De la capillarité à la cimentation dans les sols granulaires

Fabien Soulié, Jean-Yves Delenne, Charles Voivret, Moulay Saïd El Youssoufi, Christian Saix

Laboratoire de Mécanique et Génie Civil, UMR UMII-CNRS 5508, Université Montpellier II, CC 034, place E. Bataillon, 34095 Montpellier cedex 5, France soulie@lmgc.univ-montp2.fr, delenne@lmgc.univ-montp2.fr, voivret@lmgc.univmontp2.fr, elyous@lmgc.univ-montp2.fr, saix@lmgc.univ-montp2.fr

RÉSUMÉ. Cet article présente une étude expérimentale de l'évolution de la cohésion macroscopique des matériaux granulaires humides, lors de l'évaporation de l'eau, et donc de la cristallisation de soluté. Dans cette première approche, on utilise la résistance à la compression simple pour rendre compte de la cohésion d'échantillons granulaires cylindriques. On met en évidence deux régimes distincts de cohésion : un régime capillaire et un régime cimenté. On montre que la transition entre les deux régimes n'est pas directement liée à la quantité de soluté cristallisé, mais plutôt au rapport entre la masse de soluté cristallisé et la masse totale de soluté présent dans l'échantillon.

ABSTRACT. This paper presents an experimental study of the evolution of the macroscopic cohesion of wet granular materials, during the evaporation of water, and thus during the crystallization of solution. In this first approach, cohesion is characterized by the compressive strength of cylindrical granular samples. We obtain two distinct cohesive modes: a capillary mode and a cemented mode. The transition between the two modes is not directly related to the amount of crystallized solute, but rather with the relationship between the mass of crystallized solute and the total mass of aqueous solution present in the sample.

MOTS-CLÉS : Matériaux granulaires, cohésion, capillarité, cimentation, cristallisation. KEYWORDS: Granular materials, cohesion, capillarity, cementation, crystallization. 2 Nom de la revue ou conférence (à définir par \submitted ou \toappear)

1. Introduction

Le comportement mécanique des matériaux granulaires du Génie Civil est fortement influencé par la présence de liquides interstitiels dans l'espace poral. Ce liquide est généralement composé d'eau, d'impuretés diverses et/ou de différents minéraux dissous appelés solutés. Suite à des phénomènes de transferts réactifs ou de changements de phase, le liquide peut générer des dommages aux ouvrages par dissolution de joints cimentés ou cristallisation des solutés (Cardell et al., 2003, Lubelli et al., 2004, Rijniers et al., 2005). Dans le cas des sols granulaires tels que les sables, le liquide peut aussi être à l'origine de la cohésion macroscopique du matériau. Pour les faibles teneurs en liquide, des ponts liquides se forment entre les grains. Le domaine hydrique correspondant à ces teneurs en liquide est souvent qualifié de "pendulaire". La présence de ponts liquides entre les grains génère des forces capillaires attractives qui se manifestent à l'échelle macroscopique par une cohésion qui reste néanmoins relativement faible (Soulié et al., 2006). Sous l'effet des conditions hygrothermiques environnantes, l'eau peut s'évaporer, modifiant ainsi la concentration en solutés. Dans des cas de concentration extrême, ces solutés cristallisent, ce qui donne naissance à des liens cimentés locaux. Ce phénomène se traduit à l'échelle macroscopique par une cohésion non négligeable, directement liée au degré de cimentation. On présente dans cet article une étude expérimentale de l'évolution de la cohésion macroscopique lors de l'évaporation de l'eau, et donc de la cristallisation du soluté. Dans cette première approche, on utilisera la résistance à la compression simple d'échantillons granulaires cylindriques pour rendre compte de leur cohésion.

2. Préparation des échantillons et protocole d'essai

Les échantillons utilisés sont préparés à base d'un matériau granulaire et d'une solution aqueuse intimement mélangés. La solution comprend de l'eau et un soluté pouvant cristalliser lors de l'évaporation de l'eau. Deux types d'échantillons sont réalisés respectivement à base de bille de verre et de sable du Ventoux. Dans les deux cas, les matériaux sont lavés et séchés pour avoir des grains propres, puis tamisés pour ne garder que des grains dont les diamètres sont compris entre 0,4 mm et 0,8 mm. Ces matériaux granulaires sont intimement mélangés à une solution aqueuse saturée en chlorure de sodium (NaCl). Cette solution contient 35,6 g de NaCl pour 100 g d'eau. La sensibilité de cette concentration maximale à la température est faible (Kaufmann, 1960).

Les échantillons étudiés constituent donc, à l'état initial, des matériaux triphasiques dont la phase solide est composée d'un ensemble de grains (billes de verre ou sable), d'une phase liquide composée d'eau et de NaCl dissout, et d'une phase gazeuse composée d'air et de vapeur d'eau (la masse de la phase gazeuse est négligée devant la masse des autres phases).

Selon les conditions hygrothermiques de l'atmosphère, l'eau peut s'évaporer. Cette évaporation conduit à un déséquilibre thermodynamique de la solution qui se traduit

ici par la présence d'un excès de NaCl dans la solution déjà saturée. Le retour vers l'équilibre se fait par la cristallisation de cet excès de NaCl et donc l'apparition de dépôts de NaCl solide.

La teneur en liquide initiale des échantillons granulaires est obtenue par mélange dans une boîte étanche de masses appropriées de matériau granulaire sec et de saumure saturée. Les échantillons de forme cylindrique (diamètre 25 mm et hauteur 17 mm) sont réalisés par compactage dans un moule cylindrique. A cet état initial, la manipulation des échantillons granulaires est particulièrement délicate dans la mesure où le seul mécanisme de cohésion qui assure leur tenue mécanique est la capillarité. Leur fragilité impose donc une série de précautions pour leur éviter tout endommagement prématuré.

Trois séries d'échantillons sont réalisées respectivement pour trois teneurs massiques en saumure saturée : 3%, 5% et 7%. Ces teneurs sont choisies dans le domaine hydrique qualifié de "pendulaire"; la teneur en eau limite de rétention de la solution dans l'échantillon étant d'environ 20 %. Les échantillons sont pesés juste après leur fabrication (la masse correspondante est notée m_i), puis mis à sécher dans des conditions régulées en température T et en humidité relative HR. Les échantillons sont placés dans un cristallisoir contenant une solution saline qui régule l'humidité relative à HR = 43%. Pour une double garantie sur la réalisation des conditions hygrothermiques, le cristallisoir a été placé à l'intérieur d'une enceinte climatique (figure 1a) où l'humidité relative est également régulée à 43% et la température à $20^{\circ}C$. Les échantillons sont placés dans ces conditions hygrothermiques pendant des durées variant de 15 minutes à 18 heures.



Figure 1. (a) Echantillons en cours de séchage ($T = 20^{\circ}C$ et HR = 43 %); (b) Dispositif de mesure de la résistance à la compression simple des échantillons granulaires.

Les échantillons sont prélevés à différents intervalles de temps, puis pesés (masse m_f), avant d'être soumis à un essai de compression simple jusqu'à rupture. La différence de masse ($m_f - m_i$) permet d'accéder à la masse d'eau évaporée et donc à la masse de NaCl cristallisé. Si tous les échantillons sont réalisés dans les mêmes conditions, on peut admettre que leur évolution est identique au cours du temps. Il est ainsi possible de reconstituer une cinétique de cristallisation du NaCl au sein d'un échan-

tillon. L'essai de compression simple est réalisé à l'aide d'une presse "faible capacité" permettant de solliciter des échantillons de faibles dimensions avec des forces pouvant atteindre 50 N et une précision de 0,01 N (figure 1b).

3. Cas des billes de verre : analyse des résultats

Les cinétiques de cristallisation obtenues présentent des allures classiques. Un exemple de cinétique de cristallisation est donné figure 2. La courbe met en évidence une première phase de cristallisation à vitesse rapide et une deuxième phase où la vitesse diminue progressivement pour s'annuler en fin de cristallisation où la masse de NaCl cristallisé semble stabilisée.



Figure 2. *Exemple de cinétique de cristallisation dans le cas d'échantillons de billes de verre avec une teneur initiale en saumure saturée de* 5%.

L'observation des échantillons, avant et après compression, permet de mettre en évidence trois localisations différentes des dépôts de NaCl : une cristallisation en surface d'échantillon qui correspond au phénomène d'efflorescence (Rodriguez-Navarro *et al.*, 1999), une cristallisation "isolée" à la surface des grains qui n'intervient pas directement dans la création de liens cohésifs, enfin une cristallisation au niveau des contacts entre grains où des cristaux contribuent directement à la formation des ponts solides entre grains.

Les essais ont été réalisés sur 82 échantillons. La presse "faible capacité" permet d'obtenir l'évolution de la force de compression en fonction du déplacement axial.

La figure 3 présente deux exemples de courbes force-déplacement obtenues dans le cas d'échantillons de billes de verre avec une teneur initiale en saumure de 5 %, pour un temps de séchage court (0h30min) et un temps de séchage long (17h15min). La courbe obtenue pour le temps de séchage court montre une évolution progressive de la force de compression en fonction du déplacement axial. La résistance, même faible, de l'échantillon persiste pour des déformations importantes (au delà de 30 %) avec un comportement de type plastique ductile. Les valeurs faibles de la force de compression correspondent à une cohésion de type capillaire. Dans le cas du temps de séchage long,



Figure 3. Evolution de la force de compression en fonction du déplacement axial pour des échantillons de billes de verre avec une teneur initiale en saumure saturée de 5 % pour des temps de séchage de : (a) 0h30min, (b) 17h15min.

on observe un "pic" de force plus élevé intervenant pour un déplacement axial plus faible. La rupture nette de l'échantillon, qui apparaît au niveau du pic de force montre le caractère fragile des échantillons cimentés par cristallisation. Dans les deux cas, la force maximale de compression peut être définie sans ambiguïté, elle correspond à la valeur au "pic". Tous les échantillons testés ayant la même configuration géométrique, la force maximale est utilisée pour caractériser la résistance à la rupture.

La figure 4 présente une synthèse des 82 essais réalisés pour les teneurs en solution 3%, 5%, et 7%. Cette figure montre l'évolution de la force maximale en fonction de la masse de NaCl cristallisé. On peut noter sur cette figure que, quelle que soit la teneur initiale en solution, les courbes ont la même tendance. A l'état initial, la tenue mécanique des échantillons granulaires résulte du seul phénomène de cohésion par capillarité, ce qui correspond à une faible cohésion du matériau et donc à une faible résistance à la rupture. Dans une première phase de la cristallisation, ce niveau de résistance à la rupture ne semble pas affecté par l'augmentation de la masse de NaCl cristallisé, et ce quelle que soit la teneur initiale en solution. Cette première phase s'achève lorsque la masse de NaCl cristallisé atteint une valeur critique pour laquelle le phénomène de cristallisation est fortement réduit, voire achevé. Au voisinage de cette valeur critique, la résistance mécanique augmente alors considérablement et peut atteindre près de 20 à 30 fois la résistance mécanique obtenue dans la phase initiale.

Afin de s'affranchir de l'influence de la teneur initiale en saumure saturée, on définit l'indice de cristallisation i_c :

$$i_c = \frac{m_{NaCl}^S}{m_{NaCl}} \tag{1}$$

où m_{NaCl}^S est la masse de NaCl cristallisé et m_{NaCl} la masse totale de NaCl introduit dans le milieu. Cet indice est égal à 0 si le NaCl est totalement dissout (état initial) et à 1 si la totalité du NaCl est cristallisée. La variation de la force maximale en fonction de l'indice de cristallisation est donnée sur la figure 5 pour les trois teneurs initiales en saumure. Cette figure met clairement en évidence deux zones. Dans la première zone,

6 Nom de la revue ou conférence (à définir par \submitted ou \toappear)



Figure 4. Evolution de la force maximale en fonction de la quantité de NaCl cristallisé, pour des échantillons de billes de verre à différentes teneurs initiales en saumure saturée.

la force à la rupture semble constante et ne dépend donc pas de la masse de NaCl cristallisé. Dans la deuxième zone, la force augmente rapidement à partir de $i_c \approx 0, 8$. Il est remarquable que ces zones soient respectées quelle que soit la teneur en solution initiale. Elles correspondent à deux régimes distincts : le régime capillaire (première zone) et le régime cimenté (deuxième zone).



Figure 5. Evolution de la force maximale en fonction de l'indice de cristallisation, pour des échantillons de billes de verre à différentes teneurs initiales en saumure saturée (w = 3%, 5% et 7%).

Des observations effectuées à l'échelle locale du changement de nature d'un pont (de liquide à solide) ont montré que la transition d'un pont liquide à un pont solide est un processus lent. L'amorce de la cristallisation a lieu à l'interface solide-liquide-gaz et se développe le long de l'interface liquide-gaz. La cohésion solide n'est effective que lorsque la connectivité du dépôt cristallisé au voisinage d'un contact entre grains est établie, ce qui explique l'étendue importante de la zone capillaire (première zone de la figure 5). Cette importance est aussi due à l'existence des phénomènes d'efflorescence et de cristallisation isolée qui forment des ensembles de NaCl cristallisé ne jouant aucun rôle direct sur la cohésion intergranulaire.

Il est intéressant de remarquer que la résistance mécanique des échantillons granulaires ne dépend pas de la quantité de NaCl cristallisé. En effet, comme le montre la figure 4, pour une même masse de NaCl cristallisé, la force à la rupture des échantillons n'est pas forcément la même ; elle dépend aussi de la teneur initiale en saumure saturée. Par contre, l'indice de cristallisation apparaît comme le paramètre pertinent qui donne la bonne indication de la force maximale et donc de la résistance à la compression, ou encore la cohésion macroscopique (figure 5).

4. Cas du sable du Ventoux : validation sur un matériau naturel

Une étude expérimentale similaire a été effectuée en utilisant un matériau granulaire naturel, à savoir le sable du Ventoux. Soixante expériences ont été effectuées suivant le protocole expérimental décrit à la section 2, les résultats obtenus sont présentés sur la figure 6.

On observe une bonne adéquation qualitative avec les résultats obtenus sur les billes de verre (section 3). L'évolution observée de la force maximale correspond donc bien à un changement de comportement des liens cohésifs, et n'est pas liée uniquement à la nature du matériau "modèle" que constituent les billes de verre.



Figure 6. Evolution de la force maximale en fonction de l'indice de cristallisation, pour des échantillons de sable du Ventoux à différentes teneurs initiales en saumure saturée (w = 3%, 5% et 7%).

8 Nom de la revue ou conférence (à définir par \submitted ou \toappear)

5. Conclusion

Une étude expérimentale a permis d'aborder l'effet de la cristallisation d'un soluté sur la résistance mécanique d'un matériau granulaire. Cette étude a montré l'existence de deux régimes distincts selon le degré de cristallisation : un régime capillaire et un régime cimenté. On a défini un indice de cristallisation par le rapport de la quantité de soluté cristallisé par rapport à la quantité totale de soluté disponible dans le milieu. Cet indice apparaît comme le paramètre pertinent pour donner la bonne indication de la force maximale et donc de la résistance à la compression, ou encore la cohésion macroscopique. Ces résultats ont été obtenus dans le cas des billes de verre (82 essais), et vérifiés dans le cas du sable du Ventoux (60 essais). Une étude plus approfondie est en cours pour aboutir à des lois de comportement macroscopique faisant intervenir la cristallisation d'un soluté ; l'objectif étant d'étendre l'approche par éléments discrets, déjà utilisée dans le cas de la capillarité (Soulié *et al.*, 2006) et de la cimentation (Delenne *et al.*, 2004, Jiang *et al.*, 2006), au cas d'un lien cohésif dont la nature évolue en fonction des conditions environnementales.

6. Bibliographie

- Cardell C., Delalieux F., Roumpopoulos K., Moropoulou A., Auger F., Grieken R. V., « Salt-Induced Decay in Calcareous Stone Monuments and Buildings in a Marine Environment in SW France », *Construction and Building Materials*, vol. 17, p. 165-179, 2003.
- Delenne J.-Y., El Youssoufi M., Cherblanc F., Bénet J.-C., « Mechanical Behaviour and Failure of Cohesive Granular Materials », *International Journal for Numerical and Analytical Methods in Geomechanics*, vol. 28, p. 1577-1594, 2004.
- Jiang M.-J., Yu H.-S., Harris D., « Bond Rolling Resistance and its Effect on Yielding of Bonded Granulates by DEM Analyses », *International Journal for Numerical and Analytical Methods in Geomechanics*p. in press, 2006.
- Kaufmann D.-W., *Sodium chloride, the production and properties of salt and brine*, Reinhold Publishing Corporation, New York, 1960.
- Lubelli B., Hees R.-P.-J. V., Groot C.-J.-W.-P., « The Role of Sea Salts in the Occurrence of Different Damage Mechanisms and Decay Patterns on Brick Masonry », *Construction and Building Materials*, vol. 18, p. 119-124, 2004.
- Rijniers L.-A., Pel L., Huinink H.-P., Kopinga K., « Salt Crystallization as Damage Mechanism in Porous Building Materials-a Nuclear Magnetic Resonance Study », *Magnetic Resonance Imaging*, vol. 23, p. 273-276, 2005.
- Rodriguez-Navarro C., Doehne E., « Salt Weathering : Influence of Evaporation Rate, Supersaturation and Cristallization Pattern », *Irrigation and drainage*, vol. 24, p. 191-209, 1999.
- Soulié F., Cherblanc F., El Youssoufi M.-S., Saix C., « Influence of Liquid Bridges on the Mechanical Behaviour of Polydisperse Granular Materials », *International Journal for Nu*merical and Analytical Methods in Geomechanics, vol. 30, p. 213-228, 2006.