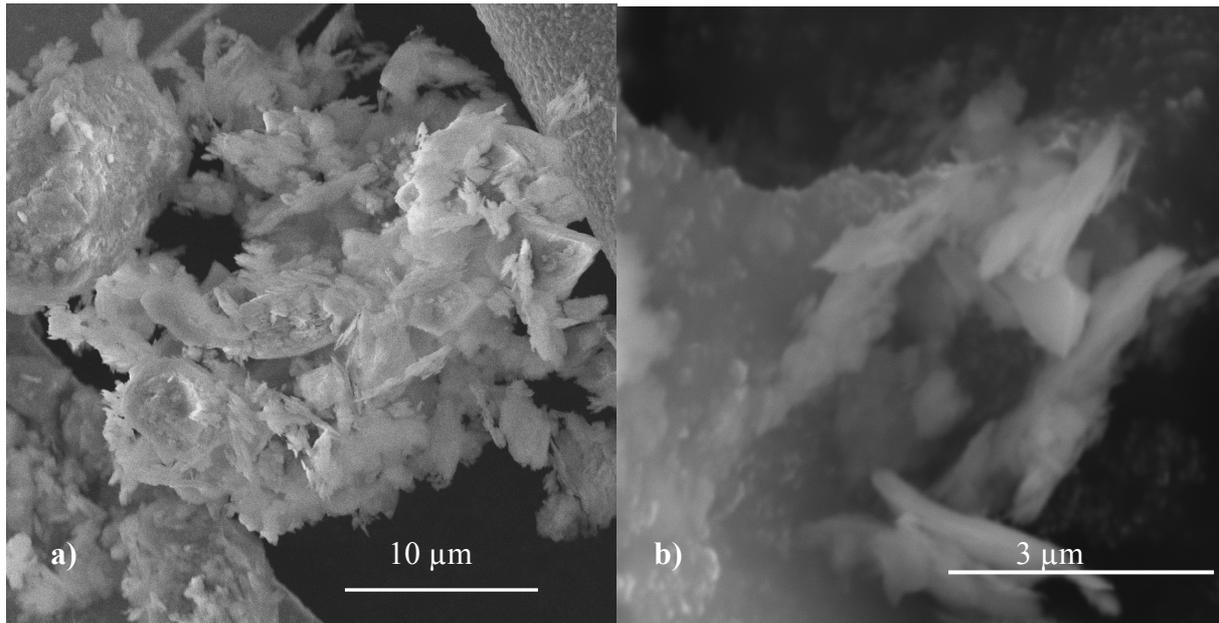


Figure 3. Photos de MEB de : a) kaolinite Kp et b) illite Ip

## 5. Conclusion

L'influence du paramètre expérimental qui est le séchage par lyophilisation sur la détermination de la capacité d'échange cationique à partir de l'essai au bleu a été étudiée sur deux sols argileux de la région parisienne ainsi que trois argiles de type smectite, kaolinite et illite.

Les résultats de cette étude montrent que les valeurs au bleu des argiles séchées par lyophilisation sont systématiquement supérieures à celles des argiles pures séchées à l'étuve. Cependant, l'influence de la lyophilisation n'est pas la même pour toutes les argiles. En effet, dans le cas des matériaux contenant la smectite, l'augmentation de la valeur de la capacité d'échange cationique est nettement supérieure à celle de la kaolinite et de l'illite.

Ceci peut être expliqué par le fait que la lyophilisation exfolie les feuillets et donc permet un meilleur accès aux surfaces développées par les minéraux argileux entraînant l'augmentation de la valeur de la capacité d'échange cationique.

Dans le cas de la kaolinite et de l'illite toutefois, les liaisons entre les feuillets successifs sont si fortes que la lyophilisation ne parvient à exfolier que très peu de feuillets, contrairement aux smectites dont la cohésion entre feuillets se fait grâce aux forces de Van der Waals qui sont des liaisons d'énergie plus faible que les liaisons hydrogène.

## 6. Références bibliographiques

- AFNOR (1990) NF P18-595. *Granulats - Valeur de bleu de méthylène - Méthode turbidimétrique*
- AFNOR (1993) *Sols. Reconnaissance et Essais – Détermination des limites d'Atterberg – Limite de liquidité à la coupelle – Limite de plasticité au rouleau*. Association Française de Normalisation

- AFNOR (2003) NF P 94-048. *Reconnaissance et Essais – Détermination de la teneur en carbonate – Méthode du calcimètre*
- 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.
- Carter D.L., Heilman M.D., Gonzalez C.L. (1965) *Ethylene glycol monoethyl ether for determining surface area of silicate minerals*. Soil Science. 100, 356-360.
- Charlet L., Schlegel M.L. (1999) *La capacité d'échange des sols. Structures et charges à l'interface eau/particule*. C.R. Acad. Agri. de France. 85, 2, 7 - 24.
- Davet P. (1996) *Vie microbienne de sol et production végétale*. Vol 1, INRA, Paris.
- Laribi S., Jouffrey B., Fleureau J.M. (2005) *Observation of freeze-dried smectite plan views of nano-layers*. Applied Physics Letters. 86: 231915
- Laribi S., Cojean R., Audiguier M., Grambin 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, 120-121: 83-90.
- Van Olphen H (1977) *Introduction to clay colloid chemistry*, Wiley and Sons, New York, 2<sup>nd</sup> ed.

## Remerciements

Ces travaux ont été réalisés dans le cadre du projet de recherche : « Aléa et risque sécheresse » soutenu par la Fondation MAIF.

## 8 SEC 2008-2

### RELATIONS ENTRE LES MICROSTRUCTURES DE DEUX SOLS ARGILEUX DE LA RÉGION PARISIENNE ET LEUR SENSIBILITÉ AU RETRAIT-GONFLEMENT

#### *RELATION SHIP BETWEEN TWO CLAYEY SOILS MICROSTRUCTURES OF PARIS AREA AND THEIR SHRINKAGE - SWELLING SUSCEPTIBILITY*

Martine AUDIGUIER, Zemenu GEREMEW, Roger COJEAN

Centre de Géosciences, Ecole des Mines de Paris,  
35 rue Saint-Honoré, 77 305 Fontainebleau

**RÉSUMÉ** – A compositions minéralogiques voisines les deux formations argileuses étudiées (Argiles vertes de Romainville et Marnes bleues d’Argenteuil) ne présentent pas une aptitude au retrait-gonflement identique.

La discussion porte sur les différences de comportement observées macroscopiquement sur des échantillons intacts ou remaniés au laboratoire, soumis à des sollicitations cycliques de séchage-humidification, ainsi que sur l’évolution microstructurale au cours du gonflement libre, étudiée par analyse porosimétrique au mercure et observation au microscope électronique à balayage. La présence de carbonates et les transformations diagénétiques subies par les matériaux au cours des temps géologiques sont considérées comme étant à l’origine des différences de sensibilité au retrait-gonflement mesurées, entre l’état intact et l’état remanié.

**ABSTRACT** – For similar mineralogic compositions, the two studied argillaceous formations (green clay of Romainville « Argiles vertes de Romainville » and blues marls of Argenteuil « Marnes bleues d’Argenteuil ») do not show the same swelling-shrinkage susceptibility.

The discussion focuses on the differences in macroscopic behaviour observed on undisturbed or disturbed samples in the laboratory subjected to drying-wetting cycles, and on the changes in microstructure during free swelling, studied by mercury intrusion porosimetry analysis and by scanning electron microscopy observations. The presence of carbonate and the diagenetic transformations undergone by the soils during geological times are considered as being at the origin of the measured differences in swelling-shrinkage susceptibility between the intact and disturbed states.

## 1. Introduction

Le sous-sol du bassin de Paris est formé principalement d’alternances de formations calcaires, gypseuses, sableuses et argileuses. Parmi ces dernières, deux sont plus particulièrement sensibles au phénomène de retrait-gonflement, il s’agit des Marnes bleues d’Argenteuil

(MBA) appartenant au Ludien supérieur, étage de l'Eocène supérieur, et de l'Argile verte de Romainville (AVR) du Stampien inférieur, étage de l'Oligocène inférieur.

Elles sont présentes sur l'ensemble de l'Ile-de-France à des profondeurs variables qui résultent essentiellement du contexte géomorphologique. La sensibilité de ces formations au retrait-gonflement est d'autant plus grande qu'elles se présentent à l'affleurement, sous faible recouvrement, ou en situation de versant.

Cependant ces deux formations ne présentent pas le même comportement vis-à-vis du retrait-gonflement suivant qu'elles sont intactes (conditions in-situ) ou remaniées au laboratoire (remaniement à teneur en eau supérieure à la limite de liquidité, puis déshydratation jusqu'à la teneur en eau équivalente à la teneur en eau naturelle). La proportion et le degré de transformations diagénétiques (précipitation, dissolution, cristallisation,...) du squelette carbonaté présent dans les deux formations sont responsables de cette différence de comportement. Les résultats présentés sont complémentaires de ceux obtenus par Bauer-Plaindoux et al. (1998) sur l'importance de la relation calcite-argile dans le comportement mécanique des roches argileuses.

Le travail exposé correspond à la synthèse des résultats des principaux essais de caractérisation au laboratoire de l'aptitude au retrait-gonflement ainsi qu'à une analyse et une comparaison des conséquences de ce phénomène sur les modifications microstructurales de ces deux matériaux.

## 2. Matériaux étudiés et méthodes

### 2.1. Présentation des sols argileux analysés

Les deux matériaux étudiés appartiennent à des formations argileuses du Cénozoïque. Ils résultent d'une sédimentation argilo-carbonatée laguno-lacustre pour MBA et laguno-marine pour AVR et correspondent à des dépôts en milieu peu profond, confiné, réducteur (présence de pyrite dans MBA principalement) avec apport de minéraux détritiques (quartz, feldspaths, micas) et accessoirement formation de minéraux évaporitiques (gypse dans MBA essentiellement).

Ces deux formations dont les épaisseurs sont comprises entre 5 et 10 m, sont relativement hétérogènes. Un des facteurs d'hétérogénéité les plus importants est la teneur en carbonate (comprise entre 25 à 60 % pour MBA, et 10 à 20 % pour AVR). Les résultats d'essais donnés par la suite correspondent à un seul niveau de prélèvement pour AVR et à deux niveaux pour MBA.

### Caractéristiques minéralogiques, pétrophysiques et géotechniques

Les compositions minéralogiques de ces deux formations sont très proches, avec du quartz, des carbonates (calcite et dolomite) en proportions variables (de l'ordre de 13 % pour AVR, 27 % et 58 % pour MBA, pour les échantillons étudiés), des traces de micas, de feldspaths, de pyrite essentiellement dans MBA et des minéraux argileux (illite majoritairement, kaolinite, et smectites en plus grande quantité dans MBA et accessoirement argiles fibreuses dans la partie inférieure de MBA).

La distribution granulométrique des échantillons étudiés donne 95 à 100 % de passant à 40  $\mu\text{m}$  et 78 % < 2  $\mu\text{m}$ . La porosité moyenne est de l'ordre de 40 à 45 % et le poids volumique sec moyen de 14 à 16  $\text{kN.m}^{-3}$  pour les deux formations.

L'indice de plasticité est de 35 % pour AVR et de 36 à 47 % pour MBA, la valeur de bleu est de 9 pour AVR et comprise entre 5 et 10 pour MBA (suivant la teneur en carbonate). Elle correspond à une surface spécifique de l'ordre de 188  $\text{m}^2.\text{g}^{-1}$  pour AVR et de 110 à 210  $\text{m}^2.\text{g}^{-1}$  pour MBA (tableau1)

Tableau 1 : Caractéristiques minéralogiques, pétrophysiques et géotechniques de l'Argile verte de Romainville et des Marnes bleues d'Argenteuil.

Formations	AVR	MBA - 1	MBA - 2
Argiles	I, K, S	I, K, S	K, I, S, A. fibreuses
% Carbonates	13	27	58
Porosité %	42	45	40
Poids volumique sec $\text{kN.m}^{-3}$	15	14	16
% < 2 $\mu\text{m}$	78	78	82
Limite de liquidité $W_L$ %	75	89	63
Indice de plasticité $I_p$ %	35	47	35
Indice de retrait $I_r$ %	59	68	47
Valeur de bleu	9	10	5
Surface spécifique $\text{m}^2.\text{g}^{-1}$	188	210	110

### Méthodes d'analyse du retrait – gonflement

L'aptitude au gonflement de ces deux formations a été étudiée à partir d'essais de gonflement libre à l'œdomètre suivant la norme ASTM D 4546-85 méthode A (1986), sur sol naturel et sur sol remanié au laboratoire.

La microstructure des matériaux dans l'état intact ou remanié, à teneur en eau naturelle ou après gonflement, a été analysée à partir d'échantillons lyophilisés, qualitativement par observation au microscope électronique à balayage et quantitativement par porosimétrie au mercure (Audiguier et al., 2007).

Parallèlement à cette analyse une observation du comportement macroscopique des deux matériaux soumis à des sollicitations hydriques (séchage-humidification), est réalisée sur des échantillons intacts et remaniés sertis dans un anneau de 185 mm de diamètre et de 10 à 35 mm de hauteur.

## 3. Résultats et interprétations

### 3.1. Classification géotechnique

Les résultats des caractéristiques géotechniques (valeur de bleu, limite de liquidité, indice de plasticité, % < 2 $\mu\text{m}$ ), classent ces deux formations parmi les sols à fort à très fort potentiel de gonflement (Audiguier et al. 2007). Les valeurs de porosité et de poids volumique correspondent à des sols à structure relativement lâche.

### 3.2. Essais de gonflement libre

Tableau 2 : Gonflement libre de l'Argile verte de Romainville et des Marnes bleues d'Argenteuil.

Formations	AVR	MBA-1 (carbonates 27%)	MBA-2 (carbonates 58 %)
Teneur en eau avant gonflement (échantillon intact) %	25	32	23
Teneur en eau après gonflement (échantillon intact) %	39	36	25
Teneur en eau avant gonflement (échantillon remanié) %	27	34	24
Teneur en eau après gonflement (échantillon remanié) %	51	56	35
Taux de gonflement libre (échantillon intact) %	<b>16</b>	<b>4</b>	<b>1,5</b>
Taux de gonflement libre (échantillon remanié) %	<b>32</b>	<b>26</b>	<b>15</b>

L'analyse des valeurs de gonflement libre (tableau 2) montre que les taux de gonflement sont différents d'une formation à l'autre, mais aussi, entre l'état intact et l'état remanié d'une même formation à teneurs en eau de départ voisines.

Pour une teneur en eau équivalente, le taux de gonflement de AVR passe de 16 à 32 % entre l'état intact et l'état remanié, celui de MBA-2 passe de 1,5 à 15 %. Le taux de gonflement de MBA-1 dont la teneur en eau de départ est plus grande passe de 4 à 26 %. AVR est plus sensible au gonflement à l'état remanié qu'à l'état intact et son taux de gonflement est supérieur à celui de MBA. Les Marnes bleues d'Argenteuil sont d'autant moins sensibles au gonflement à l'état intact que la teneur en carbonate est élevée. A l'état remanié leur sensibilité est multipliée par 6,5 à 10 suivant la teneur en eau de départ et le pourcentage en carbonates.

### 3.3. Observations macroscopiques

Les cycles de séchage complet et humectation jusqu'à une teneur en eau correspondant à la limite de retrait, réalisés sur des échantillons intacts d'AVR révèlent l'existence d'un réseau de fissures qui évolue très peu d'un cycle à l'autre, mais qui est à l'origine de gonflements différentiels à l'échelle de l'échantillon, entraînant sa destruction lors de l'imbibition totale (Figure 1).

Ce réseau de fissures correspond à d'anciennes surfaces de cisaillement ou « slickensides » qui témoignent de remaniements durant les temps géologiques et dont l'origine peut être due à des phénomènes de retrait-gonflement après les phases d'émersion des dépôts sédimentaires indurés. Ces surfaces correspondent à des zones de faiblesses qui sont remobilisées lors de sollicitations hydriques successives.

AVR remanié ne se comporte pas de la même façon : au cours du séchage l'échantillon se rétracte dans son ensemble sans se fissurer, puis lors de l'imbibition à une teneur en eau supérieure à la limite de retrait, il se désagrège sans occuper tout le volume de la bague métallique (Figure 2).

Les variations de volume de l'échantillon MBA-1 intact sont très faibles, aussi bien au séchage qu'en imbibition totale. MBA-1 remanié a un comportement différent d'AVR remanié, durant le séchage il se rétracte en se fissurant, et au cours de l'imbibition totale les fissures se cicatrisent, bien avant qu'il n'occupe tout le volume de la bague (Figure 3).

Le processus de retrait-gonflement à l'échelle macroscopique est différent d'une formation à l'autre et suivant l'état intact ou l'état remanié. Pour les sols intacts, il semble être fortement influencé par la diagenèse et les contraintes géologiques. Ainsi pour AVR le mécanisme est

essentiellement gouverné par la présence de « slickensides » alors que pour MBA-1 il est inhibé par l'existence d'un ciment carbonaté formé au cours de la diagenèse qui lie les grains entre eux. A l'état remanié l'histoire diagénétique du matériau a été partiellement effacée. AVR se comporte alors comme un matériau à structure de matrice argileuse qui se rétracte dans son ensemble ou qui gonfle uniformément jusqu'à destruction de l'édifice argileux (Figure 2c). MBA-1, dont le squelette carbonaté a été en grande partie détruit par le remaniement mais qui contient toujours la même proportion de grains de calcite dispersés dans une phase argileuse plus ou moins dense, se rétracte en dessinant un réseau de fissures initié par la présence de points durs (carbonates) qui concèdent au matériau une certaine rigidité lors de la réhydratation et empêchent alors la destruction de l'échantillon (Figure 3c).



Figure 1 : AVR intact a)  $w=w_0$ , b) schématisation du réseau de fissures après plusieurs cycles de séchage-humectation  $w < w_r$ , c) imbibition  $w > w_r$

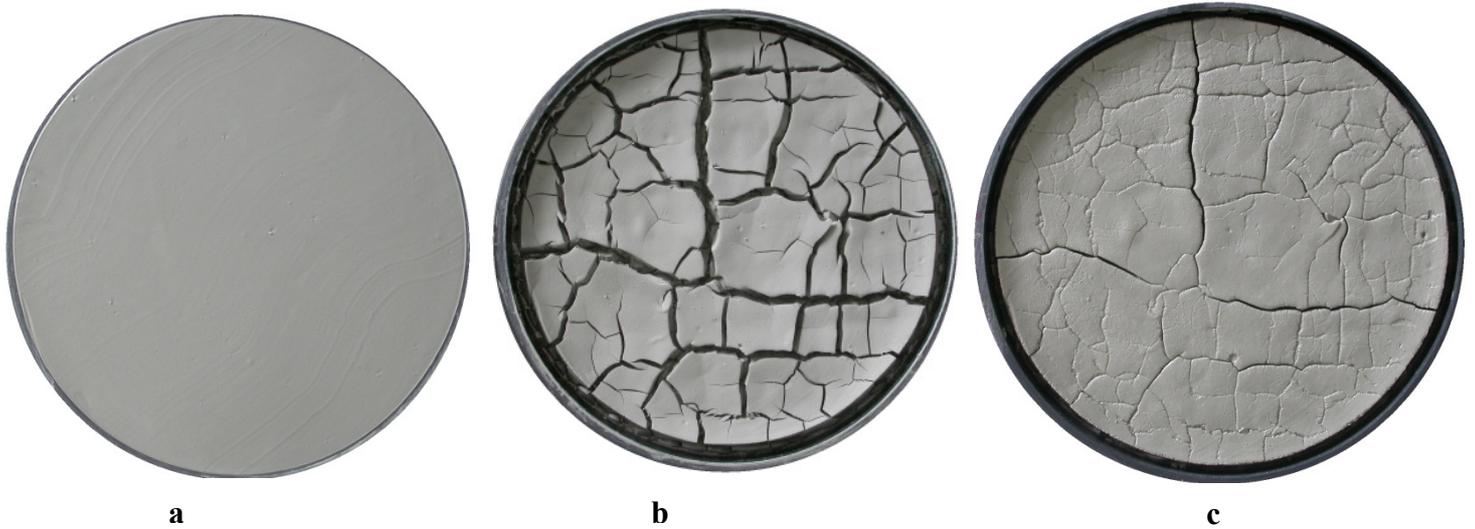


Figure 2 : AVR remanié, a)  $w=w_0$ , b) après séchage, c) imbibition  $w>w_r$

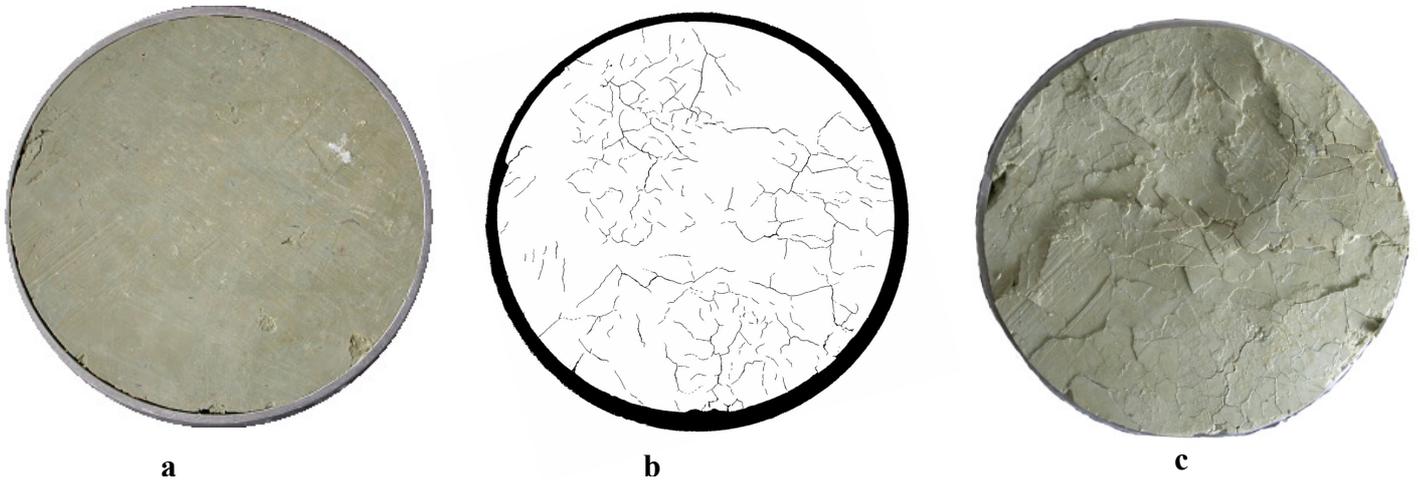


Figure 3 : MBA-1 remanié, a)  $w=w_0$ , b) après séchage, c) imbibition  $w>w_r$

### 3.4. Analyses et observations microstructurales

#### 3.4.1 Essais porosimétriques

Les résultats des essais porosimétriques de AVR et MBA-1 sont représentés sur la Figure 4. AVR séchée à l'étuve présente une distribution unimodale des rayons d'accès de pores centrée sur 20 nm, prolongée vers les faibles rayons par une queue de distribution dénotant ainsi une porosité inter-particulaire non accessible par la porosimétrie au mercure. Cette courbe est caractéristique d'une structure matricielle argileuse compacte (Audiguier et Delage, 1987). AVR intacte et remaniée avant gonflement présentent elles aussi une distribution unimodale avec une augmentation de la taille moyenne des rayons d'accès de

pores (60 et 70 nm) (Figure 4b) Après gonflement les volumes poreux ont augmenté de 40% pour l'échantillon intact et de 54% pour l'échantillon remanié par rapport à l'état avant gonflement (Figure 4a). Ils présentent deux familles bien individualisées : l'une centrée entre 300 et 400 nm et l'autre plus étalée vers les faibles rayons inférieurs à 100 nm (Figure 4b). Ces courbes bimodales correspondent à une structure en agrégats (Touret et al. 1990), délimitant des familles de pores dont la dimension moyenne est variable comme l'ont montré les synthèses bibliographiques de Al-Mukhtar et al. (1996) et de Robinet et al. (1996). Au cours de l'hydratation, la porosité augmente en taille et en volume par ouverture progressive et simultanée des porosités inter et intra-agrégats primaires (confondues à l'état naturel), générant ainsi des agrégats secondaires. Ce processus de subdivision se poursuit jusqu'à atteindre des amas de quelques particules, initiant ainsi une famille de pores intra-agrégat distincte.

A l'état intact, MBA-1 ne présente pas le même comportement vis-à-vis du gonflement que AVR. Les courbes sont unimodales et très proches de celles de l'échantillon séché à l'étuve (Figures 4c, 4d). Le volume poreux de l'échantillon intact gonflé ne varie quasiment pas en taille (60 nm pour l'état sec, 70 nm pour l'état naturel, 80 nm après gonflement), et de 15 % en volume. Ce comportement est caractéristique d'une structure à squelette rigide (Audiguier et Delage, 1987). A l'inverse MBA-1 remanié augmente en taille et en volume au cours du gonflement. La courbe est alors bimodale avec une famille très marquée vers 280 nm et une autre famille vers 70 nm moins bien individualisée. L'augmentation du volume poreux est de 44 %.

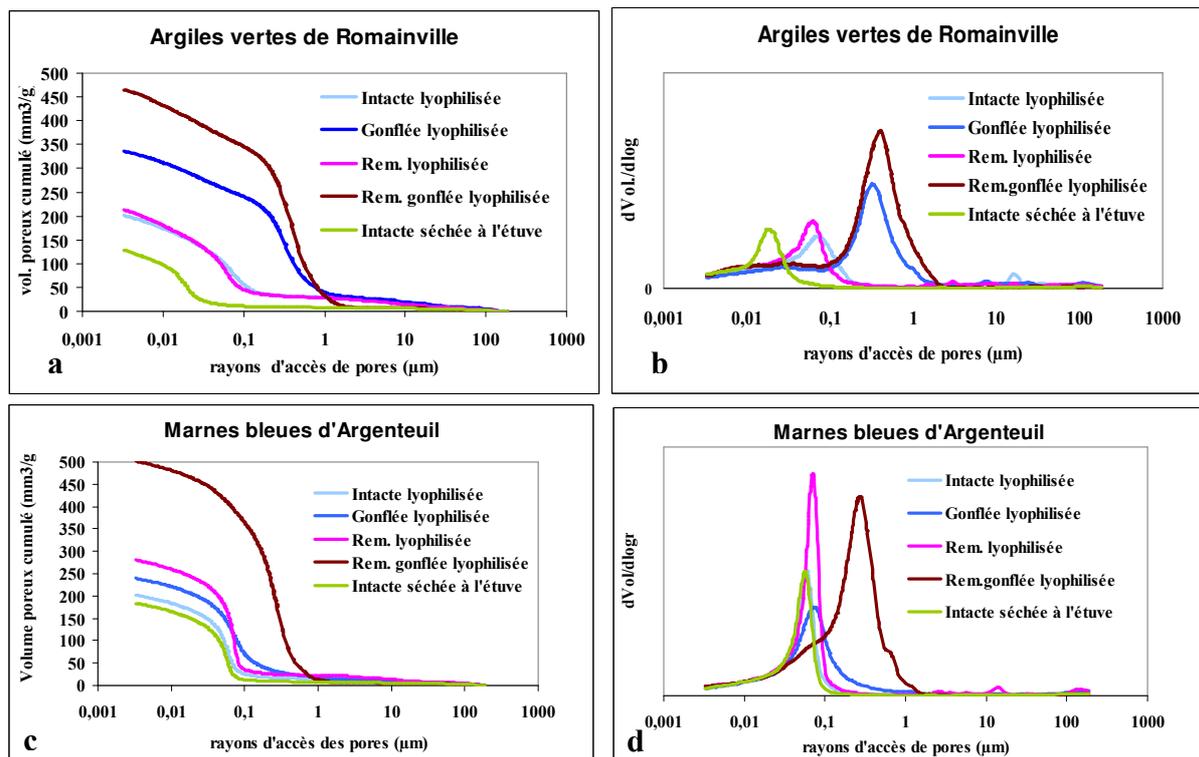


Figure 4 : courbes porosimétriques cumulées (a et c) et dérivées (b et d) de AVR et de MBA-1

Les queues de distribution très peu marquées, dénotent une part de porosité non mesurable par porosimétrie au mercure plus faible que pour AVR. Ceci est en accord avec les différences relatives entre les teneurs en eau avant lyophilisation et la part de volume poreux mesurée par injection de mercure (comprises entre 10 et 22 % pour AVR et 4 et 17 % pour MBA-1). Pour les deux formations, les différences relatives les plus faibles sont mesurées sur les échantillons gonflés confirmant ainsi une meilleure accessibilité de l'espace intra-agrégat après gonflement libre.

### 3.4.2 Observations au microscope électronique à balayage

Les observations au microscope électronique à balayage des états intact et remanié avant gonflement et après gonflement illustrent les résultats obtenus en porosimétrie au mercure.

A l'état intact et à l'état remanié avant gonflement, AVR présente une microstructure relativement compacte où les agrégats ne sont pas bien individualisés, elle est formée d'une matrice argileuse dans laquelle sont noyés des grains épars de dolomite et de quartz (Figures 5a et 5c). Après gonflement une porosité bidimensionnelle apparaît mettant en évidence un processus de division en agrégats. L'échantillon remanié gonflé présente un espace poral plus important que celui de l'échantillon intact après gonflement (Figures 5b et 5d).

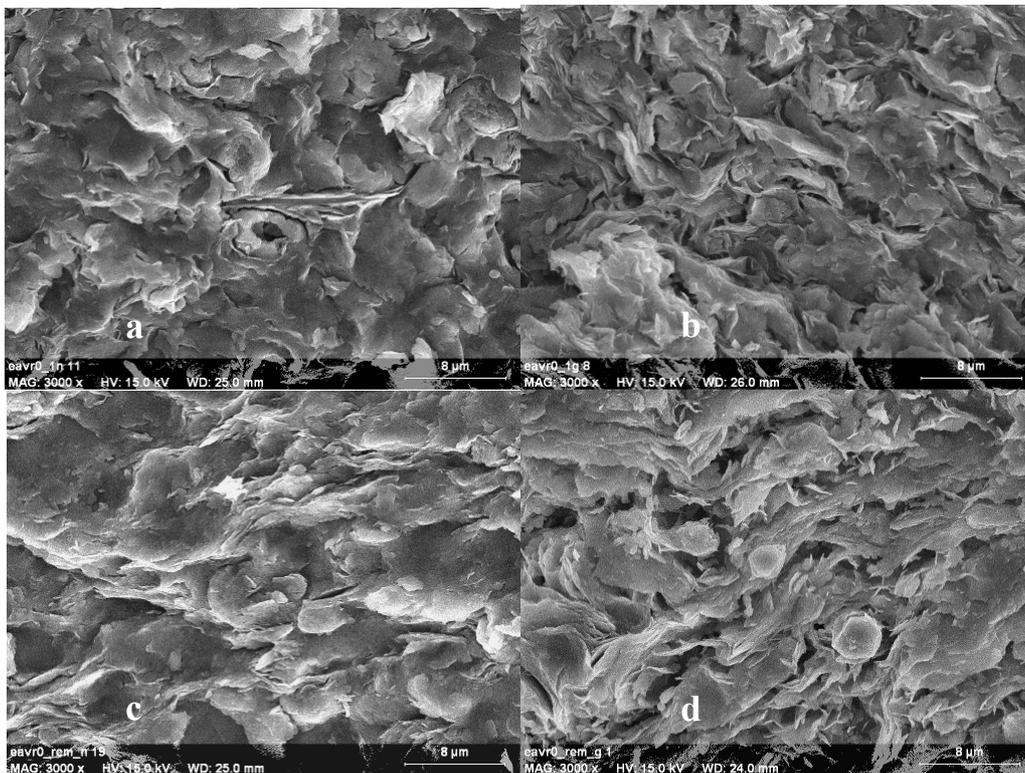


Figure 5 : Argiles vertes de Romainville : a) état initial, b) après gonflement, c) état remanié avant gonflement, d) état remanié après gonflement.

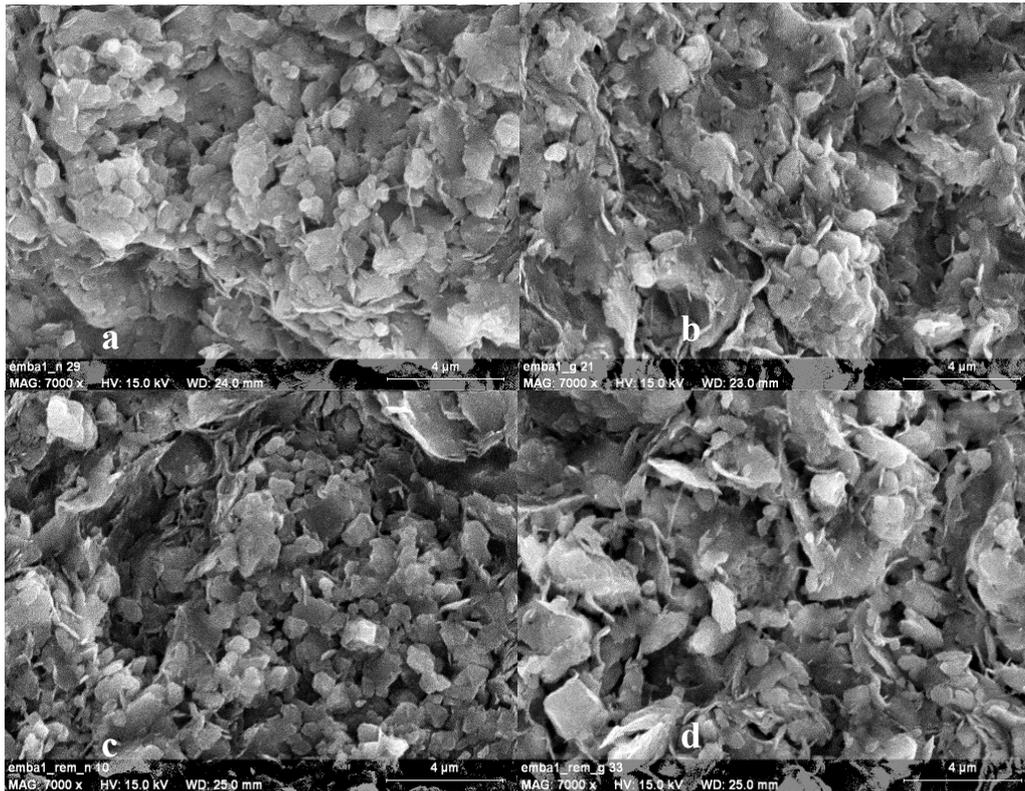


Figure 6 : Marnes bleues d'Argenteuil MBA-1 : a) état initial, b) après gonflement, c) état remanié avant gonflement, d) état remanié après gonflement.

Les clichés pris sur MBA-1 à l'état intact mettent en évidence une microstructure aérée formée par des grains de calcite jointifs (assemblés en agrégats de plusieurs microns) reliés entre eux par des ponts argilo-carbonatés (Figure 6a). Après gonflement cette architecture n'a pas subi de changement visible (Figure 6b). L'échantillon remanié avant gonflement présente une structure quasi identique aux précédentes (Figure 6c), alors que sur l'échantillon après gonflement les grains sont bien individualisés, séparés par un réseau poreux plus large, quelques agrégats inférieurs au micromètre (formés par quelques grains de calcite micritiques) subsistent, reliés à d'autres grains par des ponts argileux (Figure 6d). La présence de ces microagrégats résiduels explique le caractère bimodal de la courbe porosimétrique.

#### 4. Conclusions

Les analyses et les observations réalisées sur les échantillons de AVR et de MBA intacts ou remaniés à l'échelle macroscopique et microscopique conduisent aux remarques suivantes :

- L'analyse minéralogique a mis en évidence une présence de carbonate ainsi qu'un pourcentage de smectites dans la phase argileuse, plus importants dans MBA que dans AVR ;
- Les caractéristiques géotechniques des échantillons remaniés classent ces deux formations parmi les sols argileux présentant un potentiel de gonflement fort à très fort ;

- Le gonflement libre des échantillons de ces deux formations varie suivant la teneur en eau de départ et suivant l'état : intact ou remanié. Alors que AVR présente un taux de gonflement de 16% à l'état intact et de 32% à l'état remanié, MBA ne varie pratiquement pas de volume à l'état intact (1,5 à 4%) et il augmente de 15 à 26% à l'état remanié (soit une augmentation relative du gonflement entre l'état remanié et l'état intact de 6,5 à 10 fois, le gonflement le plus important correspondant à la teneur en eau de départ la plus faible) ;
- Le processus de retrait-gonflement à l'échelle macroscopique des échantillons intacts est fortement influencé par la diagenèse de la formation. A l'état remanié l'empreinte diagénétique a été partiellement effacée. Seules les caractéristiques géotechniques et la composition minéralogique jouent un rôle sur la sensibilité au retrait-gonflement ;
- A l'échelle microscopique, les analyses par porosimétrie au mercure et les observations faites au MEB confirment les remarques précédentes.

Cette étude a permis de mettre en évidence l'interdépendance de plusieurs facteurs dans le processus de retrait-gonflement :

- la composition minéralogique : les smectites favorisent le gonflement alors qu'il est partiellement contrarié par la présence de carbonates. A l'état intact le gonflement libre est fortement dépendant du taux de carbonates (AVR : carbonates 13%, taux de gonflement 16%, MBA carbonates 27 et 58%, taux de gonflement respectifs 4 et 1,5%) ;
- les caractéristiques géotechniques : la sensibilité au gonflement de deux échantillons d'une même formation est influencée par la teneur en eau de départ. Pour un même état de départ (intact ou remanié), plus la teneur en eau est faible plus le taux de gonflement sera important ;
- la diagenèse : pour un pourcentage en carbonate donné la sensibilité au gonflement n'est pas la même pour le sol intact ou le sol remanié au laboratoire, et ceci même si ce pourcentage est faible. Ainsi pour AVR où les grains sont dispersés dans la matrice argileuse (13% de carbonates), le taux de gonflement pour l'état intact est de 16%, alors que celui de l'état remanié est de 32%. Les transformations diagénétiques (dissolution-précipitation) sont responsables de la formation de liens argilo-carbonatés qui sont détruits lors du remaniement.

Ainsi un matériau argileux, contenant des carbonates, classé parmi les sols à fort ou très fort potentiel de gonflement pourra avoir un taux de gonflement très faible à l'état intact. Sa sensibilité ne sera entièrement révélée qu'après destruction du squelette rigide formé par les carbonates.

A l'échelle du terrain, les deux formations étudiées seront d'autant plus vulnérables au phénomène de retrait-gonflement qu'elles seront à l'affleurement, ou sous forme de colluvions, ou qu'elles auront subies un remaniement anthropique.

## Références bibliographiques

Al-Mukhtar M., Belanteur N., Tessier D., Vanapalli S.K. (1996). *The fabric of a clay soil under controlled mechanical and hydraulic stress states*. Applied Clay Sciences, vol. 11, pp.99-115.

ASTM (1986). *Standard test methods for one dimensional swell or settlement potential of cohesive soils*, ASTM D 4546 – 85.

Audiguier M., Delage P. (1987). *Etude microscopique et porosimétrique de sols fins naturels dans une perspective géotechnique*. Actes de la VII<sup>ème</sup> Réunion Internationale de Micromorphologie des sols, Paris, juillet 1985, édité par N. Fedoroff, L.M. Bresson et M.A. Courty, 493-500, AFES.

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.

Bauer-Plaindoux C., Tessier D., Ghoreychi M. (1998). *Propriétés mécaniques des roches argileuses carbonatées : importance de la relation calcite-argile*. C. R. Acad. Sci. Paris, Sciences de la terre et des planètes 326, 231-237.

Robinet J. C., Rahbaoui A., Plas F., Lebon P. (1996). *A constitutive thermomechanical model for saturated clays*. Engineering Geology 41, 145-149.

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 Minerals 25, 217-233.

## Remerciements

Ces travaux ont été réalisés dans le cadre du projet de recherche : « Aléa et risque sécheresse » soutenu par la Fondation MAIF, du projet ARGIC : « Analyse du retrait-gonflement et de ses incidences sur les constructions » soutenu par l'ANR et de la fiche recherche « Sécheresse géotechnique et bâti » du Réseau de recherche sur le développement durable, soutenu par la région Ile-de-France.



## COMPORTEMENT DE SOLS ARGILEUX SOUMIS A DES SOLLICITATIONS HYDRIQUES CYCLIQUES

### *CYCLIC SWELLING BEHAVIOUR OF CLAYEY SOILS*

Geremew Zemenu, Audiguier Martine, Cojean Roger

Centre de Géosciences, Ecole des Mines de Paris,  
35 rue Saint-Honoré, 77 305 Fontainebleau

**RÉSUMÉ** – Deux sols gonflants prélevés à l'est du Bassin parisien sont soumis à des sollicitations hydriques cycliques en laboratoire. Les résultats montrent qu'une stabilisation des déformations au cours du gonflement s'amorce à partir du 3<sup>ème</sup> ou 4<sup>ème</sup> cycle. Elles s'accompagnent cependant, d'une augmentation du gonflement résiduel cumulé avec le nombre de cycles. L'étude microstructurale confirme l'irréversibilité des cycles retrait-gonflement et montre l'importance de l'arrangement textural des minéraux dans la réponse des matériaux aux sollicitations hydriques cycliques.

**ABSTRACT** – Two expansive soils taken from the Paris basin are subjected to cyclic wetting-drying in the laboratory. Experimental results show that the vertical swell potentials of the soils start to stabilise from the 3<sup>rd</sup> or 4<sup>th</sup> cycle. However, it is accompanied by an increase in cumulative residual swelling with the number of cycles. The microstructural study confirms the irreversibility of swell-shrink cycles and shows the importance of soil fabric in the response of materials to cycles of wetting and drying.

## 1. Introduction

Le retrait-gonflement des sols argileux est un processus naturel provoqué par la dessiccation et l'humectation. Ce phénomène, observé sous des climats à alternances de saisons sèches et humides, est responsable de modifications importantes des propriétés physiques et mécaniques des sol (Popescu, 1980 ; Osipov, 1987), elles-mêmes à l'origine de désordres constatés sur le bâti.

En France, depuis 1976, des périodes de sécheresse prolongée, accompagnées de déficits hydriques importants ont mis en évidence une grande vulnérabilité des maisons individuelles fondées sur des sols argileux (CEBTP, 1991). Le retrait important de certains sols argileux a provoqué des mouvements de terrain à l'origine de phénomènes de fissuration

de plusieurs milliers de pavillons (Vincent, 2003). L'Ile-de-France est une des régions les plus touchées.

Le phénomène de retrait-gonflement dépend d'un ensemble de propriétés mécaniques et physico-chimiques des matériaux. Ainsi, le potentiel et la pression de gonflement des sols sont dépendants de nombreux facteurs comme le type et le pourcentage des minéraux argileux, la nature de l'eau interstitielle, le type de cations échangeables, la teneur en eau et le poids volumique du sol sec, l'état de contrainte en place et l'effet de cycles d'imbibition et de séchage cumulés (Seed, Woodward et Lundgren, 1962 ; Komorink et David, 1969 ; Yong et Warkentin, 1975 ; El-Sohby et Rabba, 1981 ; Sridharan et Sivapullaiah, 1986 ; Day, 1994, 1995 ; Komine & Ogata, 1992 ; Al-Homoud et al., 1995 ; Basma, Al-Homoud et Malkawi, 1995).

Dans la nature les matériaux argileux sont soumis à des cycles répétés d'humectation et de dessiccation pour lesquels l'état initial et l'état final changent d'un cycle à l'autre. De nombreux travaux ont été menés pour simuler les déformations engendrées par des variations saisonnières de teneur en eau, ou sous l'effet de sollicitations hydriques cycliques. Ainsi de nombreux auteurs (Popesco, 1980, Rao & Satyadas, 1987 ; Osipov et al., 1987 ; Dif et Blumel, 1991 ; Al Homoud et al., 1995 ; Day, 1994 ; Basma et al., 1996 ; Rao et al., 2000 ; Tripathy et al., 2002) ont étudié ces phénomènes sur des matériaux compactés et/ou naturels. Bien que ces travaux ne soient pas réalisés dans des conditions identiques, pour la majorité d'entre eux, les essais montrent une stabilisation du phénomène de retrait-gonflement après quatre ou cinq cycles. Les résultats de Rao et al. (2000) et Tripathy et al. (2002), en particulier, montrent que l'effet des conditions initiales (densité et teneur en eau) sur le gonflement vertical est quasiment nul après quatre ou cinq cycles d'imbibition-dessiccation, ce qui est en accord avec les observations faites par Yong et Warkentin (1975) et Day (1995). Ces derniers ont noté que, sous l'effet répété de cycles d'imbibition et de dessiccation, les caractéristiques héritées des conditions de dépôts disparaissent et le retrait-gonflement dépend essentiellement du type d'argile.

L'objectif de cette étude est d'apporter une contribution dans la compréhension du comportement des sols argileux soumis à des sollicitations hydriques cycliques à partir de l'étude de deux formations argileuses reconnues comme étant responsables de nombreux dommages observés sur le bâti, en Ile-de-France.

## 2. Techniques expérimentales

Les études expérimentales des cycles d'imbibition et de séchage sur les matériaux gonflants étudiés ont été menés dans des moules cylindriques de type oedométrique sur des échantillons de diamètre initial  $d_0=70\text{mm}$  et de hauteur initiale  $H_0=20 \pm 0,5\text{mm}$  selon la procédure ASTM, D 4546-85 méthode A. Les échantillons taillés à partir d'un même bloc sont mis en place dans l'oedomètre sous une pression verticale de 2kPa, l'éprouvette est ensuite mise au contact de l'eau. Les éprouvettes sont soumises alternativement à des phases d'imbibition totale et des phases de séchage complet. Le 1<sup>er</sup> cycle commence par une phase d'imbibition à partir de la teneur en eau initiale. Après stabilisation du gonflement pour chaque cycle, l'eau dans les moules est vidée et les échantillons sont mis dans une étuve à température contrôlée à 45°C. Le retrait des échantillons est suivi jusqu'à stabilisation des déformations sous une charge verticale correspondant au poids du piston. Le processus de séchage est très lent et prend

environ six semaines. Les résultats de déformations sont donnés par le ratio de déformation axiale  $\square H/H_i$ .

Un cycle de drainage-humidification à succion imposée et contrainte nulle est réalisé sur des échantillons naturels. La succion est imposée en utilisant des solutions salines afin d'étudier la modification microstructurale du sol au cours du séchage et de la réhumectation. Des dessiccateurs hermétiquement clos, ont été placés dans un bain thermostaté à  $25 \pm 0,2^\circ\text{C}$ . La gamme totale de succion imposée est comprise entre 2,8 et 300 MPa.

La microstructure des matériaux intacts à teneurs en eau initiales ou après différents cycles de gonflement et retrait a été analysée à partir d'échantillons préalablement lyophilisés, à l'aide d'un microscope électronique à balayage (JEOL JSM-840A) et par porosimétrie au mercure. La porosimétrie au mercure est réalisée au moyen d'un porosimètre Micromeritics AutoPore IV 9500 qui permet d'appliquer des pressions jusqu'à 228 MPa et d'analyser ainsi des tailles d'accès de pores de  $360 \mu\text{m}$  à  $6 \text{ nm}$ .

### 3. Matériaux étudiés

Les sols étudiés proviennent du Bassin parisien dont la géologie est constituée essentiellement de terrains d'âge tertiaire où alternent des formations calcaires, gypseuses et argileuses. Parmi les formations argileuses, les Argiles vertes de Romainville appartenant au Stampien inférieur (étage de l'Oligocène inférieur) et les Marnes bleues d'Argenteuil appartenant au Ludien supérieur (étage de l'Eocène supérieur) sont plus particulièrement sujettes au phénomène de retrait-gonflement. Des études récentes menées par Donsimoni et al. (2003, 2004) les ont placées dans la catégorie à forte susceptibilité au retrait-gonflement à partir de critères tenant compte de la composition minéralogique de la phase argileuse et des caractéristiques géotechniques simples qui ont servi à établir des cartes de susceptibilité.

Des prélèvements d'échantillons intacts (sous forme de bloc) de l'Argile verte de Romainville (AVR) et de la Marne bleue d'Argenteuil (MBA) ont été effectués sur un site d'exploitation à ciel ouvert de la société BPB Placoplâtre à Villeparisis-Le Pin (Seine et Marne, Nord-Est de Paris).

La caractérisation minéralogique réalisée par diffraction aux rayons X et par calcimétrie à l'aide du calcimètre Dietrich-Frühling a montré que les Argiles vertes de Romainville de l'est du Bassin parisien sont composées de quartz, de carbonates, de traces de feldspaths et de micas et de minéraux argileux (de l'illite principalement, des smectites et de la kaolinite). Les Marnes bleues d'Argenteuil contiennent des carbonates majoritairement, du quartz, des traces de pyrite et des minéraux argileux (de l'illite en majorité, des smectites et en plus faible proportion de la kaolinite). Les Marnes bleues d'Argenteuil possèdent une proportion de smectite plus importante que l'Argile verte de Romainville.

Les résultats d'analyse granulométrique montrent que les deux matériaux ont de 98% à 99% de grains inférieurs à  $40 \mu\text{m}$  et 78% inférieurs à  $2 \mu\text{m}$ . La densité sèche des sols varie entre  $15,0$  et  $16,3 \text{ kN.m}^{-3}$  pour AVR et entre  $16,0$  à  $16,6 \text{ kN.m}^{-3}$  pour MBA. La teneur en eau massique initiale est comprise entre 23 et 28% pour AVR et entre 23 et 24% pour MBA. Les propriétés physiques et les compositions minéralogiques des matériaux testés sont données dans les Tableaux I et II.

**Tableau I : Propriétés physiques des matériaux testés**

	Argile verte de Romainville	Marne bleue d'Argenteuil
Limite de liquidité $W_L$ %	75	63
Indice de plasticité $I_p$ %	35	35
Indice de retrait $I_r$ %	59	47
% < 2 $\mu$ m	78	82
Valeur de bleu (g/100g)	8,0 à 9,3	5,3 à 9,7
Surface spécifique $m^2.g^{-1}$	167 à 195	111 à 202
Teneur en eau initiale (%)	23 à 28	23 à 24
Poids volumique sec ( $kN.m^{-3}$ )	16,3 à 15,0	16,6 à 16,0
Indice de vide	0,71 à 0,76	0,65 à 0,67

**Tableau II : Compositions minéralogiques des matériaux testés**

Matériaux	Carbonates (%)	Quartz (%)	Argiles (%)	Proportion du type d'argile dominante dans la phase argileuse
Argile verte de Romainville	13 à 18	32 à 37	49 à 52	Illite 52%
Marne bleue d'Argenteuil	58 à 62	4 à 5	33 à 38	Illite 55%

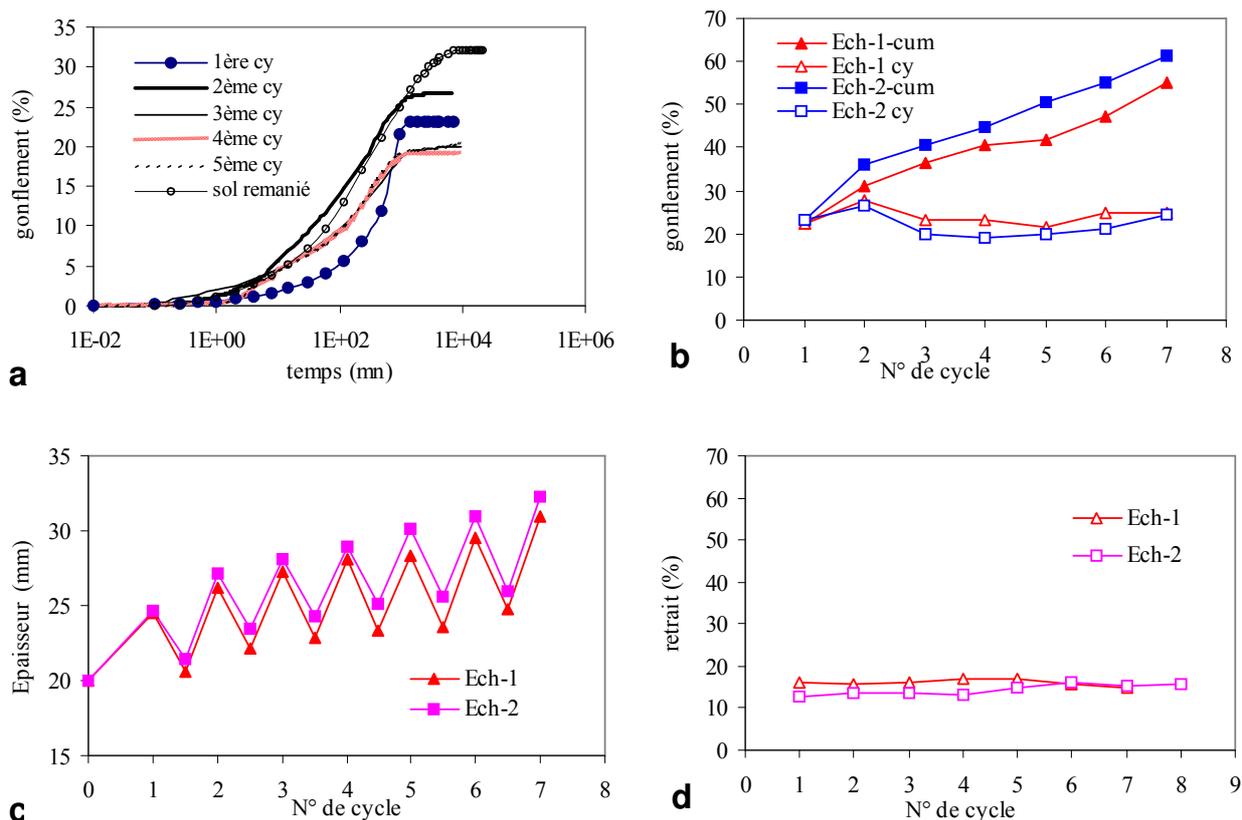
## 4 Résultats des essais de gonflement et d'analyse microstructurale

### 4.1. Gonflement libre sous sollicitations cycliques hydriques

Sur la figure 1a sont représentées les courbes de gonflement obtenues sur un même échantillon de AVR au cours de cycles successifs ainsi que la courbe de gonflement obtenue sur un échantillon remanié au laboratoire (préparé à une teneur en eau supérieure à la limite de liquidité, puis déshydraté à l'air libre jusqu'à une teneur en eau équivalente à la teneur en eau naturelle). On observe que la déformation maximale se produit au deuxième cycle. Le taux de gonflement du premier cycle de mouillage est plus grand que celui du cinquième cycle, cependant la cinétique de gonflement est plus lente. Ce dernier point témoigne d'une plus faible perméabilité du matériau à l'état initial. A partir du deuxième cycle, le gonflement est sensiblement plus rapide. Ceci peut être attribué à la fissuration observée au cours du 1<sup>ère</sup> séchage, qui en créant des chemins préférentiels a un impact sur la perméabilité du sol à la réhumidification. A partir du 3<sup>ème</sup> cycle la déformation se stabilise (taux de gonflement compris entre 19 et 21%) mais l'échantillon ne retrouve pas son épaisseur initiale à la fin de chaque séchage (fig. 1b et 1c). Pour tous les échantillons testés, l'amplitude de gonflement est plus grande que l'amplitude de retrait, le phénomène n'est pas entièrement réversible. Par conséquent une augmentation progressive du volume du sol due à l'accumulation de

gonflements résiduels est observée (fig. 1c). Le taux de retrait varie très peu au cours des cycles humectation/séchage (fig. 1d).

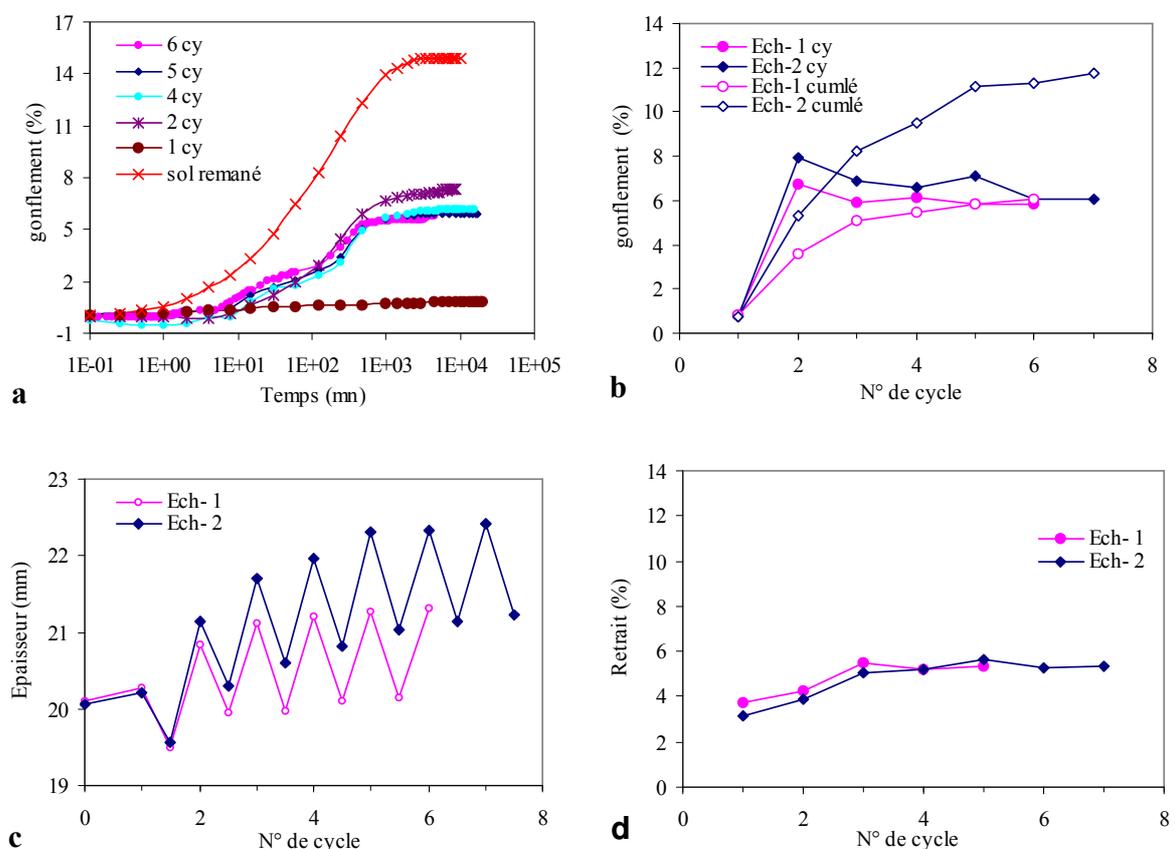
Néanmoins, le taux de gonflement au premier cycle ou au cours des cycles suivants n'atteint pas le taux de gonflement observé pour le sol remanié dont l'état initial (teneur en eau et densité sèche) est proche du sol intact. La différence du comportement observée entre les échantillons intacts et remaniés peut être attribuée à la présence de liaison (ou de ciment) entre les grains. Alors que ces liens sont détruits par le remaniement, ils ne sont pas totalement rompus au cours du gonflement des échantillons intacts et vont s'opposer au pouvoir gonflant des argiles.



**Figure 1. a) Courbes de gonflement libre de l'Argile verte de Romainville au cours de 5 cycles successifs imbibition-séchage complet ; b) Taux de gonflement  $\square h/h_0$  (■, ▲) et  $\square h/h_i$  (□, △) pour les échantillons 1 et 2 ; c) Variations de l'épaisseur des échantillons au cours des cycles successifs ; d) Taux de retrait des échantillons pour chaque cycle**

Sur la figure 2a sont également représentées les courbes de gonflement obtenues sur un échantillon de MBA au cours de cycles successifs d'humectation/séchage ainsi que la courbe de gonflement obtenue sur un échantillon remanié au laboratoire (préparé à une teneur en eau supérieure à la limite de liquidité, puis déshydraté à l'air libre jusqu'à une teneur en eau équivalente à la teneur en eau naturelle). On note que même si MBA contient un pourcentage de smectite plus élevé que AVR, son taux de gonflement au premier cycle est très faible ( $< 1\%$ ) par rapport à celui de AVR (23%) ainsi que celui de MBA remanié (15%) (fig. 2a). Ceci peut être attribué à la rigidité de la microstructure et à la présence d'un réseau de calcite très dense qui s'oppose au gonflement libre des argiles comme le suggèrent Bauer-

Plaindoux et al. (1997) et Audiguier et al. (2007). En effet, les augmentations du taux de gonflement (<1% jusqu'à 6 %, fig. 2b) et du retrait (< 4% jusqu'à environ 6%, fig. 2d) au cours des cycles successifs bien que faibles renforcent cette hypothèse. Ainsi la rupture des liaisons entre les minéraux et la déstructuration du sol facilite l'accès de l'eau aux argiles et ainsi leur permet d'exprimer leurs propriétés de gonflement, comme c'est le cas pour le sol remanié. En effet, Le Roux (1972), Pejon et al. (1997), Bauer-Plaindoux et al. (1997), et Serratrice (2007) ont remarqué que seule la connaissance de la composition minéralogique des marnes ne permet pas d'expliquer le comportement de ces matériaux en présence d'eau et que leur structure jouent un rôle prépondérant au cours du gonflement. Néanmoins la déformation semble s'amorcer et se stabiliser à partir du 3<sup>ème</sup> cycle (fig. 2b). Par ailleurs, comme il est observé pour AVR, l'échantillon ne retrouve pas son épaisseur initiale à la fin de chaque séchage (fig 2b). Par conséquent une augmentation faible mais progressive du volume du sol due à l'accumulation de gonflement résiduel est observée (fig. 2c).



**Figure 2. a) Courbes de gonflement libre de la Marne bleue d'Argenteuil au cours de 6 cycles successifs imbibition-séchage complet ; b) Taux de gonflement  $\square h/h_0$  ( $\square \circ$ ) et  $\square h/h_i$  ( $\square \bullet$ ) pour les échantillons 1 et 2 ; c) Variations de l'épaisseur des échantillons au cours des cycles successifs ; d) Taux de retrait des échantillons pour chaque cycle**

#### 4.2. Analyse microstructurale

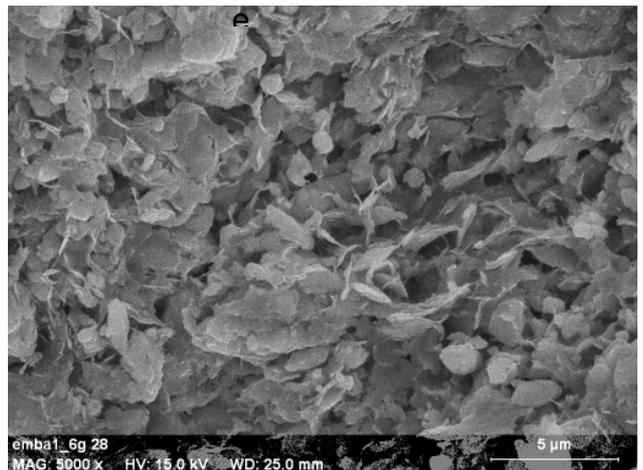
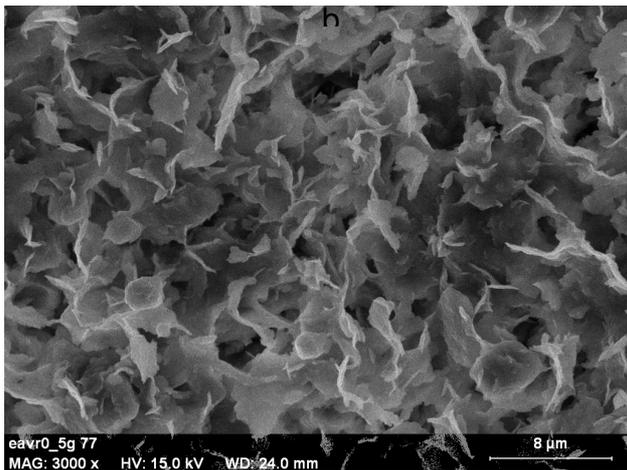
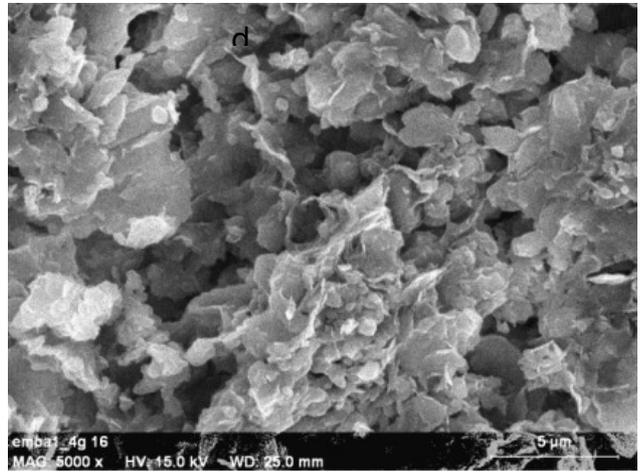
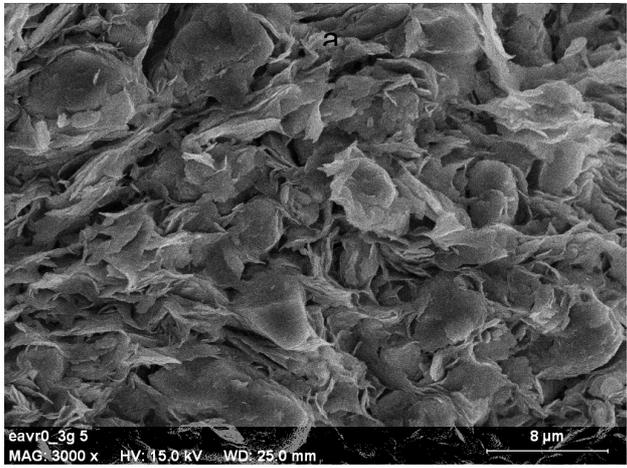
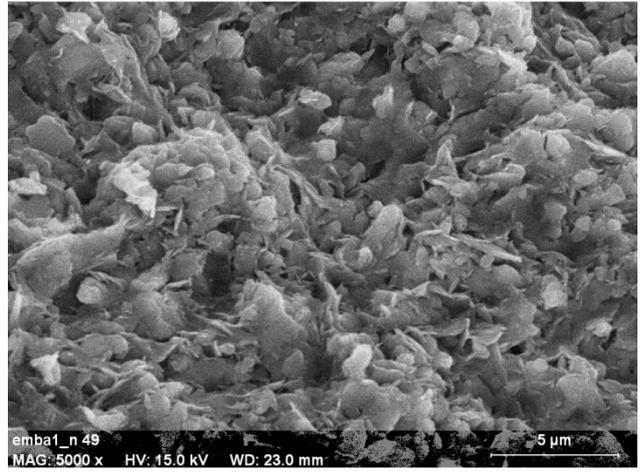
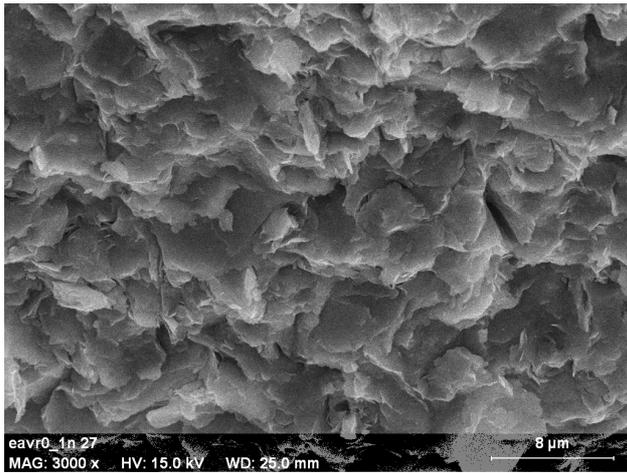
L'évolution microstructurale qui résulte de ces différentes sollicitations hydriques est mise en évidence par l'observation au MEB et par l'étude porosimétrique.

#### 4.2.1. Observation au MEB

Les échantillons sur lesquels ont été effectués les essais de gonflement cyclique ont été observés au MEB et comparés aux échantillons témoins (fig. 3). A l'état initial (avant essais de gonflement), AVR présente une microstructure matricielle relativement homogène et dense (fig. 3a). La microstructure est constituée d'un assemblage compact d'agrégats argileux aux frontières diffuses et de dimensions variables. Des pores bidimensionnels y sont peu fréquents. Après le troisième cycle de gonflement (fig.3b), la microstructure initiale paraît encore être conservée mais un réseau de discontinuités dû à la division et au réarrangement des agrégats initiaux est visible. La taille des agrégats a diminué et la dimension des pores a augmenté de manière significative. Après le gonflement du cinquième cycle, la destruction de la microstructure initiale est marquée par la dissociation des particules argileuses constitutives des agrégats au point que les particules argileuses individualisées sont prépondérantes dans l'arrangement microstructural (fig.3c). On observe une microstructure très aérée et isotrope avec des pores de forme et de taille variables allant jusqu'à 3 microns d'ouverture.

La figure 3d montre qu'à l'état initial MBA présente une structure compacte et hétérogène. Des assemblages en agrégats formés par des grains de calcite jointifs, des grains de calcite isolés mais aussi emballés par des argiles sont visibles. Les observations réalisées au MEB après le 1<sup>ère</sup> cycle de gonflement montrent que la microstructure originelle est bien conservée et qu'un seul cycle de gonflement faible n'a pas provoqué de perturbations significatives sur la microstructure du sol. Après 4 cycles de gonflement (fig. 3e), la structure reste encore relativement dense malgré l'apparition d'un réseau de discontinuités dû au gonflement des argiles localisées entre les agrégats carbonatés. La microstructure du sol n'est donc pas fondamentalement différente. Cette observation renforce l'idée de l'existence d'un squelette rigide qui s'oppose partiellement au gonflement. Les différences par rapport à l'état initial se situent au niveau de la dimension des agrégats qui semble un peu plus réduite et de la taille des pores qui a augmenté. Cependant cette modification structurale reste très localisée et des agrégats de quelques dizaines de micromètres sont visibles.

Après 6 cycles de gonflement (fig. 4f), même si la microstructure initiale est encore discernable, son évolution est plus marquée et elle passe à un arrangement en agrégats de quelques  $\mu\text{m}$  nettement séparés par des pores bidimensionnels. Le faible taux de gonflement-retrait observé pour MBA ne permet pas une modification structurale aussi importante que pour AVR.



c

f

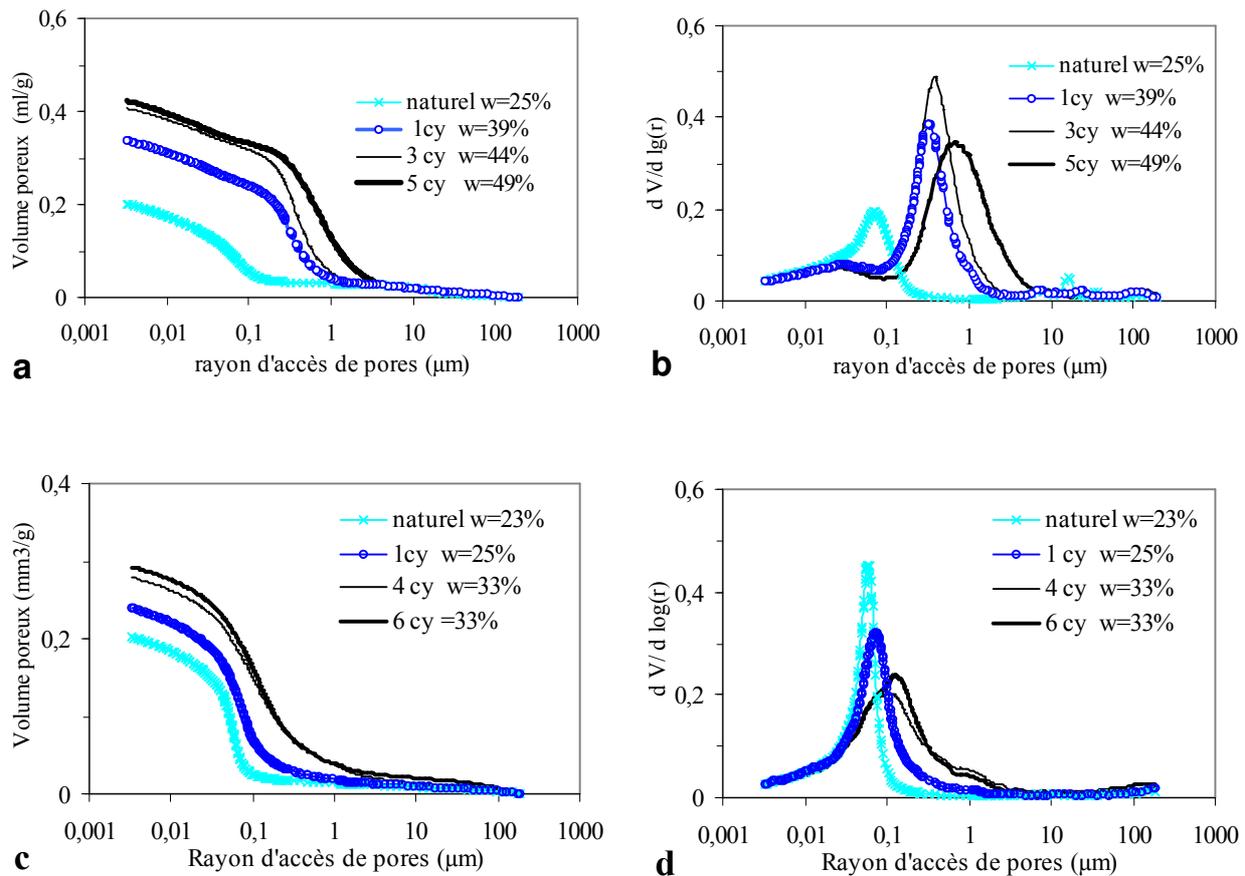
**Figure 3. Argile verte de Romainville au MEB (x 3000) : a) à l'état naturel ; b) après 3 cycles de gonflement libre ; c) après 5 cycles de gonflement libre ; Marne bleue d'Argenteuil au MEB (x 5000) : d) à l'état naturel ; e) après 4 cycles de gonflement libre ; f) après 6 cycles de gonflement libre**

#### 4.2.2. Essais au porosimètre au mercure

Les résultats des essais porosimétriques sont présentés sur la figure 4, 5 et 6. Sur les figures 4a et 4c sont représentées les courbes cumulées de distribution des rayons d'accès de pores de AVR à l'état initial et après 1, 3 et 5 cycles ; et celles de MBA à l'état initial et après 1, 4 et 6 cycles. Les résultats montrent que le volume poreux accessible par la porosimétrie au mercure augmente au cours des cycles de gonflement (de 150 à 200% pour AVR et de 118 à 150% pour MBA). Dans tous les échantillons de AVR et de MBA, nous constatons que la porosité accessible par des pores de petite taille (rayon de seuil  $< 0,02\mu\text{m}$ ) et de grande taille (rayon de seuil  $> 5\mu\text{m}$ ) n'est pas ou peu modifiée.

La figure 4b et 4d présentent respectivement pour AVR et MBA les courbes dérivées de distribution des accès de pores pour les différents cycles. La porosité comprise entre  $0,02$  et  $0,2\mu\text{m}$ , qui est très bien classée à l'état naturel (courbe unimodale), évolue au cours des cycles successifs. Son rayon modal se déplace vers les rayons d'accès croissants. Ainsi le rayon modal de AVR se déplace progressivement de  $0,07\mu\text{m}$  à  $0,28\mu\text{m}$ , puis  $0,38\mu\text{m}$ , puis  $0,55\mu\text{m}$  ; celui de MBA se déplace de  $0,06\mu\text{m}$  à  $0,07\mu\text{m}$ , puis  $0,09\mu\text{m}$ , puis  $0,11\mu\text{m}$  (fig. 4b et d). A l'état naturel, l'Argile verte de Romainville et la Marne bleue d'Argenteuil ne présentent qu'une seule famille de pores vers les très faibles rayons ( $0,06/0,07\mu\text{m}$ ), les porosités inter et intra-agrégats sont confondues. Au cours de l'hydratation, la porosité augmente en taille et en volume par ouverture progressive des pores et par division des agrégats primaires en générant ainsi des agrégats secondaires constitués de quelques particules. Ceci montre que le gonflement libre dû aux humidifications cycliques se traduit plus particulièrement par une augmentation de la porosité inter-agrégats.

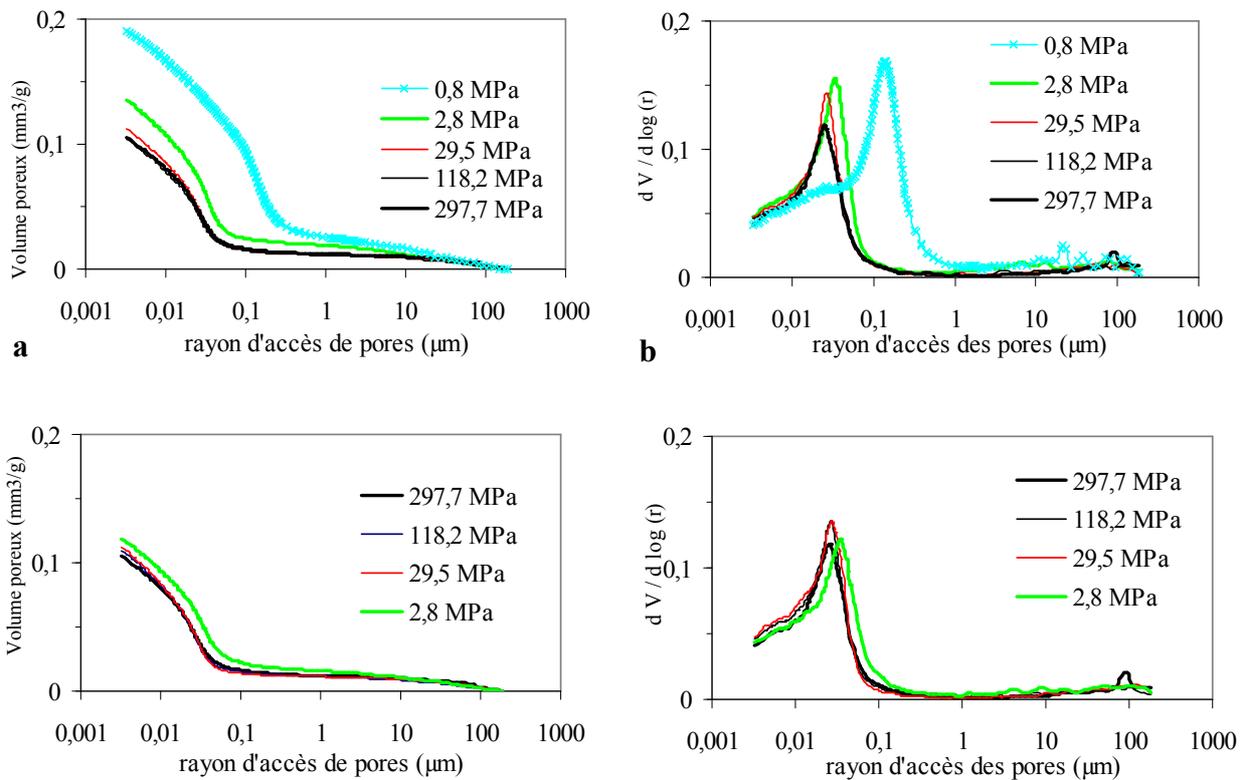
Les résultats obtenus par porosimétrie au mercure sont ainsi en accord avec les observations faites au MEB.



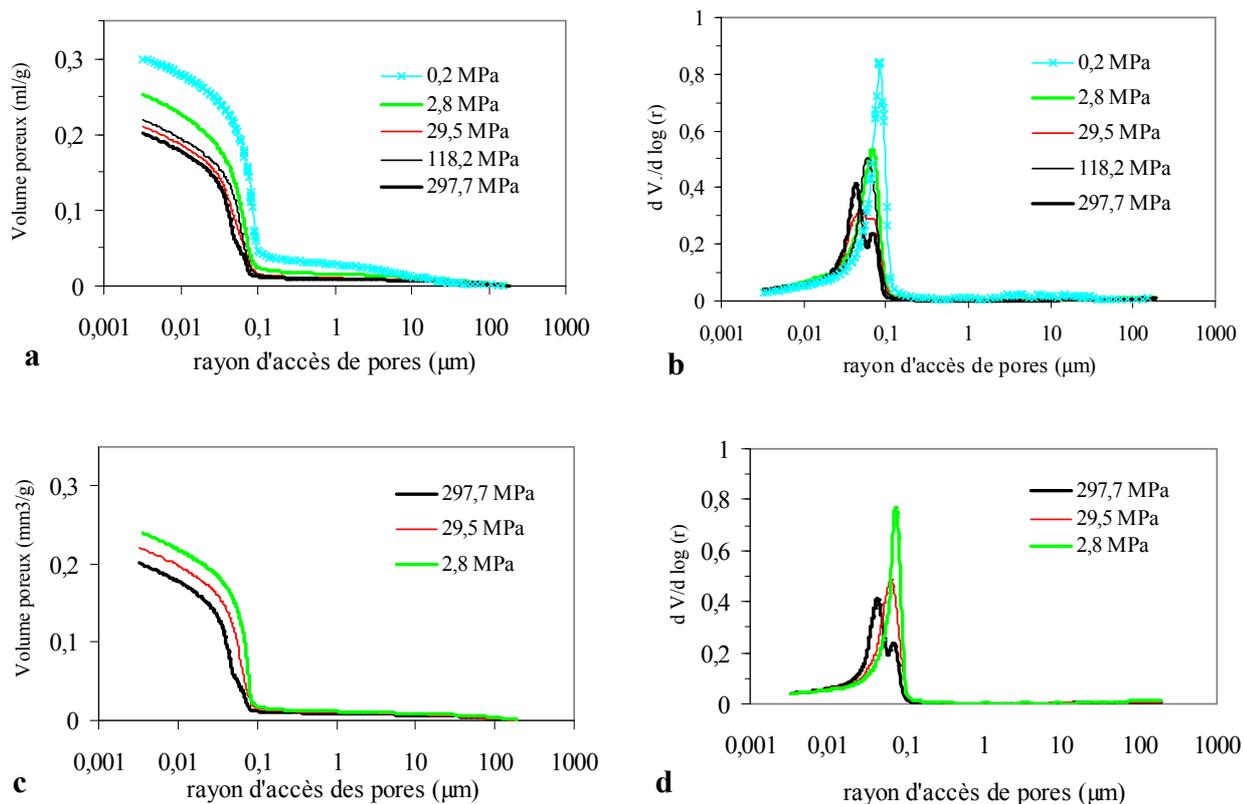
**Figure 4. Courbes cumulées (a) et dérivées (b) de distribution des pores de AVR à l'état initial et pour les cycles 1, 3, et 5 ; Courbes cumulées (c) et dérivées (d) de distribution des pores de MBA à l'état initial et pour les cycles 1, 4, et 6**

Les distributions porales présentées respectivement sur les figures 5 et 6 correspondent à des échantillons intacts de AVR et de MBA soumis à des succions croissantes sous une contrainte extérieure totale nulle. Des succions supérieures à celle correspondant à l'état initial sont imposées en utilisant des solutions salines. La succion totale initiale mesurée par la technique du papier filtre est de l'ordre de 800 kPa pour AVR et de 200 kPa pour MBA. Les résultats obtenus nous permettent d'apprécier l'influence de la succion (ou de la dessiccation) sur l'organisation porale des sols étudiés. L'analyse des résultats d'essais de porosimétrie nous conduit à faire les observations suivantes :

- pour les deux sols, nous remarquons que les courbes de distribution porale montrent une diminution du volume poreux et du rayon moyen d'accès de pores avec une augmentation de la succion (séchage). La distribution porale bimodale de AVR à l'état initial évolue vers une distribution unimodale lorsque le sol est soumis à une succion de 2,8 MPa et plus. Le volume poreux accessible par le mercure est diminué de 30 à 45% et le rayon moyen d'accès des pores est divisé par 4 ou 5. Pour MBA, la diminution du volume poreux accessible par le mercure est de l'ordre de 14 à 30% et celle du rayon modal est de l'ordre d'un tiers. A la succion maximale appliquée (~300 MPa), MBA montre une distribution porale bimodale. Le léger déplacement de rayon modal d'accès de pores de MBA par rapport à celui de AVR peut être attribué à la rigidité de la structure provenant de la présence des carbonates comme nous l'avons suggéré précédemment.



**Figure 5. Courbes cumulées (a) et dérivées (b) de distribution des accès de pores de AVR au cours du drainage à différentes succions ; Courbes cumulées (c) et dérivées (d) de distribution des pores de AVR au cours de la réhumidification.**



**Figure 6. Courbes cumulées (a) et dérivées (b) de distribution des accès de pores de MBA au cours du drainage à différentes succions ; Courbes cumulées (c) et dérivées (d) de distribution des accès de pores de MBA au cours de la réhumidification.**

- Les modifications les plus importantes de la distribution porale se produisent pour des succions inférieures à 30 MPa. Selon Geremew et al (soumis), AVR présente une limite de retrait effective de 14,5% correspondant à une succion de 15 MPa. Ceci montre que les modifications significatives de distribution porale se produisent à l'état saturé ou quasiment saturé se traduisant par des déformations volumiques (tassement) du sol à l'échelle macroscopique.
- Au-delà de 30 MPa, la succion n'entraîne pas de déformations microstructurales significatives pour AVR, puisque les courbes de distributions porales sont quasiment confondues (fig. 5a et 5b). Par contre, pour MBA, les résultats montrent des déformations microstructurales progressives même pour des succions supérieures à 30MPa, la distribution porale (fig. 6a et 6b) diminue légèrement à chaque palier de succion croissant. Les succions élevées produisent des tassements des petits pores sans une modification significative de la distribution de leurs rayons d'accès. Ceci renforce l'idée qu'au-delà d'un seuil de succion, les déformations deviennent négligeables et que dans les sols secs l'effet de la succion sur la déformation volumique et la résistance du sol est minimale (Delage et Graham, 1996).

- les courbes de distribution porale obtenues lors du remouillage, montrent que les déformations microstructurales après un cycle de drainage-rehumidification sont quasiment réversibles dans la gamme de succion comprise entre 30 et 300 MPa (fig. 5c et 6c). En deçà de 30 MPa un gonflement est observé mais les déformations microstructurales ne sont pas totalement réversibles.

## 5. Conclusion

Dans le but de mieux comprendre l'effet des sollicitations hydriques cycliques sur le comportement des sols gonflants, deux sols argileux soumis à des sollicitations hydriques cycliques ont été étudiés au laboratoire. Les résultats montrent que le taux de gonflement vertical du sol amorce une stabilisation à partir du 3<sup>ème</sup> cycle. Cependant une augmentation progressive du volume due à l'accumulation des gonflements résiduels est enregistrée témoignant d'une irréversibilité partielle du phénomène de retrait-gonflement. La microstructure des sols, en particulier la présence ou non de liaisons ou de cimentation, joue un rôle important dans les variations de volume observées au cours des cycles.

Les résultats de l'étude microstructurale ont montré que les sollicitations cycliques hydriques sont accompagnées par une transformation progressive et irréversible de la microstructure. Les cycles d'humidification sont accompagnés par une augmentation du volume poreux et du rayon moyen d'accès de pores de la famille interagrégats essentiellement. Au cours du séchage ou de l'application de succions croissantes, la microstructure subit les phénomènes inverses qui n'affectent essentiellement que la porosité interagrégat.

## Références

- Al-Homoud A. S., Basma A. A., Malkawi A. I. H. (1995). *Cyclic swelling behaviour of clays*. J. Geotech. Eng. Div., ASCE 121 (7), 562-565.
- ASTM (1986). *Standard test methods for one – dimensional swell or settlement potential of cohesive soils*. ASTM D 4546 – 85.
- 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, n° 120-121, 67-82.
- Basma A. A., Al-Homoud A. S., Malkawi A. H. (1995). *Laboratory assessment of swelling pressure of expansive soils*. Applied Clay Science 9, 355-368.
- Basma A. A., Al-Homoud A. S., Malkawi A. I. H., Al-Bashabsheh M. A. (1996). *Swelling – Shrinkage behavior of natural expansive clays*. Applied Clay Science 11, 211-227.
- Bauer-Plaindoux C., Tessier D., et Ghreychi M., (1997). *Propriétés mécaniques des roches argileuses carbonatées : importance de la relation calcite-argile*. C.R. Acad. Sci. Paris, sciences de la terre et des planets/Earth & Planetary Sciences 326, 231 – 237.
- CEBTP (1991). *Détermination des solutions adaptées à la réparation des désordres des bâtiments provoqués par la sécheresse*. Guide pratique CEBTP sous l'égide de l'AQC, l'APSAD, l'AFAC, la CCR et la FNB, 3 fascicules.

- Day R. W. (1995). *Ultimate Density of a compacted clay subjected to cycles of wetting and drying*. Environmental & Engineering Geoscience, vol.1(2), 229-232.
- Day R. W. (1994). *Swell–Shrink behaviour of Compacted Clay*. J. Geotech. Eng. DIV., ASCE 120 (3), 618-623.
- Delage, P., Graham, J. (1996). *The mechanical behaviour of unsaturated soils*. Proc. 1<sup>st</sup> Int. Conf. Unsat'95, Vol. 3, 1223 – 1256, Paris.
- Dif A. E., Bluemel W. F. (1991). *Expansive soils under cyclic drying and wetting*. Geotech. Testing. Jour. 14(1), 96-102.
- Donsimoni M., Clozier L., Motteau M., Vincent M. (2003). *Cartographie de l'aléa retrait–gonflement des sols argileux dans le département du Val–de-Marne*. BRGM/RP-52224-FR, 136p.
- Donsimoni M., Hatton C., Giraud F., Vincent M. (2004). *Cartographie de l'aléa retrait–gonflement des sols argileux dans le département du Val–d'Oise*. BRGM/RP-52598-FR, 170p.
- El-Sohby M. A., Rabba E. A. (1981). *Some factors affecting swelling of clayey soils*. Geotechnical engineering 12, 19-39.
- Geremew Z., Audiguier M., et Cojean R. (soumis). *Analyse du comportement d'un sol argileux sous sollicitations hydriques cycliques*. Bull. Eng; Geol. Env.
- Komine H., Ogata N. (1992). *Swelling characteristics of compacted bentonite*. Proc. 7<sup>th</sup> Int. Conf. on Expansive soils 1, 216- 221.
- Komornik A., David D. (1969). *Prediction of swelling pressure of clays*. Proc. ASCE, Journal of Soil Mech. & Found. Div. 95, n° SM1, 209-225.
- Le Roux A. (1972). *Caractéristiques mécaniques des roches argileuses en relation avec leur texture*. Bull. liaison Labo. P. et Ch. 6, 155 – 178.
- Pejon O.J., Le Roux A., Guignard D. (1997). *Comportement à l'eau des roches argilo-marneuses, suivi du gonflement, importance de la minéralogie et des textures*. Bull. AIEG, Paris, 55, 105 – 119.
- Popescu M. (1980). *Behaviour of expansive soils with a crumb structure*. 4<sup>th</sup> Int. Conf. on expan. Soils, Denver, 158-171.
- Rao K. S. S., Rao S. M., and Gangadhara S., (2000). *Swelling Behavior of a Desiccated Clay*. Geotechnical Testing Journal, GTJODJ, 23(2), 193-198.
- Rao K. S.S., Satyadas G. G. (1987). *Swelling potential with cycles of swelling and partial shrinkage*. 6<sup>th</sup> Inter. Conf. Expansive soils, New Delhi, pp. 137-142.
- Seed H. B., Woodward R. J. Jr., Lundgren R. (1962). *Prediction of swelling potential for compacted clays*. Jour. Of Soil Mech. & Found. Div. ASCE 88, 53-87.
- Serratrice J. F. (2007). *Retrait-gonflement des sols argileux et des marnes*. Revue Française de Géotechnique, n° 120-121, pp.107-120.
- Sridharan A., Rao A. S., and Sivapullaiah P. V. (1986). *Swelling pressure of clays*. Geotechnical Testing journal, GTJODJ, 9(1), 24 – 33.
- Tripathy S., Rao K. S. S., Fredlund D. (2002). *Water content-void ratio swell-shrink paths of compacted expansive soils*. Can. Geotech. J. 39, 938-959.
- Vincent M. (2003). *Retrait- gonflement des sols argileux : méthode cartographique d'évaluation de l'aléa en vue de l'établissement de PPR*. 3<sup>ème</sup> conférence SIRNAT- Forum des journées pour la Prévention des Risques Naturels, Orléans, janv.2003.
- Yong R. N., Warkentin B. P. (1975). *Soil properties and behaviour*. Elsevier, Amsterdam, PP 197-222.

## 10 SEC 2008-4

### PRÉSENTATION DE PROJETS DE RECHERCHE RÉCENTS OU EN COURS SE RAPPORTANT À LA SÉCHERESSE GÉOTECHNIQUE

#### PRESENTATION OF RECENT OR IN PROGRESS RESEARCH PROJECTS DEVOTED TO DROUGHT AND CONSTRUCTIONS

Roger COJEAN

Centre de Géosciences, Ecole des Mines de Paris,  
35 rue Saint-Honoré, 77 305 Fontainebleau

**RÉSUMÉ** – Plusieurs actions de recherche fondamentale ou appliquée se développent en France depuis quelques années sur le thème de la sécheresse géotechnique, avec en perspective des questions de gestion des risques. Prenant appui sur les réponses apportées par plusieurs groupes de recherche à une demande d'information sur le sujet, cette courte présentation fait un bilan provisoire de ces actions de recherche.

**ABSTRACT** – Several research programmes have been developed in France for some years concerning the subject of drought and constructions and taking into account the risk management. Relying on data transmitted by several research institutions, this short presentation proposes a provisional synthesis of these research programmes.

#### 1. Introduction

L'analyse, la mesure et la modélisation numérique du retrait-gonflement des sols argileux mobilisent depuis plusieurs années un nombre important de groupes de recherche, dans des domaines scientifiques et techniques variés : climatologie et météorologie, géologie et géomorphologie, pédologie et botanique, géotechnique et engineering geology, technologie des constructions. Plusieurs regroupements de compétences ont vu le jour et obtenu divers financements pour leurs travaux de recherche, leurs propres institutions développant parfois un axe de recherche spécifique sur le domaine concerné.

Cette courte présentation rend compte des données transmises suite à un appel à informations sur la question. Elle sera ultérieurement complétée et détaillée, avec une contribution explicite des responsables de projets, futurs cosignataires de cet article en projet.

#### 2. Présentation des actions récentes ou en cours

##### 2.1. Actions du MEEDDAT (Ministère de l'Ecologie, de l'Energie, du Développement Durable et de l'Aménagement du Territoire)

Le MEEDDAT promeut et finance plusieurs types d'actions à caractère opérationnel, de recherche appliquée ou des actions orientées vers la communication et l'information du public.

Le soutien à la cartographie départementale de l'aléa retrait-gonflement, dont la mise en œuvre a été confiée au BRGM, constitue une opération initiée en 1998, après plusieurs études méthodologiques, qui doit aboutir en 2010. Ces cartes sont disponibles sur le site [www.argiles.fr](http://www.argiles.fr) du BRGM.

Le développement de l'instrumentation de deux sites expérimentaux est également soutenu par le MEEDDAT, confié au BRGM, avec suivi de profils hydriques et des déformations du sol en réponse aux sollicitations climatiques.

A une échelle communale, la réalisation des PPRN Sécheresse géotechnique se poursuit, avec récemment l'établissement d'un Règlement type pour ces PPRN Sécheresse géotechnique, règlement à adapter cependant aux diverses configurations géologiques régionales.

Dans le domaine de la communication vers le public, un Guide sur « Le retrait-gonflement des argiles. Comment prévoir les désordres dans l'habitat individuel ? » vient d'être établi et est disponible sur le site [prim.net](http://prim.net) du MEEDDAT.

Enfin, un groupe de travail sur « Risques naturels, assurances et adaptation au changement climatique », piloté par le MEEDDAT vient d'être mis en place et comporte un sous-groupe orienté vers le retrait-gonflement des argiles.

## **2.2. Programme RGPU (Réseau Génie Civil et Urbain) : RGA : Retrait-Gonflement des Argiles**

Ce programme a rassemblé le BRGM comme coordonnateur, et les partenaires suivants : CSTB, LAEGO (INPL), LMSSMat - ECP, CEBTP - SOLEN.

Ce programme a duré 2 ans et s'est achevé en décembre 2006. Il avait comme objectifs d'aboutir à une meilleure compréhension des mécanismes de déclenchement du phénomène de retrait-gonflement des argiles et d'étudier les causes des sinistres et les interactions entre les mouvements différentiels de sols et la structure des bâtiments.

Le rapport final est accessible sur le site [www.argiles.fr](http://www.argiles.fr) du BRGM.

## **2.3. Projet Fondation MAIF : Aléa et risque sécheresse**

Ce projet de recherche rassemble Armines – Centre de Géosciences comme coordonnateur et les partenaires suivants : CERMES - ENPC, OTIG - UPEMLV, CSTB. Ce projet, de durée 3 ans, se terminera en décembre 2008. Il a pour ambition de poser les bases scientifiques et techniques d'un génie parasécheresse.

Partant d'un inventaire de l'aléa sécheresse en Ile-de-France, il se focalise sur la caractérisation des paramètres de prédisposition des sols argileux à la sécheresse, l'analyse et la modélisation des échanges sol-atmosphère et des modifications des profils hydriques des sols, l'analyse de la vulnérabilité du bâti par référence à une typologie des structures, l'apport potentiel de l'interférométrie radar pour un suivi régional des faibles déplacements au sol en

réponse aux processus de retrait-gonflement. Les aspects cycliques des sollicitations hydriques sont plus spécialement considérés.

Il se conclura par des Recommandations pour le diagnostic sécheresse géotechnique et la rédaction d'un document d'information préventive.

#### **2.4. *Projet R2DS Ile-de-France : Sécheresse géotechnique et bâti***

Ce projet a été retenu par le GIS Réseau francilien de Recherche sur le Développement Sostenable, dans le cadre du thème « Activités économiques de l'Ile-de-France face au changement climatique ». Il rassemble les partenaires Mines ParisTech - Centre de Géosciences, Ecole Nationale des Ponts et Chaussées - CERMES, UPEMLV - OTIG. La recherche se développe sur 3 ans et arrivera à échéance à mi-2009.

Avec des applications sur l'Ile-de-France, la recherche porte sur l'analyse des conditions climatiques de préparation et de déclenchement de l'événement de sécheresse anormale, la définition des facteurs de prédisposition au retrait-gonflement des sols argileux, l'analyse de la pertinence des approches développées pour les ouvrages en terre comme les remblais, l'étude du rôle des différents paramètres environnementaux du bâti sur sa vulnérabilité potentielle, l'analyse du potentiel des techniques d'interférométrie radar pour un suivi des faibles déformations au sol résultant des processus de retrait-gonflement.

Il se conclura par une synthèse sur les indicateurs techniques capables de caractériser la sécheresse géotechnique ainsi que la sinistralité sécheresse propre au bâti.

#### **2.5. *Projet ANR-RGCU : ARGIC : Analyse du retrait-gonflement et de ses incidences sur les constructions***

Ce projet se développe sur 3 ans et arrivera à échéance début 2009. Il est coordonné par le BRGM et rassemble les partenaires suivants : Armines - Centre de Géosciences, Univ. Bordeaux 1 - GHYMAC, Ecole Centrale Paris - LMSSMat, Ecole Nationale des Ponts et Chaussées - CERMES, Ecole Supérieure d'Ingénieurs de Poitiers - HydrASA, FONDASOL, INERIS, Institut National Polytechnique de Lorraine - LAEGO, INRA, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon - URGIC, LCPC, Météo - France.

Constitué en 3 Modules, le projet développe des travaux sur 1) l'analyse des effets de la sécheresse sur les constructions : interaction sol-structure, pathologie, prévention et réparation des désordres, 2) la caractérisation hydro-mécanique des sols sensibles au retrait-gonflement par approches expérimentales (essais de laboratoire, suivi de sites expérimentaux) et 3) l'analyse et la modélisation des mécanismes de propagation de la sécheresse dans le sol.

Le projet se conclura par plusieurs synthèses bibliographiques ou fiches de synthèse relatives aux trois ensembles de travaux réalisés et plusieurs types de Recommandations portant sur les essais de laboratoire adaptés à la caractérisation de l'aptitude d'un sol argileux au retrait-gonflement, les techniques de suivi expérimental en place (équipement de site, acquisition et traitement des mesures), les critères de reconnaissance de période de sécheresse exceptionnelle, les techniques de réduction de la vulnérabilité du bâti vis-à-vis du phénomène de retrait-gonflement et les techniques de confortement, la simulation numérique de l'évolution des profils hydriques dans différents contextes environnementaux.

## **2.6. *Projet Fondation MAIF : Impact du changement climatique en France sur la sécheresse et l'eau du sol***

Ce programme de recherche vient de commencer et se développera sur 2 ans. Coordonné par Météo - France, il associe les partenaires CERFACS et l'UMR Sisyphe qui regroupe des chercheurs des Institutions : Univ. Pierre et Marie Curie, CNRS et Mines ParisTech.

Le projet vise à analyser la variabilité de l'eau du sol sur la période 1958-2008 en utilisant le modèle Safran-Isba-Modcou (SIM), à définir un indicateur sécheresse basé sur l'utilisation de paramètres SIM, puis à réaliser des simulations d'un scénario climatique (scénario A2 devenu A1B, proposé par le GIEC), en vue de rechercher l'évolution prévisible des ressources en eau du sol et de préciser le risque de sécheresse. Partant d'une validation de la méthode sur la période 1960-1989, le programme de recherche vise à préciser l'impact du changement climatique sur la période 2008-2099.

## **2.7. *Actions de recherche BRGM***

Le BRGM développe de longue date des travaux de recherche sur les risques naturels. Ses actions sont supportées par des fonds propres et divers programmes de recherche.

Plus spécialement le BRGM est engagé sur la sécheresse géotechnique au travers du projet ANR-RGCU : ARGIC déjà cité et sur un programme cofinancé par le MEEDDAT portant sur l'équipement et le suivi de sites expérimentaux pour le suivi de profils hydriques et des déformations du sol en réponse aux sollicitations climatiques. Enfin il est met en oeuvre, avec le soutien du MEEDDAT, le programme de cartographie départementale de l'aléa retrait-gonflement.

## **2.8. *Actions de recherche LCPC : La sécheresse et ses effets sur les constructions***

Le LCPC a développé de longue date divers travaux de recherche sur les sols argileux, en particulier sur les sols gonflants, et développe depuis 2006 (opération 2006-2010) plusieurs axes de recherche sur la sécheresse et ses effets sur les constructions : caractérisation de l'effet de la sécheresse sur les constructions, mise au point de méthodes de mesure de teneur en eau sur des sites de référence, caractérisation de l'aptitude des sols argileux au retrait-gonflement, modélisation des phénomènes de retrait-gonflement.

Actuellement, ces actions sont supportées par des fonds propres et divers programmes de recherche, dont le projet ARGIC. Les Laboratoires Régionaux des Ponts et Chaussées participent par ailleurs à ces différents axes de recherche.

## **2.9. *Actions de recherche INRA : Sécheresse et forêt***

L'INRA développe des programmes de recherche sur le thème Sécheresse et forêt, avec en particulier le projet piloté par le GIP ECOFOR entre 2003 et 2005 et la participation actuelle au Projet ARGIC.

Un thème de recherche porte sur l'analyse de la croissance des arbres forestiers, limitée par l'intensité du déficit hydrique du sol. Ces travaux, prenant appui sur la modélisation des bilans hydriques forestiers sur des bases écophysiologicals, visent à identifier des indicateurs de sécheresse géotechnique au travers des réductions majeures de croissance des arbres.

### **2.10 Actions diverses**

Il apparaît nécessaire, même sous le titre « Projets de recherche » de cette présentation, de citer collectivement les travaux de bureaux d'étude et d'entreprises engagés sur des opérations en rapport avec la thématique du retrait-gonflement des sols argileux, sur la définition de méthodes de prévention, sur la mise au point de techniques de réparation des dommages au bâti ou de limitation des effets néfastes de la sécheresse géotechnique. Nombre de résultats issus de ces opérations sont utilisés dans les programmes de recherche présentés.

De même il faut citer les actions de communication, vers la profession ou le grand public, de diverses communautés administratives, des assureurs et d'agences telles que l'AQC : Agence Qualité Construction.

### **3. Conclusion**

Cette brève présentation, réalisée avec le concours des Institutions citées, avait pour objet de dresser un panorama préliminaire des travaux de recherche sur l'aléa et le risque sécheresse géotechnique. De nombreux articles présentés au Symposium SEC2008 font référence à ces travaux de recherche. Néanmoins, des informations plus détaillées sur les aspects administratifs et scientifiques des projets de recherche mériteraient d'être apportées et le seront dans une deuxième version de cette présentation qui sera publiée dans un deuxième tome de Comptes-rendus du Symposium.

