



**HAL**  
open science

## Analyse microscopique des mecanismes de dessiccation et de gonflement des sols argileux

Tatiana Maison, Farid Laouafa, Jean-Marie Fleureau

► **To cite this version:**

Tatiana Maison, Farid Laouafa, Jean-Marie Fleureau. Analyse microscopique des mecanismes de dessiccation et de gonflement des sols argileux. Journées Nationales de Géotechnique et Géologie de l'Ingénieur JNGG'08, Jun 2008, Nantes, France. 8 p. hal-00258225

**HAL Id: hal-00258225**

**<https://hal.science/hal-00258225>**

Submitted on 10 Apr 2014

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

# **ANALYSE MICROSCOPIQUE DES MECANISMES DE DESSICCATION ET DE GONFLEMENT DES SOLS ARGILEUX**

## **MICROSCOPIC ANALYSIS OF SHRINKAGE AND SWELLING MECHANISMS IN CLAYEY SOILS**

Tatiana MAISON<sup>1, 2</sup>, Farid LAOUAFA<sup>1</sup>, Jean-Marie FLEUREAU<sup>2</sup>

*1 INERIS – Parc Technologique ALATA, BP 2, 60550 Verneuil-en-Halatte, France.*

*[tatiana.maison@ineris.fr](mailto:tatiana.maison@ineris.fr), [farid.laouafa@ineris.fr](mailto:farid.laouafa@ineris.fr)*

*2 Laboratoire MSSMat, UMR CNRS 8579, Ecole Centrale Paris, Grande Voie des Vignes, 92295 Châtenay-Malabry cedex, [jean-marie.fleureau@ecp.fr](mailto:jean-marie.fleureau@ecp.fr)*

**RÉSUMÉ** – L'article présente quelques analyses menées sur une argile : la montmorillonite grecque. Elles ont été réalisées à l'aide d'un Microscope Electronique à Balayage Environnemental (MEBE). Dans ce dernier, on a imposé un cycle d'humidification-séchage et parallèlement un séchage à l'air libre sur une galette d'argile. Les premières observations semblent montrer une certaine réversibilité du gonflement. Toutefois une « pseudo-précipitation » de petits grains s'est initiée. Les formes géométriques des galettes d'argile ne semblent pas présenter d'influence sur le comportement au séchage à l'air libre de l'argile.

**ABSTRACT** – The paper presents some analyses performed on a Greek montmorillonite clay. They were done within an Environmental Scanning Electron Microscope (ESEM) by imposing a cycle of wetting-drying and, at the same time, a free air drying on a pancake of clay. The first observations show a quasi-reversibility of the swelling but with precipitation of clay small grains. The forms of the pancakes do not seem to present any influence on the clay behaviour under free air drying.

### **1. Introduction**

Le réchauffement climatique, reconnu par une grande partie de la communauté scientifique, peut induire des périodes de sécheresse dans les régions tempérées à équatoriales. Cette sécheresse a engendré ces dernières années des conséquences de grande ampleur sur les sols argileux. Ces sols ont la particularité de se dilater (gonflement) et se contracter (retrait) selon l'évolution de la teneur en eau, dépendante, entre autres, de la pluviométrie, de l'hygrométrie et de la température. Ces phénomènes de retrait/gonflement se traduisent par deux conséquences majeures : la modification des propriétés physiques du sol et les déformations induisant des tassements différentiels.

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

Dans ce cadre, des premiers travaux sont menés sur une argile naturelle homogène : la montmorillonite grecque. Son homogénéité et sa caractérisation physico-chimique connue permettent de la considérer dans cette étude comme une argile modèle. Elle est étudiée sous deux formes structurales : sous forme de poudre et

sous forme de pâte. Dans le premier cas, la poudre a été observée à l'aide d'un Microscope Electronique à Balayage Environnemental (MEBE), tout en lui appliquant des cycles d'humidification/séchage dans une ambiance à humidité contrôlée. Parallèlement, la pâte, préparée sous forme de galette, est séchée à l'air libre. Le MEBE est un outil intéressant au regard de son échelle d'analyse qui permet l'observation de l'argile à l'échelle du micron. On peut ainsi analyser le gonflement et le retrait des grains et l'influence de la teneur en eau sur leur comportement. Les premières observations montrent une répartition progressive de l'eau sous forme de ménisques entre les grains. Les déformations engendrées par le gonflement présentent une certaine anisotropie et semblent être quasi-réversibles après séchage. Pour les galettes d'argile, le retrait s'est révélé hétérogène, révélant des phénomènes de voilement et de torsion.

## 2. Exemple de la montmorillonite grecque

L'argile étudiée provient des dépôts d'Ankeria, situés dans l'île de Milos, dans l'archipel des Cyclades, au sud de la mer Egée. Géologiquement, cette île fait partie de la partie Sud-Ouest de l'arc volcanique égéen, qui a été créé à partir de la subduction de la plaque africaine sous la marge déformée de la plaque eurasiatique (Christidis et Dunham, 1993). La montmorillonite grecque, qui est utilisée dans nos analyses, a été prélevée dans la partie Nord-Est de l'île de Milos. Il s'agit d'une montmorillonite calcique naturelle dont les caractéristiques géotechniques (cf Tableau I et

Tableau II) permettent de la classer comme une argile plastique à fort potentiel de gonflement (Fleureau et al., 1992).

Tableau I : Caractéristiques géotechniques de l'argile grecque (Fleureau et al., 1992)

Granulométrie	< 80 $\mu\text{m}$ (%)	100
	< 2 $\mu\text{m}$ (%)	40
	$d_{50}$ ( $\mu\text{m}$ )	4
Plasticité	$w_L$ (%)	170
	$w_P$ (%)	60
	$I_P$ (%)	110
Densité des grains	$G_s$	2,73
Compactage Proctor Normal (OPN)	$w$ (%)	40
	$\gamma_d$ ( $\text{kN/m}^3$ )	11
Compactage Proctor Modifié (OPM)	$w$ (%)	29
	$\gamma_d$ ( $\text{kN/m}^3$ )	14,3
Compactage sous forte contrainte	$w$ (%)	8,2
	$\gamma_d$ ( $\text{kN/m}^3$ )	21,0

Tableau II : Capacité d'Echange Cationique CEC et surface spécifique de la montmorillonite grecque (Christidis et al., 1997)

	CEC (meq/100 g)	Surface spécifique ( $\text{m}^2/\text{g}$ )
Montmorillonite grecque	104,4	61,76

Cette argile fût l'objet d'une analyse physico-chimique (Souli et al., 2004). Le diffractogramme de rayons X (Figure 1) présente une première réflexion (plan 001) à 1,5 nm propre aux montmorillonites calciques. La bande (060) à 0,149 nm est révélatrice du caractère dioctaédrique de l'argile. Ce caractère est confirmé par la bande de vibration de  $\text{Al}_2\text{OH}$  à  $915\text{ cm}^{-1}$  observée sur le spectre infrarouge. L'apparition d'un épaulement à  $3220\text{ cm}^{-1}$  est également caractéristique d'une argile calcique.

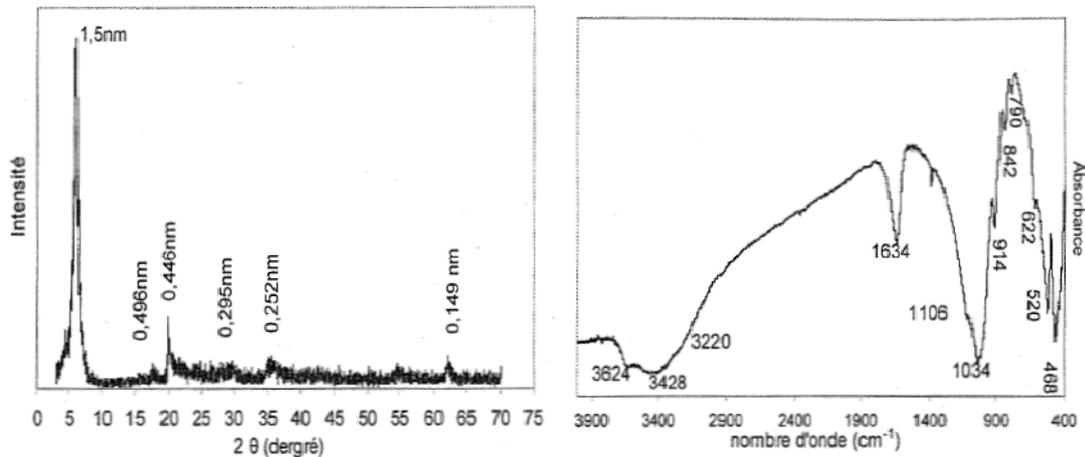


Figure 1 : Diffractogramme de rayons X (à gauche) et spectre infrarouge (à droite) de l'argile grecque (Souli et al., 2004)

### 3. Analyse au Microscope Electronique à Balayage Environnemental (MEBE)

Le Microscope Electronique à Balayage Environnemental (MEBE) permet d'observer des échantillons dans des conditions environnementales (température, pression, hygrométrie) contrôlées. La particularité du MEBE est d'avoir un système de pompage différentiel qui sépare la chambre (lieu de positionnement de l'échantillon) de la colonne (par où passe le faisceau d'électrons). Ainsi la colonne est soumise à un vide élevé ( $10^{-5}$  Torr où  $1\text{ Torr} = 1,3332 \cdot 10^2\text{ Pa}$ ), alors que dans la chambre règne une pression de quelques Torr (0.1 à 20 Torr). Le gaz utilisé lors de nos expériences est la vapeur d'eau, qui joue à la fois le rôle de gaz d'ionisation (Figure 2) pour la formation de l'image, et de fluide d'hydratation de l'échantillon.

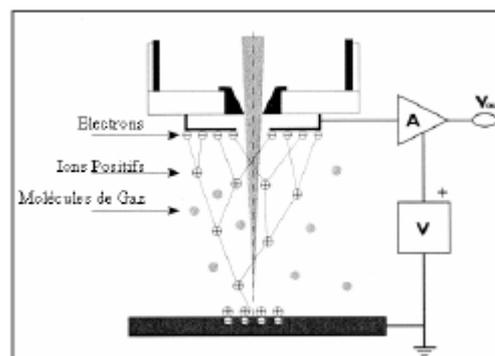


Figure 2: Représentation schématique de l'ionisation d'un gaz dans la chambre du MEBE (Montes-H., 2002)

Le mode « environnemental » permet l'observation des échantillons sans aucune préparation préalable (comme par exemple la métallisation à l'or ou au carbone, in-

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

#### 4. Essais expérimentaux

Comme il a été précisé auparavant, la montmorillonite grecque est utilisée pour servir d'argile « modèle », de par son homogénéité et sa caractérisation géotechnique connue et relativement complète. Stockée sous forme de poudre, elle a été étudiée dans deux états : sous forme de grains discrets et sous forme de pâte continue.

##### 4.1. Mode opératoire

L'observation de l'argile sous forme de grains, consiste à disposer quelques grains d'argile sur un adhésif double face carbone afin d'éviter les effets de charge sur le support et de fixer les grains.

L'observation sous forme de pâte, quant à elle, consiste à préparer un mélange d'argile et d'eau, à hauteur de 1,5 fois la limite de liquidité ( $w_L$ ) de la dite argile (dans le cas de la montmorillonite grecque  $w_L = 170\%$ ). Le mélange est malaxé pendant 24h à vitesse modérée, afin d'éviter la création de bulles d'air parasites et d'obtenir une pâte relativement homogène. Cette pâte est ensuite disposée sur des supports en laiton de formes et de profondeurs diverses (Figure 3).



Figure 3: Supports en laiton de formes et de profondeurs diverses, destinés à l'observation de l'argile sous forme de pâte séchée à l'air libre

##### 4.2. Conditions environnementales

L'argile sous forme de grains a été observée dans le MEBE. Elle fut soumise à un cycle d'humidification-séchage en trois étapes :

- Etat initial, à une température de  $10^{\circ}\text{C}$  et une humidité relative ambiante (dans le cas présenté, une humidité relative de 60%).
- Humidification (ici, à 90%).
- Séchage (retour aux conditions environnementales de départ).

Dans le cas présenté, ces étapes sont appliquées en une fois. Elles peuvent cependant être appliquées plus progressivement par petits paliers successifs. Les sollicitations hydriques dont l'évolution est « continue » et graduelle nécessitent beaucoup de temps. Des analyses nécessitant un tel besoin sont en cours de réalisation.

Une expérience a été menée en parallèle sur des galettes d'argile, disposées à l'extérieur du MEBE et dans des supports en laiton. Le but est d'analyser la structure des galettes après un séchage à l'air libre (séchage continu). Les conditions environnementales sont celles de la pièce, soit environ 23°C de température et environ 40% d'humidité.

#### 4.3. Observations au MEBE du comportement des grains

L'expérimentation permet d'étudier le comportement des grains alors qu'ils sont globalement isolés ou distincts les uns des autres. Au sein d'un sol, les grains sont liés entre eux et il est admis que ces liaisons peuvent, dans certains cas, favoriser ou, dans d'autres configurations, empêcher le gonflement. Dans cette configuration discrète constituée par les grains (formant des agrégats), l'indépendance de ceux-ci sur l'adhésif carbone leur permet d'évoluer assez librement, au gré des humidifications et des séchages.

Un exemple d'observation faite au cours du cycle d'humidification-séchage est présenté sur la Figure 4.

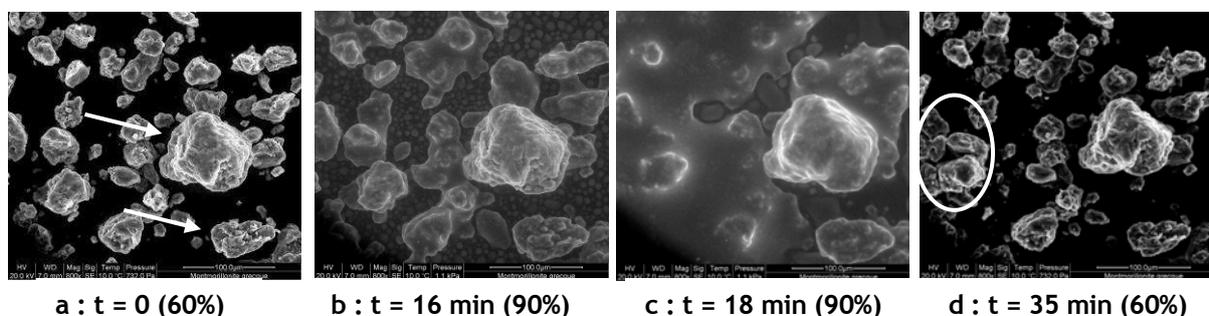


Figure 4: Distribution et taille des grains à (a) 60% d'humidité relative, (b) et (c) 90% d'humidité relative, (d) 60% d'humidité relative après séchage (agrandissement x 800, T = 10°C)

On remarquera que, lors de l'humidification à 90%, l'eau, présente dans la chambre sous forme de vapeur, se condense progressivement entre les grains (figure (b)). Elle est présente sous forme de gouttelettes sur le support et forme des ménisques entre les grains. Ceux-ci semblent s'installer préférentiellement entre les grains les plus proches et les plus petits avant de se propager au niveau des grains de dimension plus importante. Ensuite, l'eau sature progressivement le milieu. Au-delà d'une certaine humidité relative à une température donnée (ce point particulier est appelé point de rosée), l'eau envahit la surface de l'échantillon (ici, du support) à une vitesse plus ou moins rapide selon l'humidité relative imposée. Cette saturation implique qu'à partir d'un certain instant de l'expérience (les grains étant submergés par l'eau), toute observation et/ou mesure devient impossible. La photo (c) a été prise juste avant la saturation totale du champ de vision.

Le gonflement, généré par l'humidification, peut être quantifié moyennant quelques hypothèses que nous ne développerons pas ici. Pour cela, deux particules (une grosse et une de dimension « moyenne »), désignées par les flèches blanches sur la figure (a), ont été choisies (Figure 5).

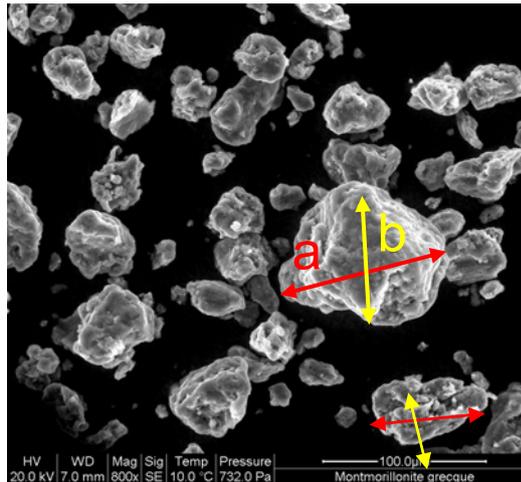


Figure 5: Distances prises en compte sur la particule pour les mesures de gonflement

Dans une première démarche, certes critiquable, nous avons adopté l'approche grossière suivante pour mesurer les variations volumiques. Deux distances sont prises en compte pour mesurer l'évolution du gonflement : longueurs  $a$  et  $b$ . Elles ne sont pas perpendiculaires mais basées sur des points particuliers de la particule. Les mesures de ces deux longueurs sur la grosse particule, obtenues à 60 et 90% d'humidité relative, montrent que :

- La distance ( $a$ ) augmente de 20%.
- La distance ( $b$ ) augmente de 11%.

La mesure sur la particule moyenne montre que :

- La distance ( $a$ ) augmente de 20%.
- La distance ( $b$ ) augmente de 29%.

Dans la direction  $z$ , le gonflement n'est pas quantifiable par le MEBE. Cependant, au vu des observations, on peut aisément penser que les déformations sont du même ordre de grandeur, si ce n'est plus, car la déformation  $\epsilon_z$  n'est pas empêchée par l'adhésif. Les mesures indiquent que les déformations engendrées par le gonflement présentent une certaine anisotropie. Selon la configuration de la particule (forme elliptique ou ronde par exemple), les proportions du gonflement varient. Cependant, il faut prendre en compte deux paramètres :

- Les grains sont fixés sur un adhésif double face carbone. Un phénomène de frottement plus ou moins prononcé a lieu à la base de ces grains et empêche une partie du gonflement « transversal ».
- L'humidification a été arrêtée dès que le champ de vision était saturé en eau. L'eau n'a donc pas pu pénétrer au cœur de la particule. On n'observe donc qu'un gonflement lié à une déformation des couches superficielles de la particule.

Lors du séchage, les grains reviennent quasiment à leur état initial en termes de dimensions. Cependant, en ce qui concerne la distribution des grains, des changements notables se sont produits, notamment au niveau des petits grains. En effet, on note une réorganisation, allant même jusqu'à une forme de précipitation (Figure 4 (d), ellipse blanche).

#### 4.4. Séchage des galettes à l'air libre

Une expérience a été menée en parallèle sur des galettes de la même argile, disposées dans les supports en laiton. Le but était d'analyser le comportement au retrait d'échantillons d'argile et d'analyser l'influence de la forme du support-galette et également celle de la profondeur du support (trois profondeurs différentes : 1 ; 1,5 et 2 mm). Une fois le mélange effectué, la pâte est déposée dans le support de sorte à ce qu'il n'y ait pas de bulle d'air et que la surface soit la plus plane possible (Figure 6a).

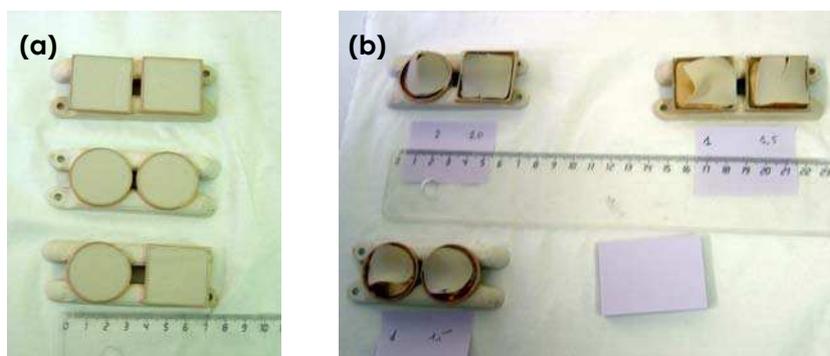


Figure 6: Aspect des galettes d'argile (a) avant séchage à l'air libre et (b) après séchage à l'air libre

Au bout de 24h d'un séchage continu, les galettes très déformées présentait l'aspect de « chips » (Figure 6 (b)). Les déformations engendrées par le retrait pour les galettes circulaires s'apparentent à celles observées lors d'un voilement de plaques ou de coques circulaires. Les galettes de 1 et 1,5 mm d'épaisseur présentent une courbure concave, tandis que la galette de 2 mm présente une courbure convexe. Une fissuration apparaît sur les galettes de 1,5 et 2 mm, laissant à penser que plus l'épaisseur est grande, plus le matériau tend vers un comportement fragile. Pour les galettes carrées, la déformation est un peu moins marquée. Le retrait n'est pas uniforme et s'est déroulé en deux temps. En effet, s'il avait été homogène, la galette aurait été plus petite mais aurait gardé sa forme carrée. Or, les galettes présentent une forme que l'on observe également lors de voilement de plaques ou de coques, particulièrement marquée pour la galette de 1 mm d'épaisseur. Plus la galette est épaisse, moins ce phénomène est présent. La fissuration ne se retrouve aussi que sur les galettes de 1,5 et 2 mm. Ces observations montrent l'importance des contraintes internes liées au retrait, qui ont conduit les galettes à se déformer en se voilant (tel qu'observé sur les plaques).

Tableau III: Pesées des galettes d'argile avant et après séchage

Supports	Ep. (mm)	Poids de la galette avant séchage (Pi) (g)	Poids de la galette après séchage (g)	Surface d'échange air-eau (mm <sup>2</sup> )	Perte <sup>(a)</sup>
Cylindrique	1	0.89	0.309	706.858	65.281
	1.5	1.312	0.456	706.858	65.244
	2	1.704	0.592	706.858	65.258
Carré	1	1.137	0.399	900	64.908
	1.5	1.67	0.579	900	65.329
	2	2.146	0.741	900	65.471

(a) : Perte d'eau (% , par rapport à Pi)

On observe également que, plus l'épaisseur est importante, moins ce phénomène est prononcé. Avant et après l'expérience, les supports et leur contenu ont été pesés (Tableau III).

L'évolution générale des mesures est cohérente. L'épaisseur croissante des galettes augmente le poids des galettes d'argile. Les pertes calculées (en %) sont semblables, et de plus identiques, entre les supports circulaires et carrés : la forme de la galette n'a pas d'influence sur la quantité d'eau évaporée lors du séchage. La perte d'eau n'augmente pas avec l'épaisseur mais la cinétique d'évaporation est certainement différente. En effet, la surface d'échange air-eau conditionne la vitesse de séchage ou de retrait.

## **5. Conclusions**

Les analyses menées sur la montmorillonite grecque ont comporté deux volets : un cycle d'humidification-séchage réalisé dans un MEBE et un séchage à l'air libre. Les observations microscopiques au MEBE ont montré tout d'abord une répartition progressive de l'eau par des ménisques jusqu'à saturation du milieu. Les déformations engendrées par le gonflement présentent une certaine anisotropie en regard des mesures effectuées sur des particules. On peut noter une réversibilité du phénomène après séchage en terme de dimensions mais une forme de précipitation a été constatée sur les petits grains. Le séchage à l'air libre de galettes d'argile a montré que le retrait n'est pas homogène. Des phénomènes de flambement et de torsion ont été observés. Cependant, la forme et l'épaisseur de la galette n'ont pas d'influence sur la quantité d'eau évaporée. En terme de perspectives, des temps de saturation totale plus longs seront imposés sur les grains. Le séchage des galettes sera mené dans le MEBE afin de pouvoir comparer les conséquences du séchage. Ces mêmes expériences seront menées sur des argiles naturelles, prélevées in situ, telles que la marne de Mormoiron, l'argile de Poitiers et la marne d'Argenteuil. En parallèle, une caractérisation sera lancée par B.E.T., diffraction aux rayons X et spectroscopie infrarouge afin de compléter les observations du MEBE. Des essais mécaniques seront également effectués afin de pouvoir observer l'influence du chargement sur le drainage de l'eau.

## **Remerciements**

Les auteurs remercient P. Delalain et K. Moirez (INERIS-DRC-CHEN) pour leur aide et leurs précieux conseils.

## **Références bibliographiques**

- Christidis G.E., Dunham A.C. (1993) Compositional variations in smectites : Part I. Alteration of intermediate volcanic rocks. A case study from Milos island, Greece. *Clay Minerals* 28, 255-273.
- Christidis G.E., Scott P.W., Dunham A.C. (1997) Acid activation and bleaching capacity of bentonites from the islands of Milos and Chios, Aegean, Greece. *Applied Clay Science* 12, 329-347.
- Fleureau J.M., Soemitro R., Taibi S. (1992) Behavior of an expansive clay related to suction. *Proc 7<sup>th</sup> International Conference on Expansive Soils, Dallas, Août, 1, 173-178.*
- Montes-H. G. (2002) Etude expérimentale de la sorption d'eau et du gonflement des argiles par microscopie à balayage environnementale (ESEM) et l'analyse digitale d'images. Strasbourg, Ecole et observatoire des sciences de la terre.
- Souli H., Fleureau J.M., Trabelsi-Ayadi M., Kbir-Arighuib N. (2004) Etude hydromécanique et physico-chimique d'une montmorillonite pour barrière anti-pollution. *JNGGI Lille 2004, 175-182.*