

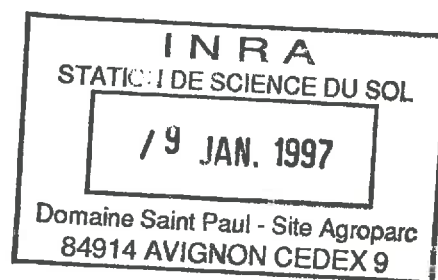
THESE

présentée en vue de l'obtention
du Doctorat de l'Université d'Orléans

Discipline : Sciences de la Terre
Spécialité : Pédologie

par

Fatiha ATTOU



Etude expérimentale d'assemblages squelette-argile

Apport à la compréhension du comportement physique des sols

Soutenue publiquement le 28 Mars 1996 devant le jury composé de :

J.C. TOURAY	Président
F. BARTOLI	Rapporteur
D. TESSIER	Rapporteur
A. BRUAND	Examineur
H. VAN DAMME	Examineur
J.C. FIES	Examineur

"Cette étude a été réalisée avec le concours de la Région Centre"

AVANT PROPOS

Cette thèse a été réalisée à l'Unité de Science du Sol de l'INRA d'Orléans. Pour la mener à bien j'ai bénéficié du soutien financier de la Région Centre durant trois années. J'ai surtout bénéficié de l'aide et du soutien de beaucoup de personnes à qui je voudrais ici présenter tous mes remerciements.

Je tiens d'abord à remercier les membres du jury qui m'ont fait l'honneur d'évaluer mon travail :

Monsieur J.C. Touray, Professeur à l'École Supérieure de l'Énergie et des Matériaux (Université d'Orléans), qui m'a fait l'honneur de présider le jury.

Monsieur F. Bartoli, Directeur de Recherche au Centre de Pédologie Biologique (CPB) au CNRS de Nancy, qui a accepté la lourde tâche de rapporteur.

Monsieur D. Tessier, Directeur de Recherche à la Station de Science du Sol de l'INRA de Versailles, qui m'a fait le plaisir d'être un des rapporteurs et qui m'a été d'une grande aide notamment lors de la caractérisation de l'argile.

Monsieur A. Bruand, Directeur de Recherche à l'Unité de Science du Sol de l'INRA d'Orléans pour son encadrement scientifique et pour l'intérêt constant qu'il a porté à mon travail. Je le remercie pour sa patience surtout lors de la rédaction de ce document et pour les conseils qu'il m'a prodigués.

Monsieur H. Van Damme, Directeur de Recherche au Centre de Recherche sur la Matière Divisée (CRMD) au CNRS d'Orléans, qui a suivi mon travail avec beaucoup d'intérêt, pour sa collaboration et ses conseils judicieux. Je le remercie sincèrement d'avoir accepté de faire partie de ce jury.

Monsieur J. C. Fiès, Directeur de Recherche à l'Unité de Science du Sol d'Avignon qui m'a fait l'honneur de faire partie de ce jury.

J'adresse également mes remerciements à M. Jamagne, Directeur de l'Unité de Science du Sol de l'INRA d'Orléans, pour m'avoir accueillie au sein de la station, à Y. Le Bissonnais (Chargé de Recherche) et M. Hardy (ingénieur de recherche) avec lesquels j'ai eu des discussions fructueuses. Un grand merci pour leur collaboration et leur aide.

Mes remerciements s'adressent aussi à J. Guérif, Directeur de la station d'Agronomie de l'INRA de Laon, pour m'avoir accueillie dans son service et participé à l'étude de la résistance mécanique des matériaux, à P. Levitz et I. Cousin (CRMD) pour leur collaboration en analyse d'image et à A. M. Jaunet de l'INRA de Versailles pour les observations en microscopie électronique à balayage.

Un grand merci pour leur collaboration et leur aide quotidiennes à Messieurs D. Chesneau, P. Courtemanche, S. Desbourdes, D. Dupré, C. Le Lay, H. Gaillard et L. Rousset ainsi qu'à toute l'équipe du secrétariat, avec une pensée particulière à M. P. Poussineau. Merci également à O. Duval pour avoir relu ce document et pour m'avoir fait part de ses remarques judicieuses.

Je remercie très chaleureusement H. Bourennane, P. Chery, B. Noirtin, S. Ould Mohamed et L. Raison pour leur soutien et leur amitié sans lesquels ces années auraient sûrement été plus difficiles.

Enfin j'adresse mes sincères remerciements à l'ensemble des thésards et stagiaires que j'ai côtoyé durant ces trois années, spécialement à I. Aubron, H. Benkhadra, E. Gallien, V. Morel, et A. L. Thomas.

SOMMAIRE

INTRODUCTION GENERALE

Première partie

CADRE DE LA RECHERCHE ET REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

Deuxième partie

LES MATERIAUX UTILISES

- Chapitre I - Extraction et séparation des fractions argile et limon et méthodes d'étude
- Chapitre II - Caractérisation de la fraction argile
- Chapitre III - Caractérisation de la fraction limon

Troisième partie

NATURE DES ASSEMBLAGES LIMON-ARGILE ETUDIES

- Chapitre IV - Mode de fabrication des assemblages
- Chapitre V - Etude de l'organisation des assemblages (M.E.B.)
- Chapitre VI - Etude de la porosité
- Chapitre VII - Etude de la porosité en analyse d'image

Quatrième partie

ETUDE DU COMPORTEMENT

- Chapitre VIII - Etude du comportement hydrique
- Chapitre IX - Etude du comportement mécanique

Cinquième partie

DISCUSSION GENERALE

- Chapitre X - Discussion générale

CONCLUSION GENERALE

Références bibliographiques

Annexes

Liste des figures

Liste des tableaux

Liste des planches

Table des matières

INTRODUCTION GENERALE

Les études effectuées dans les années 80 sur des argiles ont montré qu'il existait une étroite relation entre les propriétés physiques des assemblages argileux (propriétés de rétention et de transfert, retrait-gonflement,.....) et des caractéristiques des particules élémentaires d'argile (extension des particules dans le plan ab, nombre de feuillets par particule élémentaire, constitution cristalochimique des feuillets élémentaires,....) (Camara, 1982 ; Pons *et al.*, 1982 ; Tessier, 1984 ; Tessier et Pédro, 1984). D'autre part, il a été clairement mis en évidence que les propriétés physiques de mélanges d'argile et de particules de la taille des limons ou des sables ne pouvaient être déduites d'une simple combinaison des propriétés de ces phases prises de façon isolée (Kheyrabi et Monnier, 1968 ; Chrétien, 1971 ; Fiès, 1984).

Dans le sol, non seulement le mode d'assemblage des phases fines (argile et constituants fins associés) et grossières (limons et sables) ne résulte pas d'un simple mélange, mais chacune de ces phases possède des caractéristiques très variables. Ainsi, la taille des particules constituant les phases grossières (limons ou sables) et fines (argiles et constituants associés) varie fréquemment dans une large gamme. Il en va de même pour la cristalochimie des particules d'argile (Duplay, 1982). Pour de tels systèmes, le passage de la connaissance des propriétés des phases constitutives, prises isolement, à celle des propriétés de leur mélange, en des proportions données, n'est bien évidemment pas simple, si ce n'est impossible avant longtemps.

Notre principal objectif, dans cette étude, est d'analyser les variations des propriétés d'assemblages "constituants grossiers (limon), constituants fins (argile)" lorsque l'on fait varier la proportion d'argile et le mode d'assemblage des grains de limon avec la phase argileuse. Ce travail permettra donc de préciser la gamme de variation des comportements en fonction des proportions limon - phase argileuse et du mode d'assemblage de ces deux phases. Pour atteindre cet objectif, nous procéderons en deux temps : l'analyse des caractéristiques des assemblages d'une part, et l'étude de leurs propriétés physiques d'autre part.

Comme il n'est pas possible de disposer d'une gamme d'échantillons naturels où seuls varient la teneur et le mode d'assemblage de l'argile avec les limons, nous avons choisi d'étudier des assemblages reconstitués expérimentalement de façon à maîtriser autant que possible le mode d'assemblage et la teneur en argile. En revanche, les fractions qui seront utilisées comme fraction grossière et fraction fine seront extraites d'un sol.

Dans une première partie, nous effectuerons une étude bibliographique sur les connaissances actuelles concernant l'importance de la nature et du mode d'assemblage des constituants élémentaires pour les propriétés physiques des sols. Puis, dans une seconde partie, nous présenterons les matériaux qui ont été utilisés pour notre étude.

Dans la troisième partie, après une présentation des protocoles utilisés pour fabriquer les différents assemblages, nous en étudierons les principales caractéristiques tant du point de vue de l'assemblage des différentes phases que de la porosité qui en résulte.

Dans une quatrième partie, nous aborderons l'étude des propriétés physiques. Ainsi, nous présenterons successivement les résultats de l'étude de comportements hydrique (conductivité hydraulique et rétention d'eau) et mécanique (stabilité structurale et résistance en traction) après une description des méthodes utilisées.

Enfin, dans la cinquième partie, une discussion générale permettra de mettre en relation les propriétés physiques enregistrées avec les caractéristiques des assemblages et nous terminerons par une conclusion générale.

PREMIERE PARTIE

CADRE DE LA RECHERCHE ET REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

I - INTRODUCTION

Les caractéristiques et le comportement d'un sol dépendent, au moins en partie, de l'organisation de ses constituants à différents niveaux (figure 1). Ainsi, est-on très souvent amené à distinguer :

- l'assemblage des constituants élémentaires (argiles, limons, sables, matière organique,.....). Ce niveau d'organisation définit un premier niveau d'assemblage dit "textural" en raison de l'importance déterminante de la constitution granulométrique et minéralogique (Stengel, 1990). La description des différents types d'assemblage élémentaire rencontrés dans les sols, leur classification, l'étude de leur genèse et de leurs conséquences sur les propriétés des sols, ont été à l'origine de nombreuses études sur des systèmes naturels (van Oort, 1984 ; Curmi, 1988 ; Coulon et Bruand, 1989) ou artificiels (Tessier, 1984 ; Fiès, 1984 ; Chrétien, 1986). La connaissance de ces "microstructures" et de leurs significations est de plus en plus considérée comme essentielle à l'explication et à la prévision du comportement des sols.

- l'agrégation des assemblages élémentaires en ensembles cohérents et la fragmentation de ces derniers définissent un autre niveau d'organisation macroscopique qualifié de "structural" (Stengel, 1990). Ce niveau d'organisation résulte de l'action sur le sol d'un ensemble de facteurs externes (climat, travail du sol, activité biologique,.....). Un état structural peut être caractérisé en utilisant deux approches complémentaires : d'un point de vue qualitatif, on décrit la structure à l'aide de typologies basées sur la forme et la dimension des éléments structuraux (Manichon, 1982 ; Gautronneau et Manichon, 1987 ; Baize et Jabiol, 1995) ; d'un point de vue quantitatif, on analyse le système de porosité dit "structural" qui est constitué de fissures, de vides ménagés par l'arrangement de mottes ou d'agrégats suivant qu'il s'agit d'horizons travaillés ou non, et de galeries d'origine biologique.

Dans ce qui va suivre, nous allons essentiellement nous intéresser au niveau d'organisation textural, en présentant une synthèse de quelques travaux qui ont traité de son influence sur les propriétés des sols.

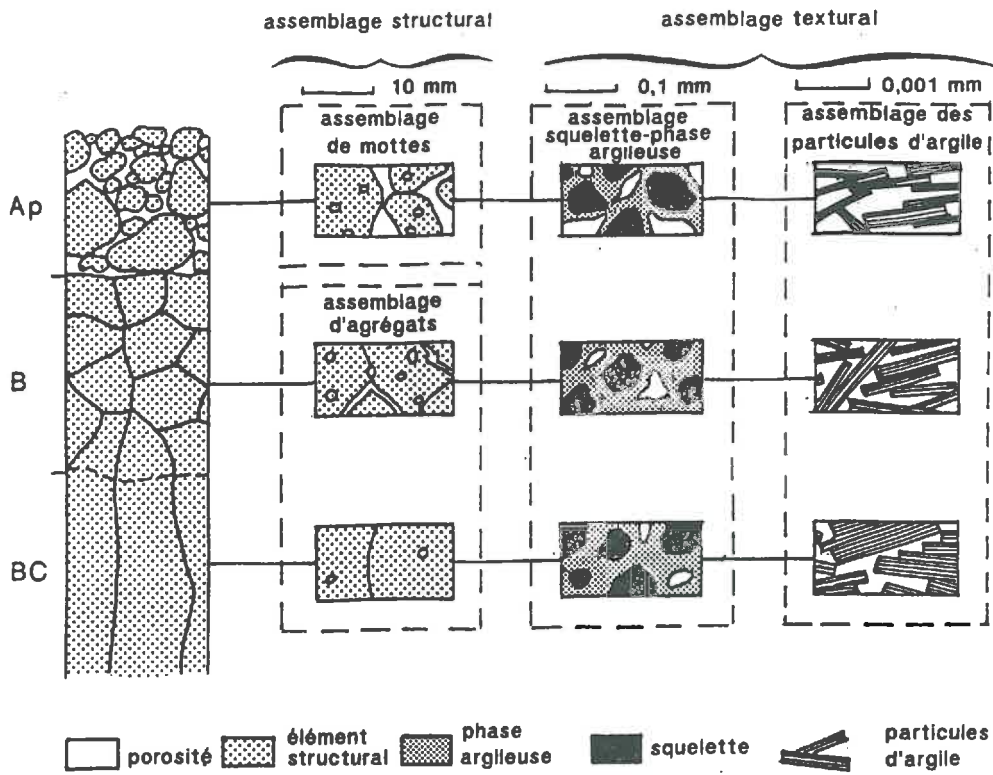


Figure 1 : Organisation des constituants du sol à différents niveaux. (Bruand et Tessier, 1996)

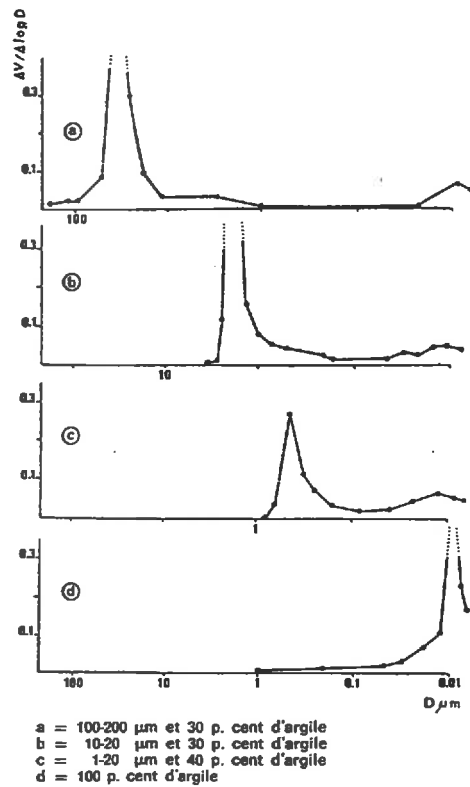


Figure 2 : Distribution des pentes des courbes cumulatives d'entrée de mercure en fonction du diamètre d'entrée (mélanges après dessiccation). (Fiès et Stengel, 1984)

II - LE NIVEAU D'ASSEMBLAGE TEXTURAL

Le mot texture dérive du latin "textum" et exprime la manière dont les constituants d'un ensemble sont associés (Gras, 1988). En science du sol et en agronomie, le concept de "texture" a été défini à partir du comportement du sol (Hénin *et al.*, 1969). Il a ensuite été relié à la composition granulométrique, en considérant implicitement que le mode d'assemblage des constituants n'intervenait que peu ou pas (Kheyrabi et Monnier, 1968 ; Fiès, 1970), ainsi qu'à la résistance que développe un sol lors du passage d'une charrue (expression globale de la plus ou moins grande facilité du travail du sol) (Vomocil *et al.*, 1961).

Brewer (1964) définit le concept de "soil fabric" au niveau microscopique par l'arrangement spatial des éléments constitutifs solides et des vides qui leurs sont associés, indépendamment de l'histoire climatique ou d'autres facteurs externes. Cet arrangement ménage des vides dont la répartition, la forme et l'ampleur dépendent en particulier de la répartition granulométrique des minéraux, de la forme et de l'état de surface des grains, ainsi que de la présence de constituants secondaires (phyliteux, carbonatés, organiques) dont la nature peut être très variée (Faure, 1981). En effet, il existe des relations entre les teneurs en argile et en squelette d'une part, et le volume et les dimensions des pores texturaux d'autre part (Fiès et Stengel, 1984 ; Chrétien, 1986) (figure 2).

Les études effectuées sur le mode d'assemblage des particules élémentaires dans un sol, ont montré qu'il est, en partie, déterminé par la distribution de la taille des particules (Fiès, 1971 ; Fiès et Stengel, 1984). Les analyses granulométriques ont été les premières auxquelles les chercheurs ont eu recours pour caractériser un sol. De nombreux auteurs ont d'ailleurs tenté de prévoir certains aspects du comportement physique à partir des résultats de l'analyse granulométrique (Kheyrabi et Monnier, 1968 ; Fiès, 1970 ; Hénin *et al.*, 1970 ; Smith *et al.*, 1978 cités par Fiès et Stengel, 1981). Cependant, il est apparu que les interactions entre les constituants du sol étaient complexes. Aussi, d'autres études, sur la morphologie et la minéralogie des constituants, ont été menées afin d'expliquer ces interactions (Chrétien, 1971 ; Fiès, 1971 ; Chrétien, 1979 ; Camara, 1982 ; Tessier, 1984).

Chrétien (1971 et 1979) a montré sur des échantillons naturels, puis sur des mélanges binaires artificiels de différentes textures, que la morphologie des sables était un des critères qui conditionnaient certaines caractéristiques des sols telles que la densité apparente, la surface spécifique et la porosité. Par ailleurs, Fiès (1971) a montré l'influence de la nature minéralogique des argiles sur la porosité pour des assemblages artificiels. Camara (1982) et Tessier (1984) ont, pour leur part, montré l'influence de la nature minéralogique des argiles sur le comportement hydrique des sols et les propriétés de retrait-gonflement.

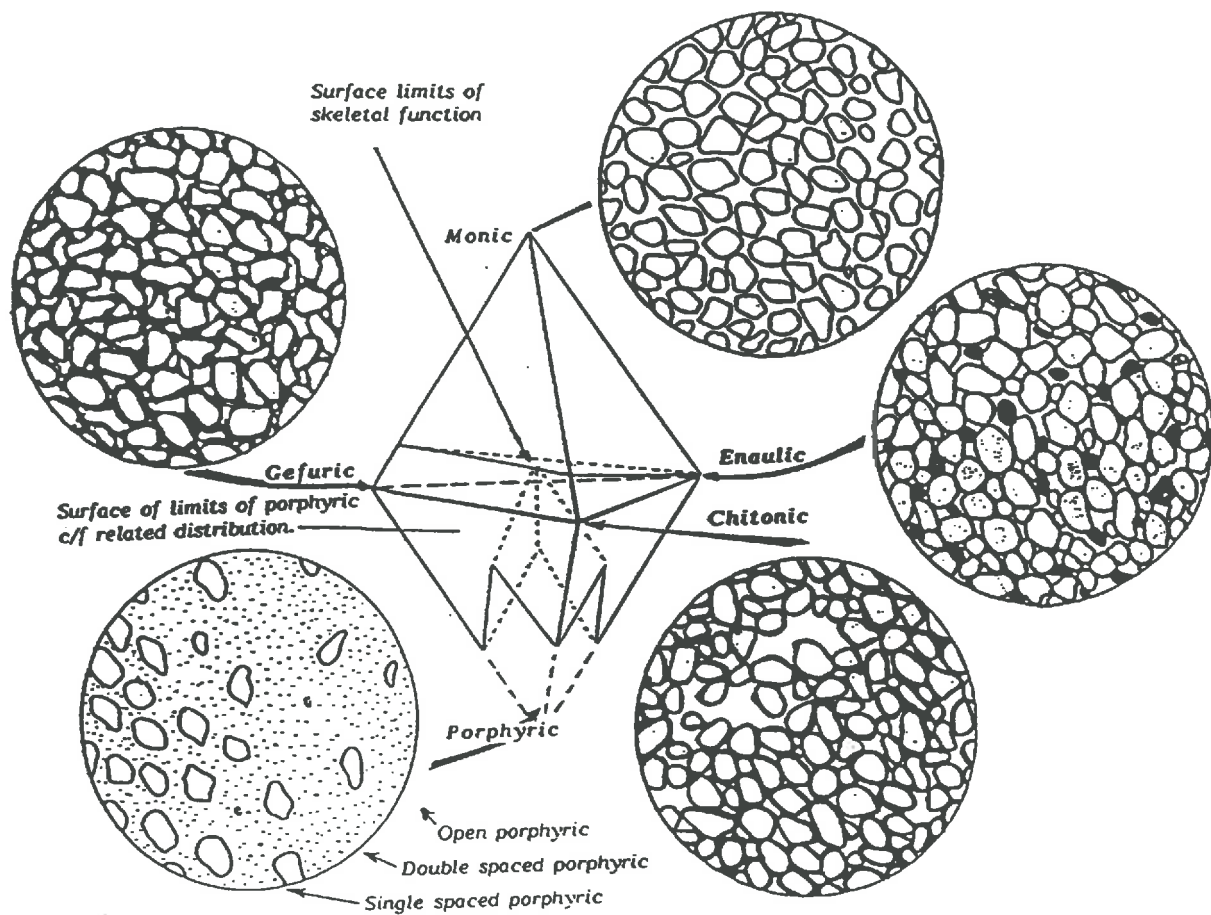


Figure 3 : Typologie des microstructures des sols basée sur la distribution spatiale relative des constituants grossiers et fins. (Stoops et Jongerius, 1975 ; Bullock *et al.*, 1985)

Plus récemment, des travaux conduits sur des matériaux naturels de textures argileuse (Bruand, 1985) et sableuse (Chrétien, 1986) ont aussi conclu à la complexité des interactions entre constituants du sol. Enfin, Tessier et Pédro (1984) ont souligné l'importance de la prise en compte de l'état énergétique de l'eau dans les sols pour définir un niveau d'assemblage textural.

Ainsi, on peut généralement admettre qu'une propriété d'un mélange squelette - phase argileuse n'est que très rarement la résultante simple de leurs propriétés élémentaires (Fiès et Stengel, 1984). Les caractéristiques d'un sol dépendent non seulement de la nature des particules dont il est constitué mais également de leur mode d'arrangement, en particulier, de la disposition géométrique de la fraction argileuse par rapport aux grains du squelette.

III - MODE D'ASSEMBLAGE DES PHASES FINE ET GROSSIERE

Dans la nature, il existe différents types d'assemblages des phases fines (argiles, matières organiques et oxydes et hydroxydes de fer) et grossières (limons et sables). Stoops et Jongerius (1975) ont proposé de distinguer plusieurs types en fonction de la distribution spatiale des particules grossières par rapport à celle des particules plus fines. Ils distinguent cinq types d'assemblage qui peuvent être représentés au sommet d'une double pyramide à base trigonale (figure 3). On différencie ainsi des microstructures de type :

- *monique* : représentées uniquement par des éléments du même groupe et de même taille ;
- *énaulique* : des microagrégats de matériaux fins sont présents dans l'espace interstitiel et entre les grains grossiers sans les remplir entièrement ;
- *chitonique* : le matériel fin agit en revêtement, entièrement ou partiellement tout autour des éléments grossiers ;
- *porphyrique* : les éléments grossiers baignent entièrement dans une matrice d'éléments fins ;
- *géfurique* : les éléments grossiers sont enrobés, par place, de particules fines qui créent des ponts entre particules.

Dans la classification proposée par Brewer (1979), on retrouve les types *géfurique* et *porphyrique*, avec un nouvel intergrade qualifié de *granoïdique*. Le terme de *chitonique* est là remplacé par celui de *chlamydique*. Une variante de ce dernier, et qui en diffère par la présence de ponts bien nets entre les particules, est de type *plectique*.

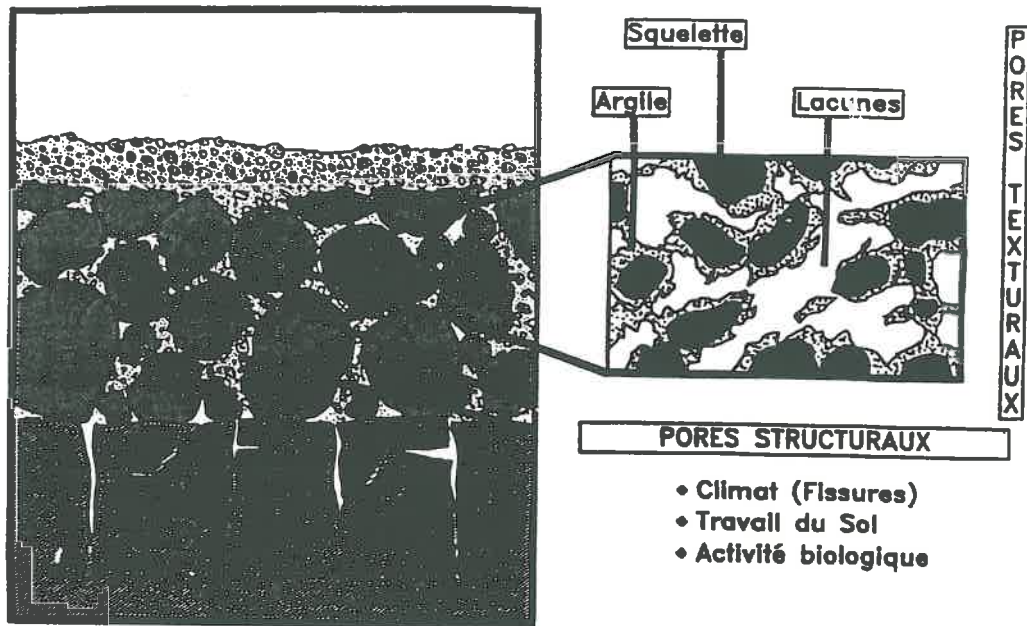


Figure 4 : Schéma représentant la partition du système poral en deux ensembles de pores d'origines différentes (pores structuraux et pores texturaux). (Stengel, 1990)

Ainsi les assemblages décrits par Hartmann (1991) pour des sols de Côte d'Ivoire sont soit de type énaulique, soit de type porphyrique. Quant à ceux décrits par Lamotte (1993) au nord Cameroun, ils sont de type géfurique ou énaulique. En milieu tempéré, les assemblages sont le plus fréquemment de type porphyrique dès que la phase argileuse est prépondérante. Les autres types d'assemblage sont néanmoins également rencontrés.

Par ailleurs, une autre classification est souvent utilisée : elle est fonction de la morphologie de l'espace poral. Cette classification est dans ce cas fondée sur l'hypothèse selon laquelle, dans le volume poral du sol, existent deux ensembles de pores d'origines différentes (figure 4) :

- la porosité texturale : l'assemblage des particules constitutives du sol, argiles, limons, sables, du fait de leur forme et de leur rigidité, ménage un certain volume de pore ;
- la porosité structurale : le travail du sol, les facteurs climatiques, les organismes vivants, génèrent un volume de pore supplémentaire.

IV - RELATION ENTRE LES PROPRIETES PHYSIQUES ET LES PROPRIETES DES PHASES FINE ET GROSSIERE

L'influence des proportions en phases fine et grossière sur les propriétés physiques a été à l'origine de nombreux travaux (Bouma *et al.*, 1977 ; Murphy *et al.* 1977 ; Murphy et Banfield, 1978 ; Ringroase Voase et Bullock, 1984).

On a d'abord tenté de relier les classes des triangles de texture à des classes de la gamme de variation des propriétés physiques (Kheyrabi, 1966). Ensuite, certains chercheurs ont tenté d'établir des relations quantitatives par voie statistique entre une propriété déterminée par une mesure, et la teneur en constituants d'une ou de plusieurs classes granulométriques (Fiès et Stengel, 1981 ; Souty, 1978 ; Guérif, 1990) (figure 5). Cependant, on s'est aperçu assez vite que de telles relations ne sauraient être généralisées à l'ensemble des sols, car les particules constituant les différentes classes granulométriques n'ont jamais les mêmes caractéristiques de distribution, de nature minéralogique, de charge ionique, ...etc.

La porosité du sol apparaît souvent comme étant au coeur de la compréhension des propriétés des sols et de leur prévision. Stengel (1979) a montré la nécessité d'isoler la porosité texturale. Cet intérêt est apparu avec la prise de conscience de l'utilité d'établir des relations " constitution - teneur en eau - porosité texturale " et d'évaluer, dans les variations de

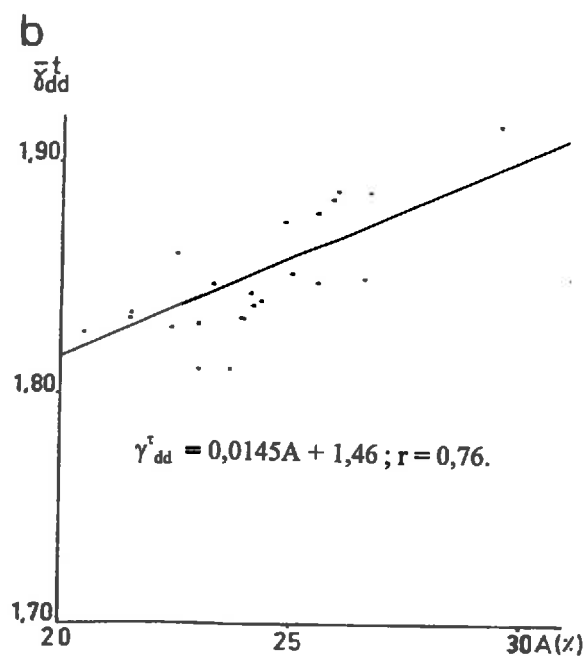
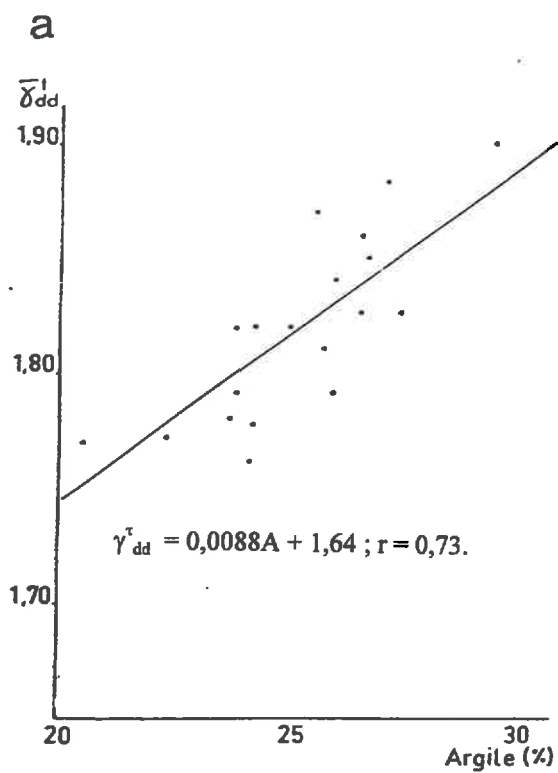


Figure 5 : Variation de la densité texturale à l'état sec (γ_{dd}^r) avec la teneur en argile (a : échantillon remanié ; b : échantillon naturel). (Stengel, 1979)

porosité structurale, la part qui est due à la texture et surtout, le rôle important que ces relations jouent dans les propriétés des sols.

L'espace poral résultant de l'assemblage élémentaire des constituants a donc fait l'objet de travaux expérimentaux portant sur le rôle des constituants : nature minéralogique de l'argile (Tessier, 1984), proportion des différents constituants dans les mélanges sablo-argileux (Fiès, 1984), forme du squelette sableux (Chrétien, 1971 et 1979). D'autres travaux ont été réalisés sur des échantillons naturels de différentes origines (Chrétien, 1986 ; Lassausse, 1991 ; Hartmann, 1991 ; Dutartre, 1993 ; Lamotte, 1993).

La porosité, qu'elle soit structurale ou texturale, a été reliée dans différents travaux à des propriétés de sol telles que les propriétés mécaniques (Grimaldi, 1986 ; Coulon et Bruand, 1989 ; Guérif, 1988b ; Derdour *et al.*, 1993) et hydriques (Bouma *et al.*, 1977 ; Lapierre *et al.*, 1990 ; Wu *et al.*, 1990, Rieu et Sposito, 1991).

Fiès (1971), Fiès et Stengel (1984) et Chrétien (1979) ont tenté, pour leur part, d'interpréter les résultats de mesures de porosité texturale par des lois basées sur des modèles d'organisation squelette - phase argileuse : loi de non interaction (additivité) et loi d'interaction (remplissage-substitution) (figure 6).

D'autres chercheurs ont tenté des modélisations mathématiques et physiques afin de mieux décrire la structure et de prévoir le comportement des sols. Ainsi, des descriptions numériques de la distribution de la taille des particules et des vides sont proposées et associées à des modèles (Gupta et Larson, 1979 ; Wu *et al.*, 1990). Un modèle physique de la porosité du sol, basé sur la distribution de la taille des particules et des pores, a été proposé par Arya et Paris (1981). La relation obtenue entre le rayon des particules et le rayon des pores a été interprétée par Haverkamp et Parlange (1986), ainsi que Scott et Wheatcraft (1989 et 1992) comme un concept fractal. Par la suite, de nombreux chercheurs ont tenté de relier l'organisation des pores ou des agrégats à une structure fractale (Bartoli *et al.*, 1991 b ; Young et Crawford, 1991 ; Rieu et Sposito, 1991a et b ; Perfect et Kay, 1991 ; Rasiah *et al.*, 1992 ; Dutartre, 1993 ; Perrier, 1994).

VI - PROPRIETES MECANIKES ET HYDRIQUES

De nombreuses études portant sur les relations entre les caractéristiques de la porosité et le comportement physique du sol ont été réalisées (e. g. Bouma *et al.*, 1977 ; Fiès et Bruand, 1990 ; Braudeau et Bruand, 1993). Il a ainsi été montré que le comportement physique des

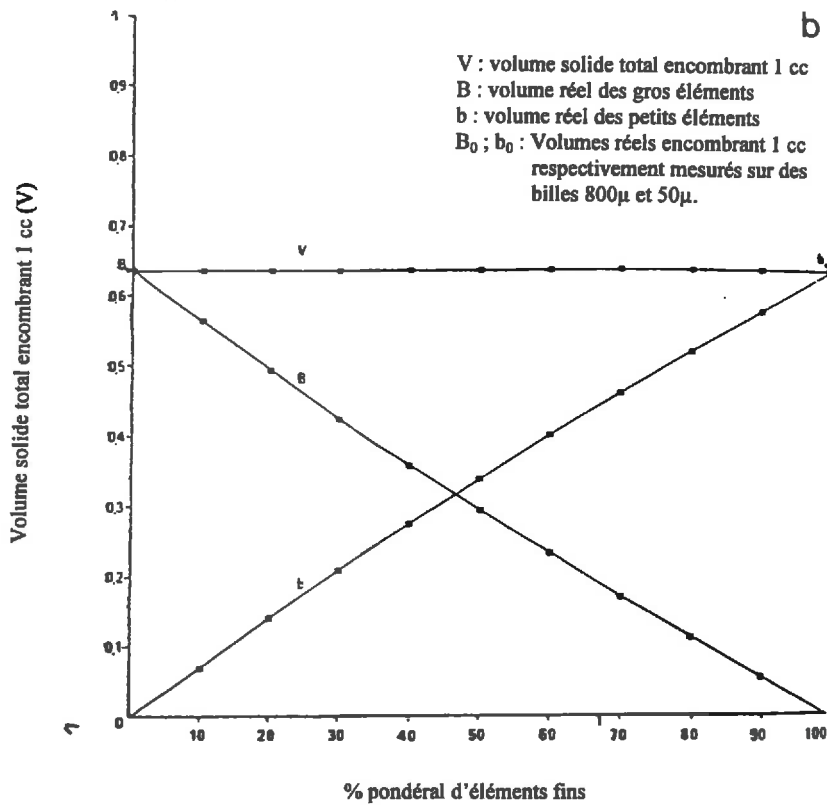
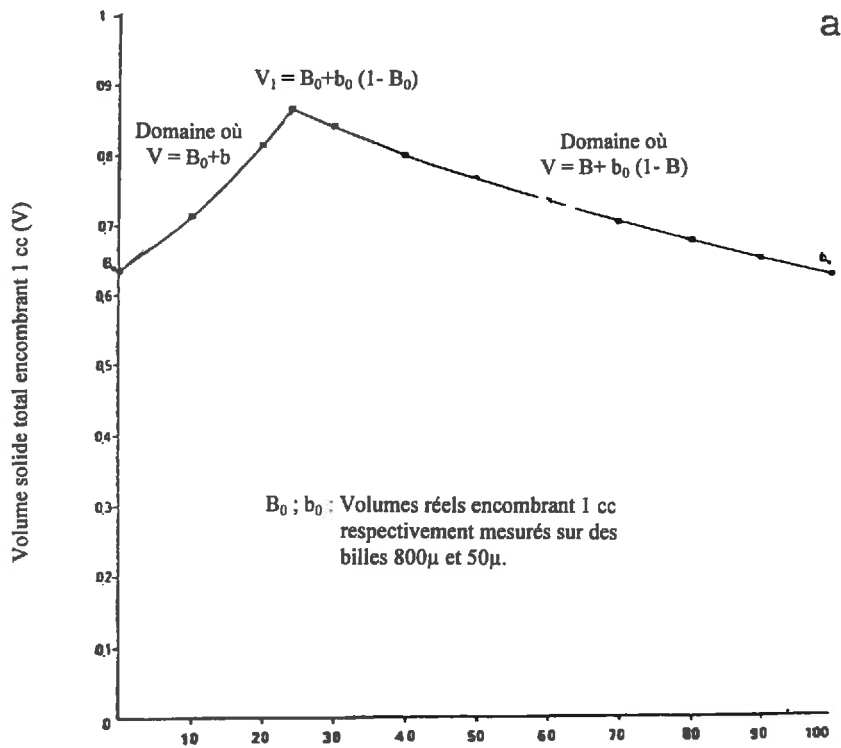


Figure 6 : Variation théorique du volume solide de particules encombrant un volume unitaire (a : loi de non interaction ; b : loi d'interaction simple). (Fiès *et al.*, 1972)

sols est à la fois déterminé par la composition granulométrique et le mode d'assemblage. En effet, le mode d'assemblage détermine, en partie, les caractéristiques de l'espace poral, et par conséquent les propriétés de stockage et de transfert de l'eau (rétention en eau et conductivité hydraulique) ainsi que les propriétés mécaniques (résistance en traction,...).

VI.1 - Stabilité structurale

Les études récentes sur la stabilité structurale ont été réalisées dans le cadre de programmes ayant comme objectif les phénomènes de dégradation structurale sous l'effet des gouttes de pluies et les phénomènes de ruissellement et d'érosion qui en résultent (Le Bissonnais, 1988 ; Le Bissonnais et Le Souder, 1995). Certains auteurs ont montré que l'on pouvait relier la stabilité structurale à la teneur en eau, aux teneurs en matière organique et en argile ainsi qu'au pH des sols (Bartoli et al., 1988 et 1992 ; Rasiah *et al.*, 1992).

Kheyrahi et Monnier (1968) ont d'abord relié la stabilité structurale à la composition granulométrique des sols et à la teneur en argile (figure 7). Les travaux de Monnier (1965) ont montré que les matières organiques agissent sur la stabilité structurale de façon interactive avec la composition granulométrique. Boiffin (1976) a proposé comme paramètre rendant compte de cette interaction, le rapport matière organique/argile et Le Bissonnais (1988) a relié la stabilité structurale à la porosité.

Enfin, Singer *et al.* (1992) ont relié la stabilité structurale des sols aux cycles d'humectation-dessiccation, à la teneur et à la nature minéralogique des argiles. Ils ont montré que les cycles d'humectation-dessiccation avaient une influence sur le réarrangement des argiles autour des grains de sable et donc sur la stabilité structurale.

VI.2 - Résistance aux contraintes mécaniques

L'étude des comportements mécaniques est souvent réalisée par l'analyse de leur résistance mécanique en traction à différentes échelles d'organisation, particulièrement à l'échelle d'agrégats de 2 à 3 mm de diamètre.

Dexter (1975), Braunack *et al.* (1979) et Guérif (1982) ont mis en évidence l'effet de la cohésion intra-agrégat dans la mesure de la cohésion de massifs de structure hétérogène. Ils ont montré l'intérêt de prendre en compte la résistance à l'écrasement interne des éléments structuraux. Guérif (1988a) distingue deux niveaux d'organisation pour définir la résistance mécanique :

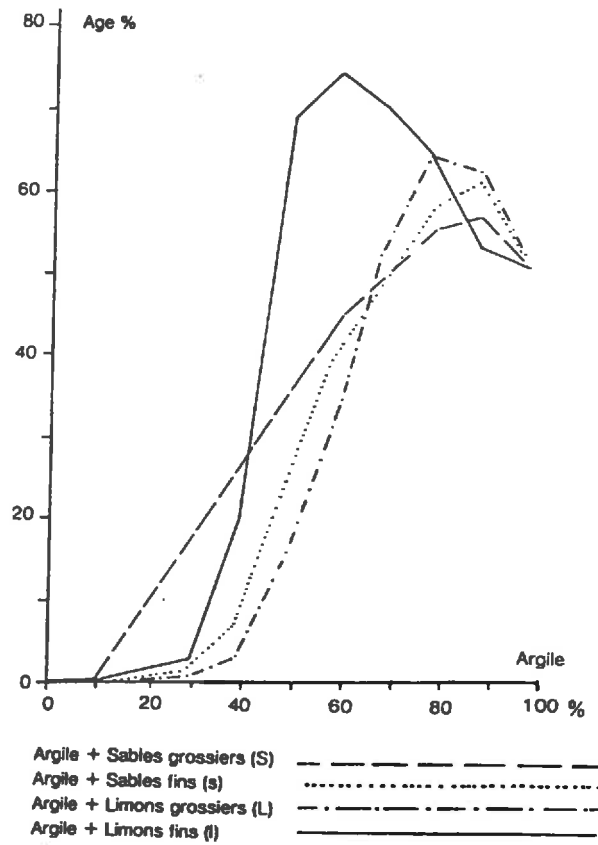


Figure 7 : Influence de la teneur en argile sur la stabilité structurale en l'absence de matières organiques : rôle du squelette limono-sableux. (Kheyrabi et Monnier, 1968)

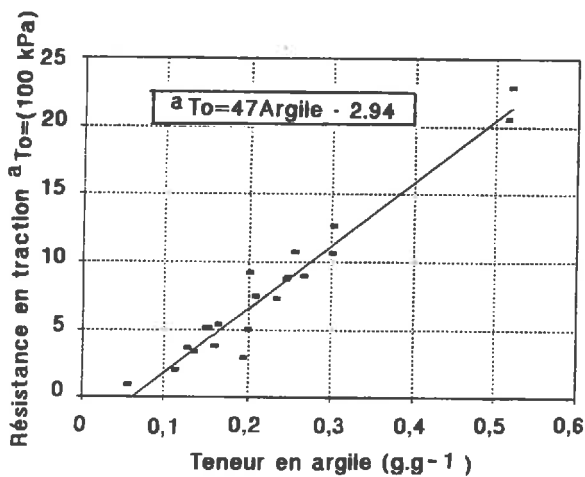


Figure 8 : Relation entre la résistance en traction moyenne et la teneur en argile des échantillons de sol naturels. (Guérif, 1990)

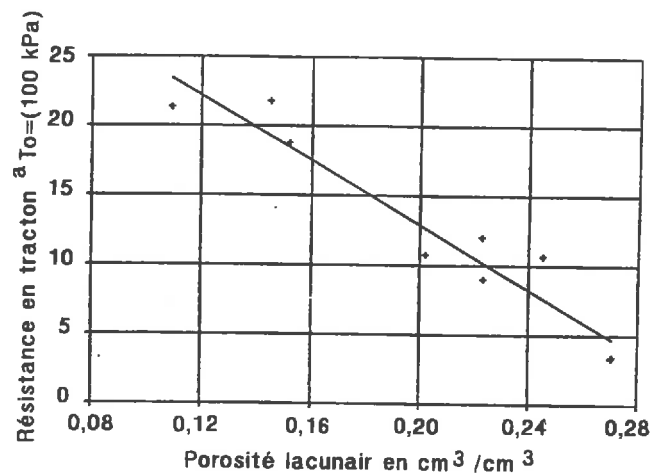


Figure 9 : Relation entre la résistance en traction texturale et la porosité d'assemblage (lacunaire) déterminée par intrusion de mercure. (Guérif, 1988b)

- un premier niveau se situant à l'échelle de l'assemblage des constituants granulométriques élémentaires, définissant une résistance mécanique principalement issue de l'organisation texturale, pouvant avoir, de ce fait, un caractère intrinsèque ;
- un deuxième niveau relatif à l'assemblage des éléments structuraux définissant alors une résistance mécanique structurale et intégrant l'effet du travail du sol, du climat et des tassements.

Cette nécessaire partition confirme l'intérêt d'une analyse des systèmes de porosité telle que celle proposée par Fiès (1971), Stengel (1979) et Fiès et Stengel (1981).

Certains auteurs ont donc travaillé sur des assemblages artificiels pour s'affranchir de l'effet de la structure et ne se focaliser que sur la résistance due essentiellement à l'arrangement des constituants (Mullins et Panayiotopoulos, 1984), ou sur des agrégats naturels de petites tailles (Guérif, 1988a et b et 1990).

Guérif (1988b et 1990) a montré qu'il existe une relation statistique entre la teneur en argile et la résistance en traction à l'état sec, définie à l'échelle de l'assemblage des constituants du sol (figure 8). L'influence des matières organiques a été mise en évidence mais à un degré moindre (Soane, 1990 ; Guérif, 1988b ; Chenu et Guérif, 1991). Des tentatives pour établir des relations entre la résistance en traction et la porosité ont également été réalisées (figure 9) (Guérif, 1988b).

Certains auteurs ont tenté de relier la résistance des assemblages naturels au volume des échantillons utilisés pour les mesures (Braunack *et al.*, 1979), à la constitution minérale et organique (distribution de la taille des particules, minéralogie....) (Spivey *et al.*, 1986) et d'autres à l'influence de la teneur en eau (Guérif, 1988b ; Chan, 1989 ; Guérif, 1990).

VI.3 - Comportement hydrique

Beaucoup de recherches réalisées sur la perméabilité des sols prennent en compte la relation entre l'espace poral, les paramètres de constitution et l'état hydrique du sol. Kenny *et al.*, (1984) cité par Lapierre *et al.*(1990) ont réussi à corrélérer la perméabilité du sable aux caractéristiques de distribution de la taille des grains. Des tentatives de généralisation de cette relation pour les sols de texture fine n'ont pas abouti. En effet, bien que la perméabilité, la porosité et la teneur en argile soient étroitement liées, leurs relations sont loin d'être simples.

Juang et Holtz (1986b), en étudiant des mélanges artificiels, ont mis au point un modèle reliant la conductivité hydraulique à la distribution de la taille des pores en utilisant la

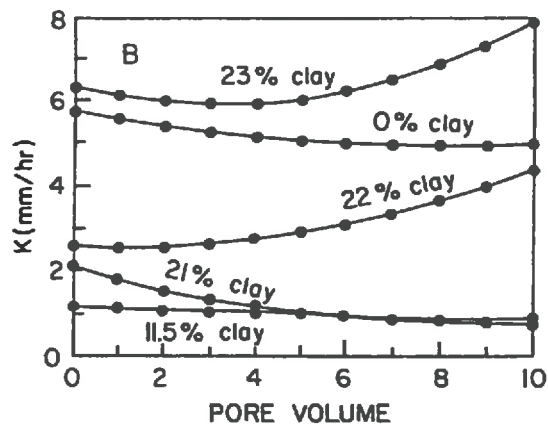
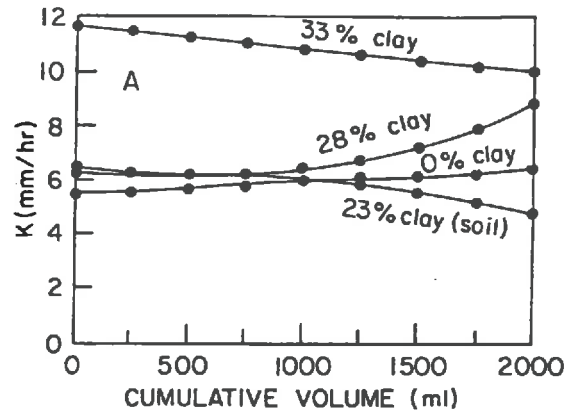


Figure 10 : Conductivité hydraulique (K_s en mm/h) de deux sols remaniés à différentes teneurs en argile, sable et limon. (Gal *et al.*, 1990)

technique de porosimétrie au mercure. Une tentative de validation de ce modèle, sur des échantillons naturels non remaniés et fortement argileux (80%), a été réalisée par Lapierre *et al.* (1990). Elle a montré qu'il n'existe pas de modèle unique reliant la distribution de la taille des pores avec la perméabilité d'un échantillon de sol, et qu'il existe d'autres facteurs contrôlant l'infiltration de l'eau à travers le système poreux en dehors de ceux obtenus par la porosimétrie au mercure.

Gal *et al.* (1990) ont étudié l'effet de la teneur en argile sur la conductivité hydraulique à saturation sur des échantillons naturels remaniés à texture grossière et moyenne. Ils ont montré que la distribution de la taille des particules et la densité des assemblages contribuent fortement aux valeurs de conductivité hydraulique à saturation (figure 10).

Perrier (1994) a réalisé une étude sur des modèles de structure reliant la géométrie de l'espace poral (déterminé par la géométrie de l'assemblage des solides) au comportement hydrique du sol.

V - CONCLUSION

Cette étude bibliographique a montré l'importance occupée par la composition granulométrique et la notion de "texture" dans son acception agronomique, dans les études du comportement physique des sols. Il a ainsi été montré par beaucoup d'auteurs que la maîtrise de ces comportements était conditionnée par la distribution granulométrique des constituants et secondairement par leur minéralogie. Néanmoins, il est aussi apparu clairement que les interactions entre les constituants du sol étaient complexes. En effet, il ne suffit pas de connaître les caractéristiques des différentes phases constitutives du sol pour pouvoir en prédire ses propriétés physiques. La connaissance du mode d'arrangement semble, de ce point de vue, être un élément supplémentaire nécessaire à la compréhension du comportement physique.

Par ailleurs, cette revue bibliographique, a montré que même s'il est parfois fait allusion au mode d'arrangement des constituants élémentaires, il n'est que très rarement pris en compte dans les études effectuées (Dexter *et al.*, 1988 ; Singer *et al.* 1992).

Dans cette étude, le mode d'assemblage des constituants élémentaires est pris en compte au même niveau d'importance que la constitution granulométrique. Ainsi, nous étudierons les caractéristiques et les propriétés physiques d'assemblages limon-argile où varient le mode d'assemblage et les proportions de ces deux phases.

DEUXIEME PARTIE

LES MATERIAUX UTILISES

**EXTRACTION ET SEPARATION
DES FRACTIONS ARGILE ET LIMON
ET METHODES D'ETUDE**

I - INTRODUCTION

Dans un premier temps, nous présenterons le protocole d'extraction des fractions argile et limon qui seront par la suite utilisées pour fabriquer les différents types d'assemblages. Dans un second temps, nous décrirons les méthodes utilisées pour étudier les caractéristiques de ces fractions.

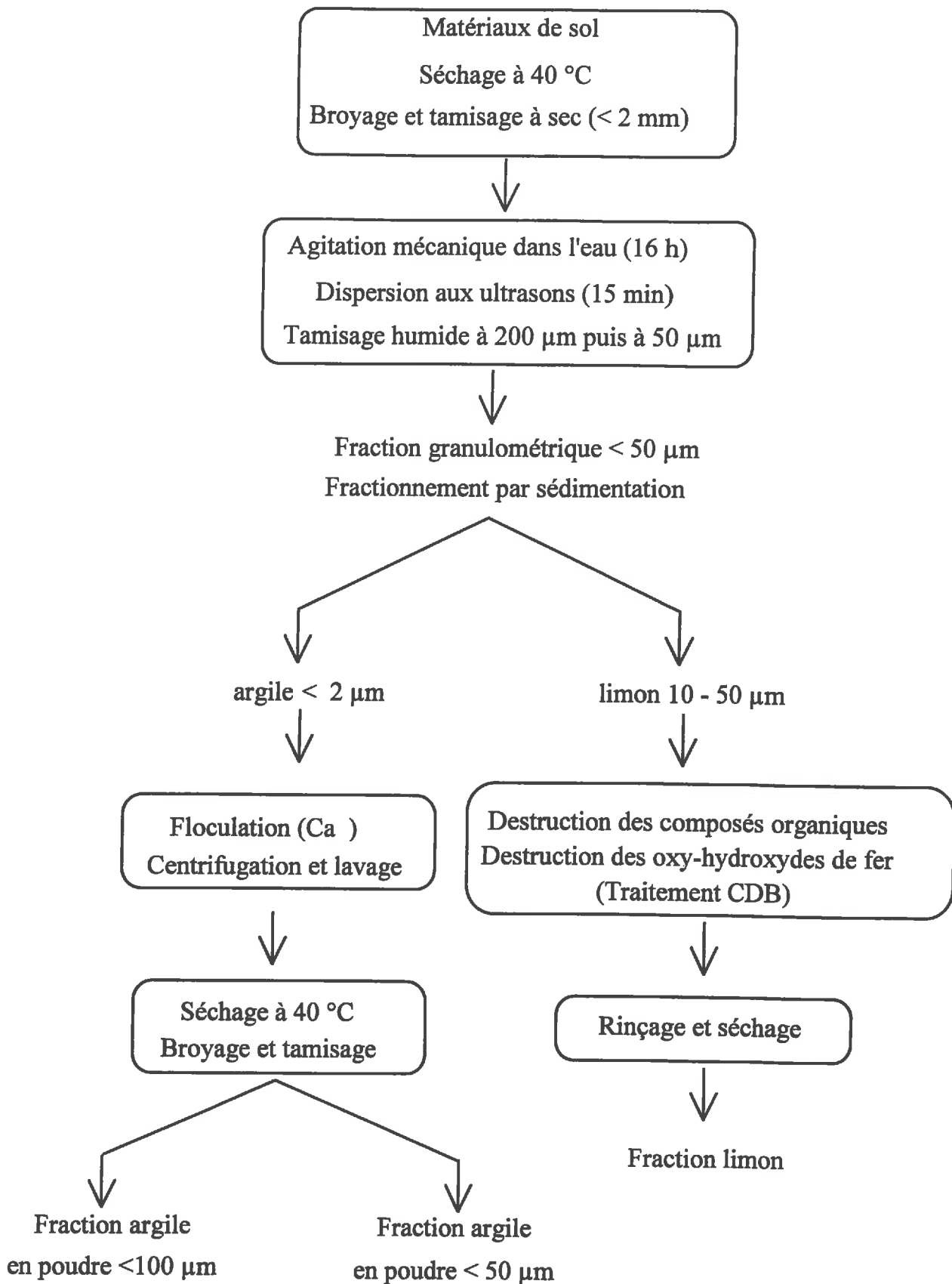


Figure I.1 : Schéma récapitulatif des étapes de séparation des fraction argile et limon.

II - SEPARATION DES FRACTIONS ARGILE ET LIMON

Environ 100 kg de terre ont été prélevés à proximité du hameau de Liconcy en "Petite Beauce", dans les 40 premiers centimètres d'un sol argilo-limoneux non calcaire (tableau I.1). Le matériau de sol, ainsi prélevé, est séché à 40 °C pendant deux jours, puis tamisé à sec à 2 mm. Il est ensuite soumis à une agitation mécanique dans l'eau à raison de 200 g par litre d'eau durant environ 16 heures. Aucun traitement chimique n'a été utilisé pour éviter l'élimination de constituants du mélange (Bonfils et Dupuis, 1969 ; Robert et Tessier, 1974).

La suspension obtenue a été soumise à un traitement aux ultrasons (d'une puissance de 35 kHz) pendant 15 minutes. Ensuite, elle a été tamisée par voie humide à 200 µm, puis à 50 µm. La fraction argile (≤ 2 µm) et une fraction limon¹ (10-50 µm) ont été successivement extraites par épuisement des suspensions en utilisant la loi de Stokes (figure I.1). Les suspensions d'argile ont été floculées en ajoutant une solution de chlorure de calcium (CaCl₂ 1N), puis centrifugées et lavées à l'éthanol jusqu'à élimination des chlorures (test au nitrate d'argent sur le surnageant). Une fois séchée à l'étuve à 40 °C, l'argile se présente sous forme de fragments centimétriques avec une teneur en eau de l'ordre de 5 à 6 %. Pour disposer de fragments de taille inférieure à 100 µm, nous avons effectué un broyage avec un broyeur de type FORPLAIX².

Les oxyhydroxydes de fer, contenus dans la fraction limon, sont éliminés à l'aide d'un traitement CDB (Mehra Jackson, 1960). Un traitement aux ultrasons et une calcination à 550 °C pendant 4 heures sont utilisés pour, respectivement, "nettoyer" les grains de limon de tout constituant fin (argile, composés organiques,...) et éliminer les débris organiques.

Tableau I.1 : Résultats de l'analyse granulométrique de l'échantillon de sol dont sont extraites les fractions argile et limon ayant servi à cette étude.

Granulométrie %					C org %	C.E.C cmol/kg	Cations échangeables			
A	LF	LG	SF	SG			Ca ⁺⁺	Mg ⁺⁺	K ⁺	Na ⁺
<2 µm	2-20 µm	20-50 µm	50-200 µm	200-2000 µm						
35,3	29,6	29,7	2,2	3,2	4	21,5	20,7	1,37	0,58	0,08

¹ Par conséquent, cette fraction ne correspond qu'à une partie de la totalité de la fraction limon (2-50 µm)

² Ce broyage a été effectué au BRGM avec la collaboration de M. Haas

III - METHODES D'ETUDE

III.1 - Analyse granulométrique

L'analyse granulométrique, sur les suspensions d'argile et de limon, a été réalisée à l'aide d'un SEDIGRAPH 5100. Cette méthode permet l'obtention des courbes granulométriques en continu pour des particules de taille comprise entre 50 et 0,1 μm . Les déterminations de la courbe granulométrique au SEDIGRAPH sont basées, comme pour la méthode "pipette", sur l'application de la loi de Stokes. Avant l'analyse granulométrique, l'argile lavée à l'éthanol et séchée à 40 °C a été dispersée à nouveau dans l'eau par agitation mécanique pendant une nuit, puis par traitement aux ultrasons. En revanche, les limons conservés à l'état sec ont été remis en suspension sans aucun autre traitement. Trois répétitions ont été réalisées pour chacune des deux fractions.

III.2 - Diffractométrie aux Rayons X (RX)

Afin d'identifier les minéraux qui constituent les fractions argile et limon, nous avons effectué une analyse minéralogique par diffractométrie des RX (Brindley et Brown, 1980 ; Robert et Tessier, 1974 ; Robert, 1975). L'appareil utilisé est un PHILIPS PW 1710, équipé d'une anticathode cobalt ($K_{\alpha} = 0,179 \text{ nm}$).

Le phénomène de diffraction des rayons X est régi par la loi de Bragg qui donne la distance inter-réticulaire d_{hkl} en fonction de la longueur d'onde λ et de l'angle d'incidence θ :

$$d_{hkl} = \lambda(2\sin\theta)$$

La fraction argile a été étudiée sous la forme de dépôt orienté de façon à analyser le gonflement interfoliaire et à préciser ainsi la nature des minéraux argileux présents (Brindley et Brown, 1980). L'analyse de la variation de l'espace interfoliaire a été réalisée en utilisant de l'éthylène glycol (Robert et Tessier, 1974). La fraction limon a été étudiée sous forme de poudre.

III.3 - Analyse thermo-pondérale

L'analyse thermo-pondérale consiste à enregistrer la perte de masse d'un échantillon lorsqu'il est soumis à un chauffage progressif jusqu'à plus de 1000 °C. Cette analyse a été réalisée à l'aide d'une thermobalance SETARAM B85. La vitesse de chauffage, fixée à

3 °C/mn, est suffisamment lente pour qu'à chaque température la teneur en eau de l'échantillon soit à l'équilibre (Caillère *et al.*, 1982a). L'analyse est réalisée sur un échantillon d'argile de 100 mg.

III.4 - Analyses chimiques

La capacité d'échange cationique (CEC) a été déterminée à l'aide de la méthode METSON (Baize, 1988) au Laboratoire d'Analyse des sols de l'INRA à Arras. L'analyse chimique totale de la fraction argile a été effectuée dans ce même laboratoire. Le silicium, le titane et l'aluminium ont été dosés par fluorescence X après préparation d'une solution solide par fusion au tétraborate de sodium. Les éléments Fe, Mg, Ca, Na et K sont dosés par absorption atomique après mise en solution à l'aide d'acide fluorhydrique en présence de HClO₄.

III.5 - Dosage du quartz

Le quartz présent dans la fraction inférieure à 2 µm étant un minéral bien cristallisé, son dosage a été réalisé par la méthode de l'étalon interne en utilisant l'oxyde de zinc comme étalon interne. Une droite d'étalonnage est tracée après mesure de l'intensité de la raie à 0,182 nm du quartz et à 0,192 nm du ZnO sur des mélanges artificiels de proportion en quartz et ZnO connues (Larray, 1981 ; Hardy, 1992). Le dosage s'effectue sur l'échantillon contenant 20 % d'oxyde de zinc (Larray, 1981). La relation entre l'intensité de la raie à 0,182 nm et la proportion de quartz est la suivante :

$$\%Q_z = (I_{Qz} / I_{Zno}) (1 / b) / [(20 / 80) \times 100]$$

avec % Qz : proportion massique du quartz, I_{Qz} et I_{ZnO} : intensités des raies à 0,182 et 0,191 nm pour respectivement le quartz et l'oxyde de zinc et b : pente de la droite d'étalonnage égale à 0,46 (Hardy, 1992).

II.6 - Mesure des surfaces spécifiques

Les surfaces développées par l'argile peuvent être déterminées par des méthodes basées sur l'étude des phénomènes d'adsorption. Deux types de surfaces sont généralement mesurées : la surface externe et la surface totale.

III.6.1 - Mesure de la surface externe

La surface externe des particules a été étudiée par la méthode B.E.T. (Brunauer, Emmett et Teller). Cette méthode consiste à mesurer le volume d'azote nécessaire pour recouvrir, d'une couche monomoléculaire, la surface des particules. Pour les particules argileuses, seule la surface externe est mesurée, l'espace interfoliaire n'étant pas accessible. L'équation de Brunauer peut être mise sous la forme :

$$P / [V(P_0 - P)] = 1 / V_m C + \left\{ [(C-1) / V_m C] \times P / P_0 \right\}$$

avec :

V : volume de gaz adsorbé à P/P₀ à 273 °C ;

V_m : volume de gaz nécessaire pour recouvrir la surface du solide d'une monocouche ;

P : pression d'équilibre de l'azote ;

P₀ : pression de saturation de l'azote ;

C : constante.

Si l'on porte les valeurs de P/[V(P₀ - P)] en fonction de la pression relative P/P₀, on obtient une droite dont la pente a pour valeur (C-1)/(V_mC) et l'ordonnée à l'origine 1/V_mC. L'adsorption a été effectuée dans un appareil MICROMERITICS ASAP 2010 après un dégazage à une température de 150 °C et sous un vide initial de 0,66 Pa. Cet appareil permet le contrôle du volume de gaz introduit et du temps d'équilibre de la phase gazeuse avec la phase adsorbée. Les isothermes d'adsorption sont réalisées pour des pressions relatives allant de 0,058 à 0,20.

III.6.2 - Mesure de la surface totale

Les surfaces données par la méthode précédente correspondent à la surface externe des particules. Or, certaines argiles, comme les smectites, développent une surface interfoliaire importante qui n'est pas accessible aux molécules d'azote. Pour mesurer la surface totale, nous avons utilisé la méthode proposée par Hendricks et Dyal (1950). Environ 1 g d'échantillon, préalablement saturé par Ca²⁺, est recouvert par de l'éther monoéthylique de l'éthylène glycol (1 à 2 ml). On procède, en présence de CaCl₂, à plusieurs mises sous vide (-1 bar) et pesées successives de façon à déterminer la quantité maximale d'éthylène glycol fixée par l'échantillon. Deux argiles de référence sont jointes à chaque série d'échantillon pour effectuer un contrôle : une montmorillonite du Wyoming (698,9 m²/g) et une kaolinite de Géorgie (24 m²/g). Sachant que 1 mg d'éthylène glycol couvre une surface de 3,22 m², on peut alors calculer la surface totale développée par l'échantillon.

III.7 - Préparation des lames minces

Des lames minces de 45x60 mm ont été confectionnées selon une méthode basée sur des travaux effectués depuis une vingtaine d'année en microscopie optique (Miedema *et al.*, 1974 ; Murphy *et al.*, 1977 ; Fitzpatrick et Gudmundsson, 1978 ; Murphy, 1982), dont Ringrose-Voase (1991) donne une revue.

Avant d'être imprégnés, les échantillons sont déshydratés à 105 °C. L'imprégnation est effectuée sous une dépression de 5 kPa (Bruand *et al.*, 1992), à température ambiante et durant 8 heures environ. La porosité est saturée à l'aide d'une résine polyester de type NORSODYNE diluée avec 30 % en volume de styrène monomère (0,2 % en volume de catalyseur et 2 gouttes d'accélérateur). La polymérisation requiert 3 à 4 semaines.

Après polymérisation de la résine, des plaquettes de 5 mm d'épaisseur sont taillées, rectifiées et collées à froid sur une lame de verre. Chaque lame mince est obtenue par meulage de la plaquette jusqu'à 25 ou 30 µm. Pour obtenir une surface de planéité maximale, la lame a été polie à l'aide de draps abrasifs sur lesquels on avait vaporisé des grains de diamant de plus en plus fins (de 15 à 0,25 µm).

III.8 - Observation en microscopie électronique à balayage

La caractérisation morphologique de la fraction limon s'appuie sur la description des observations réalisées sur des grains et des lames polies, soit en mode électrons rétrodiffusés, soit en électrons secondaires, soit encore en combinant les deux.

En mode électrons rétrodiffusés, les lames ont été métallisées au carbone (10 à 20 nm d'épaisseur) et nous avons utilisé une tension d'accélération du faisceau incident de 15 kV. En effet Pye et Krinsley (1984) ont montré pour différents matériaux que les meilleures images étaient obtenues pour des tensions de 15 à 20 kV. Les tensions de cet ordre permettent de prospecter jusqu'à 2 ou 3 µm sous la surface polie.

Les observations de grains en électrons secondaires ont été effectuées après fixation sur du scotch à double face et métallisation à l'or.

III.9 - Observation en microscopie électronique à transmission

Pour étudier les minéraux qui constituent la fraction argile, nous avons procédé à des observations en microscopie électronique à transmission (M.E.T.) sur des lames ultraminces.

L'eau présente dans l'échantillon de dimension millimétrique est remplacée par de la résine à la suite d'un échange eau - acétone - oxyde de propylène - résine. Un fragment est ensuite séparé de ce bloc avec un scalpel et déposé dans un moule contenant de la résine. L'échantillon est enfin placé dans une étuve thermostatée à 60 °C pendant 48 heures pour que la polymérisation soit complète. Une coupe de 500 nm est obtenue à l'aide d'un ultra microtome REICHERT équipé d'un couteau de diamant diatome (Tessier, 1984).

Les coupes ainsi préparées sont recueillies sur une grille de cuivre recouverte de carbone et les observations sont réalisées avec le M.E.T¹.

¹Ces observations ont été effectuées au Laboratoire de Science du Sol du Centre INRA de Versailles avec la collaboration de A.M. Jaunet.

CARACTERISTIQUES DE LA FRACTION ARGILE

I - INTRODUCTION

Dans ce chapitre, après avoir effectué une analyse granulométrique de la fraction argile, nous conduirons successivement une analyse minéralogique qualitative puis une analyse minéralogique quantitative. Cette dernière s'appuiera sur les données de l'étude menée en diffractométrie des RX et en microscopie électronique à transmission ainsi que sur les données issues des analyses chimiques et physico-chimiques. Tous les résultats quantitatifs présentés au cours de cette étude minéralogique seront rapportés à la masse de l'échantillon calciné à 1000 °C.

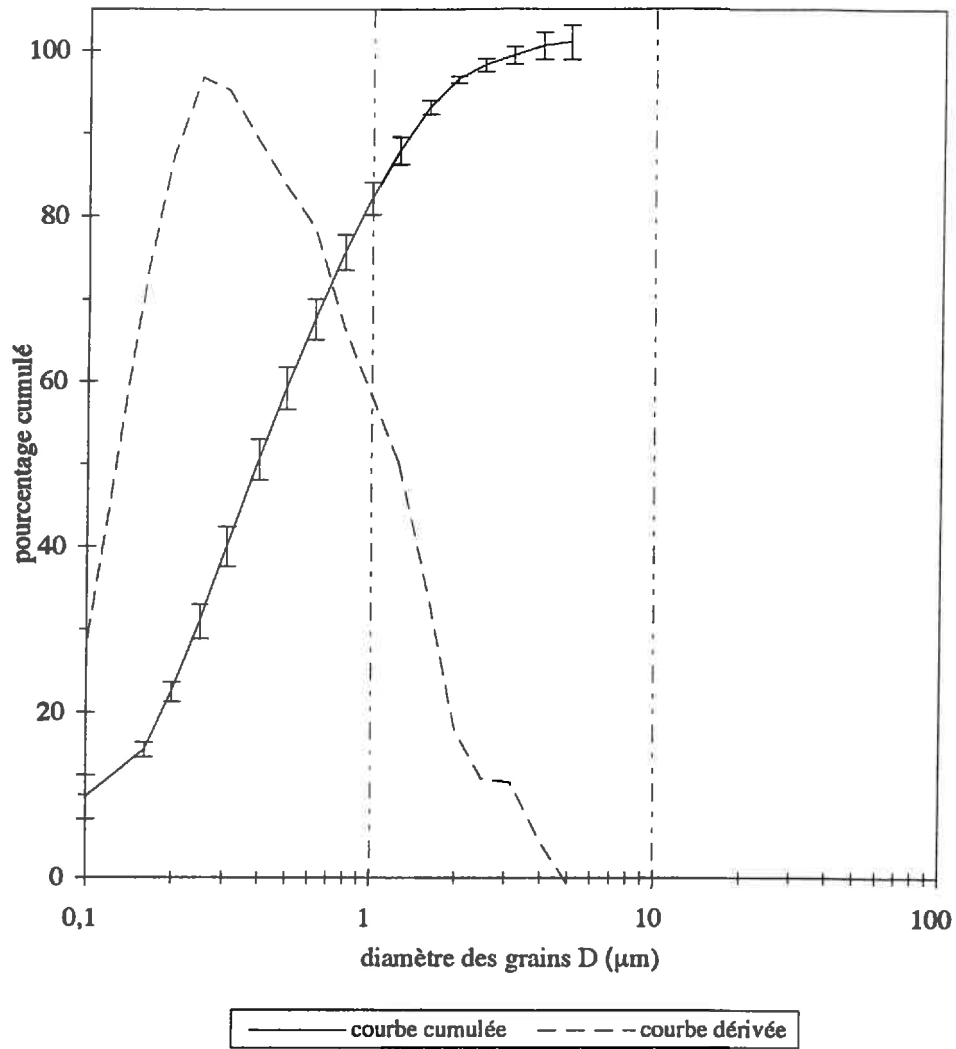


Figure II.1 : Courbes granulométriques cumulée et dérivée de la fraction argile $< 2\mu\text{m}$ (moyenne de trois répétitions).

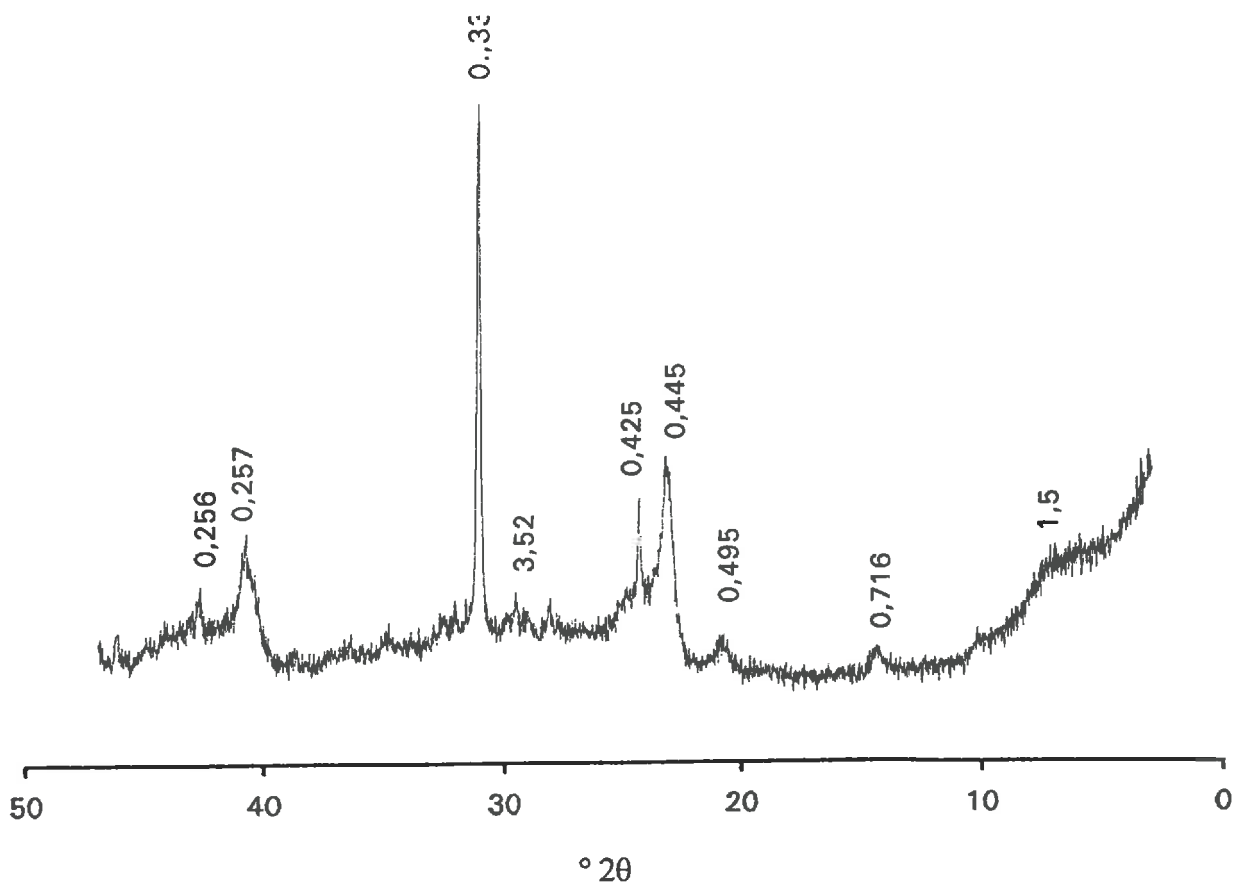


Figure II.2 : Diffractogramme RX, fraction argile sous forme de poudre ($K\alpha$, Co).

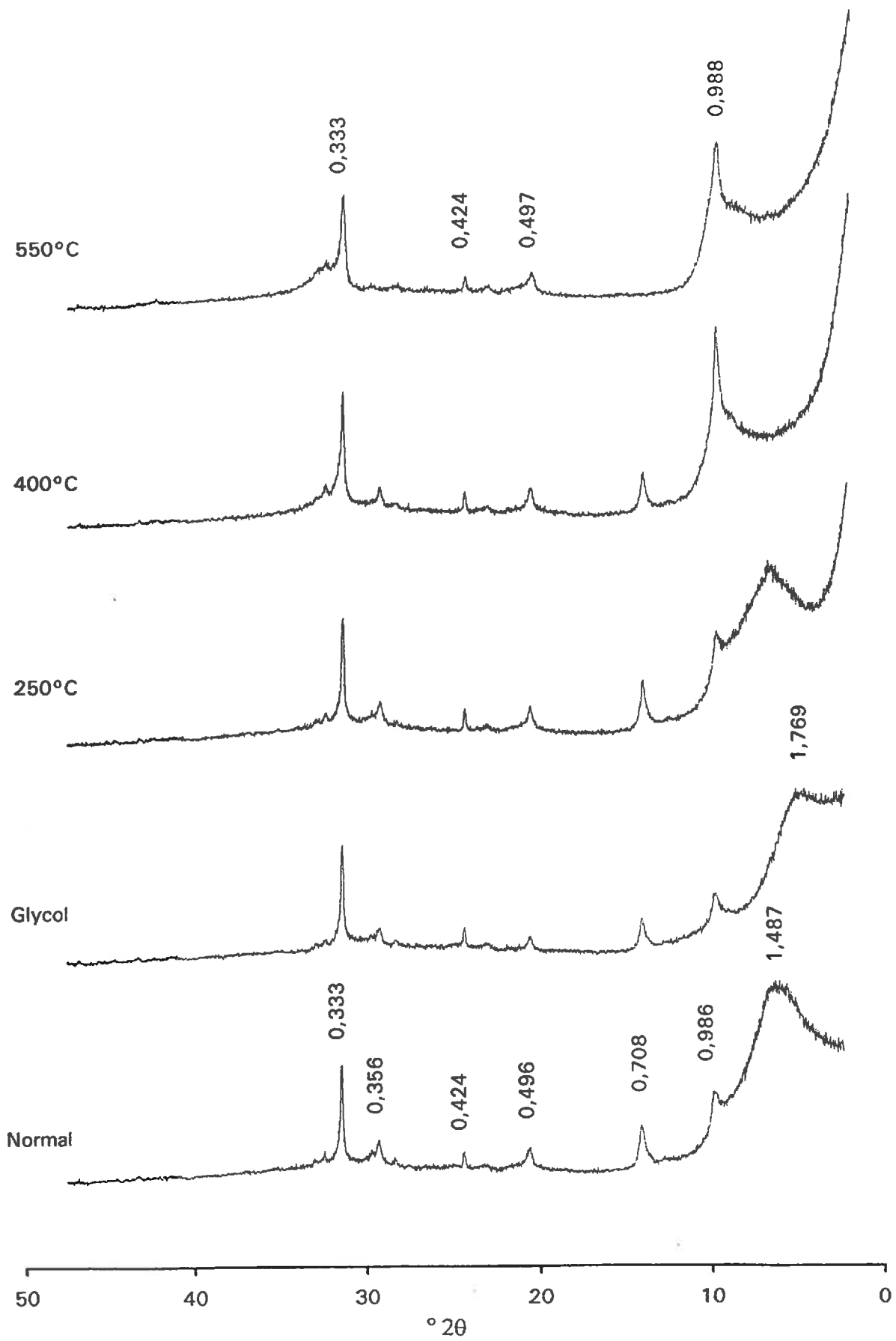


Figure II.3 : Diffractogramme RX, dépôt orienté d'argile ($K\alpha$, Co).

II - ANALYSE GRANULOMETRIQUE

Les résultats de l'analyse granulométrique montrent que la fraction argile est constituée par 96 % de particules de taille inférieure à 2 μm dont 62 % de taille inférieure à 0,5 μm (diamètre modal d'environ 0,3 μm) (figure II.1).

III - ANALYSE MINERALOGIQUE QUALITATIVE

III.1 - Diffractométrie aux RX

La fraction argile saturée Ca^{2+} a tout d'abord été étudiée en diffraction des RX sous la forme de poudre. L'analyse du dépôt orienté a ensuite été effectuée après échange de Ca^{2+} par Mg^{2+} .

Sur le diffractogramme de poudre obtenu (figure II.2), on observe la présence des raies du quartz (0,425 ; 0,333 et 0,246 nm) et de raies attribuables aux minéraux argileux de type 1:1 (raies à 0,715 nm) et 2:1 (raie large à 1,5 nm) (Brindley et Brown, 1980 ; Caillère *et al.*, 1982 a et b).

Les diffractogrammes obtenus sur lame orientée confirment la présence de la kaolinite avec une raie de diffraction à 0,72 nm qui ne varie pas à l'éthylène glycol et qui disparaît après chauffage à 550 °C et du quartz avec des raies étroites à 0,425 et à 0,333 nm. Ces diffractogrammes montrent que les minéraux 2:1 sont représentés par une smectite et une illite. La smectite est représentée par une raie large à 1,45 nm après saturation Mg^{++} . Cette raie se transforme en une raie à 1,75 nm après traitement à l'éthylène glycol et se reforme après chauffage à 400 °C. L'illite est représentée par une raie à 1 nm qui ne varie pas, quel que soit le traitement (figure II.3).

III.2 - Morphologie et organisation des argiles

Nous présenterons ici les images obtenues en microscopie électronique à transmission et nous tenterons de préciser l'organisation interne des argiles. L'interprétation de ces images est basée sur les travaux de Tessier et Pedro (1976), Brindley et Brown (1980), Caillère *et al.* (1982a et b), Duplay (1982) et Tessier (1984).

Sur les images prises à faible grossissement ($\times 50000$), nous observons des amas de particules de taille variant entre 0,2 et 2 μm environ. Ils sont souvent de forme ovale et

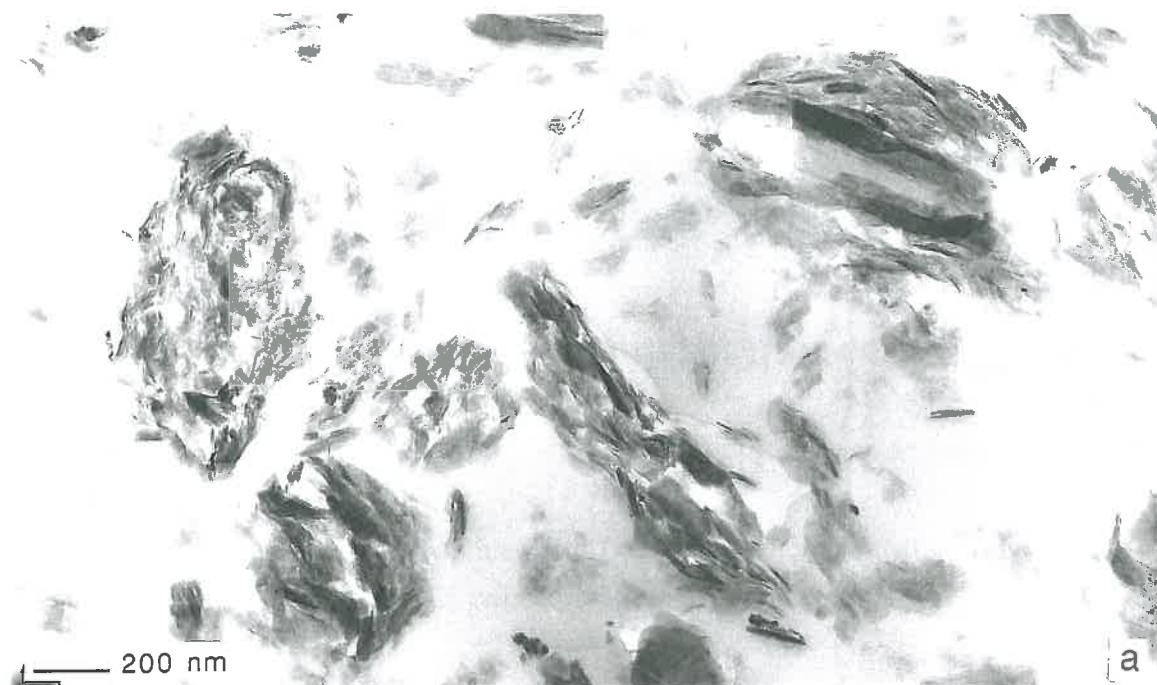


Planche II.1.a et b : Amas de particules d'argile (a et b) de taille comprise entre 0,2 et 2 μm
(Microscopie électronique à transmission à haute résolution)

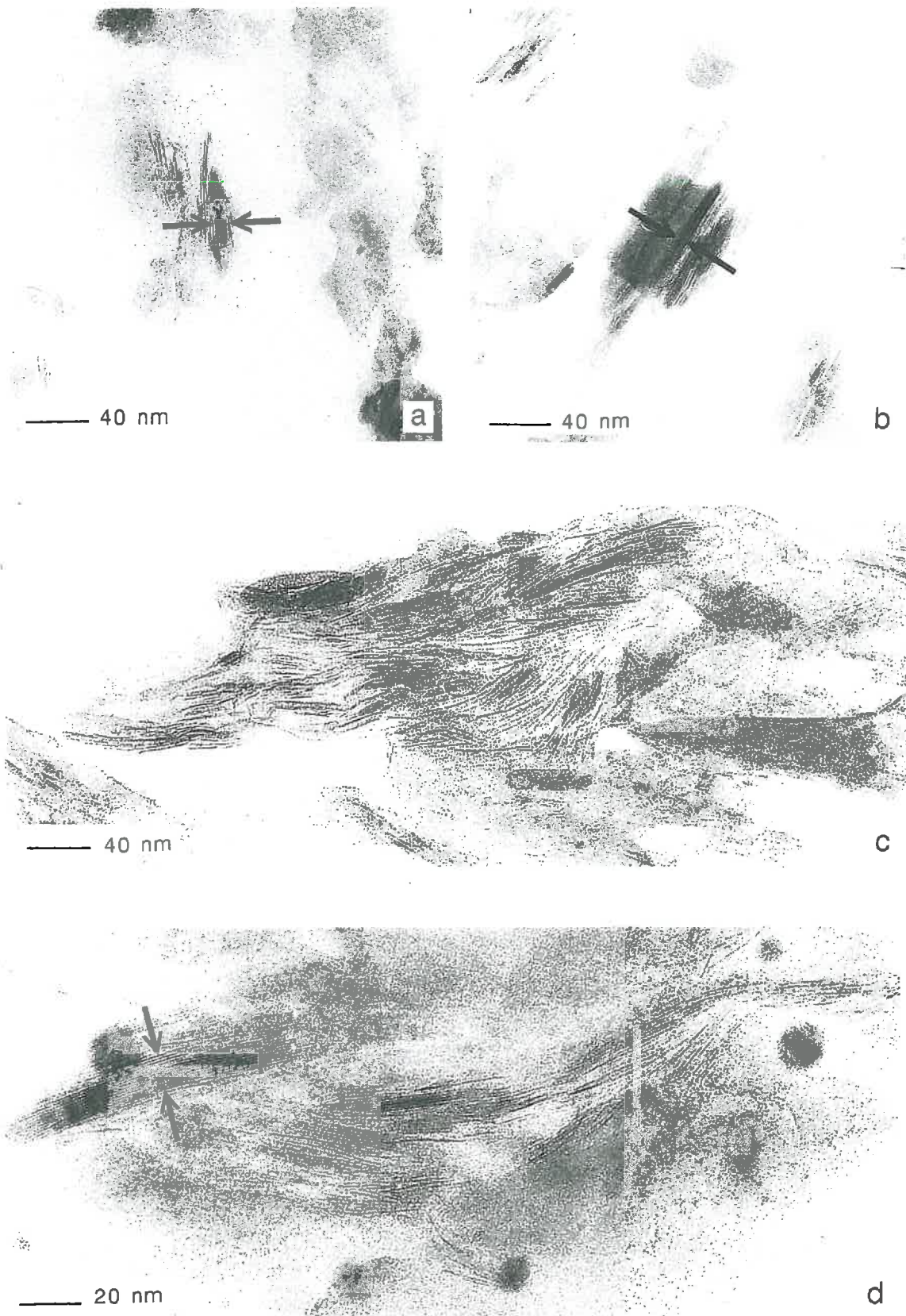


Planche II.2 : Particules élémentaires au sein des amas d'argile présentés planche II.1 (Microscopie électronique à transmission à haute résolution).

- a et b/ Particules d'illite de très petite taille (distance interfoliaire 1 nm).
- c/ Particules de smectite (distance interfoliaire de 1 à 1.75 nm).
- d/ Particules de kaolinite (distance interfoliaire 0,7 nm).

possèdent des zones denses aux électrons qui correspondent des oxydes et hydroxydes de fer (planche II.1.a et b).

Les images prises à grossissement élevé ($\times 250000$), montrent les particules élémentaires qui forment les amas identifiés sur les images de la planche II.1.a et b. Ces particules sont parfois ponctuellement en contact au sein des amas (planche II.2.a, b, c et d).

Dans la plupart des cas, les particules primaires se présentent sous forme d'assemblages réguliers de petite taille dont les contours ne sont pas toujours nets (c et d). Ces particules sont constituées par la superposition de 3 à 10 feuillets, parallèles et équidistants, de 100 à 300 nm d'extension latérale (dans le plan ab) et de 3 à 10 nm d'épaisseur. L'empilement de plusieurs particules primaires de ce type se fait soit par des contacts face à face et des chevauchements, soit par des contacts par leurs bords, ce qui donne en général une organisation en châteaux de cartes ; ce sont des illites (planche II.2.a et b). Ces empilements sont analogues aux microdomaines décrits par Tessier et Pédro (1976) et Tessier (1984).

Dans un certain nombre de cas, les particules élémentaires présentent une structure interne plus variable. En effet, on observe des particules dont les feuillets sont non parallèles et non équidistants et souvent courbés. La distance entre deux feuillets peut varier entre 1 et 1,3 nm (planche II.2.c). Ce sont des smectites ; elles sont considérées comme des quasi-cristaux (Tessier et Pédro, 1976).

A plus fort grossissement ($\times 510000$), nous observons d'autres types de feuillets de 30 à 80 nm d'extension latérale dans le plan ab et de distance interfoliaire constante et très faible (0,7 nm) (images e et f). Ce sont les minéraux 1:1 représentés par la kaolinite (planche II.2.d).

IV - ANALYSE MINÉRALOGIQUE QUANTITATIVE

Lors de l'analyse qualitative par diffractométrie des RX et lors des observations en microscopie électronique à transmission, nous avons identifié quatre espèces minérales. Il s'agit de la kaolinite, d'une smectite, d'une illite et du quartz.

A ce jour, il n'existe pas de méthode simple pour effectuer une analyse minéralogique quantitative d'un échantillon de sol. Cependant, dans un mélange, la détermination des proportions de chaque constituant Q_j ($j = 1, 2, 3, \dots, n$) peut utiliser le fait que la $i^{\text{ème}}$ propriété M_i déterminée pour le mélange s'écrit sous la forme d'une combinaison linéaire (Pearson, 1978 ; Pawloski, 1985 ; Bruand et Prost, 1988). Pour cela, il est nécessaire que les

contributions à cette $i^{\text{ème}}$ propriété soient additives. Le calcul implique l'établissement du système de n équations indépendantes suivant la relation :

$$\sum a_{ij} Q_j = M_i \quad (i = 1, 2, 3, \dots, n)$$

où chaque a_{ij} est le coefficient donnant la contribution du $j^{\text{ème}}$ constituant pour la $i^{\text{ème}}$ propriété du mélange. L'inconvénient principal de cette méthode est dû à la présence fréquente dans les échantillons de sol d'espèces minéralogiques mal définies. Ceci conduit à des coefficients a_{ij} approximatifs. Par exemple, les constitutions chimiques de l'illite et de la smectite, données par la littérature, varient beaucoup selon les références (tableau II.1). Les minéraux 2:1 expansibles sont, en effet, dans les sols, les plus susceptibles de connaître de grandes variations de composition chimique, ceci d'autant plus que ces minéraux peuvent se présenter sous forme d'interstratifiés. La validité du calcul dépend alors de la différence existant, pour chaque a_{ij} , entre la valeur qu'on lui affecte et la valeur réelle (Pearson, 1978 ; Bruand et Prost, 1988).

IV.1 - Etablissement du système d'équation

La fraction argile étant constituée de kaolinite, d'une smectite, d'une illite, de quartz et de goethite, le système d'équation à résoudre se compose de cinq inconnues. Il est donc nécessaire d'établir cinq équations indépendantes qui peuvent s'écrire sous la forme du produit de matrice suivant :

$$\begin{pmatrix} a_{11} & a_{12} & a_{13} & a_{14} & a_{15} \\ a_{21} & a_{22} & a_{23} & a_{24} & a_{25} \\ a_{31} & a_{32} & a_{33} & a_{34} & a_{35} \\ a_{41} & a_{42} & a_{43} & a_{44} & a_{45} \\ a_{51} & a_{52} & a_{53} & a_{54} & a_{55} \end{pmatrix} X = \begin{pmatrix} Q_1 \\ Q_2 \\ Q_3 \\ Q_4 \\ Q_5 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} M_1 \\ M_2 \\ M_3 \\ M_4 \\ M_5 \end{pmatrix}$$

avec Q_i : proportions massiques des différents minéraux à déterminer, M_i : propriétés accessibles retenues, et a_{ij} : différents coefficients donnant la contribution de chaque constituant aux propriétés du mélange.

IV.2 - Choix des équations à résoudre

L'utilisation de la diffraction des RX n'est pas appropriée pour une analyse minéralogique quantitative en raison de la cristallinité très variable de l'argile

Tableau II.1 : Composition chimique des minéraux de référence utilisés pour le calcul (teneurs exprimées par référence à la masse de l'échantillon calciné).(S1 : Tessier, 1984 ; S2 et S3 : Hardy *et al.*, 1988 ; K2, K3 et K4: Caillère *et al.*, 1982 ; K5: Cambier, 1976 ; I1, I2, I3, I4, I5, I6 et I7: Bruand, 1985).

Argile de référence	SiO ₂	TiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	FeO	MgO	CaO	Na ₂ O	K ₂ O	H ₂ O
Smectite										
S1 Bethonvilliers	62,4	-	20,8	8,5	-	2,5	3,5	0,8	1,5	4,9
S2 Lorris Alo	62,6		19,4	14,9		1,5	1,6	-	-	-
S3 Lorris AS	60,6		18,6	16,9		2,1	1,9	-	-	-
Illite										
I1 Interlake < 0,5µm	54,9	-	30,4	0,6	1,0	3,3	0,1	0,1	9,6	4,8
I2 Silver H< 5µm	58,2	-	23,3	5,5	1,3	2,9	0,2	0,1	8,5	4,8
I3 Burnt Bluff < 2µm	57,3	-	27,1	0,9	1,4	3,9	0,5	0,2	8,7	4,8
I4 Puy < 2 µm	54,3	0,4	23,2	6,7	0,5	4,9	1,1	0,2	8,7	4,7
I5 Puy < 2 µm I6	53,8	0,4	22,0	7,5	0,4	4,9	2,5	0,5	8,0	4,7
Fithiam 0,3-0,5µm	55,6	0,6	26,6	4,5	2,3	2,3	1,0	0,6	6,5	4,8
I7 Grundite 0,3-0,5µm	54,1	0,6	28,9	6,4	1,6	1,5	0,3	0,7	5,9	4,8
Kaolinite										
K1 théorique	54,1	-	45,9	-	-	-	-	-	-	16,3
K2 La Chartreuse	54,1	-	44,3	0,9	-	-	0,7	-	-	16,0
K3 Lewistone	52,7	0,5	46,0	0,1	-	-	-	0,2	0,5	15,7
K4 Limoges	54,1	2,8	43,1	-	-	-	-	-	-	15,1
K5 St Austell	53,9	-	45,3	0,6	-	0,2	-	-	-	16,1

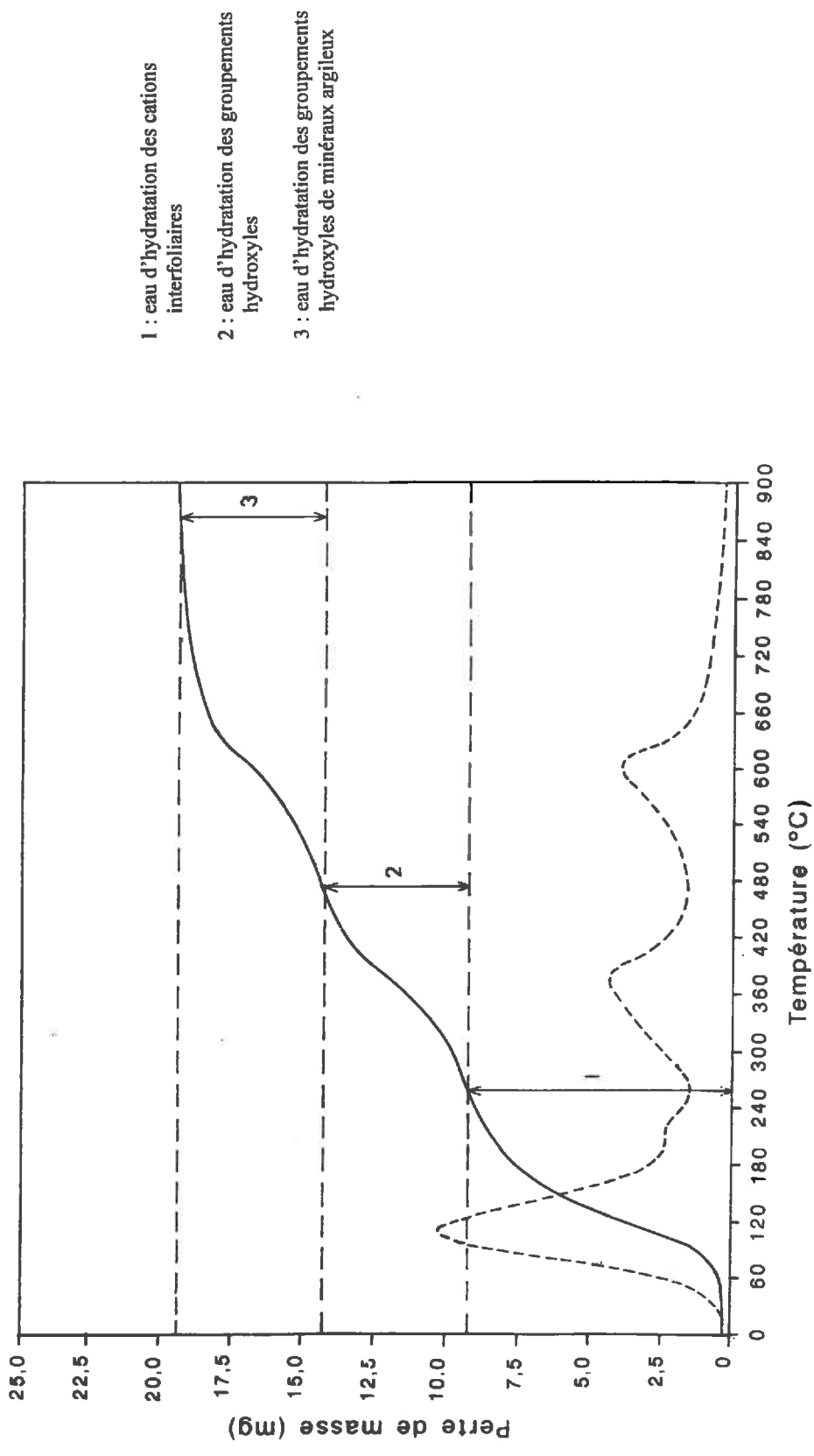


Figure II.4 : Courbes de perte de masse de la fraction $< 2\mu\text{m}</math> décarbonatée en fonction de la température (— : courbe cumulée, --- : courbe dérivée).$

(Pawloski, 1985). En revanche, elle peut être utilisée pour le dosage du quartz à l'aide de la méthode de l'étalon interne. La première équation est donc établie pour le quartz. Elle relie l'intensité de la raie à 0,182 nm à la proportion de quartz (Q_{Qz}).

La deuxième équation est établie pour la goethite. Elle relie la quantité de fer extractible par la méthode Mehra et Jackson (1960) à la quantité de Fe_2O_3 provenant de la goethite (Q_{Goet}) dans l'échantillon calciné.

La troisième équation est établie pour déterminer la proportion de feuillets argileux type illite (Q_{il}), à l'aide de la quantité de K_2O obtenue par l'analyse chimique totale.

La quatrième équation est établie pour des minéraux argileux (kaolinite (Q_{kaol}), illite (Q_{il}) et smectite (Q_{sm})) à l'aide de la perte de masse donnée par l'analyse thermo-pondérale, en admettant que cette perte mesurée n'entre que dans la constitution des minéraux argileux.

La cinquième équation est établie à l'aide de la quantité de SiO_2 donnée par l'analyse chimique totale. Cette équation relie les différents minéraux argileux (kaolinite (Q_{kaol}), illite (Q_{il}) et smectite (Q_{sm})) et le quartz (Q_{Qz}) à la quantité de SiO_2 présente dans l'échantillon calciné.

Les deux premières équations sont associées à un seul constituant (quartz pour la première et goethite pour la deuxième). Le système d'équation à résoudre se ramène donc à trois équations à trois inconnues. Pour la résolution de ces trois équations nous utiliserons les résultats de l'analyse thermo-pondérale et de l'analyse chimique.

IV.2.1 - Analyse thermo-pondérale

La perte totale est de 24 % (tableau II.2). La courbe obtenue (figure II.4) se décompose en trois phases distinctes dont les limites correspondent aux points d'inflexion subhorizontaux. La courbe dérivée permet de préciser ces limites. Cette courbe peut être interprétée de la façon suivante :

Phase I (perte en masse de 11,2 %). Elle se produit à des températures inférieures à 250 °C avec un maximum proche de 110 °C. Elle est attribuée au départ de l'eau d'hydratation des cations interfoliaires et de l'eau faiblement liée associée à l'humidité de l'échantillon.

Phase II (perte en masse de 6,4 %). Elle est observée pour des températures comprises entre 250 et 480 °C avec un maximum autour de 370 °C. Ce départ d'eau est attribué aux

groupement hydroxyles des oxyhydroxydes métalliques et à une partie de l'eau d'hydratation des minéraux 2:1.

Phase III (perte en masse évaluée à 6,4 %). Elle est observée pour des températures supérieures à 480 °C avec un maximum autour de 600 °C. Elle est attribuée au départ de l'eau de groupements hydroxyles des minéraux argileux. C'est cette perte de poids qui sera utilisée dans la quatrième équation.

IV.2.2 - Analyses chimiques

Les résultats d'analyse sont regroupés dans le tableau II.3 où nous avons également fait figurer la quantité totale de masse perdue lors de l'analyse thermo-pondérale, le fer et l'aluminium libres. Pour la troisième et la cinquième équation, seront utilisés respectivement les résultats de dosage de K_2O et de SiO_2 .

IV.3 - Résolution du système d'équation

Le dosage du quartz dans la fraction argile a révélé une teneur (M_1) en quartz de 5,6 % de l'échantillon séché à température ambiante, soit 6,95 % de l'échantillon calciné. Il est à noter que ce résultat est la moyenne calculée sur 6 mesures et que l'écart type est de 0,2.

En admettant que le fer et l'aluminium extraits par la méthode C.D.B. soient attribuables à la goethite, les teneurs en Al_2O_3 et Fe_2O_3 de la goethite calculées sont alors respectivement de 14,3 et 85,7 %. La teneur totale (M_2) en goethite dans la fraction argile est alors de 6,53 %.

Les équations de quartz et de goethite ayant été déterminées indépendamment, le système d'équations à résoudre s'écrit comme suit :

$$a_{33}Q_{il} = 3$$

$$a_{41}Q_{kaol} + a_{42}Q_{sm} + a_{43}Q_{il} = 6,4$$

$$a_{51}Q_{kaol} + a_{52}Q_{sm} + a_{53}Q_{il} = 47,2$$

Nous avons fait le choix de présenter les solutions du système d'équations établi sous forme d'intervalles (tableau II.4) limités par une valeur minimale et une valeur maximale calculées en utilisant les différentes combinaisons possibles entre les différents minéraux argileux de référence (tableau II.1).

Tableau II.2 : Perte de masse pour la fraction argile en fonction de la température.

domaine de température	I jusqu'à 250 °C	II 250-480 °C	III supérieure à 480 °C
perte de masse rapportée à la masse calcinée en %	11,2	6,4	6,4

Tableau II.3 : Composition chimique de la fraction <math><2\mu\text{m}</math> exprimée en g d'oxyde par 100 g d'échantillon calciné.

SiO ₂	TiO ₂	Al ₂ O ₃ total ²	Fe ₂ O ₃ total ³	MnO	MgO	CaO
54,2	1,0	24,2	12,1	0,3	1,8	2,1
K ₂ O	Na ₂ O	ZnO	P ₂ O ₅	Fe ₂ O ₃ libre ⁴	Al ₂ O ₃ libre ⁵	H ₂ O
3	0,2	<0,1	0,9	5,6	0,9	24

Tableau II.4: Proportions des différents minéraux présents dans la fraction argile

minéraux	kaolinite	smectite	illite	Quartz	Goethite	total
Q _j	0,198-0,241	0,122-0,311	0,313-0,508	0,070	0,065	0,953-1,008
Moyenne	0,217	0,230	0,386	0,07	0,065	0,967

²Al₂O₃ total comprenant l'aluminium associé aux minéraux philliteux et l'aluminium libre.

³Fe₂O₃ total comprenant le fer associé aux minéraux philliteux et le fer libre.

⁴ Fer extrait par la CDB et dosé par la méthode Mehra Jackson (1960).

⁵ Aluminium extrait par la CDB et dosé par la méthode Mehra Jackson (1960).

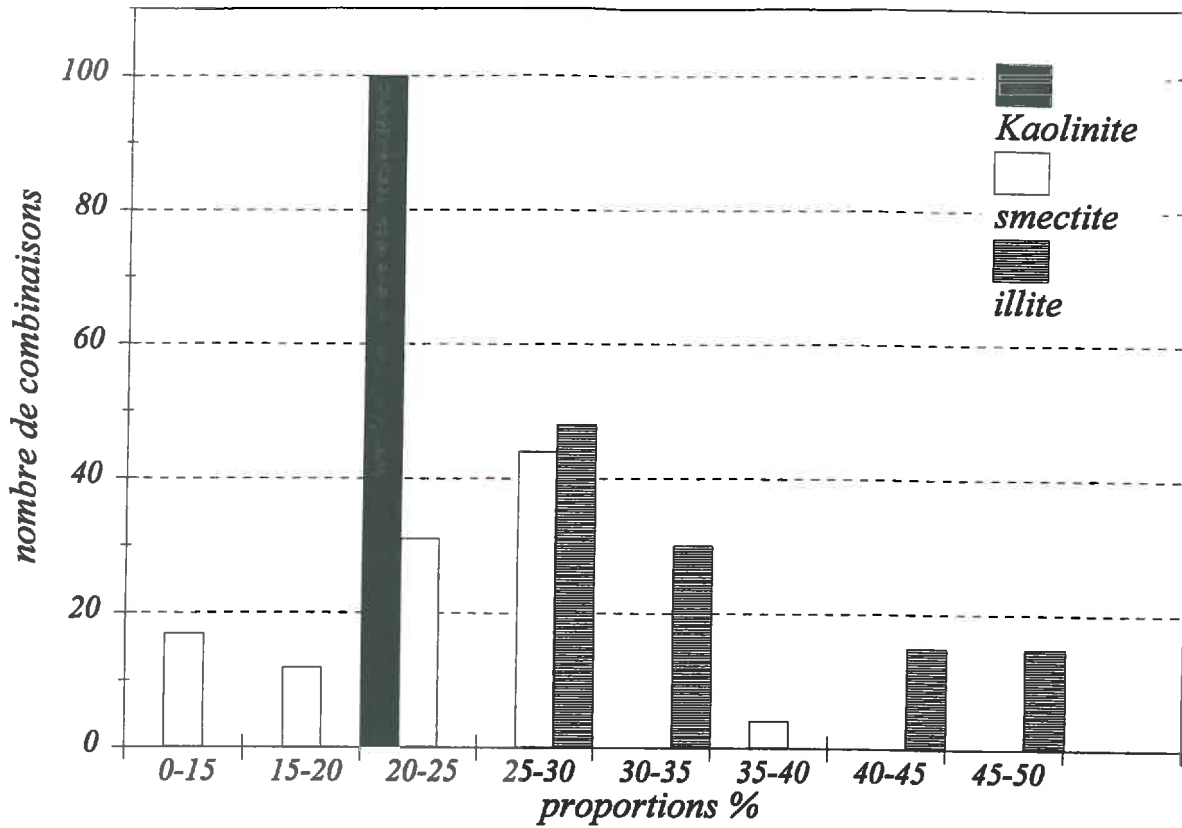


Figure II.5 : Histogramme de distribution des proportions des minéraux argileux.

La somme des proportions massiques devant être proche de 1 pour que la solution puisse être acceptée, nous admettons qu'une solution peut être retenue lorsque (Bruand et Prost, 1988) :

$$0,95 < \sum_{j=1}^5 Q_j < 1,05$$

Les résultats (tableau II.4 et figure II.5) indiquent que les minéraux 2:1 (illite + smectite) sont présents à hauteur d'environ 60 %. Les minéraux de type smectite varient de 13 et 36 %, avec une valeur maximale observée autour de 30 %, ceux de type illite de 24 à 50 %, (soit une marge de variation de plus de 50 %) avec une valeur maximale observée autour de 30 %. La kaolinite représente environ 22 % de la fraction < 2 µm et la teneur est, cette fois, peu variable de 20 à 24 % (avec un taux de variation de 17 %). Cette faible variation par rapport à celle rencontrée pour les minéraux de type smectite et illite est due aux faibles différences de composition existant entre les kaolinites de référence utilisées dans les calculs.

IV.4 - Evaluation des surfaces spécifiques

La surface externe de la fraction argile est de 90 m²/g et la surface totale est de 424 m²/g. La surface totale mesurée pour les argiles de référence utilisées lors des mesures est de 611 m²/g pour la smectite du Wyoming et de 20 m²/g. pour la kaolinite de Géorgie. D'après ces résultats, l'argile utilisée pour cette étude possède une proportion élevée de feuillets de type smectite.

IV.5 - Capacité d'échange cationique

La CEC mesurée pour la fraction argileuse est de 45 cmol/kg. Elle est intermédiaire entre la CEC d'une illite (30 - 40 cmol/kg) et celle d'une smectite de sol (Caillère *et al.*, 1982 ; Tessier, 1984).

V - CONCLUSION

Les analyses minéralogiques qualitative et quantitative ont montré la présence d'illite (31 à 51 %), de smectite (12 à 31 %), de kaolinite (20 à 24 %), de quartz (7 %) et de goethite (7 %). La teneur en minéraux de type illite et smectite explique que la capacité d'échange cationique soit intermédiaire entre ces deux types de minéraux. Les observations en M.E.T. montrent que ces minéraux sont présents sous la forme de particules élémentaires de très petite taille (< 500 nm), ce qui est cohérent avec les résultats de l'analyse granulométrique.

Celle-ci a en effet montré que plus de 60 % des particules étaient de taille inférieure à 0,5 μm . Cette faible taille des particules élémentaires est aussi cohérente avec les mesures de surface externe (90 m^2/g) qui témoignent d'un degré de division élevé de l'argile. La valeur élevée de surface totale est essentiellement attribuable aux minéraux 2:1. Néanmoins, la taille et les proportions de smectite calculées ne permettent pas de rendre compte d'une surface totale aussi élevée.

CARACTERISATION DE LA FRACTION LIMON

I - INTRODUCTION

Après avoir étudié les caractéristiques de la fraction argile ($< 2 \mu\text{m}$), nous étudierons celles de la fraction limon ($10\text{-}50 \mu\text{m}$) en abordant successivement sa minéralogie et la morphologie des grains qui la constituent.

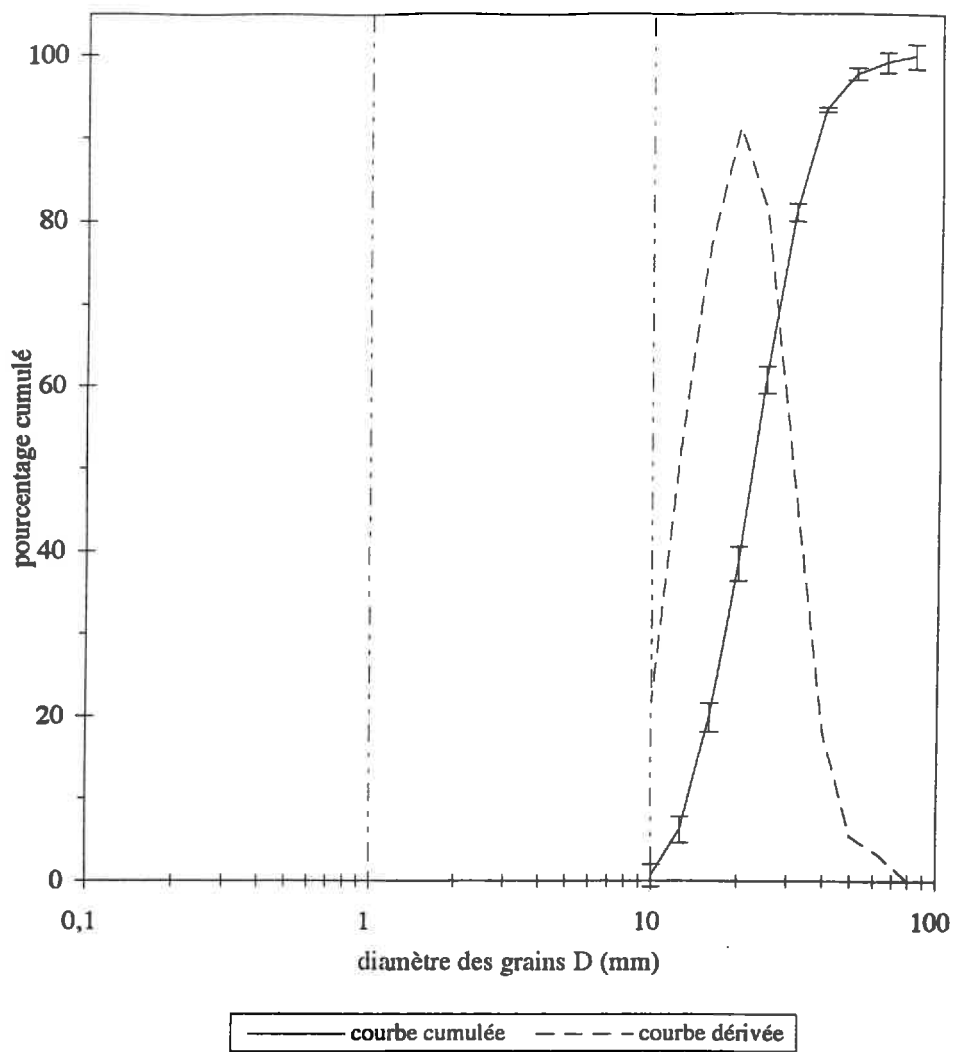


Figure III.1 : Courbes granulométriques cumulée et dérivée de la fraction limon 10-50 μm .

Tableau III.1 : Résultats de l'analyse chimique totale de la fraction 10-50 μm (% de la masse calcinée à 1000 °C).

SiO ₂	Al ₂ O ₃	K ₂ O	Na ₂ O	CaO	TiO ₂
89,3	3,7	1,3	1,0	0,3	0,9

Tableau III.2 : Proportions des différents minéraux présents dans la fraction limon (en pourcentage d'oxydes).

Quartz	Feldspath sodique (Albite)	Feldspath potassique	Feldspath calcique (Anorthite)
77,8	8,3	7,5	2,2

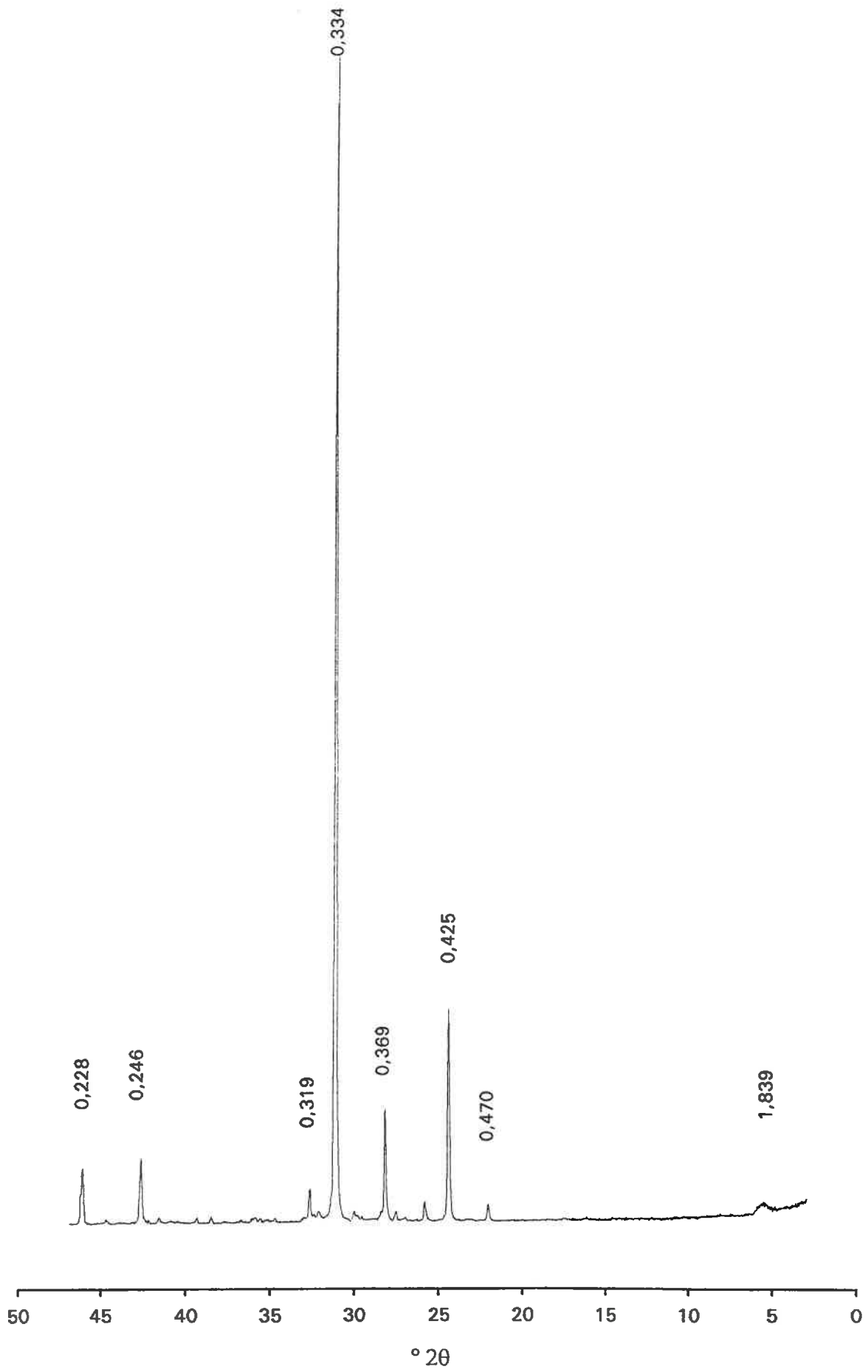


Figure III.2 : Diffractogramme RX obtenu avec la fraction limon 10-50 μm , sous forme de poudre.

II - ANALYSE GRANULOMETRIQUE

La taille des grains de limon est effectivement comprise entre 10 et 50 μm (figure III.1). Le diamètre modal est de 23 μm et la distribution est symétrique.

III - ANALYSE MINERALOGIQUE QUALITATIVE

Le diffractogramme de poudre (figure III.2) révèle la présence de quartz (0,425, 0,333 et 0,245 nm) et en moindre proportion de feldspaths (0,32 nm). D'autres minéraux tels l'anatase (0,352 nm) ont aussi été identifiés à l'aide de pics de diffraction de faible intensité. Les raies 0,370 et 0,469 nm ont été attribuées aux réflexions $\text{CoK}\beta$ associées aux deux principales réflexions du quartz.

IV - ANALYSE MINERALOGIQUE QUANTITATIVE

Une fois les minéraux constituant la fraction limon 10-50 μm identifiés en diffraction des RX, les résultats de l'analyse chimique totale (tableau III.1) ont été utilisés pour déterminer les proportions de chaque minéral présent.

Pour les calculs, nous avons attribué la totalité de l'oxyde de potassium (K_2O) aux feldspaths potassiques, celle d'oxyde de sodium (Na_2O) aux feldspaths sodiques (albite) et d'oxyde de calcium (CaO) aux feldspaths calciques (anorthite).

Dans le tableau III.2 nous avons porté les résultats de calcul des différentes proportions des minéraux.

V - CARACTERISATION MORPHOLOGIQUE

Les observations au M.E.B. ont été effectuées avec des grossissements allant de quelques $\times 10$ à plusieurs $\times 100000$. Les grains de limon observés au M.E.B. sont le plus souvent de forme polyédrique et arrondie, avec des contours en général nets (planche III.1A, B, C et D). Leur surface est généralement régulière, voire lisse, mais on observe également des quartz fracturés lors des observations en mode électrons rétrodiffusés (planche III.1A et B). Dans ce dernier cas, les fractures se sont probablement produites lors de la préparation des lames minces.

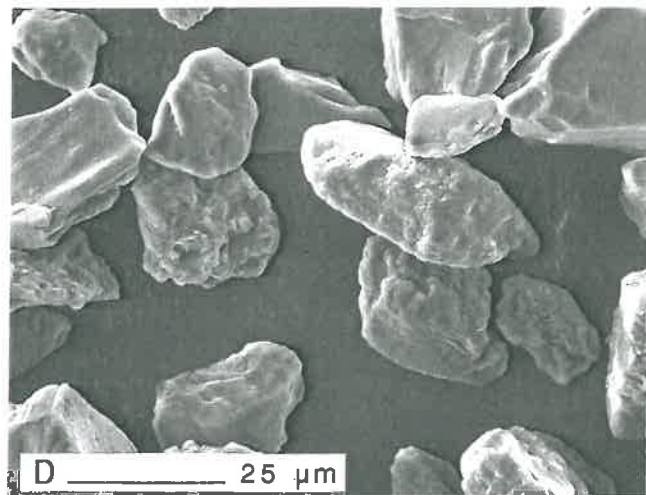
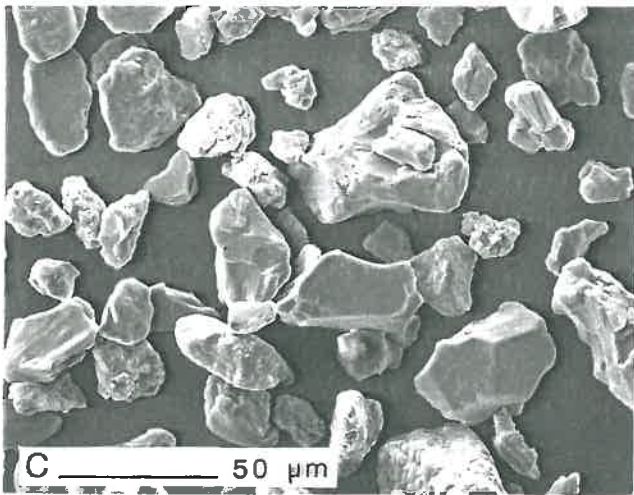
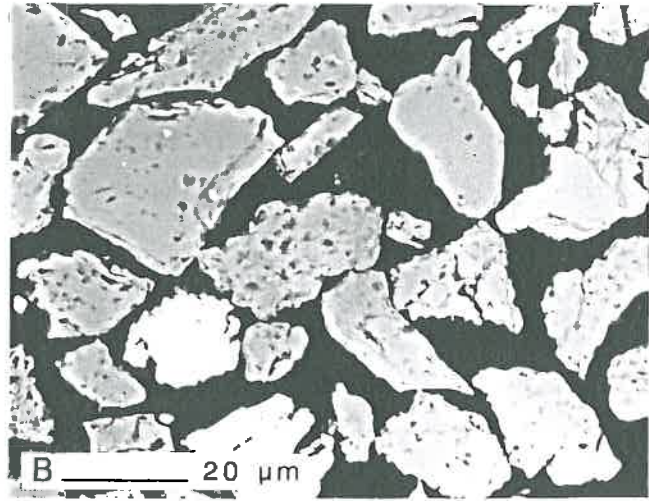
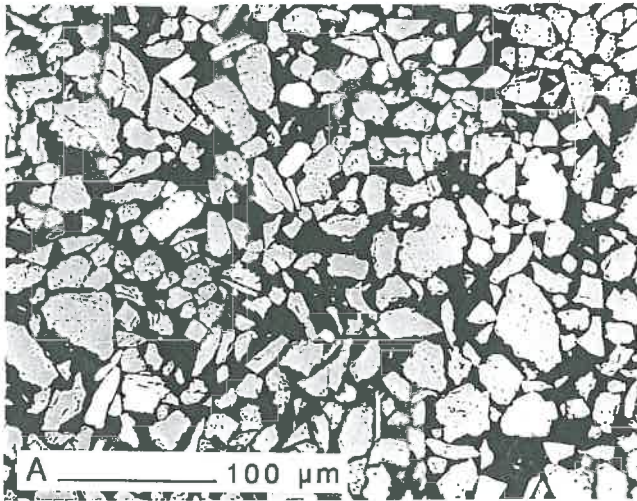


Planche III.1 : Grains de limon de 10 à 50 μm de taille (microscopie électronique à balayage).

A et B/ Mode électrons rétrodiffusés (A : $\times 250$ et B : $\times 1000$).

C et D/ Mode électrons secondaires (C : $\times 500$ et D : $\times 1000$).

VI - CONCLUSION

Les analyses minéralogiques qualitative et quantitative ont révélé la présence de quartz (78 %) et en plus faible proportion de feldspaths (18 %). La taille des grains de limon utilisés est effectivement comprise entre 10 et 50 μm avec un diamètre modal voisin de 23 μm . Les grains sont le plus souvent de forme arrondie et polyédrique présentant des surfaces régulières et lisses.

TROISIEME PARTIE

NATURE DES ASSEMBLAGES LIMON - ARGILE ETUDIES

Dans cette partie nous consacrerons un premier chapitre à la présentation du mode de fabrication des assemblages et les chapitres suivants à leur caractérisation. En fait, l'étude des relations existant entre les caractéristiques de l'organisation et celles de l'espace poral représente l'objectif essentiel de cette partie.

Ensuite, après avoir présenté le mode d'assemblage utilisé, nous décrirons en microscopie les différents assemblages et en particulier le type de liaison existant entre l'argile et les limons.

Et enfin, nous étudierons la porosité de ces assemblages en utilisant la porosimétrie au mercure et l'analyse d'image sur des sections polies observées en microscopie électronique à balayage.

MODE DE FABRICATION DES ASSEMBLAGES

I - INTRODUCTION

Notre objectif est de fabriquer des mélanges limon-argile en faisant varier le mode d'assemblage entre les phases limon et argile ainsi que la proportion d'argile. Deux protocoles de fabrication ont été choisis, de façon à obtenir des assemblages lâches dans un premier cas et des assemblages compacts dans un second cas. Ces deux type d'assemblage représentent deux états extrêmes en terme de degrés d'interaction entre les phases limon et argile. Quant aux proportions d'argile choisies, elles sont faibles par souci de focaliser l'étude sur un domaine où celles-ci entraînent d'importantes variations de propriétés.

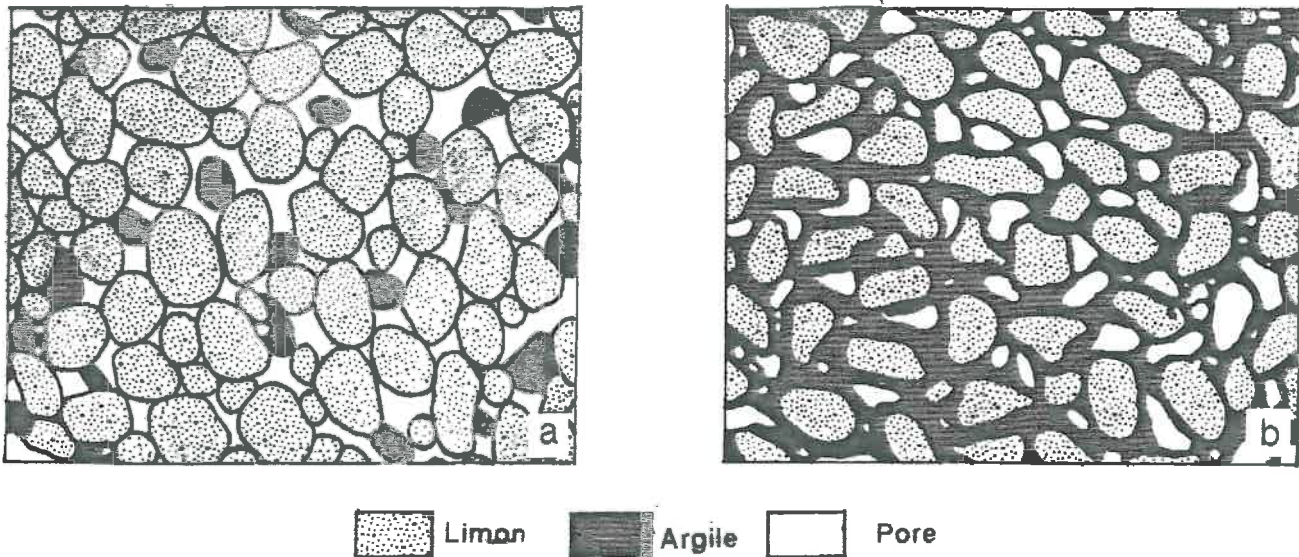


Figure IV.1 : Illustration schématique des types d'assemblage fabriqués.
 a : assemblage à faible cohésion argile-limon (lâche).
 b : assemblage à forte cohésion argile-limon (compact).



Planche IV.1 : Dispositif d'humectation sous vide ayant servi à la fabrication des assemblages lâches (L-100 et L-50).

II - MODE DE FABRICATION DES ASSEMBLAGES LACHES

Il s'agit ici de fabriquer des assemblages où les agrégats¹ d'argile et les grains de limons sont juxtaposés les uns aux autres, sans grande cohésion (figure IV.1a). L'argile a été utilisée après tamisage à sec à 100 μm et à 50 μm de façon à éliminer les fragments de grande taille (figure IV.2 a et b)². Le protocole suivi dans ces deux cas est le suivant :

- 1 - mélange d'argile et de limon à l'état sec et aux proportions désirées ;
- 2 - remplissage partiel d'un anneau (diamètre $\phi = 4,6$ cm, hauteur $h = 5$ cm), de façon homogène en faisant passer le mélange au travers d'un tamis de 250 μm . L'épaisseur de l'échantillon dans l'anneau est alors voisine de 13 mm. Chaque anneau dispose d'un fond en aluminium (épaisseur d'environ 1 mm) percé de 8 trous ($\phi = 5$ mm) pour permettre l'humectation du mélange par la base de l'anneau. Le fond est préalablement recouvert d'un filtre résistant (pores compris entre 4 et 8 μm) ;
- 3 - l'anneau partiellement rempli est alors posé dans un dessiccateur sur un coton permettant l'établissement d'un contact entre l'échantillon et le filtre humecté. L'apport de l'eau dans le dessiccateur ne se fait qu'après avoir mis l'ensemble du dispositif sous vide (planche IV.1) ;
- 4 - l'échantillon ainsi saturé est laissé à l'air libre pour ressuyage, puis séchage.

III - MODE DE FABRICATION DES ASSEMBLAGES COMPACTS

Dans ce cas, la fabrication des assemblages, dont la cohésion entre les deux phases est élevée (figure IV.1b), repose sur le protocole suivant :

- 1 - mélange d'argile et de limon selon deux modalités :
 - a - l'argile et le limon sont mélangés à l'état sec, puis malaxés après ajout d'une quantité d'eau suffisante pour obtenir un état pâteux, en évitant que se produise un tri par sédimentation. Les assemblages ainsi préparés sont mis à ressuyer dans les mêmes anneaux que ceux précédemment décrits.

¹Les agrégats d'argile sont les fragments qui résultent du broyage (broyeur Forplaix) de la pâte d'argile séchée à l'air (cf. deuxième partie chapitre I).

²Les courbes granulométriques ont été réalisées à l'ESEM à l'aide d'un granulomètre laser (Coulter) avec la collaboration de M. Ildefonse.

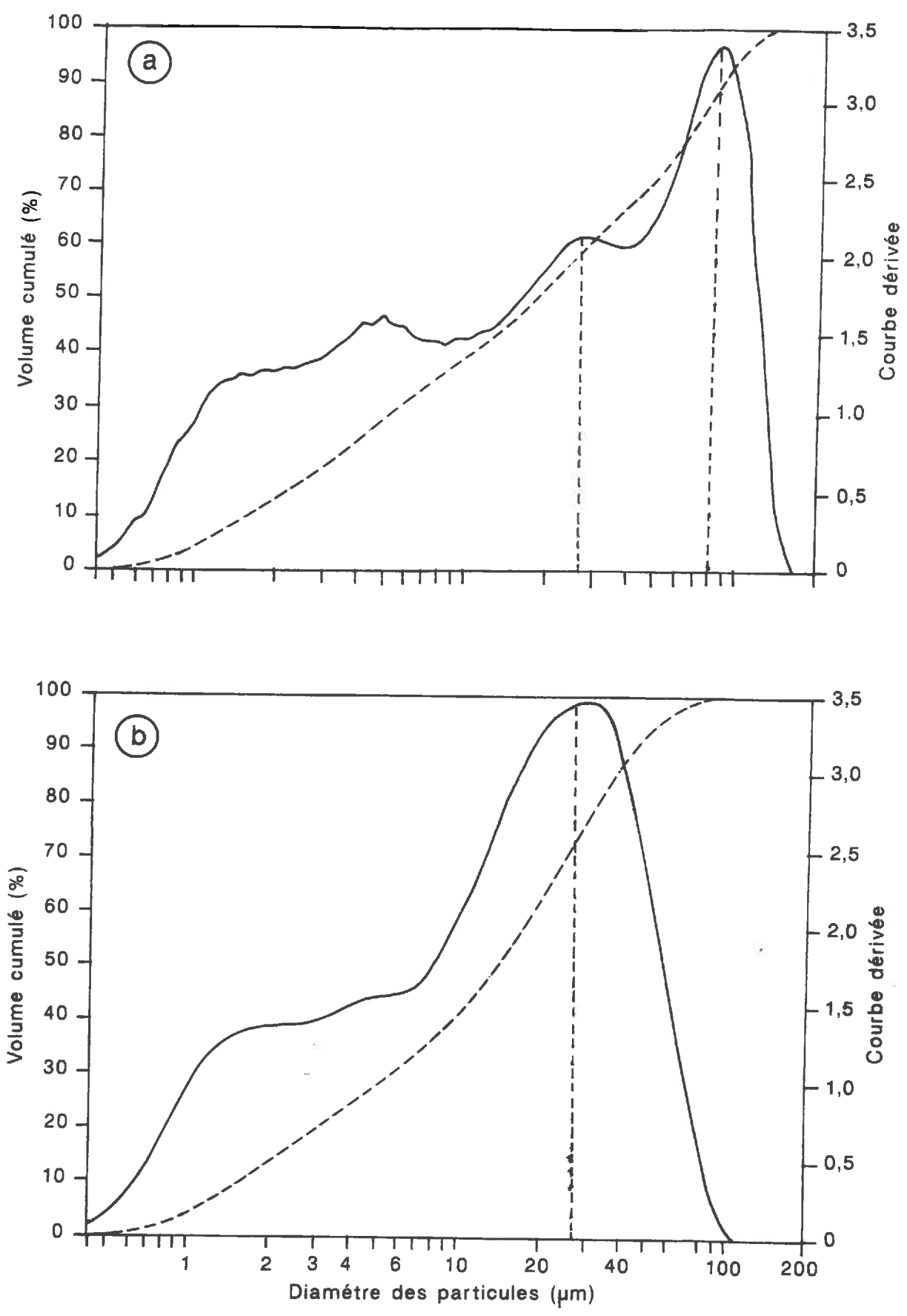


Figure IV.2 : Courbes granulométriques cumulée et dérivée obtenues pour la poudre d'argile à l'état sec (a : < 100 μm et b : < 50 μm).

- b - Le deuxième mode de mélange est inspiré du protocole établi par Kheyrabi et Monnier (1968), puis utilisé par Fiès (1971,1984 et 1992). Le mélange est effectué par malaxage à l'état humide après ajout de la quantité d'argile désirée sous la forme d'une pâte. Cette pâte est obtenue après remise en suspension dans l'eau de l'argile par agitation mécanique et traitement aux ultrasons. L'état de dispersion de l'argile est vérifié par granulométrie (SEDIGRAPH 5100, cf. paragraphe II, chapitre II) (figure II.1). La suspension est transformée en pâte par centrifugation.

- 2 - Les mélanges ainsi obtenus sont installés dans des anneaux identiques à ceux utilisés pour les préparations des assemblages lâches. Les anneaux sont ensuite disposés dans des cellules de RICHARDS (Tessier et Berrier, 1979) pour un premier ressuyage à $pF = 1$.

- 3 - Les échantillons sont alors séchés à l'air libre, avant d'être conservés sous forme de cylindre de 46 mm de diamètre et d'environ 10 mm de hauteur.

IV - CONCLUSION

Les assemblages ainsi fabriqués devraient être soit à faible interaction entre l'argile et le limon (assemblages lâches), soit à forte interaction (assemblages compacts). Pour chaque type d'assemblage deux modalités ont été choisies lors du mélange des phases et cinq l'ont été pour les proportions d'argile. Nous disposons donc de 20 échantillons différents. Pour rendre plus aisée la dénomination des échantillons, nous utiliserons les lettres L et C pour dénommer respectivement les modes d'assemblage lâche et compact. Ensuite, nous utiliserons les nombres 100 ou 50 s'il y a eu tamisage de la poudre d'argile respectivement à 100 ou à 50 μm pour l'assemblage de type L. Les lettres D et ND seront spécifiques des assemblages de type C pour indiquer si l'argile a été dispersée (D) ou non (ND). Enfin, le dernier code indiquera les proportions d'argile dans l'assemblage.

Ainsi, l'échantillon L-50-15 correspond à un assemblage lâche pour lequel la fraction argile a été tamisée à 50 μm et représente 15 % en proportion massique. Selon la même logique de codage, l'échantillon C-D-20 correspond à un assemblage compact pour lequel la fraction argile a été dispersée avant mélange et représente 20 % en proportion massique.

ETUDE DE L'ORGANISATION DES ASSEMBLAGES

Microscopie électronique à balayage

I - INTRODUCTION

Nous allons dans ce chapitre décrire les assemblages fabriqués à partir d'observations effectuées en microscopie électronique à balayage en mode électrons retrodiffusés et en mode électrons secondaires. Nous pouvons ainsi rechercher les différences morphologiques qui existent entre les modes d'assemblage obtenus à l'issue des différents protocoles opératoires décrits dans le chapitre précédent.

II - DESCRIPTION DE L'ASSEMBLAGE DES CONSTITUANTS

Plusieurs façons de décrire des assemblages et de nombreuses terminologies ont été proposées dans la littérature (Brewer, 1964 ; Stoops et Jongerius, 1975 ; Eswaran et Banos, 1976 ; Bullock *et al.*, 1985). Mais elles s'appliquent très généralement aux lames minces observées en microscopie optique. Or, l'observation des assemblages a été réalisée en microscopie électronique à balayage sur fragments et sections polies de façon à éviter les difficultés rencontrées en microscopie optique pour analyser les relations squelette-argile (Murphy et Kemp, 1984). Pour cette raison, la terminologie employée s'inspire des travaux effectués par Payton (1983) et Lamotte (1993).

II.1 - Observations en mode électrons secondaires

II.1.1 - Assemblages lâches

L'agencement des grains de limon et des amas d'argile est effectivement très lâche (planche V.1A, B et C). Les pores intergrains sont fortement connectés et souvent d'environ 50 μm dans leur plus grande dimension. Ils sont parfois de forme proche de la forme sphérique et dans certains cas ils sont de forme allongée (planche V.1A, B et C). A fort grossissement, les grains de limon présentent des surfaces souvent dépourvues d'argile et ceci d'autant plus que la teneur en argile est faible (5 et 10 %) (planche V.1E et F). En revanche, pour des teneurs plus élevées ($\geq 15\%$), les grains de limon sont plus fréquemment couverts de granules (amas d'argile de petite taille). Par ailleurs, on rencontre des amas d'argile de taille variable (20 à 40 μm), souvent juxtaposés aux grains de limon (planche V.1D, E et F). Il ne semble pas y avoir de surface importante de contact entre eux, bien que dans certains cas les amas d'argile forment, à la surface des limons, des revêtements de 3 à 5 μm d'épaisseur (planche V.1E). L'épaisseur de ces revêtements croît avec la teneur en argile. De plus, nous avons noté la présence de parois composées d'amas d'argile de très petite taille reliant soit les grains de limon entre eux soit les amas d'argile de grande taille aux grains de limon. Ces parois rappellent les points de jonction décrits par Lamotte (1993), ils ont 2 à 3 μm de large et environ 10 μm de long (planche V.1F). Mais à la différence de ceux décrits par Lamotte (1993), leur nature apparaît beaucoup plus grumeleuse.

Il n'apparaît pas de différences notables entre les assemblages L-100 et L-50, du point de vue mode d'organisation, la différence principale semble être due à la taille des amas d'argile.

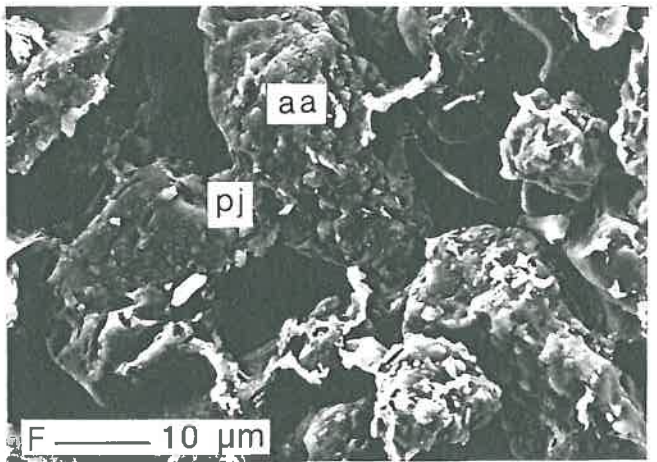
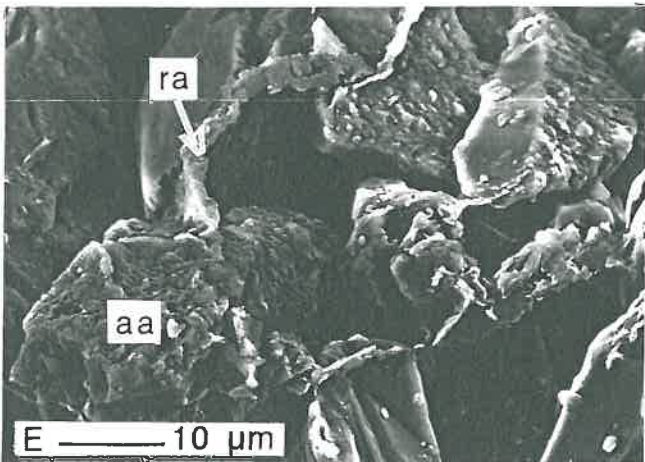
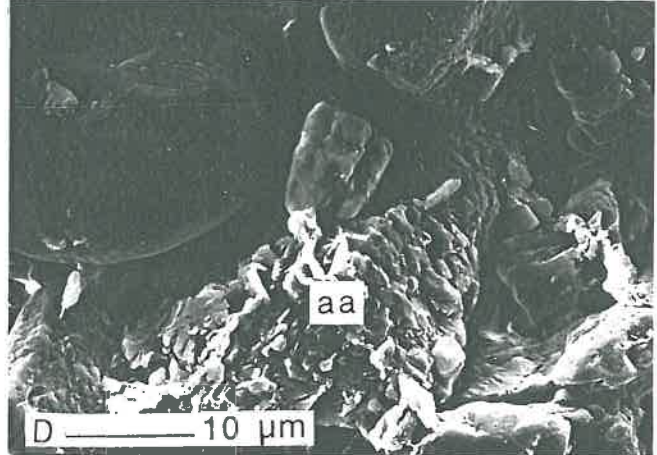
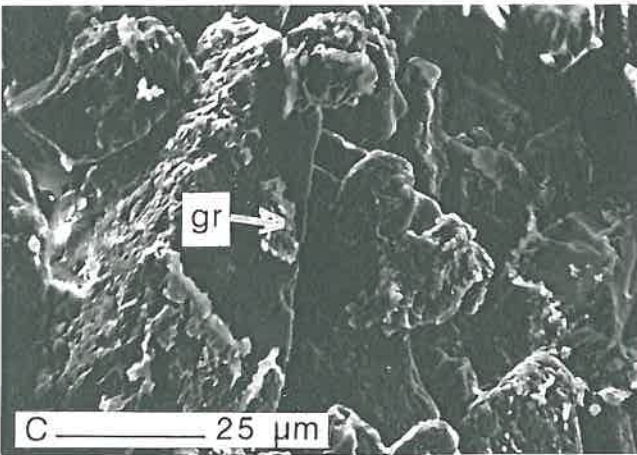
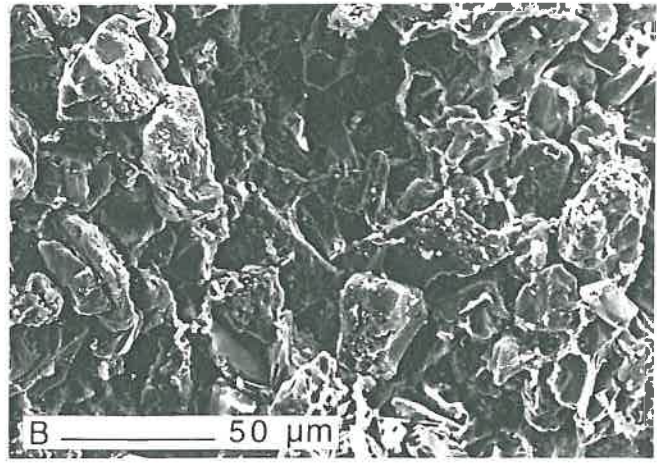
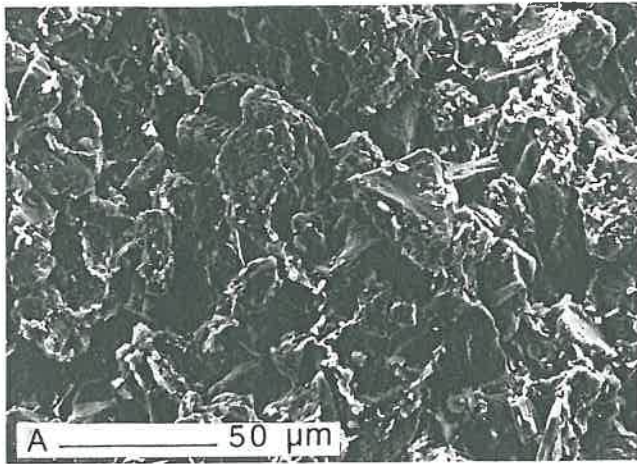


Planche V.1 : Assemblages lâches L-100 et L-50 (microscopie électronique à balayage, mode électrons secondaires).

A et B/ Illustration des pores fortement connectés et de l'agencement lâche des grains de limon et des amas d'argile (L-50-10, $\times 500$).

C/ Grains de limon couverts de granules (gr : amas d'argile de petite taille) (L-50-10, $\times 1000$).

D/ Amas d'argile (aa) juxtaposé aux grains de limon non revêtus (L-50-10, $\times 2000$).

E/ Amas d'argile (aa) juxtaposé aux grains de limon et s'étendant pour former des revêtements (ra) sur la surface des limons (L-100-15, $\times 2000$).

F/ Amas d'argile (aa) juxtaposé aux grains de limon et parois de type "points de jonction" (pj) liant les grains de limons entre eux ou un amas d'argile à un grain de limon (L-100-15, $\times 2000$).

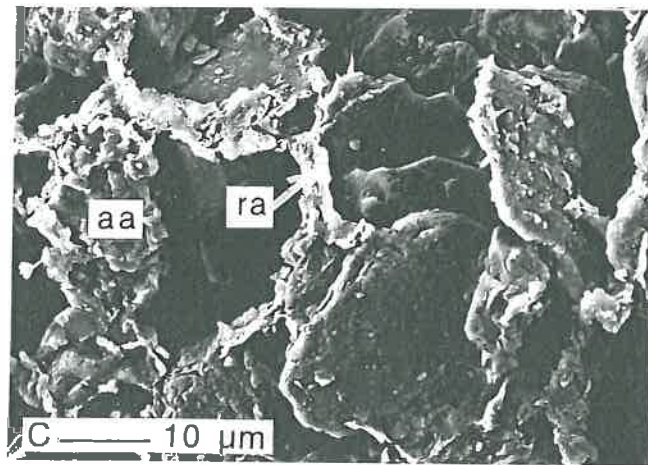
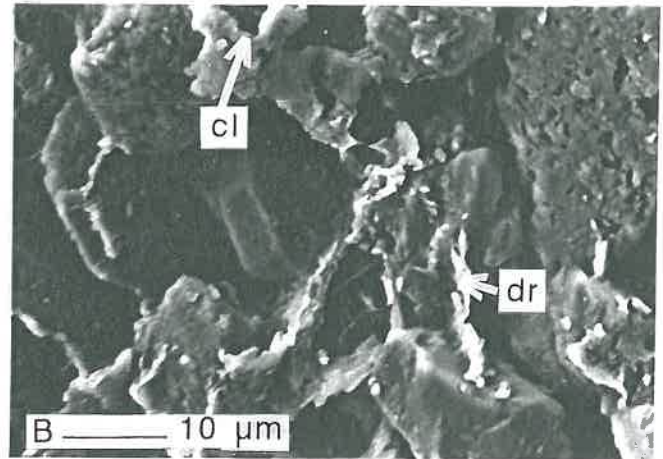
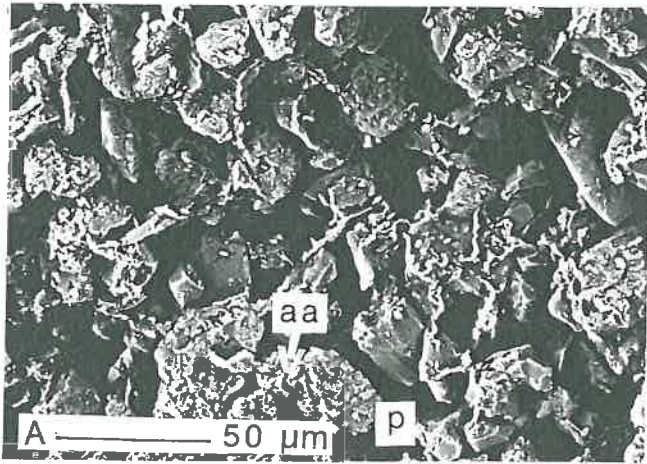


Planche V.2 : Assemblages compacts C-ND (microscopie électronique à balayage, mode électrons secondaires).

A/ Amas d'argile de petite taille (aa) juxtaposés aux grains de limon et pores (p) peu connectés (C-ND-10, $\times 500$).

B/ Parois légèrement plissées de type "draperie" (dr) et de type "cloison" (cl) (C-ND-10, $\times 1700$).

C/ Amas d'argile de petite taille (aa) et revêtement des grains de limon par l'argile (ra) (C-ND-10, $\times 1400$).

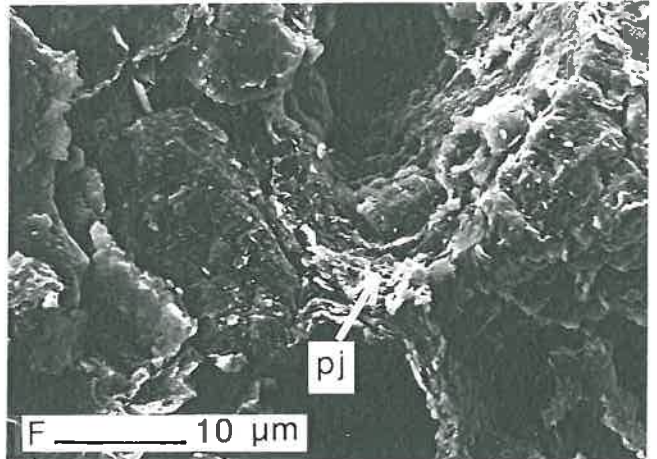
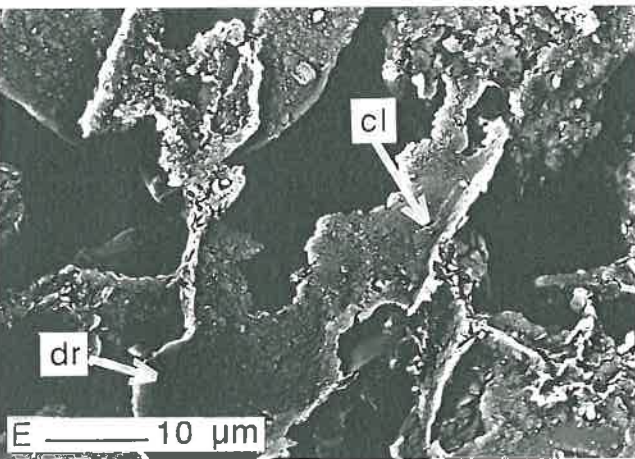
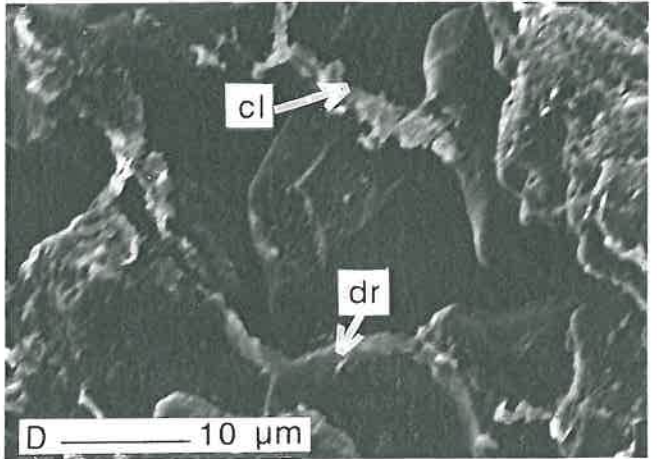
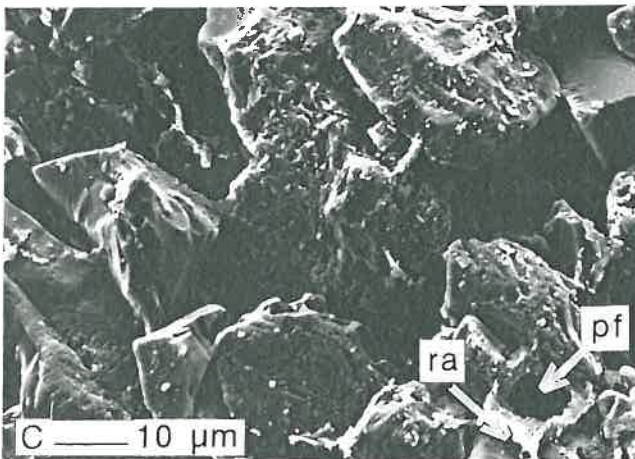
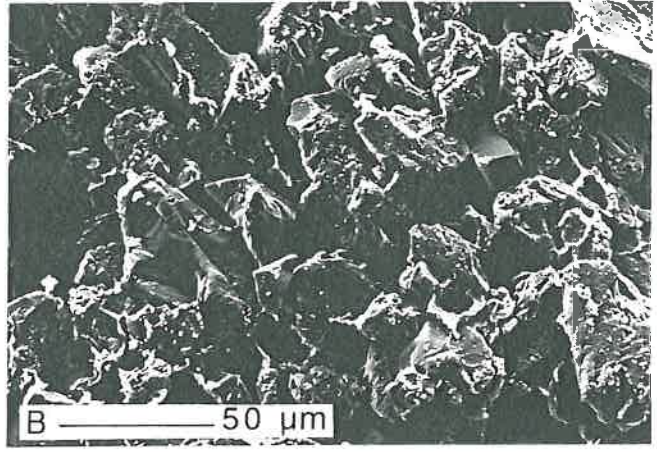
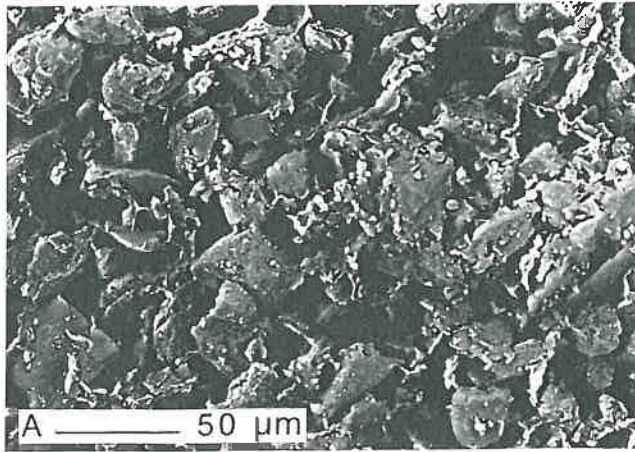


Planche V.3 : Assemblages compacts C-D (microscopie électronique à balayage, mode électrons secondaires).

A et B/ Phase solide continue et vides fermés de petite taille et de forme sphérique (A : C-D-10, $\times 400$, B : C-D-5, $\times 500$).

C/ Détail de B montrant la présence de revêtements d'argile (ra) partiels et discontinus et de vides fermés et sphériques (pf) dès les faibles teneurs en argile (5 et 10 %), (C-D-5, $\times 1000$).

D/ Revêtement s'étendant pour former des "cloisons" (cl) ou des "draperies" (dr) (C-D-5, $\times 2000$).

E/ Paroi continue épaisse de type "cloisons" (cl) ou fine de type "draperie" (dr) (C-D-10, $\times 1600$).

F/ Paroi épaisse de type "point de jonction" (pj) (C-D-20, $\times 2000$)

II.1.2 - Assemblages compacts

En général, l'argile est disposée sous forme de revêtements lisses et homogènes autour des grains de limon et sous forme de ponts les reliant. Ces derniers permettent de joindre les grains de limon les uns aux autres et offrent ainsi au système une continuité que l'on n'observe pas dans le cas des assemblages lâches.

La porosité apparaît très faiblement interconnectée en raison de la présence de revêtements et de ponts. Les vides, de taille variant de 4 à 30 μm , sont caractérisés par des formes nettement plus sphériques que dans le cas des assemblages lâches. Cependant, on distingue des différences notables selon que l'on observe les assemblages C-ND ou les assemblages C-D.

II.1.2.1 - Assemblages C-ND

A faible grossissement ($\times 500$), on note la présence d'amas d'argile, dont la taille varie de 10 à 30 μm , juxtaposés à des grains de limon (planche V.2A). Les vides sont interconnectés et de grande taille : on rencontre des vides de 30 à 50 μm (planche V.2A). Toutefois, il existe une porosité intergrains peu interconnectée car fermée par la phase argileuse présente sous forme de cloisons (planche V.2B et C). En effet, à plus fort grossissement, cette phase argileuse constitue de nombreux revêtements à la surface des grains de limon. Ceux-ci, de 5 à 10 μm d'épaisseur, sont fréquemment en continuité avec des cloisons qui se développent entre les grains de limon (planche V.2B et C). Ces cloisons sont moins épaisses et moins longues que les revêtements (2 à 5 μm d'épaisseur et 10 à 15 μm de long). On observe aussi la présence de parois légèrement plissées de très faible épaisseur, larges aux points de contacts avec les limons, et étroites entre eux (planche V.2B). Ce sont des parois analogues aux parois de type " draperie " décrites par Lamotte (1993).

II.1.2.2 - Assemblages C-D

A faible grossissement ($\times 500$) et pour des teneurs en argile faibles, on observe un revêtement partiel et discontinu des grains de limon et pas d'amas d'argile (planche V.3C). La porosité est ici le plus souvent fermée et de forme plus sphérique que pour les assemblages lâches ou les assemblages C-ND. La taille des vides varie de 5 à 30 μm avec une proportion plus importante de vides de petite taille (planche V.3A, B et C).

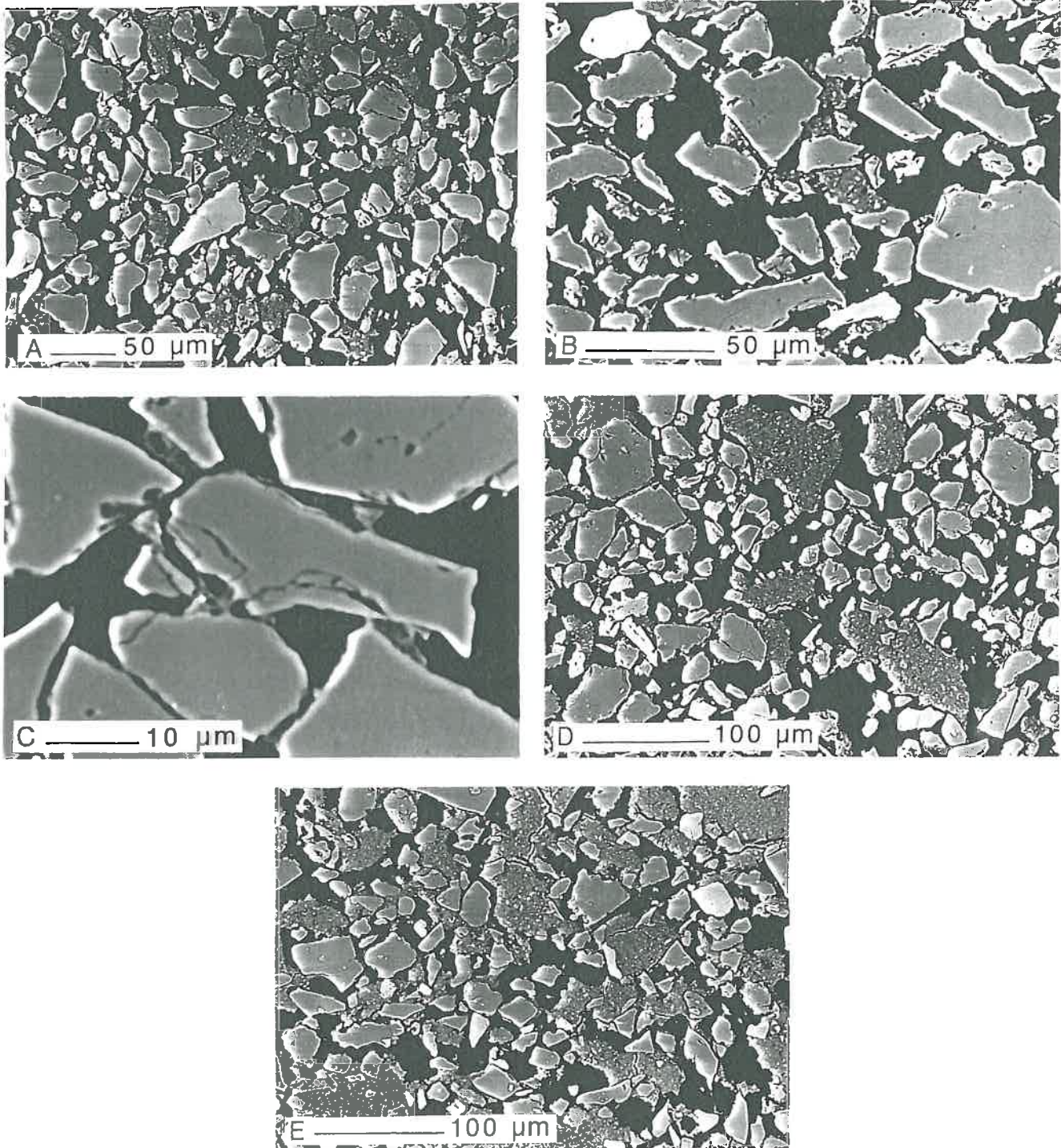


Planche V.4 : Assemblages lâches L-100 et L-50 (microscopie électronique à balayage, mode électrons rétrodiffusés).

A, B, C et D/ Vue en 2D et à différents grossissements de l'agencement lâche des amas d'argile et des grains de limon (juxtaposition) donnant une distribution des constituants de type énaulique (L-50-10 et -20, A, B et D $\times 250$ et C $\times 500$).
 E/ Distribution d'argile et de limon proche du type porphyrique à simple espace entre grains de limon (L-100-40, $\times 250$).

Pour les teneurs en argile élevées, le revêtement des grains de limon est plus important et plus continu. Toute la porosité est fermée et on ne rencontre plus de grains de limon non revêtus. Les vides sont de très petite taille : le maximum mesuré étant de 15 μm environ.

A fort grossissement ($\geq \times 1000$), les parois paraissent moins épaisses que dans le cas des assemblages C-ND. Elles sont de type cloison et font 2 à 3 μm de large et 10 à 20 μm de long. Elles peuvent se développer entre la surface de deux, voire trois grains de limons (planche V.3D). Ces revêtements sont larges au contact des surfaces des grains de limon (épaisseurs allant de 5 à 7 μm). Des parois de type draperie sont également rencontrées, elles sont très fines (moins de 1 μm), de quelques microns de long et peuvent relier plusieurs grains de limon (planche V.3D). Pour une teneur de 5 % d'argile, une faible proportion de la surface des grains est revêtue. A 10 % d'argile, les parois observées sont plus épaisses qu'à 5 %. Ces parois de type cloison sont continues et peuvent recouvrir plusieurs grains à la fois, elles sont de ce fait très longues (50 μm) et leur largeur varie de 5 à 20 μm environ. Ces parois sont parfois épaisses (1 à 2 μm) (type cloison) et très fines par endroits (inférieures à 0,5 μm) (type draperie) (planche V.3E). Des parois de type point de jonction, analogues à celles décrites par Lamotte (1993), sont également rencontrées (planche V.3F). Elles sont larges de 5 μm environ entre les grains de limon et de 15 μm environ à leur contact. Leur longueur ne dépasse pas les 10 à 15 μm .

Au sein des assemblages à teneurs en argile élevées ($\geq 15\%$), les grains de limon sont fortement revêtus, les parois de type cloison, reliant les grains entre eux, sont plus continues et surtout plus épaisses (5 à 10 μm). Les parois étant ici plus courtes (12 à 15 μm), les grains de limon sont plus rapprochés. Ces parois sont souvent de type point de jonction d'environ 10 μm de large et de 15 μm de long environ (planche V.3F).

II.2 - Observation en mode électrons retrodiffusés

II.2.1 - Assemblages lâches

Les grains de limon sont plus au moins espacés par des amas d'argile de grande taille mais ne dépassant pas 100 μm pour les assemblages L-100 et -50 μm pour les assemblages L-50 (planche V.4A et B). Ces amas d'argile sont juxtaposés aux grains de limon de façon régulière, mais ne forment pas de contacts ou de liens dans le système (planche V.4D).

Les observations montrent qu'à la périphérie des amas d'argile de grande taille (30-100 μm), il existe des vides de taille importante (planche V.4D). En effet, les pores observés dans ce type d'assemblage sont fortement interconnectés surtout à de faibles teneurs en argile

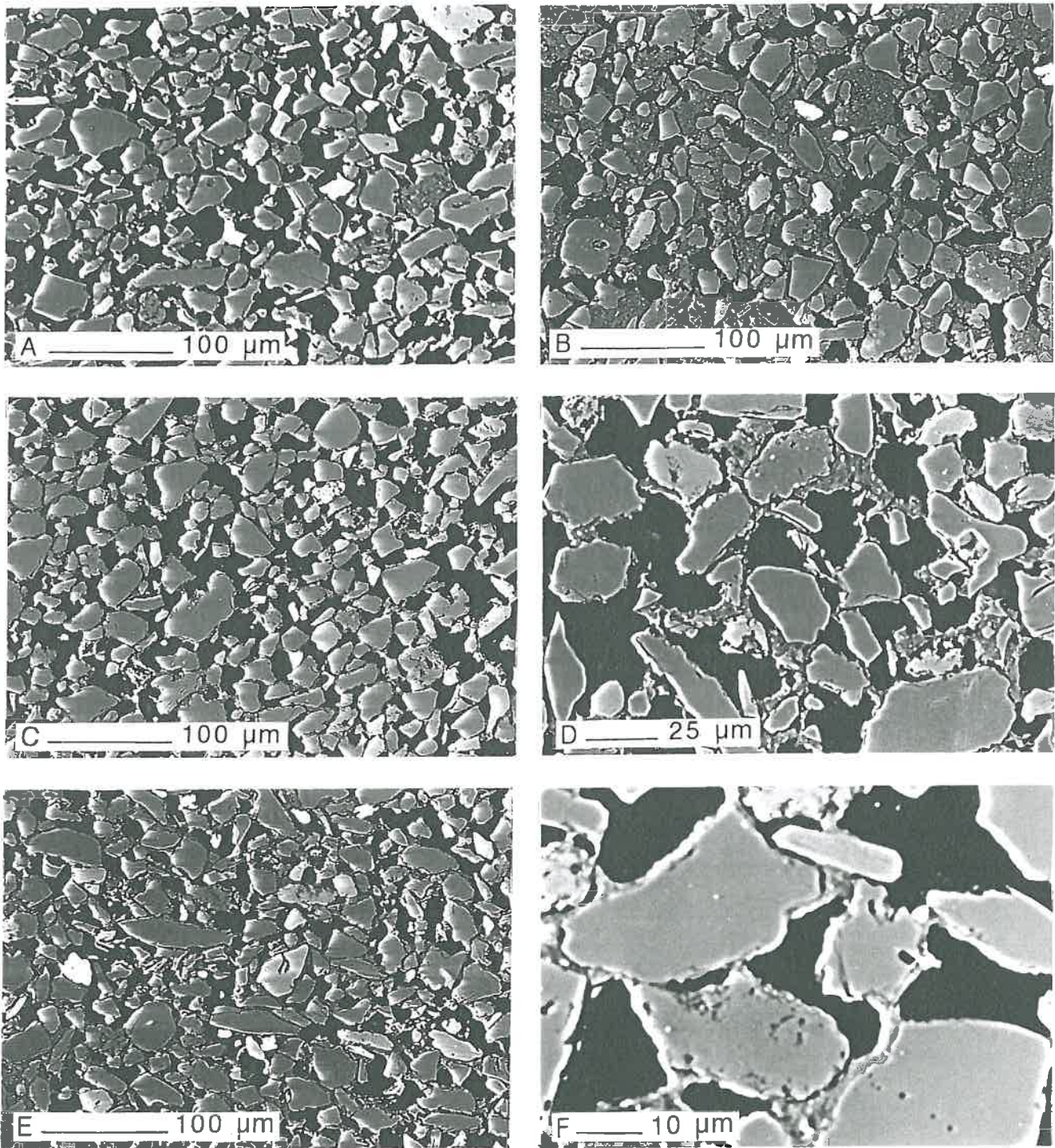


Planche V.5 : Assemblages compacts C-ND et C-D (microscopie électronique à balayage, mode électrons rétrodiffusés).

A/ Distribution de constituants de type énaulique (C-ND-15 et -40, $\times 250$).

B, C et D/ Illustration de l'enrobage partiel des grains de limon par de l'argile et distribution de constituants de type chitonique (C-ND 10, -15 et -20, B et C $\times 250$ et D $\times 500$).

E et F/ Distribution de type géfuriqque avec des vides totalement fermés (C-D-10, E $\times 250$) et enrobage plus continu des grains de limon (C-D-20, F $\times 1000$).

(planche V.4B). Cette connexion est moins importante pour les assemblages de teneurs en argile supérieures à 15 % (planche V.4A). Pour des teneurs en argile supérieures à 10 %, la distribution de la phase argileuse et des grains de limon présente des caractères analogues à la distribution de type énaulique décrite par Stoops et Jongerius (1975) et Bullock *et al.* (1985) en microscopie optique (planche V.4A). Pour des teneurs de 5 %, la distribution est de type monique (planche V.4C). Enfin, pour des teneurs en argile élevées (40 % par exemple), on se rapproche plus du type porphyrique à simple espace entre grains de limon où les amas d'argile sont, par endroits, reliés les uns aux autres formant une matrice argileuse continue (planche V.4E) (Brewer, 1964 ; Bullock *et al.*, 1985).

II.2.2 - Assemblages compacts

Les assemblages C-ND présentent une distribution des constituants fins (argile) et des constituants grossiers (limons) analogue à celle décrite par Stoops et Jongerius (1975) et Bullock *et al.* (1985). Elle est à la fois proche du type énaulique en raison de la présence d'amas d'argile juxtaposés aux grains de limon (planche V.5A et B), et du type chitonique, en raison de l'enrobage plus ou moins important des grains de limon par l'argile selon que la teneur en argile est élevée ou pas (planche V.5C et D). La porosité est moins interconnectée que pour les assemblages lâches et on rencontre des vides fermés (planche V.5D).

En revanche, les assemblages C-D présentent une distribution de type chitonique en raison de l'enrobage partiel des grains de limon à faibles teneurs en argile. La porosité est, par conséquent, très faiblement interconnectée (planche V.5C et F). A forte teneur en argile, les grains de limon étant fortement enrobés d'argile, la distribution devient géfurique et les vides totalement fermés (planche V.5E) (Brewer, 1964 ; Bullock *et al.*, 1985).

III - CONCLUSION

Nous avons pu, dans ce chapitre, mettre en évidence d'importantes différences entre les assemblages fabriqués. En effet, il apparaît clairement qu'à teneur en argile égale, les assemblages du limon-argile sont très différents selon le protocole utilisé pour leur fabrication.

Dans les assemblages lâches, l'agencement des grains de limon et des amas d'argile est très lâche. Les amas d'argile sont juxtaposés aux grains de limon sans contact important malgré la présence de quelques revêtements granuleux sur les grains de limon, avec

quelquefois des parois de type " point de jonction " entre grains. Les pores sont fortement interconnectés et de grande taille.

Pour les assemblages compacts à teneur en argile élevée, le plasma argileux est orienté autour des grains de limon de 10 à 50 μm de taille. Il est en très forte continuité avec le squelette qui, lui, y est noyé. En général, tous les grains de limon sont enrobés d'argile, particulièrement pour les teneurs en argile dépassant les 15 %, où l'enrobage est presque total. Les grains de limon sont reliés entre eux par des parois de différents types selon leur longueur, leur largeur et leur épaisseur :

- des "draperies" qui sont des parois de forme plissée très fines de 5 à 10 μm de large ;
- des "cloisons" qui sont des parois rectilignes de 5 à 15 μm de large et de 25 à 50 μm de long ;
- et des "points de jonction" qui se trouvent entre les grains à courte distance (5 à 10 μm) et de 10 à 15 μm de long.

En général, l'argile des parois est en continuité avec celle des revêtements. Les vides développés sont de très petite taille (en relation avec le caractère de l'agencement compact des grains de limon et avec la présence de revêtements et de parois dans les espaces intergrains), pas du tout connectés pour les assemblages C-D et très peu connectés pour les assemblages C-ND.

La forte connexion des vides des assemblages lâches s'explique par le mode d'assemblage d'amas d'argile avec le squelette limoneux. Par ailleurs, la présence de la phase argileuse sous forme d'amas de différente taille a pour conséquence une faible continuité de la phase solide due probablement au retrait important de la phase argileuse au voisinage des grains de limon.

En revanche, la formation de revêtements et de parois d'argile constituées d'une phase argileuse très continue sur et entre les grains de limon explique la présence des vides fermés observés et la continuité importante de la phase solide pour les assemblages compacts. Ce type d'organisation est particulièrement bien exprimé pour les assemblages C-D car il est le résultat de la dispersion de l'argile effectuée avant son mélange avec les limons et de son malaxage à l'état humide.

ETUDE DE LA POROSITE

I - INTRODUCTION

Nous consacrerons ce chapitre à l'étude de la porosité en quantifiant, dans un premier temps, le volume poral global par la méthode au pétrole, puis en analysant la distribution de la taille des pores en porosimétrie au mercure. Enfin, nous présenterons un modèle de détermination de la taille réelle des pores à partir des courbes de distribution obtenues en porosimétrie au mercure.

II - METHODES

II.1 - Mesure du volume poral total

La porosité d'un échantillon peut être calculée à partir de la mesure de la densité apparente (d_a), c'est-à-dire du volume occupé par le matériau dont la masse sèche (105 °C) est connue. En effet, si l'on connaît la densité réelle (d_r) de la phase solide, la porosité exprimée en % et le volume poral (V_p) peuvent s'écrire comme suit :

$$P = [1 - (d_a / d_r)] \times 100$$

$$V_p = (1 / d_a) - (1 / d_r)$$

La densité apparente est déterminée à l'aide de la méthode au pétrole (Monnier *et al.*, 1973).

Dans le cas des matériaux étudiés ici, la mesure de la densité apparente ne présente pas de difficulté particulière. Il en aurait été autrement si les échantillons étaient constitués d'un squelette plus grossier (Monnier *et al.*, 1973 ; Stengel, 1979 ; Fiès et Stengel, 1981).

En moyenne une dizaine de mesures par échantillon sont réalisées sur une masse de 2 g constituée d'agrégats de 2 à 3 mm. Nous avons admis que les variations de densité de solide étaient suffisamment faibles pour que nous puissions considérer $d_r = 2,65$ dans tous les cas.

II.2 - Porosimétrie par intrusion de mercure

II.2.1 - Principe

La porosimétrie par intrusion de mercure constitue l'un des principaux outils d'investigation de matériaux poreux. C'est une technique très utilisée en Science du Sol (Cambier et Prost, 1981 ; Fiès, 1984, Grimaldi, 1986 ; Fiès, 1986 ; Bruand et Prost, 1987).

L'étude de la porosité par intrusion de mercure permet de quantifier l'espace poral et de décrire la distribution de taille équivalente des pores (taille des constriction plus exactement). La méthode consiste à mesurer le volume de mercure introduit dans les pores d'un échantillon lorsque l'on augmente la pression exercée sur le mercure (P_{Hg}) (Lawrence, 1977 et 1978 ; Vachier *et al.*, 1979 ; Fiès, 1984). Du fait de son caractère non mouillant, le mercure ne peut, en effet, pénétrer dans un pore que lorsqu'il est soumis à une pression d'autant plus élevée que ce pore est petit.

Si l'espace poral est assimilé à un réseau de pores cylindriques, réguliers et à parois de nature homogène, le diamètre des pores (D) envahis par le mercure est donné par la relation :

$$D = -(4\sigma \cos\theta) / p$$

avec σ : tension superficielle du mercure, θ : angle de contact entre la surface solide et le mercure, p : différence de pression de part et d'autre du ménisque et D : diamètre du pore au niveau du ménisque.

Toutefois, cette conception de pores cylindriques nous amène à avoir une image de la géométrie de l'espace poral d'autant plus déformée que les pores diffèrent de ce modèle. En effet, lorsque les pores présentent des étranglements, le mercure ne peut y accéder qu'à partir d'une pression qui dépend de la taille des constriction. Par conséquent, la taille réelle des pores, envahis par le mercure à une pression donnée, risque d'être sous-estimée. Ainsi, nous ne pouvons pas avoir, comme l'ont illustré Vachier *et al.* (1979) (figure VI.1), d'information sur la géométrie des volumes poraux, auxquels les constriction donnent accès.

II.2.2 - Conditions de réalisation des mesures

Le porosimètre utilisé (MICROMERITICS 9310) permet d'analyser des échantillons soumis à des pressions allant de $3 \cdot 10^{-3}$ à 200 MPa (1 MPa = 10 bars). Les diamètres des pores mesurés sont compris entre 400 et 0,006 μm .

Les échantillons d'assemblage analysés sont de taille centimétrique et résultent d'une fragmentation artificielle des cylindres fabriqués.

L'argile a été analysée sous forme de fragments de 100 μm humectés à $pF = 1,5$. Ces fragments ont été disposés de façon homogène sur un filtre, en les passant au travers d'un tamis de 250 μm . Ils sont, ensuite, placés à l'intérieur d'une cellule de RICHARDS où ils ont séjourné pendant 4 jours à $pF = 1,5$.

En revanche, les limons ont été analysés après avoir été introduits dans les pénétromètres sous forme de poudre (masse de poudre à 105 °C connue), puis humectés et séchés par évaporation à température ambiante.

Hormis les limons, tous les autres échantillons ont été préalablement déshydratés par séchage à l'air puis à l'étuve à 105 °C pendant 24 heures.

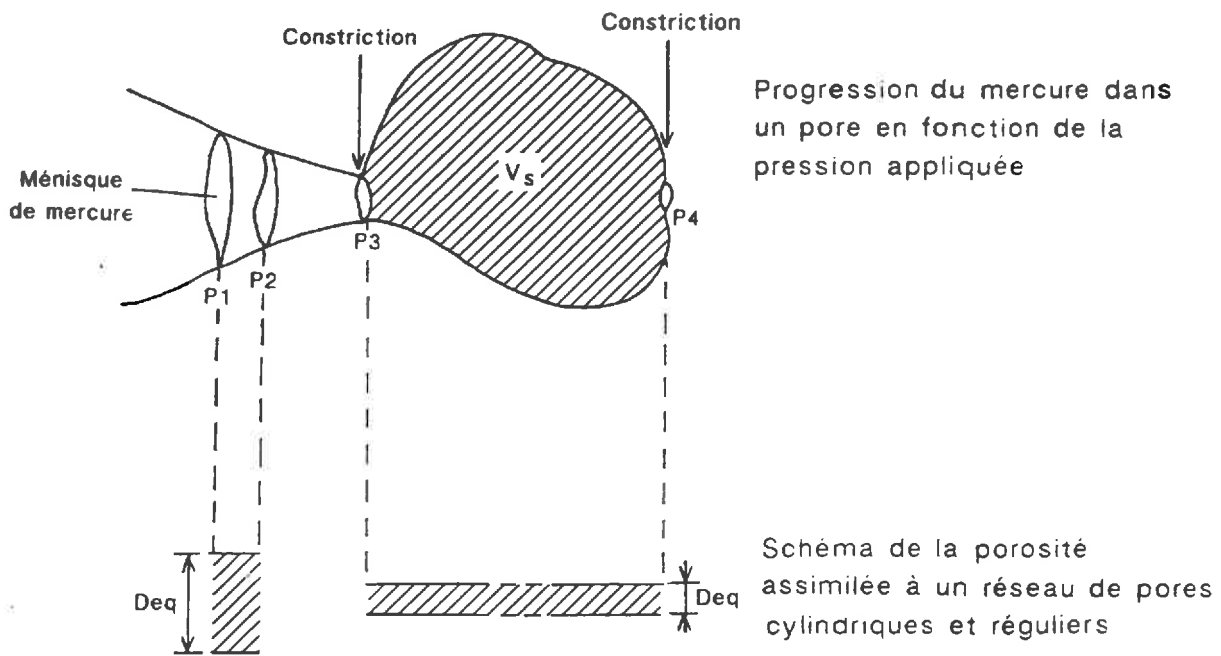


Figure VI.1 : Schéma montrant que la présentation de l'espace poral sous la forme de pores cylindriques conduit à privilégier le rôle des diamètres de « constriction ». (Vachier *et al.*, 1979)

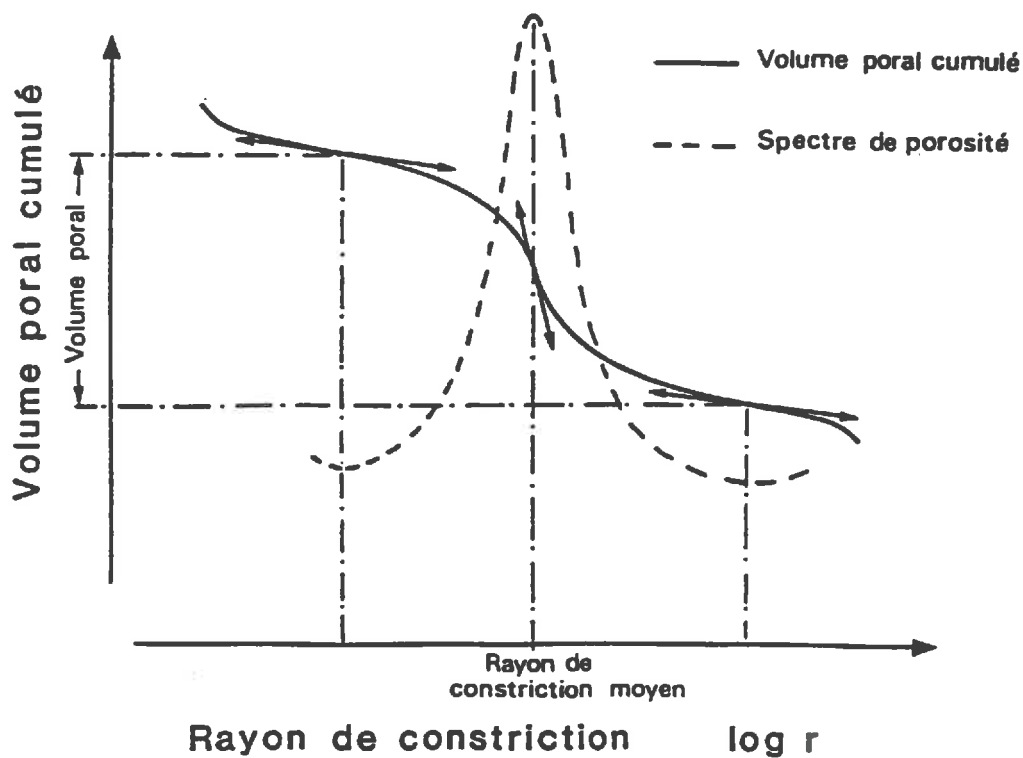


Figure VI.2 : Schéma représentant la façon dont est définie une classe de pores, son volume poral et le rayon de constriction modal correspondant. (Bruand, 1985)

Un dégazage dans les cellules cylindriques (pénétrromètres) est réalisé avant toute mesure jusqu'à une pression inférieure à $7 \cdot 10^{-6}$ MPa et avant que la cellule ne soit remplie par le mercure. Les mesures s'effectuent d'abord dans un poste dit de "basse pression", où la pression appliquée, inférieure ou égale à la pression atmosphérique, est ajustée manuellement ; puis dans un poste dit de "haute pression" où les mesures sont automatisées. Les pressions appliquées dans ce poste sont transmises au mercure par l'intermédiaire d'une huile (Fiès, 1984).

La détermination du volume de mercure, introduit dans l'échantillon, s'effectue par mesure de capacité du condensateur formé par le capillaire partiellement occupé par le mercure. Les mesures sont réalisées à des intervalles de temps variables de manière à atteindre une valeur de pression proche de l'équilibre. Les valeurs de la tension superficielle et de l'angle de raccordement du mercure sur les parois des pores, sont fixées respectivement à $0,484 \text{ N m}^{-1}$ et 130° (Fiès, 1984 ; Fiès et Bruand, 1990).

II.2.3 - Modes de présentation des résultats

Dans les analyses de porosimétrie par intrusion de mercure, deux modes de représentation sont généralement utilisés (figure VI.2) :

- la courbe d'intrusion de mercure qui représente le volume cumulé de mercure introduit (volume poral en cm^3/g). Ce volume est représenté en fonction de la taille équivalente des pores (diamètre de constriction) sur une échelle logarithmique décimale. La courbe calculée peut être construite de deux façons : soit dans le sens de l'entrée de mercure c'est-à-dire à partir des pores les plus grands (Fiès, 1984 ; Bruand *et al.*, 1992), soit dans le sens opposé à partir des pores les plus petits (Coulon et Bruand, 1989 ; Lassausse, 1991 ; Lamotte, 1993). Pour notre part, nous avons choisi la première en raison de l'intérêt que l'on porte aux diamètres correspondants au début d'entrée de mercure nécessaire pour la comparaison des différents assemblages ;

- on utilise aussi la distribution des volumes poraux en fonction des diamètres de constriction des pores obtenue en traçant $\Delta V_p / \Delta \log D_p$ (dérivée de la première). On met ainsi en évidence les différents volumes poraux caractérisant l'échantillon. Le diamètre modal de chaque volume poral correspond au point d'inflexion "sub-vertical" de la courbe cumulative (maximum de la distribution du volume poral). Les limites définissant les volumes poraux correspondent aux points d'inflexion "sub-horizontaux" de la courbe (minimum de la distribution du volume poral) (figure VI.2).

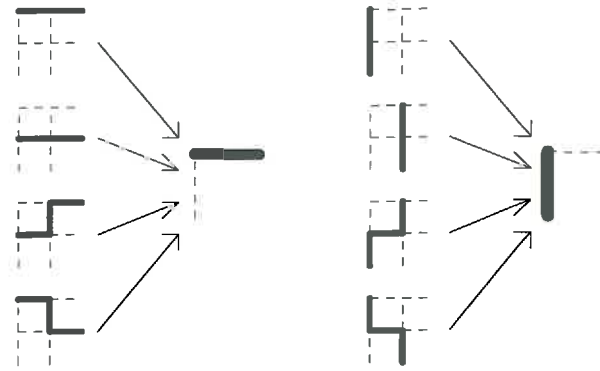


Figure VI.3 : Processus de changement d'échelle dans 2D. (Wilson, 1971)

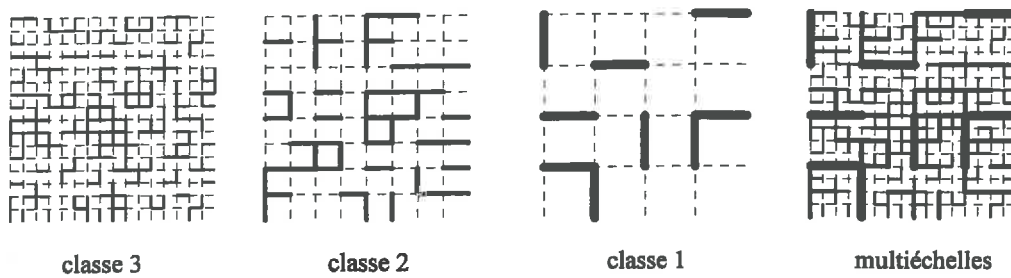


Figure VI.4 : Superposition de classe 1 → classe 2 → classe 3 pour construire un réseau multiéchelles. (Xu, 1995)

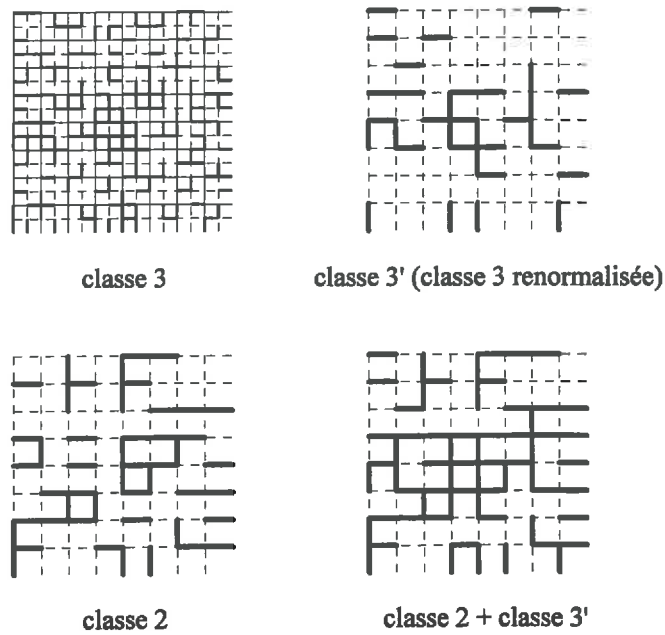


Figure VI.5 : Un exemple de changement d'échelle pour la classe 3, superposée ensuite sur la classe 2. (Xu, 1995)

La compression du mercure, entre 40 MPa et 200 MPa, étant de 2.10^{-3} cm^3 pour un volume de mercure de 1 cm^3 (Lamotte, 1993), nous avons corrigé les courbes en tenant compte de la compression du mercure qui apparaît de plus en plus au-delà de 40 MPa.

II.3 - Reconstruction de la distribution de la taille des pores à partir de la porosimétrie au mercure¹

En porosimétrie au mercure, en raison de l'effet bouteille d'encre, la distribution de la taille des pores obtenue est différente de la distribution réelle (figure VI.1). Notre objectif est d'accéder, sur la base du concept de structure multi-échelle aléatoire (Neimark, 1989 ; Daïan, 1992), à une représentation multi-échelle de la structure poreuse réelle, définie à partir de la connaissance de la distribution de la taille des pores en porosimétrie au mercure (Xu, 1995).

L'utilisation d'un réseau pour modéliser un milieu poreux, nécessite la définition de deux sortes de liens. Les liens actifs représentant les pores et les autres représentant les éléments solides dont la distribution dans un réseau est supposée aléatoire. Le taux d'occupation, noté p , est défini comme étant le pourcentage de liens actifs sur le nombre total des liens du réseau. Pour un réseau mono-échelle, le taux d'occupation s'identifie à la porosité du milieu si tous les liens actifs ont le même volume.

Les réseaux multi-échelles sont généralement reconstruits à partir des résultats obtenus sur des réseaux mono-échelle par superposition simple (figure VI.3). Cependant, cette méthode ne tient pas compte des phénomènes de connectivité entre pores de classes différentes. Pour en tenir compte, la théorie de renormalisation est introduite (figure VI.4). Celle-ci consiste à transformer un réseau mono-échelle de taille $2a$ ($2a$: lien en projection sur un côté du réseau) en un réseau mono-échelle de taille a (a : lien sur ce même côté du nouveau réseau) en utilisant les règles décrites sur le figure VI.4 pour obtenir un nouveau réseau mono-échelle (figure VI.5) (Wilson, 1971 cité par Xu, 1995).

Dans ce qui suit nous allons appliquer cette technique à quelques uns des échantillons étudiés, en l'occurrence : les assemblages L-50-10 et -20 et les assemblages C-D-10 et -20.

¹Cette partie a été réalisée avec la collaboration de Ke Xu (CRMD, CNRS Orléans)

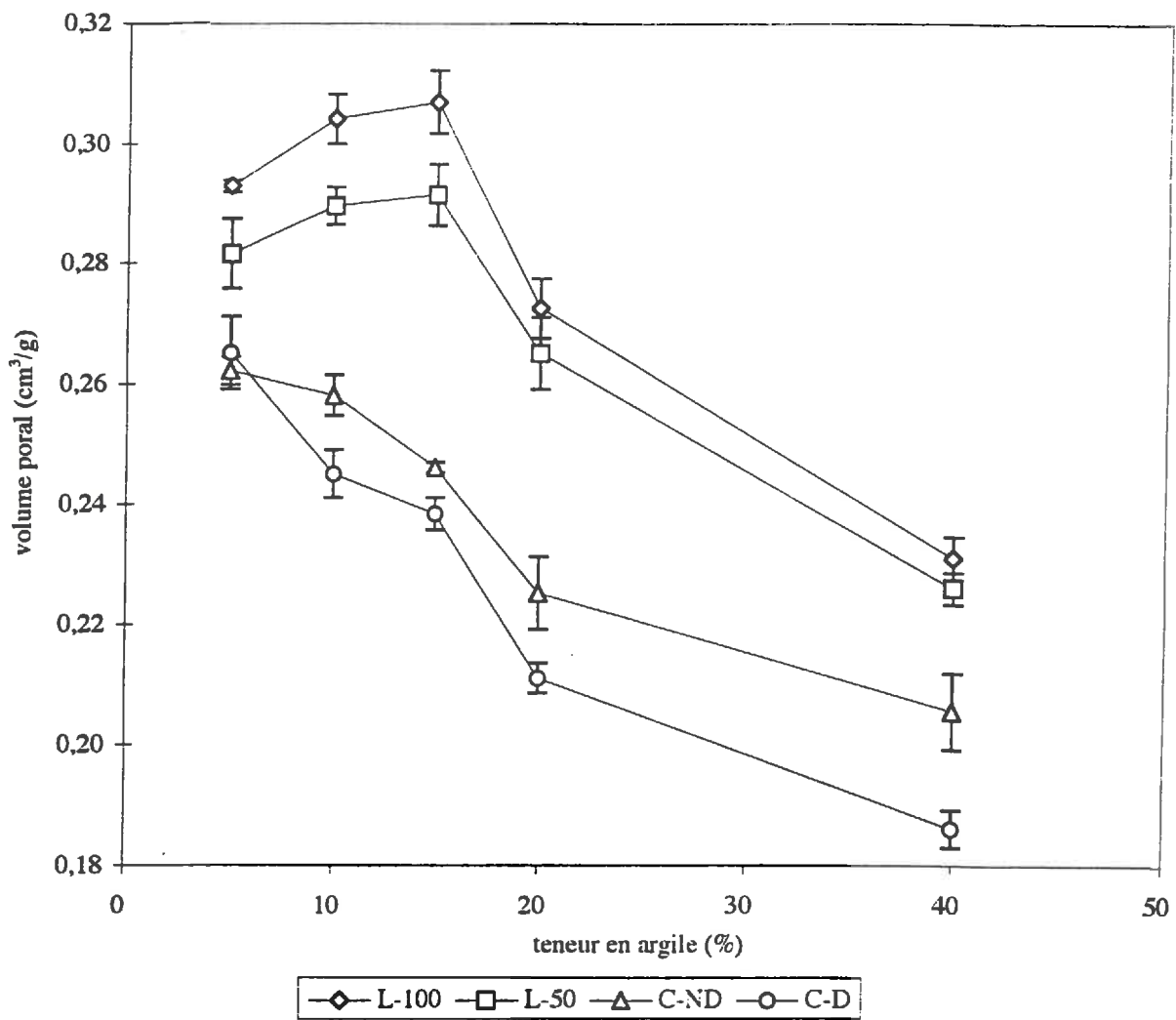


Figure VI.6 : Variation du volume poral total (V_p) mesuré par la méthode au pétrole en fonction de la teneur en argile et du mode d'assemblage.

III - RESULTATS

III.1 - Volume poral total

Les valeurs moyennes et les écarts types de d_a (densité apparente) et V_p (volume poral) obtenus pour les quatre types d'assemblage et les différentes teneurs en argile sont présentés en annexe (annexe 1). Les variations de V_p en fonction de la teneur en argile et pour chaque type d'assemblage sont présentées sur la figure VI.6. Un rapide examen de ces courbes montre que pour une même teneur en argile, les différences de V_p sont plus élevées entre les deux types d'assemblage L et C qu'elles ne le sont au sein de chacun de ces deux types (L-100 et L-50 ; C-ND et C-D).

Les assemblages L-100 et L-50 présentent une légère augmentation de V_p pour des teneurs en argile allant de 5 à 15 %, alors que pour des teneurs supérieures, V_p diminue. Le maximum est donc atteint pour une teneur en argile voisine de 15 % (0,307 et 0,291 cm^3/g pour respectivement les assemblages L-100 et L-50). Pour la gamme de variation de teneur en argile étudiée, la valeur minimale de V_p est observée à une teneur en argile de 40 % (0,231 et 0,226 cm^3/g pour respectivement les assemblages L-100 et L-50). Ainsi, bien que les assemblages L-50 présentent une porosité plus faible que les assemblages L-100, l'écart qui existe entre eux est faible.

D'une façon générale, les assemblages compacts C-ND et C-D présentent un volume poral total plus faible que les assemblages lâches pour des teneurs en argile équivalentes. V_p diminue faiblement pour des teneurs de 5 à 15 % d'argile (de 0,262 à 0,246 et de 0,265 à 0,238 cm^3/g pour respectivement les assemblages C-ND et C-D), puis de façon plus importante entre 15 et 20 % (0,225 et 0,211 cm^3/g pour respectivement les assemblages C-ND-20 et C-D-20) et de nouveau faiblement entre 20 et 40 % (0,205 et 0,186 cm^3/g pour respectivement les assemblages C-ND-40 et C-D-40). Ainsi pour des teneurs en argile équivalentes, les assemblages C-D présentent une porosité plus faible que les assemblages C-ND.

III.2 - Porosimétrie par intrusion de mercure

Les résultats obtenus sur l'argile et les limons sont présentés sur les figures VI.7 et 8 et ceux obtenus sur les assemblages sont regroupés dans le tableau VI.1 et présentés soit sous la forme de courbes du volume cumulé de mercure introduit (cm^3/g) figures VI.9 et 10, soit sous la forme de courbes de distribution (figures VI.11 et 12).

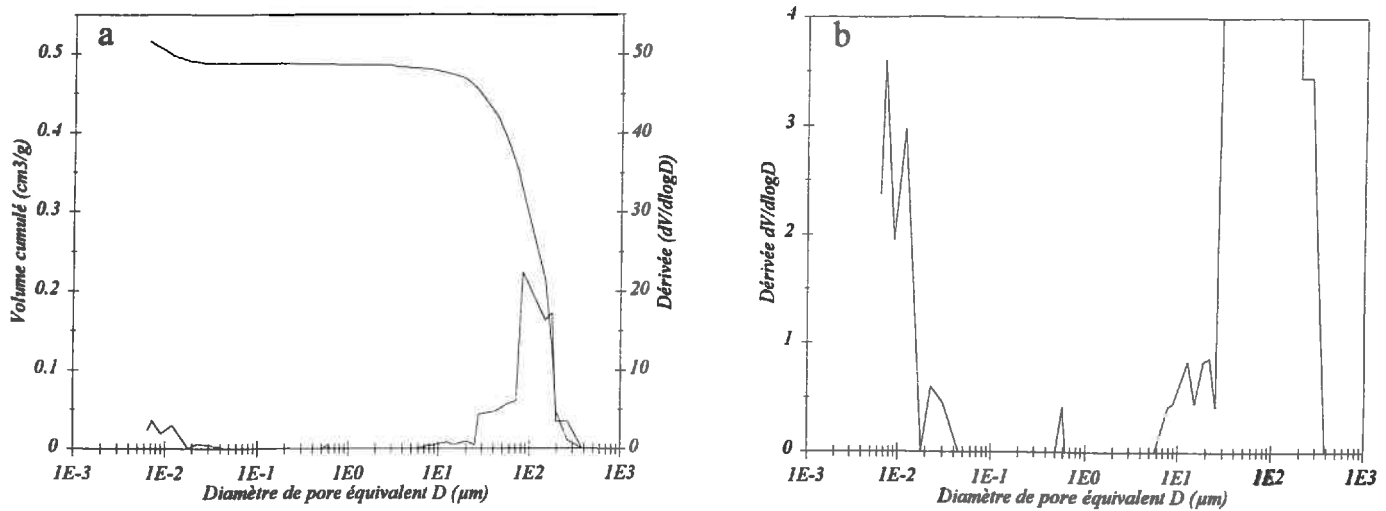


Figure VI.7 : Courbes d'intrusion de mercure dans la fraction argile (a : courbes cumulative et dérivée, b : courbe dérivée agrandie illustrant le début d'entrée de mercure dans la porosité propre à l'organisation de l'argile).

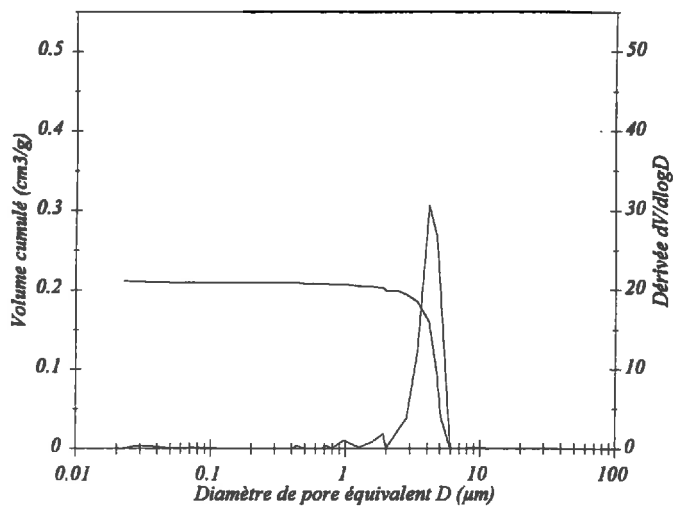


Figure VI.8 : Variation des courbes cumulative et dérivée d'intrusion de mercure dans un assemblage de la fraction limon (10 - 50 μm), en fonction du diamètre de pore équivalent.

III.2.1 - Analyse de la porosité de l'argile

L'étude de la porosité de l'argile, accessible en porosimétrie au mercure, a été réalisée pour déterminer le diamètre de pore à partir duquel s'effectue l'entrée de mercure dans la phase argileuse. En effet, pour analyser les courbes obtenues avec les assemblages squelette-argile, nous avons à distinguer le volume poral résultant de l'assemblage des grains de limon avec la phase argileuse de celui propre à la phase argileuse (assemblages des particules d'argile entre elles). Il est, donc, nécessaire de définir le diamètre des pores marquant le début de la pénétration de mercure dans la seule phase argileuse, en étudiant les courbes de pénétration de mercure dans la porosité de l'argile pure.

Les résultats obtenus indiquent que la porosité totale est de $0,334 \text{ cm}^3/\text{g}$ et montrent la présence de deux classes de pores bien distinctes (figure VI.7) :

- la première classe est attribuée à l'espace engendré par l'organisation des fragments d'argile, à l'intérieur de la cellule de mesure : c'est la porosité inter-fragments. Elle représente $0,294 \text{ cm}^3/\text{g}$, soit 88 % de la porosité totale ;
- la deuxième classe est attribuée à une partie de la porosité interne de l'argile puisqu'elle n'est que partiellement accessible en porosimétrie au mercure. Le début d'entrée de mercure dans la phase argileuse se produit pour un diamètre voisin de $0,05 \text{ }\mu\text{m}$. Le volume de mercure, introduit dans cette classe, est estimé à $0,040 \text{ cm}^3/\text{g}$, soit 12 % de la porosité totale.

III.2.2 - Analyse de la porosité des limons

Le volume poral total moyen de l'assemblage de limon tel que nous l'avons préparé est $0,210 \text{ cm}^3/\text{g}$. La courbe dérivée (figure VI.8) montre une distribution unimodale de la taille des pores, avec un pic pour un diamètre de $4 \text{ }\mu\text{m}$. La quasi-totalité de l'intrusion de mercure s'effectue entre $1 \text{ et } 7 \text{ }\mu\text{m}$ et le volume poral prospecté dans cet intervalle représente 99 % du volume total de mercure introduit.

III.2.3 - Analyse de la porosité dans les deux types d'assemblage

Sur chaque graphique (figures VI.9, VI.10, VI.11 et VI.12) sont portés les résultats obtenus pour les différents assemblages avec des teneurs en argile de 5, 10, 15, 20 et 40 %. La valeur du diamètre correspondant au début de l'intrusion du mercure dans la porosité interne

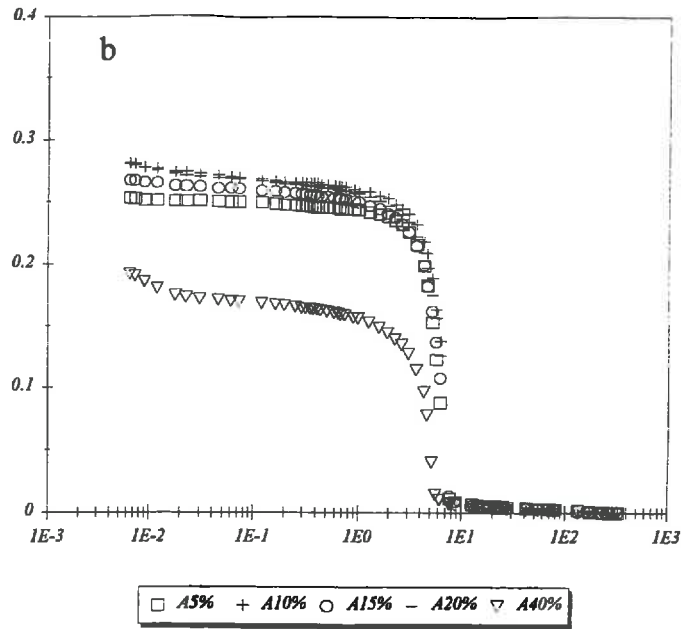
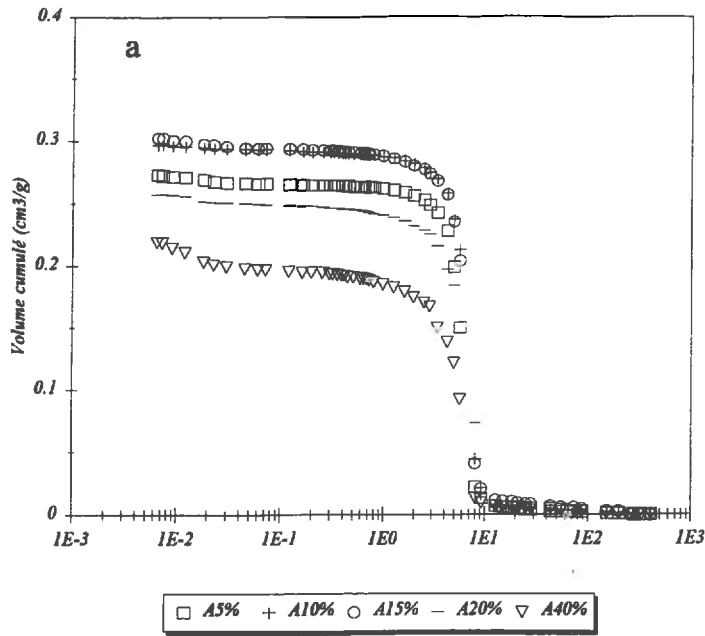


Figure VI.9 : Variation du volume poral cumulé obtenu par intrusion de mercure en fonction du diamètre de pore équivalent et de la teneur en argile (a : assemblages L-100, b : assemblages L-50).

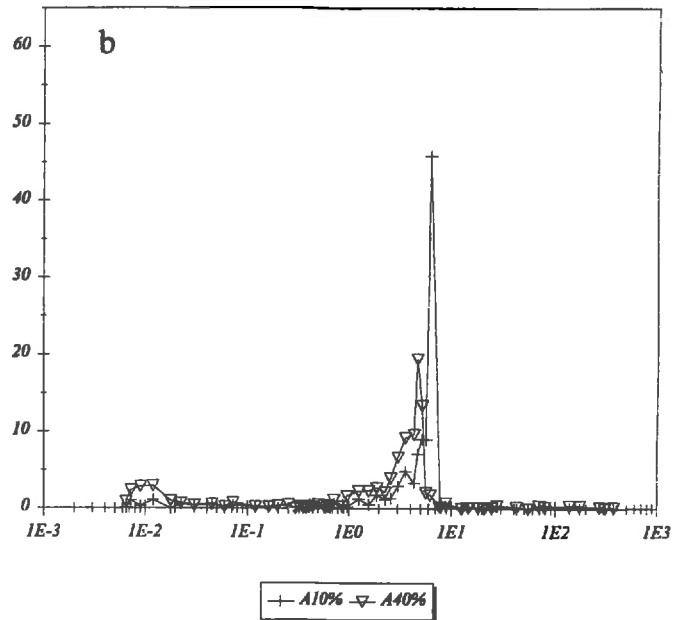
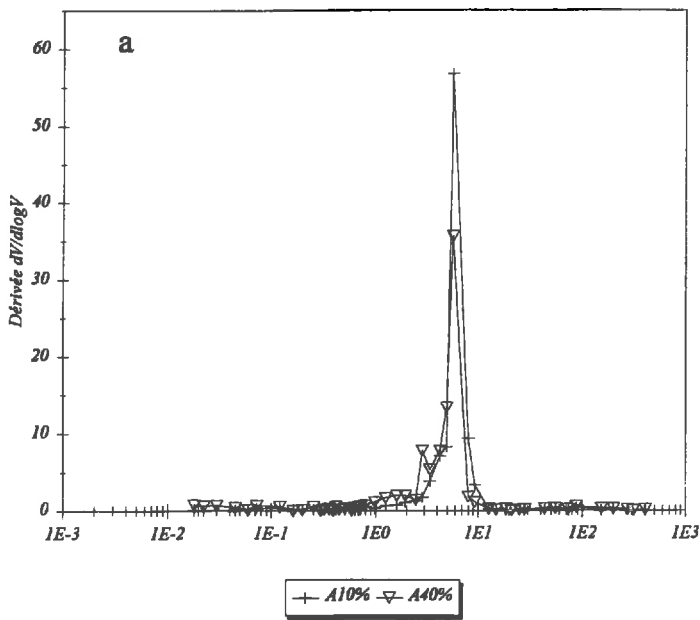


Figure VI.10 : Distribution de la porosité obtenue en porosimétrie par intrusion de mercure en fonction du diamètre de pore équivalent (a : assemblages L-100-10 et -20, b : assemblages L-50-10 et -20).

de l'argile a été fixée à 0,05 μm , sur la base des données obtenues avec l'analyse du spectre poral d'une argile pure.

On discutera, dans ce qui va suivre, les résultats concernant le volume poral total mesuré (V_{Hg}), les deux classes de pores observées et les résultats concernant la distribution de cette porosité.

III.2.3.1 - Assemblages lâches

Les résultats regroupés dans le tableau VI.1 et présentés sur les figures VI.9.a et b, montrent que les assemblages L-100 possèdent une porosité plus élevée que les assemblages L-50. Le volume poral total (V_{Hg}), augmente avec la teneur en argile de 5 à 15 % (figure VI.9a). Pour les assemblages L-100-5, -10 et -15, V_{Hg} est proche de 0,290 cm^3/g , soit plus de 40 % du volume des échantillons. En revanche, V_{Hg} varie très peu en fonction de la teneur en argile (figure VI.9b) pour les assemblages L-50-5, -10, -15, et -20 %. En effet, V_{Hg} est voisin de 0,272 cm^3/g . Pour L-100-20 et L-100-40 et L-50-40, V_{Hg} décroît pour atteindre respectivement 0,257, 0,219 et 0,193 cm^3/g , soit près de 36 % et de 32 % du volume total des échantillons L-100-40 et L-50-40.

Les courbes de distribution analysées ici, rendent compte de l'existence de deux classes de pores (figures VI.10.a et b). La première classe se situe entre 15 et 1 μm et est caractérisée par un pic très étroit centré sur 6 μm environ. Les limites de cette première classe sont légèrement plus élevées pour les assemblages à faible teneur en argile (5, 10 et 15 %) (figure VI.10a) et légèrement plus faibles pour les fortes teneurs, particulièrement pour l'assemblage L-50 contenant 40 % d'argile (figure VI.10b), où ces bornes se situent à 12 et 0,4 μm environ et où le diamètre modal est voisin de 5 μm . Cette première classe représente la majeure partie du mercure introduit dans les échantillons avant d'atteindre le diamètre de 0,05 μm . En effet, la porosité correspondante, représente près de 98 % de la porosité totale, pour les teneurs en argile allant de 5 à 20 %. Le caractère bimodal de la distribution n'apparaît clairement que pour les assemblages à 40 % d'argile où le volume des pores remplis avant d'atteindre le diamètre seuil de 0,05 μm représente environ 90 % de la porosité totale.

III.2.3.2 - Assemblages compacts

Les courbes relatives aux assemblages compacts (figures VI.11 et 12) rendent compte, de la même façon que précédemment, de l'existence de deux classes de pores : une première classe d'entrée de mercure due à l'arrangement des grains entre eux, puis une deuxième classe

Tableau VI.1 : Résultats de mesure des différents types de porosité en cm^3/g (moyenne sur 2 à 3 mesures). V_{Hg} étant le volume poral total accessible en porosimétrie au mercure et V la porosité d'assemblage argile-limon.

Types d'assemblage								
L-100		L-50		C-ND		C-D		
% A	V_{Hg}	V	V_{Hg}	V	V_{Hg}	V	V_{Hg}	V
5	0,273	0,266	0,254	0,250	0,252	0,248	0,247	0,244
10	0,297	0,294	0,282	0,270	0,238	0,234	0,239	0,233
15	0,303	0,295	0,268	0,261	0,243	0,236	0,231	0,223
20	0,257	0,250	0,281	0,269	0,235	0,226	0,197	0,180
40	0,219	0,197	0,193	0,170	0,187	0,160	0,140	0,112

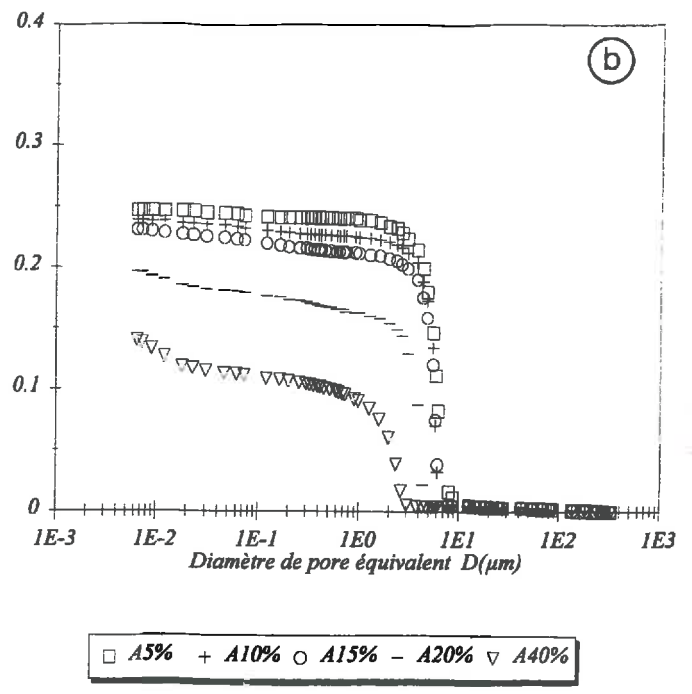
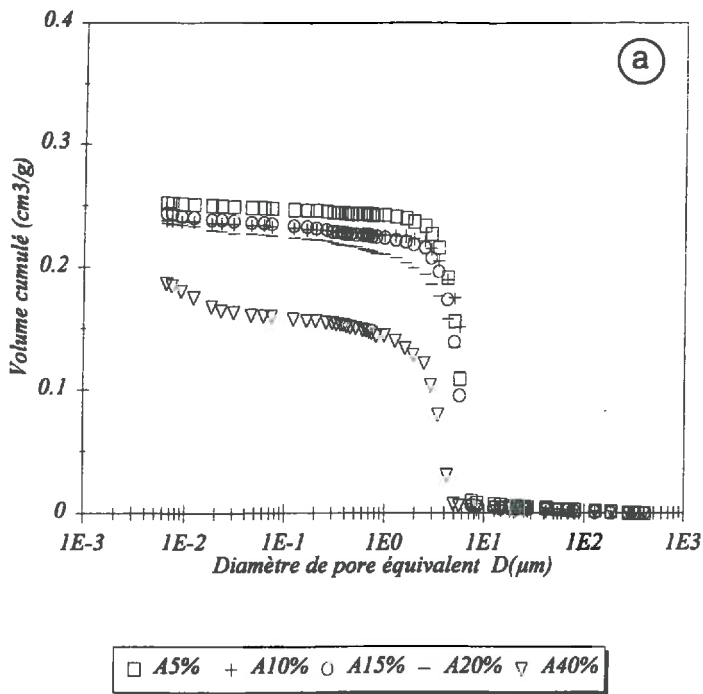


Figure VI.11 : Variation du volume poral cumulé obtenu par intrusion de mercure en fonction du diamètre de pore équivalent et de la teneur en argile (a : assemblages C-ND, b : assemblages C-D).

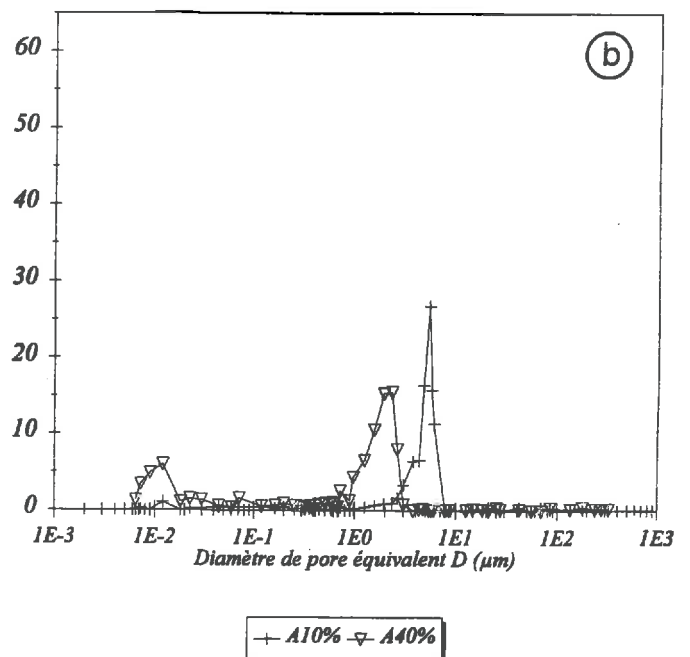
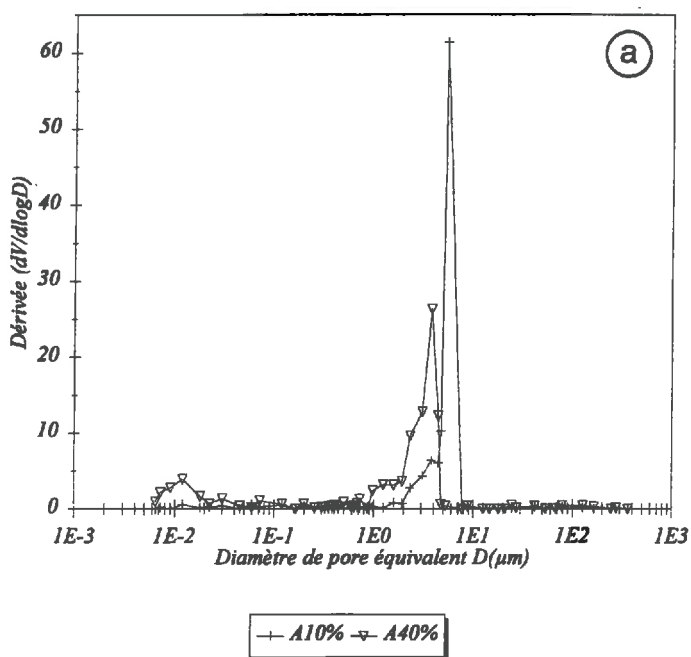
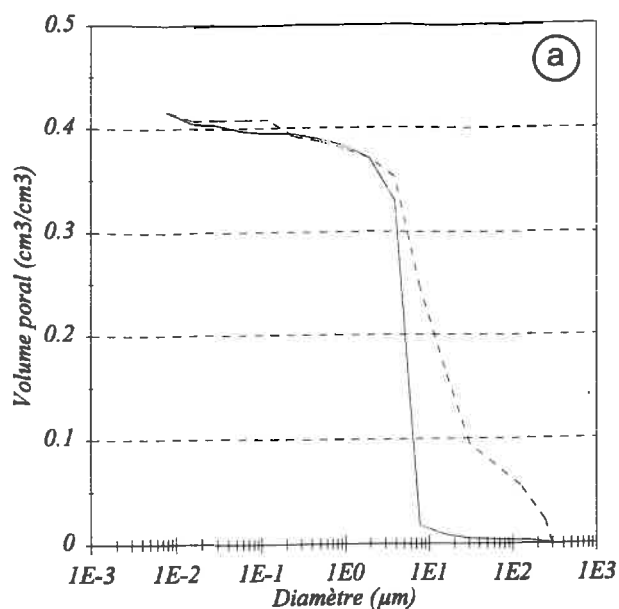
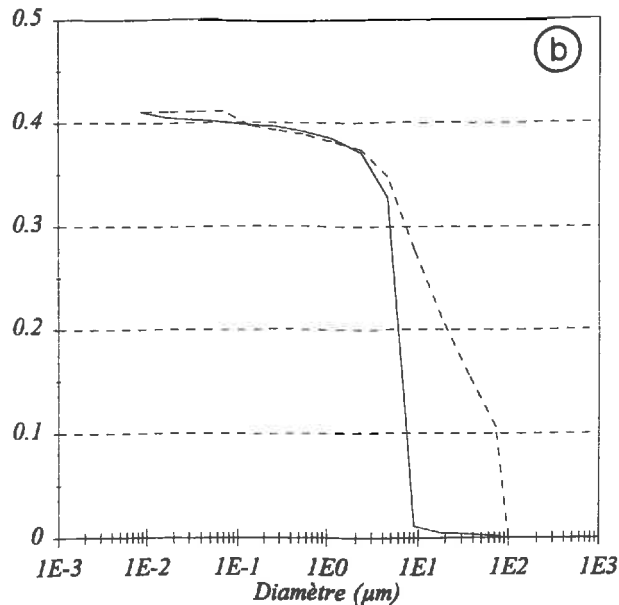


Figure VI.12 : Distribution de la porosité obtenue en porosimétrie par intrusion de mercure en fonction de diamètre de pore équivalent (a - assemblages C-ND-10 et -20, b - assemblages C-D-10 et -20).

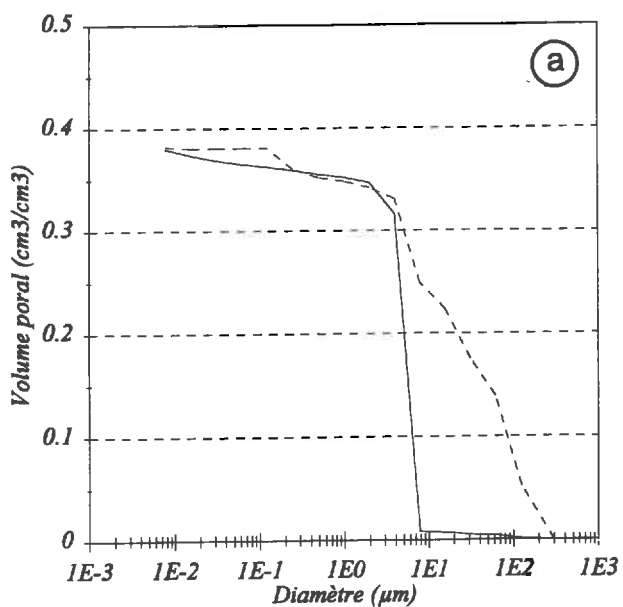


— expérimentale - - corrigée

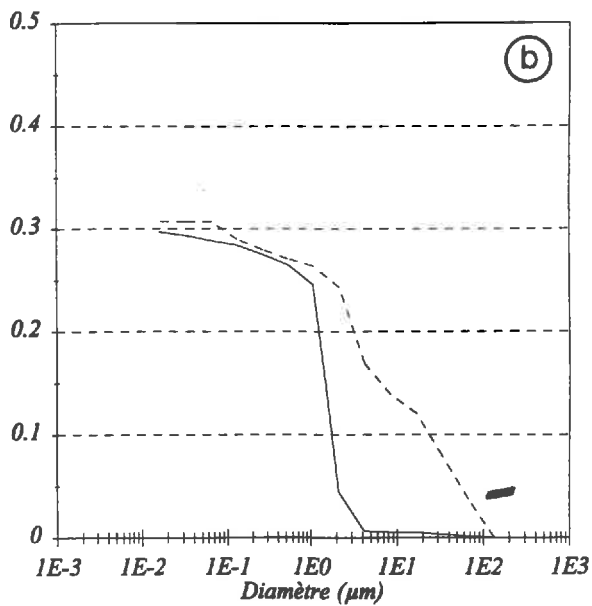


— expérimentale - - corrigée

Figure VI.13 : Porosité cumulée déterminée en porosimétrie par intrusion de mercure et corrigée par le modèle (a : L-50-10, b : L-50-20).



— expérimentale - - corrigée



— expérimentale - - corrigée

Figure VI.14 : Porosité cumulée déterminée en porosimétrie par intrusion de mercure et corrigée par le modèle (a : C-D-10, b : C-D-20).

attribuée à la prospection partielle des pores de la fraction argileuse. D'une façon générale, V_{Hg} diminue quand la teneur en argile croît (figures VI.11). V_{Hg} est plus faible que dans le cas des assemblages lâches. Pour les teneurs de 5, 10 et 15 % d'argile, il varie peu et il est voisin de $0,240 \text{ cm}^3/\text{g}$, soit une porosité de 37 % du volume total de l'échantillon. V_{Hg} décroît, ensuite, assez rapidement pour atteindre des valeurs de plus en plus faibles : $0,235$ et $0,187 \text{ cm}^3/\text{g}$ pour respectivement C-ND-20 et C-ND-40 (porosité de 30 % du volume de l'échantillon) et $0,197$ et $0,140 \text{ cm}^3/\text{g}$ pour respectivement C-D-20 et C-D-40 (porosité de 30 et 25 % du volume total de l'échantillon).

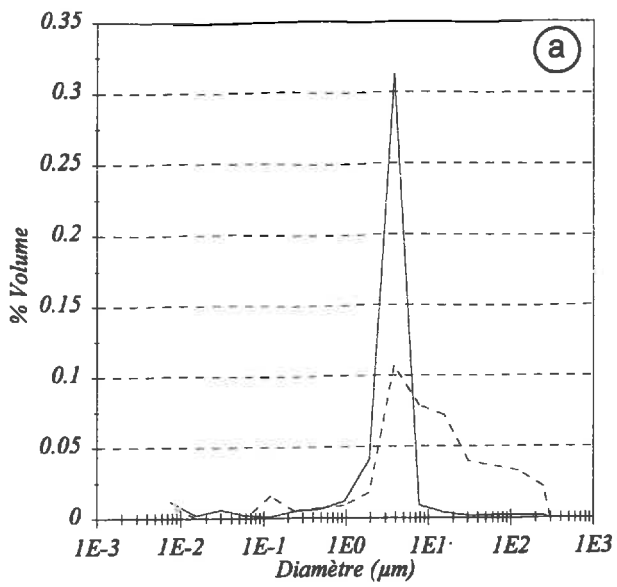
La porosité associée à la première classe de pore est, cette fois-ci, prospectée dans des intervalles de diamètre légèrement plus petits que pour les assemblages lâches. Ces intervalles se situent entre 10 et $0,4 \mu\text{m}$ (figures VI.12). La porosité représente, en général, plus de 95 % de V_{Hg} . Le maximum d'entrée de mercure est atteint pour un diamètre de $5 \mu\text{m}$ pour la plupart des assemblages. Cependant, quelques assemblages font exception :

- l'assemblage C-ND-40 qui présente une porosité de $0,160 \text{ cm}^3/\text{g}$ (83 % de V_{Hg}). Le remplissage de cette classe de pores est réalisé dans un intervalle de diamètre de 9 à $0,4 \mu\text{m}$, avec un mode se situant à environ $3,6 \mu\text{m}$ (figure VI.12a) ;

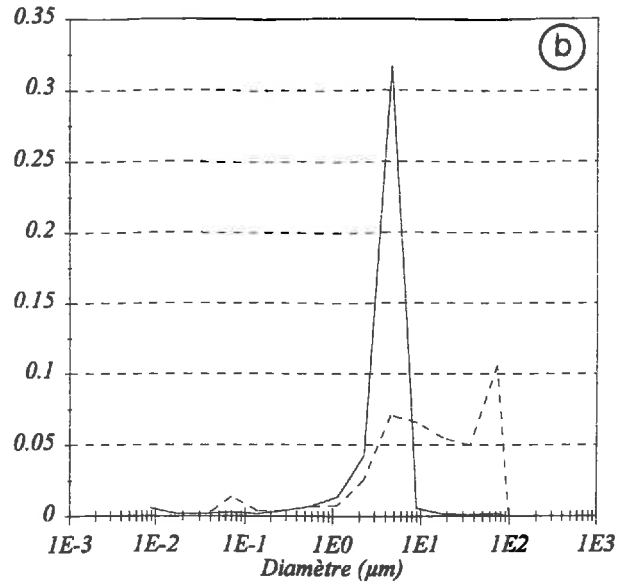
- les assemblages C-D-20 et C-D-40 qui présentent respectivement des porosités de $0,180$ et $0,112 \text{ cm}^3/\text{g}$ (88 et 75 % de V_{Hg}). Le remplissage de cette classe de pores est réalisé pour des diamètres compris entre 5 et $0,03 \mu\text{m}$, avec un mode se situant à $3,7 \mu\text{m}$ pour l'assemblage C-D-20 et $2 \mu\text{m}$ pour l'assemblage C-D-40 (figure VI.12b).

III.3 - Reconstruction de la distribution de la taille des pores à partir de la porosimétrie au mercure

Les courbes d'entrée de mercure et les courbes de distribution de la taille des pores, corrigées par le modèle, ont une allure différente de celles obtenues expérimentalement. Elles montrent que la taille réelle des pores est supérieure à celle donnée en porosimétrie au mercure quel que soit le type d'assemblage et la teneur en argile (figures VI.13 et 14). Néanmoins, il est à noter que pour les faibles teneurs en argile (10 %), l'écart entre les courbes expérimentales et les courbes corrigées apparaît plus important pour les pores de grande taille ($> 10 \mu\text{m}$) que pour les pores de petite taille ($< 0,1 \mu\text{m}$). Pour les pores de taille comprise entre 2 et $0,2 \mu\text{m}$ environ les courbes se superposent. Par ailleurs, pour les fortes teneurs en argile (20 %), nous observons qu'il n'y a aucune superposition des deux courbes. Bien que l'écart reste toujours très important pour les pores de grande taille ($> 10 \mu\text{m}$), la taille réelle des pores mesurée en porosimétrie au mercure est sous estimée dans toute la gamme étudiée.

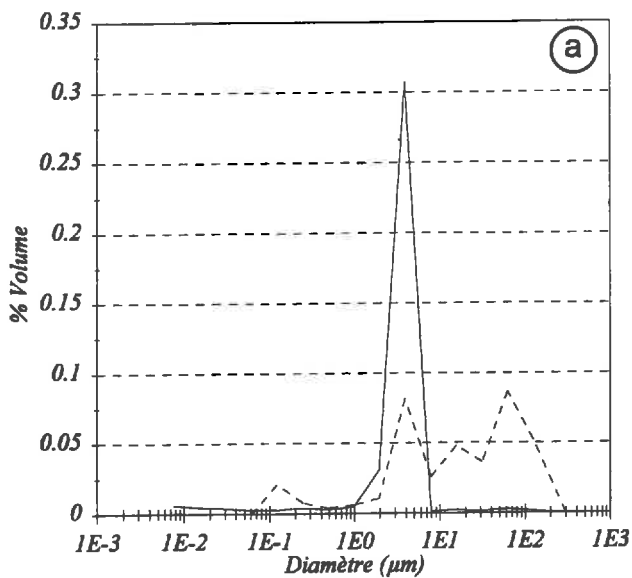


— expérimentale -- corrigée

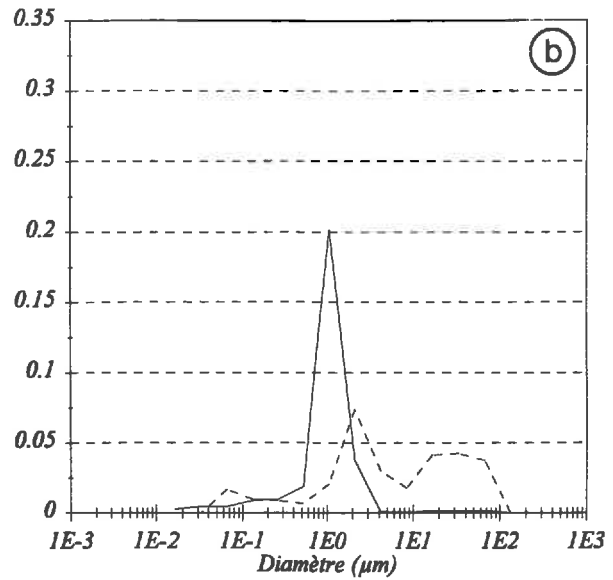


— expérimentale -- corrigée

Figure VI.15 : Distribution de la porosité obtenue en porosimétrie par intrusion de mercure et corrigée par le modèle (a : L-50-10, b : L-50-20).



— expérimentale -- corrigée



— expérimentale -- corrigée

Figure VI.16 : Distribution de la porosité obtenue en porosimétrie par intrusion de mercure et corrigée par le modèle (a : C-D-10, b : C-D-20).

Contrairement aux courbes de distribution obtenues en porosimétrie au mercure, les courbes de distribution corrigées montrent qu'il existe plus de deux classes de pores (figures VI.15 et 16). Cependant, les classes les plus représentées restent celles des pores de grande taille. Pour les assemblages L-50-10 et -20, nous remarquons l'existence de classes de pores de grande taille se situant entre 300 et 30 μm et entre 30 et 2 μm . Ces deux classes sont caractérisées par l'apparition de deux pics larges centrés respectivement autour de 150 et de 4 μm environ. Les pores de petite taille sont représentés par deux pics apparaissant pour des valeurs de 0.15 et de 0.02 μm environ. Les assemblages compacts présentent à peu près la même distribution, avec, cependant, quelques variantes. L'assemblage C-D-10 présente trois classes de pores de grande taille dont les bornes sont les suivantes : 150 à 20 μm ; 20 à 4 μm et 4 à 0,25 μm et deux classes de pores de petite taille dont les bornes se situent à 0,25 et 0,015 μm et à 0,015 et 0,006 μm . Ces classes sont caractérisées par des pics larges respectivement centrés sur 35, 9 et 2 μm et 0,15 et 0,015 μm . L'assemblage C-D-20 présente deux classes de pores de grande taille (150 à 20 μm et 20 à 1 μm) et deux classes de pores de petite taille (1 à 0,06 μm et 0,03 à 0,008 μm). Les pics correspondant à ces classes de pores apparaissent respectivement pour les valeurs suivantes : 30, 5, 0,15 et 0,015 μm .

IV - CONCLUSION

En premier lieu, on peut dire que les résultats obtenus par la méthode au pétrole corroborent parfaitement les résultats obtenus en porosimétrie au mercure, notamment dans l'évolution, en fonction de la teneur en argile et du mode d'assemblage, des porosités mesurées.

Du point de vue quantitatif, toutes les valeurs de porosité mesurées par la méthode au pétrole sont supérieures à celles mesurées par intrusion de mercure. En effet, la méthode au pétrole permet la mesure de la porosité totale (la porosité d'assemblage et la totalité de la porosité interne à l'argile). Alors que le volume accessible en porosimétrie par intrusion de mercure concerne la porosité d'assemblage et uniquement une partie de la porosité interne de l'argile.

En général, les résultats obtenus par ces deux méthodes montrent que les assemblages lâches présentent une légère augmentation du volume poral (V_{Hg}) et du volume poral total (V_{p}) pour des teneurs en argile allant de 5 à 15 %, alors que pour des teneurs supérieures, ces volumes diminuent. Ainsi, les plus fortes porosités sont systématiquement obtenues pour les faibles teneurs en argile, particulièrement, pour les assemblages lâches pour lesquels la porosité maximale est observée pour une teneur de 15 % (V_{p} : 0,307 et 0,291 cm^3/g ;

V_{Hg} : 0,303). Par ailleurs, les faibles porosités sont mesurées pour les assemblages à fortes teneurs en argile (20 et 40 %), particulièrement, pour les assemblages compacts. Ces derniers présentent des volumes diminuant faiblement pour des teneurs de 5 à 15 % (V_p : de 0,262 à 0,254 et 0,265 à 0,242 cm^3/g ; V_{Hg} : de 0,252 à 0,231 et de 0,247 à 0,231 cm^3/g pour respectivement C-ND et C-D) puis de façon plus importante pour les teneurs supérieures (V_p : 0,225 à 0,203 et 0,211 à 0,186 cm^3/g ; V_{Hg} : 0,235 à 0,187 et de 0,197 à 0,14 cm^3/g pour respectivement C-ND et C-D).

La porosité d'assemblage, identifiée par la première classe de pores à partir des mesures de porosimétrie au mercure, évolue dans le même sens que V_p et V_{Hg} . Pour les assemblages lâches, elle augmente avec la teneur en argile pour les faibles teneurs (5, 10 et 15 %) et diminue pour les teneurs dépassant les 15 %. En revanche, pour les assemblages compacts, elle diminue avec la teneur en argile.

L'analyse de la distribution de la porosité à partir des mesures de porosimétrie au mercure s'est révélée très utile. Elle nous montre, en effet, que :

- la présence de pics bien exprimés correspond toujours à l'existence de la première classe de pores : porosité d'assemblage, car bien que la distribution soit dans la plupart des cas bimodale, les pics associés à la porosité de la phase argileuse n'apparaissent que de façon timide ;

- les pores associés à la porosité d'assemblage sont caractérisés par une valeur de diamètre modal correspondant au maximum d'entrée de mercure. Celui ci se déplace en fonction de la teneur en argile et du mode d'assemblage. Ce déplacement étant plus perceptible pour des changements de mode d'assemblage et de façon moindre pour des teneurs en argile élevées :

- * ce diamètre est plus élevé pour des échantillons représentant des assemblages lâches à faible teneur en argile (6 à 7 μm). Alors que pour les assemblages compacts il est plus faible (4 à 5 μm).

- * l'accroissement de la teneur en argile n'est relié à l'abaissement de ce diamètre qu'avec des mélanges contenant une teneur supérieure ou égale à 15 % (5 à 6 μm pour les assemblages lâches et 3 à 2 μm pour les compacts). La deuxième classe de pores n'apparaît clairement que pour des teneurs en argile dépassant les 15 % avec des pics autour de 0,012 μm environ (120 Å).

Pour les assemblages lâches, la taille des fragments d'argile semble jouer un rôle dans l'organisation du système poral. Les volumes poraux V_p (méthode au pétrole) et V_{Hg} (porosimétrie au mercure) obtenus pour les assemblages L-100 sont plus élevés que ceux obtenus pour les assemblages L-50. Nous pensons que les fragments d'argile dont la taille est inférieure à 100 μm , quand ils sont présents en faible proportion (5 à 15 %) au sein d'un assemblage, conduisent à un écartement des grains de limons en raison de l'effet de retrait de l'argile. Cet écartement qui croît avec la teneur en argile, engendre une organisation des grains de limon moins compact. En effet, le diamètre modal des pores d'un assemblage de limons, déterminé en porosimétrie au mercure, est de 4 μm , alors que pour les mélanges argile-limon, ce diamètre se situe vers des valeurs plus élevées (5 à 6 μm).

En revanche, l'enrichissement d'un massif de limon en fragments d'argile de taille inférieure à 50 μm (assemblages L-50-5, -10 et -15) conduit à des porosités très proches les unes des autres. Les dimensions des fragments d'argile (< 50 μm) et des grains de limons (10-50 μm) sont, dans ce cas, très voisines et de ce fait leur organisation reste la même tant que l'influence de l'argile n'est pas apparue. Ceci rejoint les résultats obtenus par Chrétien (1979 et 1986), à propos de la variation du volume poral intergrains pour des mélanges fabriqués avec des squelettes de différentes tailles et ceux obtenus par Fiès (1971) lors de son étude sur l'influence de la granulométrie du squelette sur la porosité.

Enfin, l'utilisation d'un modèle permettant de corriger les résultats expérimentaux obtenus en porosimétrie au mercure montre clairement les limites de cette technique quant à l'étude de la distribution réelle de la taille des pores.

De façon générale, la comparaison des courbes expérimentales et corrigées a révélé un décalage de la taille des pores vers des diamètres plus grands, particulièrement pour les pores de grande taille et pour les assemblages à faible teneur en argile (L-50-10 et C-D-10). Ce décalage s'étend à tous les pores pour les assemblages de teneur en argile élevée (L-50-20 et C-D-20).

L'analyse des courbes corrigées de distribution de la taille des pores montre que les pics importants, correspondant à la porosité d'assemblage, révélés par les courbes corrigées se retrouvent vers les mêmes valeurs de diamètre que pour les courbes expérimentales (4 et 2 μm environ). Cependant, ils sont d'importance moindre car les volumes qui leur sont associés sont répartis sur deux (L-50-10 et -20 et C-D-20) ou trois classes (C-D-10) au lieu d'une. Ces pics sont souvent plus larges que ceux observés sur les courbes expérimentales.

Ce modèle a donc permis de mettre en évidence les pores de grande taille accessibles par les pores de taille de moindre importance et les diamètres des pores d'assemblages se sont trouvés multipliés par un facteur 10 (C-D-10 et -20) voire de 100 (L-50-10 et -20). On note ainsi que l'utilisation de ce modèle ramène, en moyenne, le nombre de classes de pores existantes à 4. Les deux premières classes correspondent à la porosité d'assemblage et leurs diamètres modaux se situent par ordre décroissant entre 150 et 4 μm (assemblages lâches) et entre 30 et 2 μm (assemblages compacts). Les deux dernières correspondent à la porosité propre à la phase argileuse et leurs diamètres modaux se situent à 0,15 μm et à 0,015 μm .

ETUDE DE LA POROSITE EN ANALYSE D'IMAGE

I - INTRODUCTION

Les données présentées dans le chapitre précédent ont permis de décrire, à l'aide de la porosimétrie au mercure, l'évolution du volume poral en fonction du mode d'assemblage et de la teneur en argile.

Il s'agit, dans ce chapitre, d'analyser les images obtenues en microscopie électronique à balayage. De la sorte, nous aurons accès à des caractéristiques géométriques de l'espace poral qui sont complémentaires de celles obtenues en porosimétrie au mercure. Ainsi, après avoir mis en oeuvre une méthode de seuillage adaptée aux matériaux analysés, nous mesurerons la porosité ainsi que la distribution de la surface des pores. Enfin, nous présenterons et appliquerons une autre méthode utilisée en analyse d'image pour la comparaison des systèmes poreux : le calcul des distances de cordes.

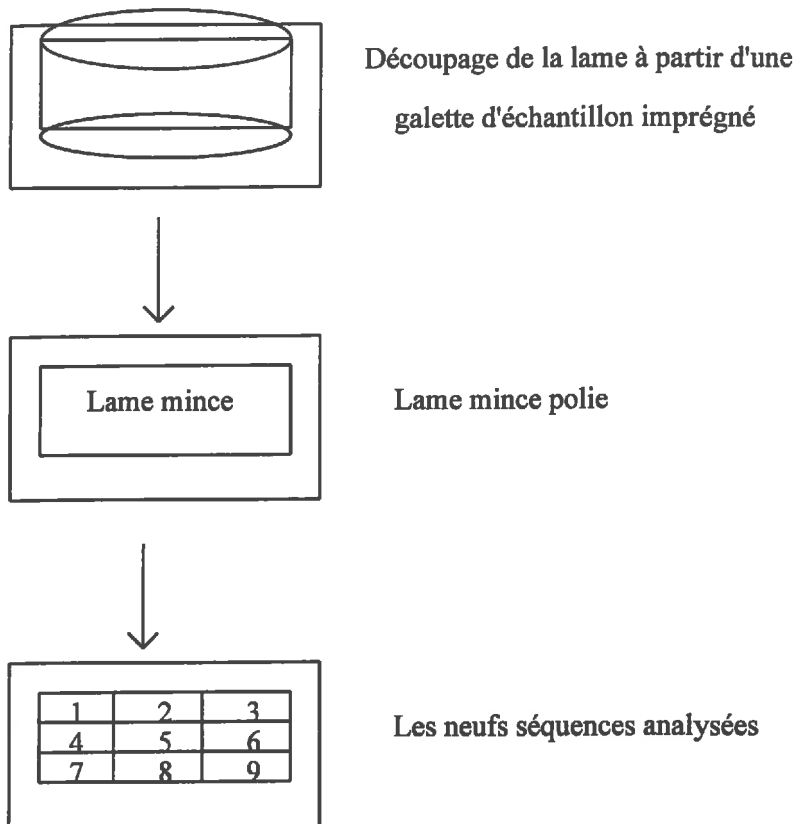


Figure VII.1 : Procédure d'échantillonnage : découpage de la lame mince à partir d'un bloc imprégné et division de la lame mince en neuf séquences de travail.

II - METHODES

Les lames minces étudiées correspondent à des plans de coupe verticaux effectués dans chaque échantillon. Les lames minces ont été observées en microscopie électronique à balayage en mode électrons rétrodiffusés (Murphy *et a.*, 1977 ; Jongerius et Bisdom, 1981 ; Murphy, 1983 ; Ringroase-Voase, 1991 ; Vogel et Babel, 1994). Nous avons effectué des observations selon trois séquences verticales à raison de trois images par séquence (figure VII.1). Neuf images ont par conséquent été analysées par échantillon, soit 180 images au total compte tenu du nombre de mode d'assemblage et de teneurs en argile choisies. Ce mode opératoire a été motivé par le souci d'avoir des résultats représentatifs de l'ensemble des échantillons et de mettre en évidence un éventuel gradient, au sein de la coupe, sur le plan vertical.

Pour cette étude, le grandissement $\times 200$ est apparu être le plus approprié car à grandissement plus faible la porosité d'assemblage de la phase argileuse avec les grains du squelette présente des contours flous, ce qui rend l'opération de seuillage très délicate. En revanche, à plus fort grandissement le champ d'investigation est très petit et trop sensible à la présence d'un gros amas d'argile de $100 \mu\text{m}$, par exemple, lequel influence fortement les mesures de pourcentage de surface des pores. Ce grandissement permet donc d'avoir un champ d'investigation raisonnablement grand et d'observer la porosité d'assemblage dans des conditions satisfaisantes. Pour toutes les mesures, le pixel est carré et est de $1 \mu\text{m}$ de côté.

II.1 - Saisie et numérisation des images

L'analyse d'image est réalisée à l'aide du logiciel VISILOG. La saisie des images se fait au moyen d'une caméra à tube à partir des négatifs placés sur une table lumineuse, ceux-ci ayant été obtenus en microscopie électronique à balayage.

L'optimisation du contraste fond-objet est réalisée à l'aide du numériseur en modifiant le paramétrage du gain et de "l'off set" qui, à l'aide d'une fonction de transfert, permet de restituer l'image initiale en 256 niveaux de gris (figure VII.2). Une fois le réglage de la netteté et du contraste réalisé, l'image est saisie et peut être visualisée. Elle est numérisée en 512×512 pixels carrés. Les faibles niveaux de gris correspondent aux pores (noir) et les niveaux de gris les plus élevés représentent la phase minérale du sol (gris clair).

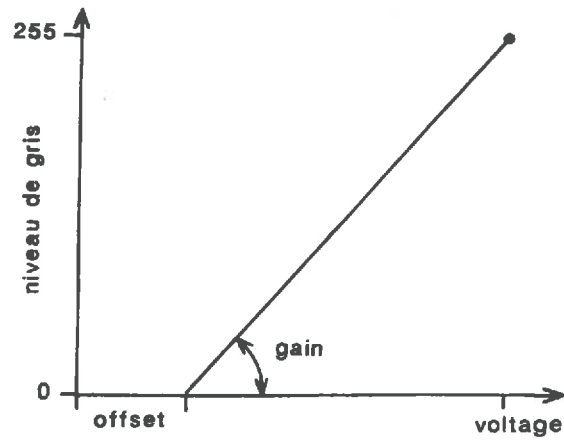


Figure VII.2 : Fonction de transfert permettant la restitution d'une image en 256 niveaux de gris.

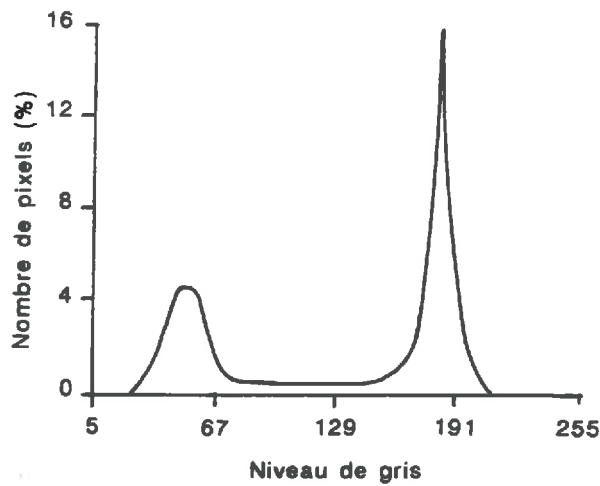


Figure VII.3 : Histogramme de niveau de gris d'une image après recadrage dynamique.

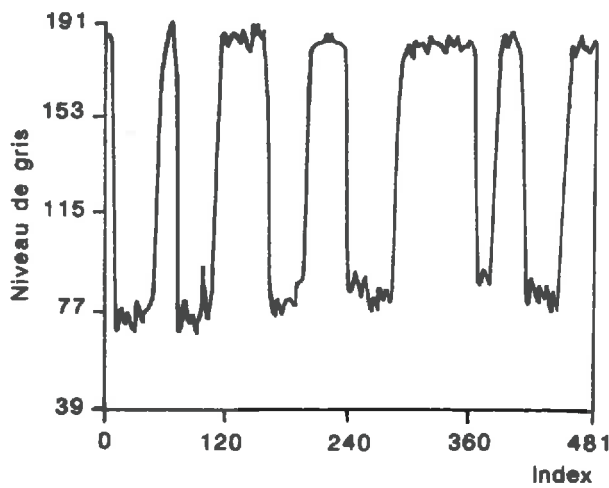


Figure VII.4 : Profil des niveaux de gris : coupe transversale de l'image.

II.2 - Seuillage des images (binarisation)

Le seuillage a pour objectif de séparer l'image en deux phases : la phase sur laquelle on effectue les mesures et à laquelle on attribue la valeur 1, et celle qui n'est pas prise en compte à laquelle on attribue la valeur 0. Cependant, en raison d'une faible anisotropie d'éclairage lors de la prise des images au M.E.B. et de faibles variations de niveau de gris au sein de la même phase, la détection automatique des contours des pores et, bien sûr, la binarisation des images en niveau de gris demeurent une opération délicate. En effet, il n'existe pas de méthode mathématique permettant de déterminer avec certitude un seuil correct de binarisation (Moran *et al.*, 1989). Pour résoudre cette difficulté, nous adopterons un des principes de la morphologie mathématique (Serra, 1982) : la transformation des niveaux de gris en effectuant un recadrage linéaire de la dynamique. Cette opération permet d'obtenir des images en niveaux de gris plus contrastées, donc des images dont on peut plus facilement définir les contours des pores (interface pore-solide). En effet, l'image obtenue à l'issue de la saisie n'occupe pas nécessairement les 256 niveaux de gris. Le recadrage linéaire de la dynamique revient à calculer les valeurs minimale et maximale des intensités de gris sur cette image et, ensuite, à recalculer l'intensité de gris de chaque pixel en utilisant l'équation suivante :

$$f(x,y) = 255 \times (f(x) - \min) / (\max - \min)$$

Cette opération, qui permet d'étendre l'échelle de gris, est systématiquement réalisée sur toutes les images analysées.

Malgré le bon contraste obtenu, le choix d'un seuil de niveau de gris entre les deux pics de l'histogramme (figure VII.3) reste délicat. En effet, le contour des pores se retrouve dans une plage de niveau de gris intermédiaire entre le pore lui même et le solide. Si l'on observe un profil de niveau de gris traversant l'image, on constatera que le passage entre les niveaux de gris élevés et les niveaux de gris faibles se fait rarement sur un pixel, mais s'étale généralement sur deux à quatre pixels (figure VII.4) (Hallaire, 1991). Nous avons donc effectué un seuillage en contrôlant visuellement son résultat, de façon à respecter au mieux les contours des pores.

II.3 - Analyse de la porosité

L'analyse de la porosité a été faite au moyen de deux paramètres : la taille des pores et leur facteur de forme en terme de distribution de la surface des pores.

II.3.1 - Mesure des surfaces porales

La porosité d'une image sera estimée par l'aire occupée par les pores sur l'image binaire exprimée en micromètres carrés, cette valeur sera dénommée "porosité surfacique" (Hallaire et Cointepas, 1993). Elle est mesurée en rapportant la surface des pores à la surface totale de l'AOI¹ analysée. Toutes les mesures ont été réalisées sur la surface quasi totale de l'image, soit environ $9 \cdot 10^4 \mu\text{m}^2$.

Des filtres de 25, 4 et $1 \mu\text{m}^2$ ont été choisis afin d'éliminer les pores de très petite taille. Ces filtres permettent de ne tenir compte que des pores dont la surface dépasse successivement 25, 4 et $1 \mu\text{m}^2$. L'utilisation de ces filtres est motivée par le souci d'éliminer les pores de petite taille qui sont présents sur la surface de certains grains de limons ou au sein de plages de phase argileuse et ne correspondant pas aux pores résultant de l'assemblage de la phase argileuse avec les grains de limon.

II.3.2 - Distribution de la porosité

La classification des pores suivant leur forme a pour but de distinguer des différences de forme des pores entre les différents assemblages. Parmi les paramètres topologiques habituellement utilisés, le facteur de forme rend bien compte de ce critère (Coster et Chermant, 1985).

Afin d'étudier la distribution de la porosité, nous avons utilisé le facteur de forme (f) donné par la relation (Jongerius et Bisdom, 1981 ; Pagliai *et al.*, 1983 ; Ringroase-Voase et Bullock, 1984 ; D'Acqui *et al.*, 1994) :

$$f = (\text{Périmètre})^2 / (4\pi \times \text{aire})$$

Ce facteur est d'autant plus grand que le pore est allongé, et prend la valeur minimale 1 pour un pore de forme circulaire.

Les pores ainsi analysés sont classés dans trois familles : ils sont appelés pores réguliers pour un facteur de forme compris entre 1 et 2, pores irréguliers pour un facteur de forme compris entre 2 et 5 et pores de forme allongée pour un facteur de forme supérieur à 5.

¹AOI (area of interest) : zone d'intérêt sur laquelle sont effectuées les mesures.

Cette classification est utilisée depuis de nombreuses années (Bouma *et al.*, 1977) et correspond approximativement à celle effectuée récemment par D'Acqui *et al.*, (1994). Selon la valeur de f , le diamètre équivalent (d_e) est égal à :

$$\sqrt{4 \times \text{aire} / \pi}$$

pour les pores réguliers et irréguliers ou à

$$(\text{périmètre} - \sqrt{(\text{périmètre})^2 - 16 \times \text{aire}}) / 4$$

pour les pores de forme allongée

On peut alors obtenir une distribution de surface des pores en fonction de leur diamètre équivalent.

II.4 - Etude des fonctions de distribution des distances de cordes²

Un milieu poreux peut être considéré comme étant un système à deux phases, séparées par une interface. Un des moyens pour caractériser un milieu biphasique est d'étudier la fonction de distribution des distances de cordes dont la connaissance permet de distinguer certains désordres structuraux (Mering et Tchoubar, 1966). En effet, cette méthode permet de décrire le mode d'assemblage des grains et les interfaces des systèmes biphasiques en donnant des informations sur, par exemple, leur courbure et leur angularité (Levitz et Tchoubar, 1992).

La corde est définie comme étant un segment appartenant à l'une des deux phases et ayant ses deux extrémités au niveau de l'interface : c'est donc une trajectoire linéaire qui relie deux points de l'interface.

La fonction de distribution des distances de cordes correspond à la probabilité d'avoir une taille de corde entre r et $r + dr$, sachant que la corde commence à un point spécifique de l'interface entre le solide et le pore. La fonction de distribution est notée $f_p(r)$ et $f_m(r)$ pour respectivement les distances de cordes de pore et de solide. Elle possède la caractéristique suivante (Levitz et Tchoubar, 1992) :

$$\int_0^{\infty} f_i(r) dr = 1 \quad i = m, p$$

²L'étude des fonctions de distribution des distances de cordes et du volume étoile a été réalisée avec la collaboration de P. Levitz (CRMD CNRS Orléans) et de I. Cousin (INRA Orléans).



Figure VII.5 : Représentation de la fonction étoile dans l'espace \mathbb{R}^2 pour un point x quelconque. La surface hachurée correspond à l'ensemble des points d'une phase poreuse (en noir) directement vus à partir de x . (Coster et Chermant, 1985)

Un autre paramètre décrivant les structures biphasiques dérive de cette caractéristique : la distance moyenne de corde. Son expression mathématique est la suivante :

$$\bar{l}_i = \int_0^{\infty} r f_i(r) dr$$

L'algorithme permettant le calcul de la distribution de corde procède suivant les 4 étapes suivantes :

- définition d'une direction aléatoire en partant du solide dans le cas des cordes de pore et d'un pore dans le cas des cordes de solide ;
- localisation le long de cette direction de deux pixels voisins définissant l'interface et ayant des valeurs différentes (1 : pore ; 0 : solide) ;
- calcul du segment de corde le long de la direction choisie à partir de cette interface jusqu'à atteindre l'interface suivante. Cette corde peut appartenir au pore ou au solide selon que l'on ait défini la direction aléatoire en partant respectivement d'un solide ou d'un pore ;
- ces étapes sont répétées, toujours de façon aléatoire, un nombre suffisant de fois (5 à 20 millions) de façon à analyser une surface représentative de l'image étudiée.

L'étude de la distribution de distances de cordes a été réalisée avec un objectif essentiellement méthodologique. Nous nous sommes limités à l'étude de deux types d'assemblages et de deux teneurs en argile (L-50-10 et -20 et C-D-10 et -20). Le choix des teneurs d'argile de 10 et de 20 %, résulte du fait que les assemblages de faible teneur en argile (5, 10 et 15 %) présentaient, en porosimétrie par intrusion de mercure, des résultats très proches (chapitre V).

Nous avons délimité à la main sur papier calque les grains de limons et les plages d'argile. Nous avons ainsi obtenu trois images pour chaque assemblage : une image représentant la phase solide (limon et argile) et les vides, une autre avec seulement les grains de limon (les plages d'argile et les vides constituant le complémentaire), enfin une autre avec seulement les plages d'argile (les grains de limon et les vides constituant le complémentaire). Nous avons ainsi obtenu une série de 12 images qui ont été, par la suite, scannées.

II.5 - Détermination du volume étoile

Le volume étoile représente tout le volume d'un pore visible à partir d'un point pris de façon aléatoire dans ce même pore. La rencontre d'une interface, lors du balayage continu de ce volume, arrête le balayage dans cette direction. Une autre direction est alors choisie jusqu'à

Tableau VII.1.a : Résultats des mesures de la porosité d'assemblage (cm³/g) en analyse d'image
(surface du filtre 25 µm²)

argile %	L-100			L-50			C-ND			C-D		
	P %	V (cm ³ /g)	écart type	P %	V (cm ³ /g)	écart type	P %	V (cm ³ /g)	écart type	P %	V (cm ³ /g)	écart type
5	41,3	0,277	0,013	39,3	0,259	0,030	36,8	0,235	0,021	37,8	0,243	0,009
10	43,1	0,293	0,021	38,0	0,253	0,018	37,0	0,235	0,011	36,5	0,227	0,009
15	38,5	0,263	0,022	36,4	0,243	0,022	33,5	0,209	0,009	33,0	0,203	0,024
20	36,3	0,236	0,015	36,7	0,235	0,010	33,1	0,199	0,018	31,4	0,184	0,013
40	29,8	0,181	0,015	26,6	0,160	0,023	22,0	0,128	0,008	20,6	0,113	0,010

Tableau VII.1.b : Résultats des mesures de la porosité d'assemblage (cm³/g) en analyse d'image
(surface du filtre 4 µm²)

argile %	L-100			L-50			C-ND			C-D		
	P %	V (cm ³ /g)	écart type	P %	V (cm ³ /g)	écart type	P %	V (cm ³ /g)	écart type	P %	V (cm ³ /g)	écart type
5	41,6	0,279	0,013	39,7	0,261	0,029	37,3	0,239	0,021	38,3	0,246	0,008
10	43,2	0,295	0,023	39,2	0,261	0,017	38,4	0,244	0,012	36,9	0,230	0,011
15	39,1	0,267	0,022	37,4	0,250	0,018	35,1	0,219	0,010	34	0,209	0,025
20	36,9	0,240	0,015	37,1	0,238	0,011	34,3	0,207	0,016	31,7	0,187	0,022
40	30,6	0,186	0,015	27,4	0,166	0,023	23,3	0,136	0,008	22,5	0,123	0,011

Tableau VII.1.c : Résultats des mesures de la porosité d'assemblage (cm³/g) en analyse d'image
(surface du filtre 1 µm²)

argile %	L-100			L-50			C-ND			C-D		
	P %	V (cm ³ /g)	écart type	P %	V (cm ³ /g)	écart type	P %	V (cm ³ /g)	écart type	P %	V (cm ³ /g)	écart type
5	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	38,4	0,247	0,009
10	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd
15	39,9	0,273	0,031	37,2	0,249	0,021	35,3	0,220	0,010	34,2	0,210	0,025
20	37,1	0,241	0,015	37,0	0,238	0,012	34,5	0,208	0,017	32,9	0,193	0,014
40	31,0	0,188	0,015	27,7	0,167	0,024	23,5	0,137	0,008	23,5	0,128	0,012

nd : non déterminée

couvrir tout le volume accessible du pore (figure VII.5). Le volume étoile est calculé par la relation (Levitz, communication orale) :

$$V^{\otimes} = (\pi / 3)(l_i^4 / l_i)$$

avec

$$l_i : \text{longueur moyenne} = \int_0^{\infty} r f_i(r) dr$$

$$l_i^4 : \text{quatrième moment} = \int_0^{\infty} r^4 f_i(r) dr$$

III - RESULTATS

En premier lieu, nous présenterons les résultats des mesures de surface des pores en pourcentage de la porosité (rapport de la surface totale des pores à la surface totale de l'AOI³ analysée). Puis, ces résultats seront transformés en volume (cm³/g) en utilisant les masses volumiques des assemblages (chapitre VI) (tableaux VII.1a, b et c). Ensuite, nous présenterons les résultats de l'étude de la distribution des porosités mesurées en fonction des diamètres équivalents et des classes de forme. Enfin, nous présenterons les résultats de l'étude de la distribution des distances cordes.

III.1 - Porosité d'assemblage

III.1.1 - Les assemblages lâches

Les assemblages L-100 présentent des porosités élevées pour des teneurs de 5 et 10 % d'argile (tableaux VII.1a, b et c, figure VII.6a). Une augmentation de la porosité est même observée lorsque l'on passe de 5 à 10 % pour atteindre 0,293 cm³/g avec un filtre de 25 μm² et 0,295 cm³/g avec un filtre de 4 μm². Ensuite, la porosité d'assemblage diminue pour les teneurs supérieures à 10 % pour atteindre 0,181 cm³/g pour 40 % d'argile avec un filtre de 25 μm². Cette porosité ne varie pas significativement avec un filtre de 4 μm² (0,186 cm³/g) ou de 1 μm² (0,188 cm³/g).

Pour les assemblages L-50, le test de Tuckey (comparaison multiple des moyennes) réalisé montre que les porosités mesurées pour les teneurs de 5 à 10 % ne sont pas

³AOI (area of interest) : zone d'intérêt sur laquelle sont effectuées les mesures.

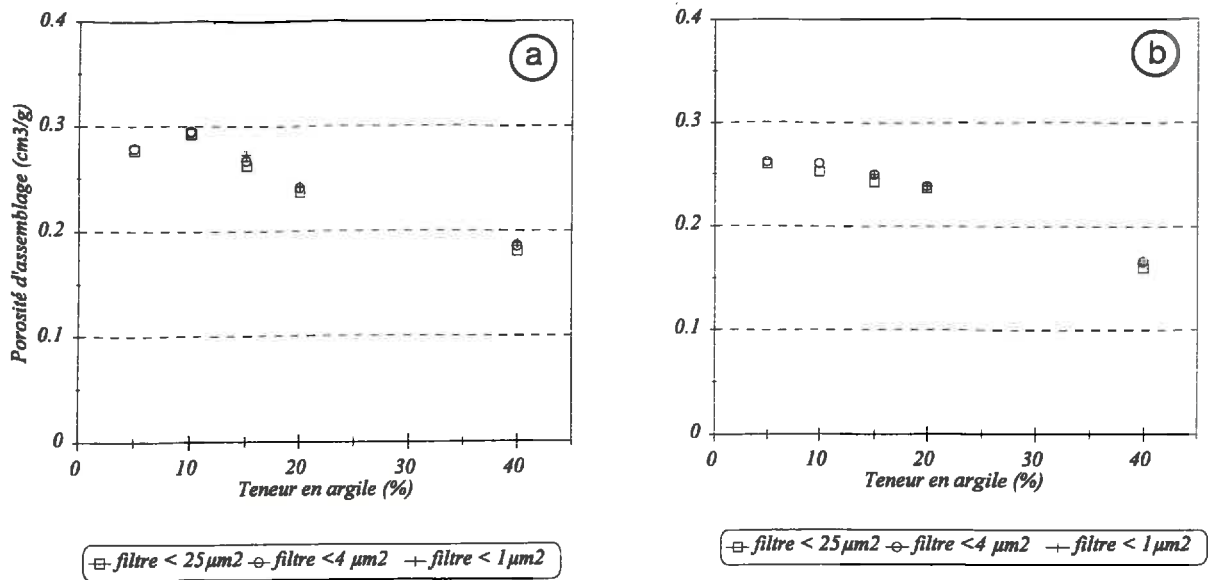


Figure VII.6 : Variation de la porosité d'assemblage mesurée en analyse d'image en fonction de la teneur en argile et de la taille du filtre (a : L-100, b: L-50).

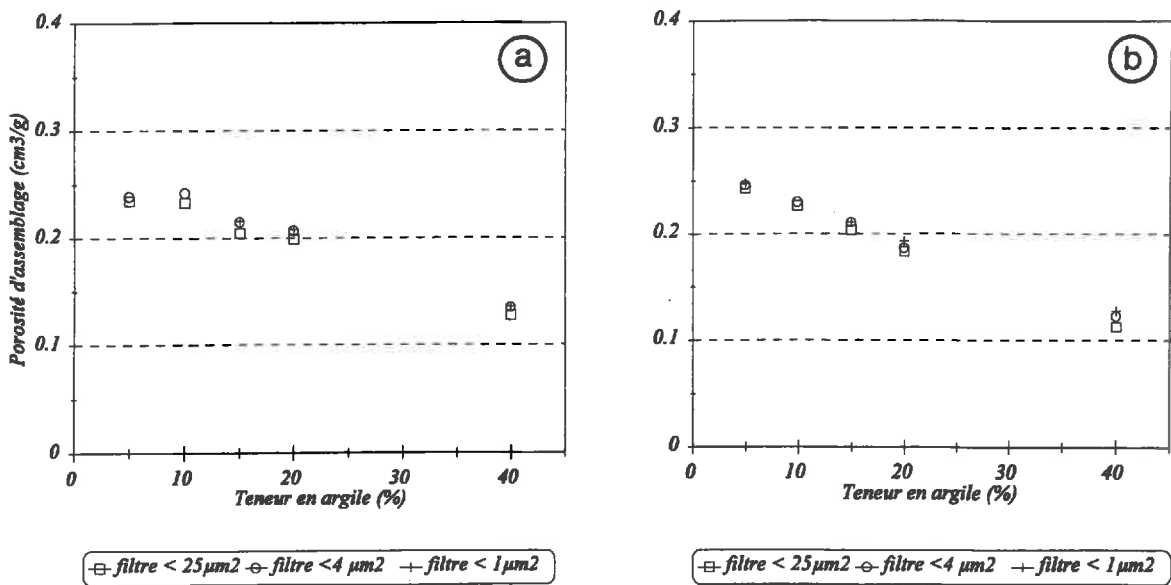


Figure VII.7 : Variation de la porosité d'assemblage mesurée en analyse d'image en fonction de la teneur en argile et de la taille du filtre (a : C-ND, b: C-D).

significativement différentes (tableaux VII.1a, b et c, figure VII.6b). Elles sont respectivement de 0,259 et 0,253 cm³/g avec un filtre de 25 μm² et de 0,261 cm³/g pour le filtre de 4 μm². Ces volumes de porosité ne sont pas significativement affectés par la taille du filtre utilisé. La porosité décroît progressivement lorsque la teneur en argile passe de 10 à 40 % pour atteindre 0,160 cm³/g avec un filtre de 25 μm². On note alors, à l'inverse de ce que l'on observe pour les faibles teneurs en argile, que la porosité augmente cette fois lorsque la taille du filtre décroît.

III.1.2 - Les assemblages compacts

Les porosités mesurées pour les assemblages compacts décroissent lorsque la teneur en argile augmente. Cette décroissance n'apparaissant cependant pas pour les échantillons C-ND-5 (0,235 cm³/g) et C-ND-10 (0,235 cm³/g). Elle est plus nette pour les assemblages C-D que pour les assemblages C-ND (tableaux VII.1a, b et c, figures VII.7a et b). Les valeurs de porosité augmentent lorsque la taille du filtre choisi décroît, et ceci dès les teneurs en argile les plus faibles.

III.1.3 - Variation de la porosité en fonction de la taille du filtre choisi

Les variations de porosité en fonction de la taille du filtre apparaissent très faibles (figures VII.6 et 7). Néanmoins, on notera que la variation de la porosité en passant d'une taille de filtre à l'autre est d'autant plus élevée que la teneur en argile est élevée et que l'assemblage est compact. Ceci s'explique par la présence de pores de petite taille de plus en plus nombreux dans l'assemblage compact lorsque la teneur en argile augmente.

III.2 - Distribution des surfaces porales et du nombre de pores en fonction du facteur de forme

Nous avons classé les pores en fonction des facteurs de forme : les pores réguliers avec un facteur de forme compris entre 1 et 2 ; les pores irréguliers avec un facteur de forme compris entre 2 et 5 et les pores de forme allongée avec un facteur de forme supérieur à 5. Nous avons analysé la distribution des surfaces porales et du nombre de pore par assemblage en fonction de ces trois facteurs de forme.

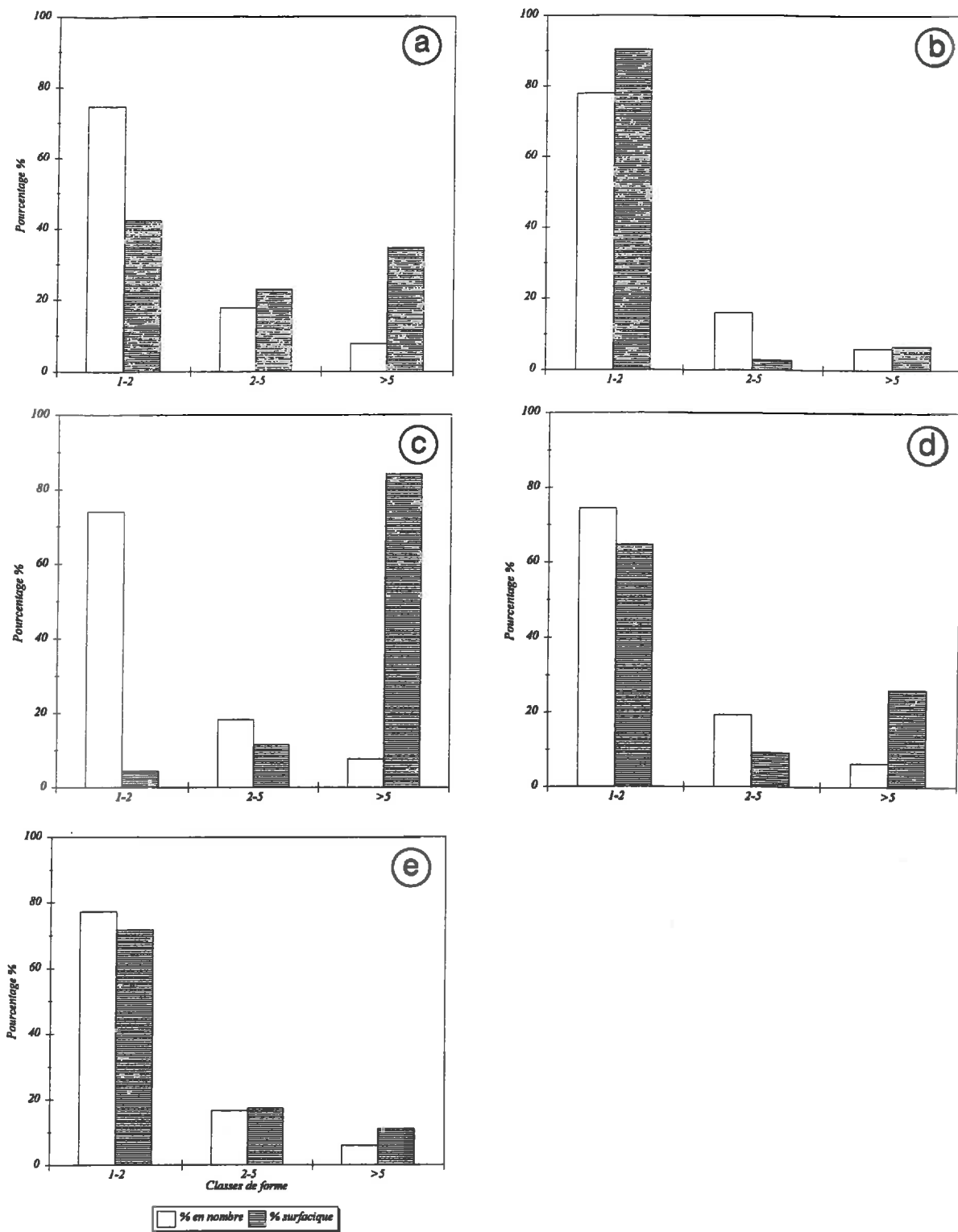


Figure VII.8 : Histogrammes des pourcentages en nombre et en surface en fonction des classes de facteurs de forme (a, b, c, d et e respectivement assemblages L-100-5, -10, -15, -20 et -40).

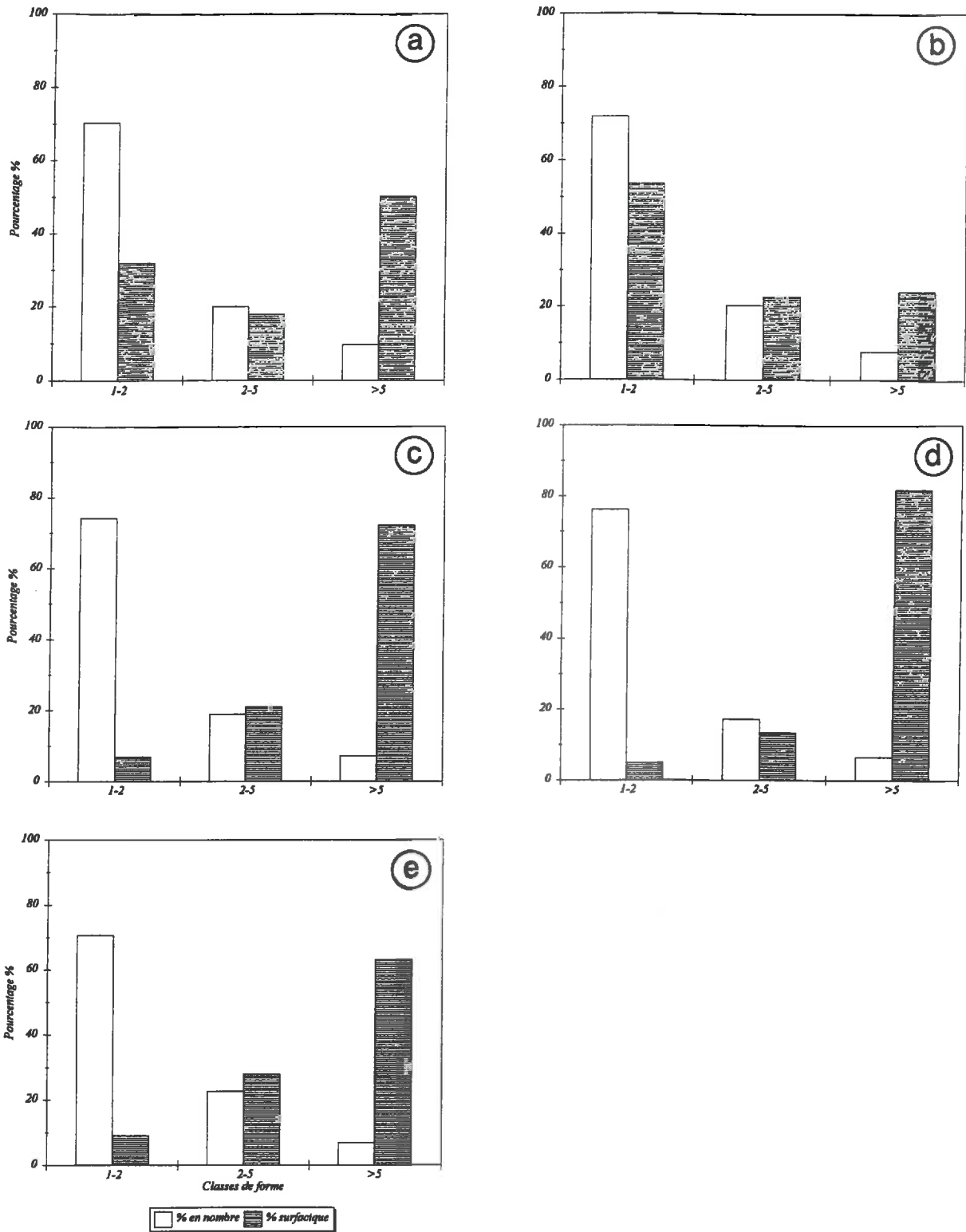


Figure VII.9 : Histogrammes des pourcentages en nombre et en surface en fonction des classes de facteurs de forme (a, b, c, d et e respectivement assemblages L-50-5, -10, -15, -20 et -40).

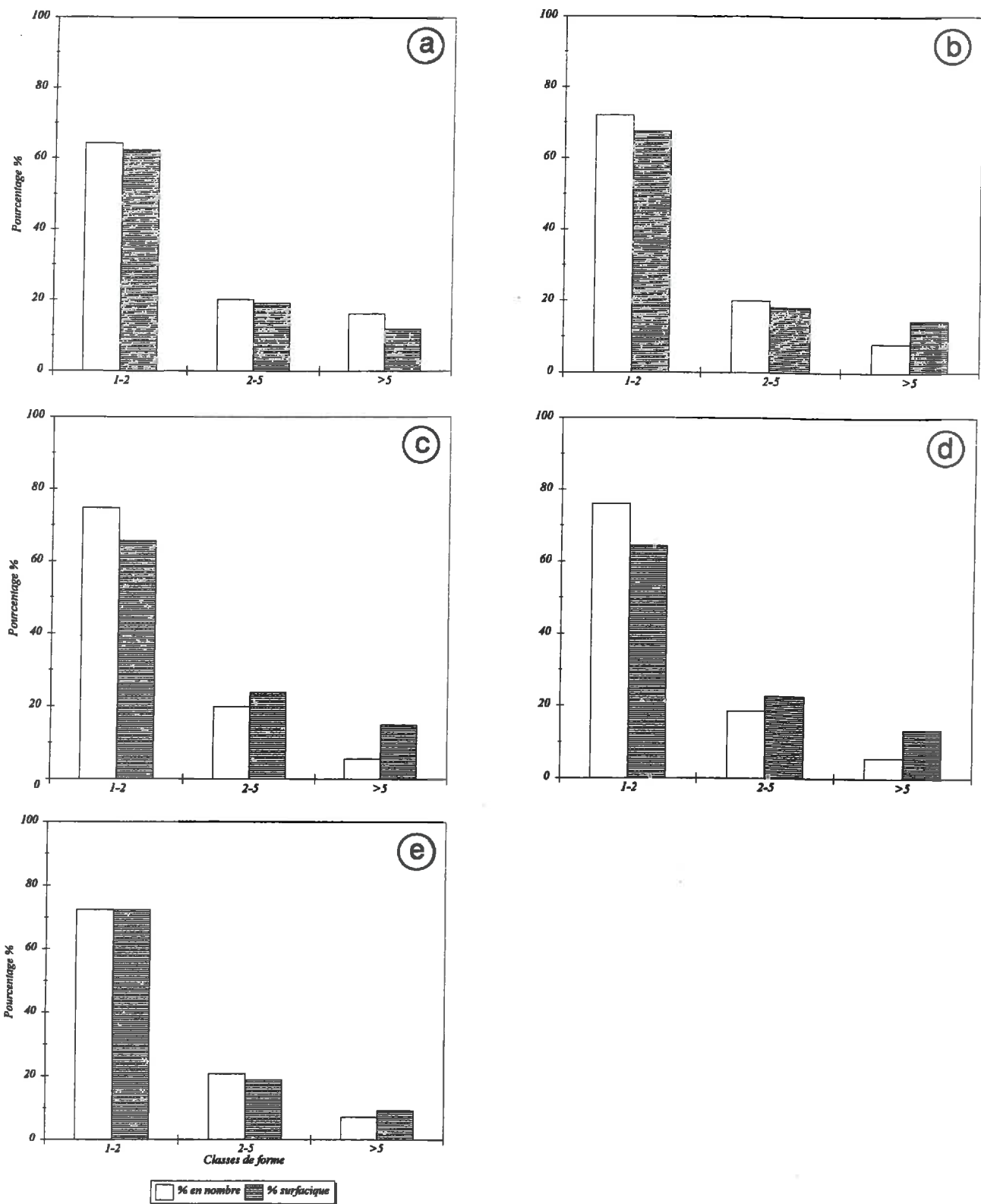


Figure VII.10 : Histogrammes des pourcentages en nombre et en surface en fonction des classes de facteurs de forme (a, b, c, d et e respectivement assemblages C-ND-5, -10, -15, -20 et -40).

III.2.1 - Les assemblages lâches

III.2.1.1 - Les assemblages L-100

Dans le cas des assemblages L-100, les pores réguliers sont les plus nombreux (74 à 78 %), de forme quasi circulaire (annexe 2a ; figures VII.8a, b, c, d et e).

Le nombre total de pores croît avec la teneur en argile de 92 (L-100-5) à 307 (L-100-40) pour une même surface analysée. La croissance du nombre de pores avec la teneur en argile s'explique par la diminution du nombre de pores interconnectés en raison de l'augmentation de la proportion d'argile entraînant une diminution de pores de grande surface au profit de pores de petite surface.

Par ailleurs, en terme de pourcentage surfacique, on rencontre une distribution moins simple que pour la distribution en nombre. Néanmoins, les pores de forme régulière proche de la forme circulaire restent les plus nombreux avec 42, 90, 65 et 72 % des surfaces mesurées pour respectivement les assemblages L-100-5, -10, -20 et -40 pour ces pores. Les facteurs de forme compris entre 2 et 5, représentant des pores de forme intermédiaire, correspondent à des pourcentages surfaciques de 23, 3, 11, 9 et 17 % respectivement dans l'ordre des teneurs croissantes en argile. Enfin, les pores de forme allongée sont présents en forte proportion pour L-100-15 (84 % de la surface mesurée), moyennement pour L-100-5 et -20 avec respectivement 35 et 26 % de la totalité de la surface mesurée, et faiblement pour L-100-10 et -40 avec respectivement 7 et 11 % de la surface totale mesurée.

III.2.1.2 - Les assemblages L-50

Comme pour les assemblages L-100, les pores réguliers sont les plus nombreux pour l'ensemble des teneurs en argile étudiées (annexe 2b ; figures VII.9a, b, c, d et e). Ainsi, 70 à 76, 17 à 23 et 7 à 10 % des pores dénombrés ont des facteurs de forme respectivement compris entre 1 et 2, 2 et 5 et supérieurs à 5.

Le nombre total des pores croît également avec la teneur en argile, il varie de 155 (L-50-5) à 329 (L-50-40). L'augmentation du nombre de pores avec la teneur en argile s'explique par la diminution du nombre de pores interconnectés en raison de l'augmentation de la proportion d'argile dans les assemblages, entraînant une diminution de pores de grande surface au profit de pores de petite surface.

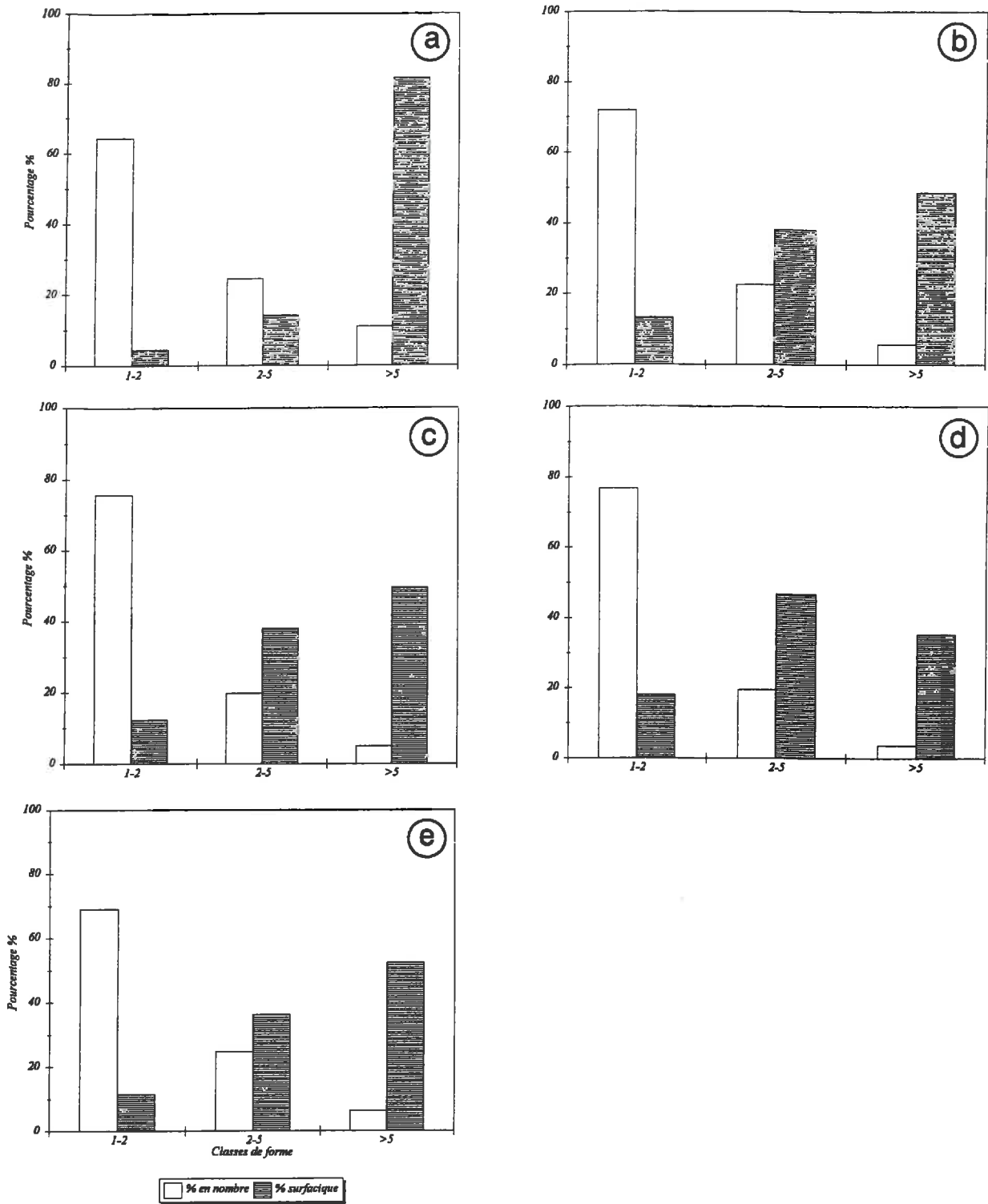


Figure VII.11 : Histogrammes des pourcentages en nombre et en surface en fonction des classes de facteurs de forme (a, b, c, d et e respectivement assemblages C-D-5, -10, -15, -20 et -40).

D'autre part, même si les pores réguliers proches de la forme circulaire sont les plus représentés, comme pour les assemblages L-100, la tendance est différente en terme de pourcentage surfacique : elle est inversée et ce sont les pores de forme allongée qui sont les plus nombreux excepté pour l'assemblage L-50-10.

III.2.2 - Les assemblages compacts

III.2.2.1 - Les assemblages C-ND

Dans le cas des assemblages C-ND, les pores réguliers sont les plus nombreux (facteurs de forme compris entre 1 et 2) (annexe 2c ; figures VII.10a, b, c, d et e). Les proportions des pores réguliers varient de 64 à 76 % sans relation avec la teneur en argile. Le nombre total des pores croît avec la teneur en argile, il est compris entre 195 (C-ND-5) et 398 (C-ND-40).

Pour les pourcentages surfaciques, la distribution suit celle du nombre des pores. Les pores de forme régulière, proche de la forme circulaire, sont les plus représentés (62 à 72 % des surfaces mesurées).

III.2.2.2 - Les assemblages C-D

Comme dans les cas précédents, le nombre de pores dénombrés ici est plus élevé pour les facteurs de forme compris entre 1 et 2 (annexe 2d ; figures VII.11a, b, c, d et e). Le nombre total des pores croît avec la teneur en argile, il est compris entre 143 (C-D-5) et 490 (C-D-40).

D'autre part, les pourcentages surfaciques présentent une distribution inverse de celle du nombre des pores. En général, les pores de forme allongée sont les plus représentés. Les pores, avec des facteurs de forme compris entre 2 et 5, correspondent à des pourcentages surfaciques faibles (C-D-5 avec 14 %) et moyens (C-D-10 et 15 avec 38 %). Enfin, les pores de forme régulière correspondent à des pourcentages surfaciques variant entre 4 et 18 %.

III.3 - Distribution de la porosité d'assemblage en fonction des diamètres équivalents

III.3.1 - Les assemblages lâches

Les assemblages lâches présentent une distribution de taille très large, elle s'étale entre des diamètres de 10 et 300 μm (figures VII.12a et b). Le diamètre modal est difficile à déterminer, néanmoins, il apparaît clairement que les pores de grande taille sont

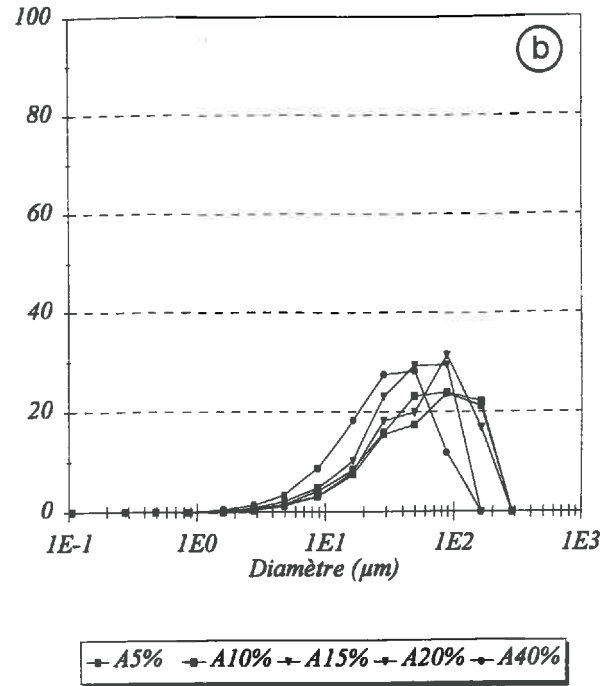
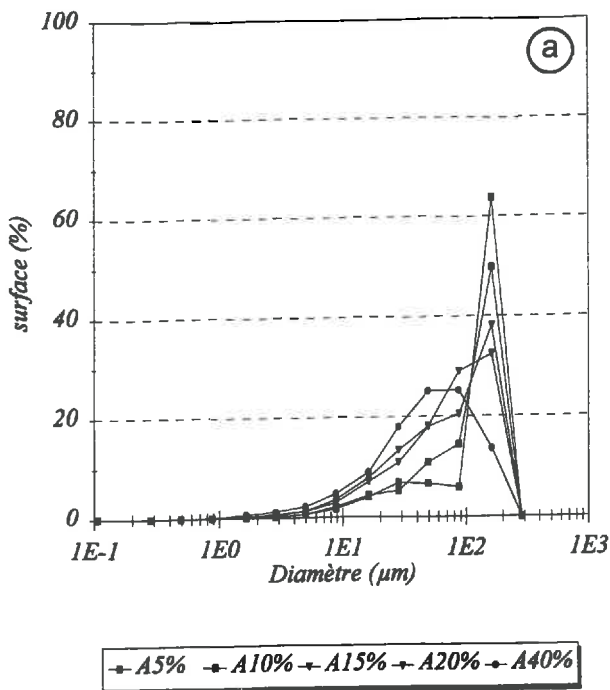


Figure VII.12 : Distribution de la taille des pores obtenue en analyse d'image en fonction du diamètre de pore équivalent (a: L-100, b : L-50).

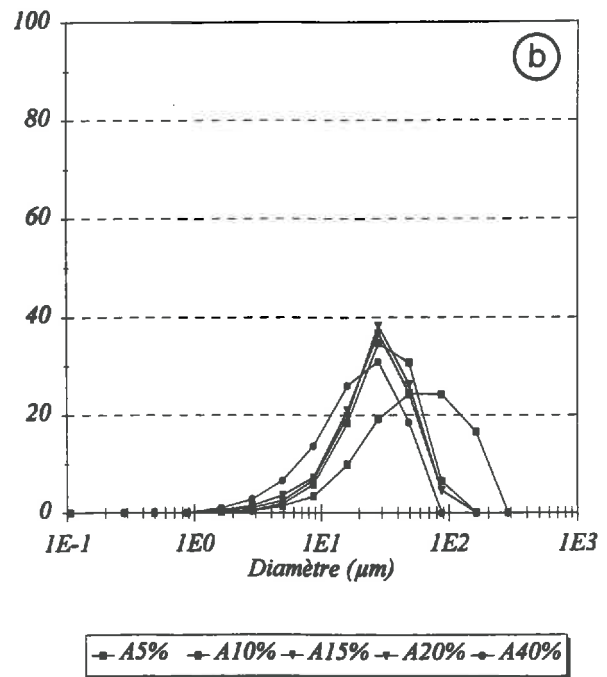
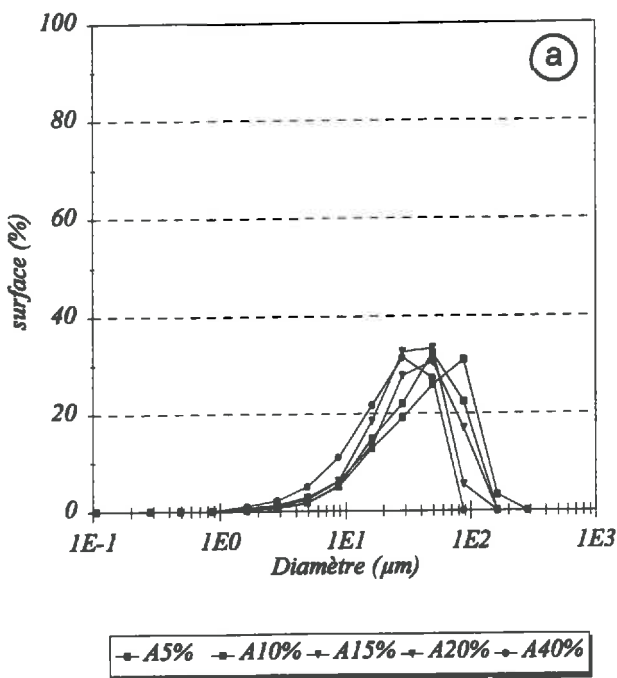


Figure VII.13 : Distribution de la taille des pores obtenue en analyse d'image en fonction du diamètre de pore équivalent (a: C-ND, b : C-D).

prépondérants, en raison de la forte connexion existant entre les pores. La distribution est très dissymétrique pour les assemblages L-100 alors qu'elle est symétrique pour les assemblages L-50. L'augmentation de la teneur en argile a pour conséquence une diminution de la taille moyenne des pores ; celle-ci est plus nette pour les assemblages L-100 que pour ceux de type L-50.

III.3.2 - Les assemblages compacts

Les assemblages compacts présentent des distributions de la taille des pores aussi étalées que dans le cas des assemblages lâches (entre 10 et 300 μm) (figures VII.13a et b). Cependant, nous pouvons plus facilement estimer le diamètre modal. Ainsi, l'assemblage C-ND-5 présente un diamètre modal à environ 90 μm ; pour les assemblages C-ND-10, 15 et 20, il est voisin de 50 μm et pour l'assemblage C-ND-40 il est de l'ordre de 30 μm (figure VII.13a).

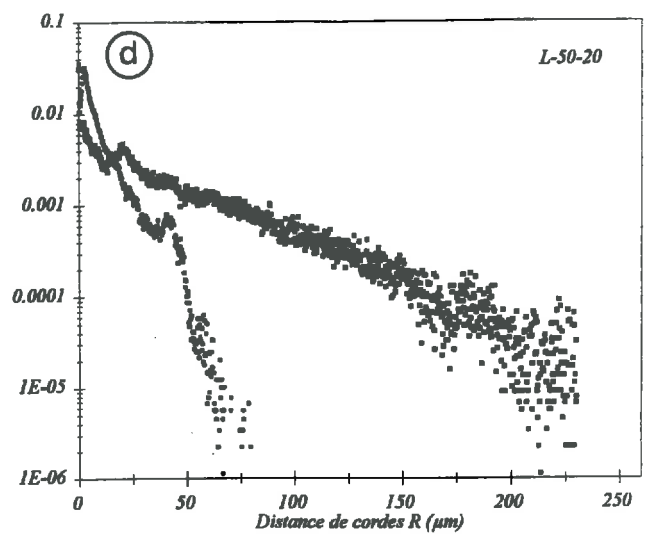
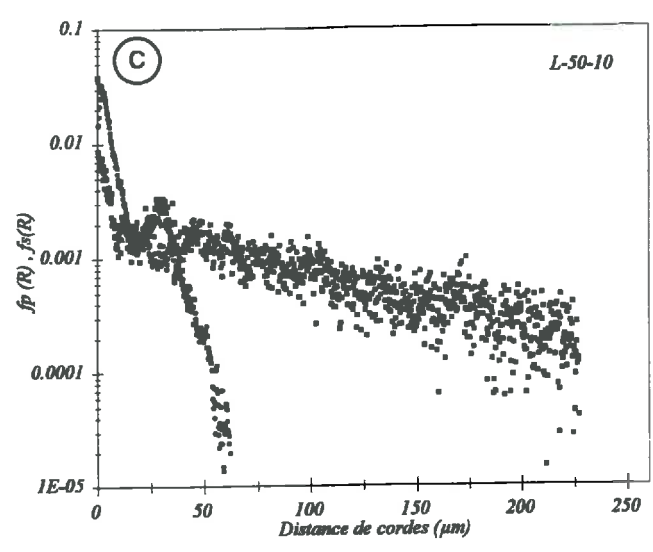
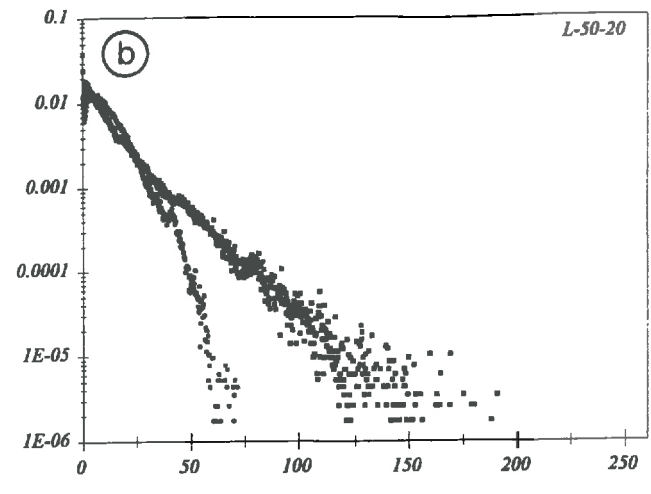
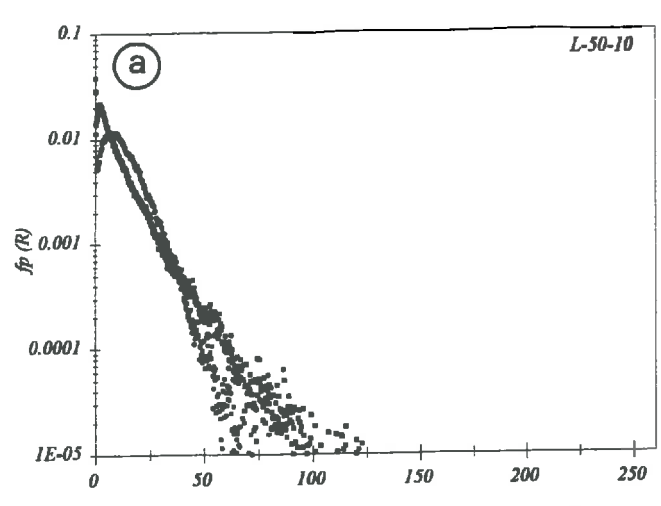
Dans le cas des assemblages C-D (figure VII.13.b), les courbes de distribution sont légèrement moins étalées que dans celui des assemblages C-ND et les diamètres modaux sont plus décalés vers les diamètres les plus faibles. Ainsi, pour l'assemblage C-D-5 le diamètre modal est voisin de 70 μm , alors qu'il est d'environ 30 μm pour tous les autres assemblages.

III.4 - Distribution des distances de cordes

III.4.1 - Les assemblages lâches

La distribution de cordes de solide des grains de limon augmente en général à faibles distances (figures VII.14a et b). Cette augmentation est attribuée à la forte angularité de ces grains. Pour les deux assemblages, nous observons l'apparition de deux pics nets : le premier étant voisin de 9 μm et le deuxième de 50 μm . La première valeur étant inférieure à la taille minimale des grains de limon, ce pic est probablement un artefact dû à la digitalisation. En revanche, le deuxième pic confirme la taille maximale des grains de limon. Cependant, il existe pour les deux assemblages des pics peu apparents qui se manifestent pour des valeurs voisines de 25, 30 et 35 μm . La taille des grains de limon étant comprise entre 10 et 50 μm , il ne semble pas invraisemblable que l'on retrouve des populations de grains dont la taille est effectivement proche de ces valeurs.

Les courbes de distribution de cordes de solide de l'argile montrent, dans tous les cas, que la distribution se termine par une forme exponentielle aux longues distances (figures VII.14c et d). Ces courbes mettent en évidence, par les pics observés, l'existence de deux populations d'argile de taille moyenne différente dans le cas de l'assemblage L-50-10 et de 3



• pore • solide

• pore • solide

Figure VII.14 : Fonction de la distribution des distances de corde des pores et du solide des assemblages L-50-10 et -20 (a et b : limons, c et d : argile).

populations dans le cas de l'assemblage L-50-20 : dans les deux cas, la première population se distingue par un pic apparaissant autour de $3\mu\text{m}$ et montrant qu'il existe des amas d'argile de faible taille et la seconde population par un pic autour de $39\mu\text{m}$ montrant la présence d'amas d'argile de taille plus grossière. La troisième population pour l'assemblage L-50-20 est révélée par la présence d'un pic vers $56\mu\text{m}$. Ce pic montre la formation d'amas d'argile de taille plus grande que la taille maximale des amas introduits au départ. Il semblerait donc que les amas de petite taille se soient liés aux amas les plus gros lors de la préparation des assemblages.

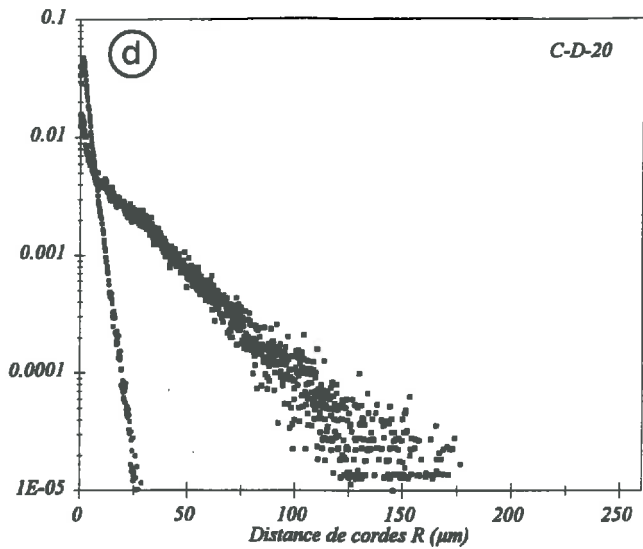
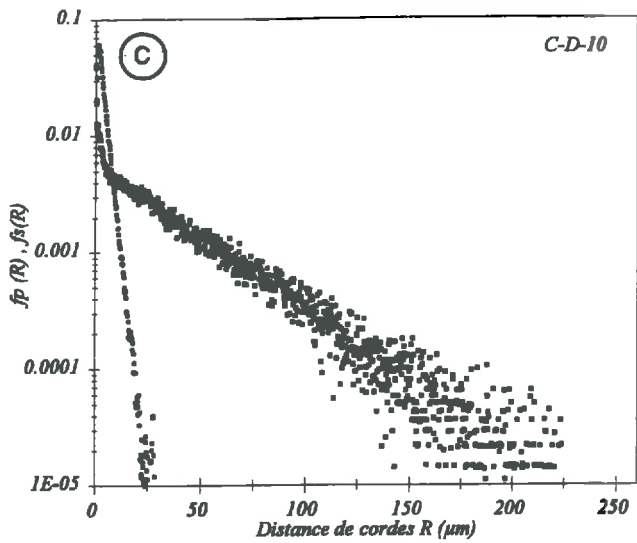
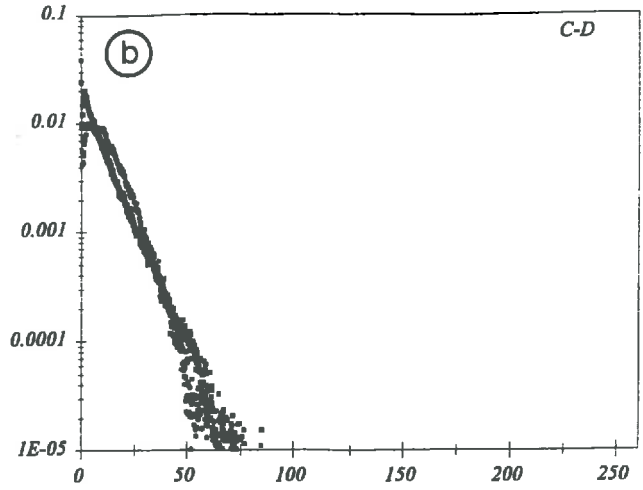
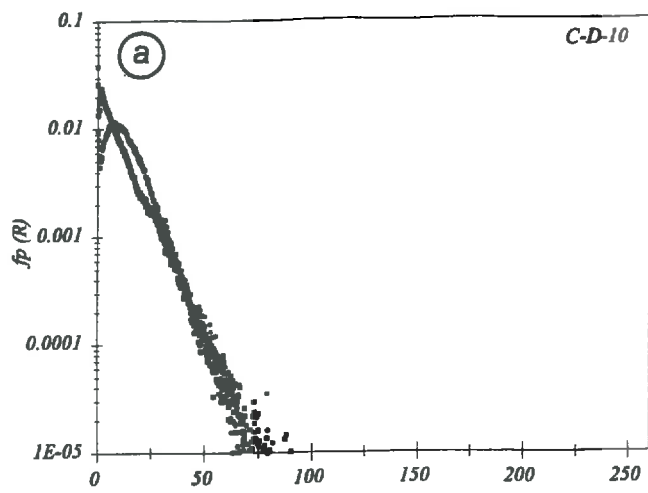
Les courbes de distribution des cordes de pores ménagés entre les grains de limon, sont bruitées, elles décroissent depuis l'origine avec une forme exponentielle et font apparaître la présence de pics : voisins de $49\mu\text{m}$ pour l'assemblage L-50-10 et de $5, 18$ et $79\mu\text{m}$ pour l'assemblage L-50-20. Pour ce dernier, les deux premiers pics sont dus à la présence de creux à la surface des plans de coupe des grains de limon, ceux ci se seraient formés lors du polissage des lames par arrachage de fragments à la surface des grains. Dans ce cas, les pores présenteraient une taille réelle voisine de $80\mu\text{m}$. Il est donc évident que l'augmentation de la teneur en argile contribue fortement à l'écartement des grains de limon. Cet écartement est d'autant plus important que la teneur en argile est élevée et serait dû au retrait de l'argile lors du séchage des assemblages.

III.4.2 - Les assemblages compacts

On obtient ici une distribution de corde des grains de limon voisine de celle obtenue dans le cas des assemblages lâches. Elle augmente en général à faibles distances (figures VII.15a et b). L'ordonnée à l'origine différent de zéro indique une forte angularité des grains de limon. Les pics observés ici confirment aussi la présence des grains de limons de taille maximale ($50\mu\text{m}$) ainsi que les tailles intermédiaires .

La courbe de distribution de cordes de l'argile pour l'assemblage C-D-10 croît pour atteindre un maximum apparent à $2\mu\text{m}$, ensuite, elle décroît de façon exponentielle aux longues distances (figure VII.15c). Pour l'assemblage C-D-20, elle décroît dès les faibles distances sous forme exponentielle avec l'apparition d'un pic très discret voisin ici aussi de $2\mu\text{m}$ (figure VII.15d).

De la même façon que pour les assemblages lâches, les courbes de distribution de pores ménagés entre les grains de limon font apparaître, dans les deux cas, la présence de deux pics voisins de $30\mu\text{m}$ et de $50\mu\text{m}$.



• pore • solide

• pore • solide

Figure VII.15 : Fonction de la distribution des distances de corde des pores et du solide des assemblages C-D-10 et -20 (a et b : limons, c et d : argile).

III.5 - Distances moyennes de cordes

III.5.1 - Les assemblages lâches

La distance de corde moyenne de pore (d.c.m.p.) ménagée entre les grains de limon des assemblages L-50-10 et 20, est respectivement de 10 et 14 μm et celle mesurée entre les amas d'argile est de 61 et 35 μm . Ces résultats montrent que l'assemblage des grains de limons est plus lâche dans le cas L-50-20 que dans celui de L-50-10. Ceci montre aussi que l'apport en argile dans la phase limoneuse contribue d'autant plus à l'écartement des grains que la teneur en argile est élevée. Les d.c.m.p. élevées dans les images où seule l'argile est prise en compte s'expliquent simplement par les faibles proportions d'argile dans les assemblages par rapport aux limons, d'où l'importance des espaces les séparant.

Les distances de corde moyenne de solide (d.c.m.s.) des limons et de la phase argileuse sont respectivement de 12 μm et 8 μm . Pour les limons, cette valeur est à rapprocher du diamètre modal (23 μm) mesuré lors de l'analyse granulométrique (chapitre III).

La d.c.m.p. mesurée en prenant en compte les deux phases solides (argile et limon) est inférieure à celle mesurée en considérant l'argile ou les limons seuls. Elle est sensiblement proche pour les deux assemblages : de 9 μm pour l'assemblage L-50-20 et de 8 μm pour l'assemblage L-50-10.

La d.c.m.s. des deux phases solides prises en même temps est la même pour les deux assemblages, elle est voisine de 16 μm . Cependant, cette valeur est supérieure à celle mesurée pour chacune des phases prises séparément.

III.5.2 - Les assemblages compacts

Contrairement aux assemblages lâches, les d.c.m.p., entre grains de limons pris tout seuls, pour les assemblages compacts C-D-10 et 20 sont très proches et inférieures à celles mesurées pour les assemblages lâches (respectivement 9,5 et 9,2 μm). En revanche, la d.c.m.p. mesurée pour l'espace entre les plages d'argile pour l'assemblage C-D-10 est supérieure (31,5 μm) à celle mesurée pour l'assemblage C-D-20 (20,3 μm). Ces valeurs sont toutes les deux inférieures à celles mesurées pour les assemblages lâches. Les deux phases solides, prises séparément, sont donc distribuées dans le plan à des distances plus grandes pour les assemblages lâches que pour les assemblages compacts.

Par ailleurs, de même que pour les assemblages lâches, les grains de limon présentent ici une d.c.m s voisine de 12 μm . En revanche, la d.c.m s. des plages d'argile est très inférieure à celle mesurée pour les assemblages lâches (3 μm) et ce pour les deux teneurs en argile étudiées.

En outre, la d.c.m.p. mesurée en tenant compte des deux phases solides (argile et limon) est de 7,3 μm pour l'assemblage C-D-10 et de 5,5 μm pour l'assemblage C-D-20. Cette distance est donc plus faible que celle mesurée en considérant l'argile ou les limons seuls et elle est d'autant plus faible que la teneur en argile est élevée.

La d.c.m.s. mesurée pour les deux phases solides prises en même temps est légèrement supérieure à celle mesurée pour les deux phases étudiées séparément, elle est voisine de 13 μm .

III.6 - Le volume étoile

Le volume étoile mesuré est de 3.10^5 et de $4.10^5 \mu\text{m}^3$ pour respectivement l'assemblage L-50-10 et L-50-20. Il est plus faible pour les assemblages compacts : $1,8.10^5$ et $1,6.10^5 \mu\text{m}^3$ pour respectivement C-D-10 et C-D-20. Le volume étoile mesuré pour l'assemblage L-50-20 est supérieur à celui mesuré pour l'assemblage L-50-10, contrairement aux résultats obtenus lors de la mesure des surfaces individuelles des pores à l'aide du logiciel Visilog. Ceci est a priori dû à la forte interconnexion des pores et à leur forme fortement digitée.

IV - CONCLUSION

L'étude de la porosité en analyse d'image a montré que les assemblages compacts présentent des porosités décroissantes avec l'augmentation de la teneur en argile. A l'inverse, les assemblages lâches présentent une porosité d'assemblage qui augmente (cas des assemblages L-100) ou qui ne varie pas (cas des assemblages L-50) pour les faibles teneurs (5 et 10 %). Pour des teneurs supérieures à 15 %, les porosités diminuent.

Les écarts types portés sur les tableaux VII.1.a, b et c, indiquent une faible variabilité au sein d'une lame. Nous pouvons donc considérer que les neuf images étudiées sont suffisantes pour analyser une lame et les moyennes obtenues sur ces images peuvent être considérées comme représentatives des caractéristiques porales des assemblages.

L'utilisation de filtres, pour éliminer les pores de petite taille au sein des plages de phase argileuse et les défauts sur les surfaces polies des limons, ne montre pas de variations

significatives. Néanmoins, le filtre $25 \mu\text{m}^2$ semble sous-estimer la porosité d'assemblage dans le cas des assemblages compacts et des assemblages lâches à 40 % d'argile. Ils peuvent présenter des pores de petite taille qui ne seront pas pris en compte en raison du filtrage.

Une deuxième approche de l'étude de la porosité en analyse d'image consiste à analyser les pores individuellement en fonction des facteurs de forme. Cette approche est envisagée de deux façons différentes : d'une part, l'étude de la distribution du nombre de pores et de leur surface en fonction des facteurs de forme et, d'autre part, l'étude de la distribution de la porosité totale en fonction des diamètres équivalents déterminés à partir des facteurs de forme.

L'analyse de la distribution du nombre de pores et de leur surface porale en fonction des facteurs de forme a montré que :

- le nombre total de pores dénombrés varie avec la teneur en argile et avec le mode d'assemblage. Ainsi, les assemblages présentent d'autant plus de pores qu'ils sont compacts ou qu'ils contiennent des teneurs en argile élevées. Ce résultat montre que la teneur en argile et le type d'assemblage jouent un rôle dans la connexion des pores. Les assemblages compacts et les assemblages à forte teneur en argile engendrent donc une organisation où les pores sont moins liés les uns aux autres. Par ailleurs, les pores les plus nombreux sont ceux avec un facteur de forme compris entre 1 et 2, c'est-à-dire une forme de pore régulière plus proche de la forme circulaire.

- en terme de pourcentages surfaciques, les distributions obtenues sont moins simples à interpréter, particulièrement pour les assemblages lâches. Néanmoins, il apparaît que les pores de forme régulière proche de la forme circulaire représentent les surfaces les plus élevées dans le cas des assemblages L-100 et C-ND. Dans le cas des assemblages L-50, les surfaces les plus représentées sont soit de forme allongée (L-50-15,20 et 40) soit de forme à la fois allongée et régulière : ces deux formes peuvent être majoritaires et en pourcentages de surface moyens presque égaux. Pour les assemblages C-D les pores présentant les surfaces les plus élevées par classe, sont de forme allongée.

L'étude de la distribution de la porosité en fonction des diamètres équivalents montre que les diamètres modaux sont de l'ordre de $100 \mu\text{m}$ pour les assemblages à faible teneur en argile et autour de $30 \mu\text{m}$ pour les assemblages à fortes teneurs. Ces valeurs sont plus ou moins petites selon que l'on passe des assemblages lâche aux assemblages compacts. Les courbes de distribution obtenues montrent une classe prépondérante de pores de 10 et $300 \mu\text{m}$ de diamètre. Cependant, en raison de la forte connexion des pores présents dans les assemblages lâches, on ne peut pas réellement définir un diamètre modal particulier. Ces

pores, souvent de très grande surface, montrent que l'utilisation des facteurs de forme a des limites.

Une troisième approche consiste à étudier les fonctions de distribution des distances de cordes. Cette technique permet de calculer une valeur moyenne du diamètre des pores et des constituants dans les assemblages, en plus des informations sur les types d'organisation structurale, et des caractéristiques morphologiques comme l'angularité et la courbure des constituants et des vides.

De façon générale, les résultats obtenus confirment la taille des grains de limons utilisés (10 à 50 μm), celle des amas d'argile dans le cas des assemblages lâches (<50 μm) et donne la taille moyenne de l'argile qui recouvre les grains de limon dans la cas des assemblages compacts ($\approx 3 \mu\text{m}$).

Dans le cas des assemblages lâches l'apport des amas d'argile conduit à un écartement des grains de limons d'autant plus important que la teneur en argile est élevée. Ceci se manifeste par des d.c.m.p, mesurées sur les grains de limon seuls, plus grandes. Cela explique l'augmentation des volumes de porosité mesurés pour les faibles teneurs en argile en porosimétrie au mercure et en analyse d'image pour ce type d'assemblage. En effet, il semblerait que l'augmentation de la teneur en argile dans les assemblages lâches écarte les grains de limon suite à l'effet de retrait qui se produit lors du séchage et conduit à des espaces poraux plus grands tant que la teneur en argile n'est pas suffisamment élevée pour conduire à une continuité de la phase solide.

Dans le cas des assemblages compacts, l'augmentation de la teneur en argile ne modifie pas les distances moyennes entre les grains de limons ($\approx 9 \mu\text{m}$). Par contre, on remarque que les distances entre les particules d'argile diminuent avec l'augmentation de la teneur en argile en raison de leur augmentation en nombre. Par ailleurs, même si le nombre de particules d'argile est plus élevé pour l'assemblage C-D-20, leur épaisseur ne semble nullement affectée. Il semblerait que l'argile conduit à un recouvrement plus important des grains de limon dans l'assemblage C-D-20 sans pour autant augmenter l'épaisseur du recouvrement.

QUATRIEME PARTIE

ETUDE DU COMPORTEMENT

ETUDE DU COMPORTEMENT HYDRIQUE

I - INTRODUCTION

L'étude du comportement hydrique des assemblages portera sur leurs propriétés de rétention en eau, en étudiant les quantités d'eau retenues à différentes valeurs de potentiel, et sur leur perméabilité à saturation, en étudiant les variations de la conductivité hydraulique.

II - METHODES

II.1 - Propriétés de rétention en eau

Les assemblages limon - argile fabriqués par les deux protocoles décrits dans le chapitre IV (humectation sous vide et dispersion de l'argile) ont été préparés sous forme de cylindre de 1 cm de hauteur et de 4,6 cm de diamètre à l'aide d'un anneau en PVC. Les échantillons ont été mis à l'équilibre à $pF = 1,5^1$ pendant trois jours. Ensuite, ils ont été retirés des anneaux et découpés en morceaux de taille centimétrique, avant d'être mis à l'équilibre avec des potentiels de -100 hPa ($pF = 2,0$) à 16000 hPa ($pF = 4,2$). Deux échantillons d'argile pure, l'un initialement sous la forme de poudre $< 50 \mu m$ (L-50) et l'autre sous forme de pâte préalablement dispersée aux ultrasons (C-D), comme pour les deux types d'assemblage L et C, ont ainsi été étudiés.

L'appareil utilisé, pour les potentiels supérieurs à -1000 hPa ($pF \leq 3$), est proche dans sa conception de celui mis au point par RICHARDS (1941). Entre -1000 et -16000 hPa ($3 < pF \leq 4,2$), nous avons utilisé des presses à membrane plus résistantes. Les échantillons sont placés sur une pâte de kaolinite ($< 2 \mu m$) obtenue par ressuyage à -100 hPa ($pF = 2$), permettant d'établir une continuité satisfaisante entre les échantillons et la membrane du dispositif (Tessier et Berrier, 1979 ; Bruand, 1985). L'équilibre est atteint après 4 jours.

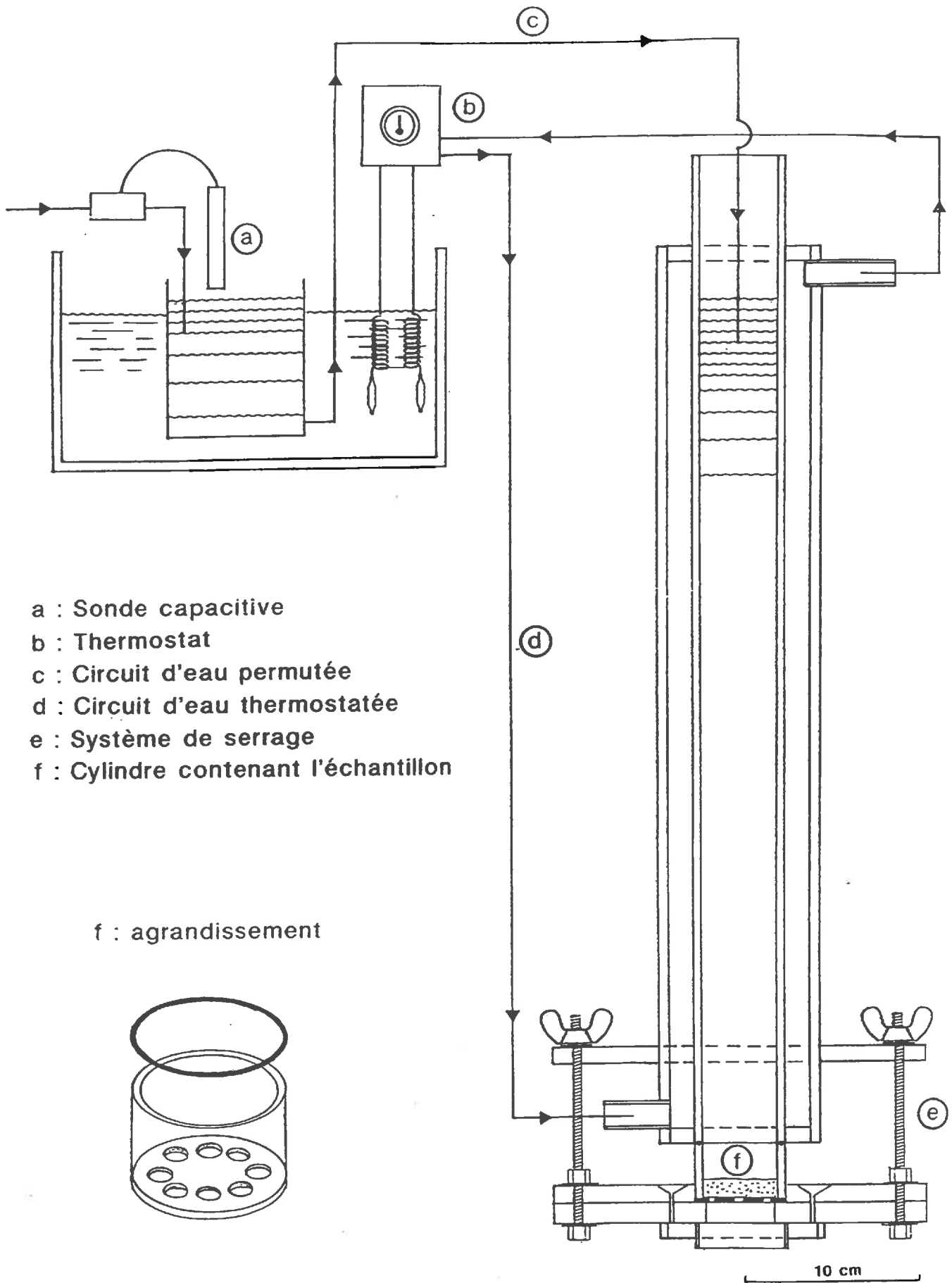
Pour $pF > 4,2$, les échantillons sont tout d'abord mis à l'équilibre pendant trois jours à $pF = 4,2$, puis transférés dans un dessiccateur contenant des solutions salines sursaturées ($ZnSO_4 \cdot 7H_2O$ pour $pF = 5,18$ et $KSCN$ pour $pF = 6,03$) (Tessier, 1978 ; Bruand, 1985). L'équilibre est atteint après 2 mois.

Pour chaque mesure, nous avons effectué 3 à 6 répétitions. La teneur en eau à un pF donné est calculée par rapport au poids de l'échantillon séché à 105 °C pendant 24 heures.

Pour $pF = 2 ; 2,5 ; 3 ; 3,5$ et $4,2$, nous avons fait le choix d'analyser les quatre types d'assemblage et deux teneurs en argile seulement, pour chaque type d'assemblage (10 et 20 %). Les échantillons analysés sont donc L-50-10 et -20, L-100-10 et -20, C-ND-10 et -20 et C-D-10 et -20.

Pour $pF = 5,18$ et $6,03$, sachant que le comportement des assemblages dépend beaucoup plus de la teneur en argile que du mode d'assemblage, nous n'avons fait les mesures que sur les assemblages L-50 et C-D et pour les teneurs en argile de 10 et 20 %.

¹ pF = logarithme décimal de la pression exprimée en centimètre d'eau.



- a : Sonde capacitive
- b : Thermostat
- c : Circuit d'eau permutée
- d : Circuit d'eau thermostatée
- e : Système de serrage
- f : Cylindre contenant l'échantillon

f : agrandissement

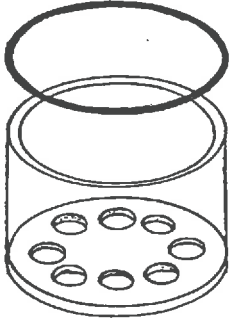


Figure VIII.1 : Dispositif de mesure de la conductivité hydraulique.

II.2 - Détermination de la conductivité hydraulique

L'expérience consiste à soumettre les échantillons à une charge hydraulique constante dans une colonne maintenue à une température de 20 °C et à mesurer le volume d'eau qui percole.

Le dispositif utilisé pour effectuer les mesures de conductivité hydraulique est présenté figure VIII.1 et possède les caractéristiques suivantes² :

- l'anneau de 4,6 cm de diamètre extérieur et de 5 cm de haut contenant l'échantillon ;
- une colonne de 50 cm de haut montée sur l'anneau. L'étanchéité du système est assurée par un joint torique et un système de serrage ;
- un réservoir d'eau thermostaté alimentant la colonne pour assurer une charge d'eau constante au dessus de l'échantillon ;
- une sonde capacitive, placée au dessus du réservoir d'eau, pour contrôler son niveau et permettre d'ouvrir ou de fermer le robinet d'arrivée d'eau ;
- un bûcher posé sur une balance pour recueillir et peser la quantité d'eau infiltrée. Le bûcher est couvert par un entonnoir pour limiter les risques d'évaporation de l'eau recueillie.

Les échantillons sont, préalablement à la mesure, mis à pF = 1 de façon à homogénéiser l'état initial. La température est maintenue constante durant toute la durée de la mesure grâce à la circulation d'eau à 20 °C autour de la colonne centrale à l'aide de laquelle est exercée la charge hydraulique de 50 cm. Les données ont été recueillies pendant 4 h et la quantité d'eau percolée a été mesurée au pas de temps de 15 min. Les mesures ont été effectuées pour des échantillons à 5, 10, 15, 20 et 40 % d'argile. Un échantillon de limon a également été analysé après avoir été humecté sous vide.

Le calcul de la conductivité hydraulique à saturation est fait à partir de la loi de Darcy :

$$K_s = (Q \times l) / (S \times h)$$

K_s = conductivité hydraulique en cm/s ;

Q = volume d'eau percolé en cm³/s ;

S = section de l'échantillon en cm² ;

h = charge hydraulique en cm ;

l = hauteur de l'échantillon en cm.

² Dispositif réalisé par P. Courtemanche (INRA ORLEANS)

Tableau VIII.1 : Moyenne de 6 mesures de la rétention en eau de l'argile exprimée en pourcentage d'humidité.

pF	L-50	C-D
2,0	94,3	90,6
2,5	79,6	82,6
3,0	67,8	73,1
3,5	51,8	56,4
4,2	36,2	41,5

Tableau VIII.2 : Moyenne de 6 mesures de la rétention en eau des assemblages limon - argile exprimée en pourcentage d'humidité.

Teneur en argile (%)	pF	Assemblages lâches		Assemblages compacts	
		L-100	L-50	C-ND	C-D
10	2,0	19,8	17,2	15,2	14,8
	2,5	14,0	16,0	14,0	12,4
	3,0	5,6	6,6	7,9	7,6
	3,5	4,1	4,0	3,7	4,9
	4,2	2,6	2,8	2,4	3,2
	5,18	nd	1,1	nd	1,2
	6,03	nd	0,4	nd	0,6
20	2,0	20,4	18,7	17,0	16,7
	2,5	18,6	17,1	15,9	14,4
	3,0	11,8	11,6	12,3	14,6
	3,5	7,4	7,6	7,6	9,8
	4,2	5,6	6,3	4,9	5,7
	5,18	nd	2,2	nd	2,5
	6,03	nd	1,0	nd	1,2

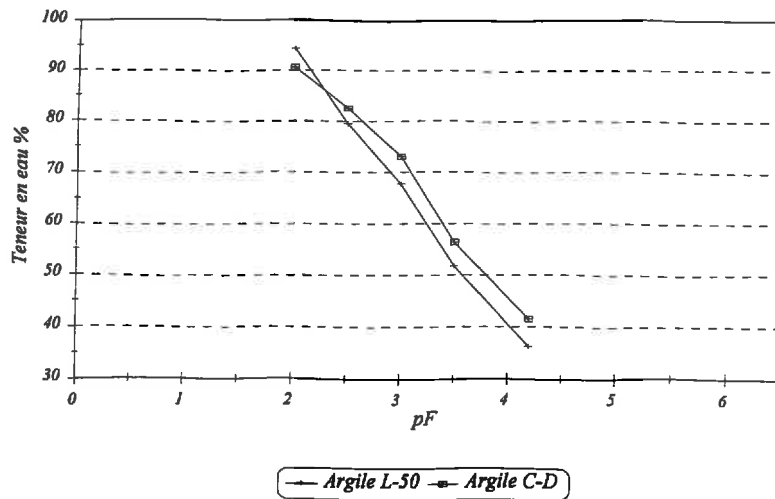


Figure VIII.2 : Variation de la teneur en eau de l'argile, fabriquée selon deux protocoles différents (L-50 et C-D), en fonction des pF appliqués.

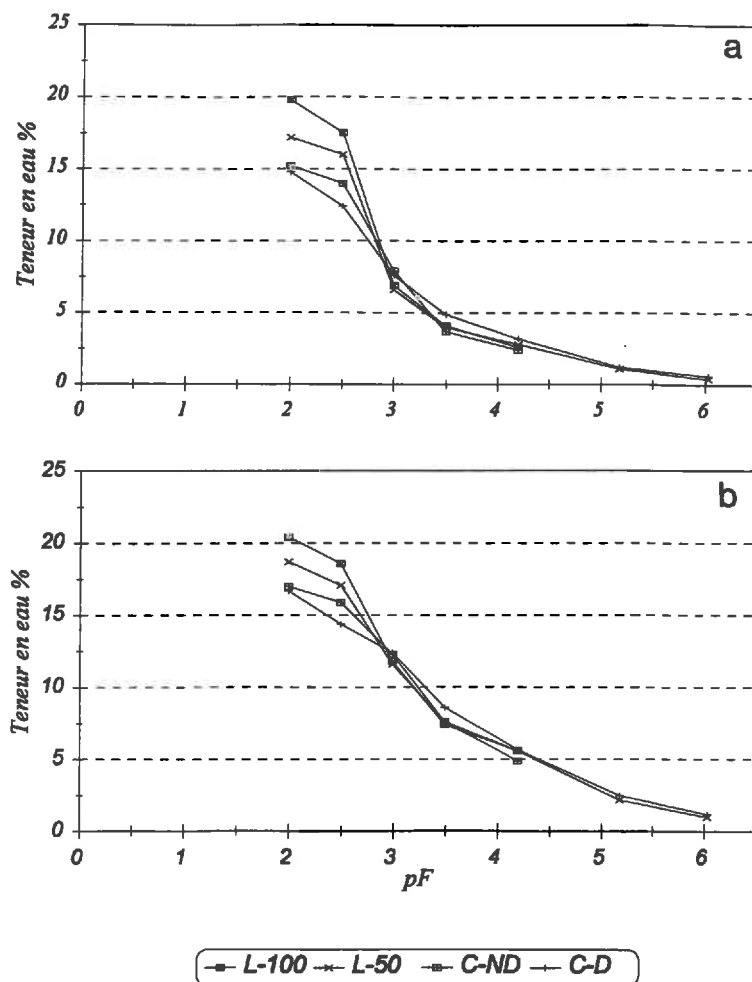


Figure VIII.3 : Variation de la teneur en eau des différents assemblages en fonction des pF appliqués.
 a : assemblages à 10 % d'argile
 b : assemblages à 20 % d'argile

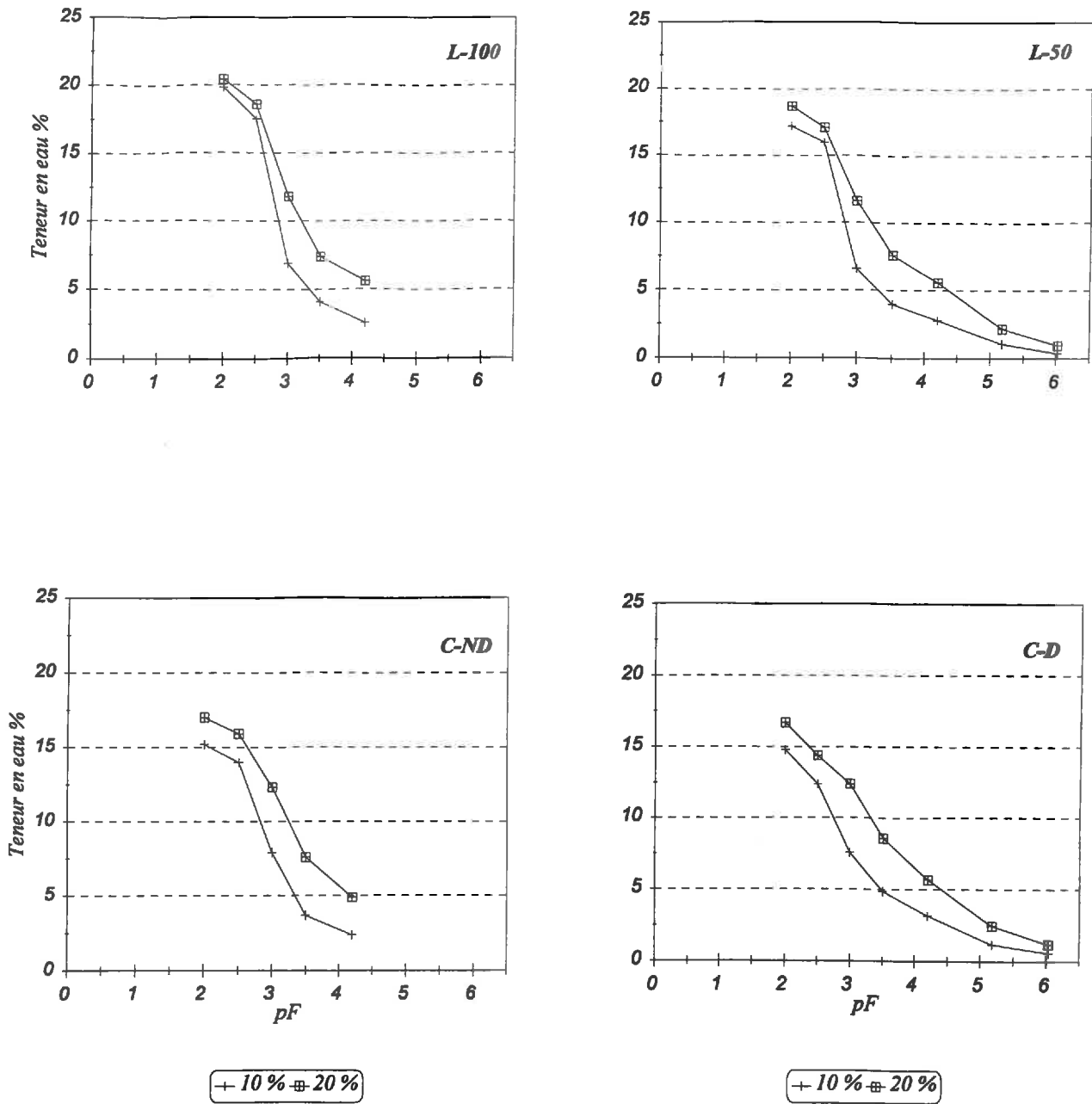


Figure VIII.4 : Variation de la teneur en eau des différents assemblages en fonction du mode d'assemblage, de la teneur en argile et des pF appliqués.

III - RESULTATS

III.1 - Propriétés de rétention en eau

Les résultats sont regroupés dans les tableaux VIII.1 et VIII.2. Les figures VIII.2 et VIII.3 présentent l'évolution des teneurs en eau en fonction de la valeur de pF, de la teneur en argile et du mode d'assemblage.

Dans le cas de l'argile pure et de $pF = 2,0$ à $pF = 4,2$, les teneurs en eau mesurées varient pour L-50 de 94 à 36 % et celles mesurées pour C-D de 91 à 42 % (tableau VIII.1). On remarque ainsi que mis à part à $pF = 2$, les teneurs en eau observées pour chaque valeur de pF sont plus élevées pour C-D que pour L-50 et la différence est d'autant plus importante que la succion est forte (figure VIII.2). En effet, pour les faibles succions ($pF = 2,0$ et $2,5$), l'écart calculé entre ces deux assemblages est de 4 %. Pour les succions plus élevées ($pF > 2,5$), cet écart s'agrandit pour atteindre 13 % à $pF = 4,2$.

Les différents assemblages limon - argile présentent à même teneur en argile des courbes proches excepté aux faibles valeurs de pF (figures VIII.3 et 4). A $pF = 2,0$ et $pF = 2,5$ et pour les mêmes teneurs en argile, la teneur en eau des assemblages décroît dans le sens L-100, L-50, C-ND, C-D. Aux valeurs de pF plus élevées, les différences sont beaucoup plus faibles. Cependant, il est intéressant de noter que pour $pF = 3,0$; $3,5$ et $4,0$; la teneur en eau des assemblages C-D est légèrement supérieure à celle des autres assemblages (tableau VIII.1 et figure VIII.3).

En revanche, pour une valeur de pF donnée, la différence de teneur en eau entre les deux teneurs en argile ne varie pas de façon simple (tableau VIII.2). En effet, pour les assemblages L-100 et -50 comme pour les assemblages C-ND et -D, la différence de teneur en eau entre les assemblages à 10 % et les assemblages à 20 %, croît de $pF = 2,5$ à $pF = 3,5$ ou 4 puis décroît jusqu'à $pF = 5,18$. A $pF = 5,18$ et $6,03$, la teneur en eau des assemblages à 20 % est le double de celle des assemblages à 10 % (tableau VIII.2 et figure VIII.4).

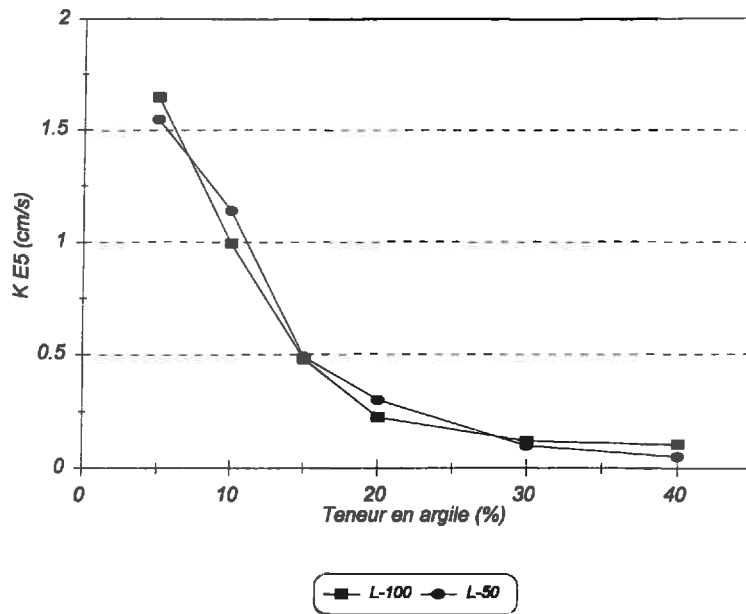


Figure VIII.5 : Variation de la conductivité hydraulique des assemblages lâches en fonction de la teneur en argile.

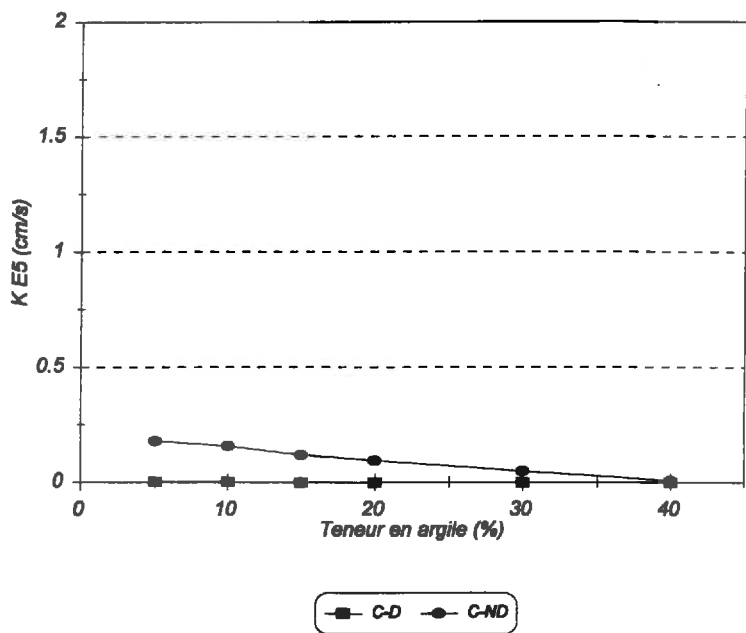


Figure VIII.6 : Variation de la conductivité hydraulique des assemblages compacts en fonction de la teneur en argile.

III.2 - Conductivité hydraulique

Les résultats des mesures de conductivité hydraulique sont regroupés dans le tableau VIII.3.

La conductivité hydraulique mesurée pour les grains de limon humectés sous vide, en absence d'argile est de $10,5 \cdot 10^{-5}$ cm/s. L'apport d'argile au sein de l'assemblage des grains de limon conduit à une diminution de la conductivité hydraulique (K_s) quel que soit le mode d'assemblage (figures VIII.5 et VIII.6). K_s est de l'ordre de 10^{-5} cm/s pour les assemblages lâches à faible teneur en argile (L-100-5 et -10 et L-50-5 et -10) et de l'ordre de 10^{-6} cm/s pour les assemblages L-100-15, -20 et -40 ; L-50-15 et -20 et C-ND-5, -10 et -15 voire de l'ordre 10^{-7} cm/s pour les assemblages L-50-40 ; C-ND-20 et -40 et C-D-5 et -10 ou nulles pour les assemblages C-D-15, -20 et -40.

Par ailleurs, il apparaît clairement que pour les mêmes teneurs en argile, les assemblages lâches présentent des conductivités hydrauliques beaucoup plus élevées que pour les assemblages compacts.

Tableau VIII.3 : Conductivité hydraulique en saturé ($K_s \cdot 10^5$ cm/s). Moyenne de deux répétitions.

Teneur en argile (%)	Assemblages lâches		Assemblages compacts	
	L-100	L-50	C-ND	C-D
0	10,50	10,50	10,50	10,50
5	1,65	1,55	0,18	0,004
10	1,00	1,14	0,16	0,004
15	0,48	0,49	0,12	0
20	0,225	0,30	0,094	0
40	0,106	0,051	0,009	0

IV - CONCLUSION

De l'étude des propriétés de rétention en eau, il ressort que la teneur en argile joue un rôle plus important que le mode d'assemblage. En effet, les assemblages contenant 20 % d'argile présentent une rétention en eau deux fois plus élevée que celle mesurée pour les assemblages contenant 10 % d'argile, particulièrement pour les $pF > 2,5$. En revanche, bien que des variations en fonction du mode d'assemblage soient enregistrées, celles-ci restent de moindre importance que celles engendrées par la différence de teneur en argile. En effet, en dehors des faibles pF ($pF = 2,0$ et $2,5$) et de la courbe correspondant à l'assemblage compact (C-D), les autres courbes obtenues sont confondues. Il apparaît, alors, que ce comportement est plus conditionné par la teneur en argile au sein des assemblages que par la façon dont elle est organisée par rapport aux limons.

Pour la conductivité hydraulique les variations de teneur en argile et de mode d'assemblage ont d'importantes conséquences. En effet, la conductivité hydraulique mesurée pour les assemblages lâches est au moins 100 fois plus élevée que celle mesurée pour les assemblages compacts. Les valeurs de conductivité hydraulique obtenues aux différentes teneurs en argile pour un même type d'assemblage, révèlent des variations moins élevées mais néanmoins importantes (par exemple on détermine, au maximum, un rapport de 30 entre la conductivité mesurée pour l'assemblage L-50-5 et l'assemblage L-50-40).

ETUDE DU COMPORTEMENT MECANIQUE

I - INTRODUCTION

L'étude du comportement mécanique portera sur la détermination de la résistance en traction, par des mesures en compression sur des échantillons cylindriques, et sur le comportement des assemblages lorsqu'ils sont soumis à des tests de désagrégation.

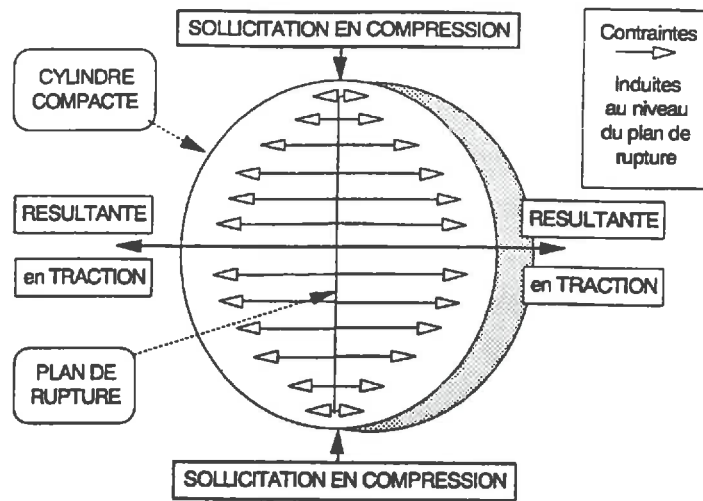


Figure IX.1 : Sollicitations externes et champs de contraintes internes induits provoquant la rupture d'échantillons cylindriques. (De Leon Gonzales, 1991)

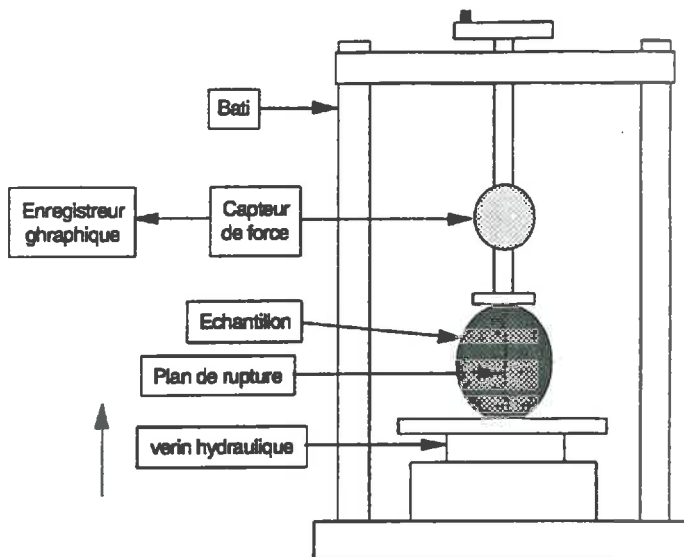


Figure IX.2 : Presse à compression simple pour échantillon cylindrique. (De Leon Gonzales, 1991)

II - METHODES

II.1 - Résistance en traction

Le principe du test consiste à soumettre un échantillon à deux charges diamétralement opposées et à mesurer la force qui conduit à la rupture. L'intensité des forces appliquées augmente progressivement au cours de la mise en charge, jusqu'à ce que l'intensité de la contrainte en traction atteigne celle de la résistance en traction. L'échantillon se rompt alors selon le plan diamétral passant par le plan d'application des charges (figure IX.1). La résistance en traction (Pa) est déterminée à partir de la force maximum à la rupture suivant l'expression (Guérif, 1990) :

$$T = 2F / (\pi dh)$$

où F est la force maximale à la rupture (N) et d et h sont respectivement le diamètre et l'épaisseur du cylindre (m).

Des assemblages L-50 et C-D sont préparés selon les protocoles décrits (chapitre IV) sous la forme de cylindres d'environ 1 cm de haut et de 2,5 cm de diamètre. Les assemblages une fois préparés ont été mis à l'équilibre à $pF = 3$ pendant 3 jours puis séchés sous silicagel dans des dessiccateurs jusqu'à atteindre un poids constant. Ensuite, ils ont été portés à une température de 105 °C. On admet ici que ces échantillons sont continus, isotropes et homogènes, et qu'ils ont un comportement élastique jusqu'au moment de la rupture. En général, on considère que ces hypothèses sont satisfaites lorsque notamment l'humidité de l'échantillon est telle que la déformation avant rupture reste faible (Guérif, 1988a).

L'appareil utilisé comprend (figure IX.2) :

- un capteur de force permettant la mesure de la force maximale à la rupture et d'une étendue de mesure de 0 à 50 daN ou de 0 à 100 daN selon la nature des assemblages considérés (lâches ou compacts) ;
- un enregistreur graphique qui permet de suivre la variation de la force appliquée ;
- un piston (vérin) hydraulique permettant le déplacement de l'échantillon et sa mise en charge ;
- une vis manuelle permettant de fixer l'échantillon entre le capteur de force et le piston hydraulique avant le début de la mesure.

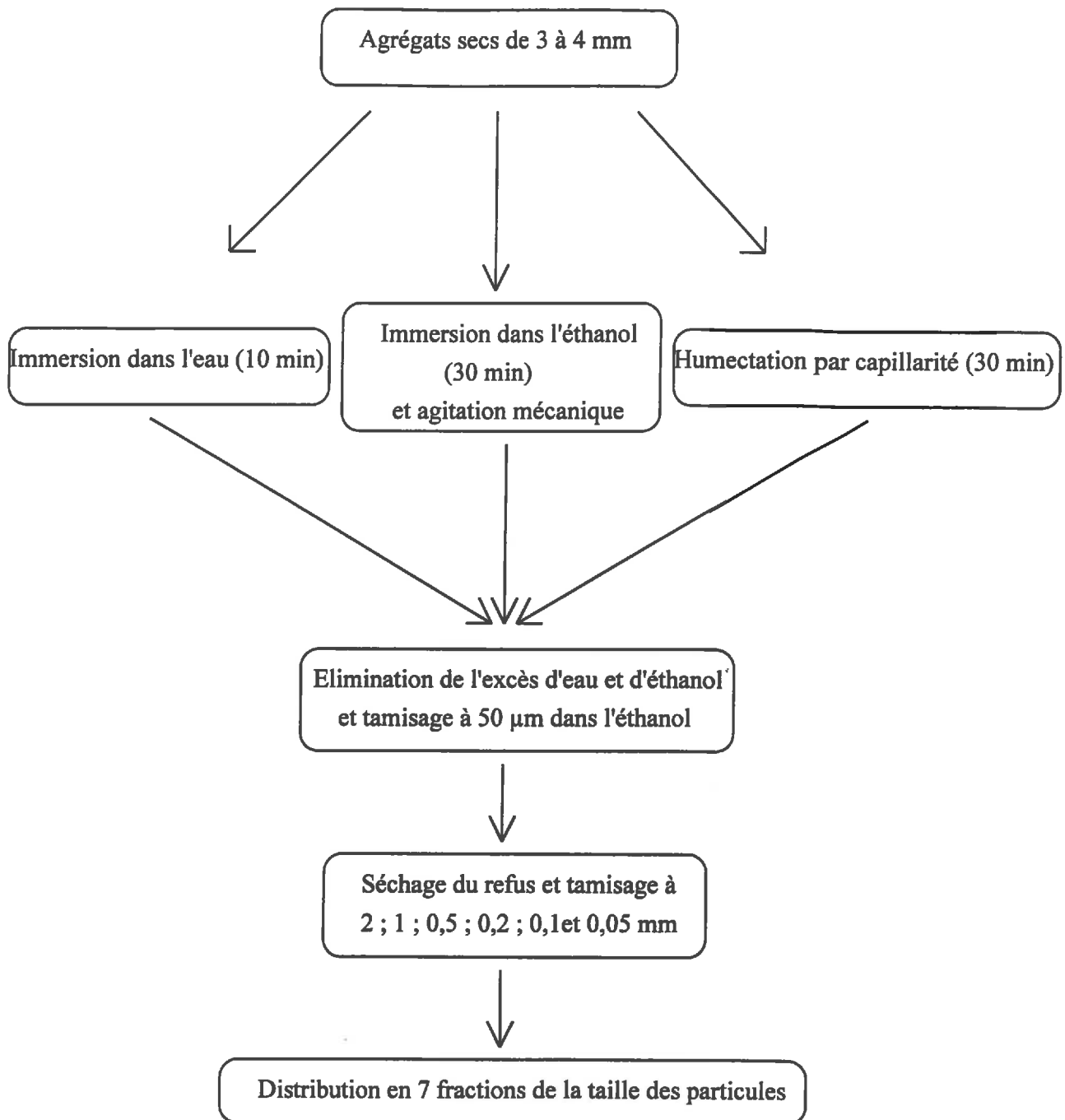


Figure IX.3 : Schéma récapitulatif des tests de stabilité structurale proposés par Le Bissonnais (1988)

II.2 - Stabilité structurale

La stabilité structurale des sols est généralement évaluée à partir de tests pratiqués au laboratoire (Hénin et Monnier, 1956 ; Le Bissonnais, 1988 ; Bartoli et al., 1988 et 1992).

La méthode utilisée ici est celle proposée par Le Bissonnais (1988) et Le Bissonnais et Le Souder (1995). Elle permet d'évaluer le comportement des fragments communément dénommés "agrégats" (prise d'essai de 5 g) calibrés de 3 à 4 mm et séchés à 40 °C, dans différentes conditions de mise en contact avec l'eau. Elle est réalisée à l'aide de 3 tests (figure IX.3) :

- le premier test consiste à immerger brutalement les agrégats dans 50 ml d'eau et à les laisser en contact avec cette eau pendant 10 min (observation visuelle de l'éclatement des agrégats). Ensuite, l'excès d'eau est évacué par pipetage et le produit de la désagrégation est recueilli ;

- dans le deuxième test, les agrégats sont mis dans un bêcher et recouverts de 50 ml d'éthanol, afin de chasser l'air contenu dans les pores en les saturant par cet alcool pendant 30 min. Ensuite, les agrégats ainsi saturés sont transférés dans un erlenmeyer contenant 200 ml d'éthanol où ils sont agités manuellement. Les agrégats sont ensuite laissés dans l'erlenmeyer un laps de temps suffisant pour avoir une bonne décantation (observation visuelle) et pouvoir ainsi recueillir le produit de la désagrégation ;

- Le troisième test consiste à humecter, lentement et de façon progressive par capillarité, les agrégats placés sur un papier filtre de type "kleenex" posé sur un tissu éponge en contact avec de l'eau située quelques cm plus bas, pendant 30 min.

Le produit de la désagrégation recueilli à l'issue de chacun de ces trois tests, est transféré sur un tamis de 50 μm et immergé dans l'éthanol. Il est ensuite tamisé à l'aide de l'appareil de Hénin, en appliquant cinq fois un mouvement hélicoïdal au tamis immergé dans l'éthanol, de façon à séparer la fraction $> 50 \mu\text{m}$. L'objectif ici est de fixer l'état de désagrégation atteint au cours des différents tests tout en évitant toute désagrégation supplémentaire.

La fraction $> 50 \mu\text{m}$ est séchée à l'étuve à 105 °C jusqu'à poids constant, puis tamisée à sec à 2000, 1000, 500, 200, 100 et 50 μm . On obtient ainsi une distribution en 7 classes de la taille (0-50, 50-100, 100-200, 200-500, 500-1000, 1000-2000 et $> 2000 \mu\text{m}$). Cinq répétitions

ont été effectuées pour chaque test et nous avons fait le choix, dans ce cas, d'analyser les différents types d'assemblage aux deux teneurs en argile de 10 % et 20 %.

Pour une description précise et une analyse fine des résultats, on a cherché à décrire la distribution de la taille des particules résultantes (DTPR) (Le Bissonnais, 1988 et 1989), et le diamètre moyen pondéral des particules résiduelles (MWD : mean weight diameter) qui en découle (Haynes, 1993 ; Le Bissonnais et Le Souder, 1995). Nous avons donc calculé pour chaque classe le pourcentage pondéral et pour chaque test le diamètre moyen des fragments résiduels (assemblages ou particules élémentaires). Chaque résultat peut donc être représenté sous la forme d'un histogramme.

III - RESULTATS

III.1 - Résistance en traction

Des résultats présentés dans le tableau IX.1, il ressort que les assemblages lâches (L-50-10 et -20) présentent des résistances en traction très proches (84 et 91 kPa) et plus faibles que celles mesurées pour les assemblages compacts (109 et 159 kPa). Pour les mêmes teneurs en argile de 10 et 20 %, on enregistre un accroissement de respectivement 23 % et 43 % de la résistance en traction lorsque l'on passe d'un assemblage lâche à un assemblage compact. Il apparaît alors clairement que le mode d'assemblage influence ainsi la résistance en traction, puisque l'accroissement de 10 à 20 % entraîne une variation de 8 % pour l'assemblage lâche et de 31 % pour l'assemblage compact.

Tableau IX.1 : Variation de la résistance en traction (T en kPa) en fonction de la teneur en argile et du mode d'assemblage (moyenne et écart type obtenus sur une dizaine de mesures).

Assemblages	T (kPa)	écart type
L-50-10	84,41	3,75
L-50-20	90,69	2,58
C-D-10	109,23	3,98
C-D-20	159,39	4,68

III.2 - Stabilité structurale

Les différents résultats obtenus sont regroupés dans les tableaux IX.2 et 3 et illustrés par les figures IX.4a, b, c, d, e et f et IX.5a et b. Les comparaisons ont été réalisées, en un premier temps, à l'aide des DTPR et, dans un second temps, à l'aide des MWD.

III.2.1 - Analyse de la distribution de la taille des particules résiduelles (DTPR)

En règle générale, nous remarquons que l'immersion des agrégats dans l'eau conduit à une désagrégation très importante de tous les assemblages et il ne semble pas y avoir de différence notable en fonction de la teneur en argile. Cependant, il apparaît que les assemblages les plus affectés par ce test sont les assemblages lâches L-100 et L-50 (figures IX.4a et b). En effet, dans ce cas, plus de 70 % des particules individuelles ont un diamètre inférieur à 50 μm , alors que le reste des particules se répartit dans les classes 500-200, 200-100 et 100-50 μm et on ne retrouve pas de particules de taille supérieure à 500 μm . En revanche, les assemblages compacts, bien qu'ayant été fortement désagrégés, présentent une DTPR différente. Elle se répartit de façon presque égale entre les 4 dernières classes 500-200, 200-100, 100-50 et < 50.

L'agitation manuelle dans l'éthanol conduit à des résultats très différents des précédents. Pour les assemblages L-100 et -50 et quelle que soit la teneur en argile, la classe la plus représentée est celle < 50 μm . Pour les assemblages compacts, la classe la plus représentée est, en revanche, la classe > 2 mm. Ainsi, on retrouve plus de 80 % des particules dans la classe > 2 mm pour les assemblages compacts et plus de 50 % des particules dans la classe < 50 μm , pour les assemblages lâches. Les autres classes étant très peu représentées (moins de 10 %) (figure IX.4c et d).

La réhumectation des agrégats pendant 30 min conduit à une DTPR différente de celle obtenue par le deuxième test mais, en revanche, assez proche de celle obtenue par le premier, particulièrement, pour les assemblages à 10 % d'argile (tableau IX.2 et figures IX.4e et f). En effet, pour ces derniers, on observe une forte désagrégation qui conduit à une distribution des particules dans les classes de taille les plus petites (1000-500, 500-200, 200-100 et 100-50 et < 50 μm). La classe la plus représentée étant la dernière avec plus de 65 %. Pour les assemblages compacts, la distribution est plus étalée avec, cependant, deux classes représentant les proportions les plus élevées : la classe 500-200 μm avec environ 40 % du total des particules et la classe < 50 μm avec 20 à 24 % de particules résiduelles. Pour les

Tableau IX.2 : Résultats des tests de stabilité structurale, pour les assemblages à 10 % d'argile, exprimés en % de particules résiduelles par classe de taille et en diamètre moyen pondéral des particules résiduelles (MWD en mm).

classe (mm)	L-100-10			L-50-10			C-ND-10			C-D-10		
	DTPR (%)			DTPR (%)			DTPR (%)			DTPR (%)		
	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3
>2	0,0	12,2	0,0	0,0	11,8	0,0	0,0	85,1	0,0	0,0	86,2	0,0
1-2	0,0	2,9	0,0	0,0	4,4	0,0	0,0	1,9	0,0	0,0	2,0	0,2
1-0,5	0,0	2,2	0,1	0,1	2,9	0,0	0,1	0,7	0,5	0,1	0,7	3,9
0,5-0,2	0,2	4,0	2,3	0,1	5,6	3,5	10,9	0,6	34,5	25,9	0,3	41,5
0,2-0,1	2,9	5,9	8,6	3,6	9,5	10,3	26,2	1,0	24,6	27,0	0,1	19,3
0,1-0,05	22,2	17,8	21,5	23,5	20,5	21,3	31,2	2,1	19,6	22,7	1,0	15,9
<0,05	75,4	55,1	67,6	72,7	45,4	65,0	31,5	8,6	20,8	24,3	9,7	19,4
MWD(mm)	0,04	0,42	0,06	0,04	0,44	0,06	0,11	2,17	0,18	0,16	2,19	0,22

Tableau IX.2 : Résultats des tests de stabilité structurale, pour les assemblages à 20 % d'argile, exprimés en % de particules résiduelles par classe de taille et en diamètre moyen pondéral des particules résiduelles (MWD en mm).

classe (mm)	L-100-20			L-50-20			C-ND-20			C-D-20		
	DTPR (%)			DTPR (%)			DTPR (%)			DTPR (%)		
	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3
>2	0,0	3,1	0,0	0,0	48,1	0,0	0,0	89,6	0,0	1,1	88,1	26,3
1-2	0,0	2,5	0,0	0,0	3,7	0,0	0,0	1,2	0,2	1,6	2,1	11,1
1-0,5	0,0	2,7	0,0	0,0	1,7	0,0	0,1	0,3	6,4	2,4	0,8	14,9
0,5-0,2	0,2	7,5	1,9	0,1	1,0	3,4	28,0	0,1	37,4	31,5	0,3	18,2
0,2-0,1	1,9	14,8	11,8	1,4	1,4	11,4	26,5	0,1	17,6	24,7	0,2	7,9
0,1-0,05	28,6	26,5	27,4	24,2	6,6	25,7	19,9	0,4	14,8	18,8	1,0	7,8
<0,05	69,4	42,9	58,8	74,3	37,6	59,5	25,6	8,3	23,7	20,0	7,6	13,9
MWD (mm)	0,04	0,22	0,06	0,04	1,29	0,06	0,16	2,26	0,23	0,24	2,24	1,02

1 : immersion dans l'eau, 2 : agitation mécanique, 3 : humectation par capillarité à pression atmosphérique

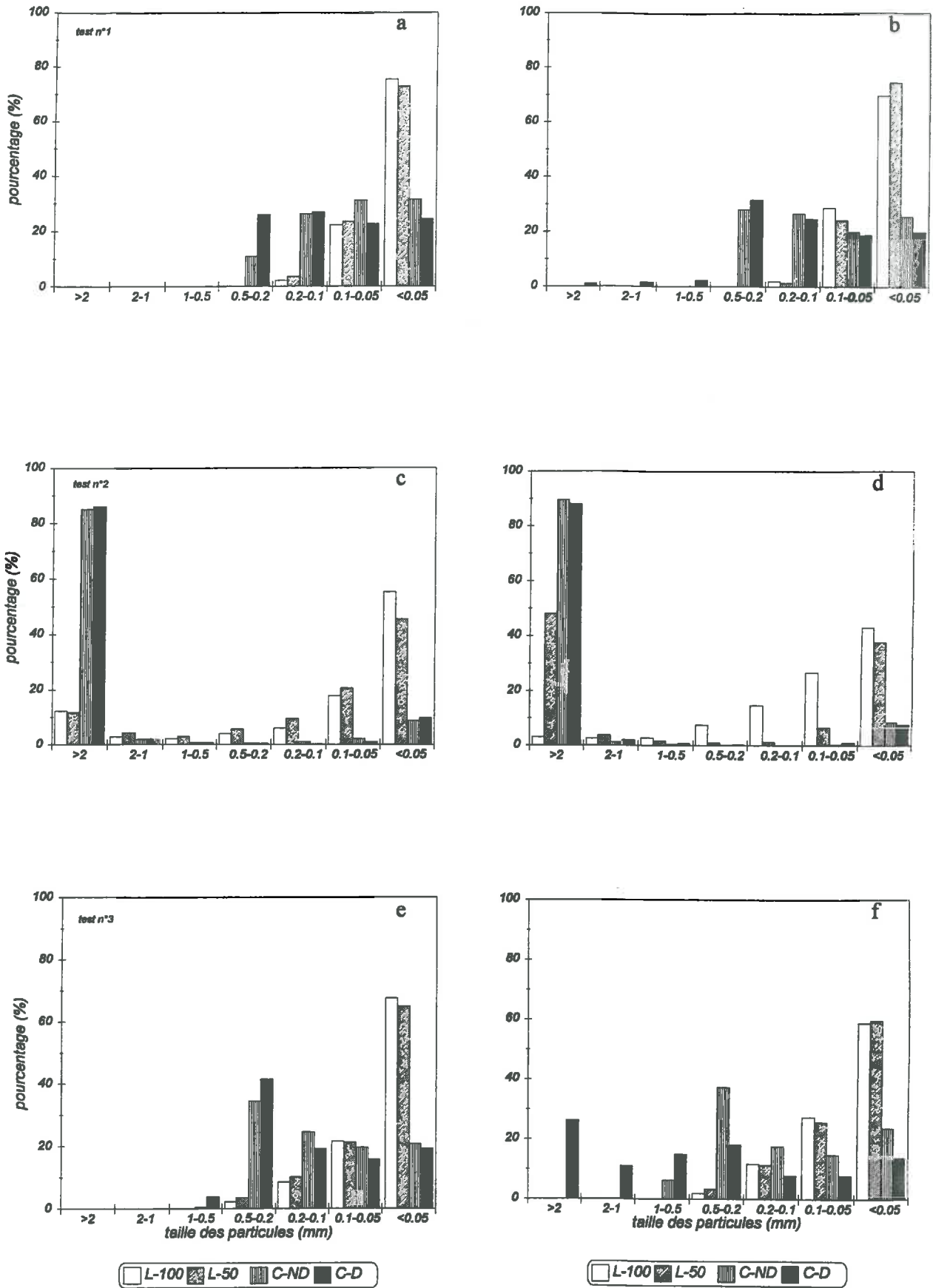


Figure IX.4 : Distribution de la taille des particules résiduelles obtenue après les différents tests et pour chaque type d'assemblage.
 a, c et e : assemblages à 10 % d'argile
 b, d et f : assemblages à 20 % d'argile

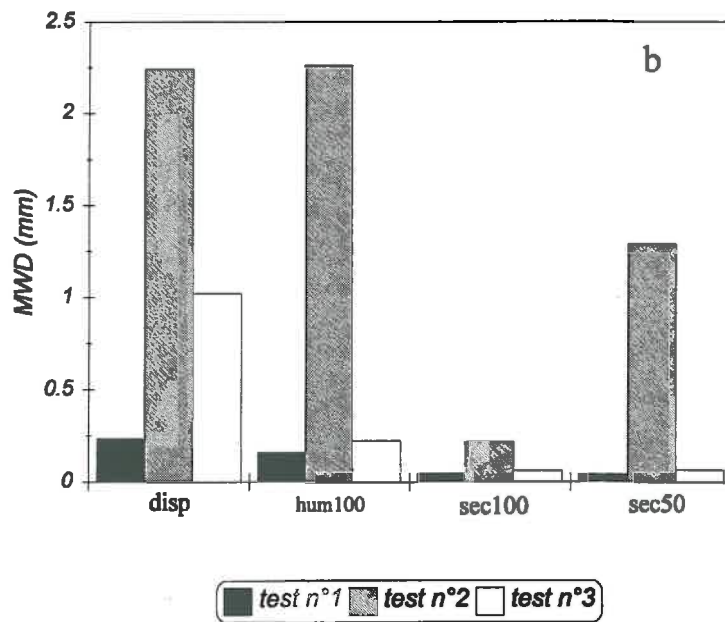
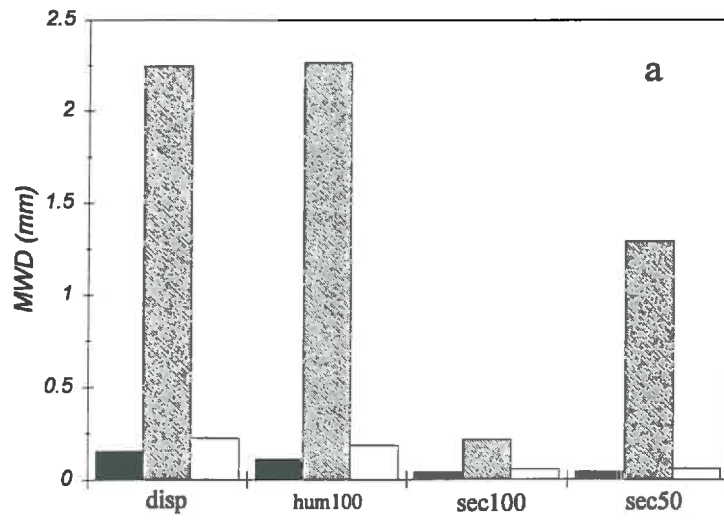


Figure IX.5 : Diamètre moyen des particules résiduelles (MWD) après chaque traitement et pour chaque type d'assemblage.
 a : assemblage à 10 % d'argile
 b : assemblage à 20 % d'argile

assemblages à 20 % d'argile, la désagrégation est très importante pour les assemblages lâches (environ 60 % des particules dans la classe $< 50 \mu\text{m}$) (tableau IX.3). Quant aux assemblages compacts, il apparaît une différence entre les assemblages C-ND et les assemblages C-D. Les assemblages C-ND sont fortement désagrégés avec une classe modale de 500 à 200 μm (35 % des particules), le reste étant réparti entre les classes les plus petites. Les assemblages C-D présentent une distribution plus étalée avec deux classes majoritaires : la classe 500-200 μm avec 18 % des particules résiduelles et la classe $> 2 \text{ mm}$ avec 26 % des particules résiduelles (tableau IX.3).

III.2.2 - Diamètre moyen pondéral des particules résiduelles

La comparaison des diamètres moyens des particules résiduelles après chaque test indique que la stabilité des assemblages analysés est classée dans l'ordre suivant : L-100 < L-50 \ll C-ND < C-D (figure IX.5a et b). En effet, les plus faibles MWD sont enregistrées pour les assemblages lâches, quelle que soit la teneur en argile (tableau IX.2 et 3).

De façon générale, les MWD calculés sont plus élevés pour les assemblages à 20 % (tableau IX.3) que pour les assemblages à 10 % (tableau IX.2). Cependant, on n'observe pas de différence notable en fonction de la teneur en argile dans le cas des assemblages lâches pour les tests d'immersion dans l'eau et d'humectation par capillarité tant ces tests sont destructifs (L-100-10 et -20 et L-50-10 et -20 : 40 à 60 μm ; C-ND-10 et -20 et C-D-10 et -20 : 100 à 250 μm).

IV - CONCLUSION

De l'étude des résistances en traction, il apparaît que les assemblages lâches (L-50-10 et -20) présentent des résistances allant de 84 à 91 kPa. La teneur en argile n'influence donc pas ou peu le comportement mécanique de ce type d'assemblage. En revanche, les assemblages compacts développent une résistance en traction plus élevée que celle enregistrée pour les assemblages lâches et évoluant en fonction de la teneur en argile (C-D-10 : 109 kPa et C-D-20 : 159 kPa). Il semblerait donc, que contrairement à la teneur en argile, le mode d'assemblage affecte fortement le comportement des échantillons en traction.

La quantité et la dimension des particules produites indiquent que l'immersion dans l'eau et l'humectation par capillarité entraînent une désagrégation presque complète des agrégats de 3-4 mm qui sont étudiés. Cette désagrégation conduit à une individualisation des particules de taille très petite, en général inférieure à 50 μm , mais dont le calibre moyen

augmente avec la teneur en argile et la compacité de l'assemblage (Figures IX.5a et b). Cependant, il apparaît que les assemblages les plus affectés par ces tests sont les assemblages lâches L-100 et L-50. Les particules résiduelles recueillies sont pour leur majorité (60 à 75 %) de diamètre $< 50 \mu\text{m}$.

En revanche, l'agitation mécanique dans l'éthanol des agrégats conduit à des résultats très différents, du point de vue de la taille des particules mobilisées. Ce test étant plus doux que les précédents, sans intervention des phénomènes d'éclatement, on observe une tendance globale qui correspond à une diminution des classes les plus fines au profit des classes supérieures. Ainsi, les particules résiduelles se trouvent à hauteur de plus de 80 % dans la classe $> 2 \text{ mm}$ et moins de 10 % dans la classe $< 50 \mu\text{m}$, pour les assemblages compacts. Pour les assemblages lâches, les particules résiduelles se répartissent entre les différentes classes avec, cependant, 40 à 50 % de particules dans la classe $< 50 \mu\text{m}$.

CINQUIEME PARTIE

DISCUSSION GENERALE

L'étude du comportement hydrique et mécanique des assemblages a révélé des différences importantes entre eux. Ces différences peuvent aussi bien être liées à la teneur en argile qu'au mode d'assemblage argile-limon. Pour pouvoir discuter ces différences, nous allons nous appuyer sur les résultats de l'étude du mode d'assemblage des phases argileuse et squelette au sein des différents assemblages.

X.1 - ETUDE DE L'ORGANISATION DES ASSEMBLAGES

Lors de la description micromorphologique des assemblages, nous avons mis en évidence d'importantes différences entre les assemblages lâches et les assemblages compacts. Il est apparu clairement qu'à teneur en argile égale, les assemblages limon-argile sont très différents selon le protocole utilisé pour leur fabrication.

X.1.1 - Les assemblages lâches

Les observations réalisées sur les assemblages L-100 et L-50 n'ont révélé aucune différence apparente en dehors de la différence de taille des amas d'argile. En effet, la taille des amas d'argile utilisés dans les assemblages L-100 sont de taille plus grande que ceux utilisés dans les assemblages L-50. Les courbes de distribution de taille des amas d'argile réalisées à l'état sec ont en effet montré que les amas d'argile L-100 présentent une classe de taille d'amas (diamètre modal voisin de 80 μm) qui n'est pas présente pour la phase argileuse ayant été utilisée pour les assemblages L-50 (seule la classe de diamètre modal de 30 μm est présente).

Les assemblages L-100 et L-50 résultent de l'agencement lâche des grains de limon et des amas d'argile. Ces deux constituants sont juxtaposés l'un à l'autre avec très peu de liens entre eux. Cependant, bien que les grains de limon soient le plus souvent non revêtus d'argile, nous avons pu observer la présence de quelques revêtements discontinus granuleux à leur surface. Cette organisation confère aux assemblages lâches une continuité évidente du système poral et par conséquent une taille de pore élevée.

L'étude des distances de cordes réalisée sur les assemblages lâches L-50-10 et L-50-20 montre que les distances de cordes entre les grains de limon sont supérieures, au sein de l'assemblage L-50-20, à celles mesurées pour l'assemblage L-50-10. Ceci pourrait être du au type d'agencement des grains de limon avec la phase argileuse, qui pourrait conduire à une modification de l'arrangement caractéristique obtenu avec des grains de limon lorsqu'ils sont seuls. Néanmoins, une autre hypothèse est possible : les amas d'argile remplaçant les grains de limon pourraient être à l'origine de cette différence des distances de corde. Il serait alors intéressant d'étudier les distances de corde au sein d'un assemblage de limons seuls en simulant les remplacements des grains de limons par les amas d'argile.

Le type d'assemblage décrit ici est assez proche de celui étudié par Hartmann (1991) sur des sols de la Côte d'Ivoire. Ces sols présentent une discontinuité de la phase solide et par conséquent une forte continuité de l'espace poral.

X.1.2 - Les assemblages compacts

Les assemblages C-ND présentent, du point de vue morphologique, une ressemblance avec les assemblages lâches en raison de la présence de quelques amas d'argile entre les grains de limons. Cependant, ils présentent aussi de nombreux revêtements partiels des grains de limon et des ponts d'argile entre ces mêmes grains. Le malaxage des deux constituants (limons et amas d'argile), mélangés à l'état sec puis malaxé en présence d'eau, permet donc, malgré la présence d'amas d'argile, de créer une cohésion importante entre eux grâce aux revêtements et aux ponts. Ceci conduit à une porosité moins connectée et de plus petite taille que dans le cas des assemblages lâches.

Au sein des assemblages C-D, on n'observe plus d'amas d'argile, les grains de limon sont très généralement revêtus et pontés, et les revêtements s'étendent sur la totalité de la surface des grains pour les assemblages à teneur en argile élevée. Cette organisation conduit à une forte continuité de la phase solide grâce à la présence de liens, entre l'argile et les grains de limon, constitués par des parois de différents types selon leur longueur, leur largeur et leur épaisseur. La porosité qui résulte de l'assemblage des grains de limon avec la phase argileuse est fermée¹, de faible connectivité et de taille plus petite que pour les assemblages lâches. Il apparaît donc que la dispersion de l'argile et son malaxage en présence de limons donne aux assemblages une forte continuité de la phase solide en formant entre les différents constituants des parois et des ponts.

Des auteurs comme Knox (1957) et Yassoglou et Whiteside (1960) associent le caractère compact et la forte cohésion de certains sols (fragipans observés en microscopie optique) à la présence d'argile disposée sous forme de ponts intergranulaires. Plus récemment dans une synthèse d'observations microscopique concernant des sols à fragipans de Grande Bretagne, Payton (1983) a décrit en microscopie électronique à balayage différents types de parois. Une description plus fine proche de celle-ci a également été réalisée sur des horizons très cohérents des sols du Nord Cameroun par Lamotte (1993). Cet auteur a mis en évidence trois types de parois en fonction de leur morphologie : des parois de forme plissée et épaisse de 1 μm environ (draperies), des parois de forme rectiligne et épaisses de 5 à 15 μm (cloisons), des parois irrégulières et épaisses de 15 à 30 μm (points de jonction).

Nos observations sur les assemblages C-D sont très proches de cette dernière avec, toutefois, quelques variantes :

- les "draperies" sont également très fines mais peuvent être larges de 5 à 10 μm ;

¹ En fait, elle ne communique que par les pores de la phase argileuse et qui résultent de l'assemblage des particules d'argile.

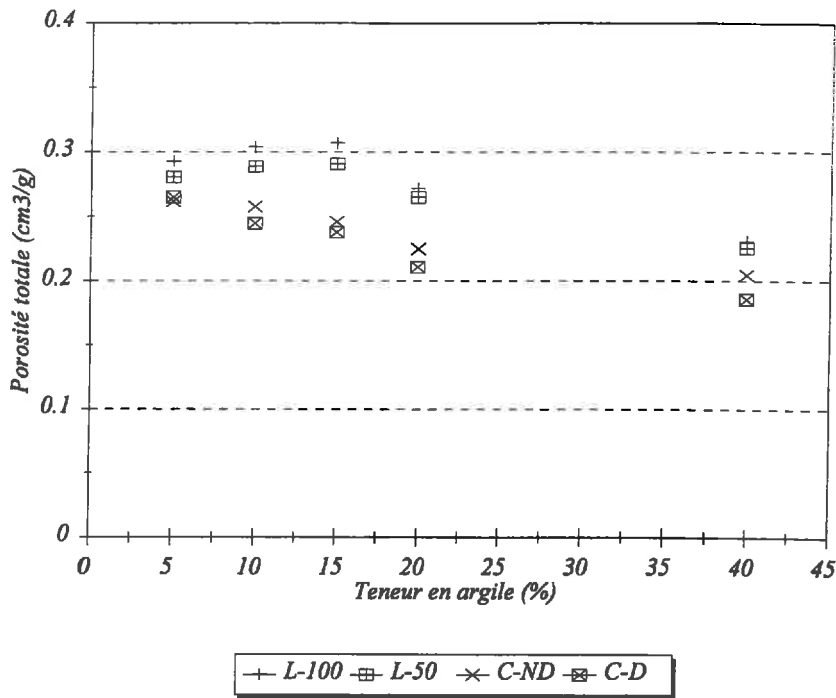


Figure X.1 : Variation de la porosité totale (mesurée par la méthode au pétrole) en fonction de la teneur en argile pour les différents assemblages.

- les "cloisons" sont de 5 à 15 μm de large et de 25 à 50 μm de long ;
- les "points de jonction" sont presque aussi longs que larges et se localisent surtout entre les grains de limon les plus rapprochés : 5 à 10 μm de distance intergrains et 10 à 15 μm de long.

Ces parois et revêtements semblent se développer dans l'espace intergranulaire sans modifier l'arrangement des grains de limon. En effet, les distances de corde intergrains mesurées pour les assemblages C-D-10 et C-D-20 sont constantes et ne varient pas avec la teneur en argile, jusqu'à 20 % au moins. La distance intergrains serait par conséquent constante ; seule la proportion d'argile dans l'espace intergrains serait variable.

X.2 - ETUDE DE LA POROSITE

X.2.1 - Variation de la porosité totale

Les résultats obtenus par la méthode au pétrole montrent que l'évolution de la porosité n'est pas seulement fonction de la teneur en argile mais également du mode d'assemblage limon-argile (figure X.1). La porosité décroît selon le mode de fabrication dans le sens suivant : L-100 > L-50 > C-ND > C-D.

Les résultats indiquent que les assemblages lâches présentent une porosité qui augmente (L-100) ou qui varie très peu (L-50) entre 5 à 15 % et qui pour des teneurs supérieures, diminue dans les deux cas.

Contrairement aux assemblages lâches, les assemblages compacts, présentent une porosité plus faible qui diminue faiblement pour des teneurs en argile allant de 5 à 15 % puis de façon plus importante pour les teneurs supérieures.

X.2.2 - Comparaison avec des modèles théoriques d'assemblages

Nous allons présenter une comparaison des résultats obtenus expérimentalement avec deux modèles théoriques basés sur deux modalités d'assemblage de particules de tailles différentes (Fiès *et al.*, 1972).

Dans les modèles utilisés, nous avons donc considéré des assemblages constitués des deux classes de particules : limons et argile. Nous avons désigné par V_{rl} et V_{ra} respectivement

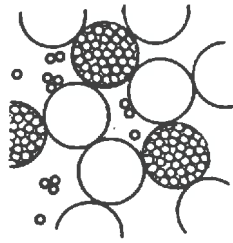
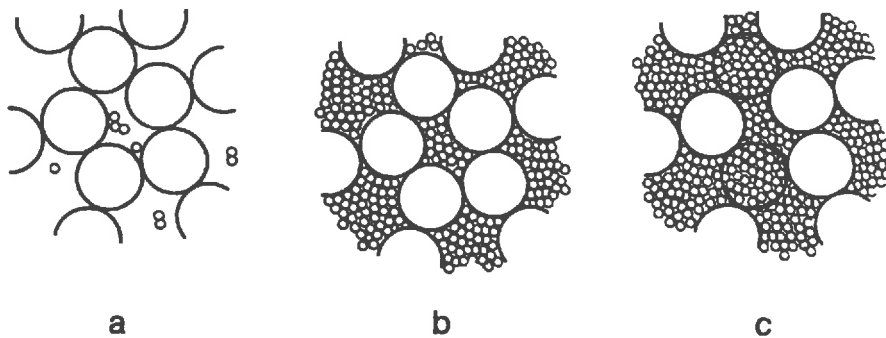


Figure X.2 : Illustration du modèle théorique d'arrangement de particules fines et grossière : modèle de non interaction (additivité).



- a : Introduction de « fines » dans un massif de « grosses » sans perturbation de l'arrangement de ces dernières.
- b : Réalisation de la porosité totale minimale : les particules fines forment une phase continue.
- c : Accroissement de la teneur en particules fines par substitution de grosses particules.

Figure X.3 : Illustration du modèle théorique d'arrangement de particules fines et grossières : modèle d'interaction simple (remplissage-substitution).

les volumes réels occupé par chacune de ces classes de particules, lorsqu'elles sont prises séparément, au sein d'un volume unitaire apparent du mélange².

Pour déterminer le volume poral total ménagé par le mélange des deux classes de particules, dans le volume apparent de référence, on peut envisager un certain nombre de règles susceptibles de définir leur arrangement relatif. Nous nous proposons en confrontant à chaque étape les valeurs calculées de la porosité $V_p = 1 - V$ (V étant le volume réel occupé par les deux classes de particules), aux valeurs réelles effectivement mesurées.

Les densités apparentes des assemblages de particules d'argile (d_{aa}) et des grains de limon (d_{al}) pris chacun séparément sont mesurées respectivement par la méthode au pétrole et à partir de la mesure de la porosité en porosimétrie au mercure ($d_{aa} = 1,86$ et $d_{al} = 1,7$). Par conséquent, les volumes réels (V_{ra} et V_{rl}) occupés par l'argile et les limons dans un volume apparent unitaire sont respectivement de $0,653$ et de $0,642 \text{ cm}^3/\text{cm}^3$.

X.2.2.1 - Loi de non interaction (additivité)

L'hypothèse consiste à admettre la simple juxtaposition des deux classes de particules quand elles sont réunies dans un même volume, sans qu'il y ait modification de l'arrangement propre à chaque classe. Cette loi se traduit par le fait que la mise en place d'un volume réel d'argile entraîne le départ d'un volume réel de limon, de telle façon que le volume apparent occupé par l'argile soit égal au volume apparent occupé par les limons (figure X.2).

Supposant que la fraction de l'argile (proportion massique) dans l'assemblage est $x = m_a/(m_a+m_l)$, la loi de non interaction définit le volume réel occupé par les deux constituants par l'équation suivante :

$$V = [V_{ra}d_{aa}(1-x)(v_{rl} - v_{ra}) / (v_{rl}d_{al}x + v_{ra}d_{aa}(1-x))] + v_{ra}$$

soit en utilisant les valeurs numériques de V_{ra} , V_{rl} , d_{aa} et d_{al} :

$$V = [-0,013(1-x) / (1,09x + 0,215(1-x))] + 0,653$$

et le volume poral :

$$V_p = 1 - V = 1 - [[-0,013(1-x) / (1,09x + 1,215(1-x))] + 0,653]$$

² Le volume apparent est le volume occupé par le solide et le vide.

X.2.2.2 - Loi d'interaction simple (remplissage-substitution)

L'hypothèse consiste à admettre l'existence d'une interaction entre les deux classes de particules mises en présence, l'arrangement propre à chaque classe n'étant toujours pas modifié lors du mélange. La loi interaction considère que l'introduction d'un volume apparent d'argile occupe progressivement l'espace ménagé par les grains de limon jusqu'à atteindre une compaction maximale de l'assemblage figure X.3a et b) ; c'est la loi de remplissage. L'assemblage des grains de limon initial occupant un volume réel V_{rl} n'étant pas modifié, on atteint donc une porosité minimale (P_m) pour une teneur en argile (x_1) et un volume réel (V_l) limites (figure X.3b). Deux équations sont donc établies :

$$\text{Pour } x < x_1 : \quad V = V_{rl} + [(V_{ra}d_{aa}x) / ((1-x)d_{aa})]$$

soit en utilisant les valeurs numériques de V_{ra} , V_{rl} , d_{aa} et d_{al} :

$$V = 0,642 + [0,587x / (1-x)]$$

et le volume poral :

$$V_p = 1 - V = 1 - [0,642 + (0,587x / (1-x))]$$

et pour $x = x_1$:

$$V_l = (1 - V_{rl})(1 - V_{ra})$$

soit en utilisant les valeurs numériques de V_{ra} et V_{rl} un volume poral total minimum :

$$V_p = 1 - V_l = 0,124 \text{ cm}^3 / \text{cm}^3$$

Pour des teneurs en argile supérieures à cette teneur limite (x_1), l'espace poral ménagé entre les grains de limon étant déjà encombré lors de l'étape de remplissage (figure X.3b), la loi d'interaction simple considère que l'introduction d'un volume apparent d'argile se substitue à un volume réel de limon (figure X.3c) ; c'est la loi de substitution. Le volume réel V occupant un volume apparent unitaire se définit alors de la façon suivante :

$$V = V_{ra} + [V_{ra}d_{aa}(1-x)(1-v_{ra}) / (v_{ra}d_{aa}(1-x) + d_{al}x)]$$

soit en utilisant les valeurs numériques de V_{ra} , V_{rl} , d_{aa} et d_{al} :

$$V = [0,421(1 - x) / (1,215(1 - x) + 1,7x)] + 0,653$$

et le volume poral :

$$V_p = 1 - V = 1 - [[0,421(1 - x) / (1,215(1 - x) + 1,7x)] + 0,653]$$

X.2.2.3 - Interprétation des résultats de comparaison

La comparaison des résultats de porosité, obtenus par la méthode au pétrole, pour les différents assemblages et les valeurs de porosités calculées en utilisant les lois d'additivité et de remplissage-substitution (Fiès *et al.*, 1972) nous a permis de constater que (figure X.4) :

- quantitativement, dans la gamme de teneur étudiée, les porosités totales mesurées sont plus proches de celles calculées par la loi d'additivité pour tous les types d'assemblage et pour toutes les teneurs en argile. Cependant, pour des teneurs en argile de 5 à 15 %, la porosité augmente alors que le modèle d'additivité donne des porosités qui diminuent quelle que soit la teneur en argile ;

- en terme d'évolution en fonction de la teneur en argile, les assemblages lâches à teneur en argile supérieure à 15 % et les assemblages compacts présentent des porosités qui diminuent avec l'augmentation de la teneur en argile comme pour la loi de remplissage. Cependant, il est à noter que toutes les porosités mesurées expérimentalement sont au dessus des résultats obtenus par le modèle de remplissage-substitution. La pente est inférieure et la porosité décroît alors qu'elle devrait augmenter, suivant la loi de substitution, pour des teneurs supérieures à 28,5 % qui correspond à la teneur limite pour laquelle la porosité est minimale.

Par ailleurs, pour tous les assemblages, on constate que l'on n'atteint pas le minimum de porosité dans la gamme 5-40 %. Cela peut signifier que l'argile et sa porosité associée occupent moins de volume que nous l'avons mesuré.

La différence observée entre la courbe correspondant à la loi d'additivité et nos mesures expérimentales, correspondant aux assemblages lâches à faible teneur en argile (5 à 15 %), est vraisemblablement due à deux phénomènes :

- l'introduction des amas d'argile de taille supérieure à celle des grains de limon crée une perturbation localement et de toutes les façons conduit à un assemblage où l'on ne satisfait pas à l'hypothèse de remplacement des grains de limon par les amas d'argile sans modification

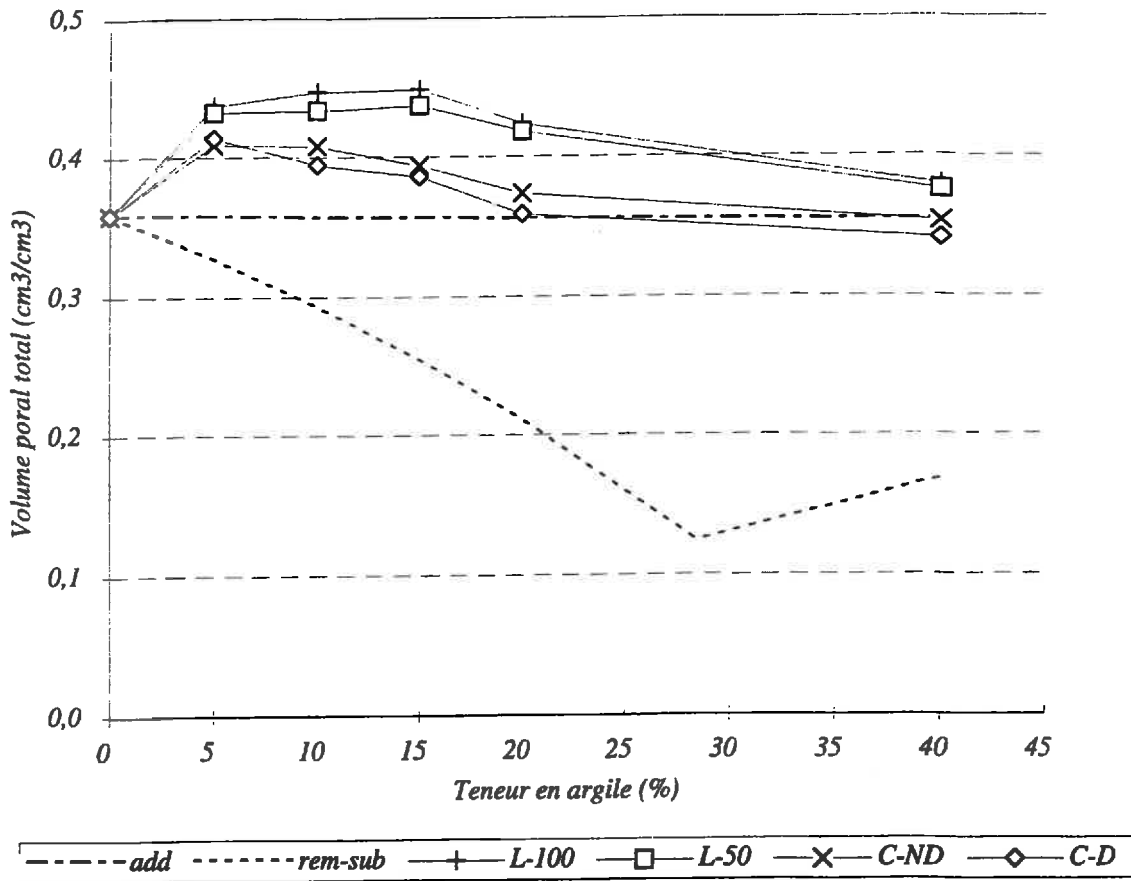


Figure X.4 : Courbes comparatives des porosités totales obtenues par la méthode au pétrole (L-100, L-50, C-ND et C-D) aux porosités calculées par les modèles d'additivité et de remplissage.

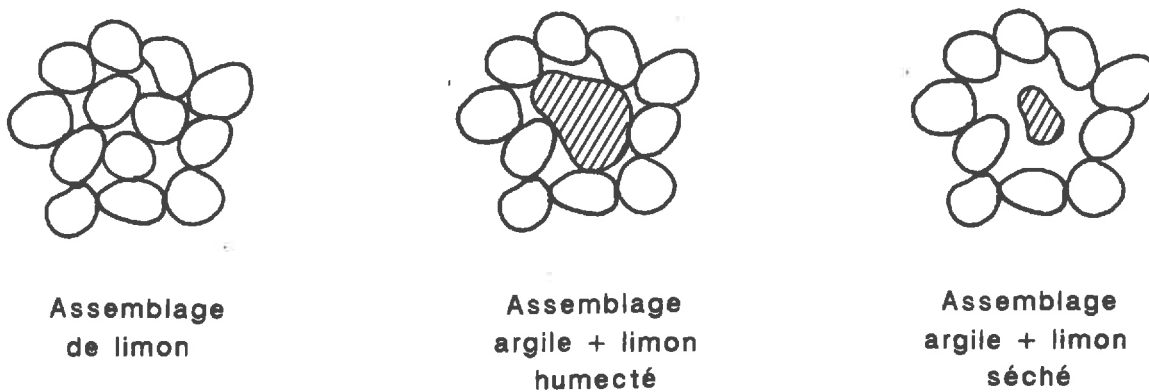


Figure X.5 : Illustration de l'effet de la taille des amas d'argile et de leur retrait sur la porosité lors de la dessiccation.

de l'assemblage des grains de limon environnants. Ceci est d'ailleurs d'autant plus vrai que la taille limite des amas d'argile (100 μm) est celle à l'état sec alors que ces derniers gonflent lors de l'humectation des assemblages et qu'ils atteignent vraisemblablement des tailles bien supérieures à 100 μm (figure X.5).

- lorsque l'on sèche l'assemblage, les amas d'argile se rétracteraient sans déplacement des grains de limon environnants avec lesquels ils sont en contact à l'état humide. Les observations en microscopie électronique à balayage ont effectivement montré l'existence de ce type d'évolution (planche V.4.d).

Il apparaît, alors, que pour les faibles teneurs en argile le remplacement des grains de limons par l'argile au sein des assemblages lâches se fait avec modification de l'assemblage des grains de limons restants. Les amas d'argile, de taille $< 100 \mu\text{m}$ ou $< 50 \mu\text{m}$, apportés conduisent à un écartement des grains de limons en raison de leur grande taille d'une part et de leur retrait autour de ces mêmes grains ce qui par conséquent conduit à une porosité qui augmente avec la teneur en argile. Cette modification de la distance intergrains de limons est confirmée par les mesures de distances de cordes en analyse d'image.

X.3 - ANALYSE DE LA POROSITE ET MODE D'ASSEMBLAGE

X.3.1 - Analyse de la porosité accessible en porosimétrie par intrusion de mercure

La porosité d'assemblage, mesurée en porosimétrie au mercure, suit la même évolution que la porosité totale, mesurée par la méthode au pétrole. Les assemblages lâches présentent une porosité d'assemblage qui augmente pour des teneurs allant de 5 à 15 % et qui pour des teneurs supérieures à 15 % diminuent. Par contre, les assemblages compacts présentent des porosité d'assemblage qui diminuent avec la teneur en argile.

D'autre part, comme pour la porosité totale, la taille des amas d'argile semble jouer un rôle dans l'organisation du système poral. Les porosités d'assemblage squelette-phase argileuse mesurées en porosimétrie au mercure pour les assemblages L-100 sont plus élevées que celles mesurées pour les assemblages L-50 à même teneur en argile. Nous pensons que les amas d'argile dont la taille est inférieure à 100 μm , quand ils sont présents en faible proportion (5 à 15 %) au sein d'un assemblage, conduisent à un écartement des grains de limon, qui croît avec la teneur en argile, conduisant ainsi à une organisation plus lâche des grains de limon. Par contre, l'enrichissement d'un massif de limon en amas d'argile de taille inférieure à 50 μm (assemblages L-50-5,-10 et -15) conduit à des porosités très proches les unes des autres. Les dimensions des amas d'argile ($< 50 \mu\text{m}$) et des grains de limon (10-50 μm), dans ce cas, étant

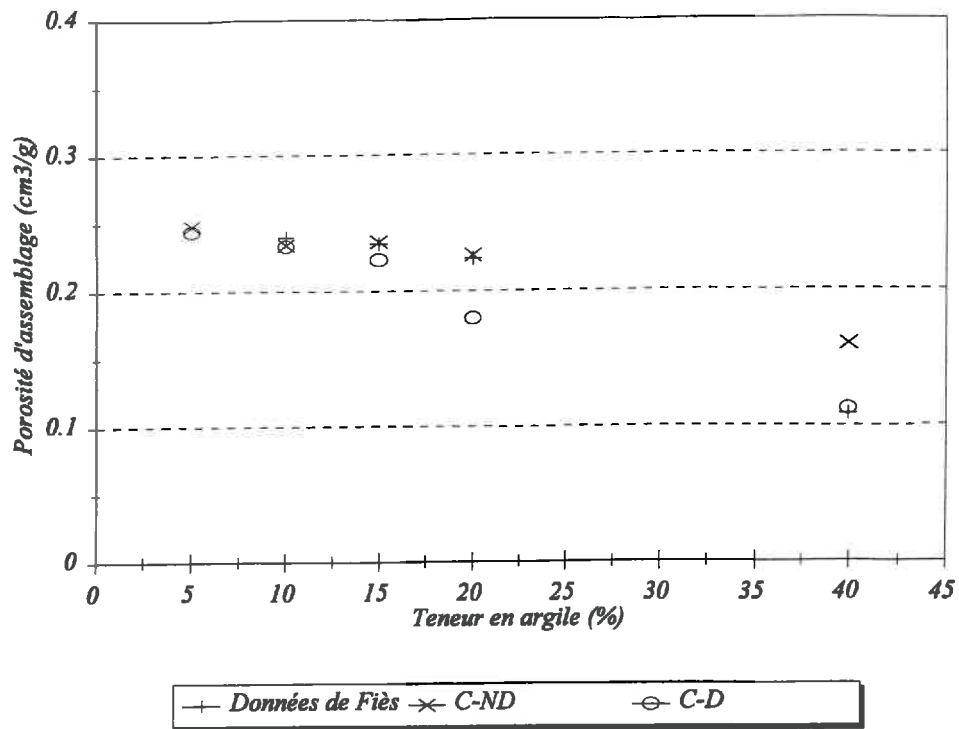


Figure X.6 : Comparaison de la porosité d'assemblage mesurée pour C-D et C-ND avec les résultats obtenus par Fiès (1984).

soit voisines soit inférieures, leur organisation reste la même tant que l'influence de l'argile n'est pas apparue (teneur > 20 % : forte continuité de la phase argileuse). Ceci rejoint les résultats obtenus par Chrétien (1979 et 1986), à propos de la variation du volume poral intergrains pour des mélanges fabriqués avec des squelettes de différentes tailles et ceux obtenus par Fiès (1971) lors de son étude sur l'influence de la granulométrie du squelette sur la porosité.

Par ailleurs, les résultats de porosité obtenus en porosimétrie au mercure pour les assemblages compacts sont très proches de ceux obtenus par Fiès (1984) pour des assemblages argile-limon (taille des grains de limon variant de 2 à 20 μm) (figure X.6). Ce rapprochement est à lier au mode de préparation utilisé. En effet, dans son étude Fiès (1984) a utilisé le protocole de Kheyrahi et Monnier (1968) dont nous nous sommes fortement inspirés dans cette étude lors de la fabrication des assemblages compacts.

X.3.2 - Comparaison avec des modèles théoriques d'assemblages

Sur la base des modèles présentés pour la porosité totale (cf. paragraphe X.2.2), nous allons maintenant présenter des modèles permettant le calcul de la porosité d'assemblage.

La loi de non interaction (additivité) définit le volume réel (V_m)³ occupé par les deux constituants et par la porosité de la phase argileuse par l'équation suivante :

$$V_m = [V_{ra}d_{al}x(1 - v_{rl}) / (v_{rl}d_{al}x + v_{ra}d_{aa}(1 - x))] + v_{rl}$$

soit en utilisant les valeurs numériques de V_{ra} , V_{rl} , d_{aa} et d_{al} :

$$V_m = [0,391x / (1,09x + 1,215(1 - x))] + 0,642$$

et la porosité d'assemblage V_{pa} :

$$V_{pa} = 1 - V_m = 1 - [[0,391x / (1,09x + 1,215(1 - x))] + 0,642]$$

Avec la loi d'interaction simple (remplissage-substitution) le volume réel total de solide ajouté à celui de la phase argileuse (V_m) est calculé par l'équation suivante :

³ Le volume réel ici est composé du volume occupé par le solide (argile et limons) et par la porosité associée à la phase argileuse.

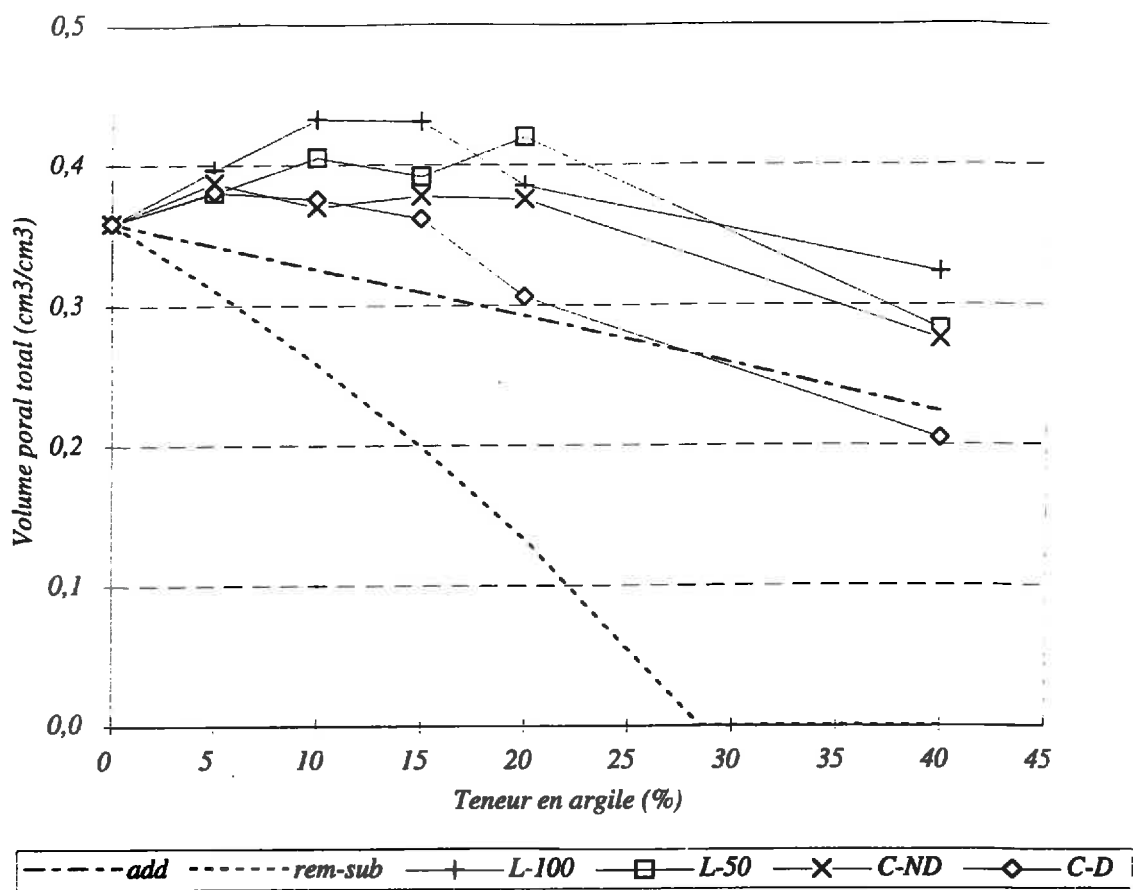


Figure X.7 : Courbes comparatives des porosités d'assemblage obtenues en porosimétrie par intrusion de mercure (L-100, L-50, C-ND et C-D) aux porosités calculées par les modèles d'additivité et de remplissage.

Pour $x < x_1$: remplissage (rappelant que x_1 et la teneur massique de l'argile conduisant à une porosité totale minimale) :

$$V_m = V_{rl} + (V_{rl}d_{al}x) / (V_{ra}d_{aa}(1-x))$$

soit en utilisant les valeurs numériques de V_{ra} , V_{rl} , d_{aa} et d_{al} :

$$V_m = 0,642 + 0,899x / (1-x)$$

et la porosité d'assemblage V_{pa} :

$$V_{pa} = 1 - V_m = 1 - [0,642 + 0,899x / (1-x)]$$

Pour $x = x_1$, la porosité ménagée par les grains de limon lorsqu'ils sont seuls est entièrement occupée par le volume apparent de l'argile apportée ($V_{aa} = 0.358 \text{ cm}^3/\text{cm}^3$), V_m est alors égal 1 et par conséquent la porosité d'assemblage est nulle. Au delà de cette teneur limite le volume réel occupé par les grains de limons sera substitué à chaque fois par un volume apparent de l'argile et la porosité d'assemblage restera nulle. La seule porosité existante sera celle associée à la phase argileuse qui va évidemment augmenter avec la teneur en argile.

La comparaison des résultats théoriques aux résultats de mesure de la porosité d'assemblage en porosimétrie au mercure (figure X.7) montre que quantitativement, mis à part les assemblages C-D-20 et -40, toutes les valeurs expérimentales sont supérieures à celles déterminées par les deux modèles. Pour expliquer cet écart, une hypothèse semble probable :

Elle consiste à admettre une perturbation des grains de limon par l'apport de l'argile et cette perturbation serait d'autant plus importante que l'assemblage est lâche. Ce phénomène conduirait alors à la modification de l'assemblage des grains de limon contrairement à ce qui est admis dans les deux lois utilisées ici. Une étude de "l'effet perturbation" serait alors nécessaire pour déterminer des facteurs de correction dans les modèles.

Quant à l'augmentation de la porosité d'assemblage dans les cas L-100 et L-50 pour les teneurs de 5 à 15 %, elle est due aux mêmes raisons invoquées pour la porosité totale (cf. paragraphe X.2.2.3).

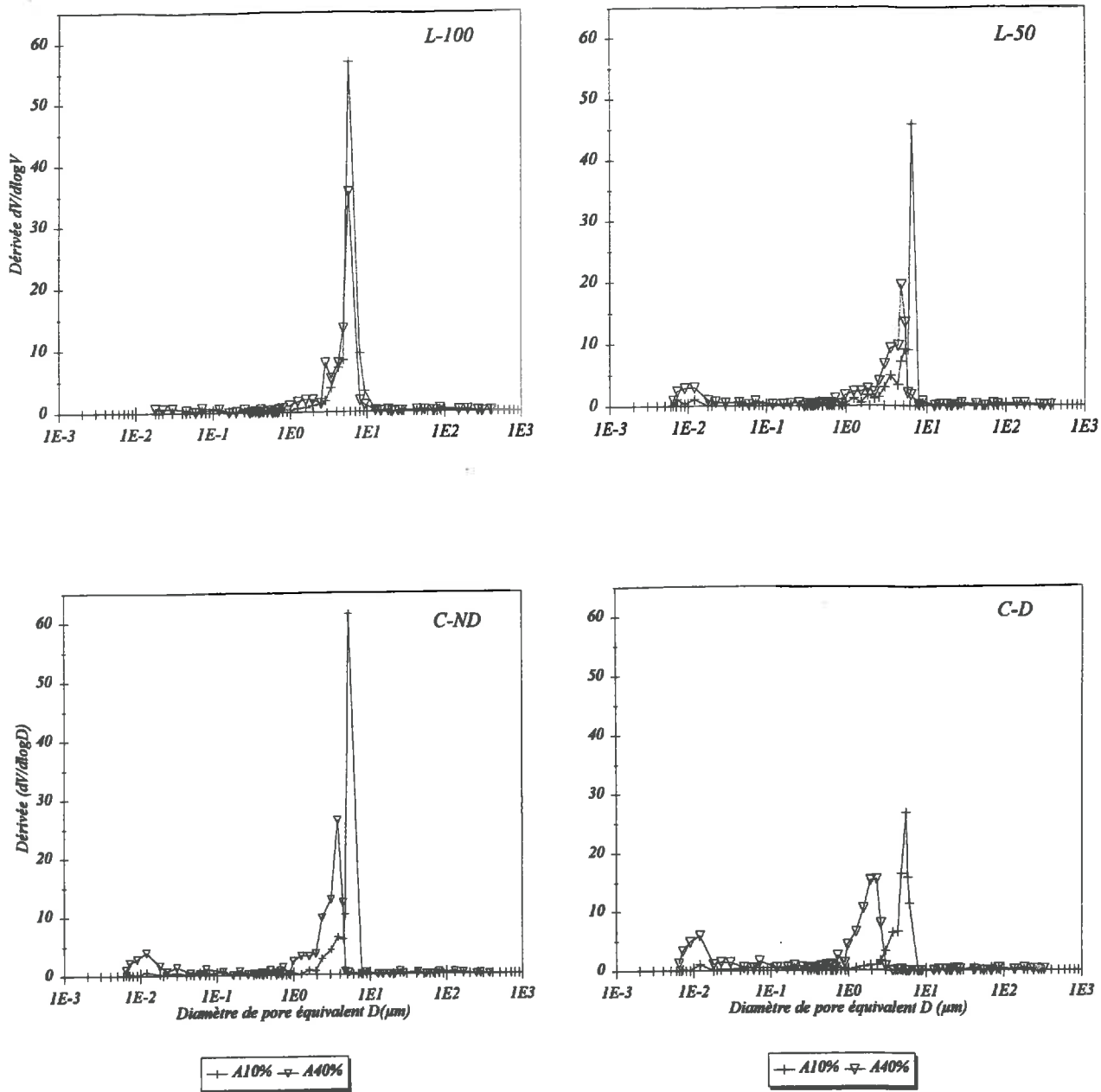


Figure X.8 : Courbes de distribution de la porosité d'assemblage en fonction du diamètre équivalent obtenues en porosimétrie par intrusion de mercure.

X.3.3 - Analyse de la distribution en porosimétrie par intrusion de mercure

L'analyse des courbes de distribution a permis de différencier deux classes de pores (i) celle qui est associée à l'assemblage des grains de limon avec la phase argileuse que nous avons appelé "porosité d'assemblage". Pour les assemblages compacts, la porosité d'assemblage correspond à la porosité lacunaire décrite par Fiès (1984), (ii) et celle associée à la phase argileuse accessible par des pores de diamètres équivalents inférieurs à 0.05 μm .

Ce type de partition de la porosité est cohérent avec les résultats de Fiès (1984, 1992) sur des échantillons artificiels et ceux de Fiès et Bruand (1990) et Bruand *et al.* (1992) sur des échantillons naturels associant des particules grossières et des particules fines.

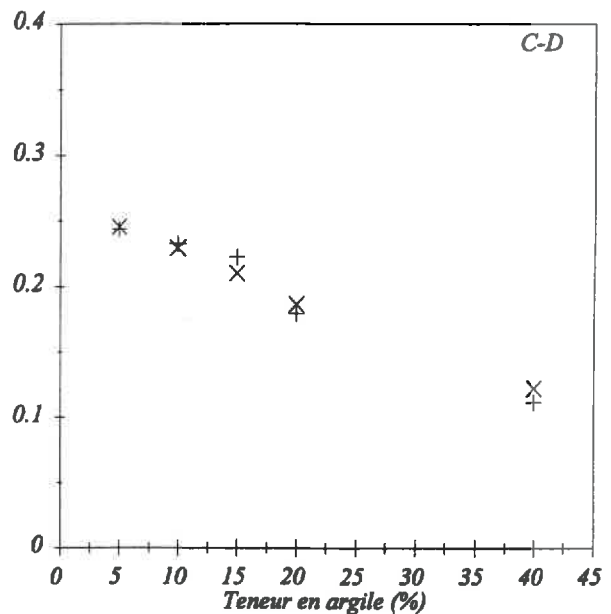
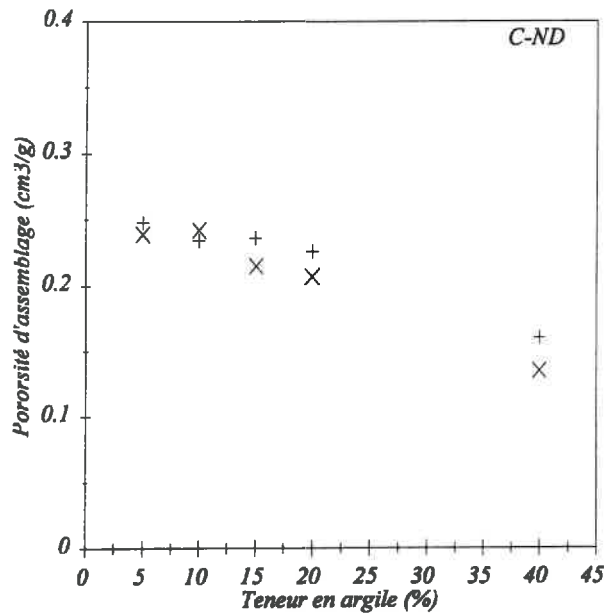
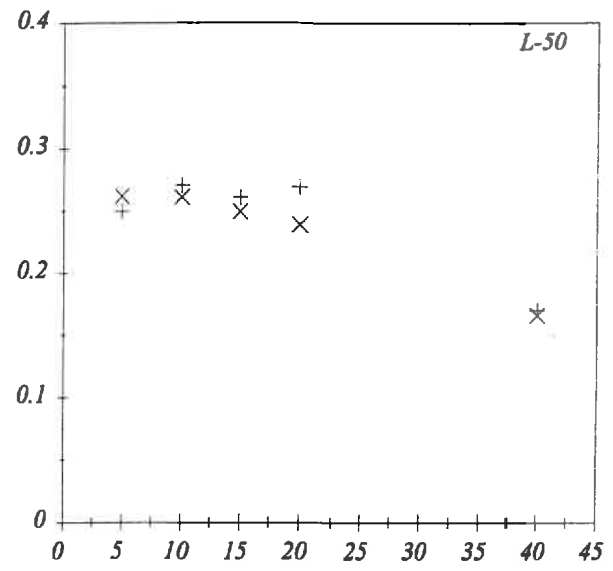
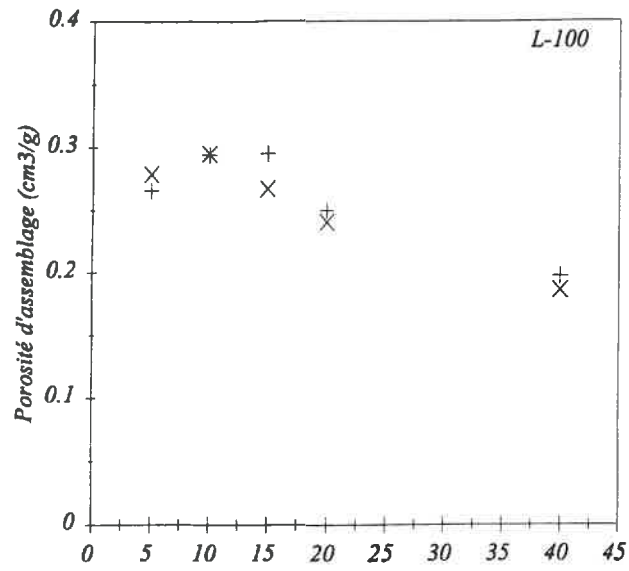
L'étude de la distribution de la taille des pores a montré que le diamètre modal des pores associés à la porosité d'assemblage varie très peu en fonction des teneurs en argile de 5 à 15% : de 6 à 7 μm dans le cas des assemblages lâches et de 4 à 5 μm dans le cas des assemblages compacts (figure X.8). Le diamètre modal n'est en effet relié à l'accroissement de la teneur en argile que pour des assemblages de teneur supérieure à 15 %. Les assemblages lâches et les assemblages compacts présentent pour les fortes teneurs en argile (> 15 %) une porosité d'assemblage accessible par des diamètres modaux de, respectivement, 5 et de 2 μm environ. Ainsi, pour les faibles teneurs en argile, la pénétration du mercure dans les assemblages semble dépendre davantage du mode d'assemblage que de la teneur en argile, alors que pour des teneurs en argile supérieures à 15 %, l'effet de la teneur en argile et du mode d'assemblage squelette-phase argileuse ne peuvent être discernés.

Par ailleurs, le diamètre modal mesuré pour un assemblage de grains de limon est de 4 μm . Il est intermédiaire entre ceux mesurés pour les assemblages lâches (5 à 7 μm) et ceux déterminés pour les assemblages compacts (2 à 4 μm).

Ces résultats confirment l'hypothèse selon laquelle l'arrangement des grains de limon est modifié par l'apport de l'argile dans le cas des assemblages lâches et corroborent ceux obtenus par le calcul des distances de corde.

X.3.4 - Comparaison des données de la porosimétrie par intrusion de mercure et de l'analyse d'image

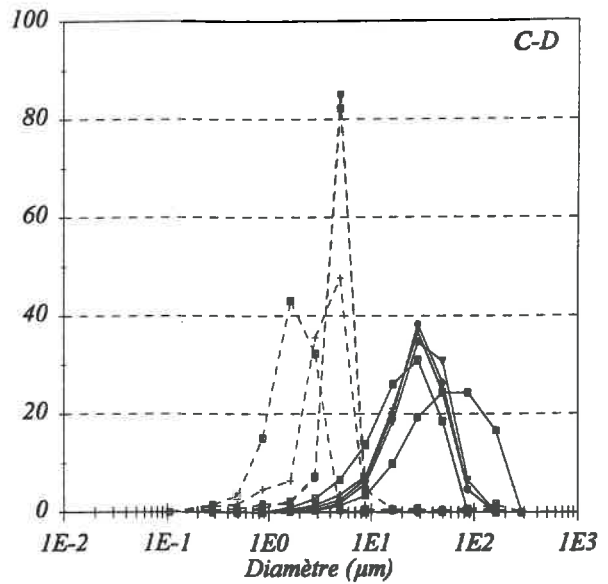
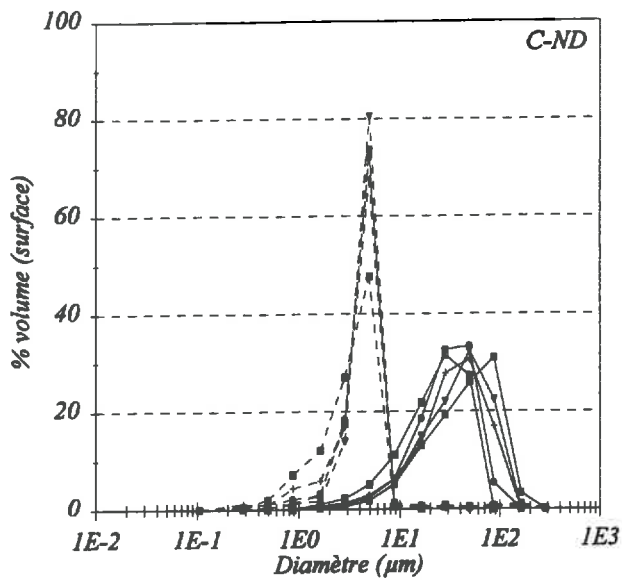
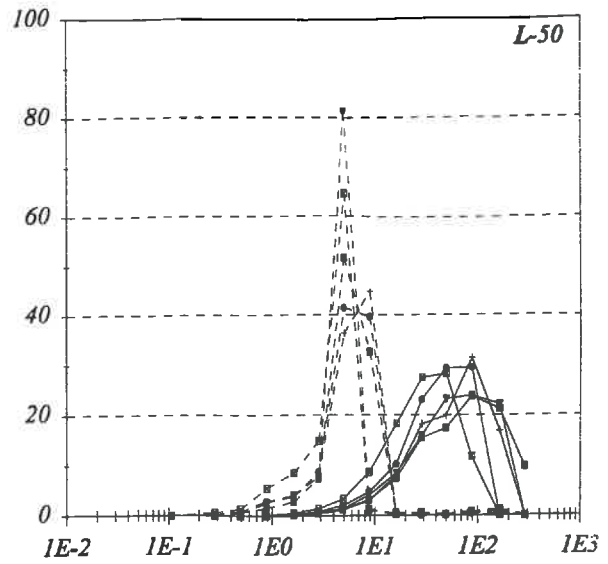
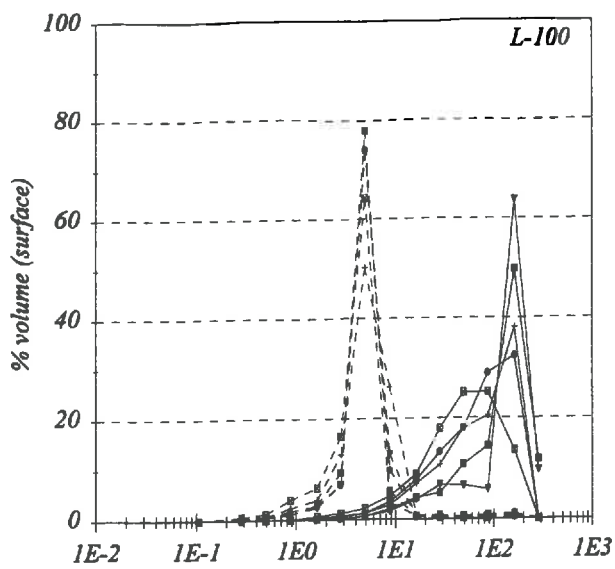
Les données de la porosimétrie par intrusion de mercure et de l'analyse d'image renseignent de façon complémentaire sur la distribution de la taille des pores. En revanche, ces deux méthodes doivent conduire au même résultat lorsqu'il s'agit de la porosité, dans la



+ porosimétrie au mercure ✕ Analyse d'image

+ porosimétrie au mercure ✕ Analyse d'image

Figure X.9 : Variation de la porosité d'assemblages en fonction de la teneur en argile et du mode d'assemblages. Comparaison des résultats obtenus en porosimétrie par intrusion de mercure et en analyse d'image.



+ A5% + A10% + A15% + A20% + A40%

+ A5% + A10% + A15% + A20% + A40%

Figure X.10 : Distribution de la porosité d'assemblage en fonction du diamètre équivalent. Comparaison des résultats obtenus en porosimétrie par intrusion de mercure et en analyse d'image.

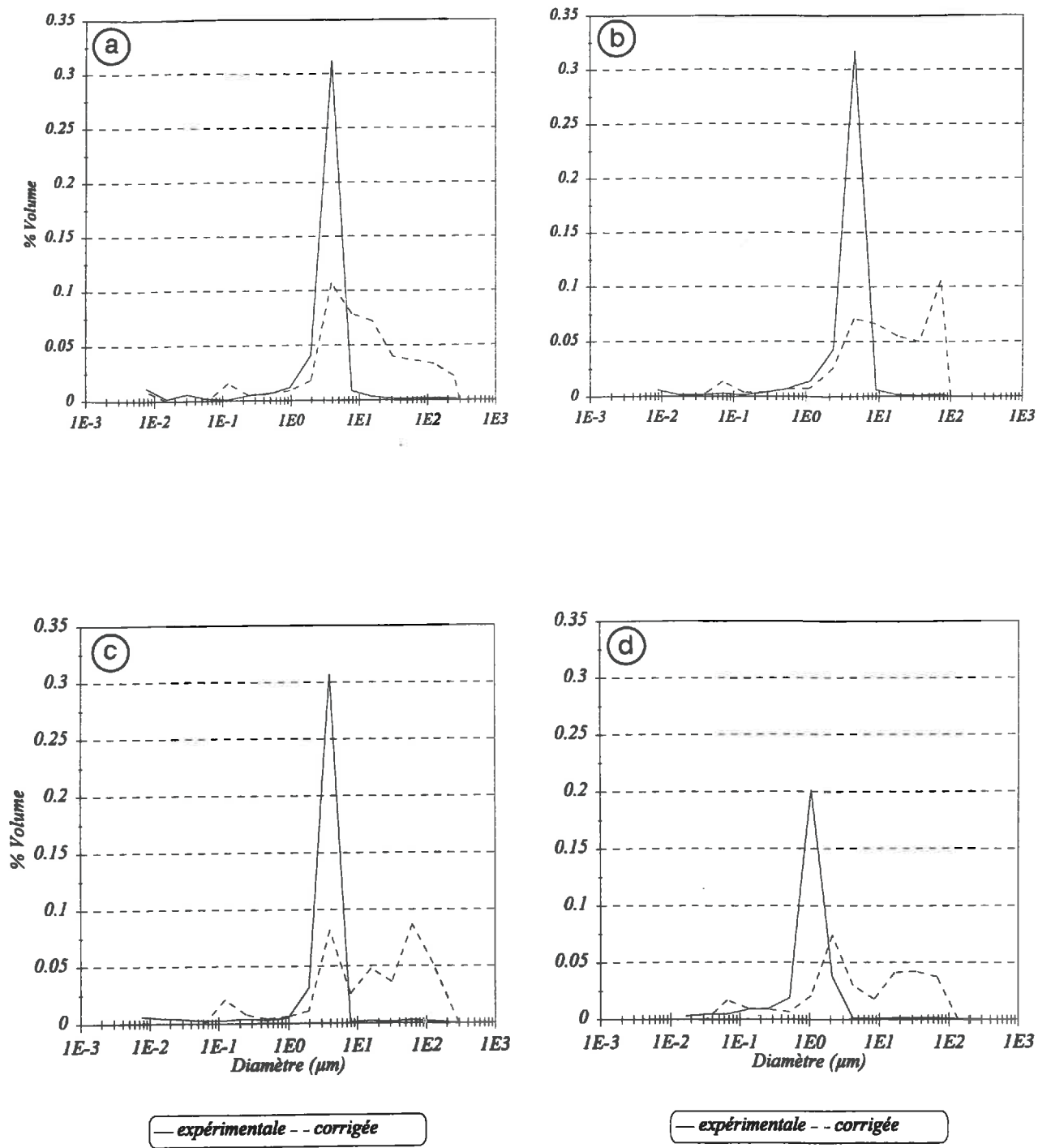


Figure X.11 : Distribution de la porosité accessible en porosimétrie au mercure en fonction du diamètre équivalent. Comparaison des résultats expérimentaux aux résultats corrigés par le modèle (a : L-50-10, b : L-50-20, c : C-D-10 et d : C-D-20).

Tableau X.1 : Comparaison des porosité d'assemblage (cm³/g) mesurées en porosimétrie par intrusion de mercure et en analyse d'image avec un filtre de 4 µm².

% argile	Assemblages à faibles interactions (lâches)			Assemblages à fortes interactions (compacts)				
	L-100		L-50	C-ND		C-D		
	poro-Hg	Analyse d'image f<4 µm ²	poro-Hg	Analyse d'image f<4 µm ²	poro-Hg	Analyse d'image f<4 µm ²		
5	0.266	0.279	0.250	0.262	0.248	0.239	0.244	0.246
10	0.294	0.295	0.270	0.261	0.234	0.242	0.233	0.230
15	0.295	0.267	0.261	0.250	0.236	0.222	0.223	0.211
20	0.250	0.240	0.269	0.239	0.226	0.207	0.180	0.187
40	0.197	0.166	0.170	0.166	0.160	0.135	0.112	0.123

mesure où ce sont les mêmes pores qui sont étudiés par les deux méthodes. Cependant, si la porosimétrie au mercure permet une expression de la porosité en volume poral, l'analyse d'image le fait en surface. La comparaison entre les données de l'analyse d'image et celles des mesures volumiques nécessite alors l'utilisation d'une donnée supplémentaire " la densité apparente ".

Le test statistique de Student permettant la comparaison des moyennes de porosité d'assemblage a montré que les résultats obtenus en analyse d'image, à quelques exceptions près, corroborent parfaitement les résultats obtenus en porosimétrie au mercure (tableau X.1 et figure X.9). L'hypothèse $H_0 : m_1 - m_2 = 0$, où m_1 est la moyenne obtenue en porosimétrie au mercure et m_2 la moyenne obtenue en analyse d'image, n'a été rejetée que pour les assemblages L-50-20 et C-ND-15 pour les mesures avec un filtre de $25 \mu\text{m}^2$, $4 \mu\text{m}^2$ et $1 \mu\text{m}^2$ (tableau annexe). L'hypothèse est donc rejetée pour les mêmes assemblages et pour les trois filtres. Les résultats sont, en effet, comparables parce que la " porosité d'assemblage " mesurée est la même et les assemblages fabriqués sont homogènes et isotropes.

En revanche, l'analyse d'image montre que la distribution de la taille des pores d'assemblage est très différente de celle déterminée en porosimétrie au mercure (figure X.10). Elle se situe vers des pores de grandes taille, mettant ainsi clairement en évidence le phénomène " effet bouteille d'encre " (Vachier *et al.*, 1979 ; D'Acqui *et al.*, 1994). Les assemblages lâches et les assemblages compacts présentent une taille de pore comprise entre 10 et 300 μm avec des diamètres modaux d'environ 100 μm pour les assemblages lâches et d'environ 30 μm pour les assemblages compacts. Ces diamètres sont donc environ 10 fois plus grands que ceux mesurés en porosimétrie au mercure.

Les courbes de distribution corrigées par un modèle à partir des courbes de porosimétrie au mercure obtenues sur les assemblages L-50-10 et -20 et C-D-10 et -20, rejoignent les résultats d'analyse d'image. En effet, elles montrent qu'il existe une classe dont la taille des pores est au moins 10 fois supérieure à celle déterminée en porosimétrie au mercure (figure X.11). Cependant, le modèle utilisé fait apparaître en plus des classes de grande taille (porosité d'assemblage) et de petite taille (porosité associée à la phase argileuse), des classes intermédiaires qui sont également associées à la porosité d'assemblage. Il apparaît également que l'on retrouve la classe déterminée en porosimétrie au mercure (diamètre modal de 5 à 10 μm dans le cas des assemblages lâches et de 2 à 4 μm dans le cas des assemblages compacts).

X.4 - COMPORTEMENT DES ASSEMBLAGES

X.4.1 - Propriétés hydriques

X.4.1.1 - Rétention en eau

De l'étude des propriétés de rétention en eau, il ressort que la teneur en argile joue un rôle plus important que le mode d'assemblage. Néanmoins, on observe une influence du mode d'assemblage, particulièrement dans le cas des assemblages C-D qui se distinguent des trois autres (L-100, L-50 et C-ND) par une teneur en eau supérieure pour les pF 3 et 4,2.

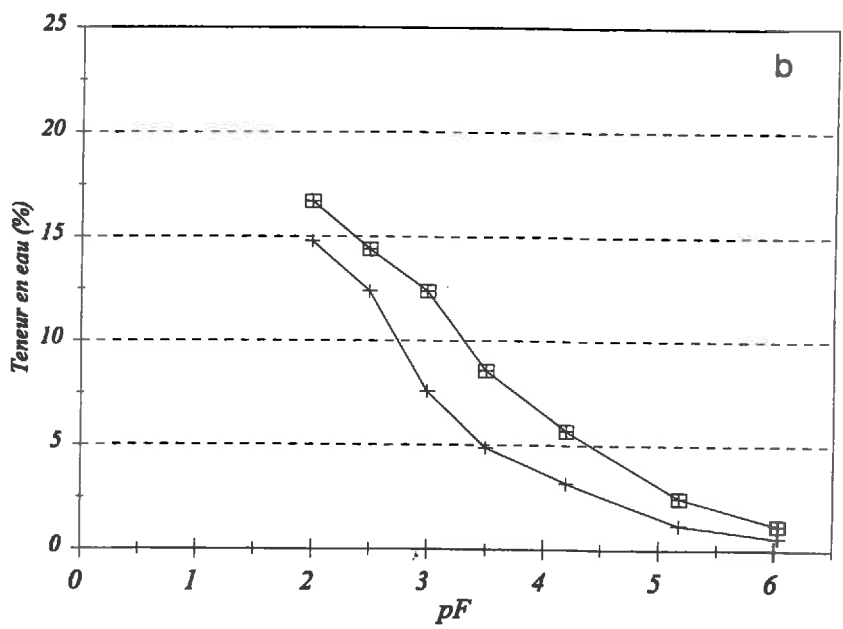
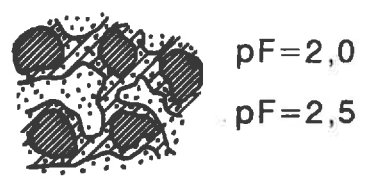
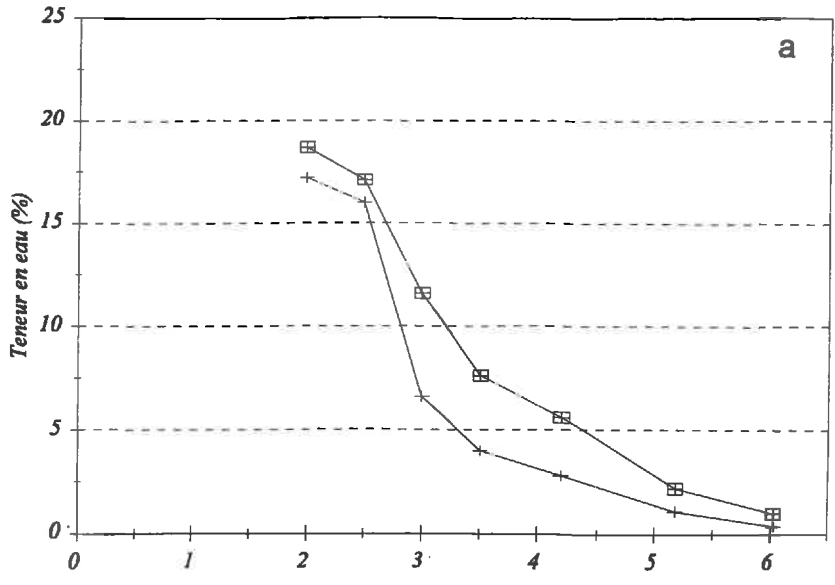
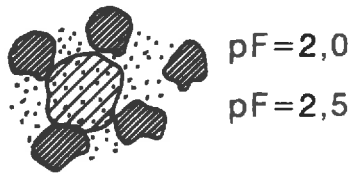
Les assemblages lâches et compacts contenant 20 % d'argile présentent une teneur en eau deux fois plus élevée que celle mesurée pour les assemblages contenant 10 % d'argile, tout particulièrement pour les pF > 2,5. L'explication la plus vraisemblable semble être liée à la présence de l'argile en proportion élevée qui conduit à un remplissage plus important des espaces ménagés entre les grains de limon et par conséquent à une réduction de la taille des pores associés à la porosité d'assemblage. Les teneurs en argile plus élevées nécessiteraient alors des succions plus fortes pour l'extraction de l'eau associée à ces pores (figure X.12.a et b). La comparaison des courbes, obtenues pour des teneurs de 10 et de 20 %, nous ont permis de distinguer trois phases différentes quel que soit le mode d'assemblage :

- A pF 2 et 2,5, l'effet de la teneur en argile apparaît mais de façon légère. La porosité concernée est surtout celle de l'assemblage des particules de limon qui est entièrement occupée par l'eau.

- A pF = 3, l'effet de la teneur en argile est plus net car hormis quelques ménisques présents aux points de contact entre l'argile et les grains de limon ou dans la porosité d'assemblage de très petite taille, l'eau n'est plus présente que dans la porosité propre à l'argile.

- Pour des pF > 3, l'eau est extraite uniquement de la phase argileuse et la teneur en eau est environ deux fois plus élevée pour les assemblages à 20 % que pour les assemblages à 10%.

En revanche, bien que des variations en fonction du mode d'assemblage soient enregistrées, celles-ci restent de moindre importance que celles engendrées par la variation de la teneur en argile. En effet, nous constatons que les assemblages diffèrent pour pF 2,0 et 2,5,



+ 10% ⊞ 20%

Figure X.12 : Variation de la teneur en eau en fonction de la teneur en argile et du mode d'assemblage (a : assemblage L-50, b : assemblage C-D).

ensuite pour des pF supérieurs la différence s'estompe faiblement jusqu'à superposition totale des courbes pour des pF > 4,2 (figure X.13.a et b).

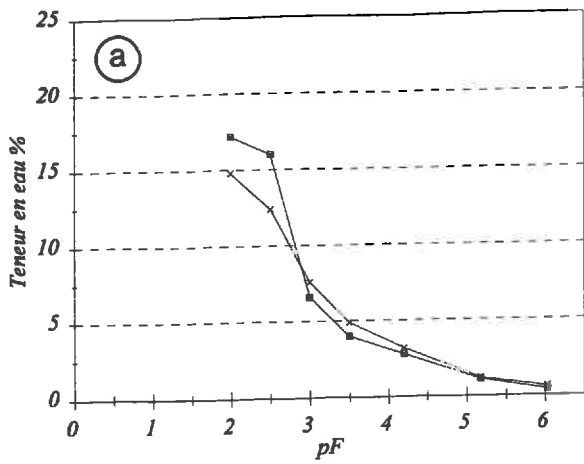
A pF 2,0 et 2,5, l'assemblage est plus lâche (volume poral total plus élevé) dans le cas L-50 que dans le cas C-D et la teneur en eau est plus élevée pour les assemblages L-50 que pour les assemblages C-D.

Pour les pF compris entre 3,0 et 4,2, on enregistre une légère différence entre les assemblages L-50 et C-D. Ceci est à lier à la différence de distribution de la taille des pores (Grimaldi, 1986), elle même liée à l'état de l'argile utilisée dans la fabrication des assemblages. En effet, pour la fabrication des assemblages L-50 l'argile est utilisée sous forme d'amas de taille < 50 μm alors que pour les assemblages C-D elle est dispersée et utilisée sous forme de pâte. La dispersion de l'argile conduirait alors à une porosité fermée de petite taille en formant des revêtements qui sont en continuité avec les parois reliant les grains de limon. Les autres assemblages, étant constitués d'argile sous forme d'amas, présentent des pores moins fermés et de taille plus grande donc une teneur en eau moins importante (figure X.13.a et b). Ce phénomène a également été observé dans le cas des assemblages d'argile pure préparée par les deux protocoles utilisés dans la fabrication des assemblages L-50 et C-D (figure X.13.c).

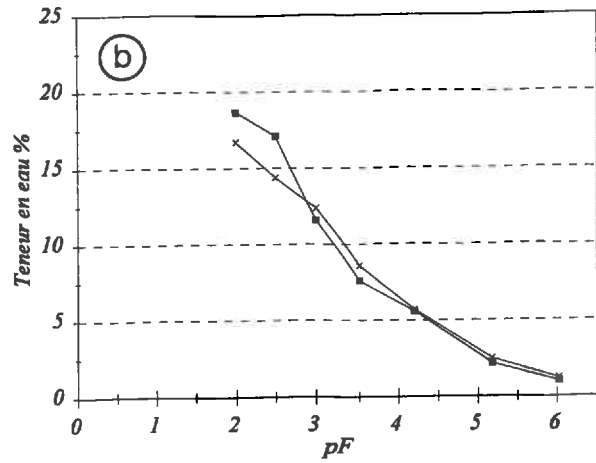
Par ailleurs, pour des pF \geq 4,2, le mode d'assemblage ne semble avoir aucune influence sur la rétention en eau des assemblages L-50 et C-D. Il n'y a plus de différence car l'eau se situe dans la phase argileuse et quel que soit l'état de l'argile (amas broyés à sec puis réhumectés : L-50 ou argile dispersée : C-D) elle retient la même quantité d'eau.

Il semblerait alors que l'eau extraite aux pF compris entre 2,5 et 4,2 soit associée à la porosité d'assemblage (pores de taille comprise entre 150 et 0,15 μm), alors que celle extraite entre pF = 5,18 et pF = 6,03 n'est associée qu'à la porosité de la phase argileuse (pores < 0,015 μm). En effet, la limite maximale de la taille des pores associés à la phase argileuse, déterminée à l'état sec en porosimétrie par intrusion de mercure est de 0,05 μm (> 0,015 μm). A l'état humide en raison du gonflement de la phase argileuse, il n'est pas invraisemblable que cette limite se soit déplacée vers des valeurs inférieures.

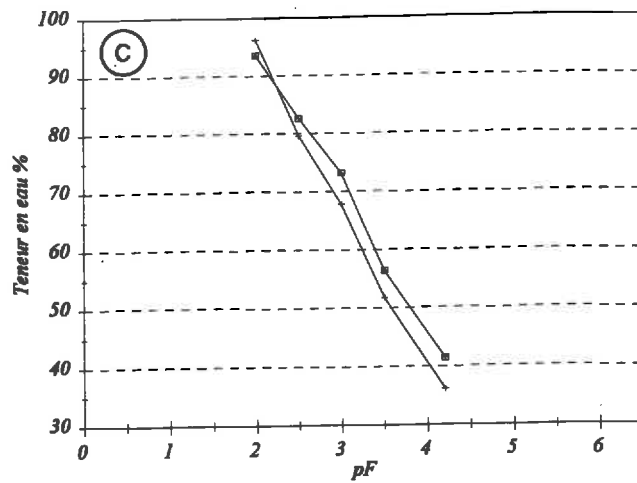
Grimaldi (1986) a montré que des changements importants de propriétés de rétention d'eau sont observés sous l'effet des modifications de structure provoqués par les contraintes mécaniques. Celles ci conduisent à un changement de l'espace poral démontré en porosimétrie par intrusion de mercure. Il a également été montré que la comparaison de la distribution de la taille des pores obtenue en porosimétrie par intrusion de mercure et par les mesures de



—■— L-50 —×— C-D



—■— L-50 —×— C-D



—■— Argile L-50 —×— Argile C-D

Figure X.13 : Variation de la teneur en eau en fonction du pF appliqué et du mode d'assemblage (a : assemblages à 10 % d'argile, b : assemblages à 20 % d'argile, c : assemblage à 100 % d'argile).

rétenion d'eau n'est réalisable que pour les faibles teneurs en argile (Nagpal *et al.*, 1972 cité par Wu *et al.*, 1990).

X.4.1.2 - Conductivité hydraulique

Pour la conductivité hydraulique les variations de teneur en argile et du mode d'assemblage ont d'importantes conséquences.

Les valeurs de conductivité hydraulique obtenues aux différentes teneurs en argile pour un même type d'assemblage, révèlent des variations importantes (Rawls *et al.*, 1982 cités par Horton *et al.*, 1994). On enregistre, par exemple au maximum, un rapport de 30 entre la conductivité mesurée pour l'assemblage L-50-5 et celle mesurée pour l'assemblage L-50-40. Les différences enregistrées en fonction de la teneur en argile sont légèrement plus importantes dans le cas des assemblages lâches que dans le cas des assemblages compacts (Tableau VIII.3 et figure X.14 et X.15). Ceci pourrait s'expliquer par le fait que la présence d'argile, à teneur de plus en plus importante dans les assemblages lâches à l'état humide, conduit à une continuité plus importante de la phase solide et par conséquent à des pores de petite taille mais toujours connectés car la cohésion entre argile et limon est toujours faible. La variation de la teneur en argile conduirait alors à une variation de la conductivité hydraulique plus importante pour les assemblages lâches que pour les assemblages C-ND par exemple. En effet, les assemblages C-ND bien qu'ils aient une conductivité plus faible que celle mesurée pour les assemblages lâches, ils présentent une variation en fonction de la teneur en argile inférieure. Il semblerait alors que la présence de quelques ponts, dès les faibles teneurs en argile, agit sur l'intensité de la percolation d'eau et conduit à une conductivité plus faible mais que l'augmentation de la teneur en argile ne conduit qu'à de faibles variations comparativement aux assemblages lâches.

Par ailleurs, la conductivité hydraulique mesurée pour les assemblages lâches est d'au moins 100 fois plus élevée que celle mesurée pour les assemblages compacts (figures X.14 et X.15). Ces résultats montrent que la formation de ponts d'argile reliant les particules de limon entre elles contribue fortement à restreindre la percolation d'eau en transformant, au sein des assemblages compacts, une partie de la porosité d'assemblage en porosité fermée. Ce phénomène additionné à l'effet "gonflement de l'argile" est d'autant plus marqué que la teneur en argile est importante : les conductivités hydrauliques mesurées pour les assemblages C-D-15, -20 et -40 sont nulles.

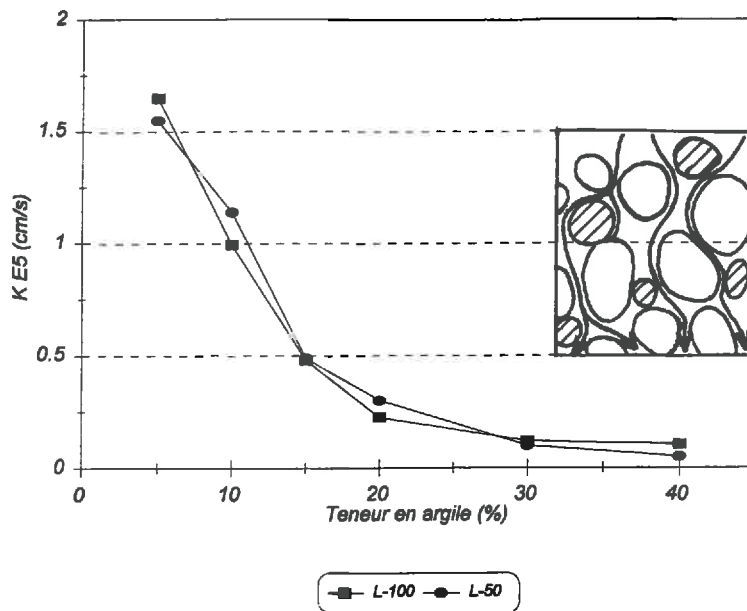


Figure X.14 : Variation de la conductivité hydraulique en fonction de la teneur en argile. Cas d'assemblages lâches (L-100 et L-50).

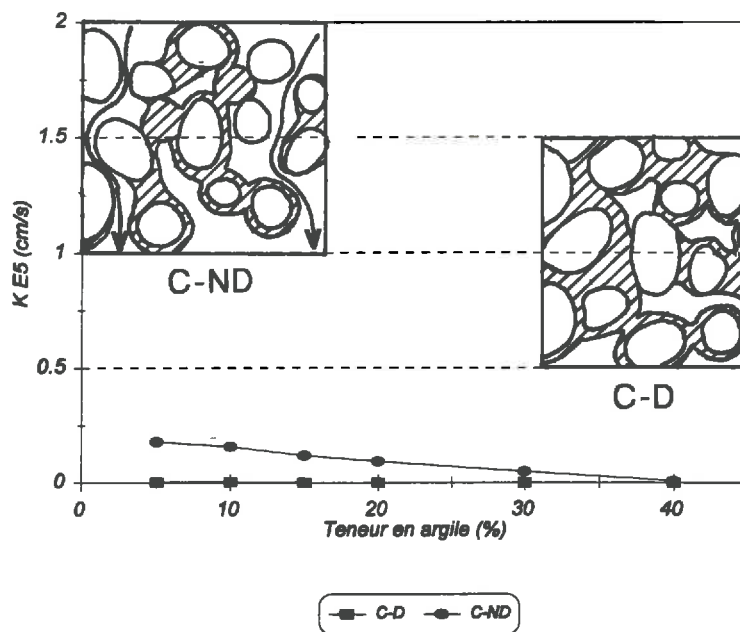


Figure X.15 : Variation de la conductivité hydraulique en fonction de la teneur en argile. Cas d'assemblages compacts (C-ND et C-D).

X.4.2 - Propriétés mécaniques

X.4.2.1 - Résistance en traction

De l'étude de la résistance en traction, il ressort que la teneur en argile n'influence pas ou peu le comportement mécanique des assemblages lâches (L-50-10 et -20 présentent des résistances en traction très proches 84 et 91 kPa). Ceci s'explique par le mode d'organisation des limons par rapport à l'argile : juxtaposition des amas d'argile aux grains de limon qui ne confère à l'assemblage qu'une très faible cohésion. Il semblerait que l'augmentation de la teneur en argile dans ce cas ne conduit pas à une cohésion supplémentaire. En effet, même pour les teneurs en argile élevées nous n'avons observé aucune modification dans le mode d'assemblage squelette-phase argileuse. Les grains de limon sont toujours juxtaposés au amas d'argile sans une quelconque cohésion entre eux.

En revanche, les assemblages compacts développent une résistance en traction plus élevée évoluant en fonction de la teneur en argile (C-D-10 : 109 kPa et C-D-20 : 159 kPa). En effet, de par l'arrangement obtenu pour ce type d'assemblage, la cohésion entre les différents constituants est plus importante. L'argile en enrobant les grains de limon et en formant des ponts entre eux, permet de créer des interactions assez fortes nécessitant des contraintes très élevées pour les rompre. Par ailleurs, les observations réalisées, en microscopie électronique à balayage en mode électrons secondaires, ont montré que plus la teneur en argile est élevée, plus l'épaisseur des parois reliant les grains de limon est importante. Ceci expliquerait alors la nécessité d'exercer des contraintes plus élevées pour atteindre la rupture des cylindres à 20 % d'argile.

Nos résultats expérimentaux montrent des résistances en traction plus faibles que celles des échantillons naturels étudiés par Guérif (1990) (figure X.16); mais en revanche, assez proches de celles déterminées par Williams *et al.* (1967) cités par Guérif (1990) et Rogowski *et al.* 1968. Il semblerait alors que la différence enregistrée par rapport aux résultats de Guérif (1990) soit due à la présence de matière organique (rapport matière organique sur argile compris entre 3 et 43).

X.4.2.2 - Stabilité structurale

L'étude de la stabilité structurale par immersion dans l'eau et par humectation par capillarité des assemblages séchés à l'air conduit aux conclusions suivantes :

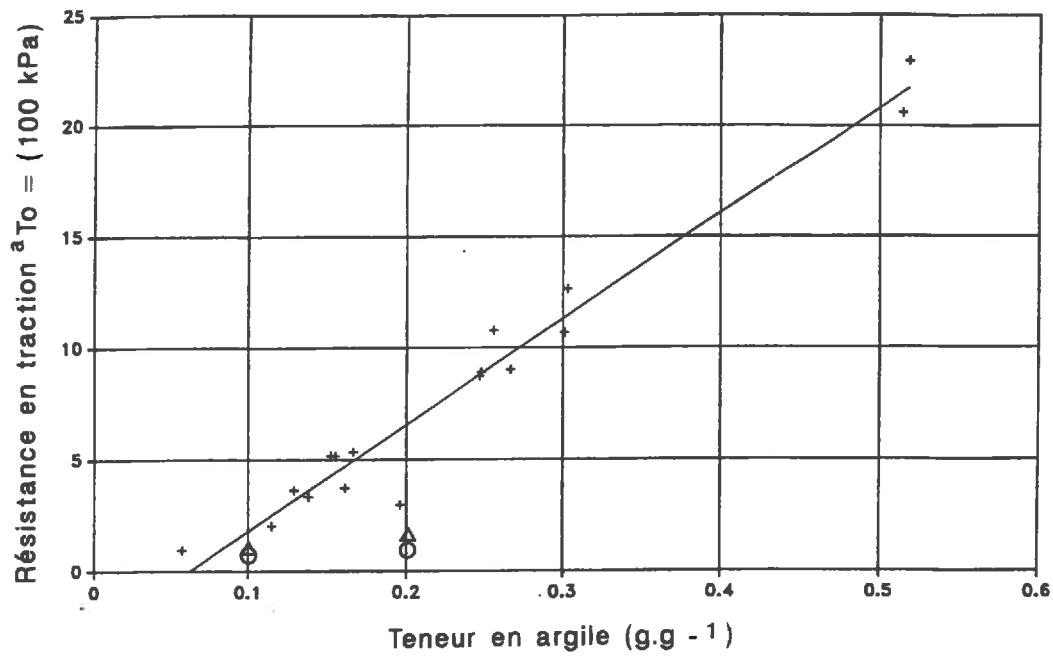


Figure X.16 : Comparaison des résistances en tractions mesurées pour les assemblages L-50 et C-D à celles mesurées par Guérif (1990) pour des échantillons naturels (+ : Résultats de Guérif, o : L-50 et Δ : C-D).

- Lors de l'immersion dans l'eau et de l'humectation par capillarité des assemblages lâches, les pores de taille importante et fortement connectés conduisent à un piégeage d'air de volume important, entraînant ainsi un éclatement lié à une compression de l'air piégé (Kheyrabi et Monnier, 1968 ; Le Bissonnais, 1988). Les forces de rupture s'appliquent au niveau de la porosité d'assemblage et ce sont les grains de limon et les amas d'argile, entrant initialement dans la constitution des assemblages, qui en résultent. En effet, si l'on calcule les MWD, à partir des courbes de distribution granulométriques des deux phases (limon et argile) utilisées pour les assemblages, on obtient un MWD de 30 μm . Or, les MWD calculés pour les agrégats résiduels sont proches de cette valeur (40 à 60 μm) indiquant ainsi que la désagrégation est presque totale. Il est à noter que l'on n'observe pas " d'effet teneur en argile " : ceci est vraisemblablement dû à l'intensité du phénomène d'éclatement qui serait trop élevée pour révéler d'éventuelles différences entre les assemblages.

- Pour les assemblages compacts, la présence de ponts et l'enrobage des grains de limon réduit la porosité d'assemblage et limite la désagrégation par éclatement. Ce type d'organisation argile-limon fait que l'eau ne pénètre que lentement à l'intérieur des agrégats lors de leur immersion ou de leur humectation et une partie de l'air peut s'échapper. L'éclatement ici, même s'il reste important, n'intervient qu'à un degré moindre. Les MWD calculés sont de 4 à 6 fois plus élevés que dans le cas des assemblages lâches. Et on note l'apparition de l'effet " teneur en argile ", particulièrement dans le cas des assemblages C-D.

En revanche, l'agitation mécanique dans l'éthanol des agrégats préalablement saturés par ce même alcool conduit à des résultats très différents de ceux obtenus par l'immersion dans l'eau et l'humectation par capillarité (du point de vue de la taille des particules mobilisées). On observe une tendance globale qui correspond à une diminution de la proportion des classes les plus fines au profit des classes de taille supérieure lorsque la teneur en argile augmente quel que soit le mode d'assemblage (Le Bissonnais, 1988 ; Singer *et al.*, 1992). De la même façon, on constate que les MWD calculés augmentent avec la teneur en argile quel que soit le mode d'assemblage. Lors de ce test, la porosité d'assemblage n'intervient pas en raison de sa saturation par l'éthanol, et par conséquent de l'élimination de l'effet d'éclatement. Ainsi, la résistance mécanique des assemblages est seule à être mise en jeu et la teneur en argile et le mode d'assemblage semblent jouer un rôle non négligeable dans la préservation des agrégats étudiés. En effet, Singer *et al.* (1992) ont montré que les interactions argile-sable, au sein d'échantillons remaniés, augmente si l'argile est distribuée à la surface des grains de sable uniformément, après plusieurs cycles d'humectation-dessiccation conduisant ainsi à une meilleure stabilité des échantillons.

Par ailleurs les MWD mesurés pour les assemblages compacts sont plus élevés que ceux mesurés pour les assemblages lâches. Ces résultats indiquent que de la même façon que pour la résistance en traction, les ponts d'argile reliant les grains de limon entre eux confèrent aux assemblages compacts une cohésion plus importante et de ce fait une résistance à la désagrégation plus élevée que celle observée pour les assemblages lâches. Cependant, il ne nous semble pas adéquat de comparer ces résultats à ceux obtenus lors de l'étude de la résistance en traction car les forces appliquées et les résistances développées par les échantillons dans le cas de l'agitation mécanique ne sont pas quantifiées.

CONCLUSION GENERALE

L'objectif de ce travail était d'analyser les variations de propriétés physiques d'assemblages " limon-argile " lorsque l'on fait varier la proportion d'argile de 5 à 40 % et le mode d'assemblage des grains de limon avec la phase argileuse. Un tel objectif répondait au souci de mieux connaître l'effet de ces deux caractéristiques de l'assemblage des particules élémentaires sur les propriétés physiques des sols.

Le matériel expérimental utilisé était constitué d'une " phase limon " et d'une " phase argileuse " extraites d'un sol. Les limons étaient constitués d'environ 80 % de quartz. La phase argileuse, quant à elle, était constituée essentiellement de particules élémentaires de très petite taille ($< 0,5 \mu\text{m}$). L'illite et la smectite représentaient près de 60 % de cette argile et la kaolinite environ 25 %.

Les assemblages obtenus à l'issue des différents protocoles étaient de deux types : assemblages lâches et assemblages compacts des deux phases avec deux sous modalités pour chacun d'eux.

L'étude de l'organisation a montré que pour les assemblages lâches, les amas d'argile sont juxtaposés aux grains de limon avec pour conséquence une surface de contact très limitée entre ces deux phases. Ce mode d'assemblage conduit à une très faible continuité de la phase solide et par conséquent à un espace poral d'assemblage (porosité liée à l'assemblage des phases squelette et argile) fortement connecté et de taille proche de celle des grains de limon et des amas d'argile. Les assemblages compacts, quant à eux, présentent une surface de contact très élevée entre les deux phases. Ces surfaces de contact liées à un enrobage des grains de limon et à l'existence de parois argileuses entre les grains de limon confèrent à l'assemblage une continuité très élevée de la phase solide. L'enrobage est d'autant plus important que la teneur en argile est élevée. Ce mode d'assemblage conduit à une porosité très peu connectée et de plus petite taille que pour les assemblages lâches.

L'étude de la porosité, en porosimétrie par intrusion de mercure, a montré que les assemblages lâches présentent, à teneur en argile égale, des porosités totales supérieures à celles des assemblages compacts. La différence de la taille des pores observée en microscopie électronique à balayage pour les deux types d'assemblage a ainsi été précisée. En effet, les assemblages lâches développent des pores de grande taille (diamètre de constriction variant de

5 à 7 μm) en raison de l'agencement très lâche de ces constituants. Quant aux assemblages compacts où l'argile adhère fortement à la surface des grains de limon, les pores sont effectivement de plus petite taille (diamètre de constriction 2 à 4 μm).

L'utilisation de plusieurs méthodes pour la caractérisation des assemblages a été d'un grand apport, en raison de la complémentarité des informations obtenues. En effet, la porosimétrie au mercure et l'analyse d'image donnent les mêmes valeurs de porosité d'assemblage, alors qu'en terme de distribution de la taille des pores, cette étude a montré que les pores apparaissaient être de 10 fois plus grands en analyse d'image par rapport à la porosimétrie au mercure. Ceci met clairement en évidence l'effet " bouteille d'encre " lors des mesures en porosimétrie au mercure. Par ailleurs, l'analyse de la distribution des distances de cordes a confirmé l'hypothèse selon laquelle les assemblages lâches présentaient des distances intergrains de limon qui augmentent avec la teneur en argile, alors que dans le cas des assemblages compacts cette distance est constante, au moins pour des teneurs de 10 et de 20 %.

Concernant cette fois les propriétés des assemblages, nous avons montré que pour les propriétés de rétention en eau, la teneur en argile génère une importante variabilité, alors que l'effet mode d'assemblage est beaucoup plus faible. En effet, les assemblages contenant 20 % d'argile présentent une rétention en eau deux fois plus élevée que celle mesurée pour les assemblages contenant 10 % d'argile, particulièrement pour les $pF \geq 3$. Il apparaît alors que dès $pF = 3,0$, c'est la teneur en argile qui conditionne les propriétés de rétention en eau.

Si le mode d'assemblage des grains de limons avec la phase argileuse a peu de conséquences sur les propriétés de rétention en eau, il est tout à fait essentiel pour la conductivité hydraulique en saturé. Les variations de teneur en argile et de mode d'assemblage ont, en effet, d'importantes conséquences. La conductivité hydraulique mesurée pour les assemblages lâches est au moins 100 fois plus élevée que celle mesurée pour les assemblages compacts à même teneur en argile. Les valeurs de conductivité hydraulique obtenues aux différentes teneurs en argile pour un même type d'assemblage, révèlent des variations moins élevées mais néanmoins importantes (par exemple on note, au maximum, un rapport de 30). Cette étude a montré que la formation de ponts d'argile, reliant les particules de limon entre elles, contribue fortement à restreindre la percolation d'eau en transformant une partie de la porosité d'assemblage en porosité fermée. Ce phénomène est d'autant plus marqué que la teneur en argile est importante. D'autre part, la diminution de la conductivité hydraulique est également due à une continuité plus importante de l'argile, qui gonfle à l'état humide. Ce gonflement, pour des assemblages à teneur en argile élevée conduit à une porosité d'assemblage peu accessible et à une percolation moindre.

Les propriétés mécaniques ont été étudiées à l'aide de mesure de résistance en traction et de test de stabilité structurale.

Les mesures de résistance en traction ont montré que la teneur en argile n'influence pas ou peu le comportement mécanique des assemblages lâches, dans le domaine de teneur en argile exploré (de 10 et 20 %). Ceci s'explique par le mode d'organisation des limons par rapport à l'argile : juxtaposition des amas d'argile aux grains de limon qui ne confère à l'assemblage qu'une très faible cohésion. L'augmentation de la teneur en argile dans ce cas ne semble pas entraîner de cohésion supplémentaire. En revanche, les assemblages compacts développent une résistance en traction qui augmente avec la teneur en argile. L'arrangement, obtenu pour ce type d'assemblage, conduit à une cohésion, entre les différents constituants, plus importante que pour les assemblages lâches. L'argile, en enrobant les grains de limon et en formant des ponts entre eux, permet de créer des interactions assez fortes nécessitant des contraintes élevées pour les rompre. Plus la teneur en argile est élevée, plus l'épaisseur des parois reliant les grains de limon est importante, et plus les contraintes à exercer doivent être élevées pour atteindre la rupture.

L'étude de la stabilité structurale des assemblages fabriqués a mis en évidence deux phénomènes intervenant dans la désagrégation des assemblages étudiés : la porosité d'assemblage et la résistance mécanique.

- Pour les assemblages lâches, la porosité d'assemblage intervient fortement, en raison de son importance et de sa grande taille et conduit à leur désagrégation complète quand ils sont en présence d'eau. Cet effet apparaît moins fortement pour les assemblages compacts car la présence de ponts et l'enrobage des grains de limon réduit cette porosité et limite la désagrégation. En effet, la présence des ponts d'argile et l'enrobage des grains de limon par l'argile, limite la pénétration de l'eau à l'intérieur des agrégats. La désagrégation des assemblages, même si elle reste importante, n'apparaît alors qu'à un degré moindre par rapport aux assemblages lâches.

- La résistance mécanique des assemblages étudiés (10 et 20 %) est surtout liée au mode d'assemblage. Ceci apparaît de façon très claire, par la désagrégation moins importante observée, lors du test d'agitation à l'éthanol, pour les assemblages compacts. Ce phénomène est, par ailleurs, confirmé par les mesures de résistance en traction qui est plus élevée pour les assemblages compacts que pour les assemblages lâches. D'autre part, l'effet de la teneur en argile, tout comme pour les résistances en traction, n'apparaît que pour les assemblages compacts. En effet, lors de l'agitation mécanique dans l'éthanol, la présence de ponts d'argile en proportions et en dimensions plus élevées confère aux assemblages à forte teneur en argile

une cohésion plus importante et de ce fait une résistance à la désagrégation plus élevée que celle observée pour les assemblages à faible teneur.

Cette étude a clairement montré que la nature des relations entre squelette et phase argileuse peut avoir des conséquences différentes sur les propriétés physiques suivant la nature de ces propriétés. Ainsi, l'étude de la conductivité hydraulique à saturation a montré que les différences de mode d'assemblage limon-argile peuvent, à elles seules, entraîner des différences de comportement très importantes alors qu'elles sont très faibles pour les propriétés de rétention en eau. Par ailleurs, l'étude du comportement mécanique a montré que la teneur en argile et le mode d'assemblage intervenaient conjointement.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- Arya L.M. et Paris J.F., 1981.** A physicoempirical model to predict the soil moisture characteristic from particle-size distribution and bulk density data. *Soil Sci. Am. J.*, Vol 45, pp 1023-1030.
- Baize D., 1988.** Guide des analyses courantes en pédologie. INRA (Paris), 172p.
- Baize D. et Jabiol B., 1995.** Guide pour la description des sols. INRA (Paris), 368p.
- Bartoli F., Philippy R. and Burtin G., 1988.** Aggregation in soil with small amounts of swelling clays. I. Aggregate stability. *J. Soil Sci.*, Vol. 39, pp 539-616.
- Bartoli F., Philippy R., Doirisse M. et Niquet S., 1991b.** Structure and self-similarity in silty and sandy soils: the fractal approach. *J. Soil Sci.*, Vol. 42, pp 167-185.
- Bartoli F., Burtin G. and Guérif J., 1992.** Influence of organic matter on aggregate rich in gibbsite or in goethite. II. Clay dispersion, aggregate strength and water-stability. *Geoderma*, Vol. 54, pp 259-274.
- Bisdorn E.B.A. and Schoonderbeek D., 1983.** The characterisation of the shape of mineral grains in thin sections of soil by Quantimet and BESI. *Geoderma*, 30, pp 303-322.
- Bisdorn E.B.A., Nauta R. and Volbert B., 1983.** STEM-EDXRA and SEM-EDXRA investigation of iron coated organic matter in thin sections with transmitted, secondary and backscattered electrons. *Geoderma*, 30, pp 77-92.
- Bonfils P., Dupuis M., 1969.** Etude de la dispersion des colloïdes du sol à l'aide de vibrations ultra-sonores. *Bull. A.F.E.S n°1*, pp 13-22.
- Boiffin J., 1976.** Histoire hydrique et stabilité structurale de la terre. *Ann. Agron.*, 27 (4), pp 447-463.
- Bouma J., Jongerius A., Boersma O., Jager A. and Schoonderbeek D., 1977.** The fonction of different types of macropores during saturated flow through four swelling soil horizons. *Soil Sci. Soc. Am. J.*, Vol. 56, pp 945-950.
- Braudeau E., Bruand A., 1993.** Détermination de la courbe de retrait de la phase argileuse à partir de la courbe de retrait établie sur échantillon de sol non remanié. Application à une séquence de sols de Côte d'Ivoire. *C. R. Acad. Sci. Paris*, t. 316, II, pp 685-692.
- Braunack M.W., Hewitt J.S. and Dexter A.R., 1979.** Brittle fracture of soil aggregates and the compaction of aggregates beds. *J. Soil Sci.*, 30, pp 653-667.

Bresson L.M., 1981. Ion micromilling applied to the ultramicroscopic study of soils. *Soil Sci. Soc. Am. J.*, Vol 45, pp 568-573.

Brewer R., 1964. Fabric and mineral analysis. Wiley J. & sons. New York, pp 1-470.

Brewer R. and Pawluk S., 1975. Investigations of some soils developed in hummocks of the canadian sub-arctic and micromorphology. *Can. J. Soil Sci.*, Vol. 55, pp 301-319.

Brewer R., 1979. Relationships between particle size, fabric and other factors in some Australian soils. *Aust. J. Soil Res.*, vol. 17, pp 29-41.

Brindley G.W. et Brown G., 1980. Crystal structures of clay minerals and their X-ray identification. Brindley G.W. et Brown G. Ed., Mineralogical society, Mineral. Soc. Monograph (reprinted 1984) (London), 5, 495 p.

Bruand A., 1985. Contribution à l'étude de la dynamique de l'organisation de matériaux gonflants. Application à un matériau provenant d'un sol argilo-limoneux de l'Auxerrois. Thèse Doct. Univ. Paris VII, 219 p.

Bruand A. and Prost R., 1987. Effect of water content on the fabric of a soil material: an experimental approach. *J. Soil Sci.*, Vol 38, pp 461-472.

Bruand A. et Prost R., 1988. Analyse minéralogique quantitative d'un échantillon de sol: utilisation des données concernant la composition chimique de l'échantillon. *Agronomie*, 8 (1), pp 15-22.

Bruand A., Braudeau E. et Fritsch E., 1990. Evolution de la géométrie de l'espace poral des sols lors du passage du domaine ferrallitique au domaine ferrugineux et hydromorphe. Exemple du bassin de Booro Borotou (Côte d'Ivoire). In : Structure et fonctionnement hydro-pédologique d'un petit bassin versant de savane humide (Journées hydro-pédologique de l'ORSTOM, Montpellier, 1989). Equipe HYPERBAV Ed., Etudes et Thèses, ORSTOM (Paris), pp 137-145.

Bruand A., D'Acqui L.P., Nyamugafata P., Darthout R. and Ristori G.G., 1992. Analysis of porosity in a tilled "crusting soil" in Zimbabwe. *Geoderma*, 59, pp 235-248.

Bruand A. et Tessier D., 1996. Structure et porosité du sol. *Techniques agricoles*, 1140 (12-1996) (In press).

Bullock P., Feodoroff N., Jongerius A., Tursima T. et Stoops G., 1985. Handbook for soil thin section description. Prepared under the auspices of the International Society of Soil Science. Wayne research publications.

- Caillère S., Hénin S. et Rautureau M., 1982a.** Minéralogie des argiles. Structure et propriétés physico-chimiques (seconde édition). Actual. Sci. Agron., Masson et INRA (Paris), 8, 184p.
- Caillère S., Hénin S. et Rautureau M., 1982b.** Minéralogie des argiles. Classification et nomenclature (seconde édition). Actual. Sci. Agron., Masson et INRA (Paris), 9, 189p.
- Camara L., 1982.** Comportement hydrique et propriétés de gonflement macroscopique de mélanges d'argiles. Thèse Doct. Univ. Pierre et Marie Curie, Paris VI, 146 p.
- Cambier P. et Prost R., 1981.** Etude des associations argile-oxydes : organisation des constituants d'un matériau ferrallitique. Agronomie, 1 (9), pp 713-722.
- Chan, K.Y., 1989.** Friability of hardsetting soil under different tillage and land use practices. Soil Tillage Res., Vol. 13, pp 287-298.
- Chenu C. and Guérif J., 1991.** Mechanical strength of clay minerals as influenced by an absorbed polysaccharide. Soil Sci. Soc. Am. J., Vol. 55, pp 1076-1080.
- Chrétien J., 1971.** Essai de caractérisation des sables en tant que squelette minéral du sol. Ann. Agron., n° 22, Vol. 6, pp 615-654.
- Chrétien J., 1979.** Etude expérimentale de la porosité de mélanges sable-argile. Aspects micromorphologiques. Science du sol, 4, pp 333-353.
- Chrétien J., 1986.** Rôle du squelette dans l'organisation des sols. Conséquences sur les caractéristiques de l'espace poral des sols sur arènes et sur terrasses fluviales. Thèse Doct. Univ. de Dijon, 410 p.
- Coster M. et Chermant J.L., 1985.** Précis d'analyse d'images. In: Ed. Presses du CNRS, 1989, 545 p.
- Coulon E. and Bruand A., 1989.** Effects of compaction on the pore space geometry in sandy soils. Soil & Tillage Research, 15, pp 137-152.
- Crawford J.W., 1994.** The relationship between structure and the hydraulic conductivity of soil. European J. of Soil Sci., 41, pp 493-502.
- Curmi P., 1988.** Structure, espace poral du sol et fonctionnement hydrique. Analyse de quelques cas concrets. Science du sol, Vol. 26/3, pp 203-214.
- Daïan J.F., 1992.** From pore size distribution to moisture transport properties: particular problems for large pore size distribution, in drying 92, A.S. Mudjumdar ed., pp 263-282.

D'Acqui L.P., Bruand A. and Pagliai M., 1994. Study of soil porosity with mercury porosimetry and image analysis on backscattered electron scanning images (BESI). Application to tilled "crusting soil" in Zimbabwe. In: Soil Micromorphology. (Proceedings of the IX international working meeting on soil micromorphology, Townsville, Australia, July 1992). Ed., Ringrose-voase A.J. et Humphreys G.S., International Soc. of Soil Sci., pp 581-590.

De Léon Gonzalez F., 1991. Morphologie, propriétés physiques et conditions de formation des éléments structuraux de la couche labourée. Thèse Doct., Institut. Nat. Agron. Paris-Grignon, 141 p.

Derdour H., Angers D.A. et Laverdière M.R., 1993. Comportement mécanique d'un sol argileux. Effets de la taille des agrégats, de la teneur en eau et de la pression appliquée. Can. J. Soil Sci., pp 185- 190.

Derdour H., Angers D.A. et Laverdière M.R., 1993. Caractérisation de l'espace poral d'un sol argileux : effets de ses constituants et du travail du sol. Can. J. Soil Sci., Vol. 73, pp 299 307.

Dexter A.R., 1975. Uniaxial compression of ideal brittle tilths. Journal of Terramechanics, Vol. 12, n° 1, pp 3-14.

Dexter A.R., 1976. Internal structure of tilled soil. J. Soil Sci., 27, pp 267-278.

Dexter A.R. et Kroesbergen B., 1985. Methodology for determination of tensile strength of soil aggregates. J. Agric. Eng. Res., 31, pp 139-147.

Dexter A.R., Horn R. and Kemper W.D., 1988. Two mechanisms for age-hardening of soil. J. Soil Sci., 39, pp 1363-175.

Duplay J., 1982. Populations de monoparticules d'argiles. Analyse chimique par microsonde électrique. Thèse Doct. Univ. de Poitiers, 60 p.

Dutartre P., 1993. Horizons de surface de sols ferrugineux tropicaux cultivés d'Afrique de l'ouest (Burkina faso et Mali). Etude des microstructures par l'approche fractale. Thèse Doct. Univ. de Nancy I, 145 p.

Eswaran H. and Banos C., 1976. Related distribution patterns in soils and their significance. Anal. Edaf. Agrobio., Vol 35, pp 33-45.

Faure A., 1976. Influence de la phase argileuse sur la susceptibilité au tassement des sols. Bulletin A.F.E.S., n° 2, pp 121-130.

- Faure., 1981.** Réflexion sur le concept d'espace poral. *Science du sol.*, (2), pp 161-167.
- Fiès J.C., 1970.** Recherche de paramètres facilitant l'interprétation de l'analyse granulométrique en physique du sol. Influence de la surface spécifique des éléments du squelette sur la stabilité structurale. *Science du sol.*, (2), pp 27-37.
- Fiès J.C., 1971.** Recherche d'une interprétation texturale de la porosité des sols. *Ann. Agron.*, 22 (6), pp 655-685.
- Fiès J.C., Hénin S et Monnier G., 1972.** Etude de quelques lois régissant la porosité de matériaux meubles. *Ann. Agron.*, 23 (6), pp 621-653.
- Fiès J.C. et Stengel P., 1981.** Densité texturale de sols naturels. I. - Méthode de mesure. *Agronomie*, 1 (8), pp 651-658.
- Fiès J.C. et Stengel P., 1981.** Densité texturale de sols naturels. II - Elément d'interprétation. *Agronomie*, 1 (8), pp 659-666.
- Fiès J.C. et Zimmer D., 1982.** Etude expérimentale de modifications de l'assemblage textural d'un matériau sablo-argileux sous l'effet de la pression. *Bull. GFHN*, Vol. 12, pp 39-54.
- Fiès J.C. et Stengel P., 1984.** Relation entre la constitution granulométrique et minéralogique et les caractéristiques de l'espace poral des sols. In : livre jubilaire du cinquantenaire, A.F.E.S. (1934-1984), pp 235-240.
- Fiès J.C., 1984.** Analyse de la répartition du volume des pores dans les assemblages argile-squelette : comparaison entre un modèle d'espace poral textural et les données fournies par la porosimétrie au mercure. *Agronomie*, 4 (9), pp 891-899.
- Fiès J.C. and Bruand A., 1990.** Textural porosity analysis of a silty clay soil using pore volume balance estimation, mercury porosimetry and quantified backscattered electron scanning image (BESI). *Geoderma*, 47, pp 209-219.
- Fiès J.C., 1992.** Analysis of soil textural porosity relative to skeleton particle size, using mercury porosimetry. *Soil Sci. Am. J.*, Vol. 56, pp 1062-1067.
- Fitzpatrick E.A. and Gudmundsson T., 1978.** The impregnation of wet peat for the production of thin sections. *J. Soil Sci*, Vol. 29, n°2, pp 585-587.
- Gal M., Lynn. D. Whittig et Ben A. Faber, 1990.** Influence of clay on water movement in coarse-textured soils. *Clays and Clay Minerals*, Vol. 38, n°. 2, pp 144-150.

Gautronneau Y. et Manichon H., 1987. Guide méthodique du profil cultural. CEREF, GEARA, 71 p.

Gras R., 1988. Physique du sol pour l'aménagement. Ed. Masson, Paris, 587p.

Greene-Kelly R., 1973. The preparation of clay soils for determination of structure. J. Soil Sci, Vol. 24, n° 3 , pp 277-283.

Grimaldi M., 1986. Modifications structurales d'un matériau limoneux soumis à un compactage dynamique. Science du sol, n°3, Vol 24, pp 269-284.

Guérif J., 1982. Compactage d'un massif d'agrégats : effet de la teneur en eau et de la pression appliquée. Agronomie, 2,(3) pp 287-294.

Guérif J., 1984. The influence of water-content gradient and structure anisotropy on soil compressibility. J. agric. Engng Res., 29, pp 367-374.

Guérif J., 1988a. Détermination de la résistance en traction des agrégats terreux : revue bibliographique et mise au point technique. Agronomie, 8 (4), pp 281-288.

Guérif J., 1988b. Résistance en traction des agrégats terreux : influence de la texture, de la matière organique et de la teneur en eau. Agronomie, 8 (5), pp 379-386.

Guérif J. 1990. Factors influencing compaction including increases in soil strength. Soil & Tillage Research, 16, pp 167-178.

Guérif J., 1991. Effects of compaction on soil strength parameters. In: Soans B.D. and van Ouwerkerk (Editors), Soil Compaction in Crop Production. Elsevier, Amsterdam.

Gupta S.C. et Larson W.E., 1979. A model for predicting packing density of soils using particle size distribution. Soil Sci. Soc. Amer. J., Vol. 43, pp 758-764.

Hallaire V., 1991. Une méthode d'analyse bidimensionnelle du retrait d'échantillons naturels de sol. Science du Sol, Vol. 29, n° 2, pp 147-158.

Hallaire V. et Cointepas J.P., 1993. Caractérisation de la macroporosité d'un sol de verger par analyse d'image. Agronomie, Vol. 13, pp 155-164.

Hardy M., 1992. X-ray diffraction measurement of the quartz content of clay and silt fractions in soils. Clay Minerals, Vol. 27, pp 47-55.

Hardy M., Elsass F. et Robert M., 1988. Minéralogie et texture des argiles. In : Rapport final contrat CEE DG VI "Dégradation de la structure du sol par la pluie et le compactage ;

Analyse des processus de régénération ; Influence de la nature et des propriétés de l'argile et des ciments".

Hartmann C., 1991. Evolution et comportement de sols sablo-argileux ferrallitiques sous culture de palmier à huile. Cas de la plantation R. Michaux à Dabou (Côte d'Ivoire). Thèse Doct. Univ. Pierre et Marie Curie, Paris VI, 201 p.

Haverkamp R. et Parlange J.Y., 1986. Predicting the water-retention curve from particle size distribution: I. Sandy soils without organic matter. *Soil Sci.*, 142, n° 6, pp 325-339.

Haynes R.J. (1993). Effect of simple pretreatment on aggregate stability measured by wet sieving or turbidimetry on soils of different cropping history. *J. Soil Sci.*, Vol. 44, pp 261-270.

Hendricks S.B. et Dyal R.S., 1950. Total surface of clays in polar liquids as characteristic index. *Soil Sci.* Vol. 69, n° 6, pp 421-432.

Hénin S. et Monnier G., 1956. Evaluation de la stabilité de structure du sol. VI^e Congrès International de la Science du sol. Paris 1956. Vol. B, Commissions I et II.

Hénin S., Gras R. et Monnier G., 1969. Le profil cultural. Masson et Cie Editeurs, 332 p

Hénin S., Fiès J.C. et Monnier G., 1970. Etude théorique de la porosité des matériaux meubles en fonction de leur composition granulométrique. *C.R. Acad. Sci. Paris*, 271 : 1960-1963.

Horton R., Ankeny M.D., and Allmaras R.R., 1994. Effect of compaction on soil hydraulic properties. In: *Soil Compaction in Crop Production*. B.D. Soane and C. van Ouwerkerk (Eds) 1994 Elsevier Science B.V. pp 141-165.

Jongierius A. and Bisdom E.B.A., 1981. Porosity measurements using the quantimet 720 on backscattered electron scanning images of thin sections of soils.

Juang C.H., Asce A.M. and Holtz R.D., 1986b. Fabric, pore size distribution, and permeability of sandy soils. *J. of Geotech. Engin.*, Vol. 112, n° 9, pp 855-868.

Kheyrabi D., 1966. Influence de la composition granulométrique des sols sur leur stabilité structurale. Thèse de Docteur-Ingénieur. Paris.

Kheyrabi D. et Monnier G., 1968. Etude expérimentale de l'influence de la composition granulométrique des terres sur leur stabilité structurale. *Ann. agron.*, 19 (2), pp 129-152.

Knox E.G. 1957. Fragipan horizons in New York soils: III - The basis of rigidity. *Soil Sci. Soc. Amer. Proc.*, Vol. 21, pp 326-330.

Lamotte M., 1993. Les sols sableux à forte cohésion des zones tropicales arides. Etude du Hardé Lagadgé au nord-Cameroun. Thèse Doct. Univ. Pierre et Marie Curie, Paris VI, 315 p.

Lapierre C., Leroueil S. and Locat J., 1990. Mercury intrusion and permeability of Louiseville clay. *Can. Geotech. J.* 27, pp 761-773.

Larray J., 1981. Recherche d'une méthode de dosage quantitatif des kaolinites et des illites par diffraction X. Thèse Doct. Univ. Pierre et Marie Curie, Paris VI, 106 p.

Lassausse C., 1991. Organisation et comportement physico-hydrrique comparés de deux sols à structure micro agrégée de l'Aubrac (Massif Central, France) : Sols andiques et sols bruns acides. Thèse Doct. Univ. Pierre et Marie Curie, Paris VI, 190 p.

Lawrence G.P., 1977. Measurement of pore sizes in fine textured soils: A review of existing techniques. *J. Soil Sci.* Vol. 28, pp 527-540.

Lawrence G.P., 1978. Stability of soil pores during mercury intrusion porosimetry. *J. Soil Sci.*, Vol. 29, pp 299-304.

Le Bissonnais Y., 1988. Analyse des mécanismes de désagrégation et de la mobilisation des particules de terre sous l'action des pluies. Thèse Doct. Univ. d'Orléans, 179 p.

Le Bissonnais Y., 1989. Analyse des processus de microfissuration des agrégats à l'humectation. *Science du Sol*, Vol. 27, 2, pp, 187-199.

Le Bissonnais Y., Le Souder C., 1995. Mesurer la stabilité structurale des sols pour évaluer leur sensibilité à la battance et à l'érosion. In : *Etude et gestion des sols*, 2, 1, pp 43-56.

Levitz P. and Tchoubar D., 1992. Disordered porous solids: from chord distributions to small angle scattering. *J. Phys. I France*, Vol. 2, pp 771-790.

Manichon H., 1982. Influence des systèmes de culture sur le profil cultural : Elaboration d'une méthode de diagnostic basée sur l'observation morphologique. Thèse Docteur Ingénieur, Institut. Nat. Agron. Paris-Grignon, 145 p.

McBratney A.B. and Moran C.J., 1990. A rapid method for analysis of soil macropore structure. II. Stereological model, statistical analysis, and interpretation. *Soil Sci. Soc. Am. J.* Vol. 54, pp 509-515.

McKeague J.A. and Wang C., 1980. Micromorphology and energy dispersive analysis of ortstein horizons of podzolic soils from New Brunswick and Nova Scotia, Canada. *Can. J. Soil Sci.*, Vol. 60, pp 9-21.

- Mehra O. et Jackson M.L., 1960.** Iron-oxide removal from soils and clays by a dithionite-citrate system buffered with sodium bicarbonate. *Clays Clay Miner.*, Vol. 7, pp 317-327.
- Mering J. and Tchoubar D., 1966.** Diffusion centrale des rayons X par des systèmes concentrés. *C. R. Acad. Sci. Paris*, t. 262, pp 1703-1708.
- Miedema R., Pape Th. et van de Waal G.J., 1974.** A method to impregnate wet soil samples, producing high-quality thin sections. *Neth. J. Agric. Sci.* Vol. 22, pp 37-39.
- Monnier G., 1965.** Actions des matières organiques sur la stabilité structurale des sols. Thèse Paris. 140 p.
- Monnier G., Stengel P. et Fiès J.C., 1973.** Une méthode de mesure de la densité apparente de petits agglomérats terreux. Application à l'analyse des systèmes de porosité du sol. *Ann. agron.*, 24 (5), pp 533-545.
- Monnier G. et Stengel P., 1976.** Rôle des propriétés d'origine texturale dans les processus d'organisation structurale des sols. Extrait de "Science du sol - Bulletin de l'A.F.E.S.", n° 2 pp 131-138.
- Monnier G., 1984.** Recherches sur la stabilité structurale. In : Livre jubilaire du cinquantenaire de l'A.F.E.S. Ed. A.F.E.S.
- Moran C.J., McBratney A.B. and Koppi A.J., 1989.** A rapid method for analysis of soil macropore structure. I. Specimen preparation and digital binary image production. *Soil Sci. Soc. Am. J.* Vol. 53, pp 921-928.
- Mullins C.E. and Panayiotopoulos K.P., 1984.** The strength of unsaturated mixtures of sand and kaolin and the concept of effective stress. *J. Soil Sci.*, Vol. 35, pp 459-468.
- Murphy C.P., Bullock P. and Turner H., 1977.** The measurement and characterisation of voids in soil thin sections by image analysis. Part I. Principles and techniques. *J. Soil Sci.*, Vol. 28, pp 498-508.
- Murphy C.P. and Banfield C.F., 1978.** Pore space variability in a sub-surface horizon of two soils. *J. Soil Sci.*, Vol. 29, n°2, pp 156-166.
- Murphy C.P., 1982.** A comparative study of three methods of water removal prior to resin impregnation of two soils. *J. Soil Sci.*, Vol. 35, pp 481-495.
- Murphy C.P., 1983.** Point counting pores and illuvial clay in thin sections. *Geoderma*, 31, pp 133-150.

Murphy C.P. and Kemp R.A., 1984. The over estimation of clay and the under estimation of pores in soil thin sections. *J. Soil Sci*, Vol. 33, pp 719-735.

Murphy C.P., McKeague J.A., Bresson L.M., Bullock P., Kooistra M.J., Miedema R. and Stoops G., 1985. Description of soil thin sections: An international comparison. *Geoderma*, 35, pp 15-37.

Neimark A.V., 1989. Multiscale percolation systems. *Sov. Phys. JETP*. Vol. 69, n°4, pp 786-791.

Pagliai M., La Marca M. and Lucamante G., 1983. Micromorphometric and micromorphological investigations of clay loam soil in viticulture under zero conventional tillage. *J. Soil Sci*. Vol. 34, pp 391-403.

Pawloski G.A., 1985. Quantitative determination of mineral content of geological samples by X-ray diffraction. *Amer. Miner.*, Vol. 70, pp 663-667.

Payton R.W., 1983. The micromorphology of some fragipans and related horizons in British soils with particular reference to their consistence characteristics. In: *Soil micromorphology*. (Proceeding 6th international working meeting on soil micromorphology, London, 1981). Bullock P. et Murphy C.P. Ed., Academic publishers (Berkhamsted, G.B.), Vol. 1, pp 317-335.

Payton R.W., 1993. Fragipan formation in argillic brown earths (Fragiudalfs) of the milfield plain, north-east England. III. Micromorphological, SEM and EDXRA studies of fragipan degradation and the development of glossic features. *J. Soil Sci*, Vol. 44, pp 725-739.

Pearson M.J., 1978. Quantitative clay mineralogical analyses from the bulk chemistry of sedimentary rocks. *Clays and Clay Minerals*, Vol. 26, n° 6, pp 423-433.

Pédro G. et Tessier D., 1983. Importance de la prise en compte des paramètres texturaux dans la caractérisation des argiles. 5th Meeting of the european clay groups, Charles Univ., Prague, pp 417-428.

Perfect E. et Kay B.D., 1991. Fractal theory applied to soil aggregation. *Soil Sci. Soc. Amir. J.*, 55, pp 1552-1558.

Perrier E., 1994. Structure géométrique et fonctionnement hydrique des sols. Simulation exploratoire. Thèse Doct. Univ. Pierre et Marie Curie, Paris VI, 243 p.

- Pons C.H. et Tchoubar D., 1982.** Mécanisme de dispersion des argiles dans l'eau. Organisation des feuilletés dans les suspensions concentrées. Quelques aspects de l'état de l'eau. *Agronomie*, 2 (10), pp 939-946.
- Pons C.H., Rousseaux F. et Tchoubar D., 1982.** Utilisation du rayonnement synchrotron en diffusion aux petits angles pour l'étude du gonflement des smectites : I. Etude du système eau-montmorillonite-Na en fonction de la température. *Clay minerals*, 16, pp 23-42.
- Pons C.H., Rousseaux F. et Tchoubar D., 1982.** Utilisation du rayonnement synchrotron en diffusion aux petits angles pour l'étude du gonflement des smectites : II. Etude de différents systèmes eau-smectites en fonction de la température. *Clay minerals*, 17, pp 327-338.
- Prost R., 1984.** Etude de la conductivité hydraulique des pâtes de kaolinite en fonction de l'enthalpie libre ΔG du système argile-eau. *Agronomie*, 4 (1), pp 00-00.
- Pye K. et Krinsley D.H., 1984.** Petrographic examination of sedimentary rocks in the SEM using backscattered electron detectors. *J. Sedimentary petrology*, Vol. 54, n° 3, pp 877-888.
- Rasiah V., Kay B.D. and Martin T., 1992.** Variation of structural stability with water content: Influence of selected soil properties. *Soil Sci. Soc. Am. J.*, Vol. 56, pp 1604-1609.
- Rawls W.J., Brankensiek D.L. and Saxton K.E., 1982.** Estimation of soil water properties *Trans. ASAE*, Vol. 19: pp 1316-1320, 1328.
- Richards L.A., 1953.** Modulus of rupture as an index of crusting of soil. *Soil Sci. Proceeding*, pp 321-323.
- Rieu M. and Sposito G., 1991.** Fractal fragmentation, soil porosity, and soil water properties: I. Theory. *Soil Sci. Soc. Am. J.*, Vol. 55, pp 1231-1238.
- Rieu M. et Sposito G., 1991.** Fractal fragmentation, soil porosity, and soil water properties. II. Application. *Soil Sci. Soc. Am. J.*, 55, pp 1239-1244.
- Ringrose-Voase A.J. and Bullock P., 1984.** The automatic recognition and measurement of soil pore types by image analysis and computer programs. *J. Soil Sci.*, Vol. 35, pp 673-684.
- Ringrose-Voase A.J., 1991.** Micromorphology of soil structure: Description, quantification, Application. *J. Soil Res.*, 29, pp 777-813.
- Robert M. et Tessier D., 1974.** Méthode de préparation des argiles des sols pour des études minéralogiques. *Ann. agron.*, 25 (6), pp 859-882.

Robert M., 1975. Principes de détermination qualitative des minéraux argileux à l'aide des rayons X. *Ann. agron.*, 26 (4), pp 363-399.

Rogowsky A.S., Moldenhauer W.C. and Kirkham Don., 1968. Rupture parameters of soil aggregates. *Soil Sci. Amer. Proc.*, Vol. 32, pp 720-724.

Russell E.W., 1971. Soil structure: Its maintenance and improvement. *J. Soil Sci.*, Vol. 22, n° 2, pp 137-151.

Safar T., Bruand A. et Prost R., 1992. Evolution structurale de la tranchée de drainage en sol argileux: Importance de la nature minéralogique de l'argile. *Science du sol*, Vol. 30, pp 185-192.

Sala G.H. et Tessier T., 1994. Rétention de l'eau par les matériaux argileux : signification et prévision. *C.R. Acad. Sci.*, t. 318, série II, pp 381-388.

Schuh W.M., Cline R.L. and Sweeney M.D., 1988. Comparison of a laboratory procedure and a textural model for predicting in situ soil water retention. *Soil Sci. Soc. Am. J.*, Vol. 52, pp 1218-1227.

Scott S.W. et Wheatcraft S.W., 1989. Application of fractal mathematics to soil water retention estimation. *Soil Sci. Soc. Am. J.*, 53, 4, pp 987-996.

Scott S.W. et Wheatcraft S.W., 1992. Fractal scaling of soil particule size distribution: Analysis and limitations. *Soil Sci. Soc. Am. J.*, 56, pp 362-369.

Serra J., 1982. Image analysis and mathematical morphology. Academic Press London, p. 329.

Singer M.J., Southard R.J., Warrington D.N. and Janitzky P. 1992. Stability of synthetic sand-clay aggregates after wetting and drying cycles. *Soil Sci. Soc. Am. J.*, Vol. 56, pp 1843-1848.

Snyder V.A. and Miller R.D., 1985. A pneumatic fracture method for measuring the tensile strength of unsaturated soils. *Soil Sci. Soc. Am. J.*, Vol. 49, pp 1369-1374.

Soane B.D., 1990. The role of organic matter in soil compactibility: a review of some practice aspects. *Soil & Tillage Research*, 16, pp 179-201.

Souty N., 1978. Première contribution à l'étude des propriétés physiques et mécaniques particulières de sols calcaires. *Ann. agron.*, 29 (5), pp 421-438.

- Spivey L.D., Busscher W.J. and Campbell R.B., 1986.** The effect of texture on strength of southeastern coastal plain soils. *Soil & Tillage Research*, 6, pp 351-363.
- Stengel P., 1979.** Utilisation de l'analyse des systèmes de porosité pour la caractérisation de l'état physique du sol in situ. *Ann. agron.*, 30 (1), pp 27-51.
- Stengel P. 1990.** Caractérisation de l'état structural du sol. Objectifs et méthodes. In : *La structure du sol et son évolution : conséquences agronomiques, maîtrise par l'agriculture.* (Les colloques de l'INRA, n°53, Laon, 1990). Boiffin J. et Marin-Laflèche A. Ed., INRA, Paris, 1990. pp 15-36.
- Stoops G., 1974.** Optical and electron microscopy. A comparison of their principles and their use in micropedology.
- Stoops G. et Jongerius A., 1975.** Proposal for micromorphological classification of soil materials. I. Classification of the related distribution and coarse particles. *Geoderma*, Vol. 13, pp 189-199.
- Tessier D. et Pédro G., 1976.** Les modalités de l'organisation des particules dans les matériaux argileux. Evolution des principales argiles au cours du phénomène de retrait. *Science du Sol.* n°2, pp 85-99.
- Tessier D. 1978a.** Technique d'étude de l'orientation des particules argileuses utilisable sur des échantillons secs ou humides. *Ann. Agro.* Vol. 29, (4), pp 319-355.
- Tessier D. et Berrier J., 1979.** Utilisation de la microscopie électronique à balayage dans l'étude des sols. Observation de sols humides soumis à différents pF. *Bulletin A.F.E.S.*, 1, pp 67-82.
- Tessier D. et Pédro G., 1984.** Recherche sur le rôle des minéraux argileux dans l'organisation et le comportement des sols. In : *Livre jubilaire du cinquantenaire, A.F.E.S. (1934-1984)*, pp 223-234.
- Tessier D., 1984.** Etude expérimentale de l'organisation des matériaux argileux. Hydratation, gonflement et structuration au cours de la dessiccation et de la réhumectation. Thèse de l'Université de Paris.
- Vachier P., Cambier P. et Prost R., 1979.** Structure d'un milieu poreux. *Ann. agron.*, 30 (3), pp 247-263.
- Vachier P., 1980.** Identification des phénomènes intervenant lors du transport de solutés en solution aqueuse dans le milieu crayeux. *Ann. agron.*, 31, pp 19-32.

- Van Oort F. 1984.** Géométrie de l'espace poral, comportement hydrique et pédogénèse. Application à des sols sous prairie et alpage, issus de l'altération des calcschistes sédimentaires en moyenne et haute montagne, Alpes du nord (Beaufortain). Thèse Doct., INA Paris, 271p.
- Vermeul V.R., Istok J.D., Flint A.L. and Pikul J.L., 1993.** An improved method for quantifying soil macroporosity. *Soil Sci. Soc. Am. J.*, Vol 57, pp 809-816.
- Vogel H.L. and Babel U., 1994.** Experimental relationship between the morphological pore-size distribution and the soil water-retention characteristic. In: *Soil micromorphology*. (Proceeding of the IX international working meeting on soil micromorphology, Townsville, Australia, July 1992). Ed., Ringrose-voase A.J. et Humphreys G.S., International Soc. of soil Sci., pp 591-600.
- Vomocil J.A., Waldron L.J. and Chancellor W.J., 1961.** Soil tensile strenght by centrifugation. *Soil Sci. Soc. Am. Proc.*, 25, pp 176-180.
- Wang C., Nowland J.L. and Kodama H., 1974.** Properties of two fragipan soils in Nova-Scotia including scanning electron micrographs. *Can. J. Soil Sci.*, Vol. 54, pp 159-170.
- Wang C., McKeague J.A. and Switzer-howse K.D., 1985.** Saturated hydraulic conductivity as an indicator of structural degradation in clayey soils of Ottawa area, Canada. *Soil & Tillage Research*, 5, pp 19-31.
- Wilson K.G., 1971.** Renormalisation group and critical phenomena. *Phys. Rev. B*, Vol. 4, n° 9, pp 3174-3183.
- Wu L., Vomocil J.A. and Childs W., 1990.** Pore size, particle size, aggregate size, and water retention. *Soil Sci. Soc. Am. J.*, Vol. 54, pp 952-956.
- Xu K. 1995.** Structures multiéchelles modèles pour la description des matériaux poreux et l'estimation de leurs propriétés de transport. Thèse de l'Université Joseph Fournier-Grenoble I.
- Yassoglou N.J. et Whiteside E.P., 1960.** Morphology and genesis of some soils containing fragipans northern Michigan. *Soil Sci. Soc. Amer. Proc.*, Vol. 24, pp 396-404.
- Young I.M. et Crawford J.W., 1991.** The fractal structure of soil aggregation measurement and interpretation. *J. of soil Sci.*, Vol. 42, pp 187-192.

ANNEXES

Annexe 1 : Résultats de mesure des densités apparentes (d_a) et du volume poral total (V_p) (cm^3/g)

Type d'assemblage	L-100		L-50		C-ND		C-D	
Teneur en argile (%)	d_a	V_p	d_a	V_p	d_a	V_p	d_a	V_p
5	1,492	0,293	1,518	0,281	1,564	0,262	1,557	0,265
10	1,468	0,304	1,500	0,289	1,575	0,258	1,606	0,245
15	1,462	0,307	1,496	0,291	1,604	0,246	1,624	0,238
20	1,539	0,272	1,557	0,265	1,660	0,225	1,700	0,211
40	1,644	0,231	1,658	0,226	1,716	0,205	1,833	0,186

Annexe 2.a : Nombre et pourcentage et surface et pourcentage des pores par classe de forme (assemblages L-100).

Teneur en argile (%)	classe	Nombre et pourcentage			Surface et pourcentage		
		moyenne	écart type	%	moyenne	écart type	%
5	1-2	69	7,6	75	15989	11309	42
	2-5	16	5,0	18	8636	11022	23
	>5	7	3,4	8	13023	15159	35
	total	92	11,7	100	37649	1721	100
10	1-2	85	13,4	78	35318	3603	90
	2-5	17	3,9	16	1096	808	3
	>5	7	3,0	6	2643	2086	7
	total	109	16,2	100	39058	2379	100
15	1-2	120	22,9	74	1527	358	4
	2-5	30	11,1	18	4008	1337	11
	>5	12	4,1	8	29334	3365	84
	total	162	33,7	100	34869	2286	100
20	1-2	152	21,6	74	21148	7399	65
	2-5	39	11,0	19	2999	2364	9
	>5	13	5,1	6	8535	6575	26
	total	204	29,1	100	32682	1944	100
40	1-2	237	40,1	77	20077	4568	72
	2-5	51	9,9	17	4850	3275	17
	>5	19	3,2	6	3071	2639	11
	total	307	48,6	100	27998	2305	100

Annexe 2.b : Nombre et pourcentage et surface et pourcentage de pores par classe de forme (assemblages L-50)

Teneur en argile (%)	classe	Nombre et pourcentage			Surface et pourcentage		
		moyenne	écart type	%	moyenne	écart type	%
5	1-2	109	17,7	70	13309	10237	32
	2-5	31	13,6	20	7480	5810	18
	>5	15	8,7	10	20972	16483	50
	total	155	35,3	100	41761	4057	100
10	1-2	134	18,6	72	22165	8248	54
	2-5	38	11,3	20	9346	5589	23
	>5	15	3,9	8	9898	9414	24
	total	187	31,1	100	41409	3559	100
15	1-2	165	30,1	74	2340	578	7
	2-5	42	17,0	19	7062	2724	21
	>5	16	2,5	7	24333	5738	72
	total	223	42,6	100	33734	3209	100
20	1-2	146	23,8	76	1686	425	5
	2-5	33	6,7	17	4645	1981	13
	>5	13	3,7	7	28388	3641	82
	total	192	27,0	100	34718	1774	100
40	1-2	232	35,8	71	2574	448	9
	2-5	75	4,9	23	7821	1054	28
	>5	23	4,0	7	17667	3161	63
	total	329	41,3	100	28062	2650	100

Annexe 2.c : Nombre et pourcentage et surface et pourcentage de pores par classe de forme (assemblages C-ND).

Teneur en argile (%)	classe	Nombre et pourcentage			Surface et pourcentage		
		moyenne	écart type	%	moyenne	écart type	%
5	1-2	125	19,2	64	20960	3561	62
	2-5	39	8,9	20	6359	1705	19
	>5	31	42,7	16	3937	1911	12
	total	195	60,6	100	29667	5843	100
10	1-2	154	13,9	72	23237	2667	68
	2-5	43	7,2	20	6218	2879	18
	>5	17	2,9	8	4946	2023	14
	total	214	20,8	100	34401	1577	100
15	1-2	198	31,2	75	21441	2170	66
	2-5	52	8,8	20	7675	1874	24
	>5	15	4,1	6	3485	1904	15
	total	265	36,6	100	32602	1813	104
20	1-2	264	37,4	76	20187	3262	64
	2-5	64	11,3	18	7022	3731	22
	>5	19	3,7	6	4166	4313	13
	total	348	43,6	100	31375	2511	100
40	1-2	288	33,4	72	15482	2416	72
	2-5	82	13,8	21	3982	1826	19
	>5	28	3,8	7	1949	1095	9
	total	398	36,3	100	21413	1304	100

Annexe 2.d : Nombre et pourcentage et surface et pourcentage de pores par classe de forme (assemblages C-D).

Teneur en argile (%)	classe	Nombre et pourcentage			Surface et pourcentage		
		moyenne	écart type	%	moyenne	écart type	%
5	1-2	92	14,8	64	1473	721	4
	2-5	35	7,7	24	4738	1553	14
	>5	16	2,3	11	27222	2857	81
	total	143	21,1	100	33433	1237	100
10	1-2	163	17,5	72	4337	645	13
	2-5	51	6,0	22	12406	2199	38
	>5	13	2,9	6	15866	3234	49
	total	226	15,4	100	32609	1416	100
15	1-2	242	31,2	75	3646	886	12
	2-5	63	10,7	20	11256	1936	38
	>5	16	1,9	5	14681	4423	50
	total	321	39,1	100	29583	3423	100
20	1-2	321	21,3	77	5847	2710	18
	2-5	81	11,9	19	15157	2160	47
	>5	15	2,8	4	11422	5133	35
	total	417	24,9	100	32425	7143	100
40	1-2	338	40,9	69	2749	365	11
	2-5	121	14,6	25	8715	2249	36
	>5	31	9,5	6	12631	3707	52
	total	490	46,2	100	24094	1805	100

LISTE DES FIGURES

- Figure 1 : Organisation des constituants du sol à différents niveaux (Bruand et Tessier, 1996)
- Figure 2 : Distribution des pentes des courbes cumulatives d'entrée de mercure en fonction du diamètre d'entrée (mélanges après dessiccation) (Stengel et Fiès, 1984)
- Figure 3 : Typologie des microstructures des sols basée sur la distribution spatiale relative des constituants grossiers et fins (Stoops et Jongerius, 1975)
- Figure 4 : Schéma représentant la partition du système poral en deux ensembles de pores d'origines différentes (pores structuraux et pores texturaux) (Stengel, 1990)
- Figure 5 : Variation de la densité texturale à l'état sec (γ_{dd}^T) avec la teneur en argile (a : échantillon remanié ; b : échantillon naturel) (Stengel, 1979)
- Figure 6 : Variation théorique du volume solide de particules encombrant un volume unitaire (a : loi de non interaction ; b : loi d'interaction simple) (Fiès et al., 1972)
- Figure 7 : Influence de la teneur en argile sur la stabilité structurale en l'absence de matières organiques : rôle du squelette limono-sableux (Kheyrabi et Monnier, 1968)
- Figure 8 : Relation entre la résistance en traction moyenne et la teneur en argile des échantillons de sol naturels (Guérif, 1990)
- Figure 9 : Relation entre la résistance en traction texturale et la porosité d'assemblage (lacunaire) déterminée par intrusion de mercure (Guérif, 1988b)
- Figure 10 : Conductivité hydraulique (K_s en mm/h) de deux sols remaniés à différentes teneurs en argile, sable et limon (Gal et al., 1990)

CHAPITRE I

Figure I.1 : Schéma récapitulatif des étapes de séparation des fraction argile et limon.

CHAPITRE II

- Figure II.1 : Courbe granulométrique cumulée et dérivée de la fraction argile $< 2 \mu\text{m}$ (moyenne de trois répétitions)
- Figure II.2 : Diffractogramme RX, fraction argile sous la forme de poudre ($K\alpha$ Co).
- Figure II.3 : Diffractogramme RX, dépôt orienté d'argile ($K\alpha$ Co)
- Figure II.4 : Courbe de perte de masse de la fraction $< 2 \mu\text{m}$ décarbonaté en fonction de la température (courbe cumulée, ---- courbe dérivée).
- Figure II.5 : Histogramme de distribution des proportions des minéraux argileux.

CHAPITRE III

- Figure III.1 : Courbes granulométriques cumulée et dérivée de la fraction limon 10-50 μm .
- Figure III.2 : Diffractogramme RX obtenu avec la fraction limon 10-50 μm sous forme de poudre.

CHAPITRE IV

Figure IV.1 : Illustration schématique des types d'assemblage fabriqués.

a : Assemblages à faible cohésion argile-limon (lâche).

b : Assemblages à forte cohésion argile-limon (compact).

Figure IV.2 : Courbes granulométriques cumulée et dérivée obtenues pour la poudre d'argile à l'état sec (a : < 100 μm et b : < 50 μm)

CHAPITRE VI

Figure VI.1 : Schéma montrant que la représentation de l'espace poral sous la forme de pores cylindriques conduit à privilégier le rôle des diamètres de "constriction" (VACHIER et al., 1979).

Figure VI.2 : Schéma représentant la façon dont est définie une classe de pores, son volume poral et le rayon de constriction modal correspondant (BRUAND, 1985).

Figure VI.3 : Processus de changement d'échelle dans 2D (Wilson, 1971).

Figure VI.4 : Superposition de classe 1 \rightarrow classe 2 \rightarrow classe 3 pour construire un réseau multiéchelles (Xu, 1995).

Figure VI.5 : Un exemple de changement d'échelle pour la classe 3, superposée ensuite sur la classe 2 (Xu, 1995).

Figure VI.6 : Variation du volume poral total (V_p) mesuré par la méthode au pétrole en fonction de la teneur en argile et du mode d'assemblage.

Figure VI.7 : Courbes d'intrusion de mercure dans la fraction argile (a : courbes cumulative et dérivée, b : courbe dérivée agrandie illustrant le début d'entrée de mercure dans la porosité propre à l'organisation de l'argile).

Figure VI.8 : Variation des courbes cumulative et dérivée d'intrusion de mercure dans un assemblage de la fraction limon (10-50 μm), en fonction du diamètre de pore équivalent.

Figure VI.9 : Variation du volume poral cumulé obtenu par intrusion de mercure en fonction du diamètre de pore équivalent et de la teneur en argile (a : assemblage L-100, b : assemblages L-50).

Figure VI.10 : Distribution de la porosité obtenue en porosimétrie par intrusion de mercure en fonction du diamètre de pore équivalent (a : assemblages L-100-10 et -20, b : assemblages L-50-10 et -20).

Figure VI.11 : Variation du volume poral cumulé obtenu par intrusion de mercure en fonction du diamètre de pore équivalent et de la teneur en argile (a : assemblages C-ND, b : assemblages C-D).

Figure VI.12 : Distribution de la porosité obtenue en porosimétrie par intrusion de mercure en fonction du diamètre de pore équivalent (a : assemblages C-ND-10 et -20, b : assemblages C-D-10 et -20).

Figure VI.13 : Porosité cumulée déterminée en porosimétrie par intrusion de mercure et corrigée par le modèle (a : L-50-10, b : L-50-20).

Figure VI.14 : Porosité cumulée déterminée en porosimétrie par intrusion de mercure et corrigée par le modèle (a : C-D-10, b : C-D-20).

Figure VI.15 : Distribution de la porosité obtenue en porosimétrie par intrusion de mercure et corrigée par le modèle (a : L-50-10, b : L-50-20).

Figure VI. 16 : Distribution de la porosité obtenue en porosimétrie par intrusion de mercure et corrigée par le modèle (a : C-D-10, b : C-D-20).

CHAPITRE VII

Figure VII.1 : Procédure d'échantillonnage : découpage de la lame mince à partir d'un bloc imprégné et division de la lame mince en neuf séquences de travail.

Figure VII.2 : Fonction de transfert permettant la restitution d'une image en 256 niveaux de gris.

Figure VII.3 : Histogramme de niveau de gris d'une image après recadrage dynamique.

Figure VII.4 : Profil des niveaux de gris : coupe transversale de l'image.

Figure VII.5 : Représentation de la fonction étoile dans l'espace R^2 pour un point x quelconque. La surface hachurée correspond à l'ensemble des points d'une phase poreuse (en noir) directement vus à partir de x . (Coster et Chermant, 1985).

Figure VII.6 : Variation de la porosité d'assemblage mesurée en analyse d'image en fonction de la teneur en argile et de la taille du filtre (a : L-100, b : L-50).

Figure VII.7 : Variation de la porosité d'assemblage mesurée en analyse d'image en fonction de la teneur en argile et de la taille du filtre (a : C-ND, b : C-D).

Figure VII.8 : Histogrammes des pourcentages en nombre et en surface en fonction des classes des facteurs de forme (a, b, c, d et e respectivement assemblages L-100-5, -10, -15, -20 et -40).

Figure VII.9 : Histogrammes des pourcentages en nombre et en surface en fonction des classes de facteurs de forme (a, b, c, d et e respectivement assemblages L-50-5, -10, -15, -20 et -40).

Figure VII.10 : Histogrammes des pourcentages en nombre et en surface en fonction des classes de facteurs de forme (a, b, c, d et e respectivement assemblages C-ND-5, -10, -15, -20 et -40).

Figure VII.11 : Histogrammes de pourcentages en nombre et en surface en fonction des classes de facteurs de forme (a, b, c, d et respectivement assemblages C-D-5, -10, -15, -20 et -40).

Figure VII.12 : Distribution de la taille des pores obtenue en analyse d'image en fonction du diamètre de pore équivalent (a : L-100, b : L-50).

Figure VII.13 : Distribution de la taille des pores obtenue en analyse d'image en fonction du diamètre de pore équivalent (a : C-ND, b : C-D).

Figure VII.14 : Fonction de la distribution des distances de corde des pores et du solide des assemblages L-50-10 et -20 (a et b : limons, c et d : argile).

Figure VII.15 : Fonction de la distribution des distances de corde des pores et du solide des assemblages C-D-10 et -20 (a et b : limons, c et d : argile).

CHAPITRE VIII

Figure VIII.1 : Dispositif de mesure de la conductivité hydraulique.

Figure VIII.2 : Variation de la teneur en eau de l'argile fabriquée, selon deux protocoles différents (L-50 et C-D), en fonction des pF appliqués.

Figure VIII.3 : Variation de la teneur en eau des différents assemblages en fonction des pF appliqués.

a : assemblages à 10 % d'argile

b : assemblages à 20 % d'argile

Figure VIII.4 : Variation de la teneur en eau des différents assemblages en fonction du mode d'assemblage, de la teneur en argile et des pF appliqués.

Figure VIII.5 : Variation de la conductivité hydraulique des assemblages lâches en fonction de la teneur en argile.

Figure VIII.6 : Variation de la conductivité hydraulique des assemblages compacts en fonction de la teneur en argile.

CHAPITRE IX

Figure IX.1 : Sollicitations externes et champs de contraintes internes induit provoquant la rupture d'échantillons cylindriques (De Léon Gonzales, 1991).

Figure IX.2 : Presse à compression simple pour échantillon cylindrique (De Léon Gonzales, 1991).

Figure IX.3 : Schéma récapitulatif des tests de stabilité structurale proposés par Le Bissonnais (1988).

Figure IX.4 : Distribution de la taille des particules résiduelles obtenue après les différents tests et pour chaque type d'assemblage.

a, c et e : assemblages à 10 % d'argile

b, d et f : assemblages à 20 % d'argile.

Figure IX.5 : Diamètre moyen des particules résiduelles (MWD) après chaque traitement et pour chaque type d'assemblage.

a : assemblage à 10 % d'argile

b : assemblage à 20 % d'argile.

CHAPITRE X

Figure X.1 : Variation de la porosité totale (mesurée par la méthode au pétrole) en fonction de la teneur en argile pour les différents assemblages.

Figure X.2 : Illustration du modèle théorique d'arrangement de particules fines et grossières : modèle de non interaction (additivité).

Figure X.3 : Illustration du modèle théorique d'arrangement de particules fines et grossières : modèle interaction simple (remplissage).

Figure X.4 : Courbes comparatives des porosités totales obtenues par la méthode au pétrole, pour les assemblages L-100, L-50, C-ND et C-D, aux porosités calculées par les modèles d'additivité et de remplissage.

Figure X.5 : Illustration de l'effet de la taille des amas d'argile et de leur retrait sur la porosité lors de la dessiccation.

Figure X.6 : Comparaison de la porosité d'assemblage mesurée pour C-D et C-ND avec les résultats obtenus par Fiès (1984).

Figure X.7 : Courbes comparatives des porosités d'assemblage mesurée en porosimétrie au mercure, pour les assemblages L-100, L-50, C-ND et C-D, aux porosités calculées par les modèles d'additivité et de remplissage.

- Figure X.8 : Courbes de distribution de la porosité d'assemblage en fonction du diamètre équivalent obtenues en porosimétrie par intrusion de mercure.
- Figure X.9 : Variation de la porosité d'assemblages en fonction de la teneur en argile et du mode d'assemblage. Comparaison des résultats obtenus en porosimétrie par intrusion de mercure et en analyse d'image.
- Figure X.10 : Distribution de la porosité d'assemblage en fonction du diamètre équivalent. Comparaison des résultats obtenus en porosimétrie par intrusion de mercure et en analyse d'image.
- Figure X.11 : Distribution de la porosité accessible en porosimétrie au mercure en fonction du diamètre équivalent. Comparaison des résultats expérimentaux aux résultats corrigés par le modèle (a : L-50-10, b : L-50-20, c : C-D-10 et d : C-D-20).
- Figure X.12 : Variation de la teneur en eau en fonction de la teneur en argile et du mode d'assemblage (a : assemblage L-50, b : assemblage C-D).
- Figure X.13 : Variation de la teneur en eau en fonction du pF appliqué et du mode d'assemblage (a : assemblages à 10 % d'argile, b : assemblages à 20 % d'argile, c : assemblage à 100 % d'argile).
- Figure X.14 : Variation de la conductivité hydraulique en fonction de la teneur en argile. Cas d'assemblages lâches (L-100 et L-50).
- Figure X.15 : Variation de la conductivité hydraulique en fonction de la teneur en argile. Cas d'assemblages compacts (C-ND et C-D).
- Figure X.16 : Comparaison des résistances en tractions mesurées pour les assemblages L-50 et C-D à celles mesurées par Guérif (1990) pour des échantillons naturels.

LISTE DES TABLEAUX

CHAPITRE I

Tableau I.1 : Résultats de l'analyse granulométrique de l'échantillon de sol dont sont extraites les fractions argile et limon ayant servi à cette étude.

CHAPITRE II

Tableau II.1 : Composition chimique des minéraux de référence utilisés pour le calcul (teneurs exprimés par référence à la masse de l'échantillon calciné).

Tableau II.2 : Perte de masse pour la fraction argile en fonction de la température.

Tableau II.3 : Composition chimique de la fraction $< 2\mu\text{m}$ exprimée en g d'oxyde par 100 g d'échantillon calciné.

Tableau II.4 : Proportions des différents minéraux présents dans la fraction argile.

CHAPITRE III

Tableau III.1 : Résultats de l'analyse chimique totale de la fraction limon 10-50 μm (% de la masse calcinée à 1000°C).

Tableau III.2 : Proportions des différents minéraux présents dans la fraction limon (en pourcentage d'oxydes).

CHAPITRE VI

Tableau VI.1 : Résultats de mesure des différents types de porosité en cm^3/g (moyenne sur 2 à 3 mesures). V_{Hg} étant le volume poral total accessible en porosimétrie au mercure et V la porosité d'assemblage argile-limon.

CHAPITRE VII

Tableau VII.1.a : Résultats des mesures de la porosité d'assemblage (cm^3/g) en analyse d'image (surface du filtre $25\mu\text{m}^2$).

Tableau VII.1.b : Résultats des mesures de la porosité d'assemblage (cm^3/g) en analyse d'image (surface du filtre $4\mu\text{m}^2$).

Tableau VII.1.c : Résultats des mesures de la porosité d'assemblage (cm^3/g) en analyse d'image (surface du filtre $1\mu\text{m}^2$).

CHAPITRE VIII

- Tableau VIII.1 : Moyenne de 6 mesures de la rétention en eau de l'argile exprimée en pourcentage d'humidité.
- Tableau VIII.2 : Moyenne de 6 mesures de la rétention en eau des assemblages limon-argile exprimée en pourcentage d'humidité.
- Tableau VIII.3 : Conductivité hydraulique en saturé (10^5 cm/s). Moyenne de deux répétitions.

CHAPITRE IX

- Tableau IX.1 : Variation de la résistance en traction (T en kPa) en fonction de la teneur en argile et du mode d'assemblage (moyenne et écart type obtenus sur une dizaine de mesures).
- Tableau IX.2 : Résultats des tests de stabilité structurale, pour les assemblages à 10 % d'argile, exprimés en % de particules résiduelles par classe de taille et en diamètre moyen pondéral des particules résiduelles (MWD en mm).
- Tableau IX.3 : Résultats des tests de stabilité structurale, pour les assemblages à 20 % d'argile, exprimés en % de particules résiduelles par classe de taille et en diamètre moyen pondéral des particules résiduelles (MWD en mm).

CHAPITRE X

- Tableau X.1 : Comparaison des porosités d'assemblage (cm^3/g) mesurées en porosimétrie par intrusion de mercure et en analyse d'image avec un filtre de $4 \mu\text{m}^2$.

LISTE DES PLANCHES

CHAPITRE II

- Planche II.1.a et b : Amas de particules d'argile (a et b) de taille comprise entre 0,2 et 2 μm (Microscopie électronique à transmission à haute résolution).
- Planche II.2 : Particules élémentaires au sein des amas d'argile présentés planche II.1 (Microscopie électronique à transmission à haute résolution).
- a et b / Particules d'illite de très petite taille (distance interfoliaire 1 nm).
- c / Particules de smectite (distance interfoliaire de 1 à 1,75 nm).
- d / Particules de kaolinite (distance interfoliaire 0,7 nm).

CHAPITRE III

- Planches III.1 : Grains de limon de 10 à 50 μm de taille (microscopie électronique à balayage).
- A et B/ Mode électrons rétrodiffusés (A : x250 et B : x1000).
- C et D/ Mode électrons secondaires (C : x500 et D : x1000).

CHAPITRE IV

- Planches IV.1 : Dispositif d'humectation sous vide ayant servi à la fabrication des assemblages lâches (L-100 et L-50).

CHAPITRE V

- Planche V.1 : Assemblages lâches L-100 et L-50 (microscopie électronique à balayage, mode électrons secondaires).
- A et B/ Illustration des pores fortement connectés et de l'agencement lâche des grains de limon et des amas d'argile (L-50-10, x500).
- C/ Grains de limon couverts de granules (gr : amas d'argile de petite taille) (L-50-10, x1000).
- D/ Amas d'argile (aa) juxtaposé aux grains de limon non revêtus (L-50-10, x2000).
- E/ Amas d'argile (aa) juxtaposé aux grains de limon et s'étendant pour former des revêtements (ra) sur la surface des limons (L-100-15, x2000).
- F / Amas d'argile (aa) juxtaposé aux grains de limon et parois de type points de jonction (pj) liant les grains de limons entre eux ou un amas d'argile à un grain de limon.

Planche V.2 : Assemblages compacts C-ND (microscopie électronique à balayage, mode électrons secondaires).

A/ Amas d'argile de petite taille (aa) juxtaposés aux grains de limon et pores (p) peu connectés (C-ND-10, x500).

B/ Parois légèrement plissés de type « draperie » (dr) et de type « cloison » (cl) (C-ND-10, x1700).

C/ Amas d'argile de petite taille (aa) et revêtement des grains de limon par l'argile (ra) (C-ND-10, x1400).

Planche V.3 : Assemblages compacts C-D (microscopie électronique à balayage, mode électrons secondaires).

A et B/ Phase solide continue et vides fermés de petite taille et de forme sphérique (A : C-D-10, x400, B : C-D-5, x500).

C/ Détails de B montrant la présence de revêtements (ra) partiels et discontinus et de vides fermés et sphérique (pf) dès les faibles teneurs en argile (5 à 10 %), (C-D-5, x1000).

D/ Revêtement s'étendant pour former des « cloisons » (cl) ou des « draperies » (dr) (C-D-5, x2000).

E/ Paroi continue épaisse de type « cloisons » (cl) ou fine de type « draperies » (dr) (C-D-10, x1600).

F/ Paroi épaisse de type « point de jonction » (pj) (C-D-20, x2000).

Planche V.4 : Assemblages lâches L-100 et L-50 (microscopie électronique à balayage, mode électrons rétrodiffusés).

A, B, C et D/ Vue en 2D et à différents grossissements de l'agencement lâche des amas d'argile et des grains de limon (juxtaposition) donnant une distribution des constituants de type énaulique (L-50-10 et -20, A, B, et D x250 et C x100)

E/ Distribution d'argile et de limon proche du type porphyrique à simple espace entre grains de limon (L-100-40, x250).

Planche V.5 : Assemblages compacts C-ND et C-D (microscopie électronique à balayage, mode électrons rétrodiffusés).

A/ Distribution de constituants de type énaulique (C-ND-15 et -40, x250).

B, C et D/ Illustration de l'enrobage partiel de grains de limon par l'argile et distribution de constituants de type chitonique (C-ND-10, -15 et -20, B et C x250, D x500).

E et F/ Distribution de type géfurique avec des vides totalement fermés (C-D-10, E x250) et enrobage plus continu des grains de limon (C-D-20, F x1000).

TABLE DES MATIERES

INTRODUCTION GENERALE

PREMIERE PARTIE : CADRE DE LA RECHERCHE ET REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

I -	INTRODUCTION.....	7
II -	LE NIVEAU D'ASSEMBLAGE TEXTURAL.....	9
III -	MODE D'ASSEMBLAGE DES PHASES FINE ET GROSSIERE	11
IV -	RELATION ENTRE LES PROPRIETES PHYSIQUES ET LES PROPRIETES DES PHASES FINE ET GROSSIERE	13
VI -	PROPRIETES MECANIQUES ET HYDRIQUES	15
	VI.1 - Stabilité structurale.....	17
	VI.2 - Résistance aux contraintes mécaniques	17
	VI.3 - Comportement hydrique.....	19
V -	CONCLUSION	21

DEUXIEME PARTIE : LES MATERIAUX UTILISES

CHAPITRE I - EXTRACTION ET SEPARATION DES FRACTIONS ARGILE ET LIMON ET METHODES D'ETUDE

I -	INTRODUCTION.....	25
II -	SEPARATION DES FRACTIONS ARGILE ET LIMON	27
III -	METHODE D'ETUDE.....	28
	III.1 - Analyse granulométrique	28
	III.2 - Diffractométrie aux RX.....	28
	III.3 - Analyse thermo-pondérale	28
	III.4 - Analyses chimiques.....	29
	III.5 - Dosage du quartz.....	29
	III.6 - Mesure des surfaces spécifiques	29
	III.6.1 - Mesure de la surface externe.....	30
	III.6.2 - Mesure de la surface totale.....	30
	III.7 - Préparation des lames minces	31
	III.8 - Observation en microscopie électronique à balayage	31
	III.9 - Observation en microscopie électronique à transmission	31

CHAPITRE II - CARACTERISATION DE LA FRACTION ARGILE

I -	INTRODUCTION.....	33
II -	ANALYSE GRANULOMETRIQUE	37
III -	ANALYSE MINERALOGIQUE QUALITATIVE.....	37
	III.1 - Diffractométrie aux RX.....	37
	III.2 - Morphologie et organisation des argiles	37

IV - ANALYSE MINÉRALOGIQUE QUANTITATIVE.....	40
IV.1 - Etablissement du système d'équation	41
IV.2 - Choix des équations à résoudre.....	41
IV.2.1 - Analyse thermo-pondérale	44
IV.2.2 - Analyses chimiques.....	45
IV.3 - Résolution du système d'équation	45
IV.4 - Evaluation des surfaces spécifiques	48
IV.5 - Capacité d'échange cationique	48
V - CONCLUSION	48

CHAPITRE III - CARACTERISATION DE LA FRACTION LIMON

I - INTRODUCTION.....	51
II - ANALYSE GRANULOMETRIQUE	55
III - ANALYSE MINÉRALOGIQUE QUALITATIVE.....	55
IV - ANALYSE MINÉRALOGIQUE QUANTITATIVE.....	55
V - CARACTERISATION MORPHOLOGIQUE	55
VI - CONCLUSION	57

TROISIEME PARTIE : NATURE DES ASSEMBLAGES LIMON -ARGILE ETUDIES

CHAPITRE IV - MODE DE FABRICATION DES ASSEMBLAGES

I - INTRODUCTION.....	63
II - MODE DE FABRICATION DES ASSEMBLAGES LACHES	65
III - MODES DE FABRICATION DES ASSEMBLAGES COMPACTS	65
IV - CONCLUSION	67

CHAPITRE V - ETUDE DE L'ORGANISATION DES ASSEMBLAGES Microscopie électronique à balayage

I - INTRODUCTION.....	69
II - DESCRIPTION DE L'ASSEMBLAGE DES CONSTITUANTS.....	71
II.1 - Observations en mode électrons secondaires	71
II.1.1 - Assemblages lâches.....	71
II.1.2 - Assemblages compacts.....	75
II.1.2.1 - Assemblages C-ND.....	75
II.1.2.2 - Assemblages C-D.....	75
II.2 - Observation en mode électrons rétrodiffusés	77
II.2.1 - Assemblages lâches.....	77
II.2.2 - Assemblages compacts.....	79
III- CONCLUSION	79

CHAPITRE VI - ETUDE DE LA POROSITE

I - INTRODUCTION.....	81
II - METHODES	82
II.1 - Mesure du volume poral.....	82

II.2 -	Porosimétrie par intrusion de mercure	82
II.2.1 -	Principe	82
II.2.2 -	Condition de réalisation des mesures.....	83
II.2.3 -	Mode de présentation des résultats	85
II.2.4 -	Reconstruction de la distribution de la taille des pores à partir de la porosimétrie auMercure	87
III -	RESULTATS	89
III.1 -	Volume poral total.....	89
III.2 -	Porosimétrie par intrusion de mercure	89
III.2.1 -	Analyse de la porosité de l'argile	91
III.2.2 -	Analyse de la porosité des limons.....	91
III.2.3 -	Analyse de la porosité des deux types d'assemblage.....	91
III.2.3.1 -	Assemblages lâches.....	93
III.2.3.2 -	Assemblages compacts.....	93
III.3 -	Reconstruction de la distribution de la taille des pores à partir de la porosimétrie au mercure.....	97
IV -	CONCLUSION	99

CHAPITRE VII - ETUDE DE LA POROSITE EN ANALYSE D'IMAGE

I -	INTRODUCTION	103
II -	METHODES	105
II.1 -	Saisie et numérisation des images.....	105
II.2 -	Seuillage des images (binarisation).....	107
II.3 -	Analyse de la porosité	107
II.3.1 -	Mesure des surfaces porales.....	108
II.3.2 -	Distribution de la porosité.....	108
II.4 -	Etude des fonctions de distribution des distances de cordes.....	109
II.5 -	Détermination du volume étoile.....	111
III -	RESULTATS	113
III.1 -	Porosité d'assemblage.....	113
III.1.1 -	Les assemblages lâches	113
III.1.2 -	Les assemblages compacts	115
III.1.3 -	Variation de la porosité en fonction de la taille du filtre utilisé.....	115
III.2 -	Distribution des surfaces porales et du nombre de pores en fonction du facteur de forme	115
III.2.1 -	Les assemblages lâches.....	119
III.2.1.1 -	Les assemblages L-100	119
III.2.1.2 -	Les assemblages L-50	119
III.2.2 -	Les assemblages compacts.....	121
III.2.2.1 -	Les assemblages C-ND	121
III.2.2.2 -	Les assemblages C-D	121
III.3 -	Distribution de la porosité d'assemblage en fonction des diamètres équivalents.....	121
III.3.1 -	Les assemblages lâches	121
III.3.2 -	Les assemblages compacts	123
III.4 -	Distribution des distances de cordes	123
III.4.1 -	Les assemblages lâches	123
III.4.2 -	Les assemblages compacts.....	125

III.5 - Distances moyennes de cordes	127
III.5.1 - Les assemblages lâches	127
III.5.2 - Les assemblages compacts	127
III.6 - Le volume étoile.....	128
IV - CONCLUSION	128

QUATRIEME PARTIE : ETUDE DU COMPORTEMENT

CHAPITRE VIII - ETUDE DU COMPORTEMENT HYDRIQUE

I - INTRODUCTION.....	133
II - METHODES	135
II.1 - Propriétés de rétention en eau	135
II.2 - Détermination de la conductivité hydraulique	137
III - RESULTATS	141
III.1 - Propriétés de rétention en eau	141
III.2 - Conductivité hydraulique	143
IV - CONCLUSION	144

CHAPITRE IX - ETUDE DU COMPORTEMENT MECANIQUE

I - INTRODUCTION.....	145
II - METHODES	147
II.1 - Résistance en traction.....	147
II.2 - Stabilité structurale.....	149
III - RESULTATS	150
III.1. - Résistance en traction.....	150
III.2 - Stabilité structurale.....	151
III.2.1 - Analyse de la distribution de la taille des particules résiduelles (DTPR).....	151
III.2.2 - Diamètre moyen pondéral des particules résiduelles	155
IV - CONCLUSION	155

CINQUIEME PARTIE : DISCUSSION GENERALE

CHAPITRE X - DISCUSSION GENERALE

X.1 - ETUDE DE L'ORGANISATION DES ASSEMBLAGES	160
X.1.1 - Les assemblages lâches	160
X.1.2 - Les assemblages compacts	161
X.2 - ETUDE DE LA POROSITE	163
X.2.1 - Variation de la porosité totale	163
X.2.2 - Comparaison avec des modèles théoriques d'assemblages.....	163
X.2.2.1 - Loi de non interaction (additivité).....	165
X.2.2.2 - Loi interaction simple (remplissage).....	166
X.2.2.3 - Interprétation des résultats de comparaison	167
X.3 - ANALYSE DE LA POROSITE ET MODE D'ASSEMBLAGE	169
X.3.1 - Analyse de la porosité accessible en porosimétrie par intrusion de mercure.....	169

X.3.2 - Comparaison avec des modèles théoriques d'assemblages.....	171
X.3.3 - Analyse de la distribution en porosimétrie par intrusion de mercure.....	175
X.3.4 - Comparaison des données de la porosimétrie par intrusion de mercure et de l'analyse d'image.....	175
X.4 - COMPORTEMENT DES ASSEMBLAGES	181
X.4.1 - Propriétés hydriques	181
X.4.1.1 - Rétention en eau	181
X.4.1.2 - Conductivité hydraulique	185
X.4.2 -Propriétés mécaniques	187
X.4.2.1 - Résistance en traction.....	187
X.4.2.2 - Stabilité structurale.....	187

CONCLUSION GENERALE

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	199
ANNEXES.....	215
LISTE DES FIGURES.....	221
LISTE DES TABLEAUX.....	227
LISTE DES PLANCHES	229