

# ETUDE DU PHENOMENE DURCISSEMENT DES ENCROUTEMENTS CALCAIRES EN ALGERIE

## STUDY OF THE HARDENING PHENOMENON OF ALGERIAN LIMESTONE CRUSTS

Hamza LOUALBIA<sup>1</sup>, Myriam DUC<sup>2</sup>, Sadok FEIA<sup>3</sup>

<sup>1</sup> Laboratoire de génie civil, Université de Djillali Liabes, Sidi Bel Abbes, Algérie.

<sup>2</sup> Université Paris Est, IFSTTAR/GERS/SRO, Marne-la-Vallée, France

<sup>3</sup> Laboratoire de Génie Civil (LRGC), Université Mohamed Khider Biskra, Biskra, Algérie.

**RÉSUMÉ** – La cohésion des tufs algériens souvent utilisés en technique routière baisse quand le degré de saturation augmente et disparaît lors de la saturation totale du matériau. La présente étude expérimentale multi-échelle appliquée sur des échantillons séchés dans différentes conditions tente d'expliquer l'origine du durcissement et l'existence d'une teneur en eau pour laquelle il est maximal.

**ABSTRACT** – The cohesion of Algerian tuffs often used in road technique decreases when the degree of saturation increases and disappears with the total saturation of the material. The present multi-scale experimental study applied on samples dried under different conditions, attempts to explain the origin of the hardening and the existence of a water content for which it is maximum.

### 1. Introduction

Plusieurs travaux ont montré que les tufs, matériau à base de carbonates, sont des matériaux dotés de cohésion qu'ils acquièrent après un compactage humide (Alloul, 1981; Ben Dhia, 1983; Morsli, 2007; Goual et al., 2012) cependant cette cohésion varie lors du séchage du matériau. Malgré l'importance de ce phénomène et l'intérêt que lui portent les géotechniciens, peu de références bibliographiques traite de ce sujet. Cette absence d'étude est attribuée à la fois au type du matériau étudié soit un matériau local et fin et au paramètre étudié c'est-à-dire le phénomène de durcissement. En effet, l'utilisation des matériaux fins est une nécessité en climats arides (ce qui réduit le nombre de pays confrontés au problème des tufs) et par la même le nombre d'études portant sur le thème. Ce nombre est d'autant plus réduit que le critère « cohésion » comme source du durcissement n'est pas un critère de choix commun à tous les pays intéressés par les tufs. Les géotechniciens Fumet (1959) et Peltier (1959) sont considérés comme les premiers à s'intéresser à l'apport de la cohésion dans la tenue des chaussées en milieu aride.

Le phénomène de durcissement a été reproduit au laboratoire sur des tufs calcaires et/ou des sables gypseux. La cohésion a été appréciée par la résistance à la compression simple après compactage et séchage d'éprouvettes (de manière similaire au sol traité au ciment). Cet essai permettant de suivre le durcissement dans le temps, appelé aussi auto-stabilisation (Netterberg, 1975) a été introduit d'une manière empirique par Fenzy (1957) pour apprécier la cohésion des matériaux locaux soumis à un état de sécheresse (Fumet, 1959; Peltier, 1959; Fenzy, 1966; Alloul, 1981; Ben Dhia, 1983; Morsli, 2007; Goual et al., 2012).

Toutefois, la cohésion du tuf compacté ne peut être considérée comme acquise durablement, car elle diminue considérablement quand le degré de saturation du sol augmente et elle disparaît quasi totalement par saturation totale du ce dernier (Alloul, 1981; Ben Dhia, 1983; Struillou et Alloul, 1984; Colombier, 1988; Goual, et al., 2012).

La méthode la plus courante pour reproduire en laboratoire le durcissement consiste à fabriquer des éprouvettes de tuf compacté et à mesurer l'évolution de leur résistance en compression simple dans le temps et en fonction du mode de conservation des éprouvettes. Il s'agit des résistances à différents âges du matériau pour suivre les conditions de traficabilité, de résistance au gel ou à l'immersion, et surtout les performances à long terme.

La résistance obtenue par écrasement des éprouvettes en compression simple est l'indice retenu par plusieurs auteurs pour évaluer la cohésion des tufs (Alloul, 1981; Ben Dhia, 1983; Fenzy, 1966; Fumet, 1959 et Peltier, 1959). Les explications données pour expliquer le mécanisme de durcissement de ces matériaux se basent sur des analyses minéralogiques en diffraction de rayons X et sur des observations au microscope électronique à balayage (MEB). Les résultats sont convergents et complémentaires. Par contre, les conclusions relatives à l'origine du durcissement sont partagées entre les partisans d'une dissolution et recristallisation des fines gypseuses et /ou carbonatées (Ben Dhia, 1983), ceux qui attribuent le phénomène à l'arrangement des grains lors de l'imbibition et le séchage dans le cas des tufs calcaires et aux qualités physiques du gypse (angularité, friabilité et finesse) dans le cas des sables gypseux (Alloul, 1981) et enfin ceux qui attribuent le phénomène de durcissement au rôle de la succion dans le cas des tufs ou sables calcaires (Goual, et al., 2012). Ces résultats montrent tout l'intérêt pratique qu'il y a à mieux connaître ce phénomène. La présente étude tente d'expliquer par l'expérimentation les mécanismes du processus de durcissement du tuf calcaire compacté en fonction des variations de la teneur en eau et du mode de séchage. L'étude est menée par en suivant l'évolution de la résistance en compression des éprouvettes soumises à divers modes de séchage, en suivant l'effet de la durée du séchage sur la résistance à l'immersion et sur l'évolution des carbonates et enfin en montrant l'évolution physique de la microstructure des éprouvettes par microscopie électronique à balayage.

## 2. Matériaux et méthodes expérimentales

Le matériau étudié est un tuf venant de Faidh el Botma (Algérie). Les caractéristiques géotechniques de ce matériau sont présentées en détail dans Loualbia et al. (2017).

Du point de vue minéralogique, la présence de quartz, de silice amorphe (capable de se dissoudre contrairement au quartz) et de la calcite (estimée à 41% par calcimétrie) sont clairement identifiés par diffraction de rayons X de même qu'un minéral non identifié (associé à un pic de diffraction positionné à  $d=2.52 \text{ \AA}$  (diopside ou antigorite sont possibles), des argiles en très faible quantité de type illite ( $d=10 \text{ \AA}$ ) et chlorite ( $d=7 \text{ \AA}$  et  $14 \text{ \AA}$ ). La présence d'argiles interstratifiées ( $d=10-14 \text{ \AA}$ ) et de kaolinite ( $d=7 \text{ \AA}$ ) est à confirmer. La présence des argiles explique que de l'aluminium est détecté au niveau de la composition chimique du tuf (avec  $\text{Al}_2\text{O}_3 \approx 2\%$ ) et ces phases doivent également contribuer à la cohésion des particules du tuf. Ces phases ne doivent cependant pas excéder 5 % d'après les essais de sédimentométrie qui permettent de quantifier la fraction inférieure à  $2 \mu\text{m}$ .

La teneur en eau optimale Proctor modifié correspond à 15,5% pour une densité sèche optimale de 1,67 (Fig. 1). L'indice de portance  $I_{\text{CBR}}$  à 95% de compacité mesurée sur le tuf compacté correspond à 64,5 % et la résistance à la compression à 95% de compacité correspond à 1,7 MPa (selon une méthode empirique proposée par Colombier en 1988).

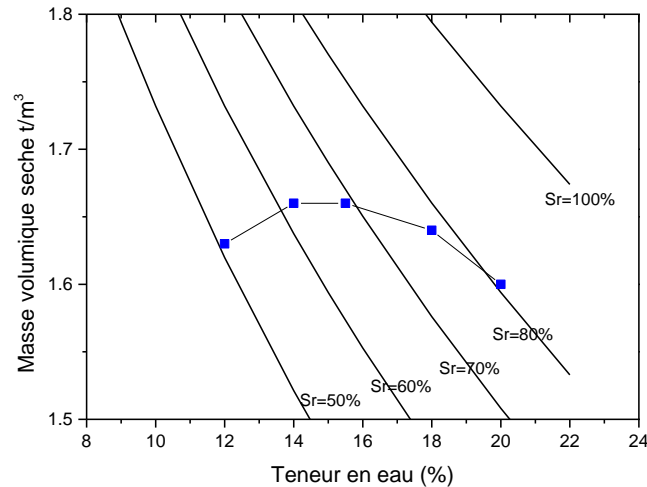


Figure 1. Courbe Proctor obtenue sur le tuf de Faidh el Botma.

Dans notre étude, les éprouvettes de tuf testé ont été reconstituées en utilisant des grains de taille inférieure à 5 mm (concassage et criblage du tuf brut) et en appliquant la méthode de compactage statique en plusieurs couches dans un moule normalisé ( $\phi = 50$  mm,  $H = 100$  mm) à double piston permettant d'homogénéiser la contrainte sur toute la hauteur de l'éprouvette. Les éprouvettes ont été confectionnées à une compacité proche de l'optimum Proctor modifié et à différentes teneurs en eau soit 12, 14, 15,5, 18 et 20%. Les éprouvettes ont été conservées ensuite pendant 0, 1, 4, 7, 14 et 28 jours de deux manières :

- conservation avec séchage rapide (séchage à l'air libre à 20°C environ);
- conservation avec séchage lent : les éprouvettes sont conservées à 20°C enveloppées juste après démoulage dans un film plastique .

Une fois le temps de conservation atteint, une machine universelle électromécanique de capacité 300 kN, équipée d'un capteur de force (relié à la traverse supérieure de la presse) et d'un capteur de déplacement relié à un programme d'acquisition des données permet de mesurer les  $R_c$ . La vitesse de déplacement de la plaque est fixée à 1,27 mm/min. Trois éprouvettes sont testées systématiquement (chaque point des courbes de résultats représente la moyenne des 3 mesures). Un essai d'imbibition est également pratiqué sur les éprouvettes. Il consiste à plonger l'éprouvette compactée et conservée, puis de mesurer le temps au bout duquel un effondrement de sa structure opère.

Les observations par microscopie électronique à balayage ont été réalisées à l'aide d'un MEB Quanta 400 de chez FEI couplé à un spectromètre EDX (de chez EDAX) permettant d'obtenir la composition chimique élémentaire des échantillons à l'échelle locale. Les échantillons sont observés intacts sans préparation. Les observations complétées par des mesures de porosimétrie par intrusion de mercure (à l'aide d'un Autopore IV de chez Micromeritics) ont permis de décrire la microstructure des échantillons compactés. La minéralogie du tuf a été étudiée par diffraction de rayons X et les carbonates ont été quantifiés par calcimétrie (norme NF P 94-048).

### 3. Résultats expérimentaux

#### 3.1 Évolution de la résistance en compression simple au cours du séchage

La Fig. 2 présente les valeurs des résistances à la compression simple  $R_c$  en fonction des teneurs en eau de compaction des éprouvettes et pour différentes durées de conservation à l'air libre (avec séchage) et sous film hermétique (sans dessiccation).

Nous remarquons que les courbes ont toute la même allure. Lorsque les teneurs en eau de confection sont proches de la teneur en eau OPM (soit à 15,5%), la valeur de la résistance en compression simple est maximale conformément aux attentes, et ce quel que soit le mode de conservation. Cela confirme que la combinaison de la teneur en eau et de la densité sèche maximale permettent d'obtenir un durcissement optimal.

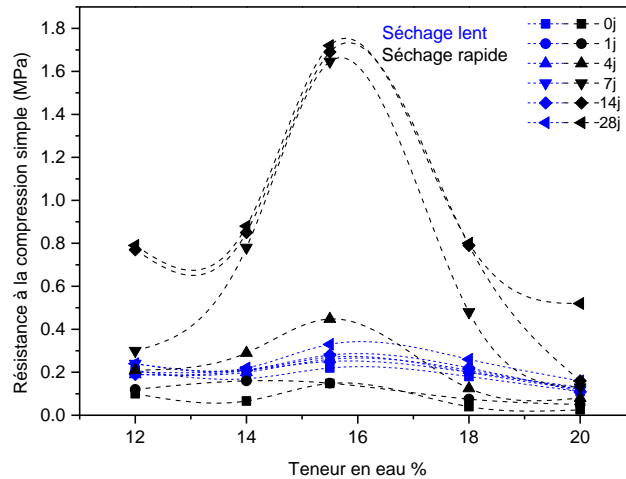


Figure 2. Effet de la teneur en eau (%) sur la résistance à la compression simple  $R_c$  (MPa) du tuf calcaire testé après différents temps avec séchage rapide ou séchage lent.

Concernant les éprouvettes conservées sans dessiccation (séchage lent en bleu sur la Fig. 2), toutes les courbes semblent similaires ce qui est cohérent avec le fait que les teneurs en eau varient assez peu entre 0 et 28 jours. On note également que les résistances maximales atteintes sont très faibles, de l'ordre de 0,22 MPa à 0,34 MPa contrairement aux résistances atteintes lorsque le séchage est rapide (conservation à l'air libre). Ces résistances maximales croissent en fonction du temps de séchage pour atteindre 1,75 MPa après 28 jours de séchage.

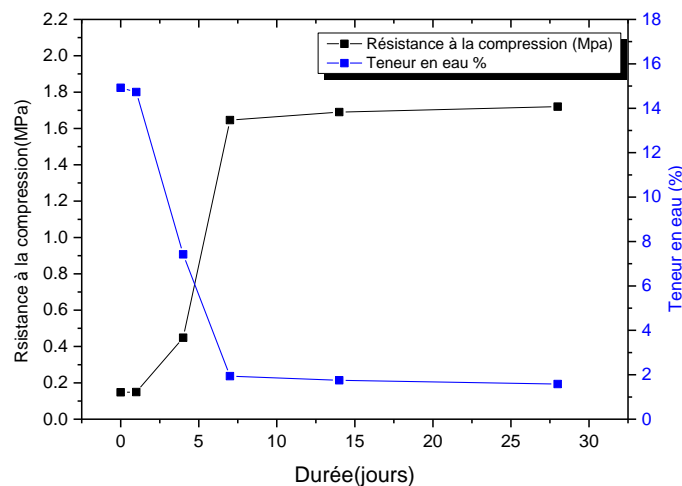


Figure 3. Relation entre la résistance à la compression et la teneur en eau.

La relation entre la résistance à la compression maximale et la variation de la teneur en eau au cours du séchage d'une éprouvette de tuf compacté à l'OPM est représentée sur la Fig. 3 en fonction de la durée du séchage. L'augmentation de la résistance à la compression est corrélée au pourcentage de la teneur en eau évaporée. La résistance augmente rapidement pendant les 7 premiers jours de dessiccation via un séchage à partir des zones de surface. En effet, la migration de l'eau dans les pores (à l'origine de tensions superficielles via les ménisques) entraîne l'apparition d'une succion qui impacte les particules solides (réorganisation). Après 7 jours, le séchage devient de plus en plus lent ce qui explique l'évolution lente de la croissance de la résistance mécanique.

Le processus de durcissement se produit donc lors de la dessiccation surtout lorsque le séchage est rapide.

### 3.2 Résistance à l'immersion et évolution des carbonates avec le temps de séchage des éprouvettes

Les résultats de l'essai d'immersion dans l'eau obtenus sur les éprouvettes compactées à l'OPM (soit 15,5% avec séchage rapide) puis conservés pendant 0, 1, 4, 7, 14 et 120 jours avec séchage rapide, sont présentés à la Fig. 4.

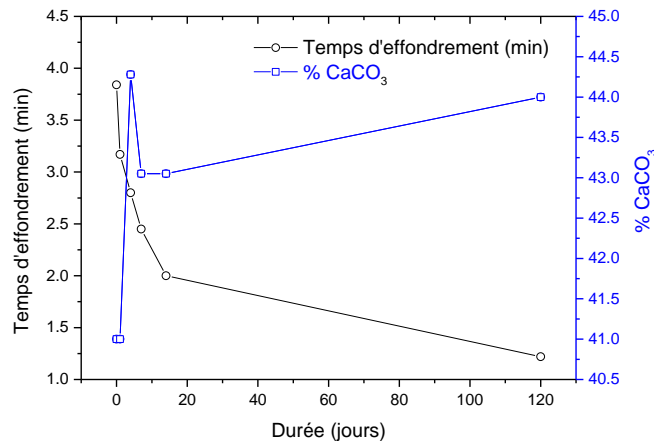


Figure 4. Évolution de la teneur de CaCO<sub>3</sub> (%) et du temps d'immersion nécessaires pour obtenir l'effondrement des éprouvettes en fonction du temps de conservation des éprouvettes (en condition de séchage rapide).

Le temps d'immersion avant effondrement de l'éprouvette immergée dans l'eau (en d'autres termes sa résistance à la dispersion qui est liée à la cohésion) montre une décroissance avec le temps de conservation des éprouvettes en condition de séchage rapide. On passe de pratiquement 4 min à seulement 1,25 min. Lorsque le tuf sèche rapidement, la pression interstitielle négative ou succion augmente et les forces mises en jeu agissent sur les particules. Les ponts capillaires assurant une certaine cohésion entre les particules disparaissent voire certaines phases (comme la calcite) peut éventuellement précipiter. Une fois immergée, l'éprouvette absorbe les molécules d'eau à la surface des particules rétablissant les forces électrostatiques répulsives entre particules, alors que les forces de Van der Waals assurent une certaine attraction entre particules. Dans l'éprouvette immergée, ces forces évoluent jusqu'à l'affaiblissement des forces attractives, accompagnées de la disparition des phases solubles comme les sels qui peuvent assurer une certaine cimentation entre particules. La chute du temps d'immersion avant effondrement avec le temps de séchage traduit une influence majeure de la teneur en eau des tufs sur la rigidité des matériaux composés de particules non liées et donc sur le mode de dégradation des chaussées. Les éprouvettes montrent une perte des liaisons entre particules de plus en plus rapide avec le temps de séchage, qui d'un autre côté augmente la résistance à la compression.

Parallèlement, la teneur en carbonate de calcium au sein de l'éprouvette a été évaluée au cours du séchage rapide des éprouvettes. L'objectif est de détecter une variation de la teneur en CaCO<sub>3</sub> qui peut provenir de la cristallisation de nouvelles particules fines carbonatées comme la calcite lors de l'évaporation de l'eau utilisée pour le compactage. Cette hypothèse est avancée dans les travaux de Ben-Dhia (1983).

La Fig. 4 montre une faible évolution de  $\text{CaCO}_3$  pour les éprouvettes conservées jusqu'à 120 jours passant de 41% à 44%. Cependant, il faut tenir compte de l'imprécision des mesures de calcimétrie et cette tendance du  $\text{CaCO}_3$  à augmenter doit être confirmée par d'autres techniques. L'analyse chimique élémentaire des grains de tuf par EDX (couplé au MEB) indique parallèlement une augmentation du carbone qui pourrait être associée à la précipitation de carbonate de calcium (Tableau 2). Cependant, il faut tenir compte de la variabilité des résultats d'analyse EDX (mesure locale) avec par exemple une diminution du calcium après 120 jours de séchage alors que l'aluminium (associé aux argiles) augmente. Le carbone pouvant également provenir d'une adsorption de  $\text{CO}_2$  superficielle, l'hypothèse de l'apparition de nouvelles formes cristallines au sein du matériau, comme proposée par Alloul (1981), ne peut pas être réellement confirmée ou infirmée.

Tableau 1. Résultats d'analyse chimique élémentaire spectroscopie de rayons X à dispersion d'énergie (EDX) couplée au MEB sur le tuf étudié, après 0 et 120 jours de séchage.

Pourcentage atomique %	C	O	Na	Mg	Al	Si	S	K	Ca	Fe
0 jour	24,04	56,55	0,39	0,8	1,18	3,89	--	0,25	12,61	0,28
120 jours	28,38	55,49	0,08	0,67	0,89	3,48	0,09	0,16	10,57	0,19

Noter enfin que la précipitation de nouvelles phases carbonatées sous forme de dépôt superficiel pourrait expliquer l'augmentation de la  $R_c$  lors du séchage mais elle n'est pas compatible avec la diminution du temps d'immersion avant effondrement. En effet, la cimentation assurée par les phases néoformées devrait être permanente (la calcite est peu soluble à pH neutre) et donc se manifester par une augmentation durable de la résistance à la dispersion.

### 3.3 Évaluation des tailles de particules par MEB couplé à EDX

Si la cimentation des particules par une calcite néoformée n'est pas (ou seulement partiellement) à l'origine du durcissement des tufts, la microstructure des tufts et sa modification au cours du séchage est sans doute à l'origine de ce phénomène. Afin d'observer un réarrangement possible des grains pendant le séchage, la Fig. 5 (a, c) et (b, d) montrent respectivement la microstructure des échantillons de tuf juste après le compactage à l'optimum Proctor modifié (avec une teneur en eau initiale de 15,5%) et leur microstructure après une conservation à l'air pendant 120 jours.

Le MEB révèle que la plupart des grains qui composent le tuf calcaire sont sub-arrondis et le diamètre moyen des grains varie approximativement entre 50 et 200  $\mu\text{m}$ . À côté de ces particules, des pores ouverts sont visibles (avec des dimensions micrométriques). La porosimétrie par intrusion de mercure sur des échantillons au centre et au bord des éprouvettes complète la description microstructurale du tuf calcaire. La Fig. 6 montre que le volume total de pore ne varie pas ou peu en fonction de la localisation de l'échantillonnage et que trois familles de pores existent, centrés respectivement à 27  $\mu\text{m}$  (porosité inter-agrégats), 1  $\mu\text{m}$  (pores capillaires intra-agrégat) et 55 nm (pores des grains de calcaire). Le volume des pores > 10  $\mu\text{m}$ , entre 200 nm et 10  $\mu\text{m}$  et entre 6 nm et 200 nm représente respectivement 55-60%, 25-35% et 10-15% de la porosité totale. Aucun changement n'apparaît entre le bord et le centre des éprouvettes pour les deux derniers types de pores tandis que les plus grands pores autour de 35  $\mu\text{m}$  au bord de l'éprouvette disparaissent au bénéfice de la famille de pores de 27  $\mu\text{m}$  au centre de l'éprouvette. Cette diminution de la taille des pores pourrait être induite par les forces de succion pendant le séchage sur la bordure de l'échantillon où le gradient d'humidité est le plus fort.

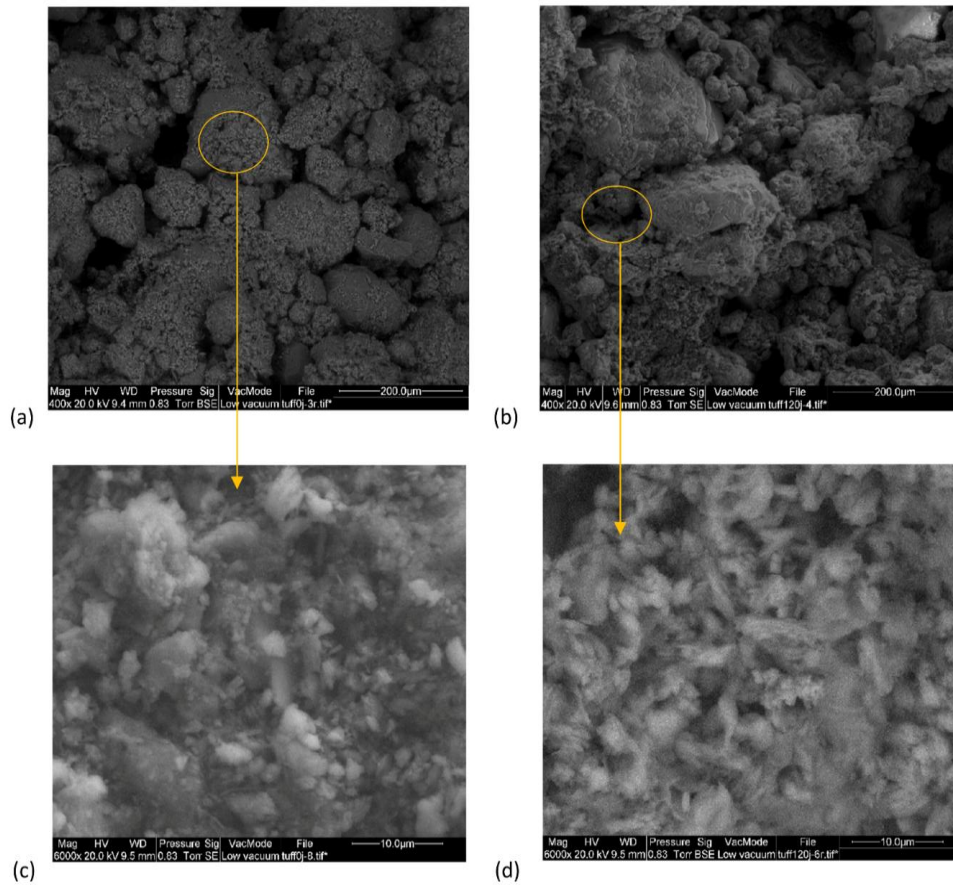


Figure 5 Observation au MEB des échantillons de tuf compacté juste après le compactage (a-c) et après un séchage rapide de 120 jours.

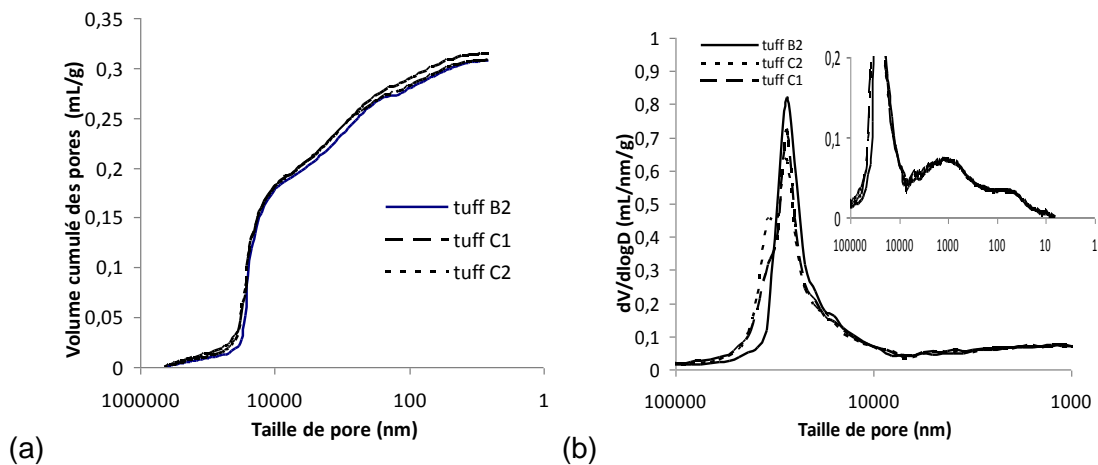


Figure 6. (a) Courbe de porosité cumulée en fonction du rayon d'entrée des pores et (b) famille de pores donnée par la courbe dérivée, mesurée sur un tuf calcaire après 120 jours de séchage (prélèvement au centre (Cx) et au bord (Bx) de l'éprouvette)

Les observations MEB du tuf calcaire durci confirme également une légère modification microstructurale après 120 jours de séchage car les grains semblent devenir plus organisés sur la Figure 5 (b, d) sous l'effet de la succion. Toutefois, lorsque le tuf est non saturé après 120 jours de séchage à l'air libre, la succion fournit une certaine cohésion et donc renforce les liaisons entre les grains. Nous pouvons constater que l'effet de la succion peut être une représentation indirecte du rôle des propriétés physiques en état non saturé sur leur comportement mécanique, à l'échelle étudiée.



#### 4. Conclusions

L'aptitude du tuf de Faidh al Botma (Algérie) à durcir a été étudiée en fonction du temps et selon différents modes de conservation qui se rapprochent des conditions dans les zones semi-arides. Les éprouvettes soumises à une dessiccation rapide présentent des résistances à la compression supérieures à celles obtenues sur les éprouvettes sans séchage ou séchées très lentement. Ce phénomène de durcissement est fortement corrélé à la diminution de la teneur en eau et l'augmentation de la succion. Dans un tuf non saturé, la succion augmente les efforts de contact et, par conséquent, l'état général des contraintes du matériau, et elle participe au renforcement du matériau. La succion et les tensions superficielles dues aux ménisques dans les pores (non saturés) engendrent des contraintes supplémentaires sur le squelette du tuf ce qui peut se traduire par un rapprochement des grains les uns des autres. Le tuf devient en quelque sorte plus serré, et de ce fait, il résiste mieux à l'écrasement. Dès lors, sous une même charge, la microstructure d'un tuf non saturé peut rester intacte, tandis que celle d'un tuf saturé peut facilement se déformer. Les observations MEB et les mesures de porosimétrie semblent confirmer que le squelette granulaire du tuf après un séchage rapide se modifie.

D'un autre côté, la calcimétrie et les analyses chimiques élémentaires par EDX couplées à MEB peuvent également expliquer le durcissement du tuf via la dissolution d'une partie de calcite lors de l'imbibition et du compactage, et la recristallisation de calcite néoformée qui peut jouer le rôle de ciment. Cette seconde explication doit cependant être confirmée par d'autres analyses plus précises, d'autant que les tests d'imbibition (ou de résistance à la dispersion une fois l'éprouvette immergée ce qui entraîne la diminution de la succion et donc une réduction de la cohésion) montrent que ce durcissement est non permanent (contrairement au renforcement fourni par la précipitation de particule ou d'une cimentation peu soluble comme la calcite).

#### 5. Références bibliographiques

- Alloul, B. (1981). Étude géologique et géotechnique des tufs calcaires et gypseux d'Algérie en vue de leur valorisation routière. Thèse de l'Université de Paris VI, France.
- Ben Dhia, M. (1983). Les tufs et encroûtements calcaires dans la construction routière. Thèse, Université de Paris VI, France.
- Colombier, G. (1988). Tufs et encroûtements calcaires. Utilisations routières. Synthèse, ISTED.
- Fumet, P. (1959). Chaussées en sables gypseux et en sables stabilisés chimiquement. Revue générale des routes et aérodromes, numéro spécial, 329, 169-178.
- Fenzy, E. (1966). Particularité de la technique routière au Sahara. Revue générale des routes et aérodromes, 411, 57-71.
- Goual, I., Goual, M., Taibi, S., & Abou-Bekr. (2012). Amélioration des propriétés d'un tuf naturel utilisé en technique routière saharienne par ajout d'un sable calcaire. European Journal of Environmental and Civil Engineering. 16, 6, 744-763.
- Loualbia, H., Sebaibi, Y., Duc, M., Goual, I., & Feia, S. (2017). Effect of different drying methods on the mechanical behavior and the microstructure of an Algerian compacted limestone crust. Journal of adhesion science and Technology, 31:10, 1045-1060.
- Morsli, M. (2007). Contribution à la valorisation des tufs d'encroûtement en technique routière saharien. Thèse de l'École Nationale Polytechnique, ENP.
- Netterberg, F. (1975). Self-stabilization of road bases, fact or fiction. The 6th conference of Africa on Soil Mechanics and Foundations Engineering, Durbin.
- Peltier, R. (1959). Le rôle du laboratoire dans la technique routière saharienne. Revue générale des routes et aérodromes, Numéro spécial Sahara, 329, 165-168.
- Struillou, A., & Alloul, B. (1984). Valorisation routière des tufs d'encroûtements en Algérie. Bulletin of Engineering Geology and the Environment, Symposium International sur les Granulats, 465-469.