

T H E S E

MINISTÈRE DE L'AGRICULTURE
— I. N. R. A. —
STATION de SCIENCE du SOL
Domaine Saint-Paul
84140 MONTFAVET

TH - GC10

Présentée
à la Faculté des Sciences de l'Université
de Grenoble

Pour obtenir le Grade de Docteur de Spécialités
(Troisième Cycle Mécanique des Solides,
Option Mécanique des Sols et Dynamique des Nappes Souterraines).

par

Jean JARDIN

Ingénieur E.I.M. - Licencié ès Sciences

"CONTRIBUTION A L'ETUDE DE LA STABILISATION
D'UNE ARGILE A FORTE TENEUR EN EAU"

Soutenue le 19 juillet 1965, devant la Commission d'Examen

MM. J. KRAVTCHENKO Président

L. SANTON Examinateurs
J. BIAREZ

GRENOBLE

12 DEC. 1975

AVANT-PROPOS

Les travaux dont les résultats sont présentés dans ce mémoire ont été poursuivis aux Laboratoires de Mécanique des Fluides de la Faculté des Sciences de Grenoble, Section Mécanique des Sols. Que tous ceux dont la contribution m'a permis de mener à bien ce travail trouvent ici l'expression de ma gratitude.

Je remercie particulièrement Monsieur le Professeur J. KRAVTCHENKO, Directeur des Laboratoires de Mécanique des Fluides, pour la formation théorique qu'il a su me donner ainsi que Monsieur le Professeur L. SANTON, Directeur de l'E.N.S.H.G., Monsieur le Professeur P. ANGLES D'AURIAC et Monsieur P.M. SIRIEYS, qui m'initierent à l'aspect physique et théorique de la mécanique des sols.

Je tiens à exprimer ma plus vive reconnaissance à Monsieur le Professeur J. BIAREZ qui m'a enseigné la pratique de la mécanique des sols et qui a été pour moi un conseiller précieux dans ce travail.

Je remercie aussi particulièrement mon camarade GAUDIN de son aide et de sa collaboration.

Ma gratitude va également aux nombreux ingénieurs chimistes qui m'ont rendu visite et avec lesquels j'étais en correspondance et qui se sont intéressés et s'intéressent toujours à ce travail.

Enfin, je ne saurais assez remercier le personnel administratif et technique des Laboratoires, sans lequel la réalisation matérielle de cette étude n'aurait pu être menée à bien.

TABLE DES MATIERES

- II -

	<u>Pages</u>
AVANT-PROPOS.	
Introduction : But des recherches	1
CHAPITRE I - Méthode expérimentale.	
1. Matériaux utilisés	7
2. Essais	7
CHAPITRE II - Stabilisation au ciment Portland 160 - 250.	
1. Réaction ciment-argile	9
2. Stabilisation à différentes teneurs en eau et à différents pourcentages de Portland	17
3. Les additifs au ciment	30
I. CaCl_2	30
II. NaOH	34
III. Mg SO_4	38
IV. R.A.D.A.	39
V. NaOH et SO_4Na_2	43
CHAPITRE III - Stabilisation au ciment prompt.	
1. Le ciment prompt, seul additif	50
2. Additifs	51
3. Conclusion générale à l'étude des ciments	55
CHAPITRE IV - Stabilisation à l'anhydride phosphorique.	
A. Introduction. Réactions	59
B. Influence sur les limites d'Atterberg	63

C. Influence de la teneur en P_2O_5	66
D. Essai du fluosilicate (additif secondaire)	66
E. Conclusions	74
CHAPITRE V - Essai d'imperméabilisation du mélange sol et chaux vive.	75
CHAPITRE VI - Essai d'un bitume stabilisant spécial des fins.	81
CHAPITRE VII - Stabilisation aux liants résineux.	
1. Situation actuelle	87
2. Essai résorcine formol	89
3. Résines industrielles	97
CHAPITRE VIII - Essais comparatifs avec un limon.	
I. Prompt	103
II. CaO - CK ₃	104
III. Résorcine formol	104
CHAPITRE IX - Conclusions	112
BIBLIOGRAPHIE	114

INTRODUCTION

Cette étude entre dans le cadre général de la stabilisation chimique des sols. Cette technique évolue constamment depuis quelques années. SHERWOOD classe les produits stabilisants d'après l'effet qu'ils produisent :

- agents liants qui cimentant les particules du sol diminuent l'effet de l'eau sur la structure. L'efficacité de ce type dépend de la résistance de la matrice stabilisée, sur le lien éventuel entre le sol et la matrice, et sur le lien entre celles des particules ou des agglomérations de particules.
- agents imperméabilisants qui conservent au sol la teneur en eau à laquelle le sol montre une résistance correspondant au but cherché. Dans l'état actuel aucun agent imperméabilisant n'est capable d'empêcher complètement l'entrée de l'eau dans un sol stabilisé et l'efficacité dépend alors de la réduction de la perméabilité. Ce groupe peut retarder l'évaporation de l'eau du sol en réduisant la montée capillaire.
- agents à la fois liants et imperméabilisants.

On peut également classer les stabilisants d'après le mécanisme de leur action (MURRAY).

- Effet physique : le stabilisant est essentiellement formé avant qu'il soit ajouté au sol et ne nécessite qu'un changement de son état physique pour agir (ciments, bitumes),
- Effet chimique : le produit stabilisant est un ingrédient différent du produit incorporé. C'est le résultat d'une réaction entre deux ou plusieurs agents non stabilisants eux-mêmes. (Ex. : Chlorure de calcium plus silicate de calcium).

Propriétés requises des agents stabilisants :

Parmi les agents susceptibles d'agir on classe leurs autres propriétés d'après deux groupes :

- ceux, tels que la ciment, capables de s'appliquer à une grande collection de sol -
- ceux, s'adaptant à des sols spécifiques sur lesquels les premiers sont sans effet -

Il y a deux sortes de sols principalement qui présentent des difficultés à la stabilisation : les sols organiques, les sables et les argiles lourdes.

Notre problème entre dans le cadre plus précis de la stabilisation à fins militaires. Les propriétés des stabilisants sont alors, d'après Lowane BISHOP, les suivantes :

- a) le produit et le matériel de mise en oeuvre doivent être peu volumineux.
- b) un personnel technique spécial ne doit pas être nécessaire.
- c) le produit doit s'adapter à des sols variés.
- d) le processus de la réaction doit être rapide.
- e) le sol stabilisé doit être capable de durer suffisamment pour l'utilisation que l'on veut en faire.
- f) les réparations doivent être faciles et efficaces.

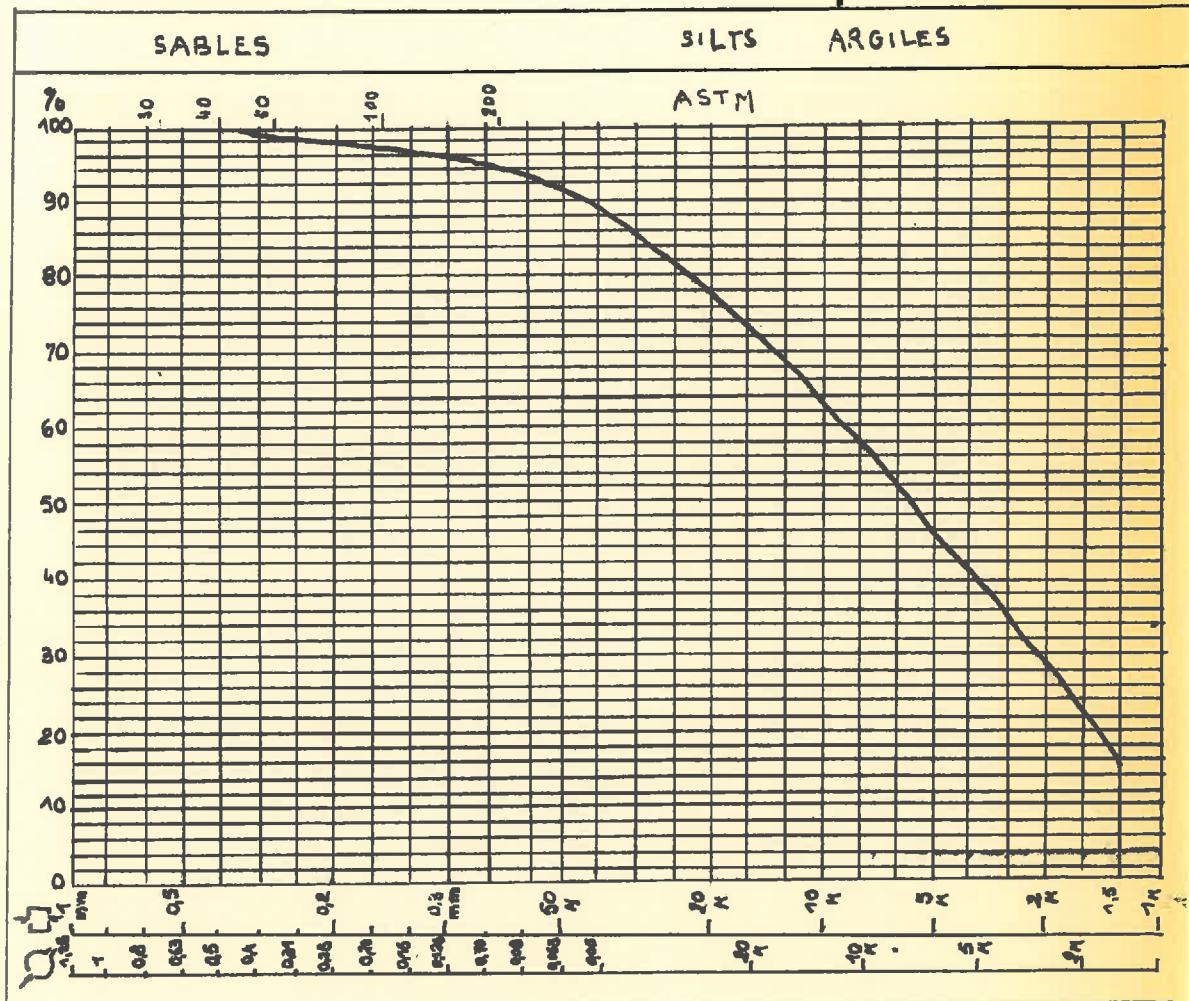
Le coût ici n'est pas un facteur limitatif.

On voit donc qu'il s'agit d'une stabilisation rapide. De plus, les sols les plus courants rencontrés sont des sols de la classe des sols "spécifiques" précédemment nommés, (sables des plages de débarquement, argiles humides des accès de ponts). On voit donc que

le problème déjà complexe des sols difficilement stabilisables se complique d'une exigence de rapidité. Enfin, une troisième difficulté vient du fait que l'on demande à ce sol de tenir assez longtemps à l'immersion dans l'eau.

Le problème des sables a été en grande partie résolu. Restait celui des argiles très humides, lourdes, intrafficables, que l'on doit rendre capables de supporter quelques kilos pendant un certain temps.

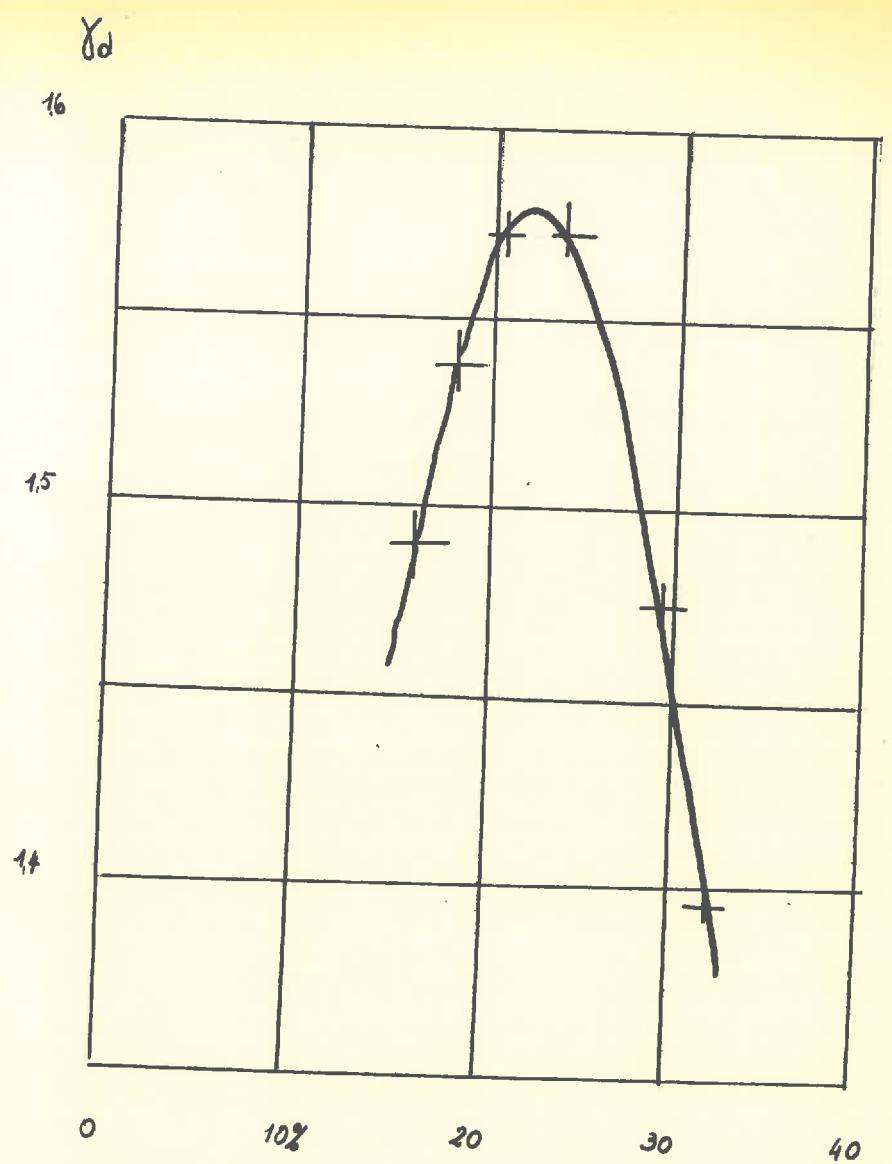
La stabilisation doit être efficace deux heures après le traitement, et les pourcentages de stabilisant ne doivent pas excéder 10 % du sol sec. Nous avons repris le matériau déjà utilisé dans les études précédentes à savoir l'argile silteuse saturée de l'Isère. Nous avons essayé dans ce travail d'améliorer les résultats déjà obtenus avec les produits courants (la chaux, le ciment) dans les travaux précédents et de faire une synthèse de ce que l'on peut espérer des produits courants susceptibles de s'adapter à ce genre de matériau (chaux, ciment, bitume, anhydride phosphorique). Enfin nous avons commencé l'étude des produits polymères, résines, qui sont actuellement à leurs débuts dans ce genre d'application.



ARGILE SILTEUSE DE L'ISERE
UTILISEE DANS LES ESSAIS DE
STABILISATION
 $LL = 58$ $PL = 29$ $PI = 29$

ANALYSE GRANULOMETRIQUE

Fig 1



Essai Proctor Standard
Argile molle utilisée pour les
essais de stabilisation

Essai Triaxial Rapide sur
l'argile brute
contraintes totales

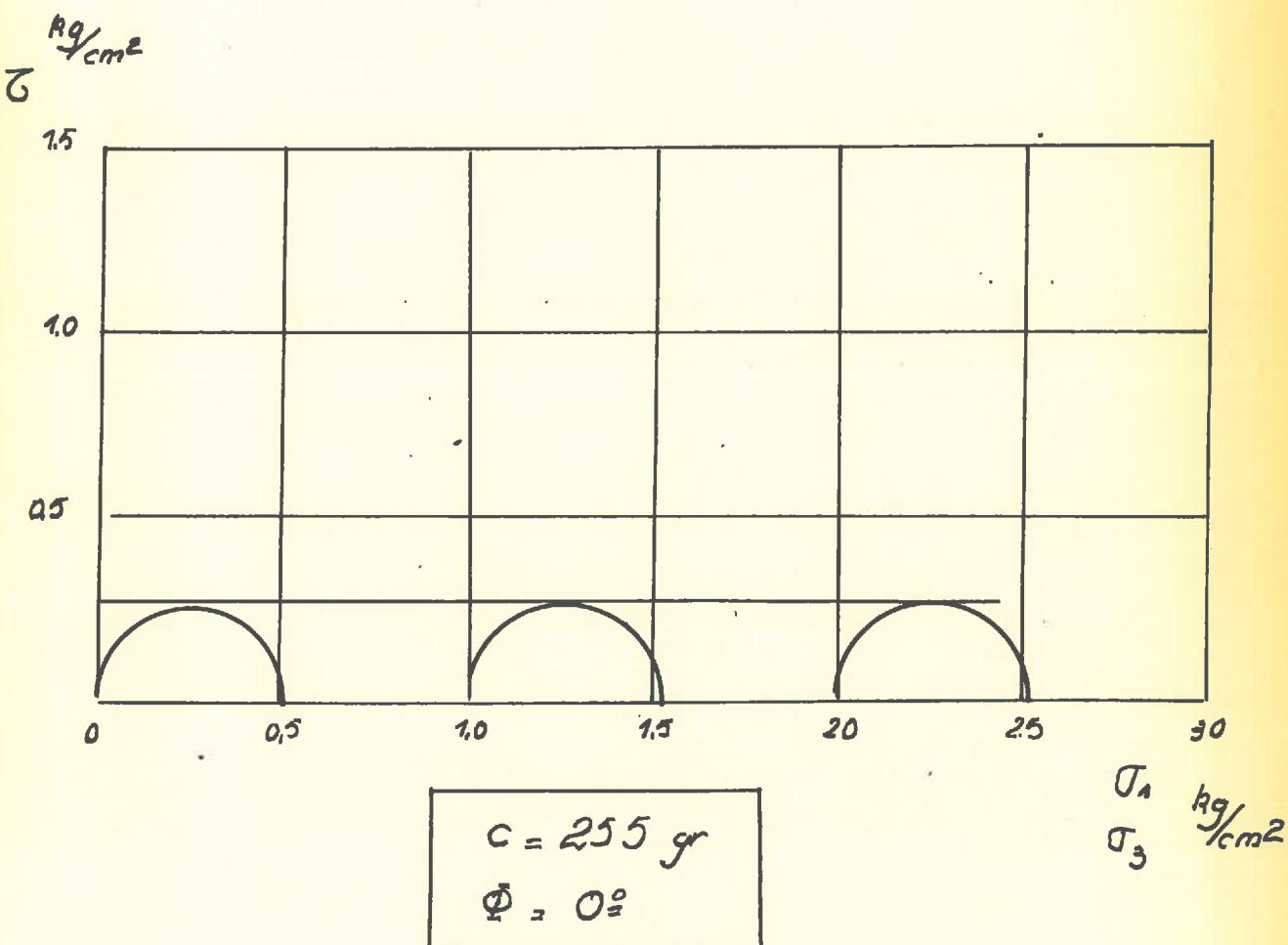


fig: 3

CHAPITRE I

METHODE EXPERIMENTALE

Sur un mélange fait avec l'argile saturée à 40 % d'eau on a cherché à connaître :

- la rapidité d'action du stabilisant
- la sensibilité du mélange à l'immersion.

1. Matériau utilisé.

Le sol type est une argile silteuse, moyennement plastique, provenant des dépôts du bassin de l'Isère. Sa granulométrie est donnée par la figure 1.

- Ses limites d'Atterberg sont : LL = 58 - PL = 29 - PI = 29.
- Matières organiques : 2,17 %
- Densité sèche : 1,32
- Teneur en eau : 40 %
- Teneur en eau à l'optimum proctor standard : 23 %
- Un essai triaxial rapide non consolidé non drainé donne une cohésion de 255 g et une saturation de 100 %.

A chaque traitement la teneur en eau qui varie durant le stockage de l'argile est ajustée à 40 % environ.

2. Confection des Eprouvettes et Essais effectués.

Le mélange est effectué dans un malaxeur du type pétrin pendant un temps moyen de 10 minutes. Le compactage se fait à l'aide d'une dame de 1 kg tombant de 15 cm de hauteur dans un moule $\emptyset = 36,5$ mm et $h = 90$ mm. L'énergie de compactage n'influe pas

les densités de ce mélange très humide. Les densités maximales sont obtenues en compactant en couches minces (5 au minimum) à 10 coups par couche environ.

Les échantillons sont conservés dans des enceintes fermées à l'humidité constante proche de la saturation, pour éviter l'influence des agents extérieurs (conservation en atmosphère humide: a.h.). On mesure la résistance à la compression simple pour une vitesse d'écrasement de 1 mm/minute.

Après prise en atmosphère humide :

- après 2 heures
- après 24 heures
- après 7 jours.

Après immersion :

- au bout de 2h de prise + 2h d'immersion
- au bout de 24h de prise + 24h d'immersion
- au bout de 7 jours de prise + 24h d'immersion.

Certains essais ont été faits pour étudier le durcissement rapide lorsque celui-ci était évident. C'est ainsi que des essais ont été faits après 2, 3, 4 heures en atmosphère humide et après 2, 3, 4 heures d'immersion après prise en atmosphère humide.

A chaque écrasement, la courbe effort-déformation est enregistrée. On pèse les échantillons pour déterminer la prise d'eau en immersion, ou le séchage pendant la prise et pour déterminer la sécheresse après séchage à l'étuve.

CHAPITRE II appelle ce qui suit
à l'application de diverses méthodes de stabilisation des sols
LA STABILISATION DES SOLS PAR L'EMPLOI DU
AU CIMENT PORTLAND 160 - 250

Surfaces des sols nécessitant une stabilisation par
des quantités d'un sols ou de matériaux stabilisants à déterminer
et de malaxement à modifier jusqu'à ce qu'il arrive
1. Réactions entre le ciment et le matériau.

La stabilisation d'un sol au ciment a été utilisée
toujours de plus en plus dans les années récentes dans la cons-
truction des routes, terrains d'aviation, et autres travaux de
génie civil, à cause de l'augmentation significative des proprié-
tés du sol qui résultent de l'action du ciment. Alors que l'aug-
mentation des propriétés mécaniques sont dues au durcissement du
ciment, le processus prenant place pendant l'hydratation du ci-
ment en présence des argiles n'est pas tout à fait compris. Notre
camarade Martineau a, dans sa thèse sur la stabilisation de l'ar-
gile de l'Isère avec des additifs à base de chaux, examinés quel-
ques essais avec le ciment. Nous avons voulu reprendre de plus
près ces essais et continuer l'étude.

Le ciment que nous avons employé est un ciment Portland
160 - 250, dont la composition est la suivante :

Composants	Analyse	% en poids
Si O ₂ total		21
SiO ₂ insoluble		1,3
Al ₂ O ₃		6,5
Fe ₂ O ₃		3,3
CaO		60

MgO	3
SO ₃	2,4
Perte au feu	2,5
	100,0

Si le durcissement du sol-ciment était dû seulement à l'hydratation du ciment, le sol pourrait être considéré comme un composant chimiquement inerte. Les particules de ciment réuniraient les grains de sol ensemble pendant le durcissement et formeraient un squelette plus ou moins continu d'un matériau dur contenant une matière de sol inaltéré.

Le squelette pourrait aussi être considéré comme remplissant une partie des vides du sol, réduisant la perméabilité et le gonflement et augmentant la résistance du sol-ciment lors des effets de débitage.

Le ciment de Portland ordinaire comprend un mélange de :

- tricalcium silicate
- dicalcium silicate
- tricalcium aluminate.

Quand de l'eau est ajoutée au ciment ce matériau commence par s'hydrater et la solution formée contient principalement du calcium, des hydroxydes, des ions silicates et aluminates. Sont également présents, de la silice colloïdale acide et de l'hydroxyde d'aluminium qui permettent une hydrolyse partielle.

Des silicates de Ca hydratés et des aluminates se séparent de cette solution et dans le cas d'un sol-ciment, ces

matériaux hydratés forment une matrice rigide autour des particules du sol. L'hydroxyde de Ca, formée par hydratation du ciment devient carbonate et reste inerte, mais une partie se combine probablement avec la fraction argileuse du sol pour améliorer la force du sol-ciment. Les proportions relatives d'hydroxyde, de calcium, de silicate et d'ions aluminaux présents dans l'eau du sol-ciment sont fortement affectés par la présence d'ions additionnels qui peuvent se combiner avec eux ou affecter leur solubilité. C'est pourquoi il n'est pas surprenant que pratiquement aucun produit chimique additionnel au sol-ciment ait un effet sur le durcissement final du sol-ciment. On peut donc non intervenir sur le durcissement final mais sur la rapidité de ce durcissement. L'action néfaste de certains types de matières organiques est supposée être liée à la présence de composés qui peuvent se combiner avec les ions calcium et ainsi abaisser la concentration et le pH. La diminution du pH cause une hydrolyse de certains aluminaux de Ca et silicates et il y a précipitation de gel autour des grains de ciment ce qui empêche une hydration, dans la suite, du ciment. On peut penser que l'addition d'une source extérieure de Ca (voir addition de CaCl_2) ou d'ions hydroxydes contrebalaieraient l'action néfaste des matières organiques du sol.

Action du ciment sur les argiles Calcium :

Dans ces argiles, les particules ne sont pas discrètes mais consistent en agglomérations et agrégations de particules d'argile liées ensemble. Dans ces conditions, l'argile est dite floquée, et le sol semble avoir une plus basse proportion de particules d'argile qu'il y en a réellement. Cette décroissance apparente du pourcentage d'argile font que les argiles Ca ont une limite plastique plus élevée que les argiles Na ou hydrogène.

L'addition d'un composé calcium à l'argile la fait apparaître plus sèche immédiatement. La transformation en argile Ca rend le sol plus facile à travailler.

Action du ciment sur les argiles Sodium :

Les ions Na^+ ont pour effet de désagréger les paquets de particules de telle sorte que l'argile se présente en particules discrètes.

Si, en plus du durcissement précédemment décrit, des réactions ont lieu entre le ciment hydraté et les composantes de l'argile, il peut se créer un produit additionnel de cimentation conduisant à un durcissement des liens entre les grains de sol eux-mêmes et les particules de ciment. Dans le même temps, l'argile participant à de telles réactions, pourrait subir une altération de telle sorte que elle deviendrait moins plastique et moins expensive quand elle se trouve en présence d'eau.

Plusieurs chercheurs ont postulé récemment que le produit de cimentation formé pendant le durcissement du sol différait en composition de la pâte dure de ciment.

LAMBE, MICHAELS, MOHR suggèrent que les bases fortes formées pendant l'hydratation du ciment dissolvent la silice et l'alumine de l'argile et que les ions Ca^{++} libérés durant la réaction d'hydrolyse du ciment réagissent avec les alumines et les silices dissoutes formant une matière cimenteuse. Ce sont également les idées de ANDERSON, LITVINOV, HANDY et CATTON. Dans la formalisation d'une hypothèse sur l'interaction du ciment et de l'argile, une compréhension de la nature de l'hydratation du ciment, de la physico-chimie des argiles de l'interaction chaux-argile, sont utiles.

Le ciment sec contient des petits cristaux de $(CaO)_3 SiO_2$, $(CaO)_2 SiO_2$, $(CaO_3)_3 Al_2O_3$, et une solution solide $(CaO)_4 Al_2 O_3 Fe_2O_3$. Un résumé simplifié des réactions qui se produisent pendant l'hydratation du ciment est donné par LECA et DESCH. Pendant l'hydratation du ciment, les composants réagissent avec l'eau. Des silicates hydratés, des aluminates hydratés, et $Ca(OH)_2$ sont les principaux produits résultants. Ces deux premières catégories de produits constituent une grande part des agents de cimentation. TAYLOR note que les phases aluminate et silicate sont intimement mêlées et que, probablement, aucune d'elles n'est tout à fait cristalline. Une partie de $Ca(OH)_2$ doit être aussi intimement mêlée avec les autres phases hydratées et doit être en partie seulement cristalline.

La composition des produits résultant de l'hydratation du ciment n'est pas uniquement définie par une formule chimique mais peut varier considérablement. Le rapport $\frac{Ca}{Si}$ dans l'hydrate de Ca et de Si, (CSH) qui est issu de C_3S , $(CaO_3)_3 SiO_2$, et qui a le principal rôle dans la résistance peut par exemple varier de 0,8 à 1,33. TAYLOR rapporte les résultats d'une étude dans laquelle CSH était traité avec des solutions de chaux. On nota un gain de la quantité de chaux dans CSH en présence d'une solution concentrée en chaux et une perte dans le cas contraire. Ainsi, dans le sol-ciment, l'eau interstitielle pourrait extraire de la chaux du ciment hydraté dans le cas où la teneur en chaux de l'eau interstitielle serait maintenue à un bas niveau, résultant de la réaction avec l'argile.

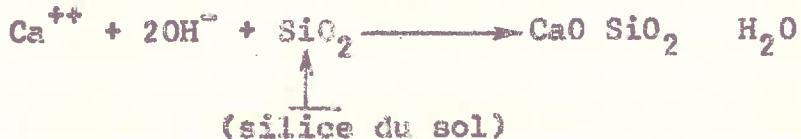
Dans un sol argileux les grains de ciment auront des dimensions supérieures aux micelles ou plutôt aux paquets de feuillets. Dans un sol à 10 % de ciment, une particule de ciment

aura plus de chance d'être entourée de particules d'argile que d'être en contact avec un grain de ciment. Il n'y aura pas possibilité d'établir des liaisons directes ciment-ciment. De plus, les particules de sol, à grande surface spécifique ont tendance à retenir à leur surface de la silice et de l'alumine hydratées, non cristallisées. Il en résulte une action de catalyseur sur les systèmes alcalins avec lesquels les particules de sol sont capables de réagir ou d'échanger très rapidement des ions.

Schéma des réactions qui apparaissent probablement :



\downarrow
gel hydraté



à pH faible on a :



Ces équations ne sont pas nécessairement en équilibre. Toute la chaux qui réagit avec la silice ou l'alumine du sol est immédiatement immobilisée comme silicate ou aluminate insolubles. De plus, les grains de ciment sont répartis au hasard entre les particules de sol. Le gel de silicate produit par la cimentation pourra très bien ne se former que dans une zone très proche des grains de ciment. C'est seulement quand la concentration en ciment est élevée que ces zones peuvent s'étendre à tout l'ensemble du mélange et donnent une bonne stabilisation.

Propriétés du sol mises en jeu lors de l'interaction ciment-argile: ~~Argile et ciment sont deux matériaux qui ont des propriétés complémentaires dans leur interaction.~~ On a vu que la formation d'un matériau de cimentation additionnel dans l'interaction ciment-argile nécessite la solubilisation de la silice et de l'alumine de l'argile du sol. ~~Il existe une interaction entre les deux minéraux qui favorise la dissolution de l'argile et la formation d'un ciment additionnel.~~

La solubilité des minéraux argileux n'est pas aussi bien définie que celle des composants chimiques purs. Le pourcentage d'impuretés, le degré de cristallisation des particules, la granulométrie, sont quelques-uns des facteurs influençant la solubilité. En général, les acides sont efficaces pour déplacer l'alumine et les autres oxydes métalliques, tandis que les bases dissolvent surtout la silice, bien que l'alumine puisse être attaquée également dans un milieu à haut pH.

CORRENC rapporte la dissolution de petites quantités de Al_2O_3 et SiO_2 d'une montmorillonite et d'une kaolinite avec de l'eau distillée. HASHIMOTO et JACKSON ont observé la dissolution de plus de 3 % de SiO_2 d'une kaolinite sèche et 8 % de SiO_2 d'une montmorillonite en faisant bouillir dans une solution de soude.

La solubilité du minéral argileux tendrait à augmenter quand la dimension des particules décroît et quand le degré de cristallisation décroît du fait d'une plus grande surface spécifique et d'une structure moins résistante. Les minéraux neutralisés sont trouvés à égale量 dans le sol.

ayant une structure en trois couches (montmorillonites) sont plus solubles que ceux ayant une structure à double couche (kaolinite) du fait de la plus grande surface spécifique des minéraux à trois couches et du fait que ces minéraux sont moins résistants à la pénétration des cations entre les couches.

La haute capacité d'échanges pourrait conduire à fixer des cations qui autrement participeraient à la formation d'un matériau de cimentation.

Les composantes du sol, autres que les minéraux argileux, en particulier les silicates et les aluminates amorphes finement divisés, sont moins résistants à l'attaque chimique et représentent donc une source de matière cimenteuse.

Des sols composants peuvent jouer un rôle important dans la stabilisation par le ciment.

Une hypothèse pour l'interaction argile-ciment :

(HERZOG - University of New-South Wales, New Castle, Australia)

et (MITCHELL - University of California - Berkeley).

Deux étapes peuvent donc être distinguées dans le durcissement d'un mélange argile-ciment. Hydrolyse et hydratation du ciment peuvent être envisagées comme des réactions de la première étape. Ces processus formeraient initialement des produits d'hydratation du ciment et augmenteraient le pH de l'eau interstitielle. Ca(OH)_2 formée durant cette période serait plus réactive que la chaux ordinaire. L'argile participerait alors au deuxième stade. Les ions Ca^{++} produits par l'hydratation du ciment donnent

à l'argile une forme à base de calcium et tendent à intensifier la flocculation qui a démarrée à la suite de l'augmentation de la teneur en électrolyte accompagnant l'addition de ciment.

Ca(OH)_2 commence l'attaque des particules argileuses et des constituants amorphes. La silice et l'alumine dissoutes se combinent alors aux ions Ca^{++} et précipitent une matière supplémentaire de cimentation.

Ca(OH)_2 qui joue dans le second processus, peut être remplacée dans une certaine mesure, par la libération de la chaux du ciment hydraté. Aussi, les produits de la réaction initiale sont nécessaires à la continuation de la seconde étape.

Puisque la seconde matière cimentatrice doit être formée sur, ou non loin de la surface des particules argileuses, les particules d'argile flokulées seraient collées les unes aux autres à leurs points de contact par le ciment de 2ème espèce.

Des liens plus durs pourraient même prendre naissance entre la pâte de ciment hydratée et l'enduit formé de particules d'argile et de grains de ciment. La similitude de structure entre certains produits d'hydratation du ciment et le minéral argileux suggère même une propagation directe d'une structure similaire du cristal d'argile à la particule de ciment.

Le résultat principal de l'interaction possible ciment-argile serait la formation d'une matière cimentante en deux stades. Les produits primaires durcissent en un agrégat à haute résistance et diffèrent du ciment hydraté normal par le fait que leur teneur en Ca est plus basse. Le processus secondaire rehausse la résistance et la stabilité du sol-ciment par la production d'un ciment secondaire qui augmente la résistance des liens interparticulaires.

Influence de la teneur en ciment sur les limites d'Atterberg :

On constate sur la figure 4, que les limites de liquidité et de plasticité sont déplacées du côté humide, comme en ce qui concerne l'action de la chaux mais contrairement à ce dernier cas, les courbes ne présentent pas de maximum, les courbes croissent régulièrement, la courbe de LF croissant beaucoup plus vite. A forte teneur en ciment le mélange sera donc friable.

2. Etude de la stabilisation à différentes teneurs en eau de l'argile et à différentes teneurs en ciment.

Cette étude est résumée dans le tableau 1. De ce tableau on a tiré les résultats utilisés dans la construction des figures 5, 6, 7 et 8. La figure 5, montre que les maxima de résistance après 24 heures de prise en atmosphère humide sont situés au voisinage de l'optimum proctor (23 %) et au delà de $w = 25 \%$ la résistance croît avec la teneur en ciment.

La figure 7 montre que les résistances maximales après 24 heures de prise et 24 heures d'immersion sont obtenues aux environs de $w = 30 \%$, c'est-à-dire à des w supérieurs à celles qui donnent les maxima après 24 ah.

La figure 6 indique les densités sèches des échantillons écrasés après 24 heures de prise en atmosphère humide en fonction de la teneur en eau et au pourcentage de ciment. Les maxima correspondent pour chaque pourcentage de ciment aux mêmes teneurs en eau que les teneurs en eau des maxima de résistance. Les densités maxima croissent quand la teneur en ciment passe de 10 à 7 puis à 5 % (à énergie de compactage constante).

Les densités sèches ont été calculées, d'après le poids humide de la façon suivante, (poids humide après fabrica-

tion des échantillons) :

poids humide = poids sec + poids d'eau + poids de ciment.

Soit V le volume de l'échantillon, γ_d = la densité sèche, w = la teneur en eau, et v la teneur en ciment (v et w sont exprimés en % du poids sec) et γ_h la densité humide.

$$\gamma_h = \gamma_d + \gamma_d (w + v)$$

$$V \times \gamma_h = V \times \gamma_d (1 + v + w)$$

$$\gamma_d = \frac{\text{poids humide}}{V (1 + v + w)}$$

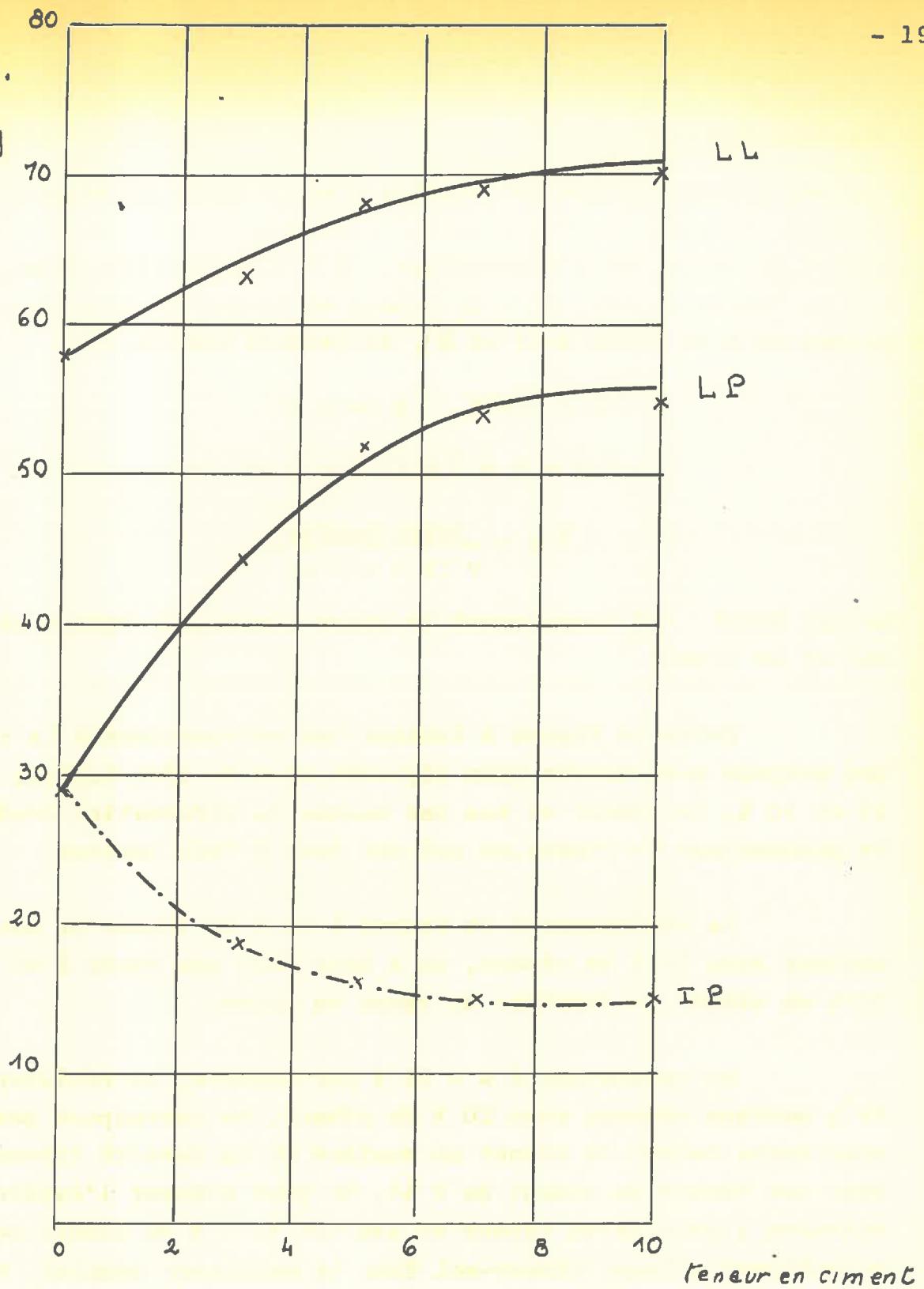
ce qui donne γ_d , connaissant le poids humide, la teneur en eau et en ciment.

Enfin la figure 8 indique les déformations à la rupture. Les maximum sont encore plus déplacés vers le côté humide, entre 35 et 40 %, la teneur en eau des maxima de déformation croît avec le pourcentage de ciment, ce qui est tout à fait logique.

La résistance à 24 heures à 40 % de teneur en eau est maximum avec 10 % de ciment, on a donc fait une étude à 40 % et 10 % de ciment en fonction du temps de prise.

On notera que à $w = 25\%$ par exemple, la résistance à 24 h maximum obtenue avec 10 % de ciment, ne correspond pas, pour cette teneur de ciment au maximum de la densité (obtenue pour une teneur de ciment de 7 %). On peut avancer l'explication suivante : pour cette teneur en eau (25 %) 7 % de ciment permet le meilleur mélange ciment-sol donc la meilleure densité. Mais pendant le durcissement, la solidité de la matrice intervenant, c'est le pourcentage en ciment supérieur qui donne la meilleure résistance.

Limites d'Atterberg



Influence de la teneur en ciment sur les Limites d'Atterberg

L'explication précédente se rattache aux remarques suivantes :

Si un stabilisant comme le ciment, est distribué d'une façon homogène dans le sol, le degré de stabilisation développé augmente avec l'augmentation du nombre de contacts interparticulaires par unité de volume. Cela revient à dire que la résistance d'une structure stabilisée augmentera avec la densité de compactage. Le maximum de densité est déterminé à une teneur en eau plus petite que celle correspondant à la saturation des vides. Puisque des stabilisants comme le ciment, n'effectuent complètement leur cimentation interparticulaire qu'en présence d'eau, il s'ensuit que la cimentation n'aura pas lieu là où les vides seront occupés par de l'air (ou aura lieu à un moindre degré). En d'autres termes, un stabilisant comme le ciment ne sera pas distribué uniformément dans un sol non saturé en eau et plus la saturation en eau sera faible, plus pauvre sera la distribution du ciment. De plus, à densité constante, plus la teneur en eau est loin de la teneur en eau de saturation, plus la résistance après conservation en atmosphère humide sera faible.

Retenant l'explication précédente on peut ajouter que à une teneur en eau de 25 %, sans ciment on obtient le maximum de contacts interparticulaires, donc le maximum de densité (plus précisément ce maximum se situerait à 23 % pour le Proctor standard). Si des particules étrangères (celles du ciment) interviennent, le nombre de ces contacts est diminué, donc la densité est plus faible et d'autant plus qu'il y a de ciment (ceci à la fabrication des échantillons).

Après la prise du ciment, c'est la résistance de l'armature donc la quantité de ciment qui donne la résistance de l'ensemble. De plus la teneur en eau de 25 % permet certainement une distribution homogène d'une plus grande quantité de ciment (> 10 %).

Il existe un pourcentage limite de ciment pour cette teneur en eau pour lequel la quantité d'eau est insuffisante pour permettre la bonne répartition et par suite l'hydratation complète du ciment. Mais avant cette limite plus la quantité de ciment est forte, meilleure sera la résistance après la prise.

En ce qui concerne les résistances après immersion qui sont maximales pour une w de 30 % on peut avancer les explications suivantes. Quand une masse de sol compactée est immergée dans l'eau, l'absorption d'eau a lieu par capillarité, si les vides ne sont pas complètement remplis d'eau ou par gonflement

du minéral s'il n'est pas en équilibre osmotique avec la solution. Les résultats de ces actions sont l'apparition de contraintes dans le squelette qui, si elles dépassent la force de liaison interparticulaire, font céder les liaisons intergranulaires et la masse de sol subit une expansion avec perte de résistance.

L'amplitude des pressions capillaires développées à l'immersion augmentera avec :

- la diminution de la w de moulage
- l'augmentation de la densité de moulage.

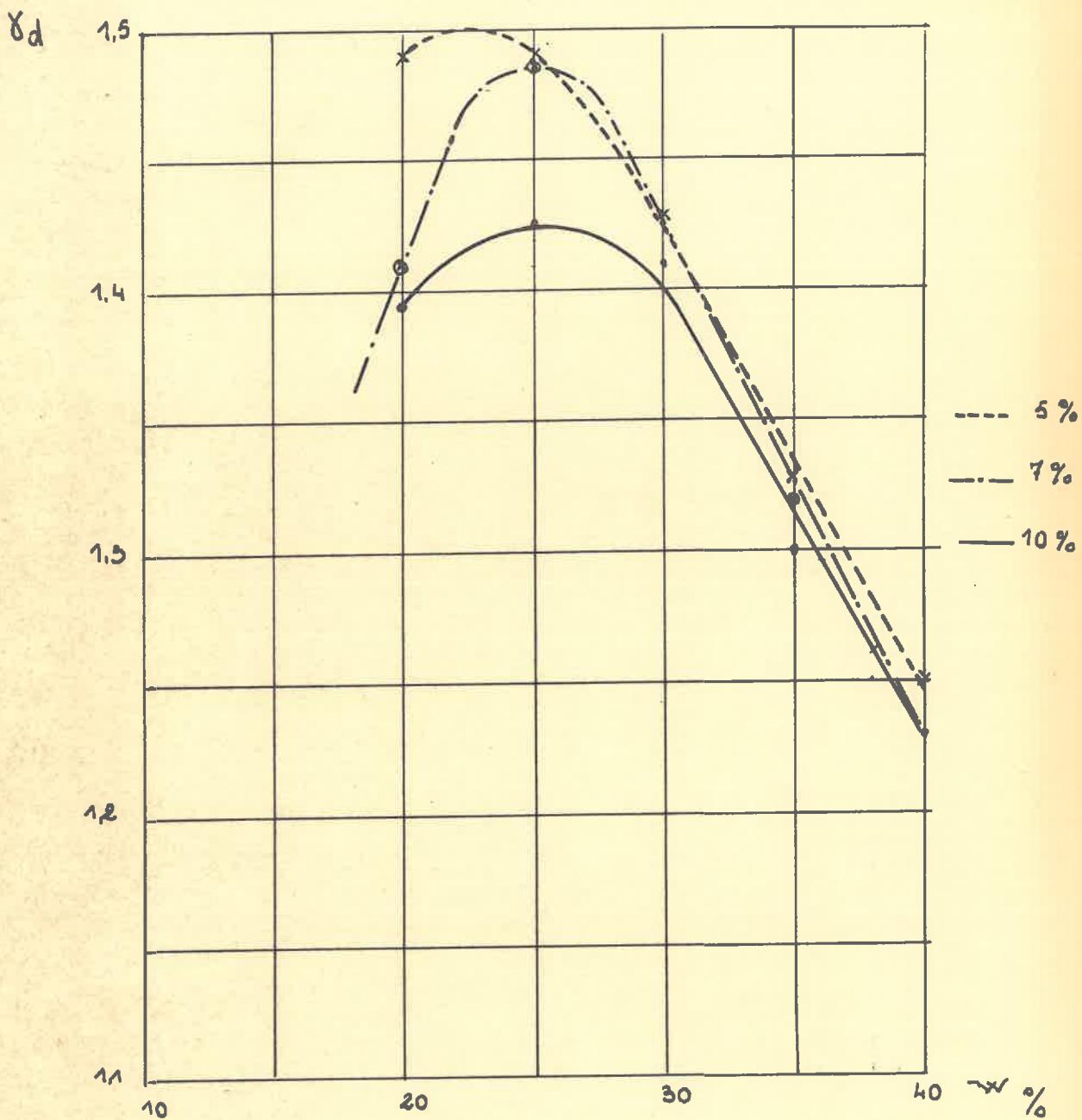
Puisque, plus l'indice des vides est faible, plus faible est la dimension moyenne des pores et plus forte est la pression d'absorption, de deux éprouvettes de sol à la même densité de compactage, celle qui a la plus haute teneur en eau initiale sera le moins sujet à un développement de contrainte de capillarité à l'immersion. Plus la teneur en eau de moulage est réduite par rapport à celle de saturation des vides, plus les contraintes capillaires augmentent à l'immersion.

En résumé les résistances immergées sont fonction de la densité de compactage et du degré de saturation, et ces 2 facteurs agissent en sens inverse.

La résistance maximum à l'immersion est développée avec la plus haute densité possible, la saturation étant complète, plutôt qu'avec la plus haute densité possible à la teneur en eau optimale.

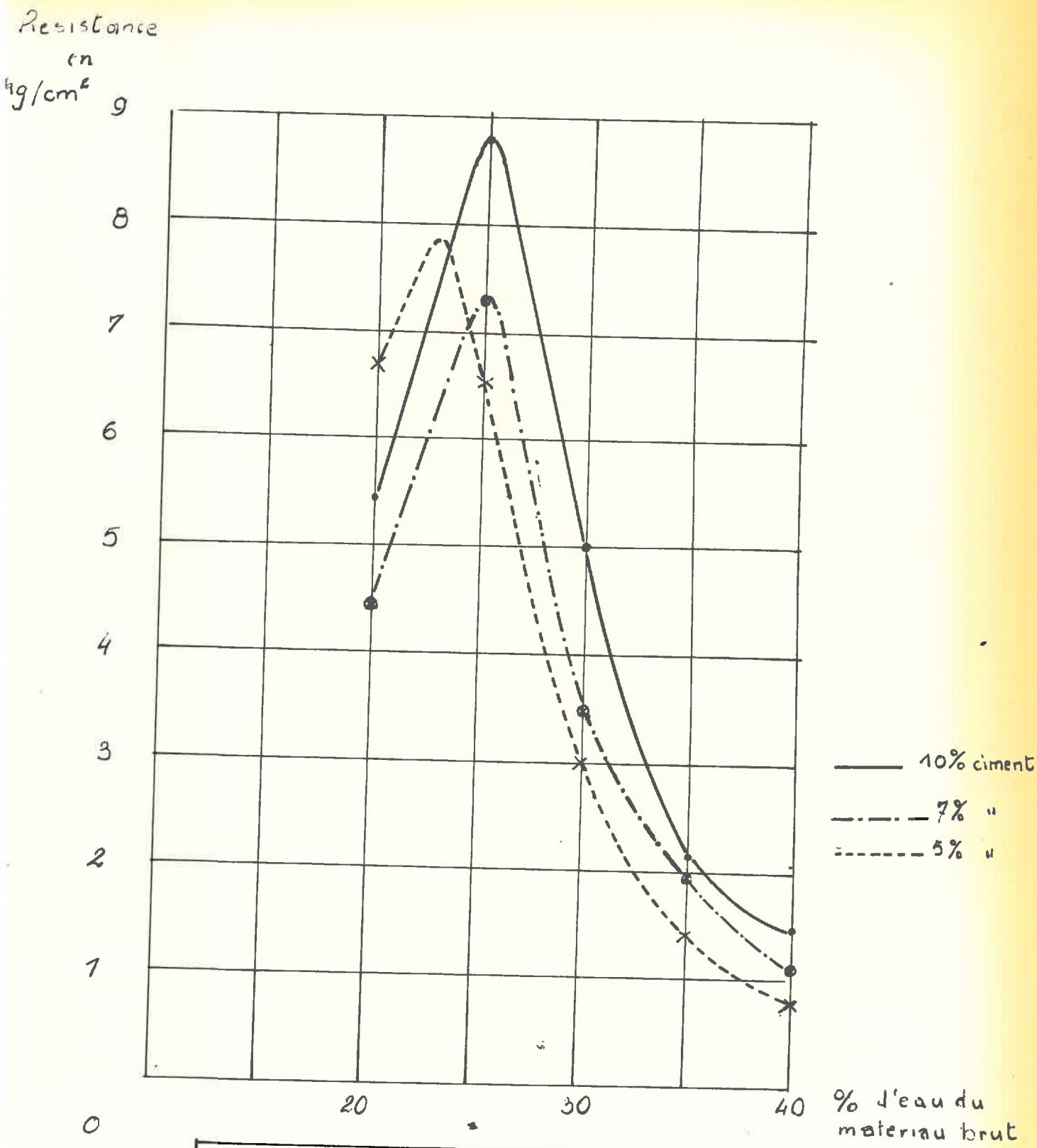
Cela apparaît comme une caractéristique générale de la stabilisation des argiles lourdes stabilisées par des stabilisants inorganiques.

matériau vivant	renement ciment	avant ec. à 24h	l'oxydation après simple exposition à 24 h	compl. simple avant curage à 24 h		montée immersion en %	γol
				γol	γol		
20%	5	19,78	6,7 kg				1,48
	7	19,78	6,45 "				1,41
	10	19,78	5,45 "				1,395
25%	5	24,83	6,5 " délités				1,48
	7	24,86	7,9 "	25,7	1,12	0,4	1,485
	10	24,75	8,8 "	26,2	0,800	1,2	1,425
30%	5	29,89	3,00 "	32,5	0,975	2,5	1,43
	7	29,85	3,5 "	32,9	1,160	2,9	1,43
	10	29,89	5,0 "	32	2,730	2	1,41
35%	5	34,76	1,4 " délités	36,3	0,560	1,3	1,33
	7	34,76	1,96 "	37,7	0,745	2,7	1,32
	10	34,82	2,17 "	37,6	1,220	2,6	1,30
40%	5	39,83	0,79 "	41,9	0,500	1,9	1,25
	7	39,78	1,100 "	42,6	0,760	2,5	1,23
	10	39,83	1,450 "	42,9	0,700	2,3	1,23

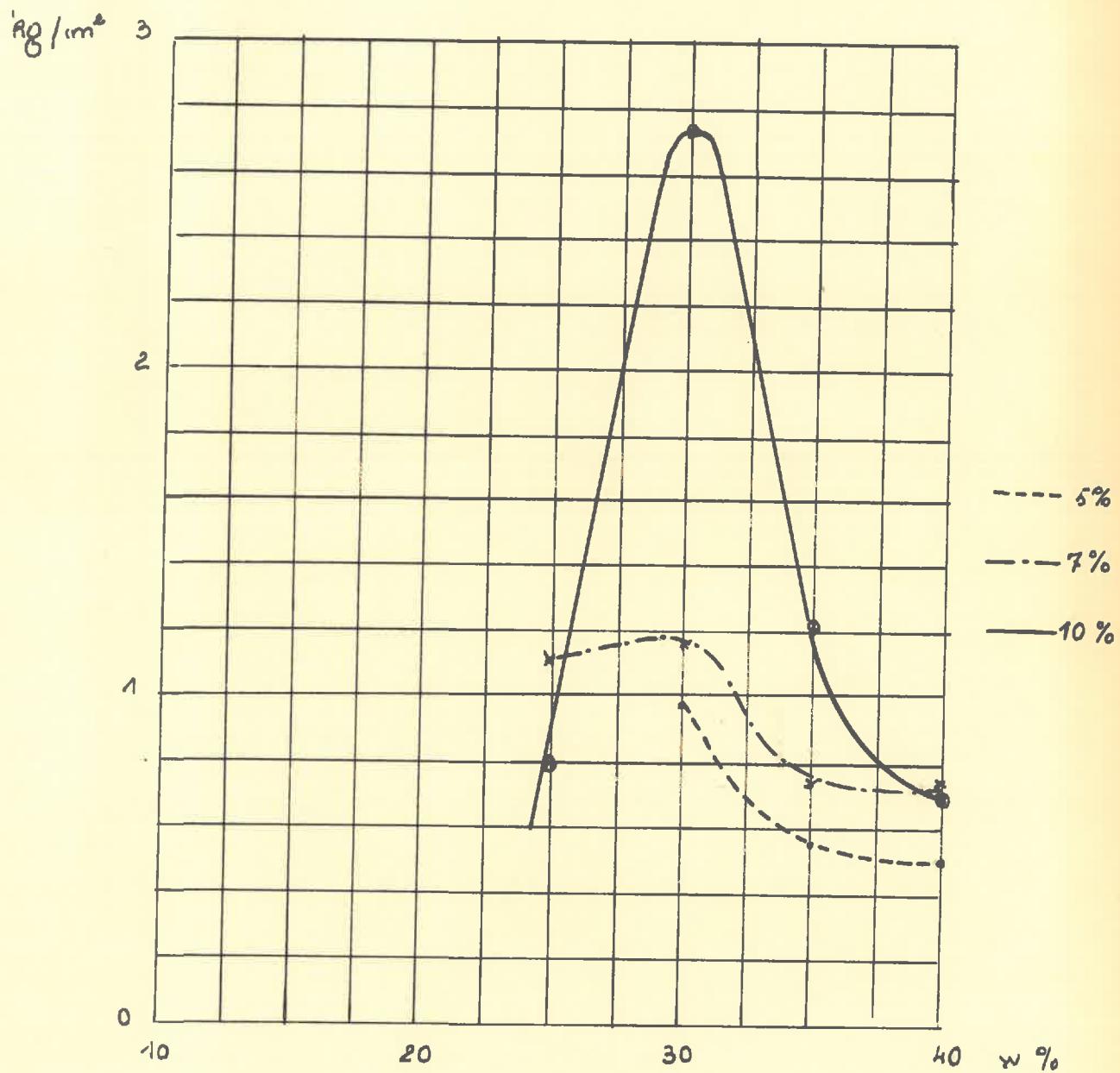


Influence de w et de la teneur
en ciment sur la densité sèche

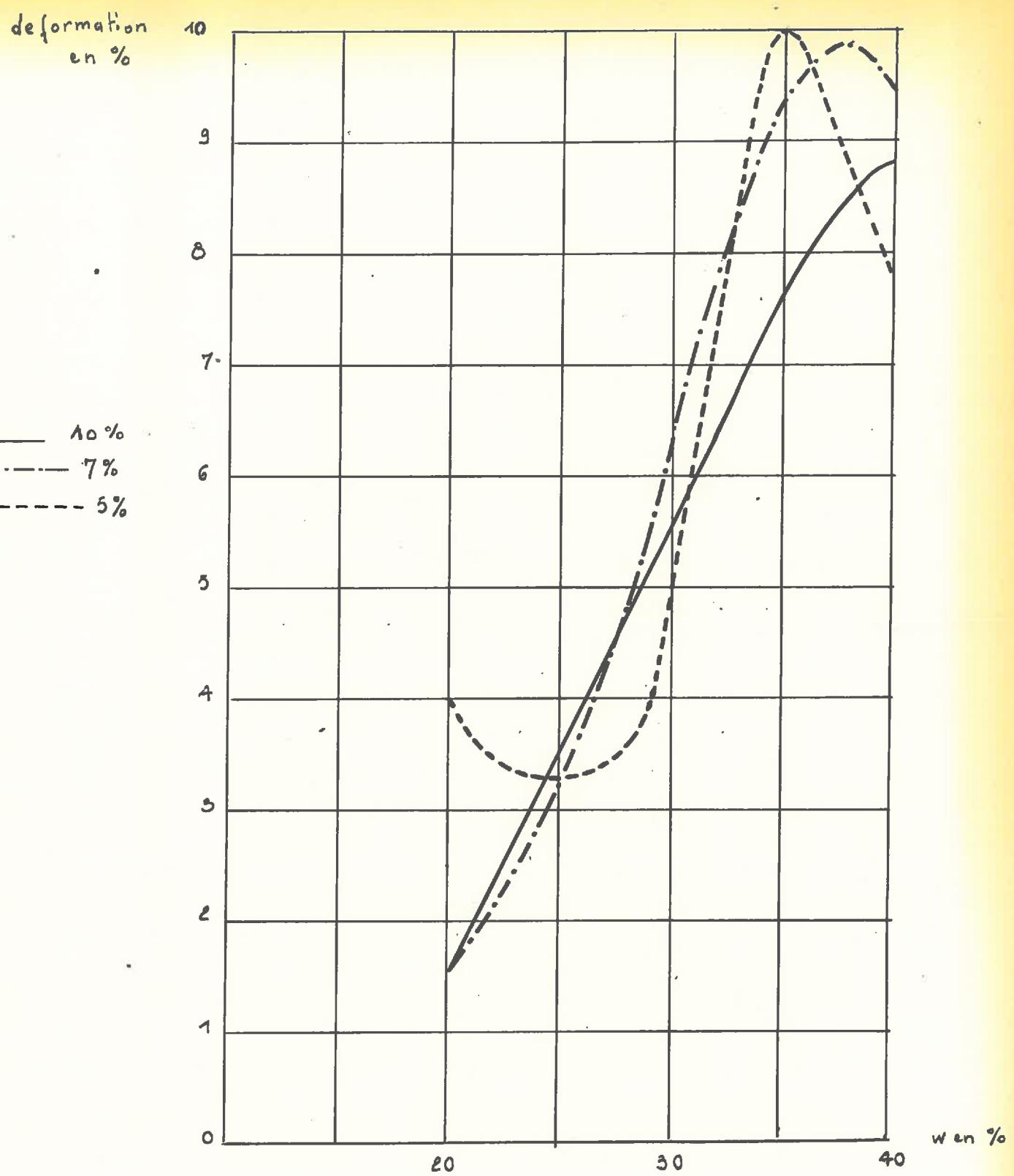
(énergie proctor modifiée)



Influence de la teneur en eau du matériau brut sur la résistance à la compression simple après 24 heures de pose en atmosphère humide.
(compactage : énergie proctor modifiée)



Influence de w et de la teneur en ciment
sur la résistance après 24h et 24h d'immersion



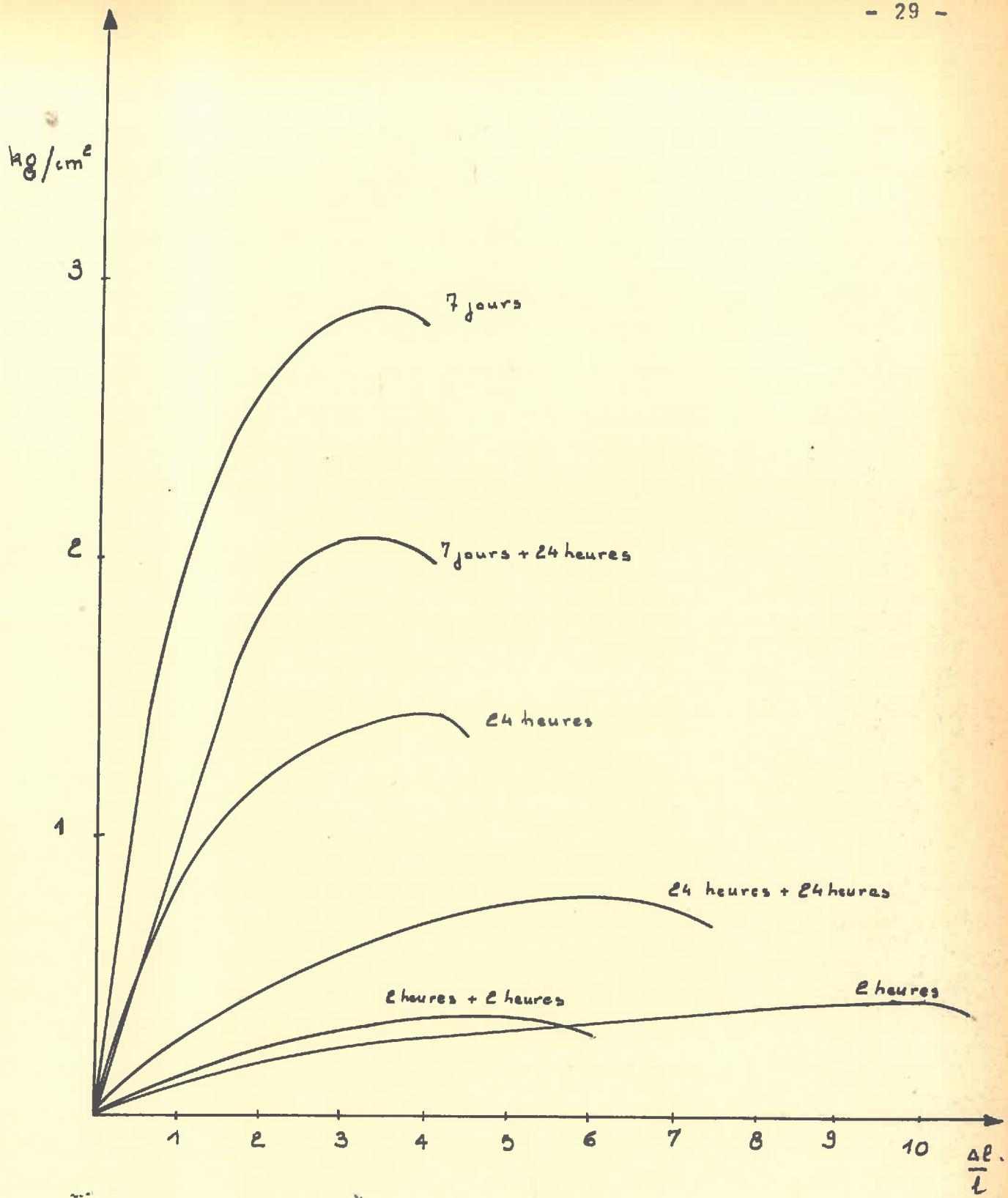
Deformation à la rupture en fonction de
w et de la teneur en ciment

fig 8

table 2

tenue en eau du sol / additif	tenue en eau du sol / additif	temp de prise + immersion	absorption d'eau à l'immersion	résistance à la compression simple	deformation à 10 % rupture	δ_d
38 % Portland	10 %	2 heures	2 %	0,420 kg/cm²	10 %	1,28
		2 heures + 2 heures	2 %	0,340 "	5,5 "	1,29
		24 heures		1,450 "	9,9 "	1,30
		24 heures + 24 heures	2,3 %	0,900	6 "	1,285
		7 jours		2,900	3 "	1,295
		7 jours + 24 heures	0,085 %	2,070	3,3 "	1,275

Influence du temps de prise,
sur le mélange sol-ciment



Courbe Effort / Déformation
(mélange 10 % ciment)

Influence du temps de prise sur un mélange à 10 % de Portland.

Ces résultats (tableau 2) indiquent que le ciment se comporte bien à l'eau et qu'il en absorbe peu. Malgré cela les résistances "rapides", c'est-à-dire à 2 et 2 + 2, sont faibles et la forte déformation (10 %) à la rupture après 2h de prise indique clairement que le ciment prend très lentement dans l'argile saturée. On notera que, le rapport i :

$$\frac{\text{perte de résistance à l'immersion}}{\text{résistance avant immersion}} = i$$

varie de 0,19 (2 heures), à 0,38 (24 heures) et à 0,29 (7 jours). Les mélanges les plus sensibles à l'eau sont donc à 24 heures. On voit par ailleurs que l'absorption d'eau est maximum (2,3 %).

3. Les additifs au ciment.

Les essais précédents montrent que la prise du ciment est fortement retardée par la présence de l'argile et aussi probablement par la forte teneur en eau. Une solution serait d'augmenter le pourcentage de ciment mais cela rendrait le coût prohibitif. On a donc essayé d'accélérer la prise du ciment avec le pourcentage de 10 %, et de plus, nous avons essayé sur le ciment des produits susceptibles d'imperméabiliser le mélange.

I. Chlorure de calcium.

SHERWOOD et COWELL examinent l'utilisation du chlorure de Ca et de la chaux éteinte comme additifs secondaires au ciment. Les concentrations sont inférieures à 2 % du poids sec du sol. Cette étude est faite sur des sols organiques. La chaux se révèle inefficace, par contre le chlorure est efficace lorsque

la matière organique ne retarde seulement que l'hydratation du ciment, mais il est inefficace lorsque cette hydratation est complète. Le chlorure de calcium n'aurait donc pour rôle que d'étendre la gamme de sols pouvant être stabilisés au ciment. L'argile de l'Isère étant un peu organique, nous avons donc essayé différents pourcentages de chlorure de calcium sur le mélange à 10 % de ciment.

Le chlorure de calcium se présente en poudre et nous l'avons préalablement mélangé au ciment avant le mélange avec le sol.

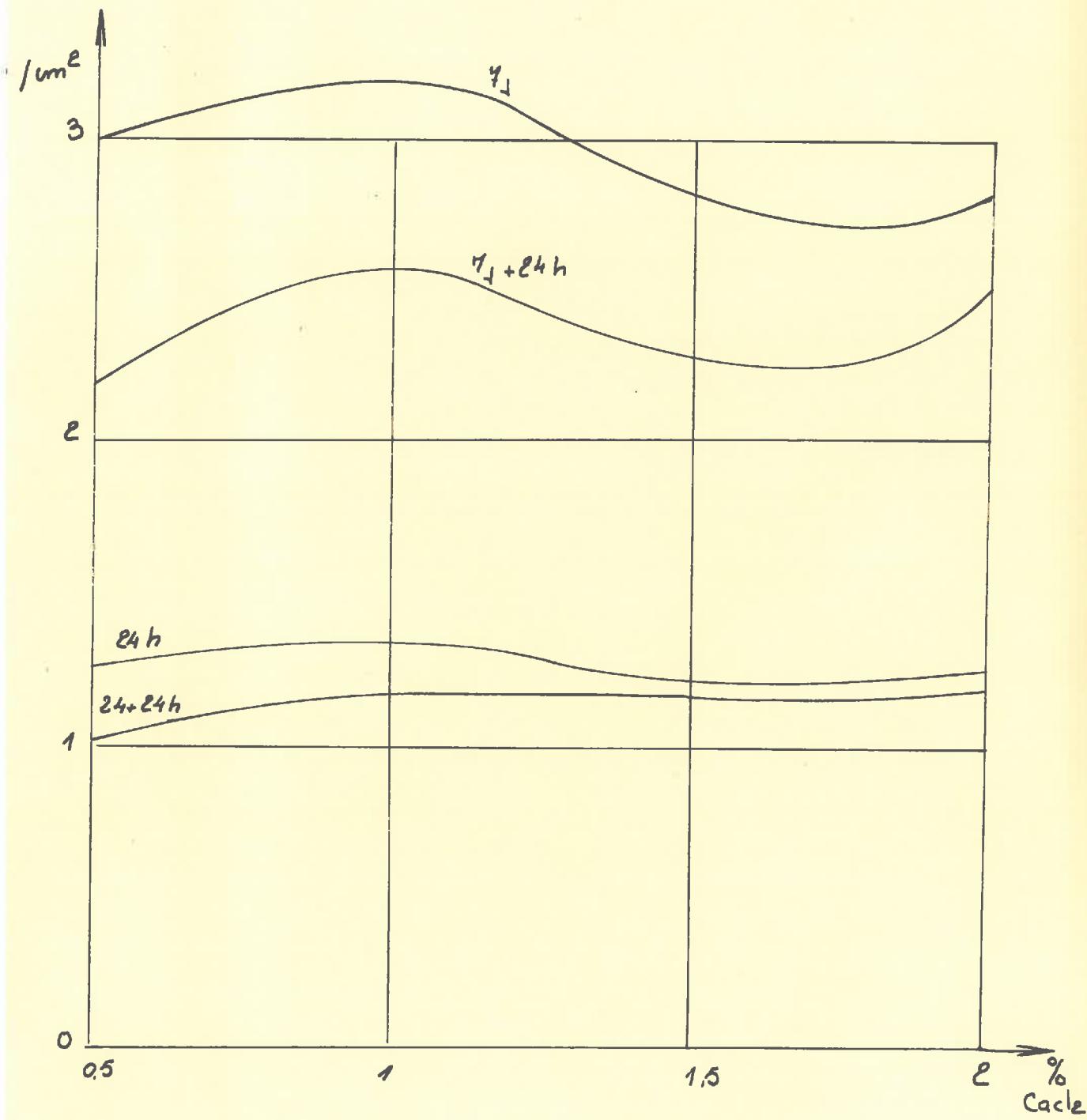
Les résultats sont consignés dans le tableau 3 et fig. 10. Ce tableau permet de constater que :

- le chlorure de calcium n'améliore pas les résistances, sauf un peu celles après 7 jours, de $2,9 \text{ kg/cm}^2$ à $3,2 \text{ kg/cm}^2$. Il n'accélère pas la prise du ciment.
- son rôle est surtout d'améliorer les tenues à l'eau, après immersion on constate en effet que le i atteint pour une prise de 24 heures des valeurs de 0,04, 0,06 alors que sous CaCl_2 on avait 0,38 pour une prise de 7 jours i tombe de 0,29 (ciment seul) à 0,10 avec 2 % de chlorure de calcium. De plus, le matériau se déforme moins à l'écrasement après immersion, en gros 3 fois moins que dans le cas du ciment seul (après 24 h de prise).

La quantité d'eau absorbée est réduite de 4 à 5 fois.

Malgré tout ces résultats sont faibles vis à vis du but recherché.

		immersion		rupture simple		rupture multiple	
		0,5 %	10 %	0,5 %	10 %	0,5 %	10 %
40 %	24 h	1,290	1,030	1,26	1,26	0,126	0,126
	24+24h	0,6%	1,7	1,275	1,26	0,126	0,126
	7J	3,00	3,0	1,26	1,26	0,126	0,126
	7J+24h	0,08%	2,00	2,2	2,00	2,00	2,00
40 %	24 h	1,350	1,350	6	6	1,268	1,268
	24+24h	0,5%	1,170	1,170	2,2	1,265	1,265
	7J	3,200	3,200	3,3	3,3	1,28	1,28
	7J+24h	0,10%	2,580	2,580	1,7	1,295	1,294
40 %	24 h	1,220	1,220	6	6	1,265	1,265
	24+24h	0,5%	1,170	1,170	2,2	1,277	1,277
	7J	2,800	2,800	2,8	2,8	1,277	1,277
	7J+24h	0,10%	2,260	2,260	2,2	1,283	1,283
40 %	24 h	1,275	1,275	6,5	6,5	1,30	1,30
	24+24h	1,5%	1,190	1,190	1,7	1,32	1,32
	7J	2,800	2,800	2,8	2,8	1,28	1,28
	7J+24h	0,10%	2,260	2,260	2,2	1,275	1,275
40 %	24 h	1,275	1,275	6,5	6,5	0,66	0,66
	24+24h	2 %	1,190	1,190	1,7	1,32	1,32
	7J	2,800	2,800	2,8	2,8	1,28	1,28
	7J+24h	0,10%	2,260	2,260	2,2	1,275	1,275
40 %	24 h	1,275	1,275	6,5	6,5	1,30	1,30
	24+24h	2 %	1,190	1,190	1,7	1,32	1,32
	7J	2,800	2,800	2,8	2,8	1,28	1,28
	7J+24h	0,10%	2,260	2,260	2,2	1,275	1,275



Evolution des résistances sol-ciment
10% en fonction de la teneur en Cacle.

fig 10

II. Essai de la soude.

Avec la soude nous entrons dans la catégorie des additifs sodés que de nombreux auteurs ont déjà étudiés (en particulier les études du M I T). LAMBE et MOHR ont découvert que les sels de sodium étaient les plus efficaces comme additif à la stabilisation au ciment. LAMBE, MICHAELS et MOHR ont fait une étude plus complète de cet effet en utilisant les sels de sodium suivant : hydroxyde, aluminate, sulfate, sulfite, mésasilicate et carbonate, en concentrations approximatives de 1 %. Ils ont découvert que pour plusieurs sols, ces sels étaient capables d'augmenter la résistance des mélanges sol-ciment contenant 5 % de ciment jusqu'à celle d'un mélange à 10 % de ciment. L'augmentation dépendait du sol traité. Bien que la soude fût efficace dans l'augmentation de résistance de tous les sols examinés, sauf de ceux contenant des matières organiques, le sulfite de sodium et le carbonate étaient plus efficaces avec des argiles lourdes.

Le sulfate se trouva le meilleur pour des argiles organiques. Les concentrations en sel de sodium requises pour un développement maximum de l'augmentation de résistance dans les sols étudiés, furent trouvées égales à la concentration normale dans l'eau du mélange (1 mole par litre). En utilisant des quantités de moins de 1 % de ces produits, LAMBE permit d'abaisser de 50 % la quantité de ciment nécessaire. L'utilisation de ces sels est donc d'un intérêt économique. Les hypothèses suivantes expliquant l'effet bénéfique des sels de sodium sur le mélange sol-ciment, ont été émises par LAMBE : le sel de sodium se combine avec la chaux libérée par hydratation du ciment :



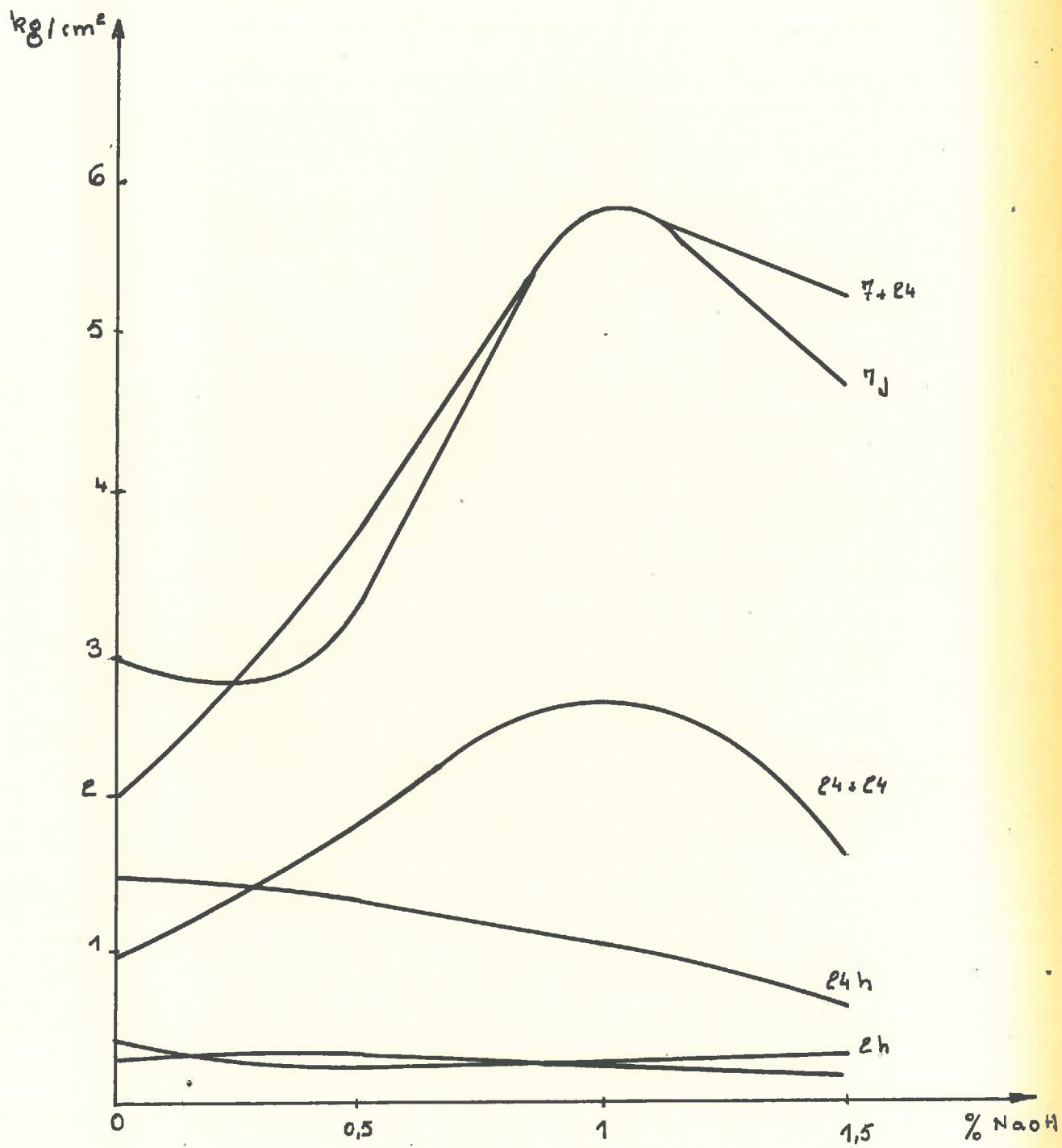
Il y a donc augmentation du pH du mélange et chute de la concentration en calcium. Cette chute retarde initialement l'hydratation du ciment, mais la soude produite par la réaction initiale, filtre à travers le sol pour fournir du silicate et de l'aluminate de sodium. Cette formation abaisse le pH et la concentration en Ca^{++} redevient normale, si bien que le ciment peut s'hydrater. Quand cela se produit, le silicate, l'aluminate et la chaux sont dans la solution. La chaux se combine au silicate de sodium et à l'aluminate dans le sol pour former un silicate de calcium et un aluminate additionnels et ainsi le sel de sodium produit le même effet qu'une adjonction de ciment.

Puisque le ciment n'est pas un agent hydrofuge le sol stabilisé absorbera de l'eau à l'immersion. Cette absorption est limitée habituellement au remplissage des espaces du sol remplis d'air puisque un sol-ciment suffisamment dur ne gonfle pas quand il est immergé. Cependant cette introduction d'eau a des effets sur les argiles qui gonflent. On a essayé d'empêcher l'absorption d'eau par des hydrophobants, mais cela n'a pas été heureux car les hydrophobants sont inactifs en milieu alcalins et, la plupart étant organiques , ils enrangent l'hydratation du ciment. Dans notre cas l'argile étant très humide au départ, l'absorption d'eau sera limitée et notre but est de maintenir la résistance obtenue pendant l'immersion.

Le tableau 4 donne les résultats obtenus avec la soude comme second additif (cf. fig. 10).

Les conclusions sont les suivantes : NaOH n'a aucune action sur les résistances au bout de quelques heures, par contre elle insensibilise le mélange à l'eau, permet au durcissement de se poursuivre sous l'eau. L'action la plus spectaculaire se produit avec 1 % de soude (voir figure). Donc une action

du Sol	ciment	NaoH	immersion	sample	rupture	0,01	2
97 %	10 %	0,5 %	2h 2+2h 24h 24+24h 7,1 7,1+24h	0,220 0,290 1,310 1,590 3,26 3,74	14 % 6,6 % 2,0 % 1,0 % 1,5 % 2,2 %	1,32 1,28 1,325 1,275 1,31 1,30	-0,31 -0,15
97 %	10 %	1 %	2h 2+2h 24h 24+24h 7,1 7,1+24h	0,275 0,220 1,170 2,580 5,85 0	1,315 1,293 1,315 1,31 1,30 2,2	+0,2 -0,35 -0,01	-
97 %	10 %	1,5 %	2h 2+2h 24h 24+24h 7,1 7,1+24h	0,120 0,170 0 0 0 0	1,300 0,170 0,780 1,59 4,65 0	1,28 1,28 1,293 1,293 1,28 1,2	+0,43 -1,0 -0,125
97 %	10 %	10 %	2h 2+2h 24h 24+24h 7,1 7,1+24h	0,68 0,68 0,21 0 0	1,28 1,28 1,28 1,28 1,28	-	-



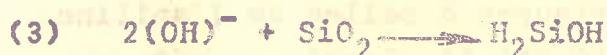
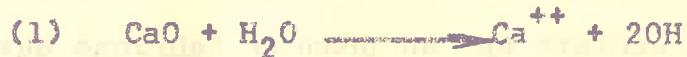
Influence de la Soude
sur le sol - ciment 10 %

fig 10

seulement à longue échéance. On constate même que les résistances à 2 et 2 + 2 sont inférieures à celles avec 10 % de ciment seul. En effet à l'adjonction de soude, le pH augmente très vite à une haute valeur et la concentration en Ca^{++} se trouve réduite, il y a formation rapide d'un silicate soluble mais délayable par le calcium.

III. Sulfate de magnésium.

Considérons les réactions accompagnant la stabilisation du ciment :



(1) est plus rapide que (2) d'où une haute concentration en ions OH^- plus forte que celle due à la solubilisation de $\text{Ca}(\text{OH})_2$. A de hauts pH, de plus grandes proportions de silicates sont solubilisées. L'addition de MgSO_4 produit $\text{Mg}(\text{OH})_2$, gel protecteur, sur les particules de CaO et ralentit la vitesse de (1) - (3) est plus lente que (2), de sorte que comme (1) se développe, les ions produits cristallisent sous forme de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ qui s'ajoute aux résultats des réactions (3) et (4). Si (1) est ralenti pour devenir moins rapide que (3) et (4) alors $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ne précipite pas. La concentration forte en Ca^{++} est diminuée par CaSO_4 . Ce fait retarde la précipitation du gel de silicate de calcium insoluble de la réaction (4). La suppression de la réaction (4) permet alors au silicate produit par (3) de diffuser dans les pores d'où une distribution plus uniforme du silicate dans la masse du sol. La neutralisation de la base libre par la réaction avec le sol réduit le pH et permet à l'ion Ca^{++} de traverser la solution et de former le gel de silicate de calcium.

Conclusions à l'action du sulfate de magnésium (tableau 5 fig.11).

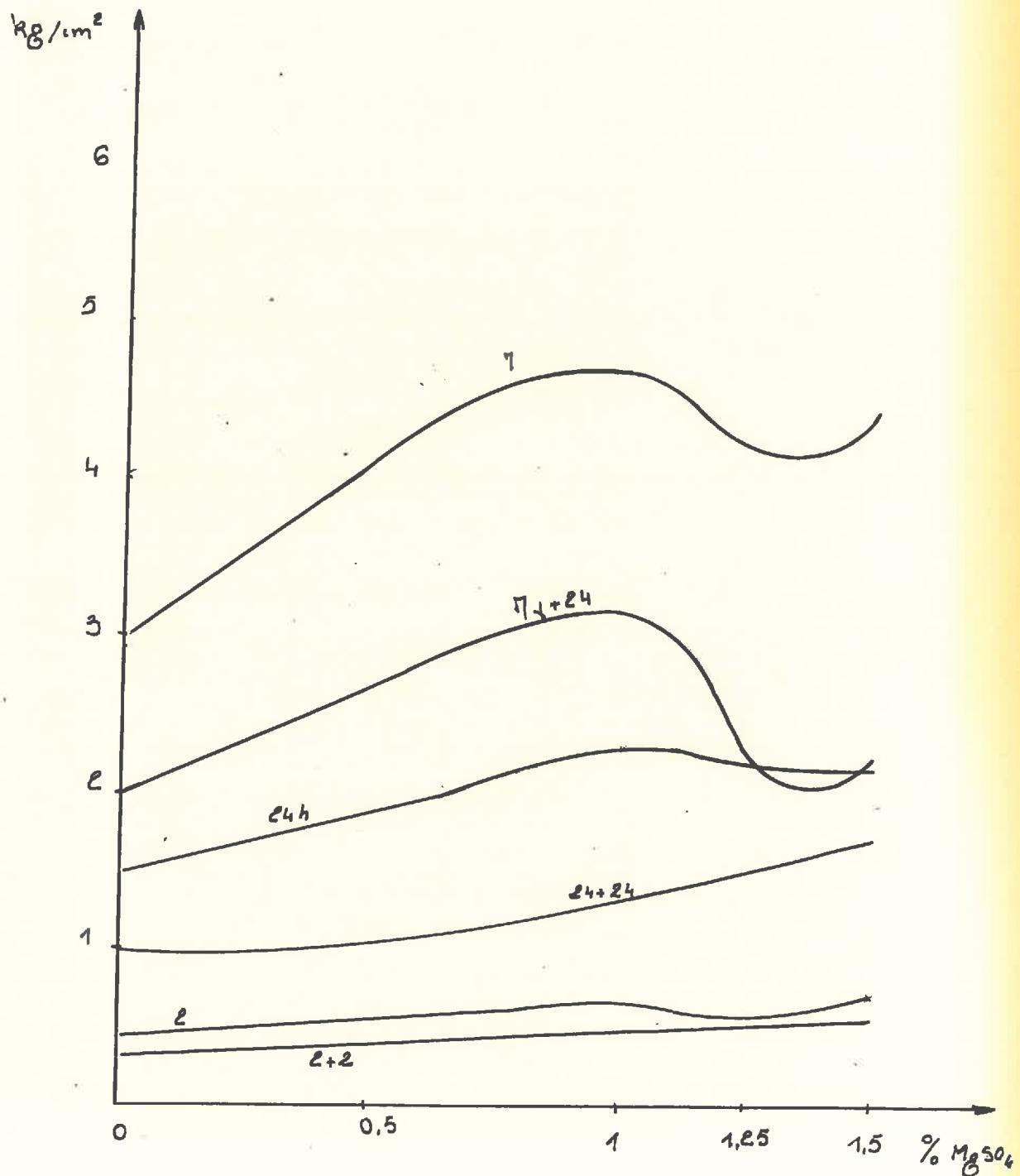
Comme avec la soude, SO_4Mg agit peu sur les résistances à 2h. Mais contrairement à la soude qui n'agit que sur les résistances 2h + 2h, Mg SO_4 agit sur les résistances à 24 heures et 24 + 24 en les améliorant très nettement et en réduisant également la perte de résistance à l'immersion. L'action à longue échéance (7 j.) est moins nette qu'avec la soude.

IV. R. A. D. A.

La résine amine D acétate est un produit fabriqué aux Etats-Unis. Le MIT a expérimenté ce produit qui a des qualités hydrophobantes indéniables supérieures à celles de l'aniline. En effet, en petites quantités (0,025 %), ajoutée au mélange ciment-soude-sol elle double la résistance après 1 jour d'immersion.

La plupart des agents imperméabilisants ont des molécules consistant en une longue chaîne hydrocarbonée attachée à un groupe polaire. Cela signifie que la molécule est hydrophile d'un côté et hydrophobe d'un autre. De telles molécules ont la propriété de s'étaler à la surface de l'eau, de sorte que un film monomoléculaire se forme à la surface. Dans ce film, les molécules sont arrangées plus ou moins perpendiculairement à la surface, avec les groupes polaires attachés à la surface de l'eau et la chaîne hydrocarbonée dirigée vers l'extérieur. Un film monomoléculaire peut être comprimé à la surface de l'eau, à tel point que les molécules étant tellement tassées, une tentative de compression n'exige plus une force appréciable. CLAN suggère que cet effet est responsable de l'action imperméabilisante :

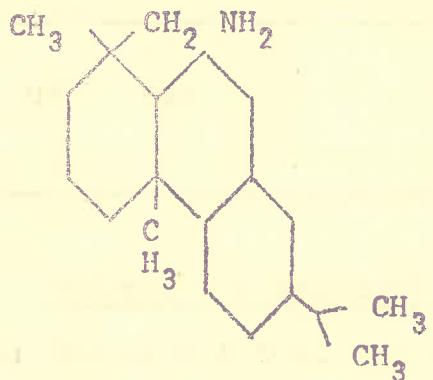
Widmo	% ciasto	% M ₂₀	P ₁	Przeciwstawianie	Szczegóły	Widmo	% ciasto	% M ₂₀	P ₁	Przeciwstawianie	Szczegóły
40,5	10%	1%	24	24+24	7,1	40,5	10%	1,25%	24+24	1,50	7
			7+24	0,85	3,13				7+24	0,47	9
			2+2	2,280	1,140				2+2	0,85	0,680
			2	1,0%	0,550				2	0,80	0,540
			2+2	1,0%	0,510	0,660	0,660	1,0%	10	0,0%	1,24
			2	1,0%	0,23	0,23	0,23	1,0%	10	0,0%	1,26
			2+2	1,0%	0,20	0,20	0,20	1,0%	10	0,0%	1,26
			2	1,0%	0,17	0,17	0,17	1,0%	10	0,0%	1,26
			2+2	1,0%	0,14	0,14	0,14	1,0%	10	0,0%	1,26
			2	1,0%	0,11	0,11	0,11	1,0%	10	0,0%	1,26
			2+2	1,0%	0,08	0,08	0,08	1,0%	10	0,0%	1,26
			2	1,0%	0,05	0,05	0,05	1,0%	10	0,0%	1,26
			2+2	1,0%	0,02	0,02	0,02	1,0%	10	0,0%	1,26
			2	1,0%	0,01	0,01	0,01	1,0%	10	0,0%	1,26
			2+2	1,0%	0,00	0,00	0,00	1,0%	10	0,0%	1,26



Action de MgSO₄ sur le sol ciment à 10 %.

quand un agent stabilisant de cette espèce est ajouté au sol, le stabilisant s'étend lui-même sur le film d'eau entourant les particules, et la résistance de ces films tend à contrecarrer la tension superficielle qui tire l'eau dans les capillaires du sol.

L'amine D est une amine à haut poids moléculaire et provient des résines tirées du pin. Ces dernières, amines primaires, sont formées de abiétylamines stabilisées dont la plus importante est la déshydro abietylamine. La formule structurale représentant ce constituant principal se présente ci-dessous :



La R.A.D.A. est un sel d'acide acétique et de l'amine D. Commercialisé sous forme d'une pâte à 70 % dans l'eau. Ce sel est soluble dans l'eau jusqu'à des concentrations de 50 %. L'acétate d'amine D a les propriétés d'un agent tensio actif. Il montre en effet une activité d'agent mouillant sur les surfaces siliceuses. En solution aqueuse, il est absorbé par les fibres de cellulose, par les fils, et après séchage, il n'est pas éliminé par un lavage. Aussi le temps de mouillage du coton, mesuré par la méthode de DRAVES est diminué par la présence de petites quantités de ce sel dans l'eau. Les résultats suivants illustrent ces propriétés mouillantes, et montrent comment la tension superficielle

et la tension de surface de séparation entre l'eau et des liquides organiques décroissent en présence de l'acétate.

Concent. dans l'eau en % du sel	0	0,01	0,10	0,15	0,175	0,20	0,50
Tension super- ficielle dynes/ cm	72,1	55,4	37,7	--	--	33,4	33,4
Tension de sur- face de sépara- tion (isoctane- eau)	47,5	--	9,2	--	--	--	--
Temps de mouil- lage du coton (méthode Draves)	--	--	180	50	18	9	

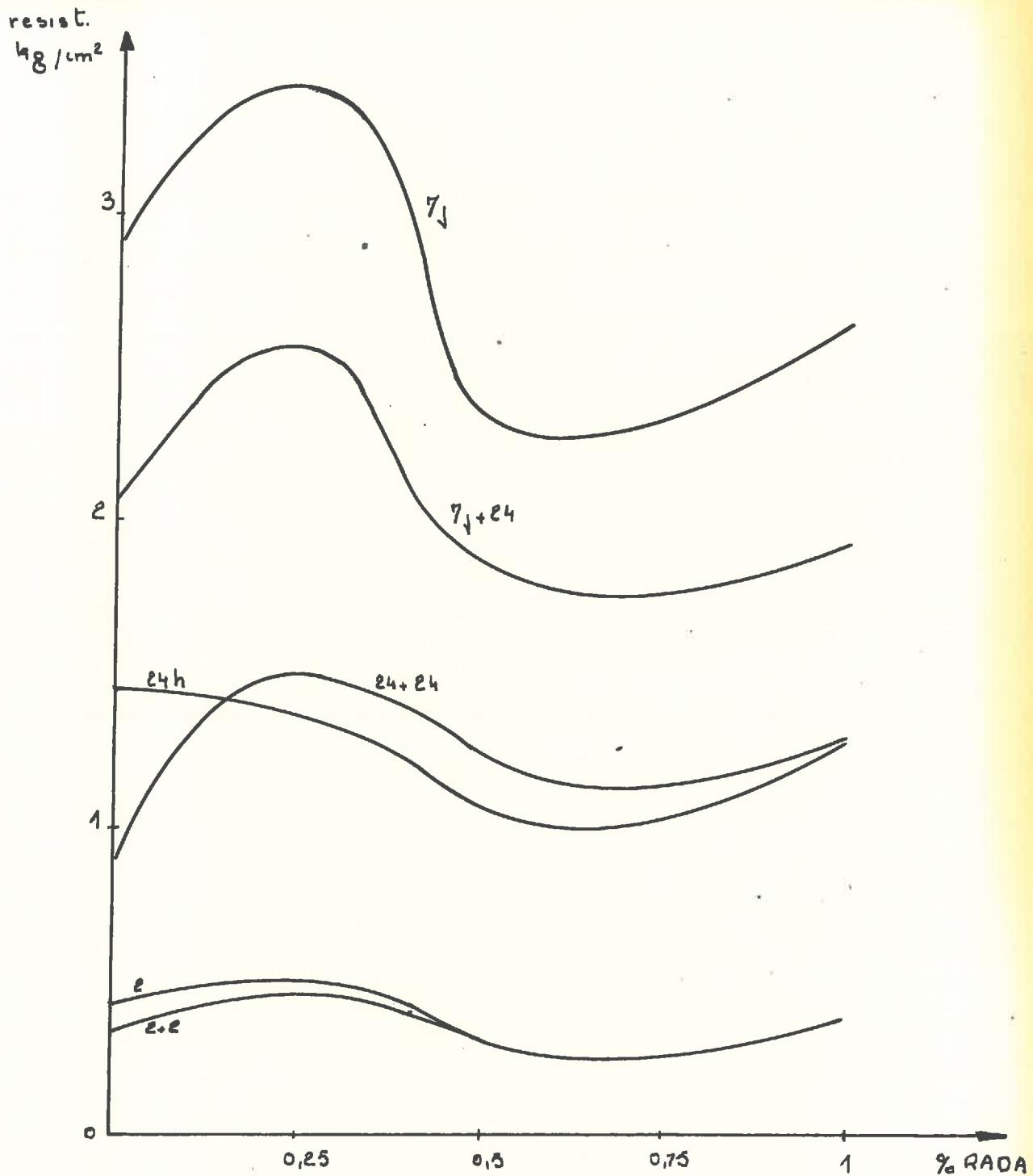
Résultats de l'étude (tableau 6 - fig.12)

Elle montre que la R.A.D.A. est un excellent hydrophobant du mélange sol-ciment en particulier pour les prises à 2 et 24 h. Cet effet semble disparaître avec le temps (au bout de quelques jours). L'action la meilleure se situe pour des pourcentages faibles (aux environs de 0,25 %). A plus haute dose, il semblerait que l'hydratation du ciment soit incomplète et que la R.A.D.A. nuise à ce phénomène.

V. Mélange soude, sulfate de sodium.

Cette étude, commencée au MIT, visait à rechercher une formulation générale d'un additif au sol-ciment. En effet, SO_4Na_2 est le plus efficace avec un sol sableux organique, et la soude est la plus efficace avec les argiles. Donc il semblait qu'un mélange des deux additifs permet de s'adapter à chaque

Wdusol	R.A.D.A.	Ciment	prise immersion	absorpt. immersion	rectif. sample	Deform rupture	Td	-
40 %	0,65	10	2 h 2+2 24 24+24 4 4+24	0,92 0,75 1,65 1,24	0,600 0,460 1,340 1,510 9,43 6,58	4,8 4,4 2,2 1,3 2,6 1,0	1,27 1,31 1,27 1,26 1,27 1,26	0,08 0,19 - 0,19
40 %	0,5	10	2 h 2+2 24 24+24 4 4+24	0,5 0,85 1,1 1,1	0,300 0,300 1,050 1,260 2,33 1,840	4,5 8,0 2,2 1,7 2,2 1,3	1,256 1,26 1,24 1,26 1,24 1,25	0,0 0,2 - 0,2
40 %	1	10	2 h 2+2 24 24+24 4 4+24	0,5 0,7 0,7 1,1	0,400 0,390 1,280 1,300 2,65 1,93	6,7 4,5 2,2 1,6 2,2 1,3	1,24 1,27 1,285 1,24 1,24 1,23	0,02 0,02



Influence de R.A.D.A. sur
sol-ciment 10%.

fig 1e

variété de terrain. Les résultats américains montrent un échec, l'efficacité des additifs est la somme des efficacités de chaque additif agissant seul.

Il n'y a pas de relation entre les efficacités des deux additifs. L'étude du MIT s'est faite sur 4 types de sols à des granulométries variables suivantes (nous avons placé à coté l'argile de l'Isère) :

% en poids	NHS	VBC	TC2	WS1	Isère
Sable	3	4	3	82	3
Silt	90	61	28	18	64
Argile	7	35	69	0	28

Pour NHS le rapport le plus favorable $\frac{\text{NaOH}}{\text{Na}_2\text{SO}_4}$ est $\frac{1}{2}$

Pour WS1 le rapport le plus favorable " " $\frac{0}{1}$

C'est cette étude qui nous a donné l'idée d'effectuer des essais avec 3 mélanges :

$$\frac{\text{NaOH}}{\text{Na}_2\text{SO}_4} = \frac{1}{0,5}, \frac{1}{1}, \frac{1}{1,5}$$

En effet, l'argile de l'Isère se situe entre NHS et WS1 du point de vue granulométrique, donc il semble que SO_4Na_2 puisse agir (notre argile ayant un fort pourcentage de silt) et d'autre part, la présence de matière organique. La quantité de soude est de 1 % par rapport au sol sec : c'est le pourcentage le plus favorable quand la soude agit seule. Comme le MIT le conseille on a

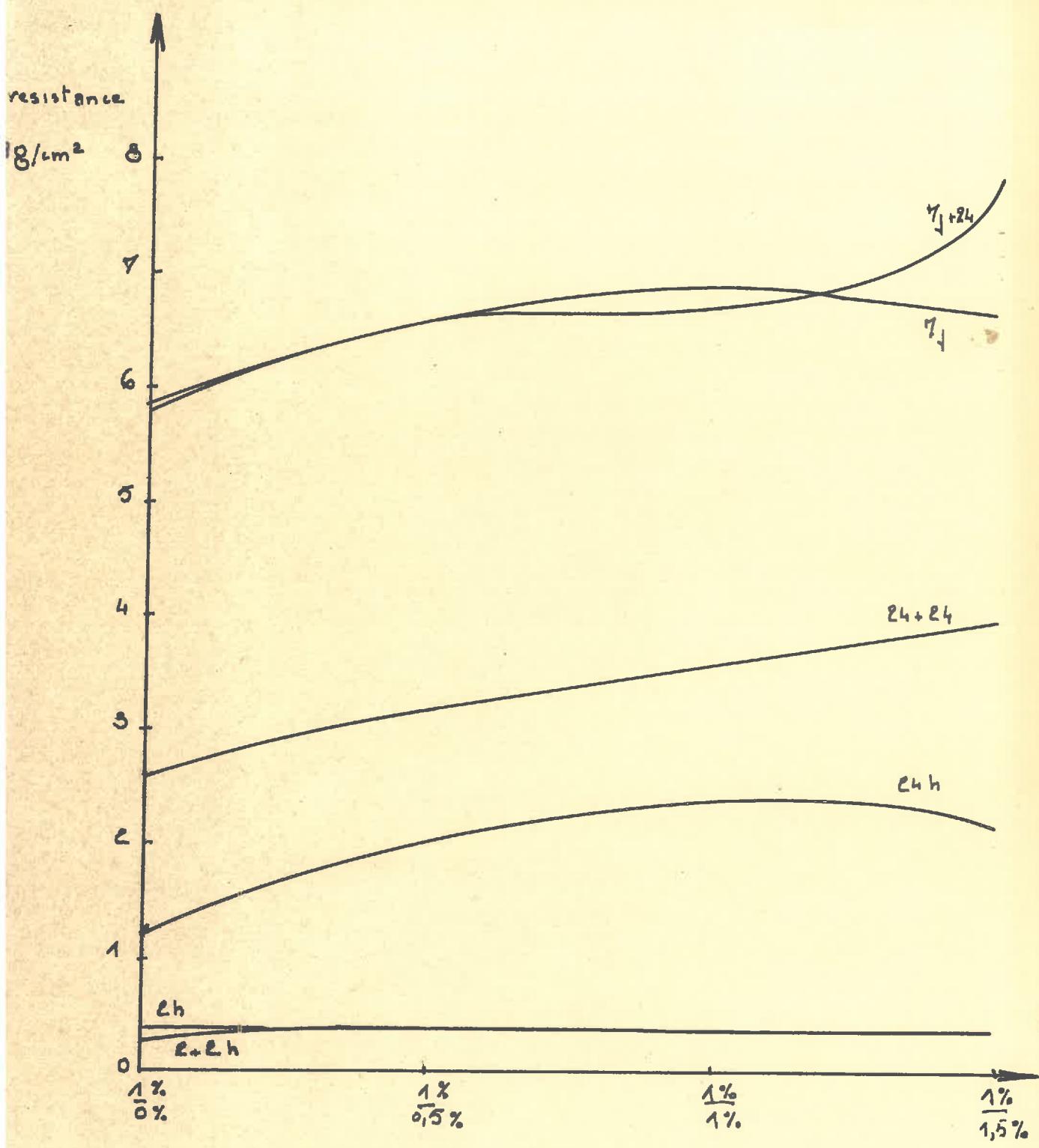
d'abord mélangé SO_4Na_2 au sol avec l'eau nécessaire pour atteindre les 40 %, puis on a ajouté le ciment et la soude ensemble.

Résultats (tableau 7 - fig. 13).

Les résistances à 2h. sont diminuées comme dans le cas de la soude mais un peu moins. Ceci s'explique du fait de la soude et aussi du fait que lors de l'addition du sulfate de sodium au sol-ciment, la vitesse de formation du silicate de Na soluble est plus faible que quand on ajoute NaOH. La solubilité du Ca^{++} dans l'eau interstitielle n'est pas très diminuée, et il y a suffisamment d'ions Ca^{++} pour que la pénétration du gel de silicate de calcium aie lieu. Quand le temps de prise est plus long il y a formation continue d'un silicate soluble à mesure que le processus de caustification avance, (réaction SO_4Na_2 avec Ca(OH)_2 pour donner NaOH) et un matériau de cimentation se forme à vitesse raisonnable jusqu'à ce que le calcium aie disparu.

Cette explication des résistances faibles, mais moins faibles que dans le cas de la soude, peuvent s'expliquer par l'action indépendante des additifs. On constate bien une très forte augmentation de résistance pour des temps de prise plus longs (24 h. - 7 jours) et en même temps, l'imperméabilisation due à la soude permet le développement de cette augmentation sous l'eau.

Wdiesel	% cement	Nano-Nano	Alkaline solution concent.	sample comp.	def. mm	Chd mm
37%	10%	$\frac{1}{0,5}$	2 + 2 24 24 + 24 7 7 + 24	0,280 0,280 2,020 3,200 6,600 6,600	14,5 5,5 1,6 1,6 1,265 1,275	1,28 1,90 1,278 1,31 0,58
37%	10%	$\frac{1}{1}$	2 + 2 24 24 + 24 7 7 + 24	0,300 0,300 2,410 3,600 6,900 6,700	12,0 10,0 1,7 1,4 1,3 1,1	1,29 1,27 1,26 1,285 1,30 1,27
37%	10%	$\frac{1}{1,5}$	2 + 2 24 24 + 24 7 7 + 24	0,300 0,300 2,410 3,600 6,900 6,700	12,1 1,5 1,7 1,4 1,3 1,1	1,265 1,265 1,26 1,26 1,25 0
37%	10%	$\frac{1}{1,5}$	2 + 2 24 24 + 24 7 7 + 24	0,270 0,270 2,340 4,050 6,670 7,1	12,1 4,5 1,7 1,53 1,67 1,45	1,255 1,255 1,25 1,263 1,265 0



Influence du rapport $\frac{\text{NaOH}}{\text{SO}_4\text{Na}_2}$
sur le mélange sol-ciment 10%

CHAPITRE III

STABILISATION AU CIMENT PROMPT

1. Etude avec le ciment prompt, seul additif.

Les essais avec le ciment Portland ayant été peu encourageants en ce qui concerne les résistances "rapides", c'est-à-dire après 2 heures de prises et 2 heures + 2 heures d'immersion, nous avons pensé utiliser les résultats obtenus avec le ciment Portland et ses additifs pour des périodes de prise de 24 heures, et appliquer ces résultats à des prises rapides au ciment prompt. En effet si le ciment Portland prend lentement (2h à 5h en mortier courant) son durcissement, lorsque la prise est terminée, est rapide. Au contraire, le prompt prend vite (3' en mortier ordinaire) mais une fois pris son durcissement est lent.

Cette prise du prompt est cependant plus longue du fait de la présence de l'argile, en effet, il est bien connu en construction qu'il faut éviter le plus possible la présence d'argile durant les gachées. On peut donc penser qu'avec l'argile, la prise durera suffisamment longtemps, pour que l'on ait le temps de compacter le matériau. En effet, un danger réside dans le fait que si la prise est terminée quand on compacte, on risque de casser le ciment sans espoir de le voir prendre à nouveau. Durant ces essais nous avons donc pris garde d'accélérer le travail de confection et de compactage des éprouvettes. Nous avons fait un essai avec le ciment prompt seul, sans additifs, à la même teneur que le Portland précédent (10%). Ensuite nous avons voulu nous rendre compte du durcissement et nous avons mesuré les résistances après 2, 3 et 4 heures de durcissement, et après immersion d'une durée égale de 2, 3 , 4 heures.

Le ciment prompt utilisé a la composition suivante :

SiO ₂ totale	21,05	%
SiO ₂ insoluble	2,75	-
Al ₂ O ₃	7,65	-
Fe ₂ O ₃	3,6	-
CaO	53,9	-
MgO	4,3	-
SO ₃	2,6	-
Perte au feu	6,55	-
Non dosé	0,35	%

Résultats de l'étude "prompt seul" (tableau 8 - fig. 14)

On constate que le ciment prompt a une prise rapide : en effet, la déformation à la rupture à 2 heures passe de 10 % avec le Portland à 5 % pour le prompt, la résistance montant à 1 kg/cm².

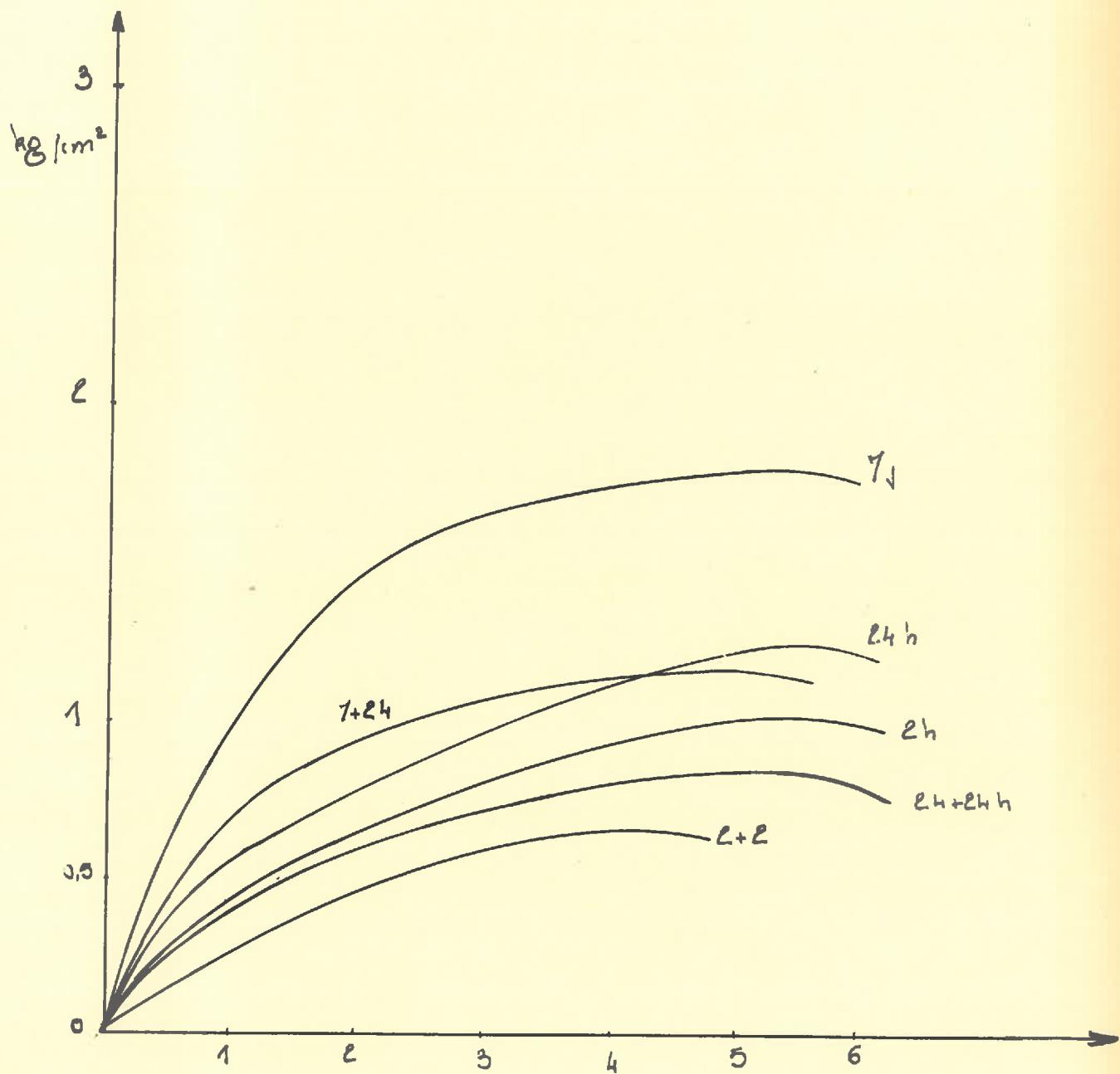
Mais ensuite le durcissement est plus lent qu'avec le Portland : à 7 jours la déformation à la rupture est de 5 % avec le prompt la résistance de 1,820 kg/cm², avec le Portland, la déformation est de 3 %, et la résistance de 3 kg/cm². La résistance à 2 heures est donc plus que doublée par l'emploi du prompt mais cela n'est pas encore suffisant. La tenue à l'eau est semblable à celle du ciment Portland.

2. Essai d'amélioration de la résistance rapide du prompt.

Nous allons essayer dans ce qui suit d'améliorer cette résistance à 2 heures de 1 kg/cm², que nous avons obtenue avec 10 % de ciment prompt, en agissant sur le durcissement, par des additifs qui ont donné de bons résultats avec le ciment Portland.

renfer on eau du sol	teneur en additif	temps de prise + immersion	absorption d'eau à l'immersion	résistance à la compression simple	deformation à la rupture
35 %	10% prompt	2 heures	1,020 kg/cm ²	5,5 %	0,36
		2 heures + 2 heures	0,650	4,5	
		24 heures	1,250	5,5	
		24 heures + 24 heures	0,850	5,5	
		7 jours	1,020	5,5	
		7 jours + 24 heures	1,040	5	

Influence du temps de prise
sur le sol - prompt 10%



Courbes Effort Déformation
avec 10% ciment Prompt

En effet $1,5 \text{ MgSO}_4$ agit efficacement sur le durcissement après 24 heures du Portland dans lequel on penserait qu'il agira d'une façon analogue pour augmenter le durcissement après 2 heures du ciment Prompt. Ceci étant fait, nous avons fait des essais à 3 heures de durcissement, 4 heures et enfin à 2 heures de durcissement plus 2 heures d'immersion, 3 h + 3 h, 4 h + 4 h.

Résultats (tableau 9, fig.15) -

$1,5 \text{ MgSO}_4$ améliore la résistance d'environ 30 % après 2 heures de durcissement ($1,340 \text{ kg/cm}^2$)

Ensuite le durcissement se poursuit pour atteindre 1,7 kg après 4 heures.

Cependant les éprouvettes ne tiennent pas sous l'eau.

Nous avons fait une étude analogue en employant le mélange $\text{NaOH}, \text{SO}_4\text{Na}_2$ dans le rapport 1/1,5. On se souvient que ce mélange agit spectaculairement sur les résistances (de durcissement) du ciment Portland après 24 heures et après immersion. Nous avons donc pensé qu'il serait efficace sur le durcissement à quelques heures du ciment prompt.

Résultats (tableau 10) -

Dans un premier essai nous avons effectué le mélange suivant: dans un premier temps, on mélange l'eau supplémentaire et 1,5 % (par rapport au poids sec de sol) de SO_4Na_2 avec le sol. Puis on ajoute le mélange 10 % ciment prompt et 1 % soude.

Dans un deuxième essai, nous avons effectué le mélange dans l'ordre : ciment mélangé au sol d'abord, puis on ajoute à celà le mélange eau, 1 % soude, 1,5 % SO_4Na_2 . Les résultats du 2ème essai étant un peu supérieures à ceux du premier, ce sont eux que nous avons reproduits ici.

Ces résultats indiquent un effet négatif du mélange SO_4Na_2 , soude sur le ciment prompt. La prise est arrêtée et les

résistances fortement diminuées. Les déformations à la rupture sont grandes, toutes aux environs de 10 %. On peut essayer d'expliquer l'anomalie de ces résultats en disant que SO_4Na_2 , NaOH , ne sont pas des produits qui agissent rapidement (voir l'étude avec le Portland) et ils favorisent une prise régulière après un certain temps, donc ils retardent la prise du prompt.

Le sulfate de magnésium lui, agit comme un produit qui améliore la résistance par suite d'une meilleure répartition du silicate soluble et dans cette action le temps n'intervient pas.

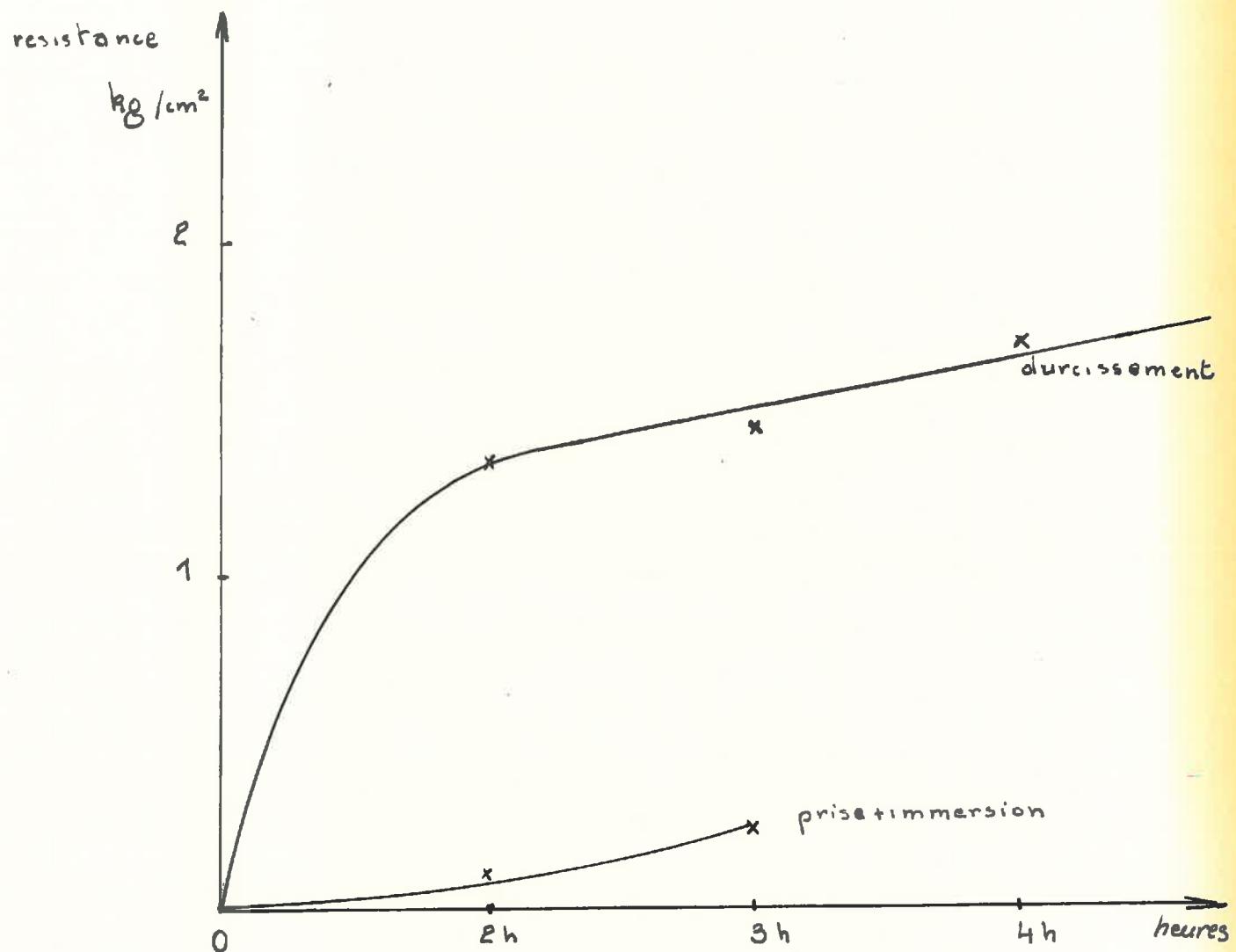
3. Conclusion générale à l'étude des ciments.

Les ciments employés en vue d'une stabilisation rapide d'une argile saturée, se révèlent avec les additifs employés insuffisants. Il faut rappeler l'étude de Martineau qui, utilisant comme additif au ciment un floculant industriel, a permis d'accroître fortement les résistances en atmosphère humide, le mélange restant sensible à l'eau. Néanmoins cette étude nous a permis de mettre en évidence qu'une stabilisation normale est tout à fait valable avec un tel matériau (emploi de ciment avec soude et SO_4Na_2 ou avec sulfate de magnésium). De plus cette étude nous a permis de mettre en évidence les propriétés hydrophobantes en milieu alcalin de la R.A.D.A. la suite appliquée à la chaux.

tab 9

renieur en eau du sol	Additifs	temps de prise + immersion	absorption d'eau à l'immersion	résistance à compression simple	Def. à la rupture	ré.
		2 heures		1,340	6,6 %	0,75
		2 heures + 2 heures	8 %	0,100	-	
		3 heures		1,440	4,2	0,80
		3 heures + 3 heures		0,250	-	
		4 heures		1,700	10 %	-
		4 heures + 4 heures	dilaté	-	-	
36 %	10% prompt					
	1,5 %					
	MgSO ₄					

Etat de Stabilisation Rapide
à base de ciment prompt



Stabilisation Rapide
10% Prompt 1,5 % MgSO₄

fig 15

taux en eau du sol	additif	temps de pose + immersion	absorption d'eau à l'immersion.	résistance à la connexion ampoule.	Def à la rupture
36 %	10 % prompt	2 heures + 8 heures 3 heures	1,15 %	0,500 0,380 0,460	10 11 %
	1 % NaOH	9 heures + 3 heures	0,13 %	0,360	13 %
	1,5 % SO ₄ NH ₂	4 heures	—	0,570	11 %
		4 heures + 4 heures	—	0,420	8 %
					10 %
					0,26

ESSAI de Stabilisation Rapide
10 % Prompt. 1 % NaOH . 1,5 % SO₄NH₂

CHAPITRE IV

STABILISATION A L'ANHYDRIDE PHOSPHORIQUE

A.- Introduction - Réactions.

L'action de cimentation de l'acide phosphorique sur la silice ou l'alumine résulte de la solubilisation de la silice et de l'alumine, de la formation d'aluminophosphate et de silico-phosphates acides, suivies de la gélification de ces composés pour autant que l'acide phosphorique ait disparu. L'utilisation de l'acide phosphorique PO_4H_3 comme liant à froid est bien connue des céramistes et a été discuté dans la littérature scientifique. (KURGERY W.D. Journal Am.Soc. 33, 2939, 1950).

L'action de P_2O_5 est de même nature que celle de l'acide phosphorique, mais a l'avantage de nécessiter des quantités plus faibles qu'avec H_3PO_4 , et de plus, elle peut s'employer avec un sol à haute teneur en eau.

On peut utiliser la comparaison suivante : 3 % de P_2O_5 par rapport au sol sec est équivalent à 4,55 % en poids de PO_4H_3 à 90,8 %.

L'addition de P_2O_5 à l'eau donne une réaction violente et exothermique qui a pour résultat une solution fortement acide, mélange d'acides métaphosphoriques complexes $(\text{PO}_3\text{H})_n$, d'acide pyrophosphorique $\text{P}_2\text{O}_7\text{H}_4$ et d'acide orthophosphorique PO_4H_3 . La dissolution se fait lentement et le liquide évolue jusqu'à ce que, par hydratation progressive, tout le phosphore soit à l'état d'acide orthophosphorique. Le diagramme indique comment la concen-

tration des 3 acides varie en fonction du temps.

Dans $(PO_3H)_n$, n est égal au moins à 5 (fig.16). Les études faites au MIT sur différents sols, montrent que le fluosilicate de sodium accélère la réaction de l'anhydride phosphrique et du sol.

Les études faites montrent que le degré de stabilisation diminue quand les grains deviennent plus petits.

On constate, dans la stabilisation à l'acide phosphrique de sols dont la teneur en eau est près de l'optimum, une augmentation de densité au compactage.

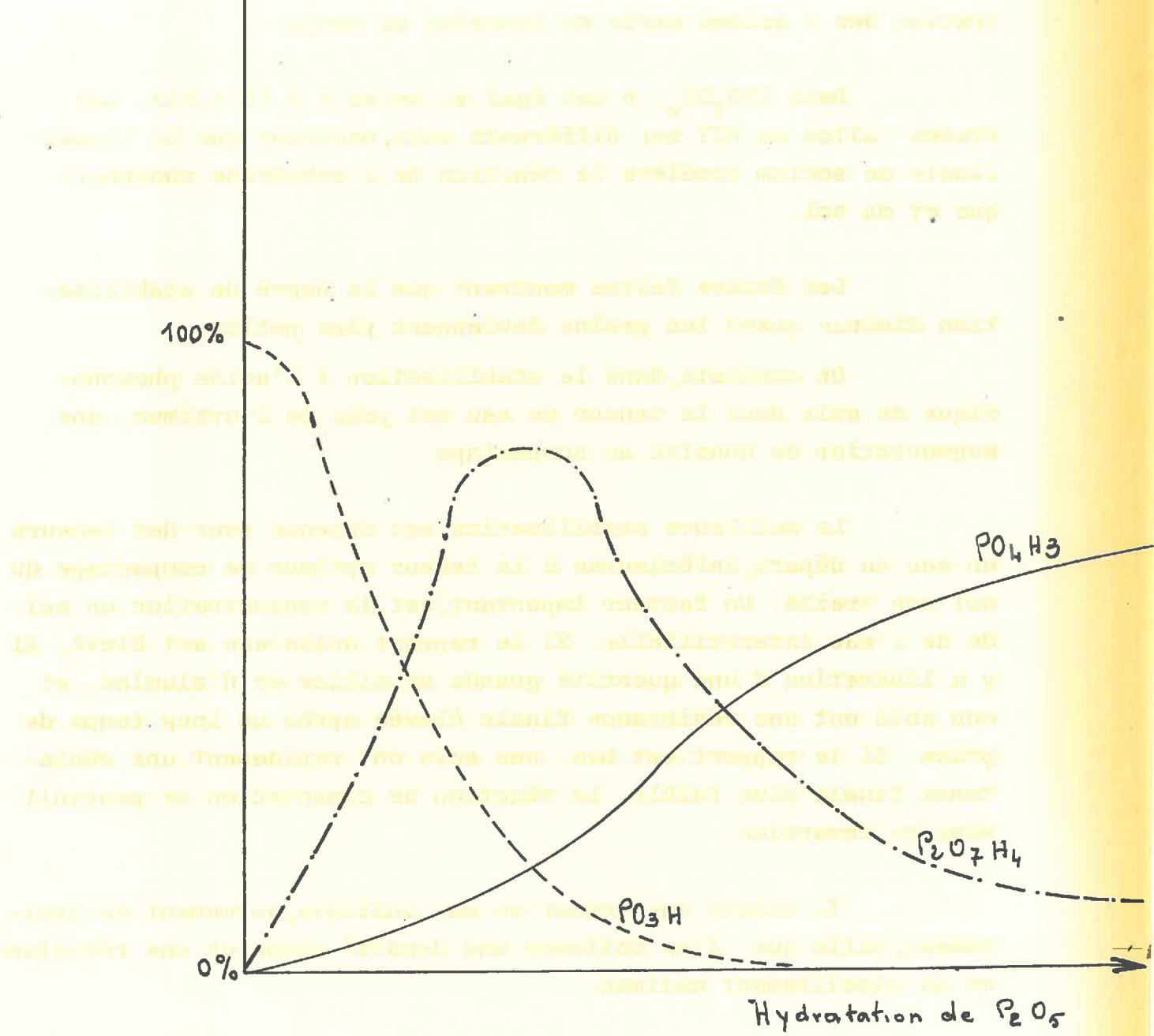
La meilleure stabilisation est obtenue pour des teneurs en eau au départ, inférieures à la teneur optimum de compactage du sol non traité. Un facteur important, est la concentration en acide de l'eau interstitielle. Si le rapport acide/eau est élevé, il y a libération d'une quantité grande de silice et d'alumine, et ces sols ont une résistance finale élevée après un long temps de prise. Si le rapport est bas, ces sols ont rapidement une résistance finale plus faible. La réaction de cimentation se poursuit même en immersion.

Il existe une teneur en eau initiale, au moment du traitement, telle que l'on obtienne une densité sèche et une résistance au cisaillement maximum.

Cette teneur en eau est très inférieure à la teneur en eau optimum, or ceci est préjudiciable à la résistance après immersion, car si l'on compacte à gauche, il y a absorption d'eau à l'immersion et il y a désintégration.

La prise en atmosphère humide est meilleure que celle en atmosphère sèche. Dans tous les cas il y a lieu de rechercher

Proportion



Hydratation de l'anhydride phosphonique.

la teneur en eau initiale qui, pour un pourcentage de traitement donné, donne la densité et la résistance la plus forte. Sur terrain très humide c'est impossible et on utilise P_2O_5 qui, de plus, est un déshydratant.

La réaction probable avec le sol est :



Les études du MIT montrent également que, $FeCl_3$ ajouté en même temps que la fluosilicate de sodium, confère une résistance en immersion. Avec le sol qui se rapproche le plus de notre terrain les meilleurs résultats furent obtenus avec : 3,12 % P_2O_5 , 1,6 % $FeCl_3$, 0,5 % Na_2SiF_6 .

Les différents acides, formés par P_2O_5 dissoute dans l'eau de l'argile, se transforment peu à peu en acide orthophosphorique. L'acide métaphosphorique est un défloculant des matières argileuses, ce qui permet d'obtenir des densités plus fortes à une énergie de compactage donnée. Cependant si la densité sèche croît du fait de cette action, quand la concentration en anhydride monte à plus de 3,12 %, la densité chute. Cela est habituel avec les agents défloculants, la concentration optimale de défloculant pour un effet maximum est basse. A des concentrations plus fortes, les ions métaphosphates sont concentrés sur la surface des particules et produisent la flocculation. Un défloculant à faible concentration est un défloculant à plus hautes doses.

Il apparaît que la densification obtenue par P_2O_5 et l'accélération due au fluo-silicate ne peuvent pas avoir lieu simultanément.

B.- Etude de l'influence de la teneur en anhydride sur les limites d'Atterberg (fig. 17 - 18).

On constate que la limite de liquidité présente un maximum pour la teneur en P_2O_5 d'environ 3 % puis décroît régulièrement (maximum de 65 %).

La limite de plasticité pour une teneur en P_2O_5 , voisine de 3 %, présente un minimum, puis croît régulièrement.

Les courbes tracées, représentant ces variations, montrent que l'anhydride phosphorique, a beaucoup moins d'action que le ciment sur les limites d'Atterberg.

Les maxima et minima présentés, s'expliquent par le fait que, à une teneur d'environ 3 %, P_2O_5 agit comme un défloculant, puis à plus haute dose comme un floculant.

Les particules défloculées exigent un environnement aqueux plus important que celui des particules agglomérées pour que le matériau atteigne la liquidité.

Les particules défloculées sont plus aptes à être travaillées, présentent plus de plasticité par elles mêmes, en nécessitant moins d'eau pour faciliter leur travail, que n'en exigent les particules floculées.

Les densités moyennes montrent également un maximum pour 3 %, une décroissance, puis l'action desséchante se faisant sentir de plus en plus, la densité sèche croît.

w%

60

55

50

w%

70

65

w%

65

60

55

20 25 30 35 40 45 50 55

N

he de coups

- 64 -
 $P_2O_5 : 1\%$

$LL = 62\%$
 $PL = 36\%$
 $PI = 26\%$

$P_2O_5 : 3\%$

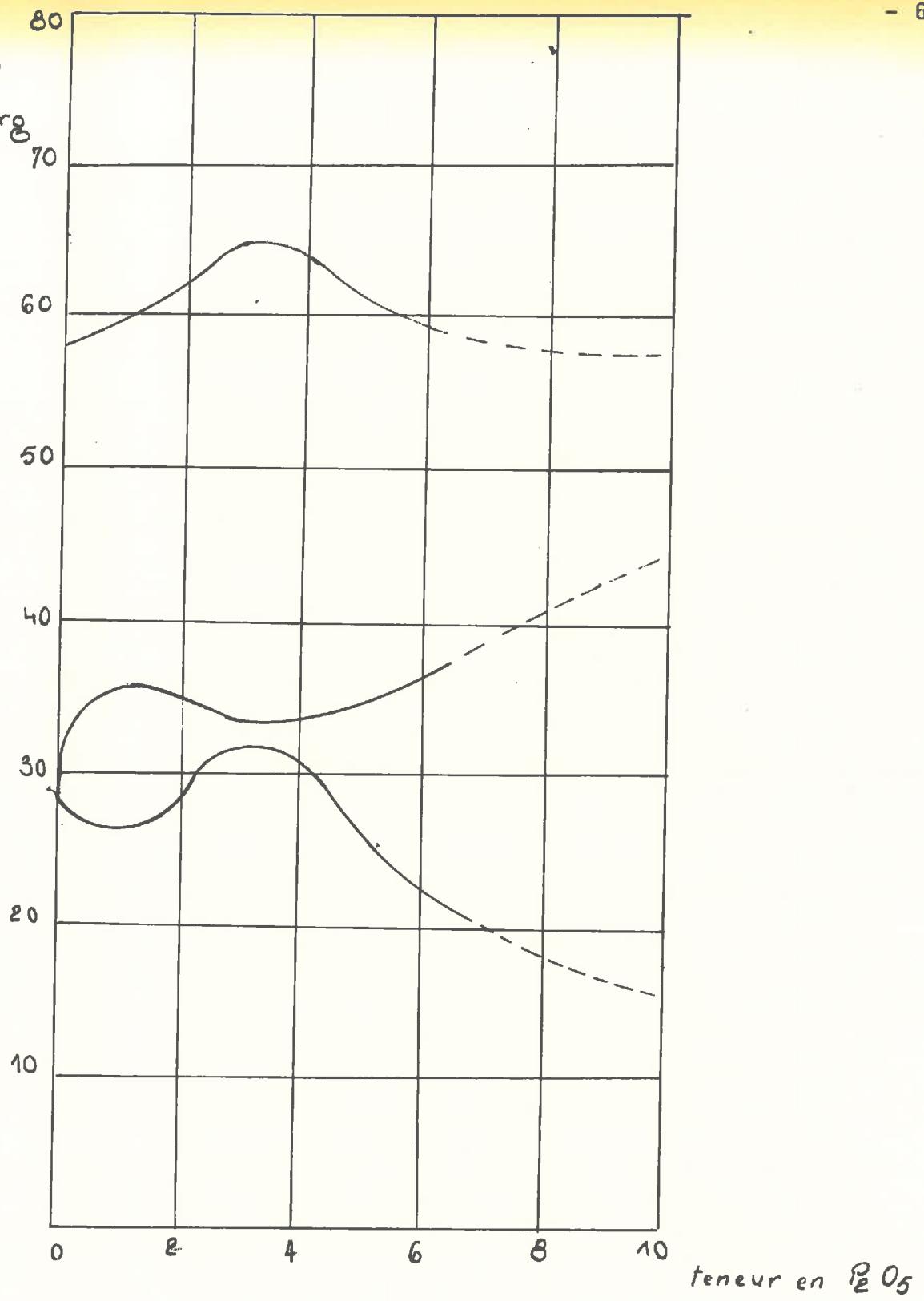
$LL = 65,5$
 $PL = 33,5$
 $PI = 32$

$P_2O_5 : 6\%$

$LL = 59,2$
 $PL = 36,8$
 $PI = 22,4$

tig 17

Limites
Afferberg



teneur en P₂O₅

Influence de la teneur en P₂O₅ sur les Limites d'Afferberg

fig 18

C.- Stabilisation avec différentes teneurs en anhydride phosphorique.

L'anhydride phosphorique employée est en poudre, donc on apporte pas d'eau supplémentaire à l'argile déjà saturée.

L'action de l'anhydride à faible dose est faible, les résistances sont nettement basses et, de plus, on constate un effondrement à l'eau, même après 24 heures de prise. Il faut arriver à une teneur de 9 % pour que les échantillons ne se délient plus, mais les résistances restent faibles et insuffisantes. On constate nettement à 9 %, une flocculation de l'argile, ce qui permet d'obtenir des densités supérieures. Le durcissement est donc trop faible. Les déformations sont grandes, sauf à 9 % (tableau 11, fig. 19 - 20).

Nous allons essayer d'accélérer le durcissement à la teneur en anhydride de 9 % à l'aide de fluosilicate de sodium.

D.- Essai d'accélération par le fluosilicate de sodium.

Les essais du MIT révélaient que, avec un sol nettement moins humide que le nôtre mais de caractéristiques granulométriques proches (argile silteuse), on avait de bons résultats avec un mélange de :



FeCl_3 étant employé pour imperméabiliser le mélange à l'eau. Les résultats, par ailleurs en essayant R.A.D.A. comme second additif, ont été nuls. Nous avons donc fait une étude en utilisant un mélange à base de 9 % d'anhydride phosphorique avec des pourcentages de fluosilicate de 1, 1,5, 2 et 3 %. De plus, la teneur en FeCl_3 est constante et fixée à 2 %.

Après avoir complété la saturation de l'argile en ajoutant de l'eau et en mélangeant, on ajoute le mélange P_2O_5 et le fluosilicate, produits en poudre préalablement mélangés. On malaxe avec le sol et on ajoute ensuite le chlorure ferrique. La flocculation apparaît au bout de quelques instants (particules de quelques millimètres). Ces particules grossissent et forment des grumeaux de 0,5 à 1 cm, qui gardent leur indépendance. Le mélange ne colle pas. Il n'y a pas ensuite prise en bloc des grumeaux comme dans les mélanges avec différents pourcentages d'anhydride. Au compactage on a certaines difficultés à démolir.

Résultats : (tableau 12 - fig. 21)

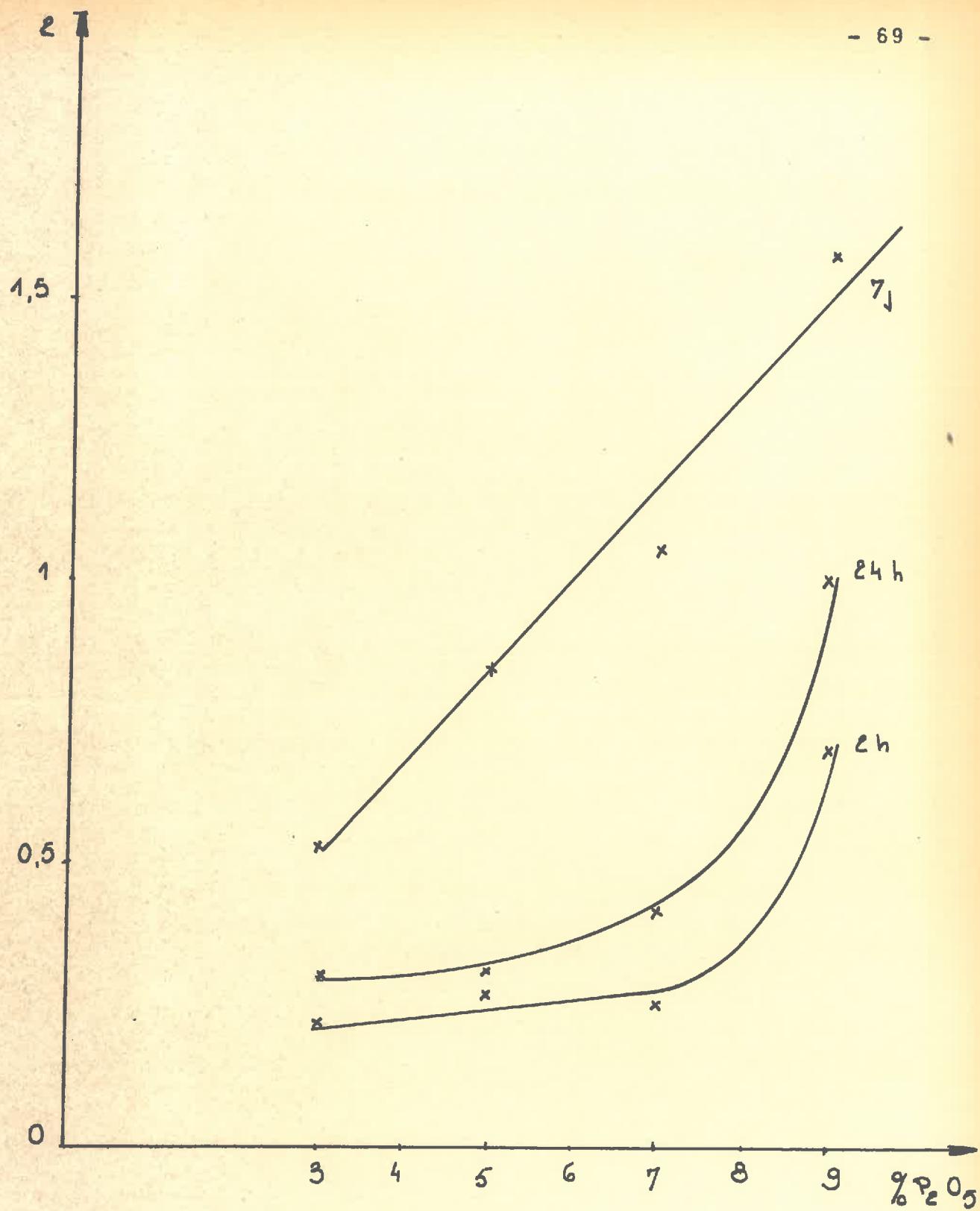
Les résultats dénotent une grande analogie avec ce que nous avons déjà constaté lors de l'action accélératrice de $MgSO_4$ sur le ciment prompt. En effet, les résistances à 2 heures sont sensiblement assez montées, mais il y a délitage complet après 2 heures de prise et 2 heures d'immersion. Les résistances à 24 heures augmentent également, mais la tenue à l'eau après 24 heures d'immersion est moins bonne qu'avec P_2O_5 seule. On constate, pour les courbes de résistance à 2h, à 24h, et à 24h + 24h, un effet maximum pour 1,5 % de fluosilicate de sodium. On voit donc que le gain de résistance est compensé par une plus grande sensibilité à l'eau.

Les résistances à 7 jours enfin, croissent régulièrement.

On notera également que le fluosilicate de sodium augmente les densités sèches.

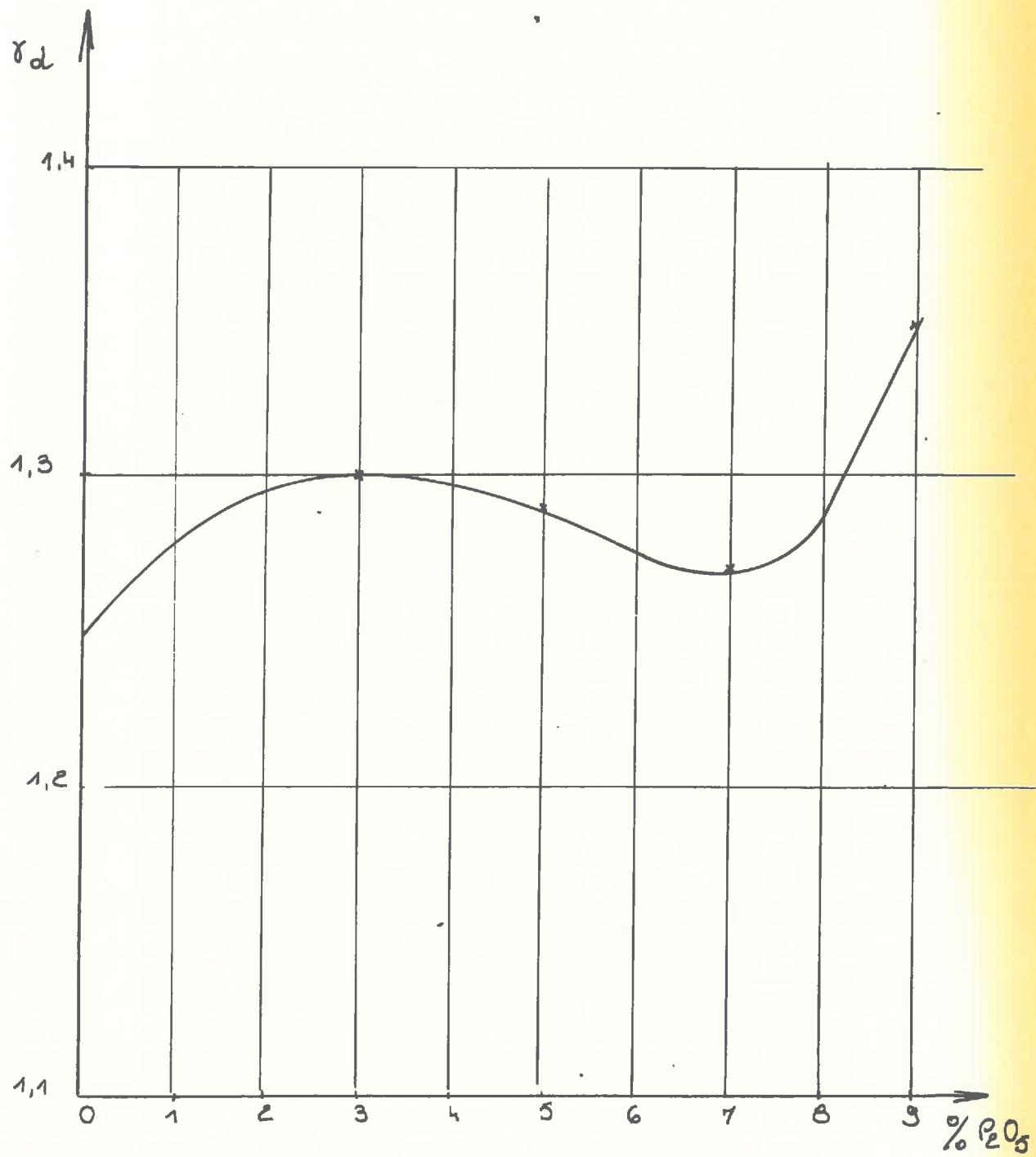
La densité passe par un maximum pour 1,5 % Na_2SiF_6 (fig. 22).

w. dil. sol	% addition	prise + immersion	absorpt. eq w immersion	comp. simple	def. rupture	σ_d	δ_{dm}	α	Per cent, sec's
38%	9% P_2O_5	2 2+2 2 ₄ 2 ₄ +2 ₄ 7 7+2 ₄	dellite delite delite -	0,220 -	1,415 1,312 0,300 0,530 0,220	1,27 1,30 -	-	-	119,3
						1,30	-	-	120,2
						1,30	-	-	122,45
						1,33	0,58	0,58	124,75
38%	5% P_2O_5	2 2+2 2 ₄ 2 ₄ +2 ₄ 7 7+2 ₄	delite delite delite -	0,290 -	1,615 1,312 0,310 0,840 0,100	1,26 1,25 1,25 1,37 1,28	-	-	118,35
						1,25	-	-	117,5
						1,29	-	-	117,5
						1,29	0,80	0,80	130,0
38%	7% P_2O_5	2 2+2 2 ₄ 2 ₄ +2 ₄ 7 7+2 ₄	delite delite delite -	0,250 -	1,415 1,26 0,420 1,050 0,320	1,28 1,26 1,26 1,27 1,30	-	-	120,5
						1,26	-	-	120
						1,27	-	-	118,95
						1,30	0,70	0,70	119,7
38%	9% P_2O_5	2 2+2 2 ₄ 2 ₄ +2 ₄ 7 7+2 ₄	delite delite delite -	0,1900 0,195% 0,400 1,00 0,650	6,7 4,5 4,5 3,3 4,5	1,34 1,30 1,37 1,40 1,31	0,43 0,35 0,35 0,31 0,29	0,43 0,35 0,35 0,31 0,29	125,9 130,5 130,55 132,7 122,8
						1,35	-	-	168
						1,30	0,66	0,66	121,9
						1,30	-	-	-



Evolution de la resistance apres prise
en atmosphère humide en fonction du $\% P_e O_5$

fig 19

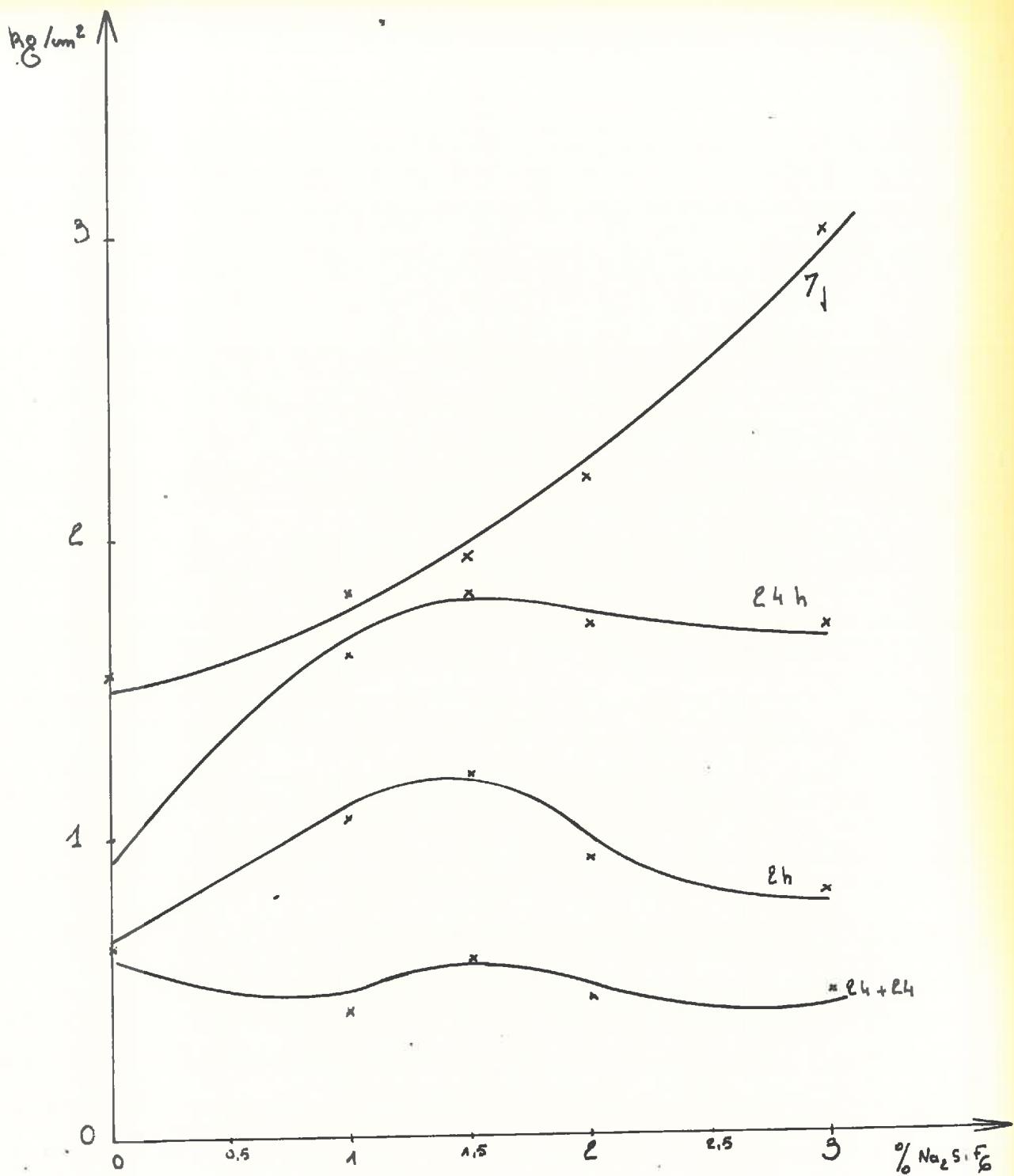


Evolution de la densité sèche
avec la teneur en P_2O_5

... énergie proctor modifiée.

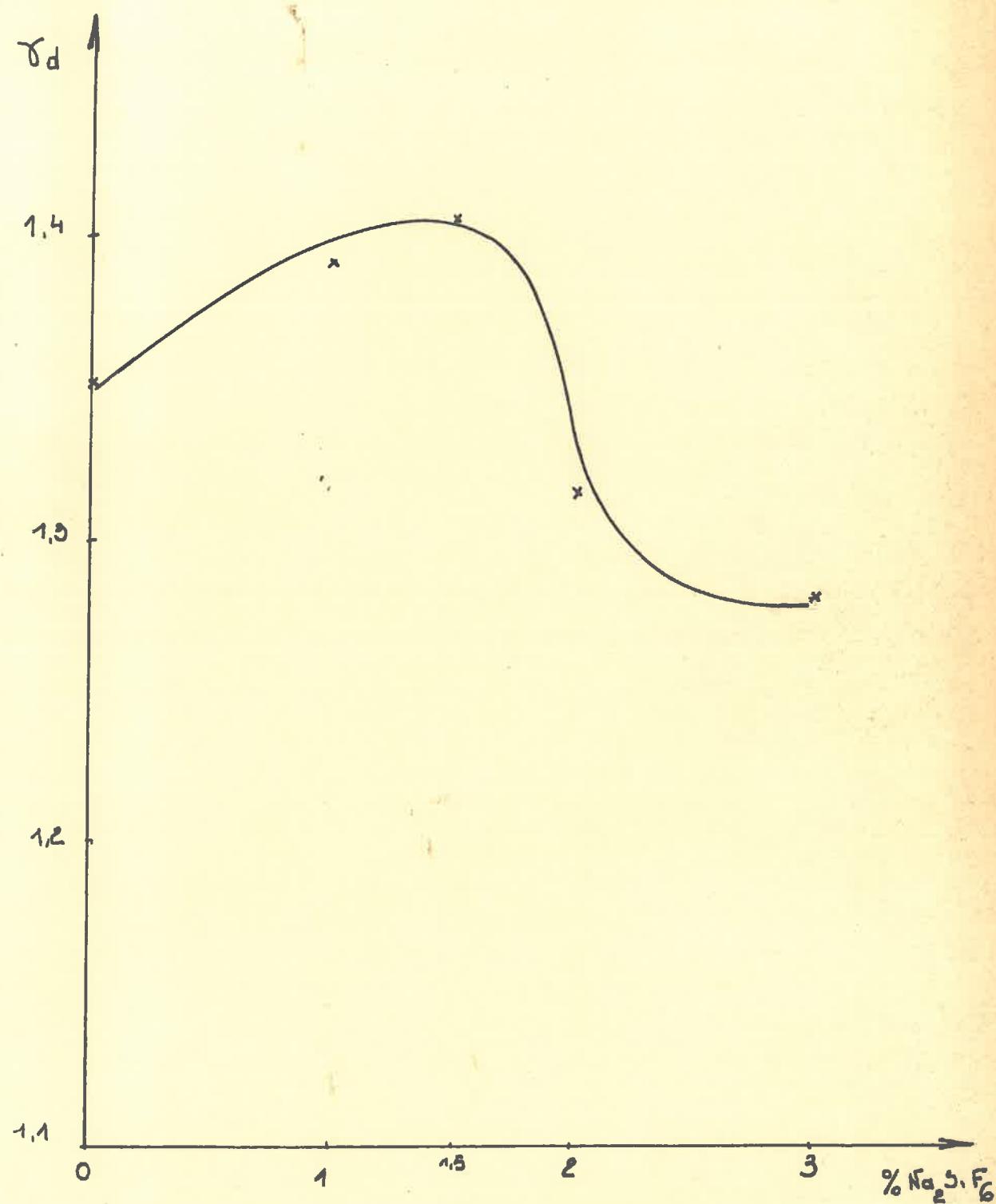
fig 20

												Tab 12	
w du sol	% P ₂ O ₅	%' Addit.	temp deprise et a second d'immersion	prise d'eau a immersion	compl. simple	elect. rupture	Y	Yelm	i				
38%	9%	1% Na ₂ SiF ₆ 2% FeCl ₃	2+2 2 ₄ 2 ₄ +2 ₄ 7 7+2 ₄	elite	1,050 - 1,600 0,1400 1,820 0,700	4,5 - 7,8 5,5 5,9 2,8 1,97	1,33 - 1,140 1,38 1,42 1,97	- 1,39 1,39 1,38 1,42 1,97	- - 0,75 0,75 0,60				
39%	9%	1,5% Na ₂ SiF ₆ 2% FeCl ₃	2+2 2 ₄ 2 ₄ +2 ₄ 7 7+2 ₄	elite 1% - -	1,200 - 1,800 0,570 1,930 0,710	11 - 6 5 6 4,5	1,46 - 1,41 1,33 1,405 1,35	- - 1,405 1,33 1,405 1,35	- - 0,67 0,67				
38%	9%	2% Na ₂ SiF ₆ 2% FeCl ₃	2+2 2 ₄ 2 ₄ +2 ₄ 7 7+2 ₄	elite 2% - -	1,900 - 1,740 0,410 2,180	10 - 9 3,5 7,2 -	0,131 - 1,325 1,315 1,315 -	- - 1,315 1,315 1,315 -	- - 0,76 0,76				
38,5%	9%	2% Na ₂ SiF ₆ 0% FeCl ₃	2+2 2 ₄ 2 ₄ +2 ₄ 7 7+2 ₄	elite 2% - -	0,830 - 1,700 0,470 3,00	12,2 - 7,8 4,5 6,2 -	1,24 - 1,32 1,31 1,28 -	- - 1,285 1,285 1,28 -	- - 0,72 0,72				



Evolution des résistances du sol
à 0.5 g% en fonction du % Na_2SiF_6

fig 21



Densification du sol- P_2O_5 9%

par Na_2SiF_6

fig 22

E.- Conclusions Générales à l'étude de P₂O₅ comme stabilisant des argiles humides.

Malgré sa facilité de mise en oeuvre, son pouvoir desséchant et floculant, l'anhydride phosphorique n'est pas un produit suffisamment énergique pour être susceptible de stabiliser l'argile très humide ; les quantités qu'il serait nécessaire de prévoir pour avoir une action moyenne sont nettement supérieures à 10 % du sol sec et l'action est lente.

Ce produit est, dans l'ensemble, inférieur au ciment. De plus, nous ne voyons pas l'intérêt d'utiliser P₂O₅ en action combiné avec un autre stabilisant ; son pouvoir floculant ou desséchant nécessite des teneurs trop fortes (9 %), la chaux joue un rôle semblable avec de moins grandes quantités (additif secondaire aux résines et aux bitumes).

CHAPITRE V

ESSAI D'IMPERMEABILISATION

DU MELANGE DE SOL ET DE CHAUX VIVE

Dans son étude sur la stabilisation de l'argile de l'Isère par la chaux vive, Martineau avait obtenu les résultats suivants : Sol + 9 % CaO → résistance de $4,5 \text{ kg/cm}^2$ après 2 heures et 45 minutes si au moins 6 mois de prise en atmosphère humide (a.h.)

Cette résistance tombe à 0 après 2 heures d'immersion.

Pour améliorer la tenue à l'eau, un cut back fluide fut employé :

$4,50 \text{ kg/cm}^2$ après 2 h. de prise a.h et $1,250 \text{ kg/cm}^2$ après 2 h. de prise et 2 h. en eau.

Un autre essai effectué par Martineau à l'aide d'un séparan industriel donnait de meilleurs résultats.

Avec 9 % de chaux et 0,75 % de séparan, on obtenait :

$4,5 \text{ kg/cm}^2$ après 2h en a.h et 2 kg après 2h et 2h d'immersion.

Avec 7 % de ciment Portland et 1,25 % de séparan, pour des durées d'essais analogues on avait respectivement : 2,8 et $2,2 \text{ kg/cm}^2$.

Donc l'imperméabilisation du mélange sol-chaux vive, qui donne de bons résultats après 2h de prise, s'avère un problème qui reste à résoudre.

En 1963, le Laboratoire de la Water Experiment Station, a présenté un mémoire, indiquant les résultats d'une étude récapitulative des différents produits hydrophobants et imperméabilisants des sols fins.

Ces produits devaient enrayer l'action de la capillarité, et protéger le terrain, contre l'eau de pluie dans le cas général d'emploi des sols, et aussi à des fins militaires.

Dans une première partie, l'étude est consacrée à la revue des hydrophobants déjà connus, appliqués à des sols allant d'un silt à une argile lourde. Les essais étaient effectués sur un sol sec pulvérisé auquel était ajouté le mélange eau et additif (si celui-ci était liquide) de façon à ce que la quantité de liquide corresponde à une densité optimum. Le sol est conservé 24 heures, compacté, conservé 4 jours, avant mouillage. Enfin, on effectue des cycles de séchage et humidification (4 cycles). Avec l'argile lourde l'aniline furfurol se révèle le meilleur hydrophobant à raison de 3,3 % pour une teneur en eau optimum de 20 %.

Dans une deuxième partie, les américains ont recherché de nouveaux produits, essayés sur une argile lourde et une argile maigre à des teneurs en eau voisines de l'optimum, ces produits étaient classés dans les catégories suivantes :

- 1) agents organiques tensio actifs (type R.A.D.A.)
- 2) asphalte modifiés chimiquement
- 3) composés de H_3PO_4
- 4) ciment modifié chimiquement
- 5) chaux + produits chimiques
- 6) composés de silicate de Na.

Avec la chaux :

En dehors d'un mélange 3 % CaO, 0,75 % SO₄Mg, 3 % cut back, aucun résultat. Les tensio actifs sont sans effet. Le mélange chaux asphalte semble efficace pour empêcher l'absorption d'eau et conserver la résistance à l'immersion (thèse de Martineau). L'aniline furfurole et la chaux n'ont pas été expérimentées. Enfin on note dans les autres paragraphes :

- les tensionactifs seuls sont inefficaces
- les mélanges à base de ciment sont dans le même cas
- les composés de H₃PO₄ sont inefficaces sur les argiles
- aucun effet avec les silicates.

En résumé de l'article, l'aniline furfurole est l'hydrophobant le plus efficace pour les sols fins et au point de vue militaire, son avantage est son efficacité sur tous les sols à la teneur de 3,3 % (employée seule). Ce produit est déjà connu comme liant (emploi avec le sable lors des débarquements sur les plages de Normandie).

L'aniline furfurole est liquide ; c'est un mélange dans la proportion de 2 pour 1 d'aniline et de furfurole. Ces deux liquides réagissent avec dégagement de chaleur et durcissent lentement. Un inconvénient réside dans la toxicité de l'aniline.

On notera, comme on l'a fait remarquer souvent, que nos conditions de travail (sol en place, saturé) sont différentes des conditions américaines (faible w, sol préalablement sec).

Nous avons effectué des essais sur la base du mélange sol et 9 % de chaux vive, en vue d'imperméabiliser ce dernier par le groupement aniline furfurole.

Le processus était le suivant :

- mélange préalable au sol de l'aniline et du furfurool (déjà mélangés à part) avec quelques % d'eau nécessaires à la saturation du sol, et permettant une meilleure dispersion de l'hydrophobant dans le sol (l'aniline furfurool est assez bien soluble).
- adjonction dans le malaxeur de 9 % de chaux vive.

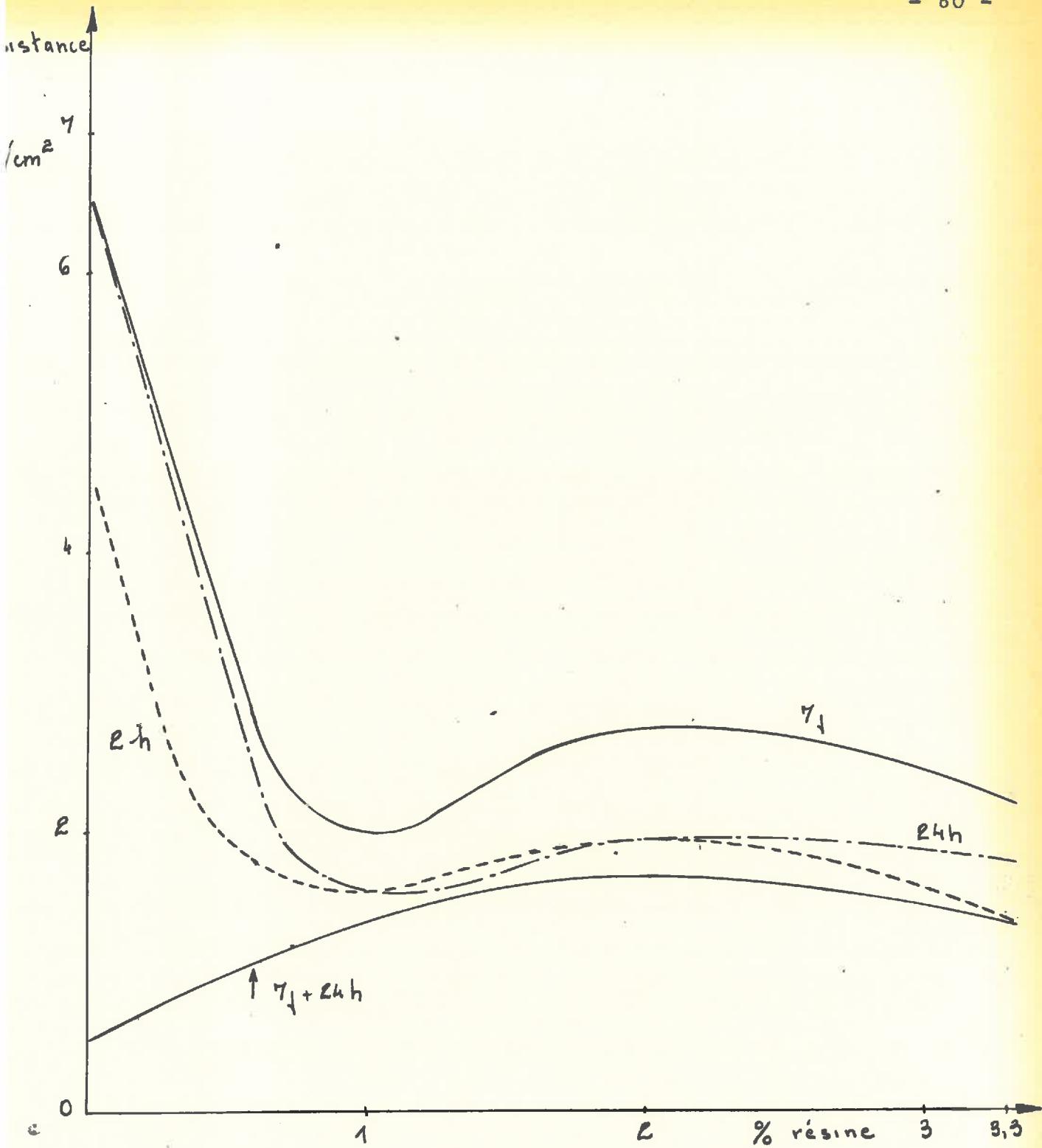
Un essai a été effectué en mélangeant d'abord la chaux au sol (essai à 1 % Aniline furfurool).

Résultats : (tableau 13 - fig. 23)

Ils sont très mauvais, et les chiffres indiquent l'incompatibilité des deux produits en présence. L'aniline furfurool nuit à la prise de la chaux, ce qui fait que les résistances à 2 et 24 heures sont faibles par rapport à celles obtenues avec la chaux seule. Et comme toute la chaux n'a pas réagi, il y a délitage à l'eau. Un seul résultat valable est à 7 jours de prise, car au bout de ce temps la majeure partie de la chaux a réagi et l'action imperméabilisante de l'aniline furfurool peut se développer. Les échantillons après 7 jours de prise et 24 heures en eau, perdent moins de leur résistance, que dans le cas de 9 % de CaO seul (voir Martineau), et absorbent beaucoup moins d'eau, 2 % au lieu de 9 %. Donc l'action combinée de ces 2 produits n'est valable qu'à une longue échéance.

tab 13

W _{soil} soil	% C ₆₀	% Aniline solution	Prise + immersion	absorption law immersion	comp. simple	def. rupture	X ₀₁
40 %	9 %	1 %	2 + 2 24 24 + 24	delite	1,550 1,650	0,09 0,09	1,39
			7, 7 + 24	1,6	2,00 1,400	0,070 0,055	1,40
			2 2 + 2 24 24 + 24	delite	1,9 1,9	0,08 0,09	1,40
40 %	9 %	2 %	7, 7 + 24	2,4 %	2,750 1,570	0,09 0,09	1,41
			2 2 + 2 24 24 + 24	delite	1,400 1,800	0,10 0,09	1,41
40 %	9 %	3,5 %	7, 7 + 24	2 %	2,250 1,400	0,09 0,09	1,37 1,39



Action de l'aniline furfural sur
le mélange argile - chaux 9%

CHAPITRE VI

ESSAI D'UN BITUME, STABILISANT SPECIAL

DES MATERIAUX FINS

La Société Schell Berre a mis au point une gamme de produits bitumineux, destinés à élargir la gamme des sols pouvant être stabilisés avec des liants bitumineux, et permettre ainsi une utilisation économique de sols réputés médiocres pour la construction de chaussée de route. Ces produits, liants EK_2 , CK_2 , EK_3 et le dernier en date CK_3 , s'adressent particulièrement aux sols fins, c'est-à-dire aux sols plastiques.

Ces produits peuvent se disperser très finement dans les sols très fins, et ils confèrent à ces sols une grande hydrophobie, qui ralentit et limite considérablement les remontées capillaires. On emploie ces produits avec un adjuvant (chaux ou sulfate d'alumine). Cet adjuvant confère la rigidité au mélange, alors que le bitume est plus spécialement chargé d'imperméabiliser le tout. Le liant bitumineux, en effet, s'étale sur les films d'eau adsorbée et isole ainsi chaque particule d'argile.

L'emploi de ces produits est cependant limité à des fins routières, c'est-à-dire que l'on prépare le mélange à partir d'un sol choisi (couche de base) et sec. De plus il semble qu'ils ne soient efficaces que sur des sols dont l'indice de plasticité est limité à 25. L'utilisation la plus importante de ces produits est la stabilisation des tout venants plastiques utilisés en technique routière.

Bien que notre travail soit orienté d'une autre manière (stabilisation en place à forte teneur en eau) nous avons pensé qu'une série d'essais permettrait de juger ces produits, sachant que parmi les bitumes, ce sont les produits sensés être les plus efficaces pour les sols plastiques.

A partir de 5 % de CK₃, nous avons fait varier la teneur en chaux de façon à obtenir une résistance suffisante, le CK₃ n'utilisant que quelques % de chaux comme adjuvant.

Résultats (tableau 14 - fig. 24 - 25)

Ils sont aussi mauvais que pour le mélange chaux aniline furfurole. Les résistances obtenues sont faibles et l'imperméabilisation inefficace, surtout à forte teneur en chaux.

Contrairement au cas précédent il n'y a pas pour CK₃ de teneur optimale, tout au moins de teneur la moins défavorable (avec l'aniline furfurole c'était 2 %) en ce qui concerne les résistances. Cependant la quantité d'eau absorbée croît régulièrement avec la quantité de chaux.

Ces résultats semblent donc vérifier l'avis des ingénieurs routiers pour lesquels un cut back ne pénétrerait pas un sol à plus de 10 % d'argile (DURIEZ : Liants hydrocarbonés).

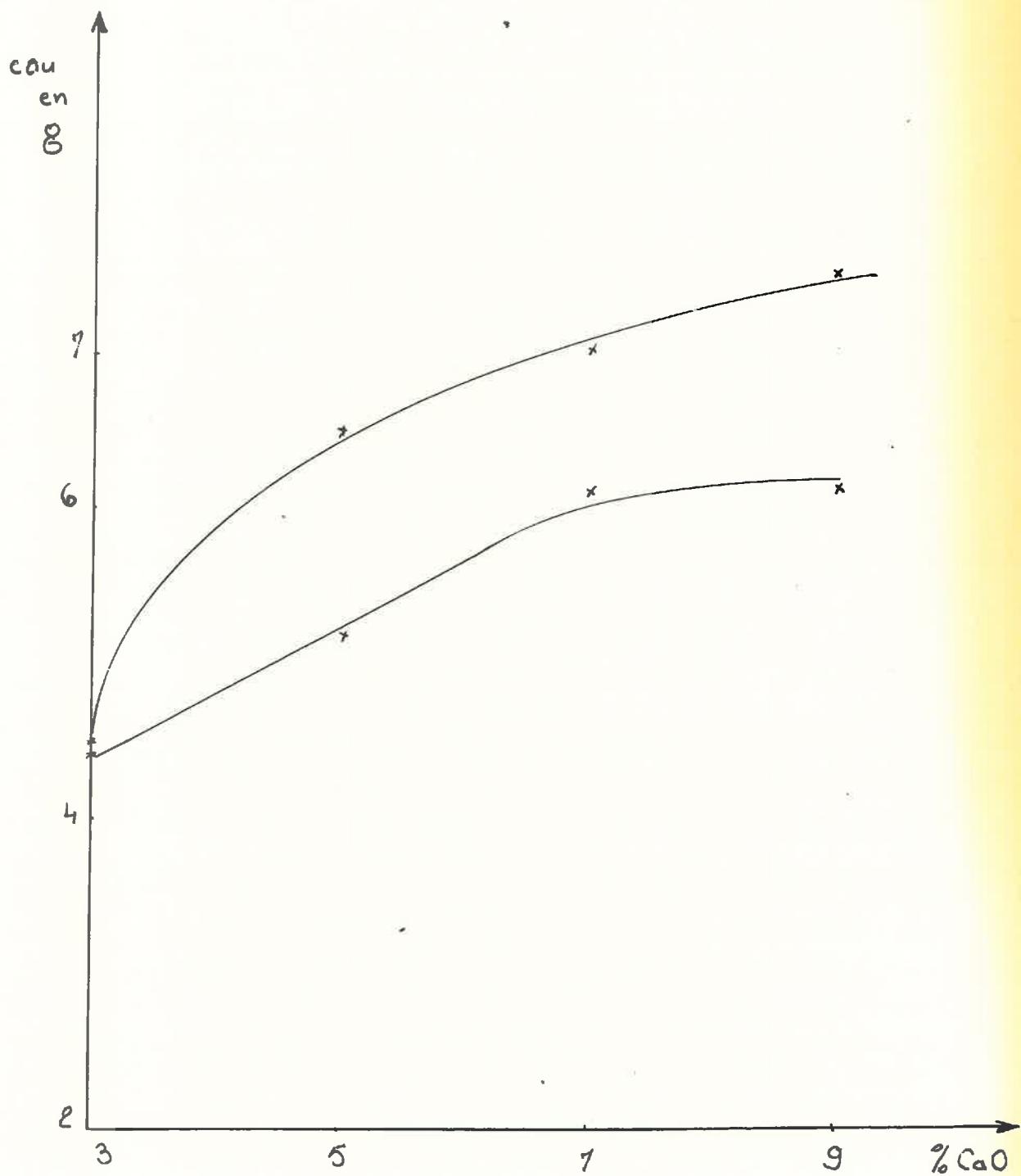
On peut également se référer au même DURIEZ qui indique dans le paragraphe spécial sol-bitume de son livre que :

- la quantité de bitume augmente avec les teneurs croissantes en argile. L'affinité au bitume dépend de la dimension, de la nature chimique des particules argileuses. C'est ainsi que les argiles contenant davantage de silice demandent plus de bitume et que les argiles ferrugineuses contenant plus d'alumine nécessitent moins de bitume.

Les argiles à cations alcalins donneraient de moins bons résultats que celles à cations alcalinoterreux.

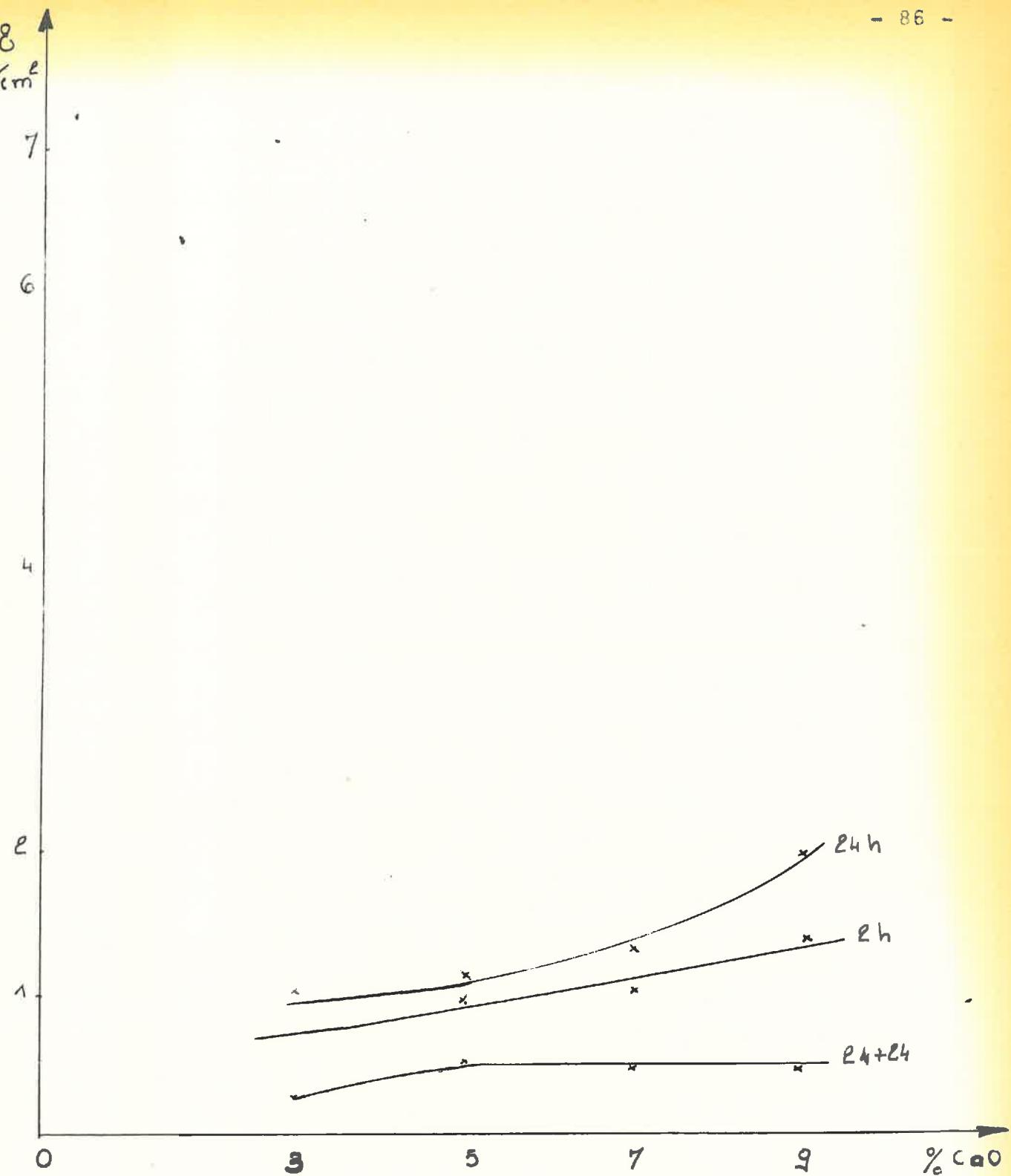
Quoi qu'il en soit, toutes ces considérations sont toujours valables pour un matériau nettement moins plastique (indice inférieur autant que possible à 18, limite de liquidité inférieure à 40) et ces conditions classiques en Amérique montrent l'importance de la granulométrie du sol. Et on peut conclure que, malgré que ce produit soit déjà une amélioration par rapport au bitume courant, il est encore insuffisant ici.

w/d in soil	% CaCO ₃	% CaO	prise + immersion	absorption in immersion	comp simple	def/ rupture	Yd.
37 %	5	3	2	4,5 g	0,700	0,09	1,32
			2+2	-	0,970	0,08	1,32
			24	4,45	0,650	0,033	1,30
37 %	5	5	2	6,5 g	0,950	0,11	1,33
			2+2	-	1,050	0,08	1,35
			24	5,2 g	0,480	0,064	1,32
37 %	5	7	2	4 g	1	0,12	1,35
			2+2	-	1,010	0,078	1,37
			24	6,1 g	0,460	0,045	1,35
37 %	5	9	2	2	1,370	0,10	1,38
			2+2	4,5 g	1,950	0,09	1,385
			24+24	6,15	0,500	0,066	1,38



Absorption d'eau à l'immersion d'un
mélange d'argile, de 5% CK₃ et de chaux

fig 24



Stabilisation au liant CK_3 .

% CK_3 : 5 %. % CaO : variable.

CHAPITRE VII

STABILISATION AUX LIANTS RESINEUX

1. Situation actuelle.

Dans son étude sur la stabilisation des argiles, GAUDIN avait obtenu des résultats excellents avec la résine AM9. Sur le sable avaient été successivement essayées, une résine résorcine formol, urée formol, et polyester. En vue d'étendre le champ d'application des liants résineux, nous allons mettre à l'épreuve avec l'argile les résines que nous avons pu trouver sur le marché français. Les fabricants de résines ignorent complètement le problème de la stabilisation des sols et les produits que nous essayons, n'ont pas été conçus en vue de ce travail mais sont susceptibles, au dire de leurs fabricants, d'avoir quelque chance d'y réussir néanmoins.

Nous nous sommes attachés évidemment à rechercher des produits qui, d'après des essais antérieurs, avaient fait leur preuve. Il s'agissait en particulier des résines résorcine formol, ou à base d'acrylate de calcium, ou acryliques. L'acrylate de calcium n'est pas commercialisé, ni en France, ni aux U.S.A. Nous avons effectué des recherches également en Allemagne, la réponse ne nous est pas encore parvenue. Ce produit semblerait être l'un des mieux adaptés à la stabilisation rapide. Les résines acryliques comprennent l'AM9 qui est un polyacrylamide, et les résines Terrabind que nous n'avons malheureusement pas pu nous procurer. Progil a mis au point un produit analogue à l'AM9 américaine. Ce produit est en cours d'essai. Les fabricants d'autres

résines acryliques ne voient pas l'application à notre problème (Protex, Organo Synthèse, ...).

Par contre Protex, la Bakelite, Imperial Chemical que nous avons consulté, nous ont conseillé des résines urée formol, et phénol formol que nous allons mettre à l'épreuve. Au total nous nous sommes adressés à une trentaine de fabricants. Il semble qu'une collaboration étroite avec les laboratoires de recherches chimiques (comme nous pensons la réaliser avec la société Progil) permettrait seule de faire avancer le problème, ce qui nécessiterait de notre part une étude plus approfondie des phénomènes mal connus de la physicochimie des argiles.

Dans le bulletin 108, le Highway Research Board, et plus précisément R.C. MAINFORT, considère les matériaux résineux de deux façons, les hydrophobants et les liants.

a) Hydrophobants - Ce sont des résines naturelles ou synthétiques dont la fonction principale est de maintenir la constance de la teneur en eau du sol à la teneur optimum ou plus bas, ou d'empêcher l'entrée de l'eau. Parmi les hydrophobants résineux Mainfort cite : Stabinol, Resin 321 (sel neutralisé de l'acide abiétique), Vinsol, et des résines naturelles (Belro, Copal), sulfate de lignite....
Parmi les synthétiques l'amiline furfurol, on l'a vu, serait le meilleur agent hydrophobant (Water Exp. Station)

b) Liants - Les résines de ce type cimentent les particules sol et certaines sont également hydrophobantes.

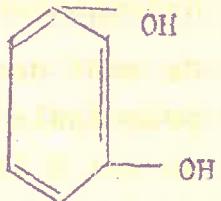
T.W. LAMBE a fait un résumé avec quelques commentaires des différentes résines déjà employées en stabilisation. Il y insiste sur la grande efficacité de l'acrylate de calcium.

2. Essai à l'aide de la résine Résorcine Formol.

Cette résine qui est très efficace avec le sable, est capable de durcir le sol en atmosphère humide et à la température ordinaire. Des éprouvettes traitées, conservées en atmosphère humide, deviennent tout à fait solides quelques heures après le mélange. Les échantillons prennent aussi bien en atmosphère sèche. La résorcine et le formol à 30 % sont facilement obtenus dans le commerce. Les proportions 500 g de formol pour 380 de résorcine nous ont été fournies par Rhône Poulenc qui a effectué quelques essais sur l'argile de l'Isère. Le catalyseur de la réaction est de la scude à 36° Baumé. Le principal avantage des résines de ce type est leur durcissement à température ambiante à un pH voisin de 7.

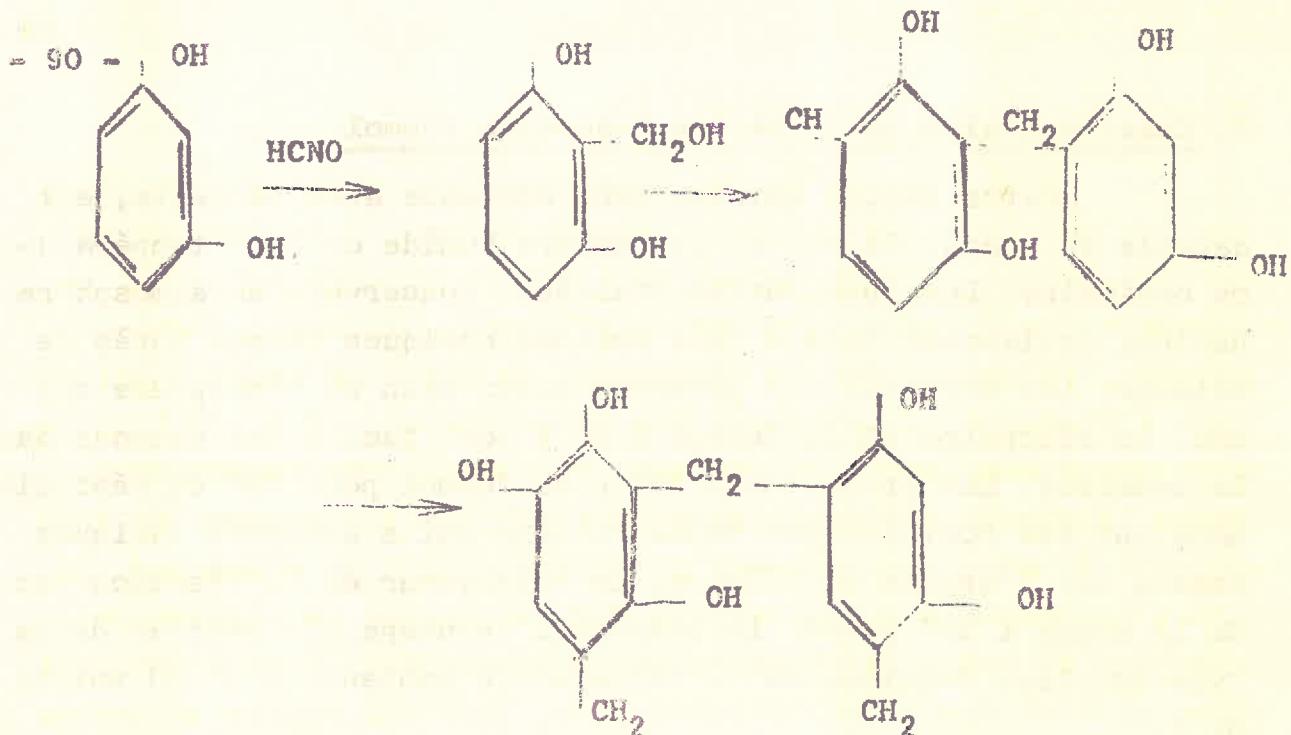
Le résorcinol est un solide cristallisé, blanc, fusant à 110°C. Il n'est pas toxique.

Formule développée :



Il présente une très grande réactivité avec les aldéhydes et le formaldehyde en particulier, si bien que si l'on chauffe un mélange de résorcinol et de formaldehyde, la réaction exothermique produite se développe rapidement et conduit à la métastase complète de la résine.

Par suite de la grande vitesse de réaction entre le résorcinol et le formaldéhyde il est très difficile d'isoler les produits intermédiaires, cependant Dubrisay a montré qu'il y a d'abord production de méthylol 2 dihydroxydiphényle benzène, qui se condense pour donner des dihydroxydiphényle méthane substitués, puis des dérivés diadesmosés suivant le schéma suivant.



Les résines résorcinol formaldéhyde peuvent, comme les phénolformaldéhydes subir leur métastase en milieu acide ou alcalin ; cette transformation se produit également à froid en milieu légèrement alcalin (pH de 7,2).

Suivant les indications de Rhône Poulenc, il semble que la stabilisation des argiles humides puisse se faire en utilisant l'eau du sol comme solvant du mélange résorcine formaldéhyde. Par conséquent, on n'utilise plus les sirops employés dans le cas du sable, par Gaudin.

On mélange au formol, la résorcine en paillettes dans la proportion 500/380. On déclenche la réaction par une solution de soude à 36° Baumé.

Le problème avec cette résine est de réduire le temps de prise trop long pour des buts militaires. On jouera dans ce sens, sur la quantité de soude ajoutée au mélange résorcine formaldéhyde.

Résultats - (figure 26 tableau 15)

Nous avons effectué plusieurs essais suivant la façon dont on ajoute le catalyseur. Avec le mélange R.F. (résorcine formol), avant mélange au sol ou après le mélange R.F.-sol. Le deuxième cas est nettement moins efficace, cependant, dans le premier, le danger est de déclencher la réaction avant l'adjonction à l'argile, il s'ensuit une prise brutale et solidification avec grand dégagement de chaleur. Si l'on ajoute lentement la soude la réaction risque (et cela c'est produit souvent au-delà de 10 % de soude par rapport au mélange R.F.) de s'amorcer. En effet la température intervient pour augmenter la vitesse de réaction et comme la réaction est exothermique, il y a autocatalyse si l'on peut dire. D'autre part, lors des essais effectués en ajoutant très rapidement la soude au mélange R.F. et rapidement le tout avec l'argile, la réaction est moins bonne ensuite dans le sol et les résistances inférieures.

Il semble donc impossible avec le catalyseur choisi et la température ambiante, (environ 15 à 20°) d'améliorer la vitesse de prise du mélange. Les spécialistes de Rhône Poulenc consultés à ce sujet, pensent que les échanges thermiques dans le sol se faisant beaucoup plus lentement, cela explique la prise lente. Cependant, Rhône Poulenc étudie la question de l'emploi d'autres catalyseurs. La deuxième partie de l'étude consistait à faire varier la quantité de résine (choisie dans la première partie à 15 % du sol sec) en passant de 5, 7, 5, 10 et 15 % successivement mais en gardant le pourcentage de soude constant à 10 % par rapport au poids de résine.

On constate que : (tableau 16 - figure 27) :

- les résistances après 24 heures de prise croissent régulièrement et linéairement en fonction de la teneur en résine.

- les résistances après 24 heures et 24 heures en eau croissent également d'une façon linéaire en fonction de la teneur en résine.
- les densité sèches diminuent quand le pourcentage de résine s'élève.
- la quantité d'eau absorbée à l'immersion augmente aussi avec le pourcentage de résine jusqu'à 10 %, puis décroît.
- la prise et le durcissement se poursuivent quand l'échantillon est immergé.

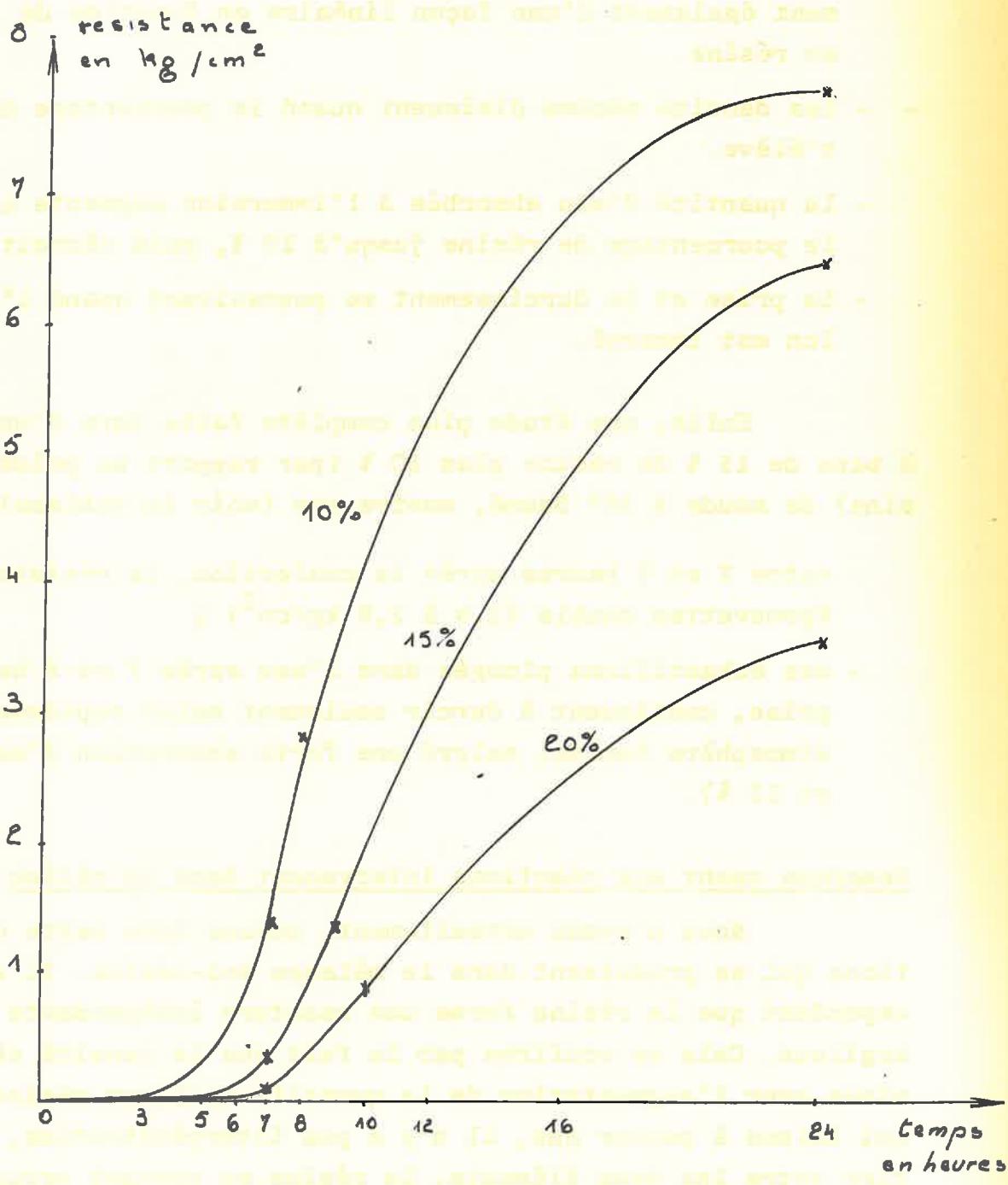
Enfin, une étude plus complète faite lors d'un mélange à base de 15 % de résine plus 10 % (par rapport au poids de résine) de soude à 36° Baumé, montre que (voir le tableau) :

- entre 7 et 8 heures après la confection, la résistance des éprouvettes double ($1,4$ à $2,8 \text{ kg/cm}^2$) ;
- des échantillons plongés dans l'eau après 7 et 8 heures de prise, continuent à durcir seulement moins rapidement qu'en atmosphère humide, malgré une forte absorption d'eau (10 et 12 %).

Remarque quant aux réactions intervenant dans le milieu -

Nous n'avons actuellement, aucune idée nette des réactions qui se produisent dans le mélange sol-résine. Il semblerait cependant que la résine forme une ossature indépendante du milieu argileux. Cela se confirme par le fait que la densité sèche diminue avec l'augmentation de la quantité de liant résineux, ce qui laisse à penser que, il n'y a pas interpénétration, ou réaction entre les deux éléments, la résine en prenant occupe la place et le volume qui lui sont nécessaires en éliminant un volume équivalent de sol. La résine étant faiblement dense, la densité totale se trouve donc progressivement abaissée au fur et à mesure que croît la quantité de liant.

Mélange Sol. Resorcine formol 15%



Evolution de la prise en fonction du pourcentage de soude.

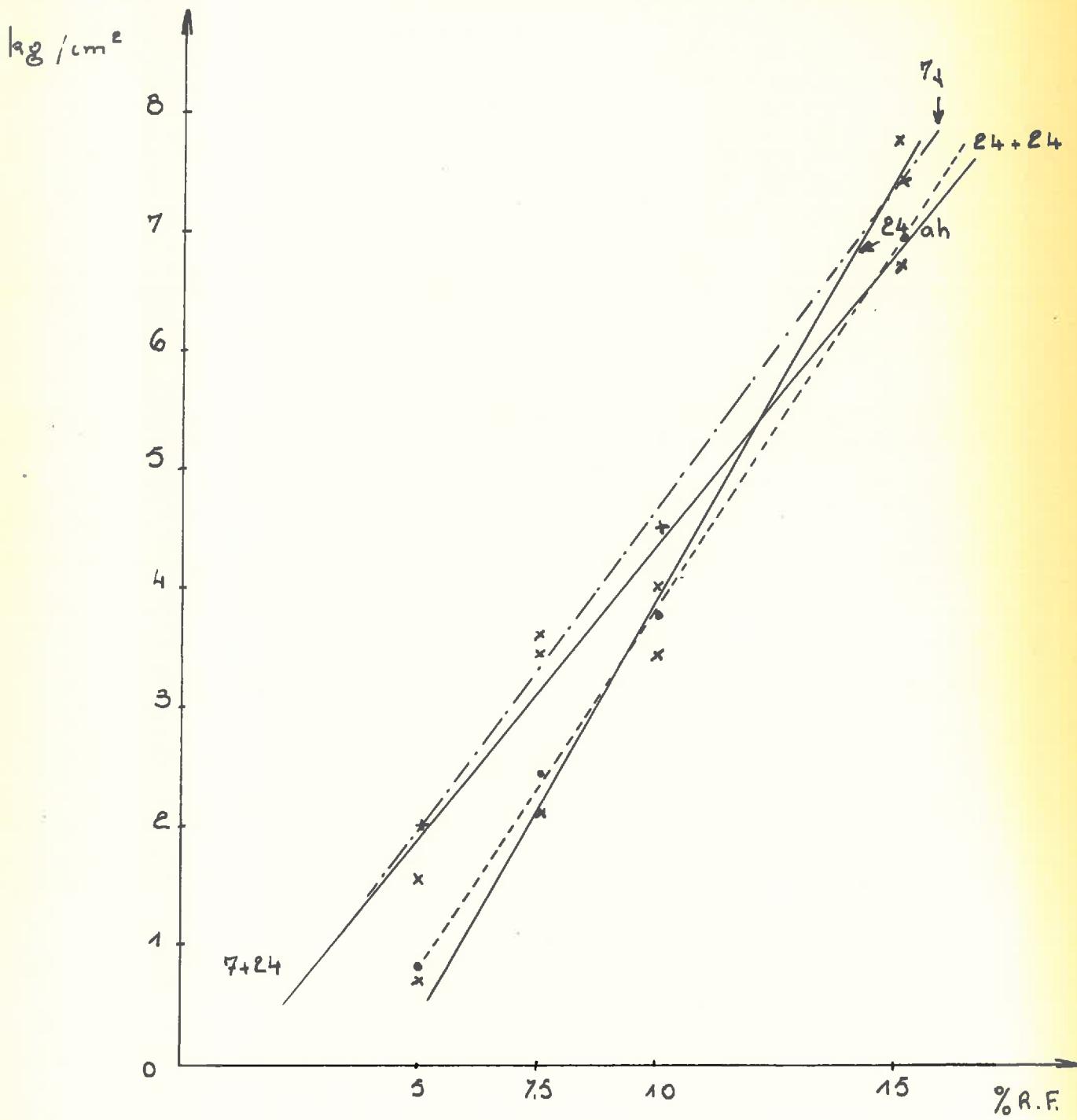
fig 26

Wclicsol	Stabilisant	Prise + immersion	Prise d'eau à l'immersion	Resist. comp. simple	densité sèche
		7 h		1,4 kg/cm ²	1,15
		7 + 14	12 %	4,0 "	1,15
		8		2,8 "	1,17
	resorcine				
	formol	8 + 16	10 %	4 "	1,16
		+			
		24		4,8 "	1,16
		10 %			
	soudé				
	36° Baume	24 + 24	2,3 %	4 "	1,175
	(catalyseur)				
		7,4	"		1,165
		41 + 24 h	2,4 %	6,7 kg/cm ²	1,145

Tab 16

w du sol	stabilisant	temp de prise et d'immersion	absorption eau d'immersion	resistance simile	deformat.	densite seche
38 %	5% R.F.	24h	1,25%	0,700	0,044	1,285
	10% NaOH	24+24		0,780	0,03	1,29
	"	7,4		2	0,044	1,28
	"	7,4 + 24	1,11%	1,550	0,035	
38 "	7,5 R.F.	24		2,100	0,10	1,22
	"	24+24	1,19%	2,450	0,018	1,22
	10% NaOH	7,4		3,460	0,067	1,23
	"	7,4 + 24	1,22	3,300	0,07	1,22
38 "	10% R.F.	24		3,400	0,11	1,17
	"	24+24	2,6%	3,750	0,078	1,18
	10% NaOH	7,4		4,500	0,078	1,19
	"	7,4 + 24	1,35	4,000	0,078	1,18
38 %	15% R.F.	24		7,8	0,11	1,16
	"	24+24	2,3%	7	0,09	1,175
	10% NaOH	7,4		7,4	-	1,155
38 %	"	7,4 + 24	2,4%	6,7	-	1,145

resistance



Resistance du mélange argile résine
en fonction de la teneur en résine

fig 27

3. Résines industrielles.

A. Résine Protex 330 A Ca.

La résine 330 A Ca est une résine fabriquée par la Société PROTEX. C'est une résine urée formol suractivée qui s'utilise avec un catalyseur spécial, le durcisseur 1000, à raison de 5 % de durcisseur préalablement délié dans son propre poids d'eau. Le catalyseur est une poudre blanche, tandis que la résine se présente sous forme d'un liquide blanchâtre à la viscosité moyenne.

Elle est miscible à l'eau. Le temps de prise sans charge est de l'ordre de 30 minutes. Nous avons effectué un essai avec cette résine à raison de 15 % par rapport à l'argile et 5 % de catalyseur par rapport à la résine et délié dans son propre poids d'eau.

L'effet sur l'argile du mélange résine-durcisseur est analogue à l'effet de la chaux ou du ciment. Il se produit une flocculation ce qui fait que, on peut confectionner des échantillons par compactage dynamique alors que précédemment avec la résine résorcine formol on obtenait des échantillons par remplissage statique (à la main) d'un tube carottier et démoulage après prise.

Les échantillons ne prennent pas et la résistance faiblé ($0,600 \text{ kg/cm}^2$) au bout de 3 heures ne varie pas au cours du temps ($0,650$ au bout de 19 heures de conservation).

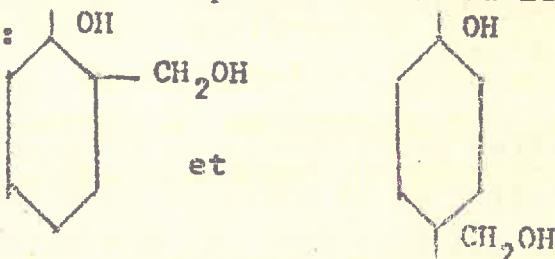
B. Résine 6307 de la Bakelite.

Le développement des résines phénol formaldéhyde date de 1908, année où fut déposé le premier brevet de Backland. Elles

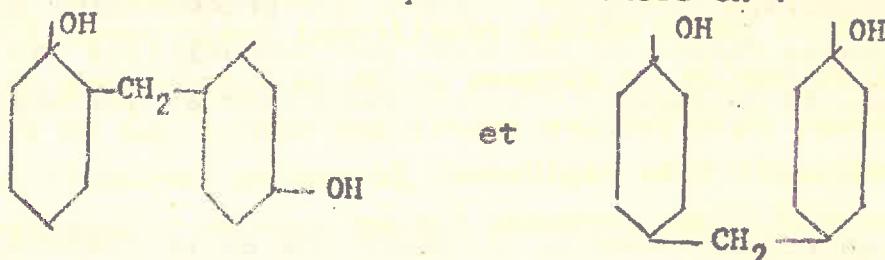
sont depuis, largement utilisées sous forme de colle industrielle par suite de leur grande adhésivité sur les fibres cellulaires, ainsi que sur les métaux et bois métal. La Bakélite nous a fourni une résine phénolique utilisée pour l'étanchage des puits de pétrole.

La condensation du phénol et du formaldéhyde est très lente en milieu neutre. Elle se produit avec élimination d'eau. On accélère industriellement la réaction par un acide ou une base. Le mécanisme de la formation des résines phénol formaldéhyde est loin d'être élucidé. Nous indiquerons ici, schématiquement les divers stades de la transformation qui sont le plus généralement admis.

En milieu acide il se produit d'abord les méthylol 2 et méthylol 4 phénol :

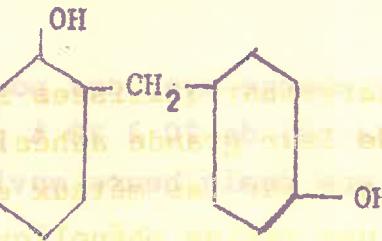


Ils se condensent avec le phénol en excès en :

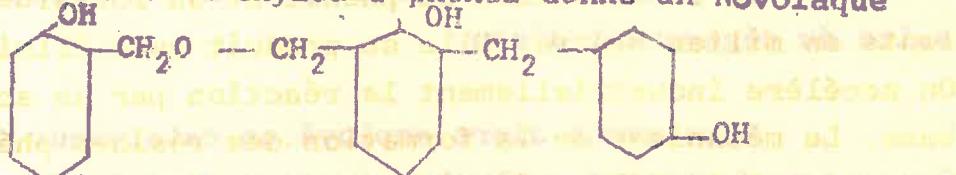


Le produit de droite (dihydroxy 2nd diphenylméthane) est toujours prédominant.

Il se transforme en :



qui réagissant avec le méthylol 2 phénol donne un Novolaque



Elles peuvent être transformées ultérieurement en des résines infusibles par addition d'un excès de formaldéhyde.

Pour obtenir le durcissement de la plupart des colles phénol formaldéhyde commerciales, on doit au moment de l'emploi, apporter un complément de formaldéhyde par addition de paraformaldéhyde ou d'hexaméthylène tétramine ou catalyser la condensation en ajoutant un corps à réaction acide ou basique.

La nature et la quantité des corps à réaction acide à ajouter, dépend du pH du milieu réactionnel ayant servi à préparer la résine, ainsi que de la vitesse et de la température de durcissement désirées. En effet, les essais ont montré que la vitesse de métastase croissait très rapidement, lorsqu'on diminuait le pH de la résine au delà d'une certaine valeur appelée : barrière de pH, par Little et Pepper.

Pour obtenir un durcissement à basse température il est nécessaire d'employer des acides donnant un pH de 1,2 à 1,5.

La résine 637 au dire de ses fabricants, prend à froid par addition d'un catalyseur toujours à base de H_3PO_4 à plus ou moins grande concentration suivant le temps de prise.

Sans charge avec des pourcentages de catalyseur (H_3PO_4 à 60° Baumé) de 20 à 30 % par rapport à la résine on a des prises en une demie heure environ.

Dans les mêmes conditions (même catalyseur) à raison de 20 % de H_3PO_4 par poids de résine et 15 % de résine par poids d'argile, la prise ne s'effectue pas. Le matériau gonfle par suite du dégagement d'eau.

Nous avons alors employé un catalyseur plus énergique, à savoir, de l'acide chlorhydrique concentré. Durant la conservation en atmosphère humide il ne se produit pas le gonflement précédemment constaté. Cependant comme dans le cas précédent, la prise ne se produit pas.

C. Phénaron L 117 (fig. 28).

Produite par Protex, cette résine est une résine résorcine formol modifiée s'utilisant avec 10 % de durcisseur H.15. La durée de prise est alors de 2 à 8 h en fonction de la température.

Cette résine présente une forte viscosité. Le catalyseur est poudreux. Le mélange à la résine est assez long du fait de la viscosité mais le temps de mélange ne doit pas dépasser 10'. On laisse reposer 10' avant le mélange au sol, de façon à permettre une bonne imprégnation par le catalyseur.

Le mélange à l'argile se révèle facile et aucune trace du produit n'est décelable après le travail. La prise, contrairement à la résine résorcine formol, précédente, est régulière. Mais les résistances après la prise sont inférieures. Nous avons effectué deux séries d'essais avec des quantités différentes de ca-

meilleure et constante que celle obtenue dans
le no 2000 n.1 à température de 00 à 0% ab (température
d'origine étant ainsi que ce matériau est

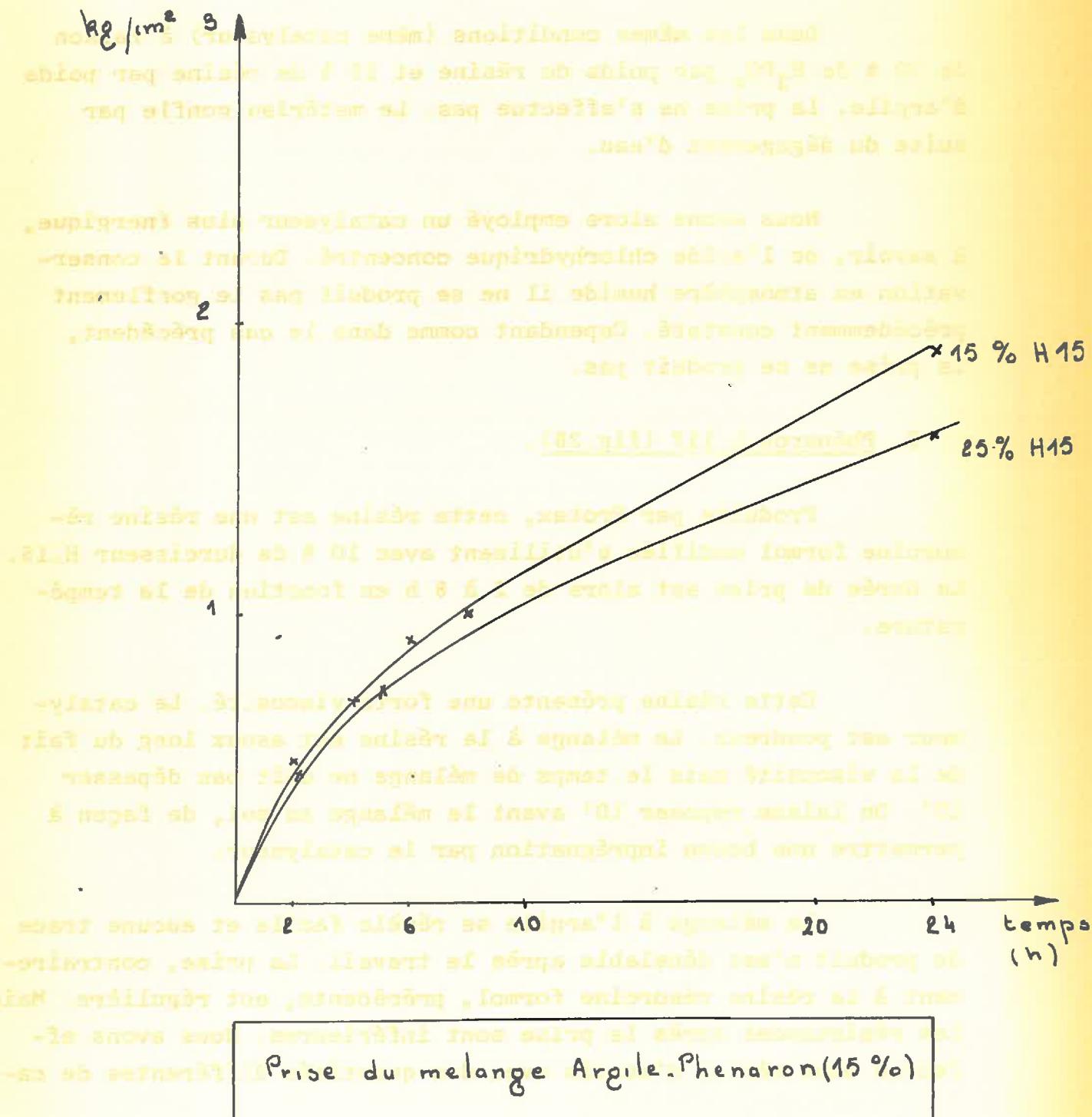


fig 28

talyseurs. Un phénomène analogue à celui relevé dans la prise de la résorcine formol, se produit ici. En effet, la quantité de catalyseur diminue la vitesse de prise.

De façon analogue au phénomène observé dans la première résine résorcine formol, le durcissement se poursuit quand le mélange est immergé.

Les densités sèches tournent autour de 1,20 et sont donc plus fortes que dans le cas de la première résine résorcine formol.

CHAPITRE VIII

QUELQUES ESSAIS COMPARATIFS

AVEC UN MATERIAU FIN NON ARGILEUX

Afin de déterminer l'influence plus ou moins grande de la partie argileuse, lors des essais de stabilisation sur des sols fins humides, nous avons repris quelques uns des essais précédents en travaillant sur un limon, matériau silteux pratiquement sans plasticité.

Ce silt se présente sous une teneur en eau du même ordre que celle de l'argile, 30 %. Sa limite de liquidité se plaçant à 40 %.

I. Stabilisation au ciment prompt avec additif (tab.18 fig.29).

Dans la prise du ciment prompt ou Portland, la teneur en eau a beaucoup d'importance. Aussi compte tenu des essais sur l'argile nous avons adopté un pourcentage de ciment prompt de 7,5 % par rapport au poids de sol sec et par conséquent, 1,125 % de sulfate de magnésium (toujours en tenant compte des essais avec l'argile). Le compactage s'est effectué dynamiquement comme pour les essais avec l'argile de l'Isère.

La courbe résistance en fonction du temps se présente d'une façon identique à celle obtenue dans le cas de l'argile. L'ordonnée du point d'abscisse 2 h, est plus faible (1 au lieu de 1,350) du fait de la quantité moindre de ciment mise en jeu. Mais la deuxième partie de la courbe correspondant au durcissement du ciment, courbe que l'on peut assimiler à une droite,

présente dans les deux cas, une pente identique. Ceci prouve donc l'identité du comportement de l'additif vis à vis des deux variétés de sol présentés.

La tenue à l'eau pour des faibles temps de conservation en atmosphère humide, est identique dans les deux cas. Les échantillons prennent beaucoup d'eau et la résistance chute. La tenue à l'eau, après 24 heures de conservation, est meilleure (la résistance tombe de moitié). Ceci prouve l'évidence que plus le mélange a durci, moins il est sensible à l'eau. Les densités sèches sont de l'ordre de 1,45.

II. Stabilisation du limon avec un mélange de chaux et de CK₃.

Cet essai s'est effectué avec 7 % de chaux vive ajoutés d'abord, puis 3 % de CK₃ préalablement chauffé à 60° pour faciliter le mélange au sol.

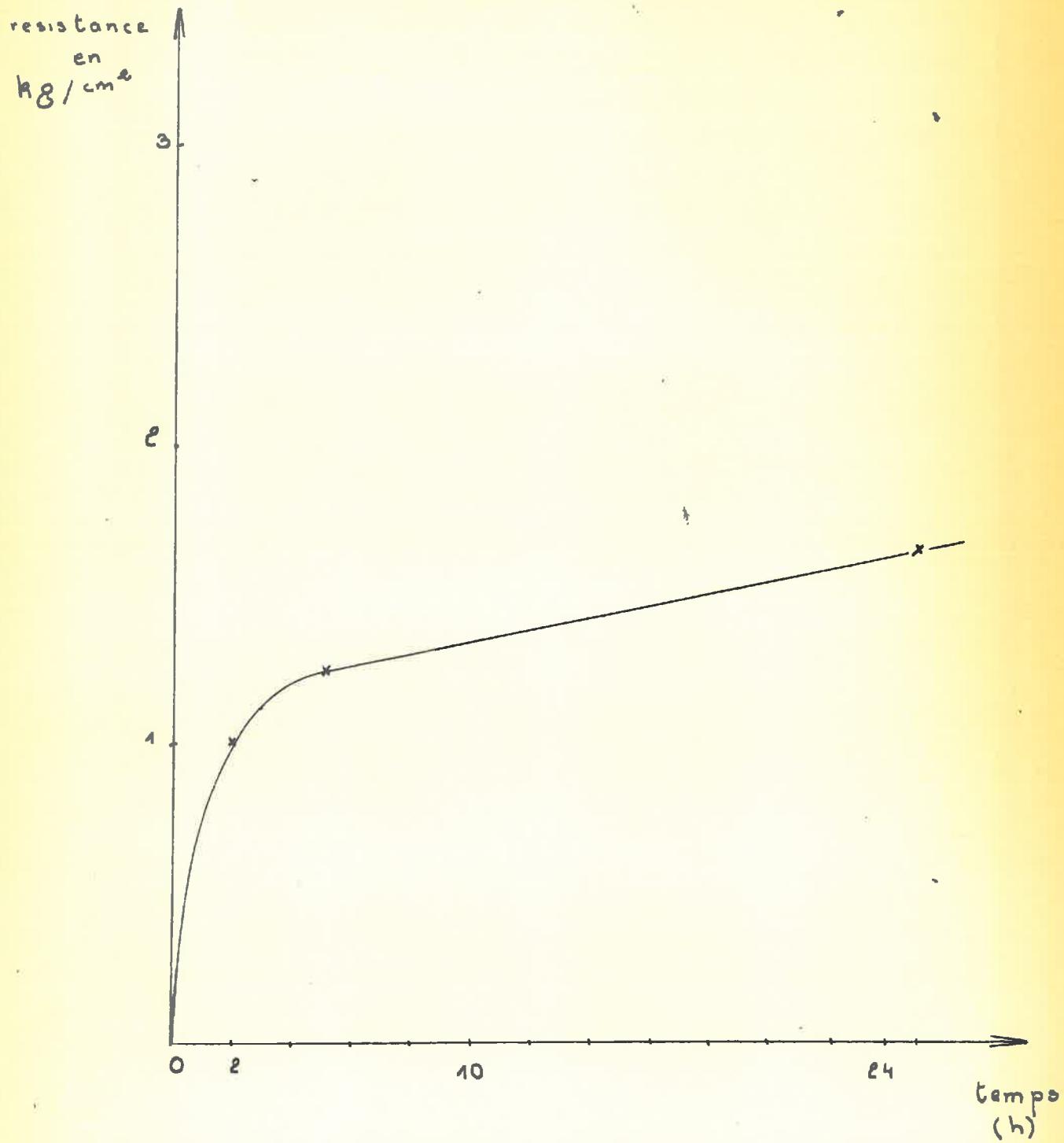
Nous avons examiné la prise de ce mélange. Les résultats sont très médiocres, la chaux et le CK₃ anihilant mutuellement leur action comme dans le cas de l'argile de l'Isère. Les échantillons ne tiennent pas à l'eau. Les densités sèches sont de l'ordre de 1,48 (fig. 20).

En conclusion, le comportement ici diffère peu de celui de ces additifs avec l'argile.

III. Stabilisation du limon à l'aide de la résine résorcine formol (fig. 30).

Nous avons effectué avec le limon la même série d'essais qu'avec l'argile, à savoir différents pourcentages de résine

additifs	Temps de prise + immersion	prise d'eau	compression simple	clot rupt.
sol	3 h + 3 h	2 heures	1,050	9 %
soil	2 h + 24 heures	5 heures	1,650	10 %
sol	2 h + 24 heures	4 heures	1,050	9 %
sol	2 h + 24 heures	4 heures	0,800	3,5 %



Prise du mélange Limon. Prompt 7.5%

fig 29

(5, 10, 15) avec une quantité de catalyseur constante (voir l'étude sur l'argile).

Quand on dépasse 10 % d'additif, on dépasse la limite de liquidité du matériau, mais cela ne nuit pas à la prise qui s'effectue même plus rapidement pour 15 % que pour 10 et 5. Les temps de prise sont supérieurs à 8 heures qui était le temps moyen de début de prise de l'argile et de la résine.

Résultats comparatifs.

Pour une même quantité de stabilisant, les résistances avec 5 et 10 % de résine sont supérieures dans le cas du limon, mais inférieures à celles de l'argile pour 15 %.

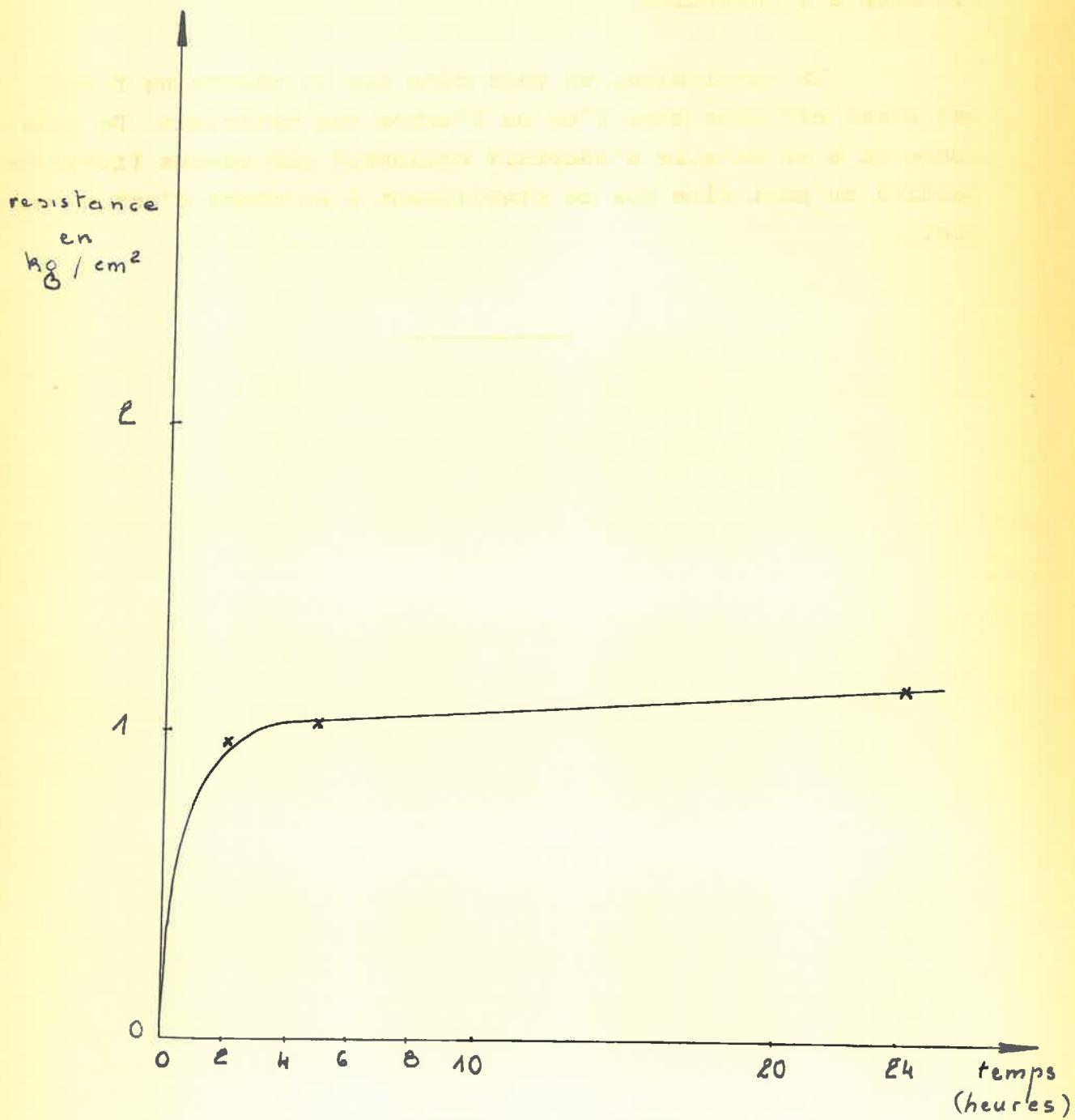
La courbe résistance en fonction de la teneur en résine en fin de prise n'est pas une droite dans le cas du limon. En effet vers l'abscisse de 10 % la courbe s'infléchit. Nous pensons que cela vient du fait que la limite de liquidité étant atteinte (40 %), l'armature résineuse ne rencontre plus suffisamment de particules de matériau autour desquels elle se fixe et par suite, cet édifice est moins résistant.

Comme pour le mélange argile-résine, la densité sèche décroît quand la quantité de résine croît. Elle passe de 1,38 à 1,30, puis de 1,28 quand le pourcentage de résine passe de 5 à 10 et à 15 %.

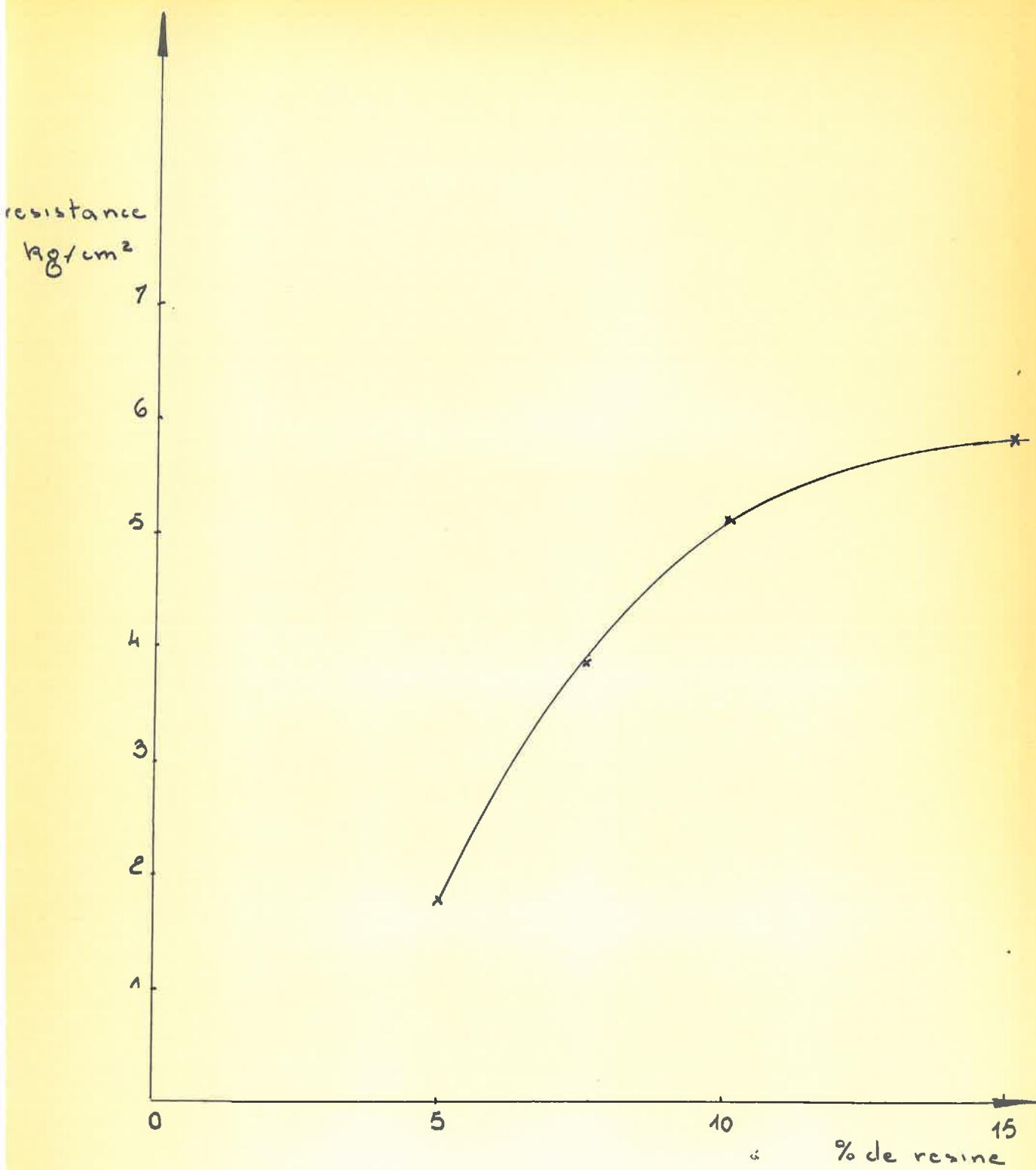
Le mélange limon-résine est beaucoup plus déformable que le mélange argile-limon. La déformation relative atteint en effet 15, 16 % avec le limon, tandis que au maximum elle atteint 10, 11 % avec l'argile (fig. 31).

Dans les deux cas, les échantillons conservent leur résistance à l'immersion.

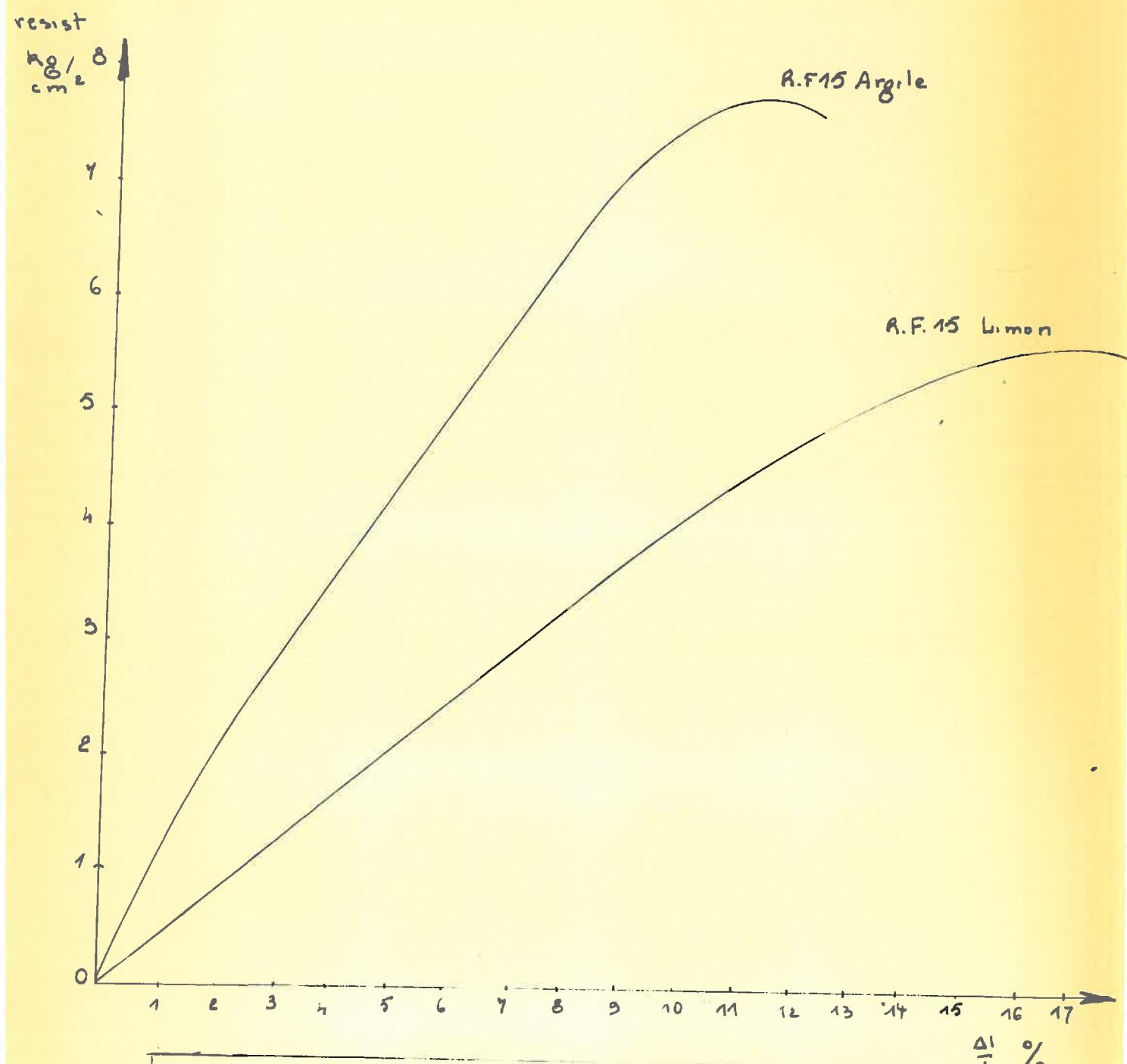
En conclusion, on peut dire que la résorcine formol est aussi efficace avec l'un ou l'autre des matériaux. De plus, comme on a vu qu'elle s'adaptait également aux sables (thèse de Gaudin) on peut dire que ce stabilisant a un champ d'action complet.



Evolution d'un Mélange Limon. CaO. CH_3 .



Resistance en fin de prise
des mélanges Limon Resorcine Formol



Courbes Effort Déformation
comparées de l'argile et du Limon
stabilisées par la résorcine-formol

CHAPITRE IX

CONCLUSIONS

Cette étude a montré que le problème de la stabilisation rapide des terrains difficilement trafficables et en particulier des argiles lourdes ne pouvait être résolu à l'aide des produits stabilisants conventionnels quelques soient les améliorations que l'on puisse apporter à ces différents produits (additif, imperméabilisants, séparant, ...).

La stabilisation des mêmes sols à plus longue échéance (quelques jours) reste cependant tout à fait valable.

La seule voie possible reste les polymères synthétiques. Notre camarade GAUDIN a fait avancer la résolution du problème dans le cas des sables. Restaient les argiles lourdes, pour lesquelles déjà, le produit américain dit AM9, avait été employé avec succès. Les avantages et les inconvénients de cette résine sont résumés dans la thèse de GAUDIN.

Nous avons repris le problème des produits résineux et il semble que la résine résorcine formol soit également un produit intéressant. Ses avantages sont : une résistance analogue à l'AM9, son adaptabilité à des terrains divers (sable, limon, argile), sa facilité de mélange, sa faible toxicité. Par contre dans l'état actuel des recherches sa prise avec le sol reste longue (en moyenne 8 heures).

Les autres résines essayées ici (urée, formol, phénol formol) sont inefficaces.

Les recherches en collaboration avec les laboratoires chimiques industriels sont à poursuivre :

- Rhône Poulenc cherche actuellement un catalyseur plus énergique pour la résine résorcine formol ;
- des essais sont en cours avec un produit de la Société Progil ;
- Reichold Blackacite après étude propose des essais avec une résine mixte phénol résorcine ;
- B.P. poursuit des essais sur les polyuréthanes ;

Il reste également à exploiter le domaine des résines acryliques (Organo Synthèse, ...), Plastugil recommande l'emploi de polyacrylo nitrile, mais ce produit moins efficace que l'AM9 nécessite le chauffage à la mise en œuvre. La recherche de l'acrylate de calcium produit très efficace d'après les essais du MIT (produit non fabriqué en France et aux U.S.A.) est à poursuivre (en particulier en Allemagne où un industriel reveneur susceptible de fournir ce produit n'a pas donné de réponse). On pourrait également interroger les industriels pour savoir si ce produit ne pourrait être obtenu à un étage quelconque d'une fabrication.

Il semble également dans l'état actuel du travail, qu'un progrès nécessite une collaboration : chimistes, mécaniciens du sol mais également une étude approfondie des phénomènes physico chimiques dans les argiles en particulier.

BIBLIOGRAPHIE

- BIZE J. - "Contribution à l'étude de la stabilisation chimique des sols".
Thèse de 3ème Cycle (Grenoble 1962).
- MARTINEAU Y.- "Stabilisation d'une argile à forte teneur en eau par la chaux vive et divers additifs".
Thèse de 3ème Cycle (juillet 1964, Grenoble).
- GAUDIN B.- "Stabilisation chimique à l'aide de résines synthétiques".
Thèse de 3ème Cycle. Grenoble.
- LAMBE T.W.- "Soil Stabilization".
Foundation Engineering.
- RIVAT LAHOUSSE A.- "Les colles industrielles" - Dunod.
- DURIEZ.- "Les Bitumes". - Eyrolles.
- SCHELL - Documentation sur produits bitumineux.
- CIMENTS DE LA PORTE DE FRANCE - Documentation.
- MAINFORT R.- "Soil stabilization with resins et chemicals".
(H.R.B. Bulletin 108).
- KOZAN G.R. and DISTCUFFER J.- "Dust proofing and waterproofing of soils, Laboratory studies of soils waterproofing materials".
(U.S. Army Eng. Water Exp. Station Vicksburg - Mississippi - Technical Report n°3 - 530).
- RAPPORTS DU MIT.
- HERZOG A. MITCHELL J.K.- "Reactions accompanying the stabilization of clay with cement".
(42 nd. annual meeting of the H.R.B. 1963).
- LAMBE T.W. ZACHIET MOH.- "Improvement of the strength of soil cement with additives".
(Annual Hearing of H.R.B. 1957).

HERCULES POWDER COMPANY - Properties and Uses of Amine D, and
Amine 750 Filming amines and acetate salt forms.

Diverses documentations des Sociétés de produits chimiques
étrangères