

E.N.S.A. de RENNES

Département : Productions Végétales

N° D'ORDRE : 81/7

SERIE : D

N° DE SERIE : 5

UNIVERSITE DE RENNES

Section Agronomie

THESE

présentée devant

**L'ECOLE NATIONALE SUPERIEURE AGRONOMIQUE DE RENNES
(EN ASSOCIATION AVEC L'UNIVERSITE DE RENNES I)**

pour obtenir

**LE TITRE DE DOCTEUR-INGENIEUR EN SCIENCES AGRONOMIQUES
Spécialité : Science du Sol-Hydrologie et Géochimie de la surface**

par

Michel GRIMALDI

**CONTRIBUTION A L'ETUDE DU TASSEMENT DES SOLS :
EVOLUTION DE LA STRUCTURE D'UN MATERIAU LIMONEUX
SOU MIS A DES CONTRAINTES MECANIQUE ET HYDRIQUES**

Préparée dans le Laboratoire de Science du Sol de l'E.N.S.A. - I.N.R.A. - RENNES

Soutenu le 7 Octobre 1981 devant le Jury :

**MM. A. RUELLAN
D. TESSIER
J. J. CHAUVEL
C. CHEVERRY
E. DALLEINE
A. FAURE**

**PRESIDENT DU JURY
RAPPORTEUR
EXAMINATEURS**

Ce travail a été accompli grâce à une coopération étroite entre les laboratoires de Science du Sol de l'I.N.R.A. de Rennes, de Versailles et d'Avignon, sous la direction de Messieurs Alain RUELLAN, Daniel TESSIER et Alain FAURE.

Que tous ceux qui, par leurs conseils, leur collaboration scientifique ou technique et leur soutien amical ont permis la réalisation de ce travail, trouvent ici l'expression de ma reconnaissance.

SOMMAIRE

INTRODUCTION

PREMIERE PARTIE : ETUDE DE L'EVOLUTION DE LA STRUCTURE
DU MATERIAU SOUMIS A UNE CONTRAINTE
MECANIQUE

CHAPITRE I : COMPORTEMENT AU COMPACTAGE DU MATERIAU
LIMONEUX DU RHEU

CHAPITRE II : INFLUENCE DU COMPACTAGE SUR LA STRUCTU-
RE DU MATERIAU - Mesures de porosités,
observations en microscopie optique.

SECONDE PARTIE : ETUDE DE L'EVOLUTION DE LA STRUCTURE
DU MATERIAU COMPACTE SOUMIS A DES
CONTRAINTES HYDRIQUES

CHAPITRE III : CONSEQUENCES DU COMPACTAGE SUR LES PRO-
PRIETES DE RETENTION DE L'EAU DU MATERIAU

CHAPITRE IV : CONSEQUENCES DU COMPACTAGE SUR L'EVOLU-
TION DE LA STRUCTURE DU MATERIAU, AU
COURS DE VARIATIONS HYDRIQUES - Mesures
de porosités, observations en microsco-
pie optique

TROISIEME PARTIE : ETUDE DE L'EVOLUTION DE LA STRUCTURE DU
MATERIAU, SOUMIS A DES CONTRAINTES MECA-
NIQUE ET HYDRIQUES, A L'ECHELLE DE L'AS-
SEMBLAGE DES CONSTITUANTS ELEMENTAIRES

CHAPITRE V : INFLUENCE DU COMPACTAGE ET DES VARIATIONS
HYDRIQUES SUR LA STRUCTURE DU MATERIAU -
Porosimétrie à mercure, observations en
microscopie électronique à balayage

CONCLUSION

PRINCIPALES NOTATIONS UTILISEES POUR CARACTERISER L'ETAT
PHYSIQUE D'UN ECHANTILLON DE SOL

- M_s masse à l'état sec (105° C) d'un échantillon de sol
- M_w masse d'eau contenue dans l'échantillon
- V_t volume total de l'échantillon, à l'état humide
- V_s volume des constituants solides de l'échantillon
- V_w volume d'eau contenue dans l'échantillon
- V_v volume de l'échantillon non occupé par les constituants solides :
volume de vides ou de pores

- Teneurs en eau

W teneur en eau pondérale (sans dimension) $W = \frac{M_w}{M_s}$

W^c teneur en eau au seuil de sensibilité au compactage

W^M teneur en eau au maximum de compacité (ou Maximum Proctor)

W^a teneur en eau de l'argile au seuil de sensibilité au compactage

- Densités

$\bar{\gamma}_s$ densité de solide du matériau (sans dimension)

$\bar{\gamma}_d$ densité sèche de l'échantillon (sans dimension)

$$\bar{\gamma}_d = \frac{\rho_d}{\rho_w} \quad \bar{\gamma}_s = \frac{\rho_s}{\rho_w}$$

avec $\rho_d = \frac{M_s}{V_t}$ masse volumique sèche de l'échantillon (g/cm^3)

$\rho_s = \frac{M_s}{V_s}$ masse volumique de solide (g/cm^3)

$\rho_w = \frac{M_w}{V_w}$ masse volumique de l'eau (considérée comme égale à 1 g/cm^3 , à 4° C)

$\bar{\gamma}_d$ densité sèche d'un échantillon Proctor

$\bar{\gamma}_d^M$ densité sèche d'un échantillon Proctor au maximum de compacité

$\bar{\gamma}_d^c$ densité sèche d'un échantillon Proctor au seuil de sensibilité au compactage

$\bar{\gamma}_d^m$ densité sèche de motte prélevée dans un échantillon Proctor

$\bar{\gamma}_d^{ac}$ densité sèche d'agglomérats issus d'une motte prélevée dans un échantillon Proctor

$\bar{\gamma}_d^a$ densité sèche d'agglomérats issus d'agrégats non compactés

Remarque : on appellera "agglomérats" un échantillon de taille comprise entre 2 et 3 mm, fabriqué par fractionnement et tamisage de l'échantillon et dont la densité sèche est assimilée à celle des agrégats qui constituent les échantillons.

● Porosités

n_t porosité totale de l'échantillon (sans dimension) $n_t = \frac{V_v}{V_t}$
(compacité = $1 - n_t$)

n_e porosité interagrégats (volume de vides interagrégats rapporté au volume total de l'échantillon)

n_i porosité intraagrégats (volume de vides intraagrégats rapporté au volume total de l'échantillon)

n_a porosité d'agrégats (volume de vides intraagrégats rapporté au volume des agrégats)

● Volumes massiques

v_d volume massique de l'échantillon (cm^3/g) $v_d = \frac{V_t}{M_s} = \frac{1}{\rho_d}$

v_s volume massique de solide (cm^3/g) $v_s = \frac{V_s}{M_s} = \frac{1}{\rho_s}$

v_w volume massique d'eau (cm^3/g) $v_w = \frac{V_w}{M_s} = \frac{W}{\rho_w}$

v_v volume massique de vides ou volume poral (cm^3/g) $v_v = \frac{V_v}{M_s}$

$$v_d = v_s + v_v$$

v_v^m volume massique de vides de motte prélevée dans un échantillon Proctor

v_v^{ac} volume massique de vides d'agglomérats issus d'une motte prélevée dans un échantillon Proctor

v_v^a volume massique de vides d'agglomérats issus d'agrégats non compactés.

- Porosimétrie à mercure

v_v^t volume total de mercure pénétré dans l'échantillon dans la gamme de pression appliquée au mercure, rapporté à la masse sèche de l'échantillon (cm^3/g)

v_v^w volume massique de vides susceptible d'être rempli d'eau à un pF donné, évalué à partir de la porosimétrie à mercure effectuée sur l'échantillon (cm^3/g)

r_{eq} taille équivalente du pore

INTRODUCTION

Les recherches en Science du Sol sont motivées notamment par la nécessité, en agriculture, d'améliorer les aptitudes des sols et, en tout cas, d'éviter que ne se dégrade leur fertilité par une exploitation irrationnelle.

Il importe à cet égard d'analyser les effets de l'introduction de nouveaux systèmes de culture sur les caractéristiques des sols et sur leur fonctionnement. Cette analyse doit fournir aux praticiens de l'agriculture les éléments leur permettant de prévoir les effets défavorables et donc de les éviter par un choix de techniques culturales et, éventuellement, d'un système de culture, plus adaptés à un milieu pédologique et climatique donné.

En particulier, la pratique de rotations céréalières intensives s'est étendue à de nombreuses régions du Nord de la France. Il en résulte une simplification des assolements sur les exploitations, qui impose une concentration des opérations de travail du sol sur une période courte et souvent humide, lorsqu'il faut implanter des céréales d'hiver après une récolte tardive de maïs. Par ailleurs, les passages de tracteurs sur les parcelles pour les traitements phytosanitaires ou les apports d'engrais sont plus fréquents et les engins de récolte exercent au sol de fortes pressions. Tout ceci *augmente donc les risques de tassement des sols*, et d'autant plus que les teneurs en matière organique dont le rôle protecteur vis-à-vis du compactage est connu, diminuent dans les horizons cultivés, avec la suppression des prairies.

Sur les matériaux limoneux du Massif Armoricain, des observations de profils culturaux, notamment sur la parcelle expérimentale du Rheu (1) (PLET et TANGUY, 1975) ont mis en évidence l'importance de certains tassements occasionnés par des interventions de matériels en condition humide : les semelles de labour et les zones affectées par les passages d'engins roulants constituent des obstacles structuraux à la croissance des racines et à la circulation de l'eau, obstacles que le travail du sol ne parvient pas à détruire facilement. La gravité de certains tassements a d'ailleurs été appréciée par des diminutions notables des rendements des céréales cultivées.

Ces observations sur le terrain nous ont amené à envisager ce travail, dont les objectifs essentiels sont les suivants :

- . Caractériser de façon détaillée *les effets d'un compactage - contrainte de type mécanique - réalisé à différentes humidités, sur la structure d'un matériau limoneux prélevé sur la parcelle du Rheu,*

- . *Comparer l'évolution de la structure du matériau, compacté ou non, au cours d'alternances de dessiccation et d'humectation - contraintes de type hydrique -,*

- . *et, par là-même, analyser les conséquences du compactage sur certaines propriétés physiques du matériau.*

La *structure* du sol est définie par le *mode d'assemblage des constituants*.

En conditions naturelles, les facteurs qui déterminent l'évolution de la structure du sol sont difficilement maîtrisables simultanément. Ces facteurs sont :

- d'une part, les *facteurs énergétiques*, c'est-à-dire l'intensité et le mode d'application des contraintes d'origine climatique, biologique ou culturelle,

- d'autre part, la *constitution* du matériau (granulométrie, minéralogie, etc...) et certaines de ses *caractéristiques physiques* au moment où les contraintes sont appliquées, en particulier sa *teneur en eau* et sa *structure*.

Aussi avons-nous préféré utiliser *certaines méthodes de laboratoire* permettant de contrôler ces différents facteurs et donc d'étudier l'influence d'un certain nombre d'entre eux.

A chacune des étapes de l'"histoire" énergétique que nous avons appliquée au matériau, sa structure a été caractérisée à l'aide de *plusieurs méthodes complémentaires*.

(1) Cette parcelle située à proximité de Rennes, a été mise en place afin d'étudier les rotations céréalières intensives dans le cadre d'une action concertée O. N. I. C. - I. T. C. F. - I. N. R. A..

En effet, les méthodes d'étude de la structure du sol, par des observations à différentes échelles restent essentiellement *qualitatives*. Elles sont notamment basées sur la description des *discontinuités* qui affectent la répartition spatiale des constituants et permettent de définir différents *niveaux d'organisation des constituants* : par exemple, les domaines de particules argileuses, les agrégats, les mottes, etc...

D'un autre côté, l'assemblage des constituants ménage un ensemble de vides qui forment *l'espace poral* du sol. Or, un certain nombre de paramètres *mesurables* de l'espace poral, tels que la porosité et surtout *la distribution de la porosité en fonction des niveaux d'organisation* ou *en fonction de la taille des pores*, permettent une approche *indirecte, mais quantitative* de la structure du sol.

Notons, par ailleurs, que les seules données relatives au mode d'assemblage des constituants ne suffisent pas pour caractériser *l'état physique* du sol : il faut considérer aussi sa teneur en eau et l'état énergétique de l'eau.

Dans une première partie, nous étudierons l'évolution de la structure du matériau limoneux en fonction de la teneur en eau à laquelle il est compacté. Nous montrerons en particulier l'influence de la structure initiale et de l'histoire du matériau sur son comportement au compactage.

La seconde partie sera consacrée à l'analyse des conséquences du compactage, réalisé à deux teneurs en eau particulières, sur l'évolution de l'état physique du matériau au cours de variations hydriques. Nous mettrons alors en évidence les changements, provoqués par le compactage, de propriétés de rétention de l'eau et de comportement au retrait et au gonflement du matériau.

Au cours de ces deux premières parties, la structure du matériau a été caractérisée par des mesures de porosités à deux niveaux d'organisation des constituants (les agrégats et leur assemblage) et des observations en microscopie optique. Or certains résultats, en particulier les changements de propriétés de rétention de l'eau du matériau à la suite du compactage, nous ont amené à analyser l'évolution de la structure du matériau sous l'action des contraintes mécanique et hydriques, à l'échelle de l'assemblage des constituants élémentaires, à l'aide de la porosimétrie à mercure et d'observations en microscopie électronique à balayage : c'est l'objet de la troisième partie.

PREMIERE PARTIE :

**Etude de l'évolution de la structure
du matériau soumis à une
contrainte mécanique**

CHAPITRE I

COMPORTEMENT AU COMPACTAGE DU MATERIAU LIMONEUX DU RHEU

Pour prévoir le comportement d'un matériau pédologique au compactage, il est nécessaire d'étudier la variation de l'état physique de ce matériau lorsqu'il est compacté, à différentes teneurs en eau, avec une énergie dont l'intensité et le mode d'application sont bien déterminés. Les méthodes de compactage en laboratoire mises au point par les mécaniciens des sols du Génie Civil permettent de contrôler simultanément l'ensemble de ces paramètres, plus facilement que sur le terrain.

L'état physique d'un échantillon de sol peut être défini, dans un premier temps, par sa teneur en eau (W) et sa densité sèche ($\bar{\gamma}_d$). Connaissant la densité de solide ($\bar{\gamma}_s$) du matériau, on peut en déduire la porosité de cet échantillon, par la relation :

$$n(\%) = \left(1 - \frac{\bar{\gamma}_d}{\bar{\gamma}_s}\right) \times 100$$

I - CHOIX D'UNE METHODE DE COMPACTAGE : LE TEST PROCTOR

Nous avons choisi d'utiliser la méthode Proctor en raison de la simplicité de sa mise en oeuvre et des nombreuses références dont nous disposons, en particulier avec les travaux de FAURE (1971, 1974, 1976, 1978). Cet auteur a décrit le comportement des sols au compactage, y compris aux faibles teneurs en eau. Il a montré notamment le rôle fondamental du constituant argile sur la sensibilité des sols au compactage.

Principe de la méthode Proctor

Le test Proctor est une méthode de compactage dynamique qui met en jeu une énergie cinétique créée par la chute d'une dame de compactage de masse m , tombant d'une hauteur h , un nombre n de fois.

Des échantillons du matériau, constitués d'agrégats de taille déterminée, sont amenés à différentes teneurs en eau choisies, pour être compactés, en trois couches successives, dans un moule cylindrique étanche de volume V connu.

L'énergie de compactage E_c , rapportée au volume V du moule, peut donc s'écrire :

$$E_c = \frac{3 m g h n}{V} \quad (\text{J/m}^3)$$

L'intensité de cette énergie dépend des trois paramètres indépendants m , h , et n , dont les valeurs respectives : 1 kg, 0,20 m, et 30, choisies par FAURE, produisent la même énergie de compactage $E_c = 590 \text{ kJ/m}^3$ (avec $g = 9,81 \text{ ms}^{-2}$) que dans l'essai Proctor Normal (1), mais avec un moule de dimensions réduites, $V = 300 \text{ cm}^3$ au lieu de $V = 947 \text{ cm}^3$.

Après compactage et passage à l'étuve à 105° C , on mesure le poids sec du matériau que l'on a pu introduire dans le moule, ce qui permet de tracer la courbe de variation de la densité sèche $\bar{\gamma}_d$, en fonction de la teneur en eau au moment du compactage.

2 - NATURE ET HISTOIRE DES MATERIAUX ETUDIES

Le matériau limoneux dont nous nous proposons d'étudier le comportement au compactage par la méthode Proctor, a été prélevé sur la parcelle expérimentale du Rheu, dans un horizon B_c d'accumulation d'argile(2).

(1) Normes ASTM D 698-64T et AASHO T 9957

(2) Les résultats des analyses physiques et chimiques effectuées sur ce matériau limoneux se trouvent en *Annexe I-1*. Par ailleurs, une description microscopique de l' horizon de prélèvement est présentée au Chapitre II § 2-3.

Ce matériau a une texture de limon argileux et sa teneur en matière organique est faible (0,6 % environ).

Après le prélèvement, le matériau était constitué de mottes de quelques centimètres et de teneur en eau assez élevée ($W = 16,5$ % en moyenne).

- Afin de mettre en évidence *l'influence de la taille initiale des agrégats sur le comportement au compactage* de ce matériau limoneux, on a fabriqué deux types d'échantillons, par un broyage ménagé des mottes et par des tamisages appropriés :
 - 1) *une structure "fine"* : agrégats dont la taille, avant le compactage, est inférieure à 2 mm, qui seront notés dans la suite du texte "agrégats 0-2" ou "matériau 0-2" ;
 - 2) *une structure plus "grosnière"* et dont la distribution de la taille des agrégats est théoriquement moins étalée (si on considère le rapport entre la taille maximale et la taille minimale des agrégats) : agrégats de taille comprise entre 2 et 5 mm, notés "agrégats 2-5" ou "matériau 2-5".

- Par ailleurs, ces deux types d'échantillons ont été obtenus chacun selon *deux protocoles de préparation des agrégats* :
 - 1) La fabrication des agrégats (broyage et tamisages) a été réalisée *après un séchage à l'air* d'une partie du matériau, selon un *protocole dit standard* ; les échantillons sont alors amenés à différentes teneurs en eau par réhumectation ;
 - 2) Pour une autre partie du matériau, les agrégats ont été fabriqués à *l'état d'humidité du prélèvement*, selon un *protocole dit modifié* ; dans ce cas, les échantillons sont amenés aux teneurs en eau choisies par dessiccation ou humectation.

Ainsi, *l'histoire énergétique du matériau avant le compactage dépend du mode de préparation des agrégats* :

- Avec le protocole standard, le séchage à l'air exerce une énergie de succion intense sur le matériau ($p_F \approx 6$; W de l'ordre de 2 %).
- Avec le protocole modifié, le passage d'agrégats humides à travers les mailles carrées d'un tamis, peut entraîner, malgré les précautions prises, des tassements ou des lissages localisés aux faces des agrégats, difficiles à apprécier, mais liés à une contrainte mécanique.

Dans les deux cas, le compactage a été effectué après un délai d'une semaine pour l'homogénéisation de la teneur en eau dans chaque échantillon.

3 - ANALYSE DES COURBES PROCTOR

Les quatre courbes ainsi obtenues sont reportées sur la *figure 1*.

Ces courbes passent par un Maximum de compacité de coordonnées $(W^M, \bar{\gamma}_d^M)$ et admettent un point singulier de coordonnées $(W^C, \bar{\gamma}_d^C)$. Ces points particuliers traduisent un changement dans le mode de variation de la densité sèche de matériau, en fonction de la teneur en eau à laquelle il est compacté. C'est à partir de la teneur en eau W^C du point singulier que le matériau devient "sensible" au compactage.

Nous analyserons les deux points particuliers des courbes Proctor et les trois domaines de comportement que ces points délimitent.

3.1 - Le point singulier, seuil de sensibilité au compactage

3.1.1 - Eléments d'interprétation

FAURE (1976) a étudié le comportement au compactage de matériaux constitués de mélanges en proportions choisies de sable et d'argile, préparés dans les mêmes conditions *ayant donc subi la même histoire avant le compactage*. Il a ainsi montré que la teneur en eau au point singulier (W^C) est proportionnelle à la teneur en argile (A) du mélange pour une même énergie de compactage et une argile donnée (nature minéralogique et nature de la charge cationique bien définies). Le rapport W^C/A est donc constant et il est égal à la teneur en eau du constituant argile seul, W^a , à son propre point singulier. Cela signifie que pour une énergie et une argile données, un matériau devient sensible au compactage pour une teneur en eau constante du constituant argile, indépendante de la granulométrie du mélange.

Dans les conditions du test Proctor que FAURE (1976) a utilisées, $W^a = 32\%$ pour une kaolinite calcique et $W^a = 38\%$ pour une montmorillonite calcique, soit une différence de 6 % entre deux argiles de nature et de propriétés, d'hydratation et de gonflement, très différentes. La sensibilité au compactage d'un sol montmorillonitique se manifeste donc, pour une énergie de compactage donnée, à une teneur en eau plus élevée que pour un sol kaolinitique, à teneur en argile égale.

FAURE (1978) a également mis en évidence que le changement de comportement du matériau au point singulier correspond précisément à une *entrée en plasticité de l'argile* : l'angle de frottement interne de l'argile diminue en effet de façon importante à partir de cette teneur en eau critique W^a , relative à l'intensité et au mode d'application de l'énergie. L'argile hydratée joue alors un rôle de *lubrifiant* par rapport aux grains du squelette plus grossiers (de limons ou de sables) qu'elle enrobe. Ainsi, les agrégats acquièrent une plus grande déformabilité qui favorise leur arrangement plus serré sous l'action de la contrainte mécanique.

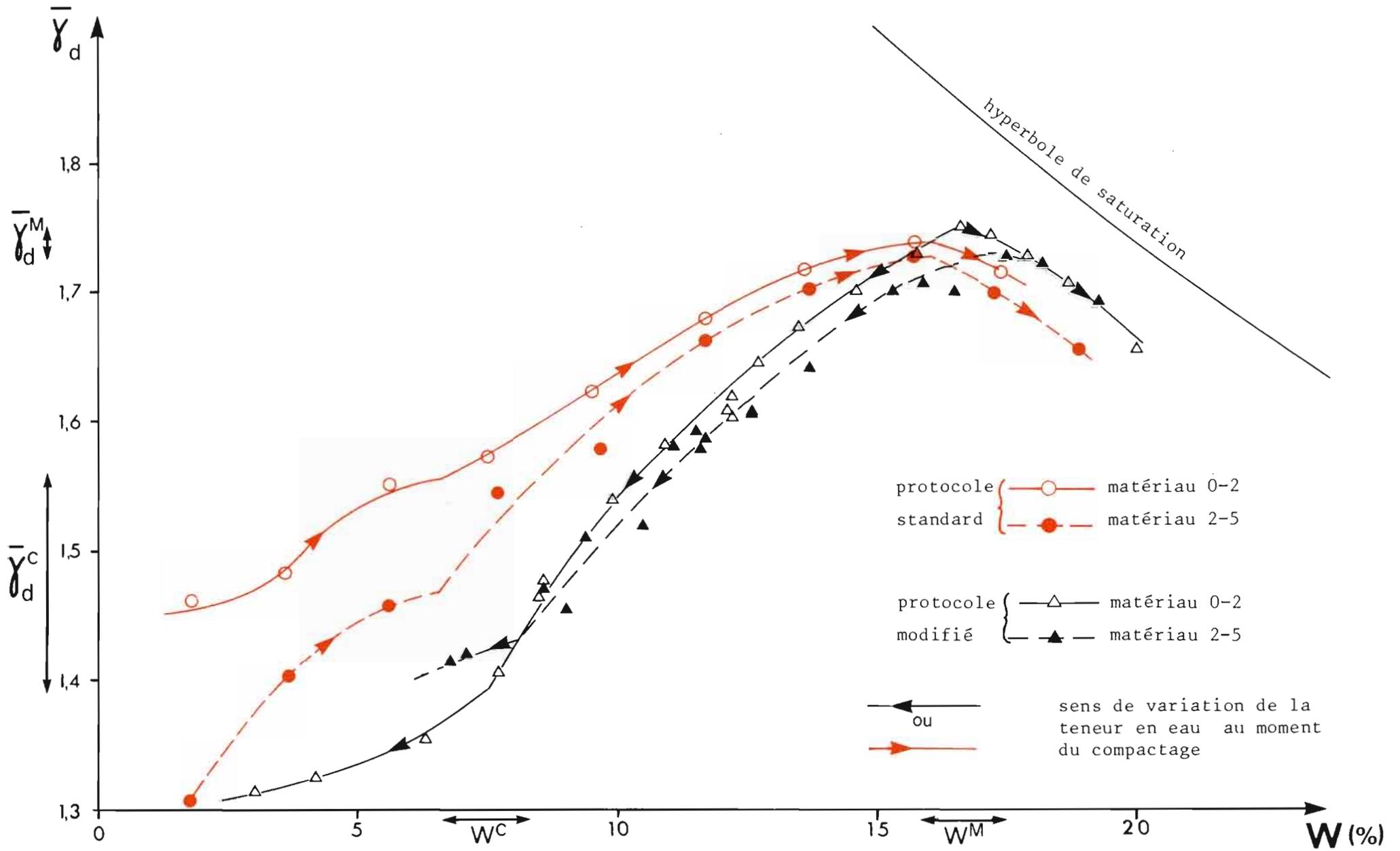


FIGURE 1 - Courbes Proctor du matériau limoneux du Rheu préparé selon le protocole standard et selon le protocole modifié

Cette propriété de l'argile hydratée a été vérifiée sur de nombreux sols naturels. GUERIF (1976) a constaté que les coordonnées du seuil de sensibilité sont également liées à la teneur en matière organique du sol. W^c est déplacé vers les fortes teneurs en eau lorsque la teneur en matière organique d'un sol augmente. C'est un aspect du rôle protecteur des matières organiques vis-à-vis du compactage.

L'existence du seuil hydrique n'est pas remise en question par l'utilisation d'autres modes d'application de l'énergie (par exemple, avec l'oedomètre, méthode de compactage statique où la contrainte appliquée est une pression constante maintenue pendant un temps donné), et sa valeur diminue lorsque l'intensité de l'énergie de compactage augmente.

3.1.2 - Analyse des résultats

Les coordonnées approximatives des seuils de sensibilité de chacune des courbes sont rassemblées dans le tableau I.

Les échantillons, provenant d'un même matériau, ont des compositions granulométriques semblables, notamment en ce qui concerne les teneurs en argile et matière organique (MO : faible).

Tableau I	W^c (%)	$\bar{\gamma}_d^c$	n (%)	W^a (%)	MO/A (%)	A (%)
Protocole : Matériau 0-2	6,5	1,55	42,0	31,6	2,86	20,6
Standard : Matériau 2-5	6,7	1,47	45,0	30,7	2,34	21,8
Protocole : Matériau 0-2	7,5	1,39	48,0	35,2	2,54	21,3
Modifié : Matériau 2-5	8,0	1,43	46,5	35,4	2,39	22,6

a) Pour un même mode de préparation des agrégats, le rapport $W^c/A = W^a$ est indépendant de la structure initiale des agrégats ("grossière" ou "fine").

Mais, pour une même énergie mise en jeu par le test Proctor, il existe une différence de 5 % environ entre les teneurs en eau W^a , selon le mode de préparation des agrégats, soit une différence relativement grande par rapport à celle mise en évidence par FAURE entre une kaolinite et une montmorillonite. La dessiccation intense subie par le matériau dans le cadre du protocole standard pourrait être la cause de cette diminution du seuil de sensibilité au compactage. En effet, la dessiccation peut modifier l'organisation structurale de la fraction argileuse et se traduire par des changements de ses propriétés d'hydratation et de gonflement (TESSIER et al, 1980 ; TESSIER et PEDRO, 1980).

b) Le niveau de compacité atteint au seuil de sensibilité est très variable selon le mode de préparation des agrégats avant le compactage, et selon la taille initiale des agrégats.

Conformément aux résultats de BODDAERT (1976) et GRIMALDI (1977) obtenus sur des matériaux respectivement argileux et limoneux, le

protocole standard donne au matériau à structure dite grossière une densité sèche ($\bar{\gamma}_d^c$) après compactage inférieure à celle du matériau à structure dite fine. Ce résultat est dû au fait qu'un broyage et un tamisage à l'état sec produisent une quantité importante d'agrégats très fins, voire même de particules individualisées, susceptibles d'occuper des pores ménagés entre des agrégats plus grossiers. La porosité d'un matériau après compactage à W^c est donc d'autant plus faible que la distribution de la taille des agrégats est plus étalée.

Au seuil de sensibilité, le protocole modifié donne au matériau, quelle que soit la taille initiale des agrégats, une compacité plus faible que celle du matériau préparé selon le protocole standard et entraîne une inversion des classements des valeurs de densité sèche $\bar{\gamma}_d^c$ entre les deux matériaux 0-2 et 2-5. Ce phénomène trouverait son explication dans le fait que le broyage et le tamisage du matériau humide, produisent peu de terre fine et qu'ainsi, il est probable que la distribution de la taille des agrégats 0-2 préparés selon ce protocole, soit aussi peu étalée que celle des agrégats 2-5.

En conclusion, les différences entre les coordonnées du point singulier des quatre courbes Proctor du matériau limoneux étudié apparaissent liées :

- en ce qui concerne le seuil hydrique W^c , au seul mode de préparation des agrégats, c'est-à-dire à l'histoire du matériau avant le compactage, et,
- en ce qui concerne la densité sèche $\bar{\gamma}_d^c$, à la distribution de la taille des agrégats, qui serait, elle aussi, variable selon le mode de préparation des agrégats, mais pas nécessairement selon la structure initiale du matériau ("fine" ou "grossière").

3.2 - La première partie de la courbe Proctor (0 - W^c)

Nous disposons d'un nombre réduit de points dans le domaine de teneurs en eau comprises entre 0 % et W^c , en particulier pour le matériau constitué d'agrégats 2-5 fabriqués à l'état humide (protocole modifié). Les quatre courbes sont néanmoins à des niveaux de compacité très distincts.

FAURE (1978) a montré que l'accroissement de la compacité dans ce domaine de teneur en eau est lié à un concassage des agrégats. Ce phénomène est en effet facilité par la diminution de la cohésion des agrégats lorsque leur teneur en eau augmente. Le compactage provoque un étalement de la distribution de la taille des agrégats dont l'assemblage est, de ce fait, plus serré.

La première partie de la courbe correspondant au matériau 2-5 préparé selon le protocole standard, est caractéristique de ce phénomène : la densité sèche après compactage varie de 1,32 à 1,47 entre 2 % de teneur en eau et W^c , soit une diminution absolue de porosité de 6 % environ.

Lorsque l'humectation provoque un gonflement important des agrég-

gats (ce qui n'est pas le cas, comme nous le verrons, de ce matériau limoneux), ce gonflement a, au contraire, tendance à augmenter la porosité du matériau. La première partie de la courbe Proctor est alors faiblement croissante, voire décroissante.

3.3 - La seconde partie de la courbe Proctor ($W^C - W^M$)

Au delà du seuil hydrique, les quatre courbes accusent une forte croissance, qui résulte du comportement plastique du matériau.

Mais l'argile gonfle lorsqu'elle s'hydrate, c'est-à-dire augmente sa propre porosité. Elle a ainsi tendance à rendre l'assemblage des constituants qu'elle enrobe moins serré que le compactage ne le permettrait, si ce gonflement n'intervenait pas.

Les courbes atteignent un maximum de densité sèche ($\bar{\gamma}_d^M$) semblable, de l'ordre de $1,74 \pm 0,01$, soit une porosité totale moyenne de 35 %. L'écart de compacité entre le seuil de sensibilité et le maximum de compacité dépend donc essentiellement de la densité sèche au seuil de sensibilité, $\bar{\gamma}_d^C$, dont les valeurs extrêmes sont 1,39 et 1,55, selon l'histoire du matériau préalable au compactage et selon la taille initiale des agrégats. En conséquence, la variation de $\bar{\gamma}_d$ dans l'intervalle $W^C - W^M$ est au minimum de 0,19 et au maximum de 0,36, soit une diminution absolue de porosité totale respectivement de 7 et 13,5 %. De telles variations indiquent que le matériau limoneux étudié est sensible au compactage.

Avec le matériau préparé selon le protocole standard, l'influence de la structure initiale du matériau, "fine" ou "grossière", diminue rapidement dans cette partie de la courbe Proctor ; l'écart entre les deux courbes est peu significatif à partir d'une teneur en eau de l'ordre de 12 % (fig. 1).

Avec le matériau préparé selon le protocole modifié, les deux courbes ne se rejoignent qu'au-delà du maximum de compacité, mais la différence de densité sèche est faible dans toute la gamme de teneur en eau comprise entre W^C et W^M (fig. 1).

Par contre, les deux séries de courbes correspondant chacune à un protocole de fabrication des agrégats sont nettement distinctes. L'écart entre ces deux séries de courbes est vraisemblablement lié à des différences entre les deux protocoles, non seulement de distribution de la taille initiale des agrégats (cf. § 3.1.2.), mais aussi de seuil hydrique de sensibilité au compactage. En effet, si les matériaux préparés selon les deux protocoles avaient le même seuil hydrique de sensibilité au compactage, les différences de compacité seraient moins importantes et liées uniquement aux différences de distribution de la taille initiale des agrégats. On peut le constater aisément en décalant une série de courbes de telle sorte que les points singuliers aient une même teneur en eau (fig. 2). Les deux séries de courbes ne seraient alors pas significativement différentes à partir d'une teneur en eau de l'ordre de 15 %.

Pour une même teneur en eau comprise entre W^C et W^M il apparaît, en conséquence, que l'argile n'a pas la même efficacité, selon l'histoire du matériau préalable à l'application de la contrainte mécanique.

3.4 - Le maximum de compacité

3.4.1 - Eléments d'interprétation

Les quatre courbes présentent un maximum de compacité (Maximum Proctor), pour une teneur en eau W^M considérée comme "optimale" en Génie Civil.

Un accroissement de teneur en eau au-delà de W^M , ne permet pas, même avec une énergie d'intensité plus élevée, d'augmenter la compacité du matériau.

Le matériau a donc un comportement de liquide, c'est-à-dire qu'il est constitué théoriquement par un mélange biphasique de solide et d'eau. L'arrangement des particules à partir de cette teneur en eau est le plus serré possible.

En fait, le test Proctor est à cet égard imparfait, car l'absence de possibilité de drainage dans les conditions du test (moule étanche) empêche l'élimination d'une partie de l'air lors du compactage. Le matériau n'est donc pas parfaitement saturé en eau.

A l'instar des coordonnées du seuil de sensibilité, celles du maximum de compacité (W^M , $\bar{\gamma}_d^M$), varient avec l'énergie de compactage : $\bar{\gamma}_d^M$ augmente avec l'intensité de l'énergie mise en jeu, mais la teneur en eau W^M diminue.

Ces coordonnées varient également en fonction de la constitution du matériau : sa granulométrie, la nature de l'argile, la teneur en matière organique, etc...

FAURE (1978) considère que le matériau a atteint au maximum de compacité sa limite de liquidité, relative à l'énergie utilisée, au même titre que la teneur en eau au seuil de sensibilité correspond à sa limite de plasticité.

3.4.2 - Analyse des résultats

Les coordonnées expérimentales de chacun des Maximum Proctor sont reportées dans le *tableau II*.

Tableau II		W^M (%)	$\bar{\gamma}_d^M$	Porosité n(%)
Protocole	Matériau 0-2	15,5	1,74	34,9
standard	Matériau 2-5	15,5	1,73	35,3
Protocole	Matériau 0-2	16,5	1,75	34,5
modifié	Matériau 2-5	17	1,73	35,3

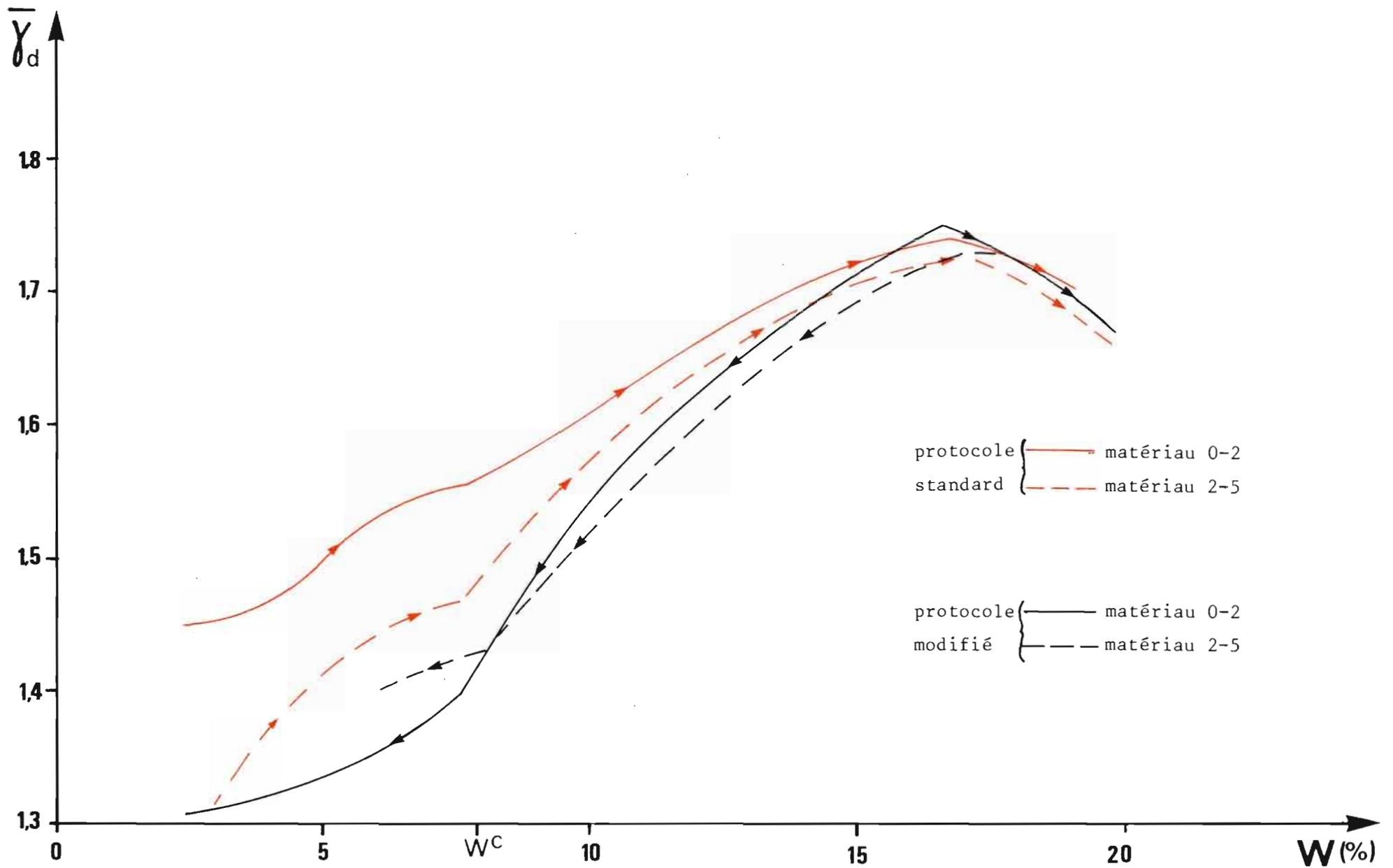


FIGURE 2 - Courbes Proctor du matériau limoneux du Rheu, obtenues en supposant que les seuils hydriques de sensibilité au compactage (W^C) soient identiques pour chacun des deux protocoles de fabrication des agrégats

Comme on l'a vu précédemment, les maximums de densité sèche ($\bar{\gamma}_d^M$) de chacune des quatre courbes ne sont pas (ou peu) différents. En revanche, les teneurs en eau en ce point particulier des courbes Proctor dépendent du mode de préparation des agrégats ; la différence observée est de l'ordre de 1 % de teneur en eau, et, comme pour le seuil hydrique de sensibilité au compactage, la valeur la plus faible de W^M correspond au matériau préparé selon le protocole standard.

3.5 - La troisième partie de la courbe ($W > W^M$)

Au delà du maximum de compacité, les courbes sont décroissantes et tendent asymptotiquement vers l'hyperbole de saturation dont l'équation exprime la loi de mélange biphasique solide - eau :

$$\frac{1}{\bar{\gamma}_d} = W + \frac{1}{\bar{\gamma}_s}$$

L'écart entre les courbes Proctor et la courbe de saturation signifie que l'échantillon n'est pas parfaitement saturé en raison des conditions particulières du test Proctor.

Dans cette partie de la courbe, les points disponibles (pour le matériau préparé selon le protocole modifié) indiquent que l'influence de la taille initiale des agrégats sur le comportement au tassement a totalement disparu, alors que le protocole de préparation des agrégats se manifeste encore par une différence de degré de saturation.

4 - CONCLUSION

L'étude, à l'aide du test Proctor, du comportement au tassement du matériau limoneux du Rheu, a montré que *ce matériau est sensible au tassement.*

Des différences de comportement non négligeables, liées au mode de préparation des agrégats ont été mises en évidence:

En particulier, *les limites hydriques de plasticité et de liquidité, relatives selon FAURE (1976, 1978) et GUERIF (1976) à l'énergie mise à en jeu et à la constitution du matériau, apparaissent liées aussi à l'histoire énergétique subie par le matériau avant le compactage.*

Par ailleurs, les effets des compactages réalisés à de faibles humidités sont très variables selon les caractéristiques dimensionnelles des agrégats. *Ce n'est pas tant la taille des agrégats que la distribution de celle-ci qui est déterminante : le niveau de compacité atteint est d'autant plus faible que les agrégats ont une taille initiale plus homogène.* Cette influence diminue progressivement pour des teneurs en eau croissantes au moment du compactage.

CHAPITRE II

INFLUENCE DU COMPACTAGE SUR

LA STRUCTURE DU MATERIAU

Mesures de porosités ,

observations en microscopie optique

Notre étude s'est limitée jusqu'à présent aux conséquences d'un compactage (Proctor) sur l'état physique du matériau limoneux du Rheu, cet état physique étant caractérisé de façon très globale par les seules valeurs de teneur en eau (W) et de densité sèche ($\bar{\gamma}_d$) de l'échantillon compacté (ou de porosité totale, déterminée facilement à partir de $\bar{\gamma}_d$ et $\bar{\gamma}_s$ la densité de solide).

Les échantillons Proctor ayant un volume important par rapport à la taille des agrégats qui les constituent (au maximum 5 mm), ils intègrent différents niveaux d'organisation des constituants : depuis l'assemblage des particules les plus fines (d'argile), jusqu'à l'assemblage des agrégats. A ces niveaux successifs d'organisation des constituants correspondent différents types de vides ou pores, dont l'ensemble constitue l'espace poral du matériau pédologique. Ces différents types de pores se distinguent par leurs caractères morphologiques (dimensions, forme, répartition...) et leur origine plus spécifique ; chaque type de pore présente également sa propre dynamique (ou sa propre résistance) à l'action des contraintes de toutes natures (culturales, climatiques, biologiques, etc...) qui se développent dans le matériau.

Un tassement n'aura pas les mêmes conséquences sur les propriétés du sol (aération, circulation et rétention de l'eau, résistance mécanique à la croissance des racines, etc...) et donc pas la même gravité selon les types de pores affectés. En outre, un travail du sol approprié peut récupérer d'autant plus facilement un tassement que les pores dont le volume relatif a diminué sont plus grossiers (cavités entre les mottes, fissures délimitant des agrégats, galeries d'origine biologique). Aussi est-il important pour

analyser le comportement d'un sol au compactage et pour prévoir les conséquences d'un tassement sur le fonctionnement du sol, de prendre en compte différents types de pores et de préciser dans quelle mesure ils sont concernés par le tassement.

Une telle démarche a été utilisée par STENGEL (1976, 1979) pour étudier l'incidence de la simplification du travail du sol sur l'état physique d'un sol limono-argileux.

Au cours de ce second chapitre, nous nous proposons donc d'améliorer la caractérisation des échantillons compactés en laboratoire *en distinguant, au sein de l'espace poral : les pores intraagrégats et les pores interagrégats*. Nous étudierons l'influence du compactage, à différentes teneurs en eau, sur ces deux composantes de l'espace poral, en associant :

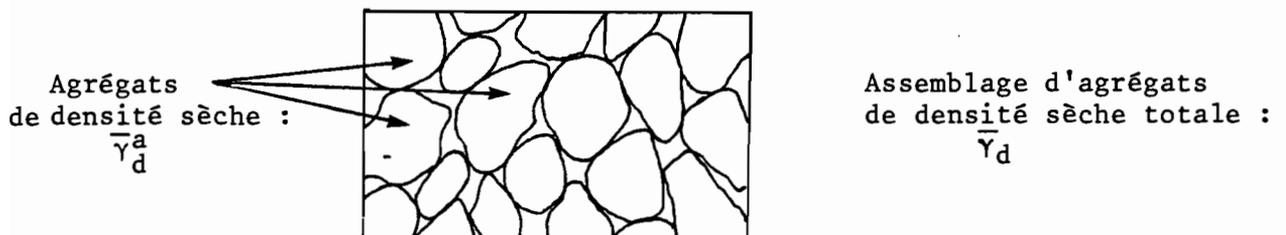
- d'une part, des *mesures physiques* pour évaluer leur volume relatif respectif, et
- d'autre part, des *observations microscopiques* qui apportent des données concernant essentiellement le mode d'assemblage des agrégats, et donc, la morphologie des pores interagrégats.

1 - LES METHODES DE CARACTERISATION PHYSIQUE ET MICROSCOPIQUE

1.1 - Les mesures physiques :

Les mesures physiques ont plus particulièrement pour objectif de définir l'état physique des agrégats par un couple $(W, \bar{\gamma}_d)$ qui leur soit spécifique.

Soient $\bar{\gamma}_d^a$ la densité sèche des agrégats et $\bar{\gamma}_d$ celle du matériau constitué par l'assemblage plus ou moins serré de ces agrégats :



- La détermination de $\bar{\gamma}_d^a$, avant et après le compactage, permet de mettre en évidence une éventuelle modification de la porosité des agrégats.
- L'écart entre les valeurs de $\bar{\gamma}_d$ et de $\bar{\gamma}_d^a$, après le compactage, permet d'apprécier le volume relatif des vides interagrégats dans le matériau et son évolution en fonction de la teneur en eau au moment du compactage.

1.1.1 - La méthode de mesure de la densité sèche de petits agrégats

a) Principe

La détermination de la densité sèche des agrégats après le compactage, nécessite au préalable l'extraction d'une quantité suffisante de ces agrégats. En pratique, une extraction directe n'est pas possible compte tenu de la petite taille initiale des agrégats. Un tel prélèvement serait d'ailleurs d'autant plus difficile à réaliser que le matériau est compacté à des teneurs en eau plus élevées et apparaît, en conséquence, plus cohérent, du fait de la coalescence des agrégats.

On a donc recours, selon la méthode proposée par MONNIER, STENGEL et FIES (1973) à un *fractionnement avec précautions* des échantillons, estimant que l'on élimine progressivement les pores les plus grossiers en diminuant le volume des échantillons. De plus, les plans de rupture correspondent en premier lieu aux discontinuités les plus macroscopiques, c'est-à-dire dans ce cas, aux pores interagrégats. Un *tamissage* permet d'isoler des éléments que l'on appellera agglomérats et dont la taille doit être suffisamment petite pour que la porosité interagrégats y soit nulle ou négligeable, *de telle sorte que la porosité de ces agglomérats soit assimilable à la porosité des agrégats.*

La limite inférieure de la taille des agglomérats est cependant fixée à 2 mm à cause de certains impératifs de la méthode de mesure de leur volume.

- Avec les matériaux constitués avant compactage d'agrégats 2-5, on a choisi de fabriquer des agglomérats de taille comprise entre 2 et 3 mm. La limite supérieure de 3 mm a été choisie inférieure à la taille maximale des agrégats, pour éliminer de manière plus sûre les pores ménagés par l'assemblage des plus petits agrégats.
- Avec les matériaux à structure "fine" (agrégats 0-2), les pores caractéristiques de l'assemblage des agrégats sont à la fois plus petits, plus nombreux et donc distribués selon une "maille" plus serrée. Il faudrait donc, pour éliminer les pores interagrégats, obtenir des agglomérats beaucoup plus petits ; mais, la mesure du volume serait alors délicate avec la méthode que nous avons utilisée.

Notre étude s'est donc limitée pour les deux modes de préparation des agrégats aux matériaux 2-5.

Les mesures de densité sèche d'agrégats, avant le compactage, ont été faites également sur des agglomérats de taille comprise entre 2 et 3 mm, obtenus par fragmentation et tamissage d'agrégats 2-5. Les mesures sur matériaux avant et après le compactage sont ainsi plus strictement comparables.

b) Mesures

La mesure du volume des agglomérats a été faite selon la méthode proposée par MONNIER et al (1973), par saturation au pétrole de la porosité

accessible (celle qui n'est pas occupée par la phase liquide). Le pétrole a la propriété de pénétrer facilement et rapidement dans les pores sans modifier le volume de l'échantillon. Un ressuyage avec du papier filtre permet d'éliminer l'excès de pétrole qui enrobe les agglomérats dont le volume est alors déterminé par une mesure de poussée hydrostatique dans le même liquide. FIES (1978) a montré que cette technique ne pose pas de difficulté particulière avec des matériaux à texture de limon argileux comme celui du Rheu. Il n'en est pas de même avec des matériaux à texture plus sableuse et/ou moins argileuse, dont les pores sont susceptibles de se désaturer pendant l'opération de ressuyage, ce qui entraîne une sous-évaluation de leur volume et donc de la porosité.

Après une telle détermination du volume, l'échantillon est séché à l'étuve à 105° C, pendant 24 heures, puis pesé (la mesure est réalisée sur environ 2 g d'agglomérats), ce qui permet de calculer la densité sèche d'agglomérats $\bar{\gamma}_d^a$.

Cette méthode peut être également utilisée sur des échantillons de volume plus important que les agglomérats (petites mottes), à condition que tous les pores de la périphérie retiennent effectivement le pétrole au cours du ressuyage.

c) Précision

On a cherché à apprécier la reproductibilité des mesures de densité sèche d'agglomérats pour le matériau limoneux étudié, dans deux états d'humidité ($W \approx 2\%$; $W \approx 16,5\%$). Pour chacune des deux humidités, on a prélevé une quantité suffisante d'agrégats 2-5 non compactés pour pouvoir effectuer une dizaine de mesures de $\bar{\gamma}_d^a$.

Les résultats obtenus sur les deux échantillons sont rassemblés dans le *Tableau III*.

Tableau III : Mesures de densité sèche d'agglomérats sur le matériau limoneux du Rheu.

	Etat "sec"	Etat "humide"
Nombre de mesures par échantillon (n)	10	9
Valeur moyenne ($\bar{\gamma}_d^a$)	1,830	1,748
Valeur minimum	1,820	1,740
Valeur maximum	1,841	1,758
Ecart -type des mesures (σ)	0,007	0,005
Intervalle de confiance de la moyenne avec un risque de 1 %		
$\bar{\gamma}_d^a \pm t_{n-1} ; 1\% \frac{\sigma}{\sqrt{n}}$	$1,830 \pm 0,007$	$1,748 \pm 0,006$
Précision (%) avec un risque de 1 %	$\pm 0,4$	$\pm 0,4$

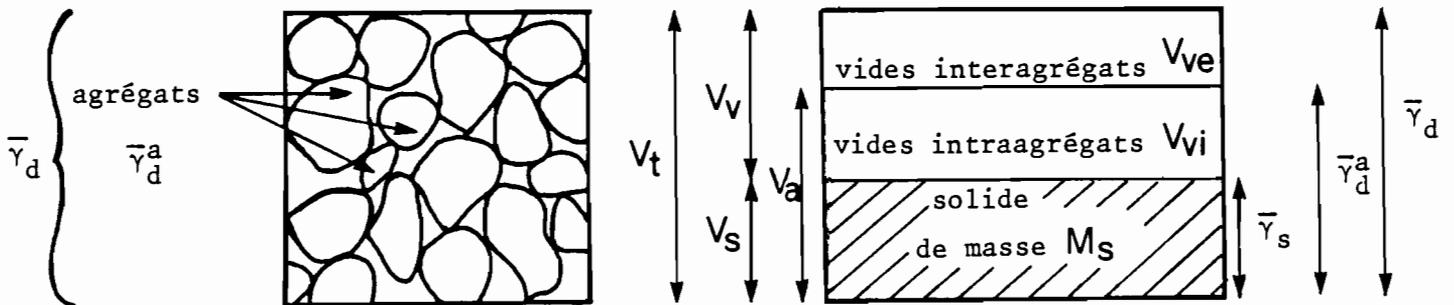
Avec un tel échantillonnage, l'opération de ressuyage des agrégats et la mesure du volume (poussées hydrostatiques) constituent les deux principales sources d'erreur (MONNIER et al, 1973).

L'égalité des variances des mesures à l'état sec et à l'état humide a été testée avec un risque de 1 % (selon un test de Fisher) : les deux variances ne sont pas significativement différentes. Elles sont aussi du même ordre de grandeur que celle obtenue par MONNIER et al (1973) avec un matériau de même texture.

Par la suite, les densités sèches d'agglomérats ont été, le plus souvent, évaluées avec trois répétitions seulement ; les écarts-types des mesures observés sont alors fréquemment de l'ordre de 0,006, mais varient de 0,003 à 0,013.

1.1.2 - Calcul des deux composantes de la porosité totale d'un échantillon

Soit un échantillon de volume total V_t constitué par un assemblage d'agrégats dont V_a est la somme des volumes. V_a se décompose en un volume V_s occupé par la phase solide et un volume V_{vi} de vides intraagrégats. Les agrégats ménagent entre eux un volume V_{ve} de vides interagrégats.



Soient $\bar{\gamma}_d$, la densité sèche totale de l'échantillon,

$$\bar{\gamma}_d = \frac{M_s}{V_t \rho_w} \quad (\text{avec } \rho_w : \text{masse volumique de l'eau})$$

$\bar{\gamma}_d^a$, la densité sèche d'agglomérats (assimilable à la densité sèche des agrégats)

$$\bar{\gamma}_d^a = \frac{M_s}{V_a \rho_w}$$

$\bar{\gamma}_s$, la densité de solide,

$$\bar{\gamma}_s = \frac{M_s}{V_s \rho_w}$$

Par définition :

. La porosité totale : $n_t = \frac{V_v}{V_t} = 1 - \frac{V_s}{V_t} = 1 - \frac{\bar{\gamma}_d}{\bar{\gamma}_s}$

- . La porosité interagrégats : $n_e = \frac{V_{ve}}{V_t} = 1 - \frac{V_a}{V_t} = 1 - \frac{\bar{\gamma}_d}{\bar{\gamma}_d^a}$
- . La porosité intraagrégats : $n_i = \frac{V_{vi}}{V_t} = n_t - n_e = \bar{\gamma}_d \left(\frac{1}{\bar{\gamma}_d^a} - \frac{1}{\bar{\gamma}_s} \right)$
- . La porosité d'agrégats : $n_a = \frac{V_{vi}}{V_a} = 1 - \frac{V_s}{V_a} = 1 - \frac{\bar{\gamma}_d^a}{\bar{\gamma}_s}$

Le volume des vides intraagrégats est rapporté, dans ce cas, au volume des seuls agrégats, contrairement à la porosité intraagrégats où il est rapporté au volume total de l'échantillon. Les porosités inter et intraagrégats sont de ce fait des grandeurs additives, et non pas la porosité d'agrégats. En conséquence, il convient de remarquer que deux échantillons peuvent avoir la même porosité d'agrégats, et cependant des porosités intraagrégats différentes, si le mode d'assemblage des agrégats et donc $\bar{\gamma}_d$ ne sont pas identiques dans les deux échantillons.

1.2 - Les observations microscopiques

1.2.1 - Préparation des échantillons en vue de la fabrication de lames minces

Comme tous les matériaux meubles, les échantillons de sols destinés à la fabrication de lames minces doivent être indurés par une résine qui a la propriété d'être très fluide au cours de l'imprégnation, puis de devenir très dure une fois solidifiée. La plupart des résines n'étant pas miscibles à l'eau, l'imprégnation ne réussit que sur des matériaux initialement secs ou préalablement deshydratés.

Habituellement, les échantillons sont séchés à l'air ou dans une étuve à 40° C. Mais, ce traitement peut modifier considérablement l'état structural du matériau sur lequel portera l'essentiel de nos observations. En effet, une telle dessiccation provoque un retrait (notamment à cause des forces de capillarité, qui s'exercent sur les parois des pores), et parfois l'apparition de fissures. Le retrait est d'autant moins négligeable que le matériau est riche en argile.

Différentes techniques sont utilisées afin de conserver la structure de l'échantillon correspondant à l'état hydrique initial :

a) La lyophilisation des échantillons humides est un procédé de deshydratation en deux étapes (congélation dans un liquide cryogénique et sublimation sous vide de la glace ainsi formée), qui empêche les forces de capillarité de se développer dans le matériau.

+ La congélation doit être réalisée de manière à ce que l'eau soit transformée en microcristaux de glace, suffisamment petits pour que l'état structural du matériau ne soit pas perturbé : la température du liquide cryogénique doit être très basse (inférieure à -150° C) et l'équilibre thermique doit être atteint très rapidement et uniformément dans l'ensemble de l'échantillon. Cela suppose un certain nombre de précautions et oriente le choix du liquide cryogénique (JONGERIUS et HEINTZBERGER, 1975) :

- les échantillons de sol sont immergés rapidement dans le liquide cryogénique et directement à son contact ;
- leur épaisseur doit être seulement de l'ordre d'un cm ; pour des argiles très hydratées, elle ne doit pas dépasser quelques mm (TESSIER et

BERRIER, 1978) ;

- l'azote liquide (-198° C), qui se trouve à la pression atmosphérique au voisinage de sa température d'ébullition forme autour de l'échantillon une enveloppe gazeuse qui se comporte comme un isolant et limite considérablement la vitesse de congélation ; aussi, est-il préférable d'utiliser le fréon (-158° C) refroidi par l'azote liquide, qui est proche de sa température de solidification et a une meilleure conductivité thermique.
- + Les échantillons congelés sont placés, pendant 48 heures, dans une enceinte sous vide, où sont assurés les transferts de chaleur et de vapeur d'eau. La température de l'enceinte, initialement à -70° C, doit rester inférieure à -40° C, pour que l'eau contenue dans les pores les plus fins reste à l'état solide (HOMSHAW et CHAUSSIDON, 1978).

b) Mis à part ce procédé de deshydratation par lyophilisation utilisé pour ce travail (avec du fréon), notons que certains auteurs emploient une méthode qui consiste à déplacer l'eau par un liquide organique (éthanol ou acétone) miscible à la fois avec l'eau et la résine et qui ne modifie pas sensiblement les caractéristiques de l'espace poral du matériau (MIEDEMA et al, 1974). Cette méthode, plus longue que la lyophilisation, permet cependant d'imprégner des échantillons d'épaisseur beaucoup plus grande.

1.2.2 - Description des lames minces

Nous nous proposons de décrire les lames minces en nous attachant plus particulièrement aux pores visibles au microscope optique (la taille de ces pores est rarement inférieure à l'épaisseur de la lame mince, de l'ordre de $25 \mu\text{m}$). La terminologie utilisée pour les descriptions microscopiques est celle de BREWER (1964).

Un certain nombre de photos de lames minces ont été analysées au quantimet 720 du Stichting voor Bodemkartering de Wageningen. L'intérêt de cet analyseur d'images pour la caractérisation des pores les plus macroscopiques (taille $> 30 \mu\text{m}$) des matériaux pédologiques a été montré par de nombreux auteurs (JONGERIUS et al, 1972 ; MURPHY et al, 1977 a et b), de même que pour l'étude de la rétention et de la circulation de l'eau dans les sols (ISMAIL, 1975 ; BOUMA et al, 1977 ; BULLOCK et THOMASSON, 1979).

Nous disposons ainsi pour décrire ces lames minces de quelques données quantitatives, relatives essentiellement à la distribution de la porosité en fonction de la taille des pores (de diamètre équivalent supérieur à $30 \mu\text{m}$).

Cependant, ces données acquises sur un nombre très limité de lames minces (deux au plus pour caractériser chaque état physique) ne nous permettent pas de comparer de façon approfondie les mesures de porosité sur lames minces aux mesures physiques. MURPHY et BANFIELD (1978) ont en effet montré la grande variabilité de la porosité mesurée sur des lames minces d'un même échantillon de sol.

2 - CARACTERISATION DES MATERIAUX AVANT LE COMPACTAGE

L'appréciation du tassement d'un matériau nécessite la connaissance de son état initial et de son état final. Nous nous proposons, dans ce paragraphe, de caractériser et de comparer entre eux les états physiques des agrégats, obtenus selon les deux protocoles de préparation (décrits au chapitre I - § 2), avant d'être compactés.

2.1 - Influence de l'histoire du matériau sur la porosité des agrégats avant le compactage

Des mesures de densité sèche d'agglomérats ($\bar{\gamma}_d^a$) issus par tamisage d'agrégats 2-5 non compactés, ont été effectuées à des teneurs en eau comprises entre 0 et 20 %, obtenues soit par dessiccation, soit par réhumectation, selon le protocole de fabrication des agrégats. Ce sont ces mêmes échantillons qui ont été soumis au test Proctor.

2.1.1 - Les résultats

Les valeurs de $\bar{\gamma}_d^a$ (moyennes de 3 mesures pour le protocole standard, de 3 à 12 mesures pour le protocole modifié) sont reportées sur la *figure 3*, en fonction de la teneur en eau. Ces valeurs sont également rassemblées en *Annexe II-1* et, pour deux humidités extrêmes, dans le *tableau IV* avec les porosités d'agrégats (n_a) correspondantes.

Tableau IV : Densités sèches d'agglomérats ($\bar{\gamma}_d^a$) et porosités (n_a) d'agrégats non compactés, à l'état sec et à l'état humide, pour chacun des deux protocoles de fabrication des agrégats.

	W	$\bar{\gamma}_d^a$	n_a (%)	W	$\bar{\gamma}_d^a$	n_a (%)
	(%)		(%)	(%)		(%)
Protocole standard	0	$1,760 \pm 0,013$	$34,1 \pm 0,5$	17,1	$1,697 \pm 0,013$	$36,5 \pm 0,5$
Protocole modifié	0	$1,797 \pm 0,009$	$32,7 \pm 0,4$	17,7	$1,748 \pm 0,008$	$34,6 \pm 0,3$

(Les intervalles de confiance des moyennes des mesures de $\bar{\gamma}_d^a$ ou n_a , sont donnés avec un risque de 1 %).

Les données ont été analysées selon une analyse de variance à un facteur (teneur en eau des agrégats).

Il apparaît que :

- 1) Pour les deux protocoles de fabrication des agrégats, l'effet de la teneur en eau sur $\bar{\gamma}_d^a$ est très hautement significatif (*Annexe II-1-② et ⑤*)
- 2) La *figure 3* montre que la densité sèche d'agglomérats augmente légèrement (protocole modifié, teneur en eau décroissante) ou diminue légèrement (protocole standard, teneur en eau croissante). La précision des me-

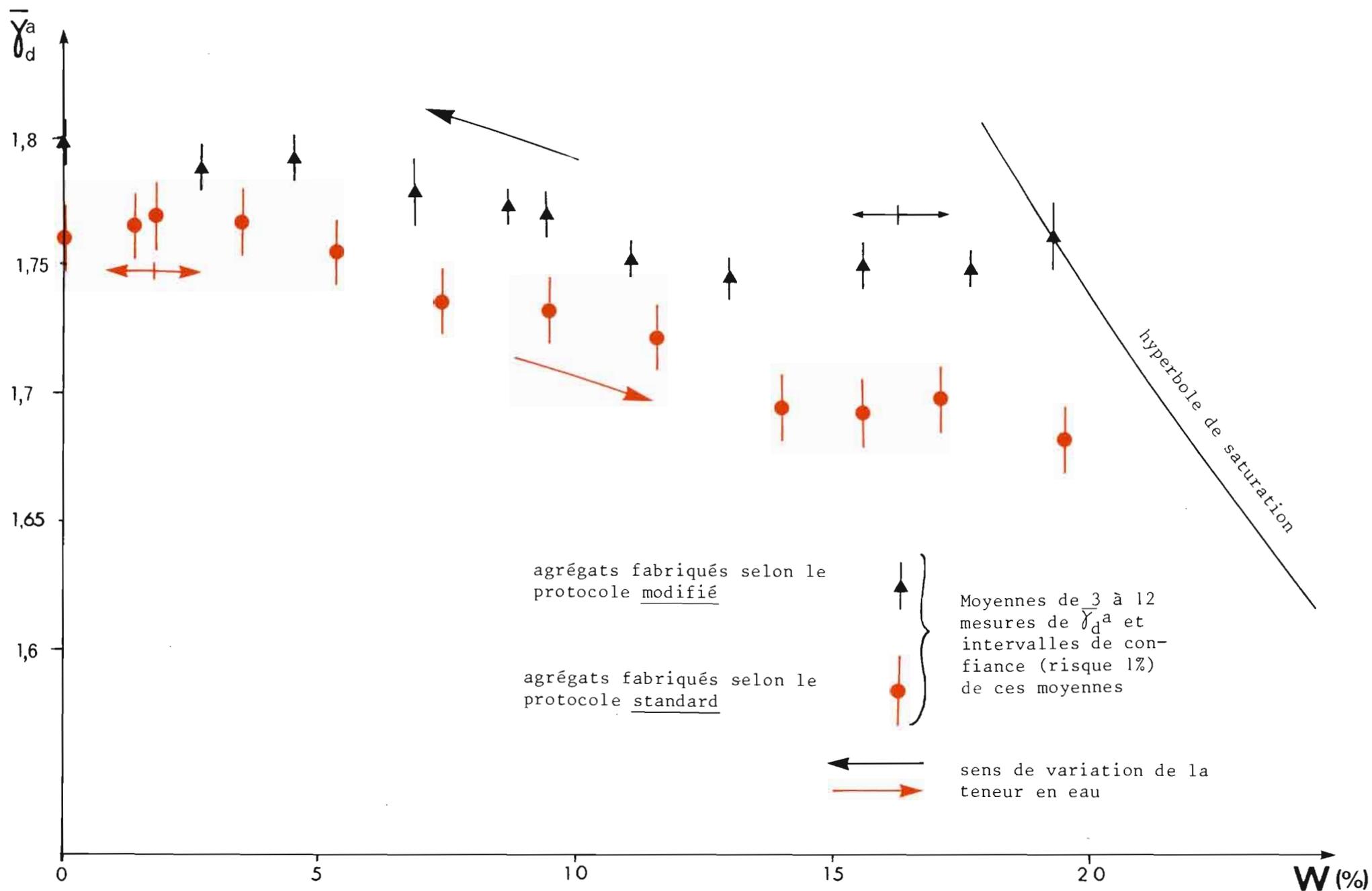


FIGURE 3 - Variation, en fonction de la teneur en eau (W), de la densité sèche d'agglomérats ($\bar{\gamma}_d^a$) issus d'agrégats 2-5 (non compactés) préparés selon les deux protocoles (standard et modifié)

sures ne permet pas d'établir statistiquement ce phénomène car les différences entre deux moyennes de $\bar{\gamma}_d^a$ voisines sont rarement significatives (Annexe II-1-③ et ⑥). Cependant, le regroupement des valeurs en trois classes de teneur en eau (0 à 5 %, 5 à 12 %, 12 à 19 %) montre que les agrégats subissent un retrait (protocole modifié) ou un gonflement (protocole standard) significatif, qui correspond à une variation de porosité de 2 ou 3 % (Annexe II-1-③ et ⑥).

3) Quelle que soit la teneur en eau, la différence entre les moyennes de $\bar{\gamma}_d^a$ des deux types d'agrégats est toujours significative. Le niveau de compacité le plus faible est celui du matériau préparé selon le protocole standard (Annexe II-1-⑧). De plus, l'écart entre les valeurs de $\bar{\gamma}_d^a$ des deux types d'agrégats augmente significativement aux fortes teneurs en eau (supérieures à 13 %) par rapport aux faibles teneurs en eau (inférieures à 5 %) (Annexe II-1-⑨) ; la différence entre les porosités des deux types d'agrégats varie alors de 1 à 2 % environ selon la teneur en eau.

2.1.2 - Discussion

Il ne semble pas qu'une différence de constitution entre les deux types d'agrégats soit à l'origine d'un tel écart entre leurs porosités, car ils proviennent d'un même prélèvement de mottes dans l'horizon Bt d'un profil de sol. Les analyses granulométriques (Annexe I - 1), réalisées sur des échantillons des deux types d'agrégats sont d'ailleurs tout à fait comparables.

Par contre, à une teneur en eau donnée, les deux types d'agrégats n'ont pas subi la même histoire. Les deux protocoles de fabrication des agrégats se différencient par les contraintes qui sont mises en jeu, ou tout au moins, par les conditions dans lesquelles s'exercent ces contraintes :

a) Le tamisage à l'état humide (protocole modifié) favorise les tassements localisés à la périphérie des agrégats. Ces tassements permettraient d'expliquer, aux teneurs en eau proches de 0 %, la différence de porosité d'agrégats, de l'ordre de 1 %, observée entre les deux matériaux qui ont alors subi la même dessiccation. Il faut cependant remarquer que, dans un cas (protocole standard), le matériau est desséché à l'état de mottes, et dans l'autre cas (protocole modifié) à l'état d'agrégats.

b) La dessiccation imposée au matériau avant le tamisage (protocole standard) peut modifier son état structural à des niveaux très fins d'organisation des constituants, notamment l'organisation de la fraction argileuse entre les particules de limons. Une telle modification de l'état structural du matériau peut affecter ses propriétés physiques, en particulier, celles de l'argile qui influent sur le comportement au compactage (lubrification, gonflement), comme l'a déjà suggéré l'analyse des courbes Proctor (*Chapitre I*). Un changement des propriétés de gonflement de l'argile, consécutif à la dessiccation, pourrait être à l'origine, au moins en partie, de l'écart entre les porosités d'agrégats des deux matériaux.

Par ailleurs, CHANG et al (1968) et ALVAREZ-MARQUES et al (1974) ont montré que les agrégats de sols argileux, en phase d'hydratation, gonflent moins in situ que lorsqu'ils sont extraits du sol, c'est-à-dire libérés des contraintes qu'ils exercent les uns sur les autres, lorsqu'ils sont en contact étroit (assemblage ajusté). Les agrégats préparés selon le protocole standard, libres de toutes contraintes externes, pourraient donc, pour cette raison, exprimer un gonflement plus important que le retrait des agrégats préparés selon le protocole modifié. Cela pourrait être la cause de l'augmentation de

l'écart entre les porosités des deux types d'agrégats, qui est de 2 % aux fortes teneurs en eau.

Il n'est toutefois pas possible de vérifier ces différentes hypothèses, compatibles entre elles, qui permettraient d'expliquer l'écart observé entre les porosités des deux types d'agrégats.

2.2 - Les porosités interagrégats et intraagrégats des matériaux non compactés

L'assemblage des agrégats non compactés définit une porosité interagrégats (n_e) très importante, évaluée à 46 % environ dans un volume total de 300 cm³.

La porosité totale d'un tel échantillon est de l'ordre de 65 % et la porosité intraagrégats (n_i , exprimée par rapport au même volume de référence) est alors de 19 % environ, soit 30 % seulement de la porosité totale.

Ces mesures n'ont été faites que sur le matériau préparé selon le protocole modifié et sec. Mais, les porosités inter et intraagrégats ne sont cependant pas susceptibles de varier considérablement avec la teneur en eau ou le mode de préparation des agrégats, étant donnée la faible amplitude des variations de porosité d'agrégats mise en évidence précédemment, en fonction de ces deux facteurs.

2.3 - Description microscopique de l'horizon B_t du Rheu (1)

La *structure* de l'horizon B_t dans lequel le matériau a été prélevé est polyédrique grossière. La taille des éléments structuraux varie de 2 à 5 cm environ.

Parmi les *pores* visibles au microscope optique, on distingue :

- de larges fentes (un à plusieurs mm), à bords irréguliers, qui déterminent la structure polyédrique,
- des chenaux de plusieurs mm de diamètre, liés à l'activité biologique (lombricides), traversant les agrégats polyédriques,
- des cavités, chambres et chenaux dont les dimensions varient de quelques dizaines à quelques centaines de μm .

Le *squelette* est dominé par les limons grossiers quartzeux et de forme anguleuse, associés à des limons fins quartzeux ou micacés.

(1) La lame mince utilisée pour cette description a été réalisée à partir d'un échantillon séché à l'étuve à 40° C avant l'imprégnation.

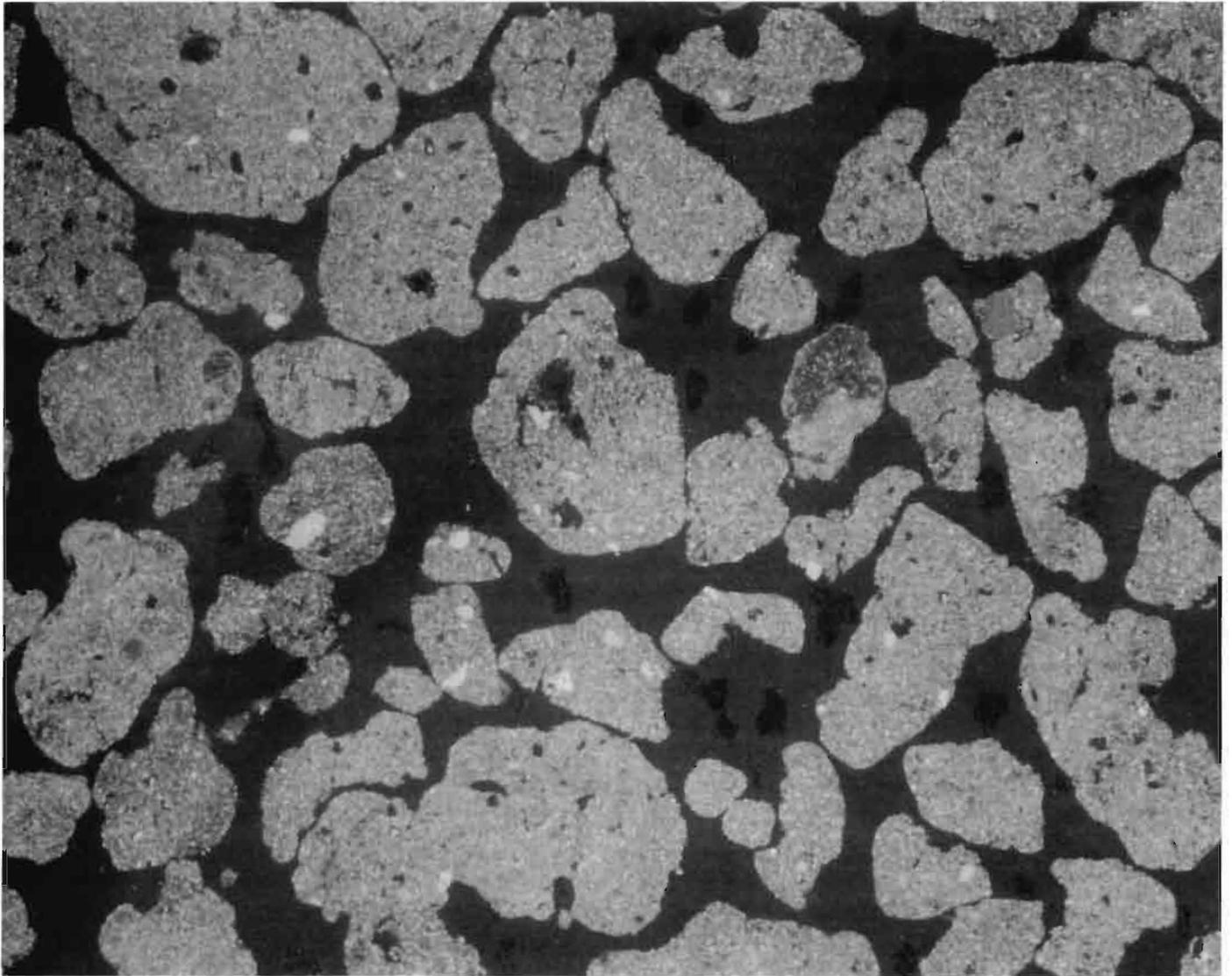
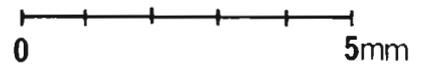


Photo 1

Assemblage non compacté d'agrégats
de taille comprise entre 2 et 5 mm
(pores en noir sur cette photo)



Les lames minces mettent en évidence une certaine *hétérogénéité* dans la constitution de cet horizon, et plus précisément dans la distribution du plasma argileux :

- Celui-ci se présente le plus souvent sous forme de séparations plasmiques de couleur jaune orangé et fortement orientées autour des particules de limon grossier. L'assemblage plasmique est alors squelsépique (selon BREWER, 1964). Les particules de limon grossier sont distantes de 5 à 20 μm selon l'abondance du plasma au sein duquel on ne distingue pas de pores même aux grossissements les plus élevés du microscope optique.
- Dans certaines plages d'observations, le plasma argileux est beaucoup moins abondant et de couleur jaune plus pâle. L'assemblage plasmique est toujours squelsépique. Les particules de limon fin apparaissent plus nettement disposées entre les particules de limon grossier. Celles-ci sont parfois en contact lorsque le plasma est très peu abondant, et leur assemblage ménage des vides d'entassement dont la taille est de l'ordre d'une dizaine de μm .

La transition entre les plages plus ou moins riches en argile est assez progressive.

On observe localement des concentrations plasmiques : argilanes revêtant les parois de certains pores (cavités, fentes), ou intégrés au fond matriciel et participant parfois à l'enrobage de particules du squelette. Des fissures, très fines, sont parfois développées à l'intérieur des concentrations plasmiques les plus épaisses. On observe également quelques modules ferrugineux et des concentrations d'oxydes en halos glébulaires.

Les différents éléments de cette description microscopique sont caractéristiques d'un horizon d'accumulation d'argile d'un sol brun faiblement lessivé et légèrement hydromorphe, développé sur un matériau limoneux (CURMI, 1979).

2.4 - Description microscopique d'un assemblage non compacté d'agrégats 2-5

Cette description a été faite seulement sur des lames minces d'agrégats non compactés, préparés selon le protocole modifié (broyage et tamisage à l'état humide) et séchés à pF6, ou à l'étuve à 105° C (non lyophilisés avant l'imprégnation).

L'assemblage des agrégats de forme polyédrique subangulaire, ménage un réseau de pores interagrégats dont l'importance relative sur les lames minces apparaît très grande (photo 1). La plus grande dimension de ces pores interagrégats est de l'ordre de 2 mm.

On retrouve à l'intérieur de ces agrégats 2-5 les pores observés dans les éléments structuraux de l'horizon B_c dont est issu le matériau : cavités, chambres et chenaux. L'importance relative de ces pores est difficile à évaluer par rapport à la porosité totale, en disposant d'un nombre réduit de lames minces. Par ailleurs, étant donné leurs dimensions (quelques dizaines à quelques centaines de μm), ces pores doivent subsister à l'intérieur des agglomérats et sont pris en compte dans les mesures de porosité d'agglomérats

(à moins que les plus grossiers d'entre eux se désaturent au cours de l'opération de ressuyage - cf. § 1.1.1.).

Les agrégats 2-5 présentent la constitution et les traits pédologiques (concentrations plasmiques, nodules, etc...) de l'horizon de prélèvement. Le plasma, en particulier, est distribué avec une certaine hétérogénéité entre les agrégats et parfois même au sein des agrégats. L'assemblage plasmique est toujours squelsépique.

Contrairement aux mesures de $\bar{\gamma}_d^a$, ces observations n'ont été faites que sur les agrégats préparés selon le protocole modifié, et à l'état sec. Il n'est donc pas possible de comparer les caractères micromorphologiques des deux types d'agrégats, et cela, dans toute la gamme de teneur en eau étudiée. Aucune modification de l'assemblage des particules n'a été toutefois mise en évidence à la périphérie des agrégats, qui aurait pu résulter d'un tassement provoqué en fabriquant les agrégats à l'état humide.

3 - CARACTERISATION DES MATERIAUX APRES LE COMPACTAGE

Les courbes Proctor des matériaux 2-5 et les courbes de variation en fonction de la teneur en eau de la densité sèche d'agglomérats issus d'agrégats 2-5 non compactés ont été reportées sur un même graphique (*fig. 4*).

La comparaison de ces deux types de courbes, pour chaque protocole de préparation des agrégats, fait apparaître que :

1) Le matériau préparé selon le protocole standard atteint, lorsqu'il est compacté à des teneurs en eau supérieures à 13 % environ, une compacité plus élevée que celle des agrégats avant le compactage. Dans ces conditions, la porosité des agrégats a nécessairement diminué.

2) Dans le cas du protocole modifié, quelle que soit la teneur en eau au moment du compactage, l'énergie mise en jeu par le test Proctor ne permet pas de fabriquer un matériau globalement plus compact que les agrégats, avant le compactage. Cela ne signifie pas cependant que le tassement n'a pas affecté la porosité des agrégats. Pour le vérifier, il est nécessaire de procéder à une analyse plus fine des deux fractions de la porosité que nous avons distinguées à l'intérieur des échantillons compactés.

Les matériaux 2-5 ont été compactés dans ce but à certaines teneurs en eau particulières, choisies après observation de ces courbes.

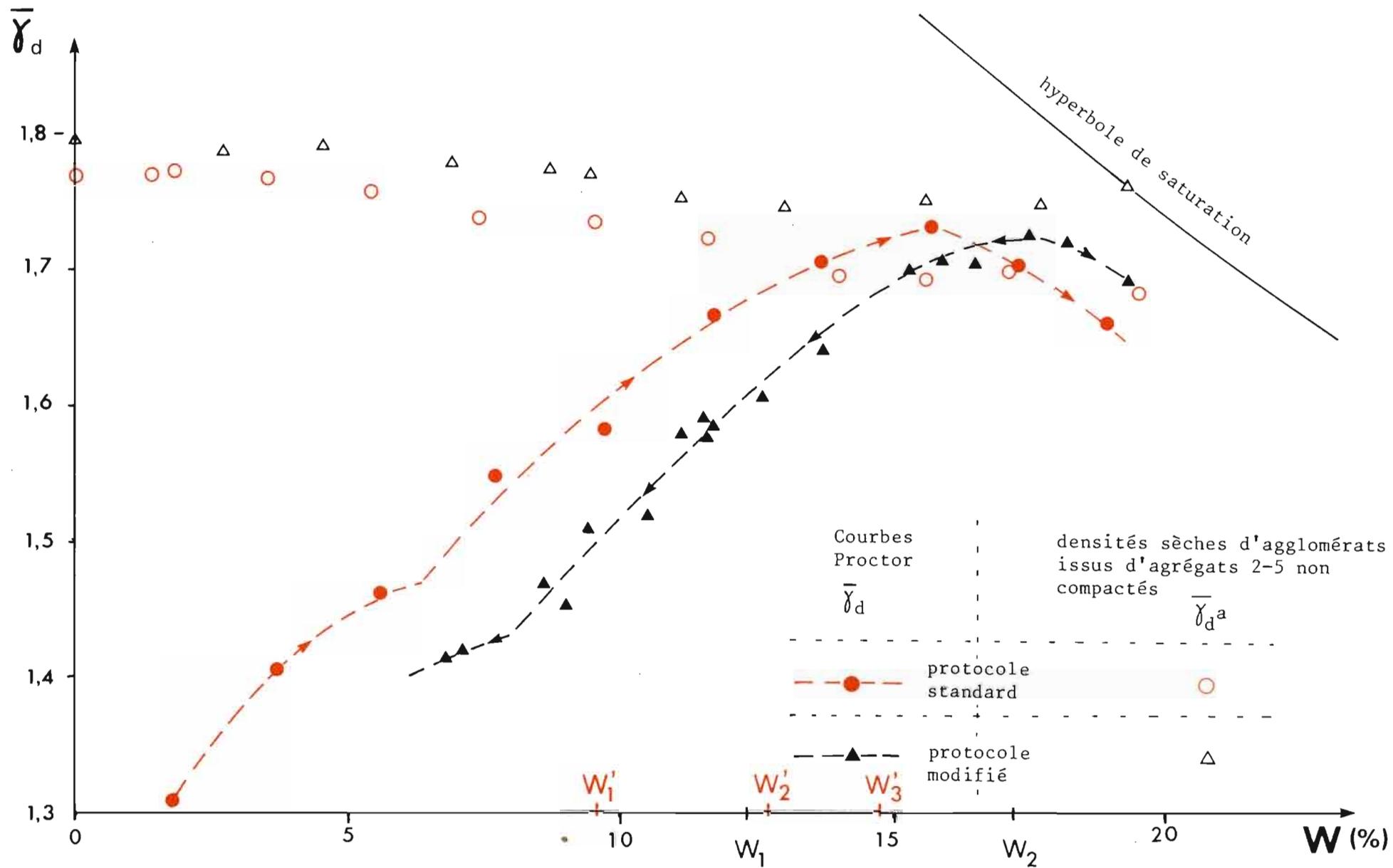


FIGURE 4 - Courbes Proctor et courbes de variation, en fonction de la teneur en eau, de la densité sèche d'agglomérats ($\bar{\gamma}_d^a$) issus d'agrégats 2-5, pour les deux protocoles de fabrication des agrégats.

3.1 - Choix des teneurs en eau particulières (fig. 4)

1) Pour le matériau préparé selon le protocole modifié :

- Une teneur en eau comprise entre le seuil de sensibilité (W^C) et la teneur en eau (W^M) du Maximum de Compacité, notée $W_1 \approx 12 \%$.
- La teneur en eau du Maximum de Compacité, notée $W_2 \approx 17 \%$.

2) Pour le matériau préparé selon le protocole standard :

- La teneur en eau du Maximum de Compacité, notée $W_3' \approx 15 \%$.
- La teneur en eau pour laquelle le matériau compacté atteint le niveau de compacité des agrégats non compactés, notée $W_2' \approx 13 \%$.
- Une teneur en eau comprise entre W_2' et le seuil de sensibilité au compactage, notée $W_1' \approx 9 \%$.

3.2 - Mode opératoire

3.2.1 - Prélèvement de mottes dans les échantillons Proctor

Les effets d'un compactage sont variables, notamment en fonction de la distance par rapport à la surface d'application de la contrainte mécanique.

L'observation de grandes lames minces d'échantillons Proctor a, en effet, mis en évidence que le tassement s'atténue du sommet à la base de chacune des trois couches, mais aussi de la partie centrale à la périphérie de la couche (GRIMALDI, 1977). Ce dernier point est lié aux modalités du test Proctor (1).

Des mottes ont donc été prélevées dans la partie centrale de chaque couche des échantillons Proctor compactés aux teneurs en eau particulières, en procédant de la manière suivante (fig. 5) : une tranche d'environ un centimètre d'épaisseur est découpée au centre de chaque couche, dont la partie périphérique est également éliminée sur quelques mm d'épaisseur ; cette tranche est enfin divisée en quatre quarts qui correspondent aux mottes ; pour diminuer les risques d'hétérogénéité entre les mottes, on a pris soin, en particulier, de compacter les échantillons en trois couches d'égale épaisseur, c'est-à-dire de même poids.

(1) La dame de compactage, de forme cylindrique comme le moule Proctor, a un diamètre supérieur au rayon du moule, de sorte que la partie centrale de l'échantillon Proctor est affectée par chaque chute de la dame, alors qu'une zone donnée de la périphérie ne reçoit qu'une fraction des n coups. Le centre de l'échantillon est donc compacté avec une énergie plus forte que la périphérie.

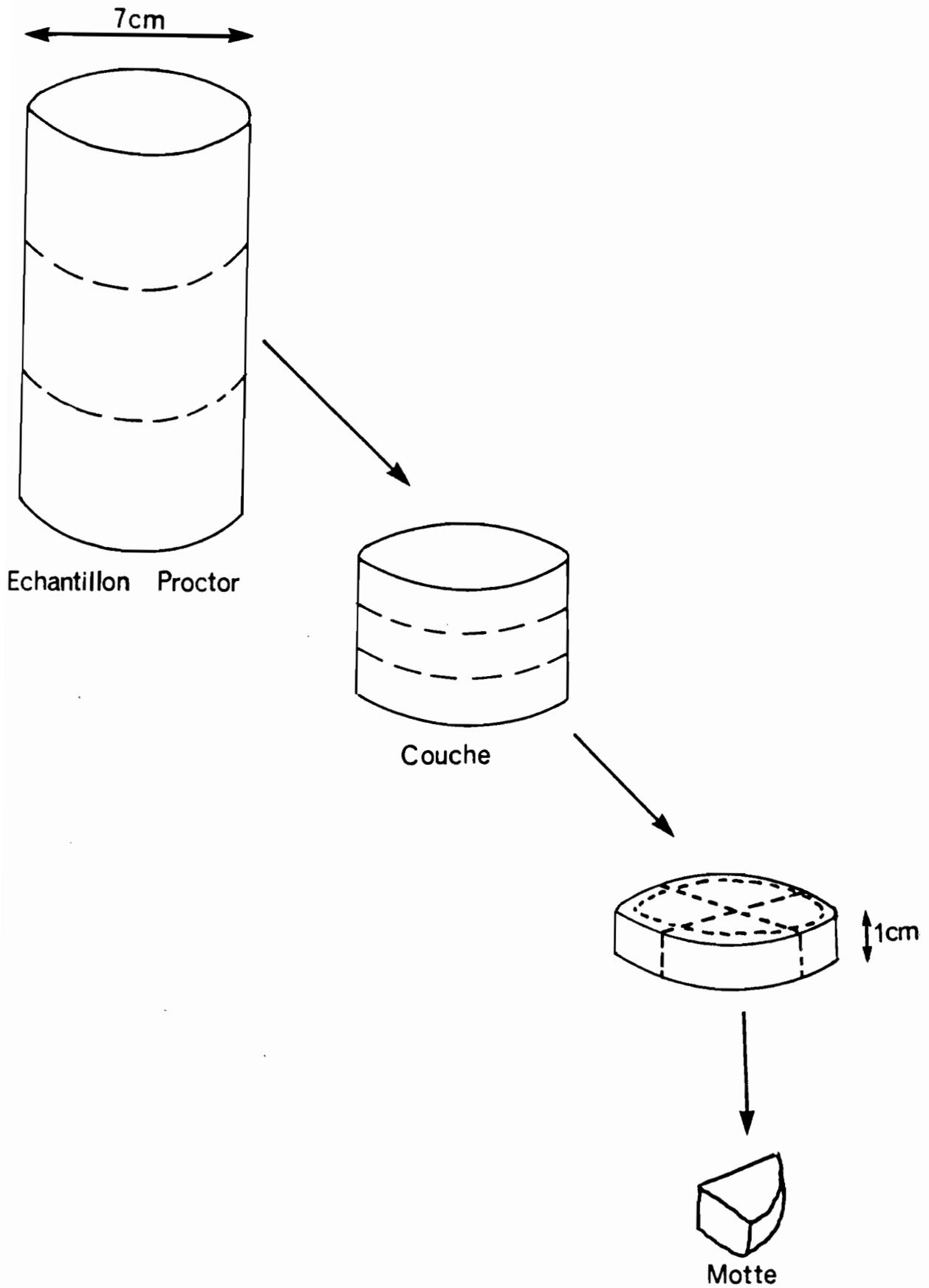


FIGURE 5 - Mode de prélèvement des mottes dans un échantillon Proctor.

- La connaissance de l'état physique des mottes permet, par comparaison avec l'état physique de l'échantillon Proctor dont elles sont issues, d'*apprécier la variabilité des effets du compactage en fonction de la teneur en eau à laquelle il a été réalisé.*
- Par ailleurs, ces mottes dont le volume est de l'ordre de 10cm^3 , sont constituées par un assemblage d'agrégats. Leur espace poral peut donc être décomposé en deux fractions de porosité complémentaires : intraagrégats et interagrégats. Aussi ont-elles été utilisées pour *évaluer l'importance relative des deux types de pores dans les échantillons compactés.*
- Enfin, la taille de ces mottes autorise à pratiquer une lyophilisation; *deux lames minces* ont, en général, été réalisées à partir d'une motte issue de chacun des échantillons compactés aux teneurs en eau particulières : *l'une perpendiculaire, l'autre parallèle à l'axe de chute de la dame de compactage.*

3.2.2 - Les données expérimentales

Les mottes sont caractérisées par des mesures de teneur en eau (W) et de *densité sèche de motte*, notée $\bar{\gamma}_d^m$ et mesurée par la méthode au pétrole (cf. § 1.1.1). Pour chaque état physique, W est évaluée à partir de fragments de plusieurs mottes et deux mesures de $\bar{\gamma}_d^m$ sont généralement effectuées.

On a également extrait de ces mottes des agglomérats de taille comprise entre 2 et 3 mm, dont la densité sèche, notée $\bar{\gamma}_d^{ac}$, permet d'évaluer la porosité des agrégats après le compactage. 3 mesures de $\bar{\gamma}_d^{ac}$ ont le plus souvent été effectuées, à partir d'une seule motte.

3.2.3 - Homogénéité des mottes et précision des mesures physiques

Compte tenu de l'absence ou du petit nombre de répétitions des mesures de W , $\bar{\gamma}_d^m$ et $\bar{\gamma}_d^{ac}$, on a cherché à apprécier l'*homogénéité* du matériel expérimental que constituent les mottes, *homogénéité qui sera difficile à dissocier de la précision des mesures au sens strict.* En effet, si les trois couches d'un échantillon Proctor ont la même épaisseur, le mode de prélèvement des mottes au sein de ces couches est assez rudimentaire : en particulier, le découpage de la tranche de 1 cm d'épaisseur au milieu d'une couche est peu précis et peut être la cause d'une certaine variabilité.

On a donc multiplié les mesures de W , $\bar{\gamma}_d^{ac}$ et $\bar{\gamma}_d^m$ pour quelques états physiques particuliers, en prenant soin de regrouper celles réalisées à partir d'une même couche initiale ou à partir d'une même motte (pour $\bar{\gamma}_d^{ac}$).

Le *tableau V* rassemble les données obtenues pour l'un de ces

états physiques.

Tableau V	Mesures			Moyenne générale et (écart-type)	Intervalle de confiance (1) de la moyenne et (précision)
	Couche 1	Couche 2	Couche 3		
$\bar{\gamma}_d^m$	1,605	1,608	1,629	1,612 (0,009)	$1,612 \pm 0,011$ ($\pm 0,7 \%$)
	1,603	1,607	1,622		
	1,607	1,611			
$\bar{\gamma}_d^{ac}$	1,725	1,730	1,744	1,734 (0,008)	$1,734 \pm 0,007$ ($\pm 0,4 \%$)
			1,736		
	(moyenne de 3 mesures à partir d'une même motte)				
W (%)	11,5	11,7	11,4	11,5 (0,1)	$11,5 \pm 0,2$ ($\pm 1,6 \%$)
			11,4		
			11,5		

(1) calculé pour un risque de 1 %.

On peut remarquer dans ce tableau que les mesures de $\bar{\gamma}_d^m$ sont moins variables lorsque les mottes proviennent d'une même couche que lorsqu'elles proviennent de couches différentes.

Ce n'est pas le cas pour les mesures de teneur en eau, du moins lorsque celle-ci n'est pas trop élevée.

Quant aux mesures de $\bar{\gamma}_d^{ac}$, la dispersion de l'ensemble des mesures réalisées à partir de couches et de mottes bien distinctes est semblable à celles observées pour un nombre comparable de mesures sur des échantillons plus homogènes (agglomérats issus d'agrégats non compactés - cf. § 1.1.1 c - : les variances des mesures de $\bar{\gamma}_d^a$ et de $\bar{\gamma}_d^{ac}$ ne sont pas significativement différentes, selon un test de Fisher, avec un risque de 1 %).

3.3 - Présentation des résultats des mesures physiques

+ Pour chaque protocole, les densités sèches de mottes ($\bar{\gamma}_d^m$), d'agglomérats issus de mottes ($\bar{\gamma}_d^{ac}$) ou d'agrégats non compactés ($\bar{\gamma}_d^a$) sont portées en fonction de la teneur en eau sur un même graphique sur lequel la courbe Proctor du matériau correspondant est également reproduite (fig. 6 et 8).

- + Un second type de graphique permet, pour chaque échantillon compacté (ou non) à une teneur en eau choisie, de représenter le volume des vides dans les différents éléments de volume analysés (échantillon Proctor, motte, agglomérats), ainsi que la fraction de ce volume de vides occupée par l'eau (fig. 7 et 9).

Le volume des vides est exprimé par rapport à la masse de l'échantillon sec (c'est un volume massique), c'est-à-dire par rapport à une grandeur de référence indépendante du volume de vides (1) (comme de l'arrangement spatial des constituants), et identique pour tous les échantillons (quelle que soit leur histoire) et pour tous les éléments de volume de ces échantillons. Pour cette raison, cette expression du volume des vides est plus pratique que la porosité, lorsqu'il est nécessaire, comme dans ce travail, de comparer entre eux plusieurs échantillons à différents niveaux d'organisation des constituants.

Définitions

- Soit $\bar{\gamma}_d$, la densité sèche de l'échantillon, égale au rapport de sa masse volumique sèche (ρ_d) à la masse volumique de l'eau (ρ_w) :

$$\bar{\gamma}_d = \frac{\rho_d}{\rho_w} \quad (\rho_d \text{ et } \rho_w \text{ exprimées en g/cm}^3)$$

Le volume massique de l'échantillon peut s'écrire :

$$v_d = \frac{1}{\rho_d} = \frac{1}{\rho_w \bar{\gamma}_d} \quad (\text{cm}^3/\text{g}).$$

- De même, si $\bar{\gamma}_s$ est la densité de solide du matériau, le volume massique de solide s'écrit :

$$\frac{1}{\rho_s} = \frac{1}{\rho_w \bar{\gamma}_s} = v_s \quad (\text{cm}^3/\text{g})$$

- La différence entre les volumes massiques de l'échantillon de sol (v_d) et le solide (v_s) est égale au volume des vides dans une masse unitaire de sol sec (v_v).

$$v_v = v_d - v_s \quad (\text{cm}^3/\text{g}).$$

Selon l'élément de volume considéré, le volume massique de vides sera noté : v_v , v_v^m , v_v^{ac} , v_v^a , respectivement pour l'échantillon Proctor, la motte, les agglomérats issus de mottes, ou issus d'agrégats non compactés.

(1) Contrairement à la porosité, grandeur qui exprime le volume des vides dans un échantillon par rapport à un volume de sol de référence (qui n'est pas nécessairement celui de l'échantillon, comme on l'a vu au § 1.1.2 de ce chapitre) dépendant du volume de vides.

- Enfin, la partie de ce volume massique de vides occupée par l'eau (v_w) est calculée à partir de la teneur en eau W :

Soient V_w le volume d'eau dans l'échantillon,
 M_w la masse d'eau dans l'échantillon,
 M_s la masse de l'échantillon sec,

$$v_w = \frac{V_w}{M_s} = \frac{V_w}{M_w} \cdot \frac{M_w}{M_s} = \frac{W}{\rho_w} \text{ (cm}^3\text{/g)}.$$

Il est ainsi possible de mettre en évidence, sur un même graphique, l'influence du compactage :

- aux différents teneurs en eau, sur le volume massique des vides dans chaque élément de volume analysé,
- à des teneurs en eau égales :
 - sur le volume massique des vides intraagrégats (1) en raisonnant sur la différence : $v_v^a - v_v^{ac}$
 - sur le volume massique des vides interagrégats dans les mottes : $v_v^m - v_v^{ac}$ (2)
 - sur l'hétérogénéité des effets du compactage dans les échantillons Proctor : $v_v - v_v^m$.

3.4 - Le matériau préparé selon le protocole modifié

3.4.1 - Résultats des mesures physiques (fig. 6 et 7)

a) A chacune des teneurs en eau particulières, W_1 et W_2 , les agglomérats issus d'agrégats non compactés, d'une part, et issus des mottes prélevées dans les échantillons compactés, d'autre part, ont des volumes massiques de vides (v_v^a et v_v^{ac}) non significativement différents (fig. 7 ; Annexe II-2). Ainsi, quelle que soit la teneur en eau au moment du compactage, le volume poral intraagrégats et, autrement dit, la porosité d'agrégats, ne varient pas significativement sous l'effet de la contrainte mécanique .

b) Le tassement affecte seulement le volume poral interagrégats (fig. 7) :

- Après le compactage à W_2 (teneur en eau du maximum de compacité), les mottes

- (1) Appelé plus brièvement dans la suite du texte : "volume poral intraagrégats", et
 (2) "Volume poral interagrégats". On emploiera de même "volume poral total", pour volume massique de vides total.

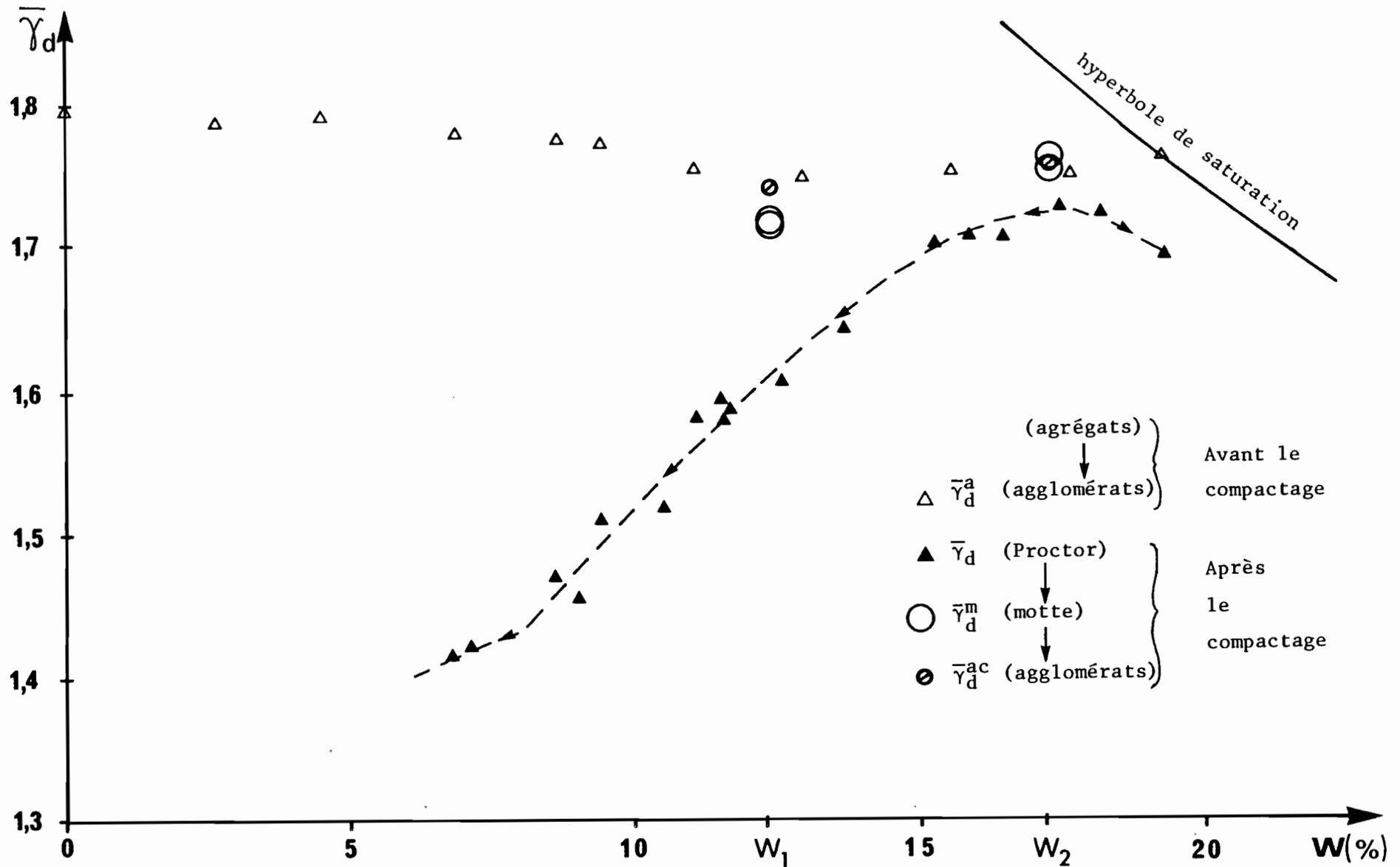


FIGURE 6 : Variation en fonction de la teneur en eau (W) de la densité sèche du matériau préparé selon le protocole modifié :

- non compacté, à l'échelle des agrégats ($\bar{\gamma}_d^a$)
- après le compactage, à l'échelle de l'échantillon Proctor ($\bar{\gamma}_d$), de mottes prélevées dans ces échantillons ($\bar{\gamma}_d^m$) et d'agglomérats issus de ces mottes ($\bar{\gamma}_d^{ac}$).

(1) Chaque valeur de densité sèche d'agglomérats représentée est une moyenne d'au moins 3 mesures.

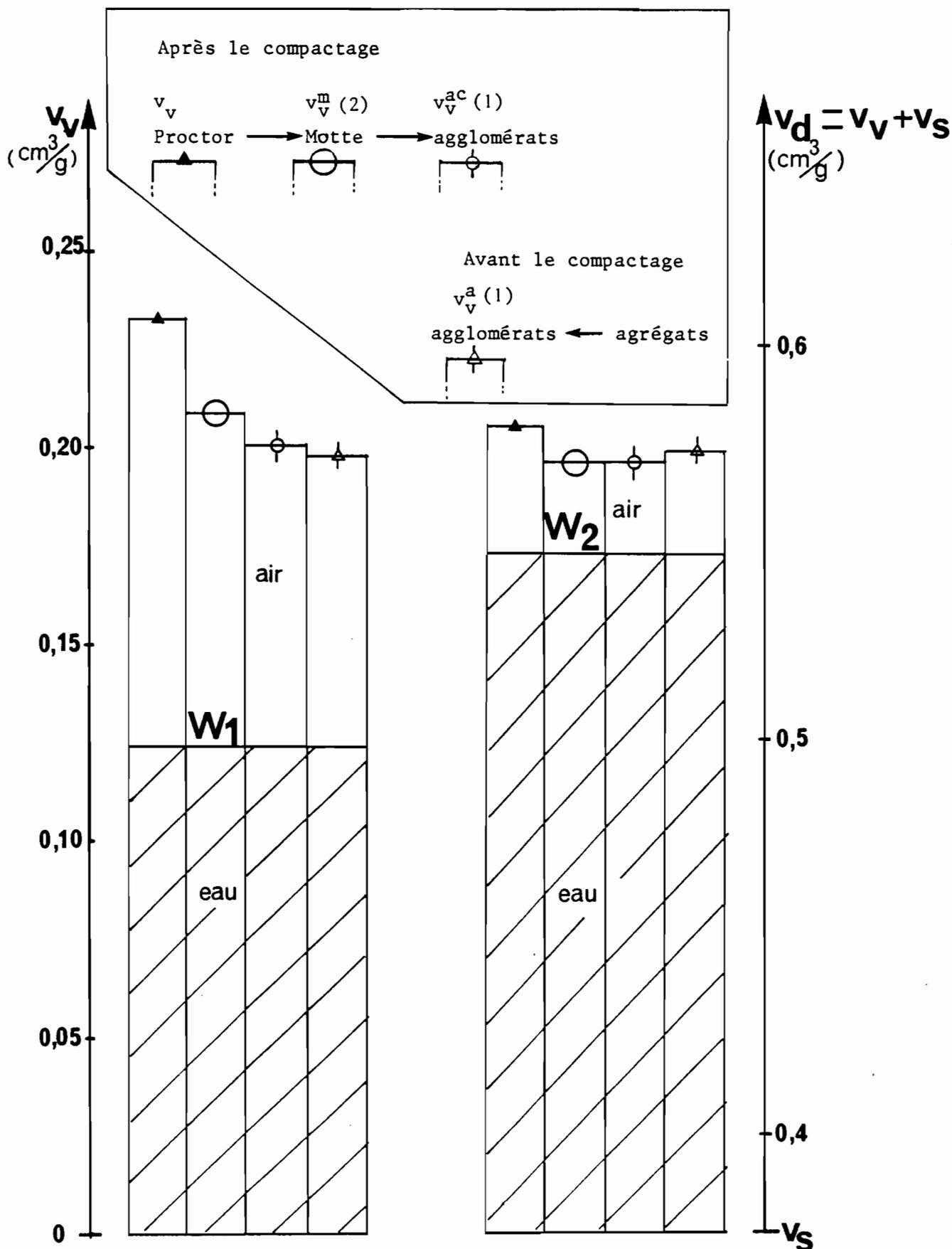


FIGURE 7 : Matériau préparé selon le protocole modifié :

Aux deux teneurs en eau particulières au moment du compactage, Volumes massiques de vides (v_v , en cm^3/g) :

- dans les agrégats non compactés (v_v^a).

- après le compactage, dans les échantillons Proctor (v_v), dans les mottes (v_v^m) et dans les agglomérats issus de ces mottes (v_v^{ac}).

(1) Moyenne calculée à partir de 3 mesures au moins, le trait vertical représente l'intervalle de confiance avec un risque de 1 %.

(2) Moyenne de deux mesures.

et les agglomérats qui en sont issus ont les mêmes volumes massiques de vides ($v_v^m = v_v^{ac}$). Le tassement se caractérise alors par la disparition du volume poral interagrégats dans ce type de motte. Le volume poral total des mottes (v_v^m) est en moyenne de $0,197 \text{ cm}^3/\text{g}$, soit une porosité totale de 34,5 %.

- Après le compactage à W_1 (rappelons qu'il s'agit d'une teneur en eau inférieure à W_2), le volume poral interagrégats dans les mottes est non nul, mais faible ($0,008 \text{ cm}^3/\text{g}$ pour $v_v^m = 0,209 \text{ cm}^3/\text{g}$, soit une porosité interagrégats de 1,5 % pour une porosité totale de 36 %).

c) Par ailleurs, l'échantillon Proctor compacté à W_1 est beaucoup plus poreux que la motte qui en est issue : le volume massique de vides supplémentaire par rapport à la motte prélevée dans la partie centrale d'une couche ($v_v - v_v^m$) est de $0,027 \text{ cm}^3/\text{g}$, ce qui correspond à une augmentation de porosité de 5,6 %, alors que le matériau compacté à W_2 apparaît nettement plus homogène avec un supplément de porosité de l'ordre de 1,7 % seulement (fig. 7).

Ce dernier résultat montre que lorsque la teneur en eau augmente, l'efficacité du compactage se traduit aussi par une diminution de la variabilité spatiale de la porosité. Ainsi, un matériau est d'autant plus homogène en compacité qu'il est plus tassé.

3.4.2 - Description microscopique

+ Les observations microscopiques des mottes prélevées dans les échantillons compactés à W_1 et W_2 , mettent en évidence la modification très nette de la structure du matériau au cours du compactage. L'assemblage des agrégats apparaît d'autant plus serré que la teneur en eau au moment du compactage est élevée :

- Après le compactage à W_1 (photo 2), les agrégats sont encore partiellement individualisés. Leur arrangement définit des pores interagrégats, vides d'entassement selon BREWER (1964) de forme très irrégulière, parfois polyconcave, et dont la taille est le plus souvent comprise entre $300 \mu\text{m}$ et 1 mm (1). Par rapport au matériau non compacté, ces pores interagrégats ne sont plus, en général, reliés entre eux dans le plan de la lame mince.

On retrouve à l'intérieur des mottes des agrégats plus ou moins riches en plasma argileux. Les agrégats dans lesquels le plasma est peu abondant sont souvent fragmentés par le compactage.

(1) La plupart des photos présentées sont accompagnées d'un diagramme de distribution de la porosité en fonction du diamètre équivalent des pores (pores de diamètre équivalent supérieur à $30 \mu\text{m}$). Ces photos et ces analyses de distribution de la porosité ont été réalisées au Stichting voor Bodemkartering de Wageningen, avec la collaboration de Mrs A. JONGERIUS et D. SCHOONDERBEEK.

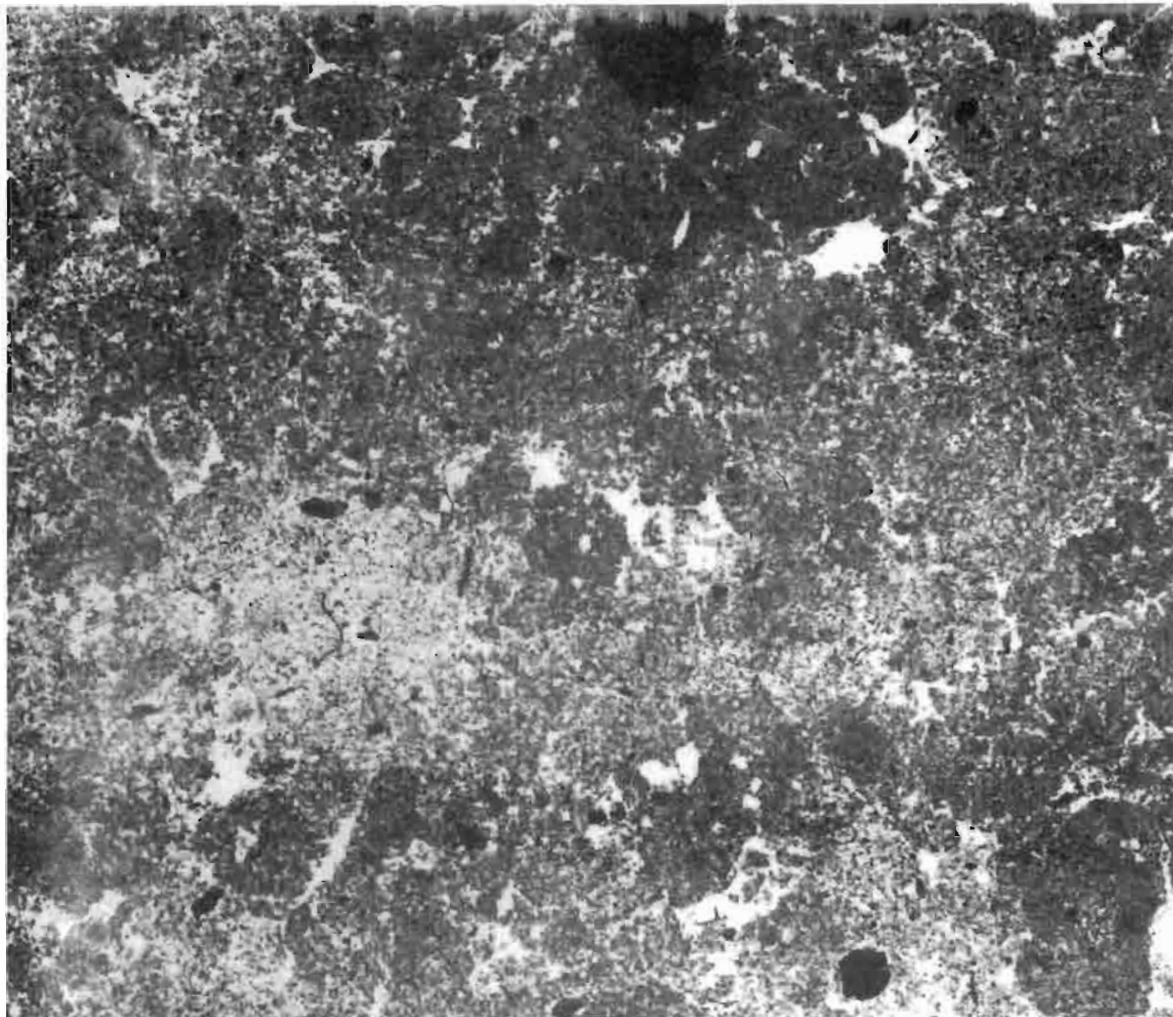
- Après le compactage à W_2 (photo 3), la coalescence des agrégats est presque totale. Il subsiste, surtout dans la partie inférieure de la motte, quelques vides d'entassement de taille généralement comprise entre 200 et 500 μm , de forme souvent allongée et dont l'importance relative dans la motte est beaucoup plus faible qu'après le compactage à W_1 . Sur la lame réalisée dans un plan vertical, on observe dans la partie supérieure de la motte, des vides à morphologie de fissures, assez fins (de 30 à 200 μm d'épaisseur, en général ; de quelques centaines de μm à quelques mm de longueur), distants de quelques centaines de μm et qui sont orientés perpendiculairement à la direction de la contrainte mécanique, comme, d'ailleurs, certains vides interagrégats (photo 4).

Les deux types de mottes se différencient donc par leur structure :

- L'une (compactage à W_2), pratiquement massive, à tendance lamellaire. Les agrégats initiaux ne sont presque plus individualisés.
 - L'autre (compactage à W_1), toujours fragmentaire. Les agrégats initiaux sont encore partiellement individualisés.
- + Des cavités, chambres et chenaux décrits à l'intérieur des agrégats non compactés subsistent après le compactage aux deux teneurs en eau. Il est toutefois difficile de mettre en évidence une variation de leur importance relative dans les mottes, en fonction de la teneur en eau au compactage. Etant donné leurs dimensions et leur distribution, ces vides, et les fissures lorsqu'elles existent, peuvent subsister dans les agglomérats.
- + Par ailleurs, l'assemblage des particules n'apparaît pas modifié par le compactage aux deux teneurs en eau particulières. Une éventuelle modification serait cependant difficile à mettre en évidence visuellement, compte tenu de la distribution hétérogène du plasma argileux au sein du matériau. L'assemblage plasmique est toujours squelsépique et des fissures sont observées aux deux teneurs en eau dans les concentrations plasmiques, comme dans les agrégats non compactés à l'état sec décrits précédemment. D'après les travaux de FIES (1978), cette fissuration et l'assemblage plasmique squelsépique sont caractéristiques des matériaux ayant subi des contraintes hydriques intenses (alternances de dessiccation - humectation).

3.4.3 - Conclusion à l'étude du matériau préparé selon le protocole modifié

D'après les mesures physiques et les observations microscopiques, le compactage à des teneurs en eau croissantes provoque une diminution et finalement, à la teneur en eau du Maximum de compacité, une disparition de la porosité interagrégats. Par contre, quelle que soit la teneur en eau au moment du compactage, le tassement ne se traduit pas par une diminution significative de la porosité des agrégats.

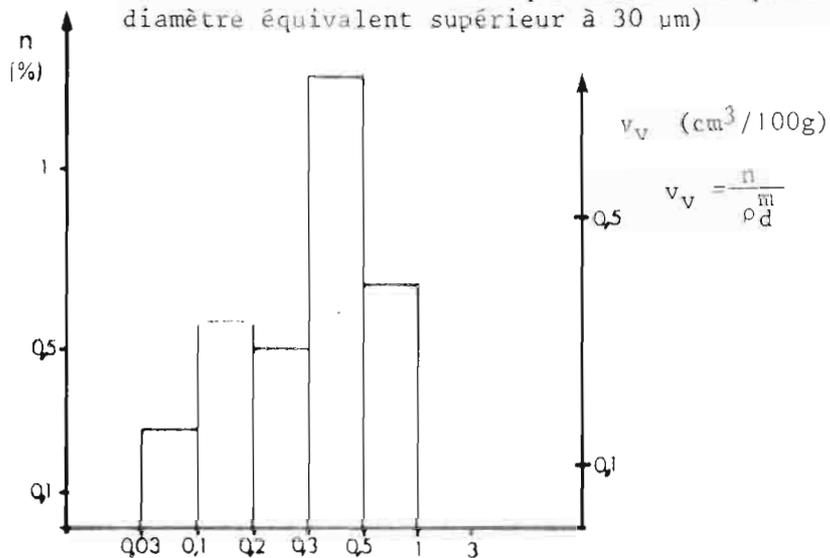


0 5mm

Photo 2 Matériau 2-5 après le compactage à W_1 (lame "horizontale")
(tous les pores visibles - compte tenu de l'épaisseur de la lame et du grossissement - et les pores seulement, apparaissent en blanc sur la photo)

Histogramme de distribution de la porosité (n) de la photo 2 en fonction de la taille équivalente des pores (pores de diamètre équivalent supérieur à 30 μm)

Surface des pores par rapport à la surface totale de la photo



Diamètre équivalent des pores (en mm)

$$v_v = \frac{n}{\rho_d}$$

v_v ($\text{cm}^3/100\text{g}$)

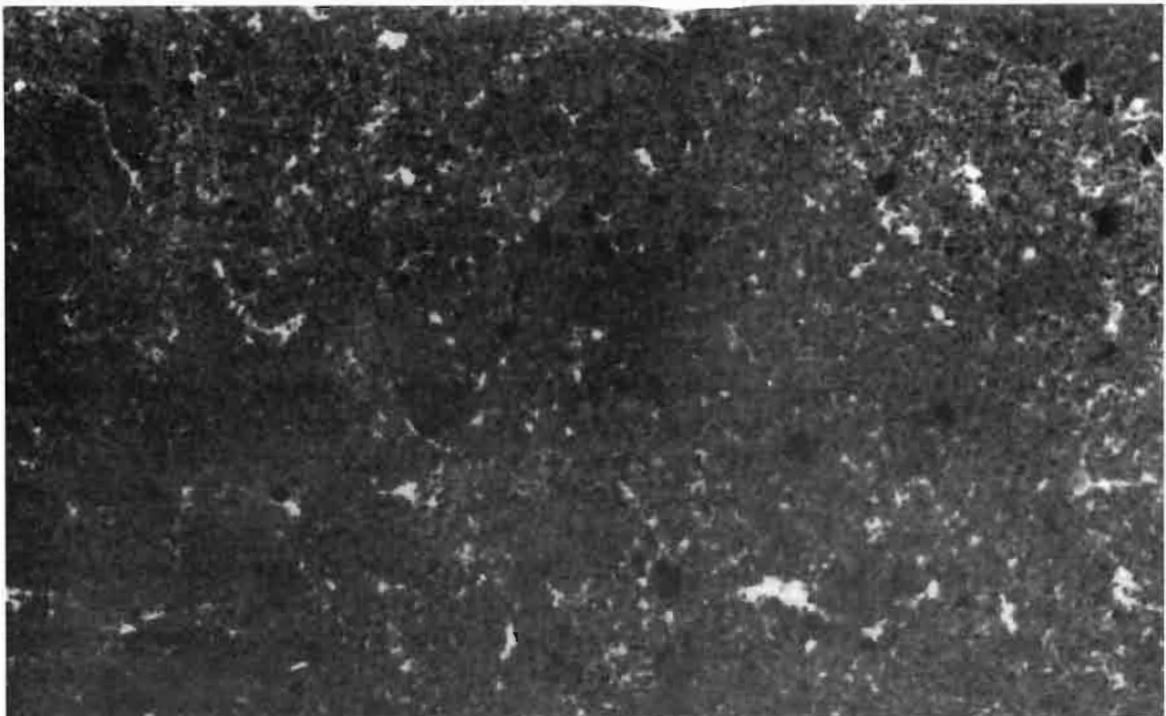
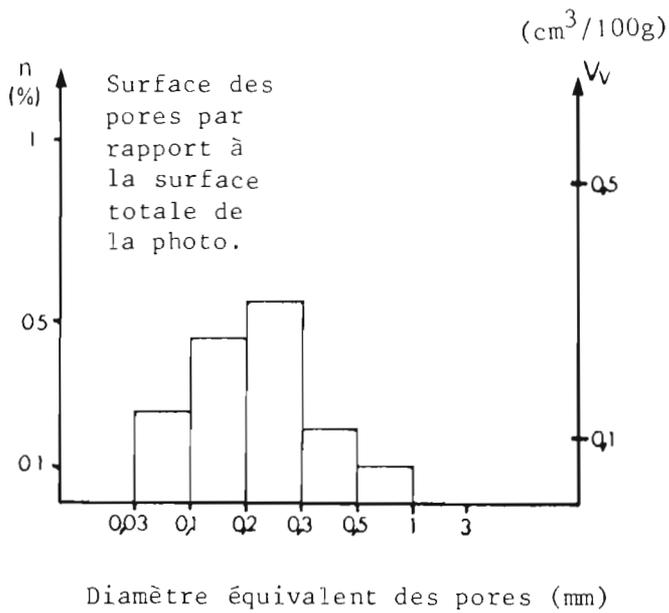
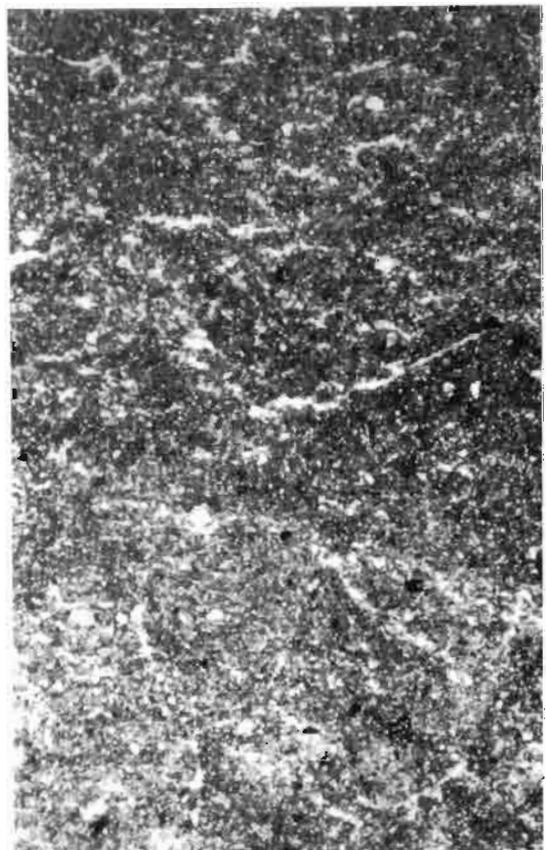


Photo 3 : Matériau 2-5 après le compactage à W_2 (lame "horizontale") (tous les pores visibles, et les pores seulement, apparaissent en blanc).

0 5mm



0 2mm



Histogramme de distribution de la porosité de la photo 3, en fonction de la taille équivalente des pores

Photo 4 : →

Matériau 2-5 après le compactage à W_2 (lame "verticale") ; fissures à orientation normale à la direction de la contrainte mécanique.

La fraction de la porosité totale visible au microscope optique n'est pas nulle, même après le compactage à W_2 , c'est-à-dire au Maximum de compacité. Les valeurs de volume massique de vides de mottes (v_v^m) et d'agglomérats (v_v^{ac}) étant, en ce point particulier, semblables, c'est donc qu'il existe à l'intérieur des agglomérats l'ensemble des pores observés dans la motte issue du matériau compacté à W_2 , y compris les quelques pores interagrégats dont l'importance relative est certes faible. Les agglomérats permettent donc seulement d'approcher l'état physique du matériau à l'échelle des agrégats.

3.5 - Le matériau préparé selon le protocole standard

3.5.1 - Résultats des mesures physiques

a) A W_1' , les valeurs de volume massique de vides d'agglomérats ne sont pas significativement différentes avant et après le compactage. Le compactage à cette teneur en eau n'affecte donc pas le volume poral intraagrégats (fig. 9 et Annexe II-3).

En revanche, l'écart entre ces valeurs ($v_v^a - v_v^{ac}$) est significatif après un compactage à W_2' et à W_3' : il est de l'ordre de $0,01 \text{ cm}^3/\text{g}$ à W_2' et $0,02 \text{ cm}^3/\text{g}$ à W_3' , ce qui correspond à une diminution de porosité d'agrégats de 1 et 2 % respectivement (fig. 9 et Annexe II-3).

Ainsi, pour les teneurs en eau voisines de la teneur en eau du Maximum Proctor, le tassement se traduit par une diminution de la porosité des agrégats du matériau préparé selon le protocole standard, contrairement à ce qui a été observé avec le matériau préparé selon le protocole modifié, dont les agrégats sont certes moins poreux avant le compactage (de 2 % environ de porosité).

b) Quant au volume poral interagrégats, il diminue progressivement de $0,032 \text{ cm}^3/\text{g}$ à W_1' , à $0,015 \text{ cm}^3/\text{g}$ à W_2' , puis à $0,005 \text{ cm}^3/\text{g}$ à W_3' , ce qui correspond à une variation de la porosité interagrégats exprimée par rapport au volume des mottes respectivement de 5,6 % à W_1' , à 2,6 % à W_2' , à moins de 1 % à W_3' (fig. 9).

c) Par ailleurs, comme pour le matériau préparé selon le protocole modifié, l'échantillon Proctor est d'autant plus homogène qu'il a été compacté à une teneur en eau élevée : les échantillons compactés à W_2' et W_3' et les mottes qui en sont issues, ont en effet des porosités peu différentes, contrairement à W_1' (fig. 9).

d) Enfin, les matériaux préparés selon les deux protocoles ont, à

leur maximum de compacité des volumes massiques de vides semblables dans les trois éléments de volume considérés (échantillon Proctor, motte, agglomérats).

3.5.2 - Description microscopique

- + Les observations microscopiques mettent en évidence une évolution progressive de la structure du matériau lorsqu'il est compacté à des teneurs en eau variant de W'_1 à W'_3 .

Cette évolution de la *structure* se manifeste par :

- Un assemblage de plus en plus serré des agrégats,
 - Une diminution de l'importance relative des vides d'entassement des agrégats,
 - Une diminution de la taille de ces vides d'entassement.
- Après le compactage à W'_1 , les agrégats sont souvent, au moins partiellement, individualisés. Ils délimitent des pores interagrégats, de forme polyconcave, dont la taille est souvent de l'ordre du mm (*photo 5*).
 - Après le compactage à W'_2 et plus nettement à W'_3 , la coalescence des agrégats est presque totale. Il subsiste quelques vides d'entassement dont la taille est le plus souvent de quelques centaines de μm (*photo 6*).

La structure polyédrique du matériau disparaît donc progressivement par l'assemblage de plus en plus serré des agrégats et aboutit à une structure massive pour les teneurs en eau au compactage voisines de la teneur en eau du Maximum de compacité.

- + On n'observe pas de pores à morphologie de fissures dans les mottes, même après le compactage à W'_3 . Les trois types de mottes présentent des pores intraagrégats semblables à ceux qui ont été observés précédemment (chambres, chenaux, cavités). Leur importance relative semble diminuer de W'_1 à W'_3 sur les lames dont on dispose ; cependant, il est parfois difficile de différencier ces pores intraagrégats des plus petits pores interagrégats (de 30 à 300 μm).
- + L'assemblage des particules constitutives du matériau n'apparaît pas modifié par le compactage aux différentes teneurs en eau étudiées. L'assemblage plasmique est toujours squelsépique et il existe, comme dans le matériau préparé selon le protocole modifié, compacté ou non, des agrégats moins riches en plasma et où l'assemblage des particules de limon ménage des pores visibles au microscope optique.

3.5.3 - Conclusion à l'étude du matériau préparé selon le protocole standard

Les observations microscopiques rejoignent les mesures physiques en ce qui concerne la *diminution progressive et finalement la dispari-*

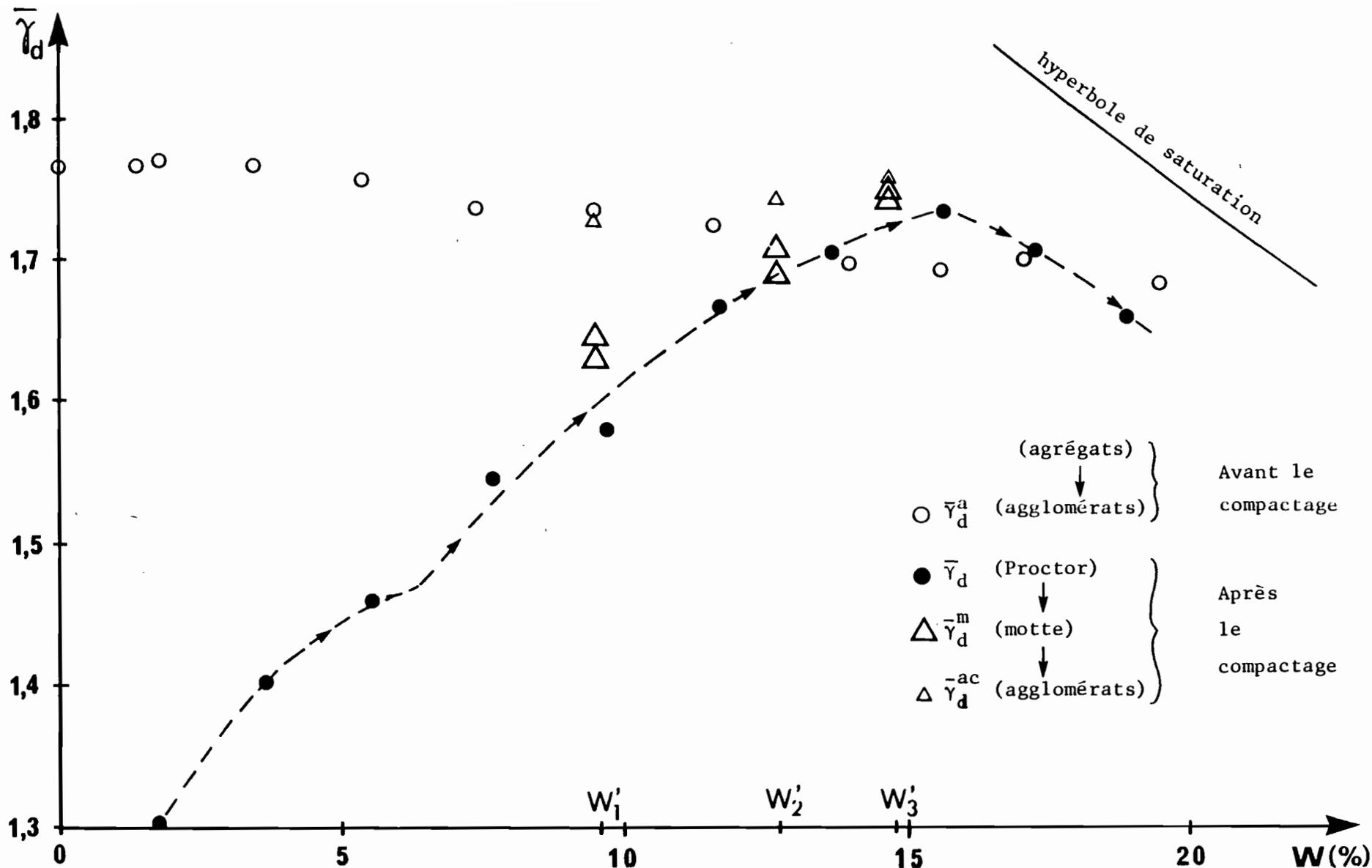


FIGURE 8 : Variation en fonction de la teneur en eau (W) de la densité sèche du matériau préparé selon le protocole standard :

- non compacté, à l'échelle des agrégats ($\bar{\gamma}_d^a$),
- compacté, à l'échelle de l'échantillon Proctor ($\bar{\gamma}_d$), de mottes prélevées dans ces échantillons ($\bar{\gamma}_d^m$), et d'agglomérats issus de mottes ($\bar{\gamma}_d^{ac}$).

(1) Chaque valeur de densité sèche d'agglomérats représentée, est une moyenne de trois mesures.

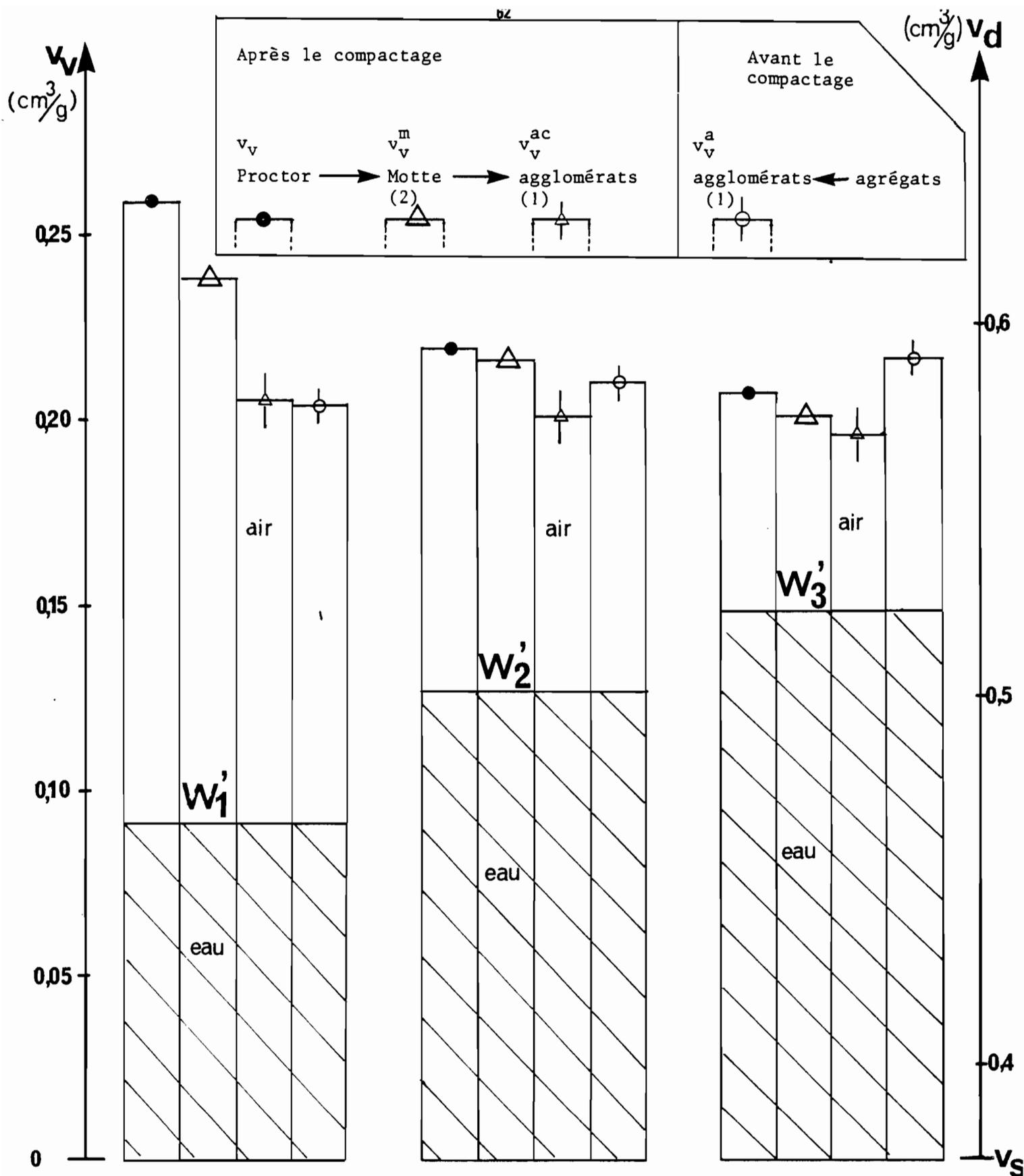


FIGURE 9 : Matériau préparé selon le protocole standard :

Aux trois teneurs en eau particulières au moment du compactage, volu-
mes massiques de vides (v_v , en cm³/g) :

- dans les agrégats non compactés (v_v^a).

- après le compactage, dans les échantillons Proctor (v_v) dans les mot-
tes (v_v^m), et dans les agglomérats issus de ces mottes (v_v^{ac}).

(1) Moyenne calculée à partir de trois mesures ; le trait vertical représente l'in-
tervalle de confiance avec un risque de 1 %.

(2) Moyenne calculée à partir de 2 mesures.

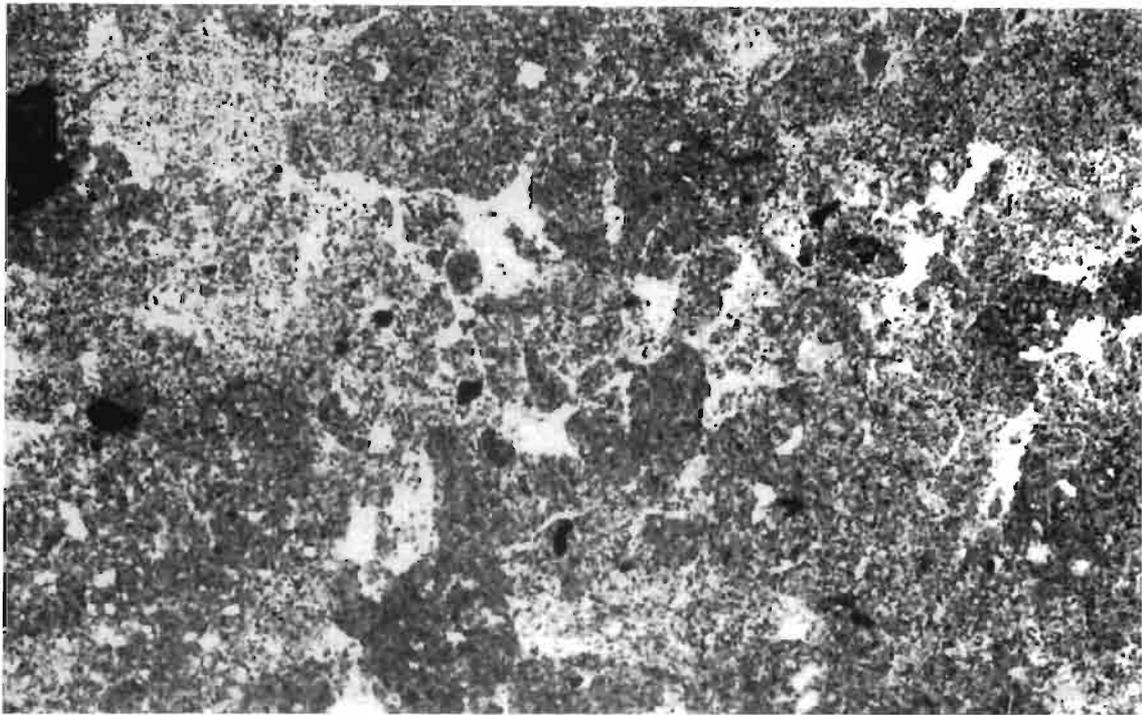


Photo 5 :

Matériau 2-5
compacté à W_1
(lame "verticale")

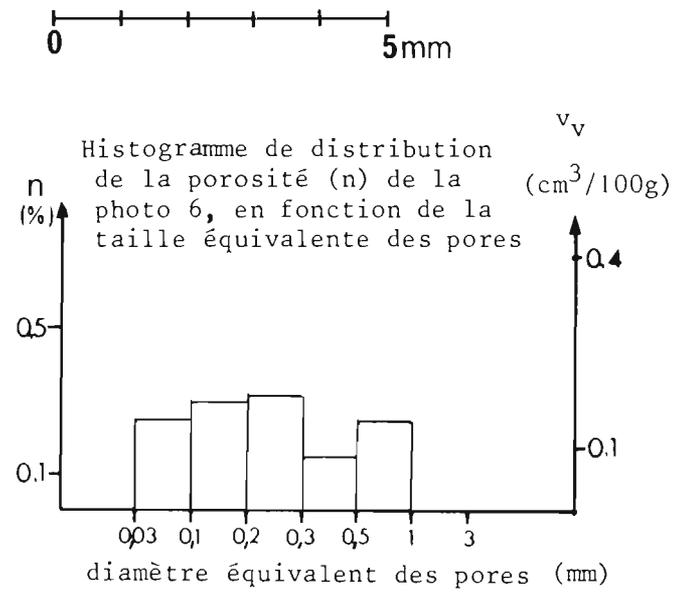
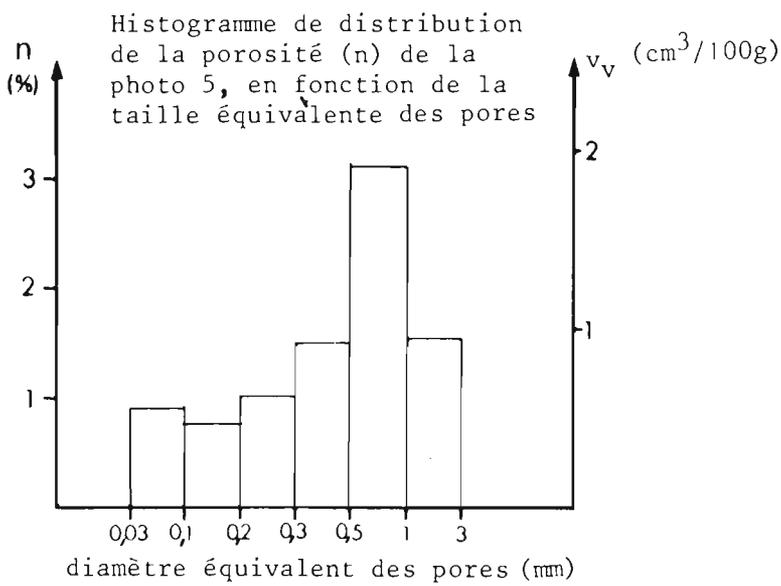
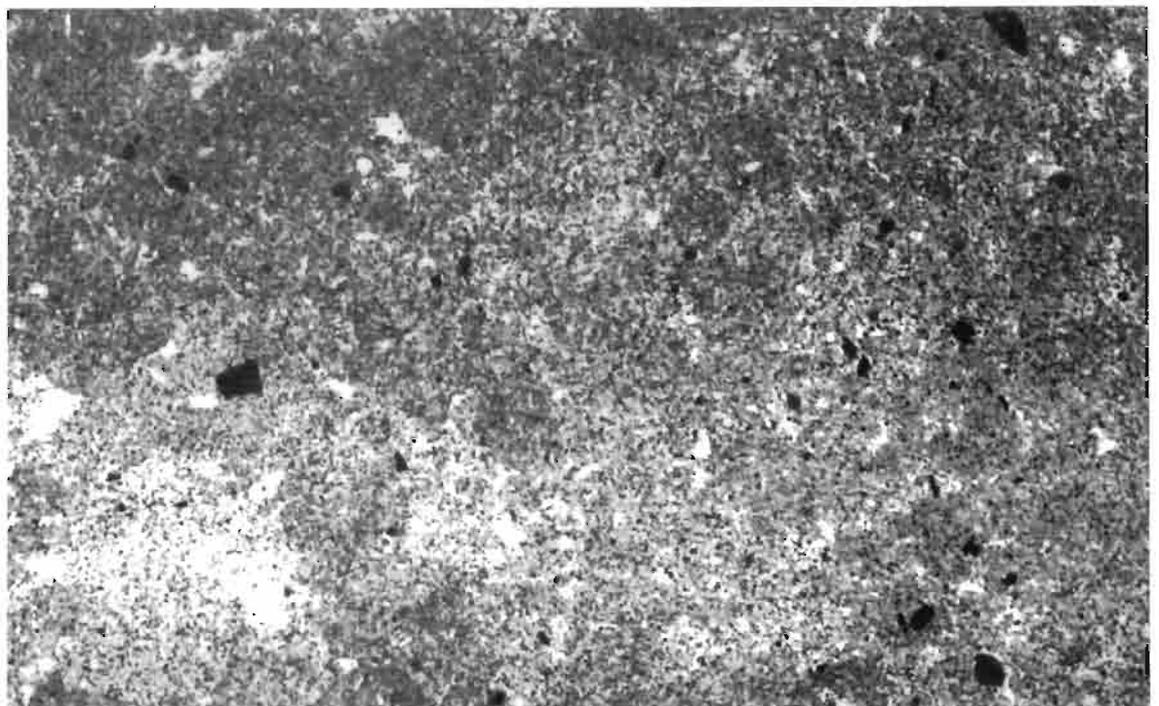


Photo 6 :
Matériau 2-5
compacté à W_3
(lame "verticale")



0 5mm

tion de la porosité interagrégat lorsque le matériau est compacté à des teneurs en eau croissantes jusqu'à W^M . Cependant, les observations ne mettent pas en évidence une modification sensible interne aux agrégats, qui pourrait être associée à la diminution de porosité d'agrégats qui, d'après les mesures physiques, se produit lorsque le matériau est compacté aux plus fortes humidités.

4 - CONCLUSION

Pour améliorer l'analyse des effets du compactage à différentes teneurs en eau sur les matériaux constitués initialement par un assemblage d'agrégats, on a distingué, au sein de l'espace poral, deux classes de pores : les pores intraagrégats et les pores interagrégats. Un tassement n'a pas, en effet, la même gravité selon qu'il affecte la première de ces classes (facilement récupérable par la mise en oeuvre de techniques culturales appropriées) ou les deux.

- Les deux matériaux étudiés dans ce travail se distinguent uniquement par leur histoire préalable au compactage, variable selon le mode de fabrication des agrégats. Dans la gamme des teneurs en eau étudiées, la porosité de ces agrégats, avant le compactage, est plus faible (de 2 % environ, aux fortes teneurs en eau) lorsqu'ils sont fabriqués à l'état humide (protocole dit modifié) par rapport à une fabrication à l'état sec (protocole dit standard).

- Pour les deux matériaux, la porosité interagrégats décroît progressivement sous l'influence du compactage à des teneurs en eau croissantes, pour devenir négligeable à la teneur en eau du Maximum Proctor. Parallèlement, la structure fragmentaire initiale se transforme progressivement en une structure massive (caractéristique des semelles de labour, ou encore des zones affectées par le passage en conditions humides de matériels exerçant au sol de fortes pressions).

- Les effets du compactage sont cependant différents pour les deux matériaux :

La porosité des agrégats du matériau préparé selon le protocole modifié ne diminue pas significativement au cours du compactage. Elle diminue au contraire faiblement (de l'ordre de 2 %) pour le matériau préparé selon le protocole standard, et compacté à des teneurs en eau élevées.

De ce fait, les deux matériaux présentent, au Maximum Proctor, des porosités semblables aux différents niveaux d'organisation considérés (échantillon Proctor, motte, agrégats). En ce point particulier des courbes Proctor, l'histoire du matériau avant le compactage n'a plus d'influence sur son état physique, du moins, tel qu'il a été caractérisé à l'aide de ces mesures et observations microscopiques.

DEUXIEME PARTIE :

**Etude de l'évolution de la structure
du matériau compacté soumis à
des contraintes hydriques**

Au cours des deux précédents chapitres, nous avons étudié les conséquences de l'application d'une contrainte de type mécanique sur l'état physique d'un matériau limoneux, en mettant en évidence le rôle de l'histoire du matériau sur son comportement au compactage.

La réversibilité d'un tassement, à tous les niveaux d'organisation concernés, sous l'action de facteurs externes au sol (climatiques, biologiques, culturels), est un critère important pour apprécier les conséquences de ce tassement. Parmi les facteurs d'origine climatique, les variations hydriques dans les sols, lorsqu'elles provoquent des phénomènes de retrait et de gonflement sont à l'origine de modifications importantes de leur structure, et donc, de leur espace poral. *C'est pourquoi nous avons étudié l'évolution au cours d'alternances de dessiccation et d'humectation, de l'état physique du matériau limoneux, préalablement compacté à deux humidités particulières.*

Le matériel expérimental est essentiellement constitué par les deux types de mottes prélevées dans les échantillons Proctor du matériau préparé selon le protocole modifié (fabrication des agrégats à l'état humide), compacté à W_1 , d'une part, et W_2 , d'autre part, et, se différenciant par leur structure, respectivement "fragmentaire" ou "massive" (définies au chapitre II § 3.4). *Ces mottes ont été desséchées par étapes successives, puis réhumectées à partir de ces états de dessiccation particuliers.* Les *histoires hydriques* choisies sont définies par une succession de contraintes hydriques ou succions, bien déterminées et semblables pour les deux types de mottes.

A chaque *étape hydrique*, c'est-à-dire à l'équilibre avec chacune des succions en dessiccation et en humectation, les mottes sont caractérisées, comme dans le chapitre II, à l'aide de *mesures physiques* (teneur en eau de motte, densités sèches de motte et d'agglomérats) et d'*observations microscopiques*.

Les mesures de teneur en eau nous ont permis d'étudier les *conséquences des compactages aux deux humidités sur les propriétés de rétention de l'eau du matériau*. Cela fera l'objet du chapitre III, après quelques rappels sur l'état énergétique de l'eau dans le sol et sur les méthodes utilisées dans ce travail pour contrôler cet état énergétique.

Le chapitre IV sera consacré à l'étude de l'évolution de l'état physique des deux types de mottes au cours des histoires hydriques qui leur ont été appliquées.

CHAPITRE III

CONSEQUENCES DU COMPACTAGE

SUR LES PROPRIETES DE RETENTION DE L'EAU DU MATERIAU

1 - L'ETAT ENERGETIQUE DE L'EAU DANS LE SOL

1.1 - Paramètres caractéristiques de l'état énergétique de l'eau du sol

L'eau du sol est soumise à des champs de forces variables : action de la gravité, attraction par la matrice solide (forces de capillarité et d'adsorption), présence de solutés (pression osmotique)... Cet ensemble de forces détermine, en un point donné du sol, l'état énergétique de l'eau, qui diffère généralement de celui de l'eau pure et libre, et qui conditionne aussi bien ses mouvements dans le sol que sa disponibilité pour les plantes.

L'état énergétique de l'eau peut être caractérisé par l'énergie potentielle (1) totale de l'eau, Ψ_t , relative à un état énergétique S_0 de référence : par exemple, celui d'un bassin d'eau libre, pure, à une température T_0 , une pression atmosphérique P_0 et une altitude z_0 (ISSS, 1976). Le potentiel total, Ψ_t , est alors la variation d'énergie entre l'eau au point considéré du sol et l'état standard S_0 .

(1) L'énergie cinétique est négligée compte tenu des vitesses lentes de transfert de l'eau dans le sol.

Toute différence de potentiel total de l'eau dans un sol induit un transfert d'eau vers les zones de plus faible potentiel, qui aboutit à un état d'équilibre caractérisé par l'unicité de ψ_t en tout point de la phase liquide du sol.

1.1.1 - Les composantes du potentiel total :

Le potentiel total ψ_t peut se décomposer en trois potentiels : gravitaire (ψ_g), osmotique (ψ_o) et de pression (ψ_p), tous les trois accessibles expérimentalement (ISSS, 1976).

$$\psi_t = \psi_g + \psi_o + \psi_p$$

a) ψ_g , potentiel gravitaire, est fonction de l'altitude du point considéré dans le sol par rapport au niveau de référence choisi. ψ_g est indépendant de la composition chimique de la phase liquide et de la pression de l'eau.

b) ψ_o , potentiel osmotique, négatif, correspond à la perte d'énergie potentielle de l'eau, en présence d'électrolytes dans la phase liquide du sol, par rapport à l'eau pure. En d'autres termes, les solutés exercent sur l'eau une succion dite "osmotique". Un gradient de potentiel osmotique n'entraîne de mouvements d'eau que s'il existe une membrane plus perméable à l'eau qu'aux solutés (phénomène d'osmose au niveau des racines, par exemple). Lorsque la solution du sol est peu concentrée en électrolytes (ce qui est le cas pour le matériau étudié), ψ_o est négligeable par rapport aux autres composantes de ψ_t .

c) ψ_p , potentiel de pression, peut être positif, nul ou négatif, selon que la pression de l'eau (P_w) au point considéré du sol est respectivement supérieure, égale ou inférieure à la pression atmosphérique (P_o).

- ψ_p est nul à la surface d'une nappe d'eau libre et positif en dessous de cette surface : c'est alors un "potentiel de submersion", proportionnel à la pression hydrostatique relative à P_o .
- ψ_p est négatif dès que le sol n'est plus submergé par une nappe d'eau libre. L'eau est alors soumise à des forces d'attraction (de capillarité et d'adsorption), dues à la matrice solide, qui ont pour effet de diminuer sa pression (P_w) par rapport à celle de l'eau libre (P_o). ψ_p est appelé dans ce cas "potentiel matriciel". La valeur négative de ψ_p traduit la diminution d'énergie potentielle que subit l'eau lorsque sa pression varie de P_o à P_w . En d'autres termes, la matrice solide exerce une succion "matricielle" égale à $P_o - P_w$.

Si l'on considère les seules forces de capillarité, la différen-

ce de pression de part et d'autre des ménisques d'eau, $P_o - P_w$, est liée à la tension superficielle, ν , de l'eau et à son adhésion au solide, c'est-à-dire, à l'angle de contact α du ménisque avec le solide.

Selon l'équation générale de Laplace :

$$P_o - P_w = \nu \left(\frac{1}{R_1} + \frac{1}{R_2} \right)$$

où R_1 et R_2 sont les rayons de courbure principaux en un point du ménisque.

Si l'on assimile l'espace poral du sol à un ensemble de pores cylindriques, ou bien, de pores délimités par deux plans parallèles, selon la loi de Jurin :

$$P_o - P_w = \frac{2 \nu \cos \alpha}{r} \quad \text{ou} \quad P_o - P_w = \frac{2 \nu \cos \alpha}{d}$$

où r : rayon du capillaire,
 d : distance entre deux plans parallèles.

$\cos \alpha = 1$ ($\alpha = 0$) si la mouillabilité du solide par l'eau est parfaite.

La succion matricielle est donc inversement proportionnelle à la taille des pores.

Dans un sol en cours d'humectation, l'eau migre vers les zones de plus faible potentiel (négatif), c'est-à-dire vers les pores qui exercent la plus forte succion, donc vers les plus petits pores. A l'équilibre, le potentiel total de l'eau, ψ_t , est constant en tout point de la phase liquide. Si ψ_g et ψ_o sont négligeables par rapport à ψ_p , ou constants (échantillon peu épais et distribution homogène des électrolytes dans la phase liquide), ψ_p est également constant et sa valeur est fonction de la taille maximale des pores remplis d'eau.

En conséquence, lorsqu'un sol s'hydrate, l'eau occupe des pores de plus en plus grands et la succion du sol diminue (le potentiel de pression de l'eau augmente). A l'inverse, lorsqu'un sol se dessèche, l'eau est retenue avec une succion d'autant plus forte (le potentiel de pression est d'autant plus négatif) qu'elle se situe dans des pores de plus en plus petits et, finalement, n'est plus soumise qu'à des forces d'adsorption variables selon la nature et la charge des surfaces solides.

La pression de l'eau, P_w , dépend également, dans certains cas, de la pression locale de la phase gazeuse (qui peut être différente de la pression atmosphérique) et, éventuellement, d'une pression mécanique exercée sur le sol.

1.1.2 - Expression des potentiels - Notion de pF

Les trois composantes du potentiel de l'eau sont exprimées en unité d'énergie par unité de masse d'eau (J/kg) ou, plus couramment, en unité d'énergie par unité de poids d'eau (J/N). Dans le second cas, elles ont la dimension d'une longueur et sont appelées "charges hydrauliques".

Le potentiel gravitaire, par exemple, est mesuré par la cote z , du point considéré par rapport au niveau de référence z_0 . De même, les succions osmotique et matricielle peuvent être évaluées par la hauteur d'une colonne d'eau, h , telle que :

$$h = \frac{P_o - P_w}{\rho_w g}$$

$$\begin{array}{ll} \text{avec } h \text{ en m} & \rho_w \text{ en kg/m}^3 \\ P_o \text{ et } P_w \text{ en Pascals} & g \text{ en m/s}^2 \end{array}$$

Le pF est le logarithme décimal de h exprimé en cm

$$pF = \log h$$

L'emploi d'une expression logarithmique pour évaluer la succion du sol est justifié par la gamme de variation très large de h : par exemple de quelques cm d'eau dans un sol fortement humide à 10^6 cm d'eau (pF 6) dans le même sol sec, en équilibre avec une humidité relative de 50 %.

La courbe de rétention de l'eau d'un sol est la courbe de variation de sa teneur en eau en fonction de la succion (h ou pF).

Dans le cadre de ce travail, compte tenu de la petite taille des mottes et de la faible concentration en électrolytes de la phase liquide, le potentiel de l'eau est déterminé par la valeur du potentiel de pression (ψ_o et ψ_g sont négligeables par rapport à ψ_p). Le potentiel de l'eau est négatif car les contraintes hydriques appliquées aux mottes correspondent à des succions matricielles plus ou moins élevées.

1.2 - Méthodes utilisées pour amener un échantillon à l'équilibre avec une succion prédéterminée.

1.2.1 - Techniques mettant en oeuvre une pression pneumatique

Lorsqu'un échantillon de sol est placé dans une enceinte étanche où est maintenue une pression pneumatique P , supérieure à la pression P_o , toute la phase liquide du sol est soumise à P . Si l'échantillon est au contact d'une plaque ou d'une membrane poreuse, saturée en eau, perméable à la solution du sol mais imperméable à l'air et si la continuité du film d'eau est assurée entre l'échantillon de sol, la plaque poreuse et l'extérieur de l'enceinte (à P_o), un écoulement d'eau se produit jusqu'à ce que

la succion du sol sur l'eau soit en équilibre avec la pression pneumatique appliquée :

$$P_o - P_w = P - P_o = \rho_w g h = \rho_w g 10^{-pF-2}$$

L'appareil de RICHARDS (1941, 1947) fonctionne selon ce principe et permet d'atteindre des pressions de 16 ou 25 bars (soit pF 4,2 ou pF 4,4).

Le dispositif proposé par TESSIER et BERRIER (1979) s'inspire de l'appareil de RICHARDS et permet de reproduire en laboratoire sur de petites mottes (jusqu'à une trentaine de cm³) les phases de dessiccation et d'humectation que subit le sol dans le milieu naturel et cela, pour des pF inférieurs ou égaux à 3.

Ce dispositif est composé d'un tube de verre résistant à une pression de 5 bars, à la base duquel on place un filtre dont la taille des pores est choisie suffisamment petite pour qu'il reste saturé (fig. 10). La base du tube est plongée dans un béccher contenant de l'eau distillée ou une solution de composition chimique déterminée. Un peu de kaolinite saturée en eau assure la continuité du film d'eau entre l'échantillon de forme irrégulière et le filtre.

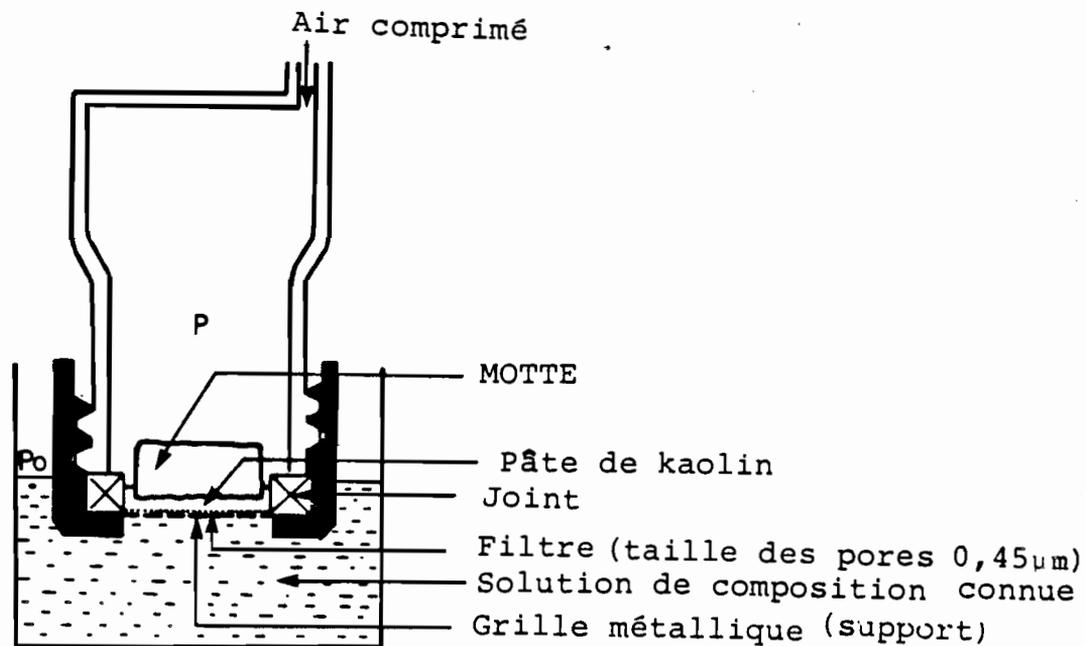


Fig. 10 - Dispositif pour mettre des échantillons en équilibre à des pF ≤ 3 (d'après TESSIER, BERRIER, 1979).

1.2.2 - Technique reposant sur le contrôle de l'humidité relative :

Pour mettre un échantillon de sol en équilibre à des pF supérieurs à 4,45, on utilise une méthode dont le principe repose sur la loi de Kelvin, reliant la succion du sol à la pression de vapeur d'eau de l'atmosphère.

Si la succion est exprimée par la hauteur h d'une colonne d'eau :

$$\frac{h}{100} = - \frac{R T}{M_w g} \ln \frac{P}{P_0} = - \frac{R T}{M_w g} \ln \frac{H.R.}{100}$$

avec h (cm)

R , constante des gaz parfaits ($J. \text{ } ^\circ K^{-1} \cdot \text{mole}^{-1}$)

M_w , masse molaire de l'eau (kg. mole^{-1})

g , accélération de la pesanteur (m.s^{-2})

P_0 , pression de vapeur d'eau saturante (Pa)

P , pression de vapeur d'eau dans le sol (Pa)

$H.R. = \frac{P}{P_0} \times 100$, humidité relative de l'air (%)

T , température absolue ($^\circ K$).

$$pF = \log h = \log \frac{100 R \ln 10}{M_w g} + \log T + \log \left(-\log \frac{H.R.}{100}\right)$$

$$pF = 4,035 + \log T + \log \left(-\log \frac{H.R.}{100}\right)$$

Ainsi, l'humidité relative de l'air détermine, à température constante, la valeur du pF à l'équilibre.

L'humidité relative de l'air peut être fixée à l'aide de solutions salines saturées ou de solutions d'acide sulfurique de densité déterminée, placées dans le fond d'un dessiccateur maintenu à température constante (HANDBOOK of CHEMISTRY and PHYSICS, 1978). Les échantillons sont placés dans l'atmosphère de tels dessiccateurs jusqu'à stabilisation de leur poids.

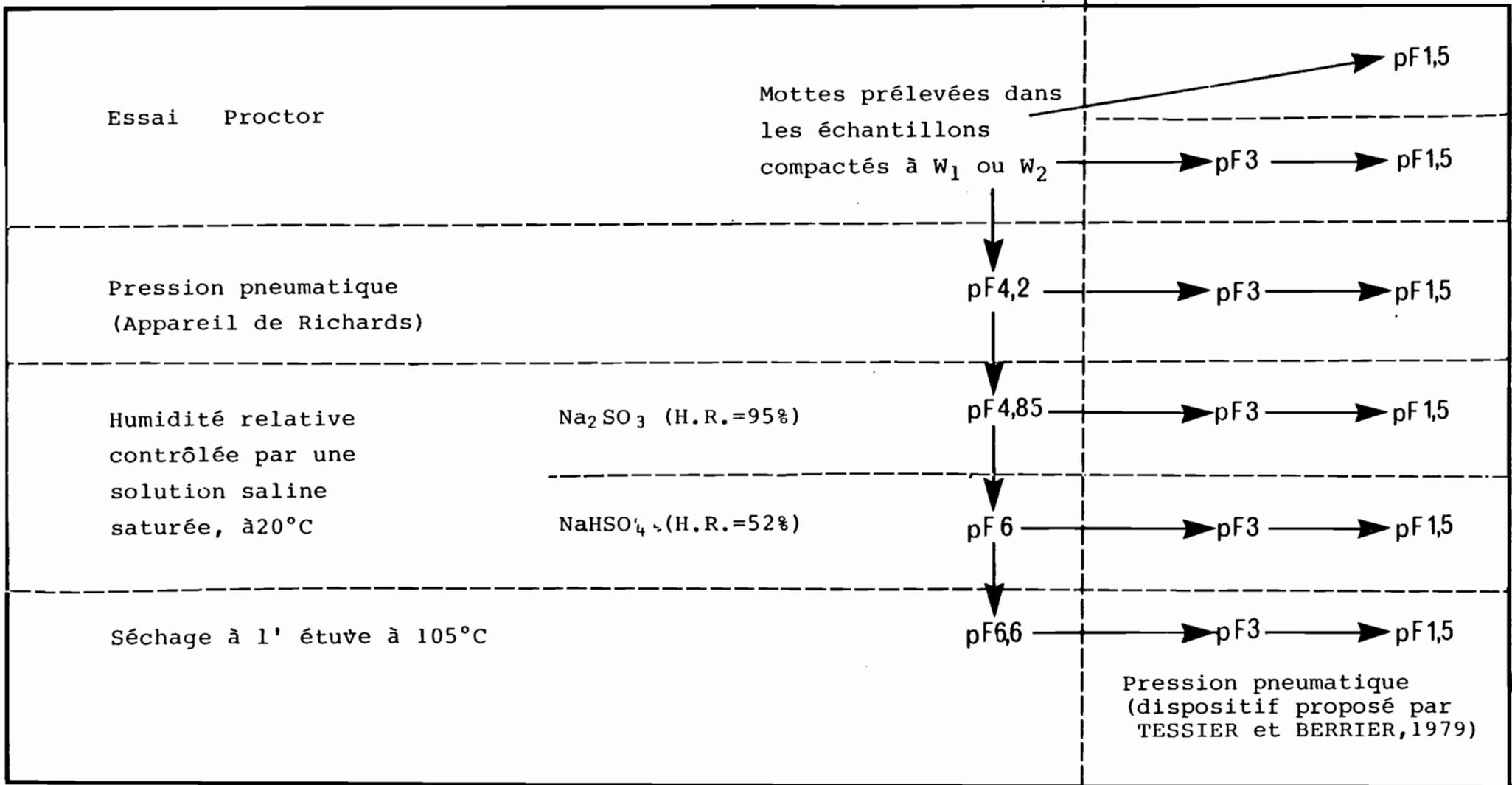
Cette méthode n'est précise que pour des humidités relatives, inférieures à 95 %, c'est-à-dire pour des pF supérieurs ou égaux à 4,85 (HENIN, 1977), ou 98 % d'humidité relative (pF 4,45), à condition de contrôler parfaitement la température. En effet, pour les pF inférieurs à 4,2, l'humidité relative varie seulement de 99 à 100 %.

2 - PROPRIETES DE RETENTION DE L'EAU DES MOTTES

2.1 - Les étapes hydriques

Les étapes hydriques choisies, définies par le pF auquel les mottes sont mises à l'équilibre, et les méthodes utilisées pour parvenir à cet équilibre sont reportées dans le *tableau VI*. En humectation, le nombre d'étapes hydriques est limité à deux : pF 3 et pF 1,5.

TABLEAU VI: Les étapes hydriques (définies par un pF) et les méthodes utilisées pour amener les échantillons à l'équilibre aux différents pF.



77

2.2 - Les résultats

Pour chaque type de motte, les teneurs en eau mesurées aux différentes étapes hydriques sont portées en fonction du pF sur les figures 11 a (Motte compactée à W_1 (1)) et 11 b (Motte compactée à W_2 (1)). Ces valeurs sont rassemblées également en Annexe III - 1.

2.2.1 - Le pF des mottes à l'issue du compactage

Après le compactage, les mottes prélevées dans les échantillons Proctor compactés à W_1 et W_2 , sont à un pF qui peut être déterminé approximativement en analysant la variation de leur teneur en eau lorsqu'elles sont soumises aux premières contraintes hydriques (pF 1,5, pF 3, pF 4,2), qui se traduisent soit par une dessiccation, soit par une humectation. En procédant ainsi, on constate que le pF de la motte compactée à W_1 est voisin de pF 3 (légèrement supérieur) et que le pF de la motte compactée à W_2 est compris entre pF 3 et pF 1,5 (plus précisément, entre pF 2,5 et pF 2).

En conséquence, les histoires hydriques subies par chaque type de mottes correspondent :

- soit à une simple humectation (jusqu'à pF 1,5)

- soit à une dessiccation plus ou moins intense, suivie d'une réhumectation (à pF 3, puis pF 1,5).

2.2.2 - Variation de la teneur en eau des mottes au cours des histoires hydriques

Les relations entre la teneur en eau et le pF de chaque type de mottes sont différentes selon que le matériau est en cours de dessiccation ou en cours d'humectation et, dans ce cas, selon l'état hydrique initial ou le niveau de dessiccation préalable.

- A pF 3, ce phénomène d'hystérésis se manifeste beaucoup plus nettement qu'à pF 1,5. Pour un même type de motte, les teneurs en eau mesurées à pF 3 après différentes histoires hydriques sont d'autant plus faibles que la dessiccation préalable a été plus poussée (tableau VII).

Par exemple, après un séchage à l'étuve à 105° C (pF 6,6), les deux types de mottes ne fixent plus que 60 % de l'eau initialement retenue.

(1) Dans la suite du texte, les deux types de mottes seront notées plus brièvement : "Motte compactée à W_1 " et "Motte compactée à W_2 ".

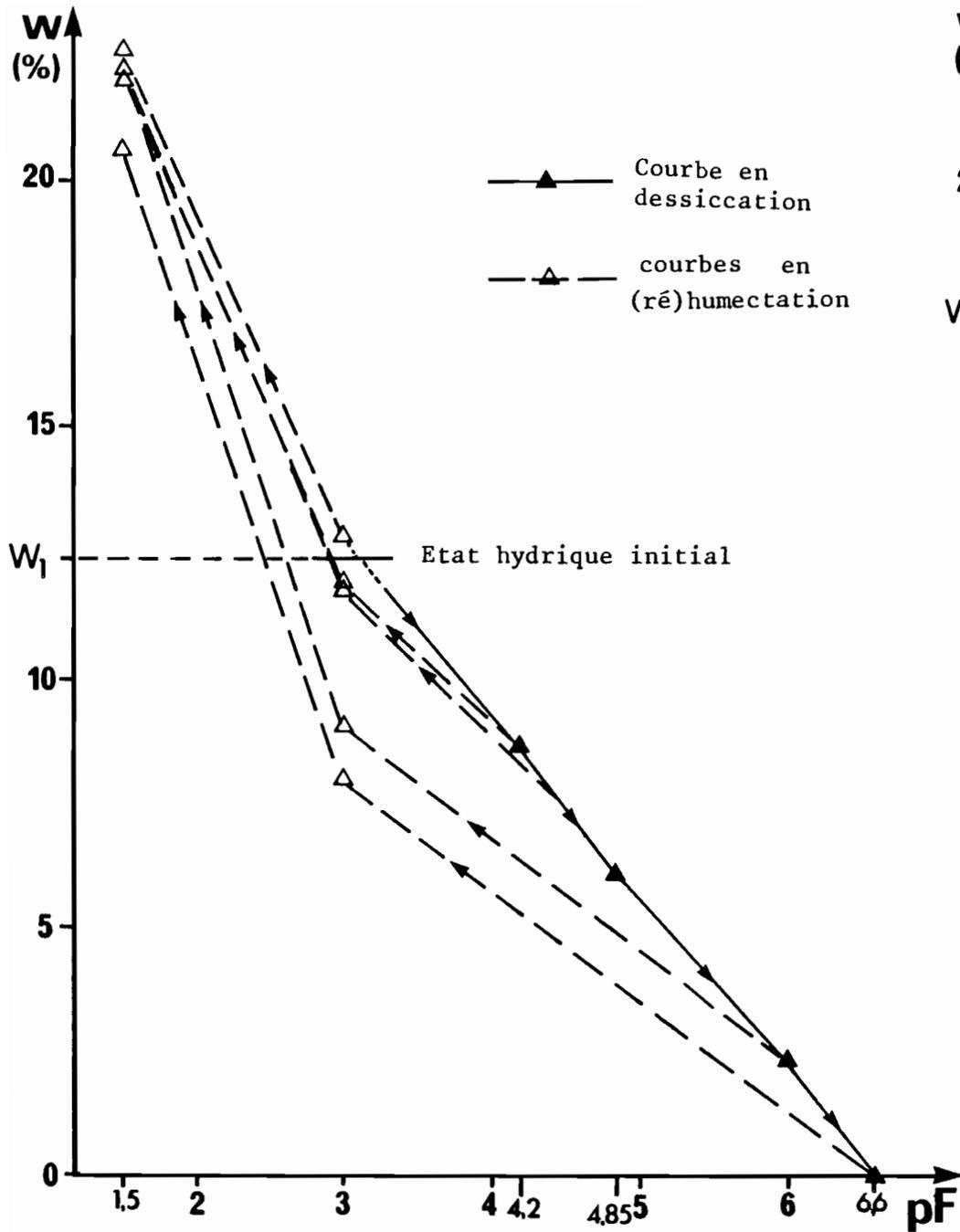


FIGURE 11 a : Courbes de rétention de l'eau de la motte compactée à W_1

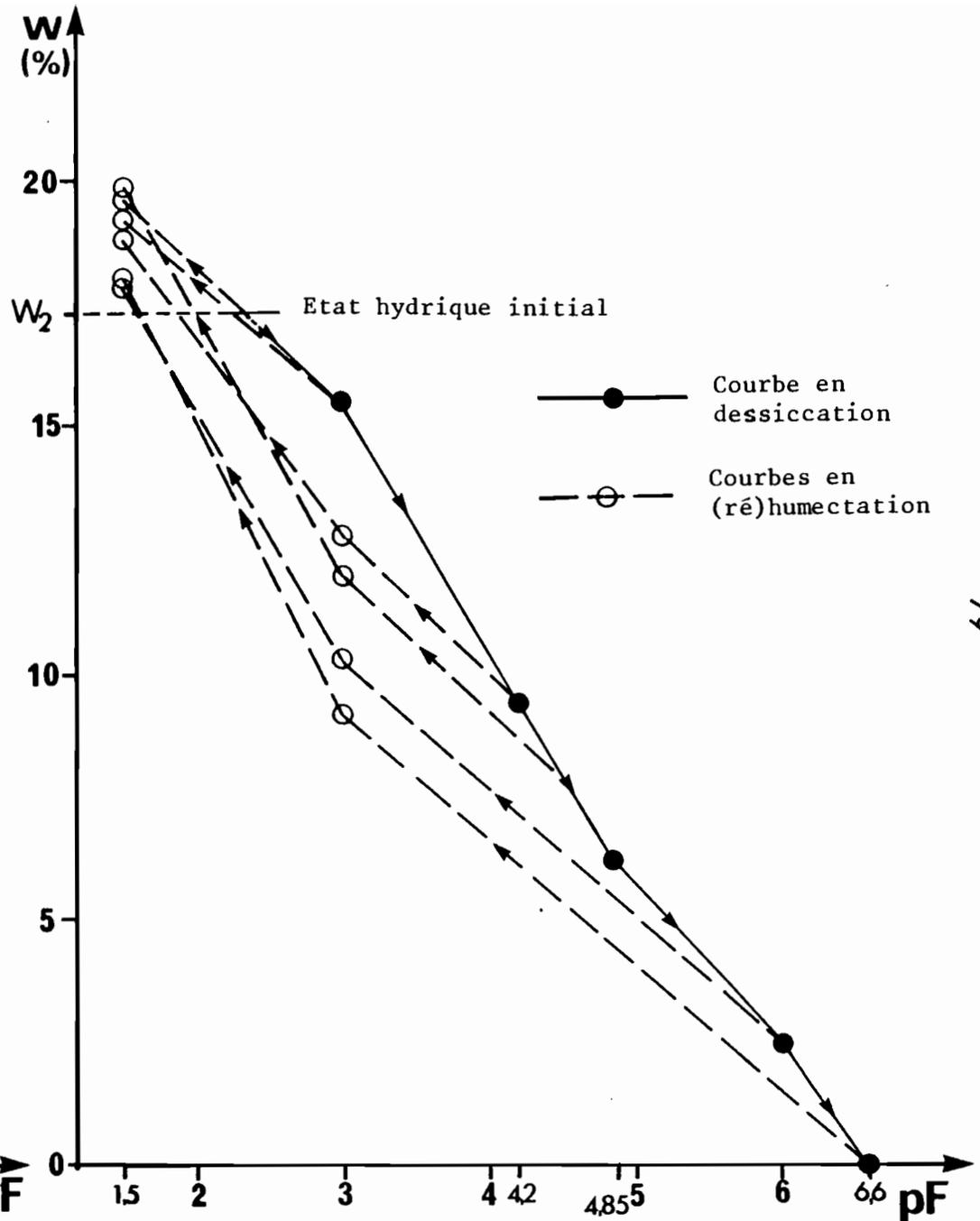


FIGURE 11 b : Courbes de rétention de l'eau de la motte compactée à W_2

- Lorsque la réhumectation se poursuit jusqu'à pF 1,5, l'écart entre les teneurs en eau extrêmes (après les différentes histoires hydriques) pour un même type de motte, diminue sensiblement : il n'est plus que de 2 % en valeur absolue. Les mottes réhumectées après une forte dessiccation (pF 6 et pF 6,6 pour la motte compactée à W_2 , pF 6,6 pour la motte compactée à W_1) ont une teneur en eau plus faible que lorsqu'elles sont réhumectées directement ou après une dessiccation peu intense.

Tableau VII

. Teneur en eau des mottes (en %) à pF 3 après différentes histoires hydriques.

				(+)		
Histoire hydrique	pF 3	pF 4,2	pF 3	pF 4,85	pF 6	pF 3
	après le compactage :					105°C
Motte compactée à W_1	12,8	11,9	11,8	9	7,9	
	(1)				(2)	
Motte compactée à W_2	15,4	12,8	12	10,3	9,2	

(+) Réhumectation avant que l'équilibre à pF 4,85 soit parfaitement réalisé.

. Variation maximale de la teneur en eau

	en valeur absolue (%)		en valeur relative (%)	
	(1) - (2)		$\frac{(1) - (2)}{(1)} \times 100$	
	pF 3	pF 1,5	pF 3	pF 1,5
Motte compactée à W_1	4,9	2	38	9
Motte compactée à W_2	6,2	2,1	40	12

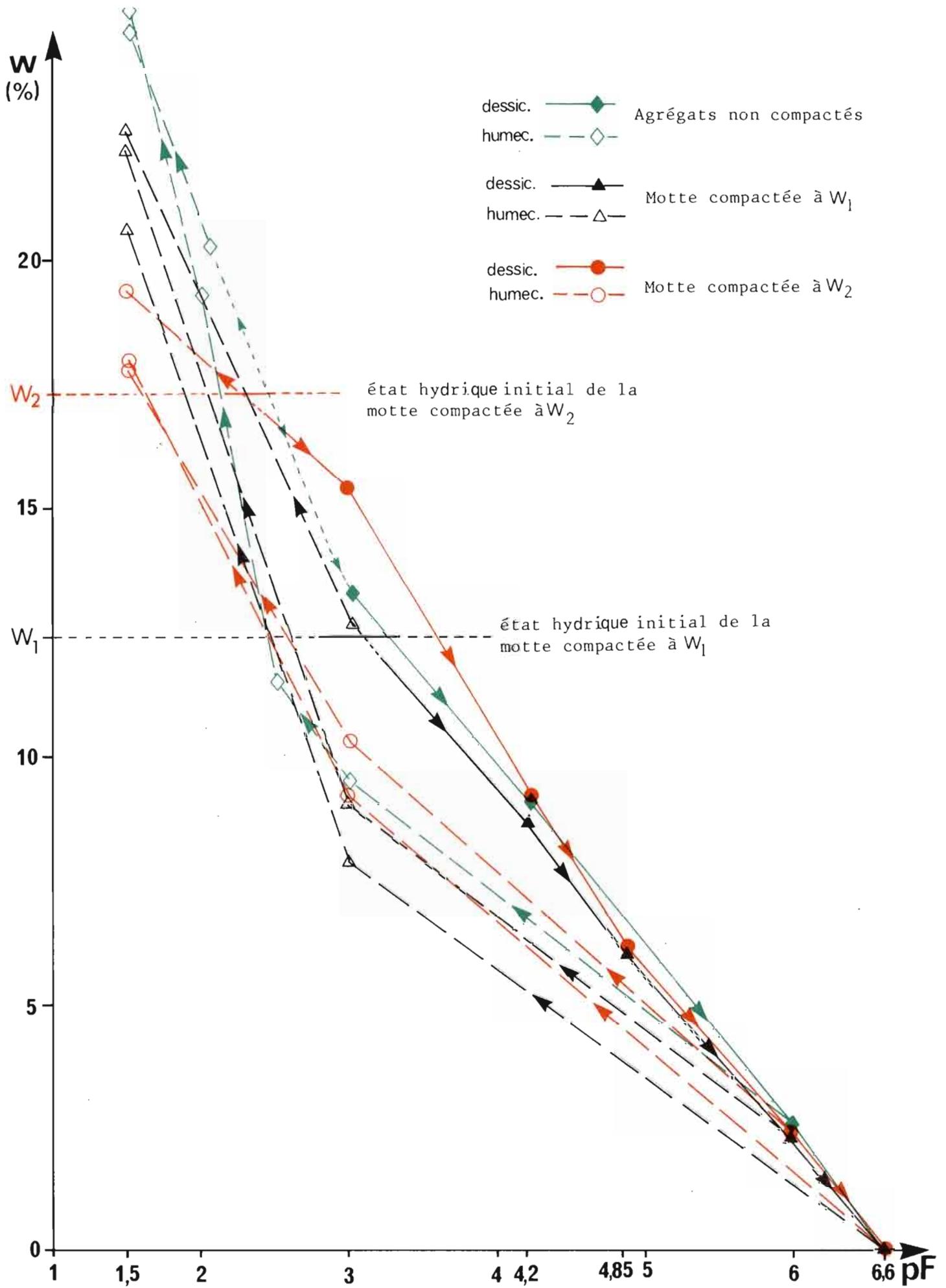


FIGURE 12 - Courbes de rétention de l'eau des deux types de mottes et des agrégats non compactés, pour quelques histoires hydriques

2.2.3 - Influence du compactage à W_1 et W_2 sur le comportement hydrique des mottes

La figure 12 permet de comparer les courbes de rétention en eau des deux types de mottes et des agrégats non compactés. Pour ne pas charger excessivement ce graphique, on a reporté seulement les courbes obtenues : d'une part, en dessiccation ou humectation à partir de l'état hydrique initial, d'autre part, en réhumectation après les deux plus fortes dessiccations pour les mottes, et après la dessiccation à pF 6 pour les agrégats non compactés (ce sont les seules mesures qui ont été faites en réhumectation pour cet échantillon).

- A pF 1,5, indépendamment de l'histoire hydrique, la teneur en eau de la motte compactée à W_2 (la plus compacte, à structure massive) est plus faible que celle de la motte compactée à W_1 (à structure fragmentaire). A cette faible succion, les agrégats non compactés sont plus humides que les deux types de mottes.
- A pF 3, pour une même histoire hydrique, et à pF 4,2, la motte compactée à W_2 est plus humide que la motte compactée à W_1 (tableau VII), les agrégats non compactés ayant une teneur en eau intermédiaire.
- La motte compactée à W_1 et les agrégats non compactés libèrent moins d'eau entre pF 3 et pF 4,2, mais en fixent davantage entre pF 3 et pF 1,5 que la motte compactée à W_2 .
- Pour les fortes succions (pF supérieurs ou égaux à 4,85), les deux types de mottes et les agrégats non compactés présentent des courbes semblables de variation de la teneur en eau en fonction du pF. Les différents échantillons ont alors seulement les mêmes propriétés de rétention de l'eau.

Le compactage aux deux teneurs en eau particulières, W_1 et W_2 , se traduit donc par des changements de comportement hydrique du matériau (en dessiccation comme en réhumectation) entre pF 1,5 et pF 4,2 au moins, c'est-à-dire dans toute la gamme des succions pour lesquelles il est couramment admis que l'eau est disponible pour les plantes.

Des courbes de rétention de l'eau comparables ont été obtenues par CRONEY et COLEMAN (1954) et CHANG (1968) sur des matériaux respectivement limono-sableux et argileux constitués d'agrégats de taille déterminée et amenés par compactage à différents niveaux de compacité.

2.3 - Eléments d'interprétation des résultats

Dans la gamme des succions inférieures à pF 4,2 au moins, une part importante de l'eau, retenue par capillarité, dépend des caractéristiques de l'espace poral qui résulte du mode d'assemblage des particules aux différents niveaux d'organisation du matériau.

Pour les plus fortes succions, on considère classiquement que la quantité d'eau fixée est déterminée de plus en plus par les propriétés d'adsorption d'eau des constituants.

Aussi, peut-on concevoir que les deux types de mottes, fabriquées à partir d'un même matériau, aient les mêmes teneurs en eau aux fortes succions.

Quant aux différences de teneur en eau mises en évidence pour les succions relativement faibles :

- entre les deux types de mottes au cours d'une même histoire hydrique et,
- pour chaque type de motte, à l'équilibre à pF 3 ou pF 1,5, entre les diverses histoires hydriques,

il s'agit d'examiner dans quelle mesure elles permettent d'envisager des modifications de l'espace poral consécutives à l'application des contraintes mécaniques et hydriques.

2.3.1 - Application de la loi de Jurin à la détermination d'une distribution équivalente de la porosité en fonction de la taille des pores

Si on assimile l'espace poral du sol à un ensemble de discontinuités de largeurs différentes et dont les bords sont parallèles, selon la loi de Jurin (considérant les seules forces de capillarité), la succion matricielle est inversement proportionnelle à la largeur maximale, d , des pores remplis d'eau, à l'équilibre. Si la succion matricielle est exprimée par la hauteur h d'une colonne d'eau :

$$h = \frac{2 \nu \cos \alpha}{d \rho_w g}$$

avec h et d en m, g en $m \cdot s^{-2}$, ρ_w en $kg \cdot m^{-3}$

$\nu = 75 \text{ dynes} \cdot \text{cm}^{-1} = 75 \cdot 10^{-3} \text{ N} \cdot \text{m}^{-1}$ (tension superficielle de l'eau)

si $\cos \alpha = 1$ (eau mouillant parfaitement le sol),

$$h = \frac{15,3}{d} 10^{-6}$$

$$h = \frac{15,3}{d} 10^{-7}$$

h
 d (en μm)

comme $pF = \log h$, avec h en cm, $d = \frac{15,3}{10^{pF-2}}$ avec d en μm .

Le *tableau VIII* donne quelques valeurs de d correspondant à des pF suffisamment faibles pour que la loi de Jurin puisse être utilisée.

Tableau VIII :

h (cm)	pF	d (μm)
10	1	153
31,6	1,5	48
100	2	15,3
1 000	3	1,53
10 000	4	0,153
16 000	4,2	0,096

Connaissant la teneur en eau d'un échantillon de sol à un pF donné, on peut en déduire la part de son volume poral occupée par l'eau, c'est-à-dire le volume des pores dont la taille est inférieure ou égale à d . C'est ainsi qu'une distribution de la porosité en fonction de la taille des pores peut être déterminée à partir de l'étude de la variation de la teneur en eau de l'échantillon en fonction du pF . Mais il s'agit seulement d'une distribution équivalente de la porosité en fonction de la taille des pores, car la loi de Jurin s'applique à un modèle simple de l'espace poral qui ne correspond pas à la réalité pour certaines raisons (pas seulement la forme des pores), qui seront évoquées à propos du phénomène d'hystérésis de la relation pF - teneur en eau.

2.3.2 - Variation de la teneur en eau en fonction du pF : les causes possibles de l'hystérésis.

a) L'espace poral du sol est notamment constitué de pores ménagés par l'assemblage des constituants élémentaires, ou d'agrégats, ces pores pouvant être reliés entre eux par des pores plus petits (*fig. 13*).

Au cours d'une humectation progressive, l'eau occupe des pores de plus en plus grands, au fur et à mesure que la succion matricielle diminue. Les petits pores, puis les grands pores se remplissent d'eau pour des succions qui dépendent de leurs tailles respectives (*fig. 13*).

Au contraire, au cours d'une dessiccation, la succion pour laquelle les grands pores se désaturent est seulement celle qui permet aussi aux petits pores de se vider et qui dépend donc de la taille de ces derniers (*fig. 13*).

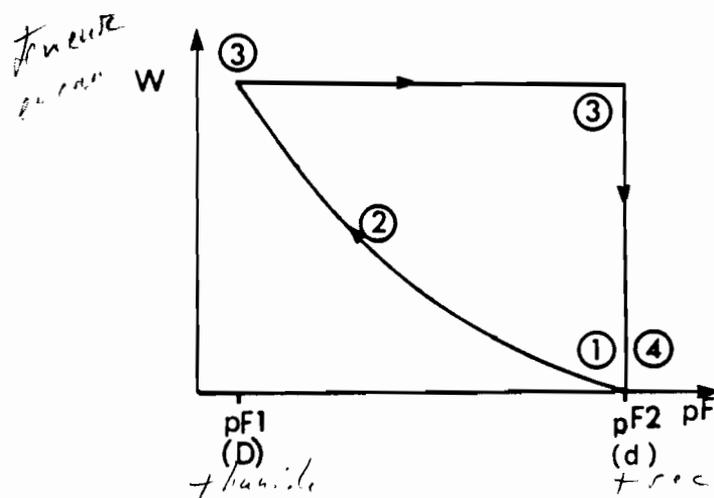
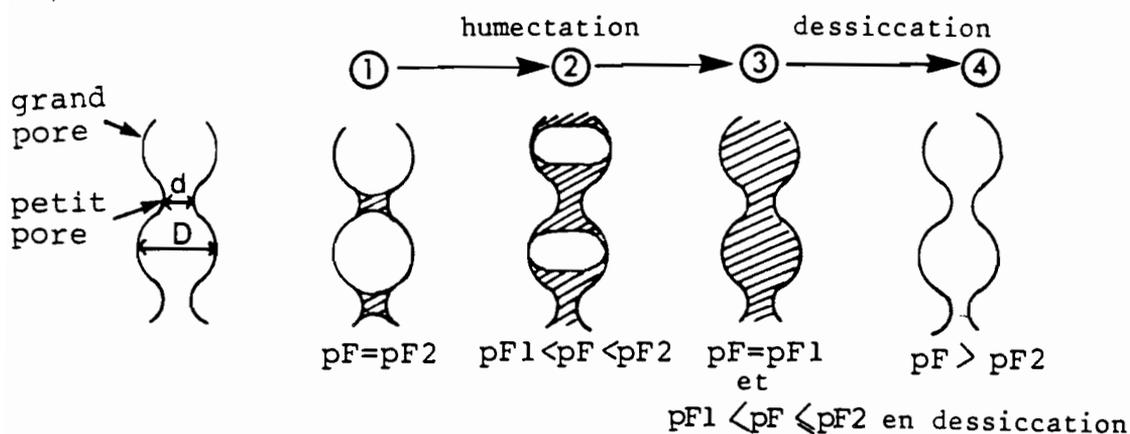


FIGURE 13: Schématisation de l'effet "bouteille d'encre"

L'eau est ainsi retenue dans les grands pores à des succions plus élevées que celle pour laquelle ils se remplissent au cours d'une humectation. En d'autres termes, si on applique la loi de Jurin à un échantillon amené à un pF donné par une dessiccation, on peut sous-évaluer la taille maximale des pores remplis d'eau.

Ce phénomène, dit de "bouteille d'encre" est souvent évoqué pour expliquer l'hystérésis de la relation entre le pF et la teneur en eau du sol (HILLEL, 1971 ; BOUMA, 1977). L'hystérésis est également attribuée à une mouillabilité du matériau plus faible en humectation qu'en dessiccation, ou bien, à la présence d'air piégé si l'humectation est trop rapide.

b) Par ailleurs, *les matériaux contenant de l'argile ne constituent pas, le plus souvent, des assemblages rigides de particules.*

Les interactions eau-argile sont en effet à l'origine des phénomènes de retrait et de gonflement, c'est-à-dire des variations de volume du sol par un arrangement plus ou moins serré des particules, selon l'épaisseur des films d'eau qui entourent les particules d'argile enrobant elles-mêmes les particules plus grossières de limon ou de sable.

Une augmentation de la succion, par exemple, provoque une déshydratation qui se traduit par une diminution de la taille des pores sous l'action des forces de capillarité qui s'exercent sur les particules et tendent à les rapprocher progressivement. Lorsque ce rapprochement est maximum, la déshydratation est alors liée à une désaturation des pores ménagés par l'assemblage des particules en contact, ou bien, dans le seul cas des argiles expansibles à hydratation interne (de type smectite et pour des pF supérieurs à pF 4,4 (TESSIER, 1978), à un départ d'eau interfoliaire, conduisant à un rapprochement des feuillettes au sein des particules.

L'espace poral d'un matériau argileux est donc susceptible d'évoluer dans une large gamme de pF pour lesquels, au moins l'arrangement des particules d'argile est variable. Dans cette gamme de pF, les dimensions des différents types de pores varient selon l'état hydrique du matériau. *Ce matériau ne se caractérise pas, en conséquence, par une distribution unique de sa porosité en fonction de la taille des pores.* On ne peut donc déterminer, pour chaque état hydrique, la distribution de la porosité d'un matériau dont l'assemblage des particules n'est pas rigide, à partir des seules données concernant la rétention de l'eau. *La seule caractéristique de l'espace poral que l'on puisse calculer pour chaque pF, à partir de la teneur en eau associée, est le volume des pores dont la taille est inférieure ou égale à d (fonction du pF selon la loi de Jurin, avec les réserves du paragraphe précédent (§ 2.3.2. a.)).*

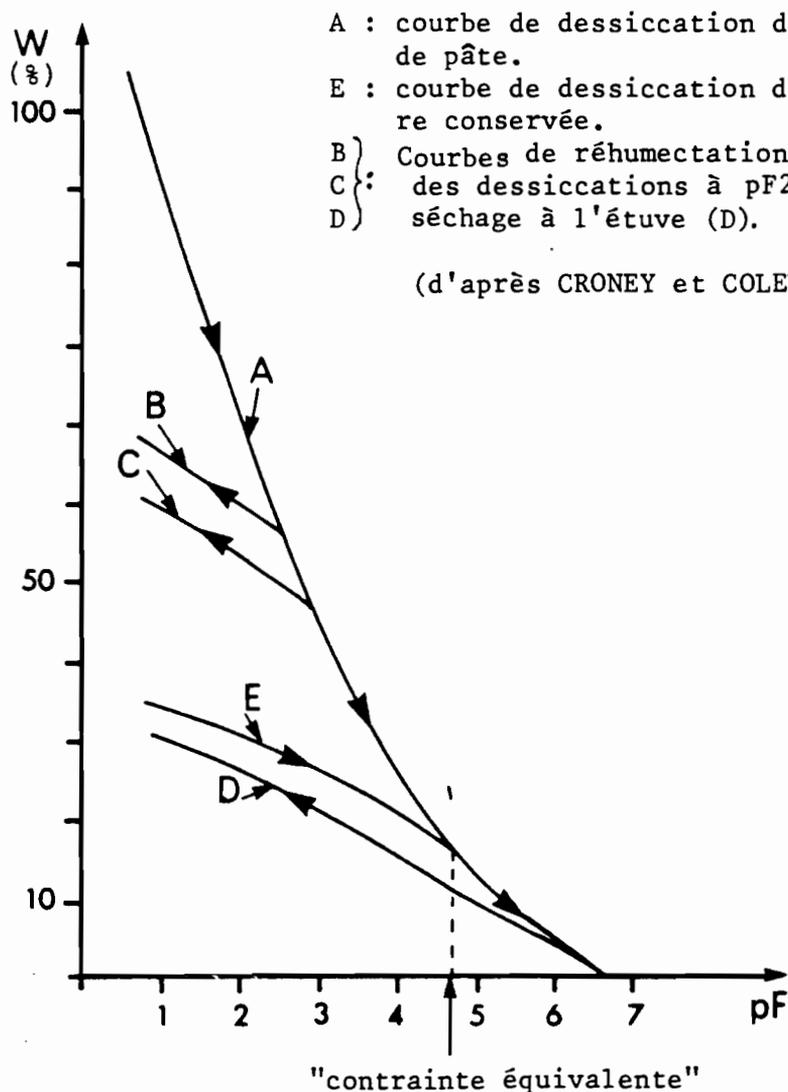
a) *Les modifications de l'espace poral d'un matériau argileux, au cours d'une dessiccation, sont plus ou moins réversibles au cours d'une réhumectation.*

● CRONEY et COLEMAN (1954) ont mis en évidence le rôle de la contrainte maximum de dessiccation subie par un matériau argileux (initialement préparé à l'état de pâte pour effacer son histoire) sur son comportement hydrique ultérieur : l'aptitude de ce matériau à se réhydrater diminue d'autant plus qu'il a été au préalable plus fortement desséché (fig. 14).

Le déficit de réhydratation par rapport au même matériau qui n'a pas été soumis à une dessiccation aussi intense persiste pour les faibles pF. Or, l'hystérésis lié à l'effet "bouteille d'encre" suppose que les courbes de rétention de l'eau obtenues pour des succions croissantes et décroissantes ne soient pas identiques, mais se rejoignent pour les valeurs de pF extrêmes, notamment aux faibles pF, lorsque le matériau est globalement saturé en eau. Dans ce cas, l'hystérésis ne serait donc pas seulement lié à la configuration de l'espace poral, mais aussi, à une aptitude au gonflement plus faible du matériau, c'est-à-dire, à une évolution de son espace poral, consécutive à la dessiccation, partiellement réversible.

Les courbes de dessiccation du même matériau, à structure conservée d'une part, et préparé à l'état de pâte, d'autre part, ne se rejoignent que pour un pF qui correspond à une "contrainte équivalente" (de CRECY et al, 1979) que le matériau aurait subie au cours de son histoire, analogue à une pression de consolidation (*fig. 14*).

Fig. 14 : Courbes de rétention de l'eau d'un matériau argileux



● De CRECY et al (1979) ont suivi le même protocole expérimental pour étudier le comportement hydrique de matériaux argileux provenant de diverses formations sédimentaires datées. Ces auteurs ont montré que cette contrainte équivalente est d'autant plus élevée que le matériau est plus ancien. Quant au déficit d'humectation d'une motte à structure conservée par rapport au même matériau dont l'histoire a été effacée, il augmente également avec l'âge du matériau.

● Selon le type d'argile, le déficit d'humectation d'un matériau n'a pas non plus la même ampleur. TESSIER et al (1980) ont comparé le comportement hydrique d'une kaolinite et d'une smectite calciques, réhumectées à partir de différents niveaux de dessiccation (correspondant à des pF supérieurs ou égaux à 4). L'aptitude de la kaolinite à se réhydrater est indépendante du niveau de dessiccation atteint au préalable. Au contraire, la quantité d'eau fixée par la smectite est d'autant plus faible que la dessiccation a été poussée. La dessiccation provoque en effet, la coalescence d'une partie des particules de smectite, très déformables et chargées, qui ne peuvent plus se séparer au cours de la réhumectation ; les distances interparticulaires étant parfois égales aux distances entre les feuillets constitutifs des particules, les forces de liaison entre deux particules en contact, pourraient être du même ordre de grandeur que celles entre les feuillets. Une telle agrégation irréversible des particules originelles ne se produit pas avec la kaolinite dont les cristallites sont faiblement chargés et peu déformables, de sorte que les liaisons entre les particules en contact sont faibles, quelle que soit l'intensité de la dessiccation ; elles se séparent donc facilement au cours de la réhumectation.

2.4 - Discussion et conclusion de l'étude des propriétés de rétention de l'eau des mottes

2.4.1 - Influence des contraintes hydriques sur les propriétés de rétention en eau des mottes

Les seules données relatives aux variations de la teneur en eau des mottes en fonction des contraintes hydriques **qui leur** sont appliquées, ne permettent pas de préciser l'influence propre de chacune des causes possibles de l'hystérésis, notamment :

- l'effet bouteille d'encre, lié à la configuration de l'espace poral,
- la variation de la mouillabilité du matériau,
- l'évolution partiellement réversible de l'espace poral.

a) L'écart entre les teneurs en eau extrêmes mesurées sur chaque type de motte, beaucoup plus important à pF 3 qu'à pF 1,5, est compatible avec un effet "bouteille d'encre" :

Des pores de taille supérieure à la taille équivalente maximale des pores remplis d'eau à pF 3, selon la loi de Jurin (1,5 μm environ), seraient reliés entre eux par des pores plus petits. Ces derniers contrôlent la succion pour laquelle les pores relativement grands se vident, mais non celle pour laquelle ils se remplissent.

Dans ce matériau, contenant 20 % d'argile, l'assemblage des particules ne peut être rigide dans toute la gamme de pF, mais cet effet "bouteille d'encre" pourrait être associé à une évolution réversible de l'espace poral.

b) Néanmoins, les différences de teneur en eau entre les mottes d'un même type, réhumectées à pF 1,5 à partir de différents états de dessiccation, notamment les plus élevés d'entre eux (séchage à 105° C pour la motte compactée à W_1 , pF 6 et séchage à 105° C pour la motte compactée à W_2) pourraient être liées à une modification de l'espace poral des mottes au cours de la dessiccation, modification qui ne serait que partiellement réversible au cours de la réhumectation.

Pour mettre en évidence une telle évolution de l'espace poral sous l'influence des contraintes hydriques, et évaluer, en conséquence, la part de ce facteur dans l'hystérésis, il convient d'utiliser des méthodes permettant de caractériser et de comparer l'espace poral du matériau à différents états hydriques (mesures des diverses composantes du volume poral, porosimétrie à mercure, par exemple).

2.4.2 - Influence du compactage sur les propriétés de rétention de l'eau du matériau

Certaines modifications de l'espace poral du matériau, par le compactage aux deux teneurs en eau particulières, paraissent vraisemblables dès l'analyse des propriétés de rétention de l'eau des deux types de mottes et des agrégats non compactés :

a) A pF 1,5, le matériau non compacté est plus humide que la motte compactée à W_1 , elle-même plus humide que la motte compactée à W_2 .

Ces différences de teneur en eau à pF 1,5, peuvent être liées à la présence d'un volume poral interagrégats variable entre les trois types d'échantillons, compactés ou non, le volume poral interagrégats étant susceptible de se remplir d'eau aux faibles succions seulement.

Toutefois, la taille équivalente maximale des pores remplis d'eau, à pF 1,5, est de l'ordre de 50 μm . Elle est donc relativement petite par rapport aux dimensions des plus grands pores interagrégats observés sur les lames minces, mais néanmoins beaucoup plus grande que celles de la plupart des pores intraagrégats. L'essentiel du volume poral intraagrégats devrait donc être saturé en eau à pF 1,5 alors que les pores interagrégats ne le seraient que partiellement (pour les plus grands d'entre eux).

Or, la différence de 3 % de teneur en eau, entre les deux types de mottes réhumectées à pF 1,5 directement après le compactage, correspond à un volume d'eau quatre fois supérieur au volume poral interagrégat de la motte compactée à W_1 . Le remplissage des pores interagrégats ne peut donc suffire pour expliquer la différence de teneur en eau à pF 1,5 entre les deux types de mottes, et d'autant moins que ce remplissage ne serait que partiel.

b) A pF 3, pour une même histoire hydrique, la motte compactée à W_2 est plus humide que la motte compactée à W_1 , contrairement à pF 1,5, et les agrégats non compactés ont une teneur en eau intermédiaire. A pF 4,2, on

observe le même classement, mais les écarts sont plus faibles qu'à pF 3.

Selon ces résultats, à pF 3, le volume des pores dont la taille équivalente est inférieure à $1,53 \mu\text{m}$ est plus important dans la motte compactée à W_2 que dans les agrégats non compactés et, au contraire, plus faible dans la motte compactée à W_1 .

L'espace poral du matériau pourrait donc avoir été modifié par le compactage aux deux teneurs en eau particulières, de manière variable, et à un niveau d'organisation assez fin, celui concernant l'assemblage des particules et non plus seulement celui des agrégats. Cela est plausible, bien que nous n'ayons pas mis en évidence une variation significative de la porosité d'agrégats par le compactage à ces deux teneurs en eau (cf. II § 3.4.1), car il pourrait s'agir d'une modification de la distribution de cette porosité en fonction de la taille des pores.

Là encore, une analyse plus directe des caractéristiques de l'espace poral, à des états hydriques bien déterminés, s'avère nécessaire, pour préciser les modifications de l'état physique du matériau, par le compactage et au cours des histoires hydriques, modifications qui peuvent être à l'origine des différences de comportement hydrique observées.

CHAPITRE IV

CONSEQUENCES DU COMPACTAGE

SUR L'EVOLUTION DE LA STRUCTURE DU MATERIAU ,

AU COURS DE VARIATIONS HYDRIQUES

Mesures de porosités ,

observations en microscopie optique

Les histoires hydriques appliquées aux mottes se différenciant par le niveau de dessiccation atteint avant la réhumectation, l'évolution de l'état physique des mottes sera analysée successivement au cours de la dessiccation, puis au cours des réhumectations à partir des différents états de dessiccation. Auparavant, quelques éléments essentiels sur le retrait et le gonflement des matériaux pédologiques seront rappelés.

1 - RAPPELS SUR LE RETRAIT ET LE GONFLEMENT DES MATERIAUX PEDOLOGIQUES

Les changements de teneur en eau dans les sols argileux se traduisent généralement par des variations de volume et donc de porosité qui sont liées aux propriétés de retrait et de gonflement de la fraction argileuse.

HAINES (1923) a distingué trois étapes dans le retrait global des matériaux argileux humides, préparés à l'état de pâte, soumis à une dessiccation (*fig. 15 a*) :

- La variation de volume de l'échantillon de sol considéré est d'abord égale au volume d'eau perdu (① sur la figure 15). Il n'y a pas entrée d'air

dans l'échantillon dont le retrait est alors dit "normal" (normal shrinkage). La déshydratation est nécessairement associée à une réduction des dimensions de certains pores (cf. III § 2.3.2. b) provoquée par le rapprochement de certaines particules.

● Puis, la diminution de volume de l'échantillon devient inférieure au volume d'eau perdu et, corrélativement, le volume des pores occupé par l'air s'accroît ②. Le retrait est dit "résiduel" (residual shrinkage). Certains pores se désaturent, d'autres se contractent en restant saturés.

● Enfin, l'échantillon atteint une *limite de retrait*, teneur en eau à partir de laquelle son volume reste constant si la déshydratation se poursuit (no shrinkage, ③). L'arrangement des particules les plus fines, d'argile notamment, peut toutefois poursuivre son évolution (vers un assemblage plus serré) mais cela ne se traduit plus par une variation de volume de l'ensemble du matériau, le rapprochement des particules les plus grossières étant maximal. C'est ainsi que la limite de retrait de la fraction argileuse est en général différente de celle du sol qui la contient.

● STIRK (1954) a mis en évidence sur des matériaux argileux à structure conservée (non préparés à l'état de pâte, contrairement à HAINES) une autre étape précédant le retrait normal, pour laquelle la diminution de volume total est inférieure à la perte de volume d'eau (④). Ce retrait est appelé "structural", car il correspond à la vidange de pores de relativement grande dimension, tels que les pores d'origine biologique ou des fentes délimitant des agrégats. Un échantillon n'est donc pas nécessairement saturé au cours du retrait normal (fig. 15 b).

Le gonflement des matériaux est moins souvent étudié que leur retrait. Lorsqu'un échantillon est réhumecté à partir de l'état sec, on peut distinguer quatre étapes éventuellement : absence de gonflement, gonflement résiduel, normal et structural.

Les caractéristiques des courbes de retrait et de gonflement (l'amplitude de la variation de volume, l'importance relative des différentes étapes) varient selon la nature du matériau, notamment selon la teneur en argile et les propriétés de la fraction argileuse (GREENE-KELLY, 1974 ; TESSIER, 1980 ; TESSIER et PEDRO, 1980 ; REEVE et al, 1980). Interviennent également les caractéristiques morphologiques du squelette, ainsi que la structure du matériau, à différents niveaux d'organisation (CHANG et WARKENTIN, 1968 ; REEVE et HALL, 1978 ; TESSIER et PEDRO, 1980).

fig.15a

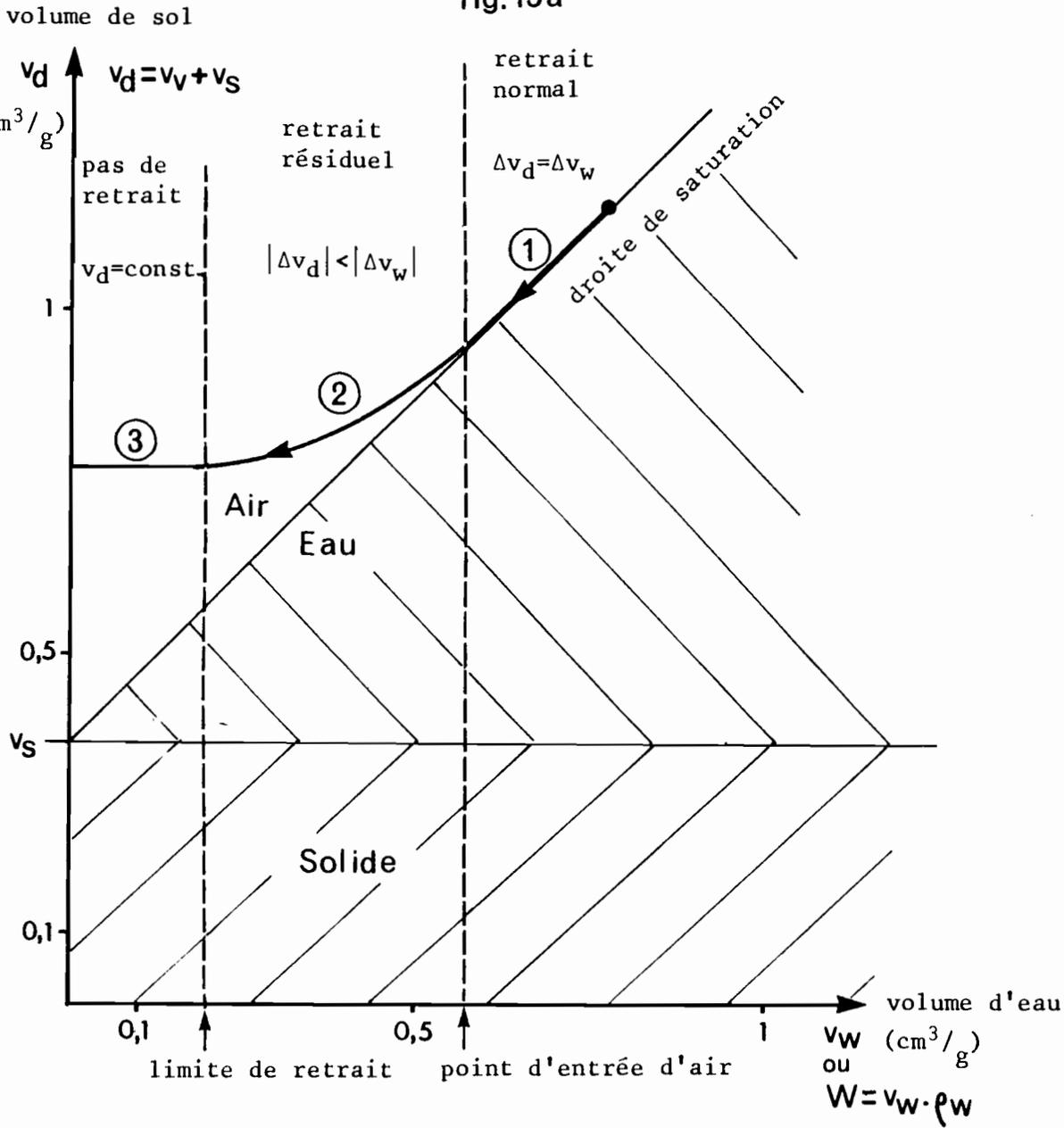


fig.15b

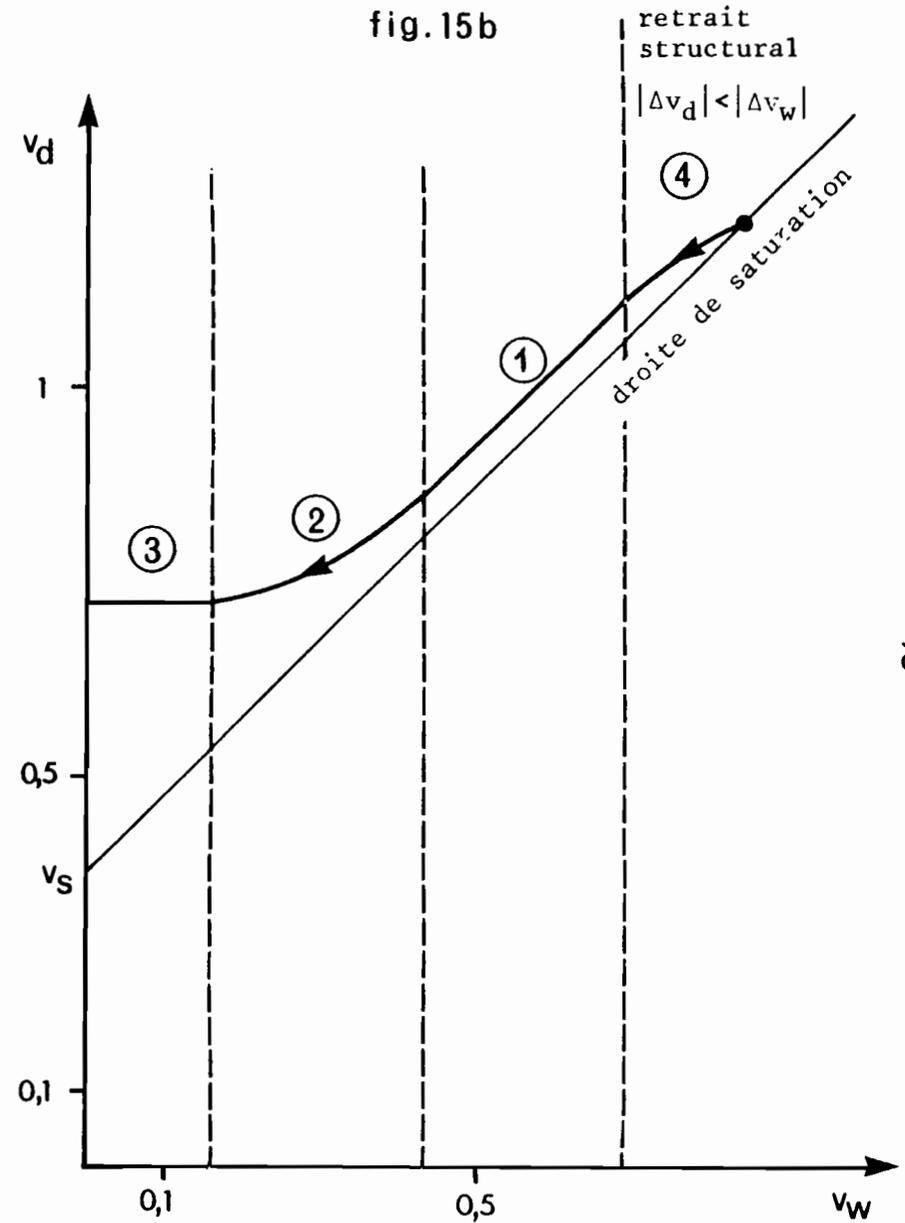


FIGURE 15 : Variation au cours d'une dessiccation du volume d'un échantillon de sol argileux, préparé à l'état de pâte (a), ou à structure conservée (b) - d'après HAINES (1923) et STIRK (1954).

2 - ETUDE DU RETRAIT DES MOTTES ET DU MATERIAU NON COMPACTE

2.1. - Résultats des mesures physiques : Influence du compactage à W_1 et à W_2 sur le retrait du matériau limoneux du Rheu

2.1.1. - Remarques préliminaires

L'évolution de l'état physique des mottes, au cours de la dessiccation (comme au cours des réhumectations, § 3.1), a été analysée à l'échelle de la motte et à l'échelle des agrégats initiaux, bien que ceux-ci ne soient pratiquement plus individualisés à l'issue du compactage à W_2 . Il s'agit en fait d'étudier le retrait (comme le gonflement) du matériau à ces deux niveaux d'organisation : agrégats et motte. CHANG et WARKENTIN (1968), qui ont comparé les comportements au retrait et au gonflement de mottes constituées d'agrégats argileux de tailles déterminées et compactés à diverses pressions, ont limité leurs analyses aux variations de volume des mottes, c'est-à-dire, comme la plupart des auteurs cités, à un seul niveau d'organisation.

Les variations de volume d'un échantillon de sol concernant seulement le volume des vides, la distinction des deux niveaux d'organisation permet de suivre, pour les échantillons compactés, les variations du volume poral intraagrégats et du volume poral interagrégats. Le premier est approché, comme précédemment, par le volume massique de vides d'agglomérats, le second par la différence entre les volumes massiques de mottes et d'agglomérats.

Pour les différentes étapes hydriques de la dessiccation, les volumes massiques de vides des mottes (v_v^m) et des agglomérats issus de mottes (v_v^{ac}) ou issus d'agrégats non compactés (v_v^a) sont portés sur la fig. 16, en fonction du volume massique d'eau (v_w). Ces résultats sont également rassemblés en Annexe IV - 1 avec les analyses statistiques.

2.1.2 - Le retrait à l'échelle des agrégats :

Le volume massique de vides d'agglomérats diminue au cours de la dessiccation pour les deux types de mottes et pour le matériau non compacté, mais la gamme de teneur en eau pour laquelle cette diminution est significative et *l'intensité du retrait à ce niveau d'organisation varient selon la structure initiale considérée (fig. 16)*. Ainsi, le volume poral intraagrégats diminue davantage pour la motte compactée à W_2 que pour la motte compactée à W_1 , et plus encore que pour le matériau non compacté ; cette diminution est respectivement de $0,032 \text{ cm}^3/\text{g}$, $0,026 \text{ cm}^3/\text{g}$ et $0,018 \text{ cm}^3/\text{g}$. Dans tous les cas, *le retrait est seulement résiduel*, la variation de volume atteignant 60 % de la perte d'eau entre 12 et 9 % de teneur en eau pour les deux types de mottes.

La limite de retrait des agrégats apparaît dès pF 4,2 pour la motte compactée à W_2 , c'est-à-dire pour une succion relativement faible, couramment atteinte dans les horizons superficiels des sols. Pour la motte compactée

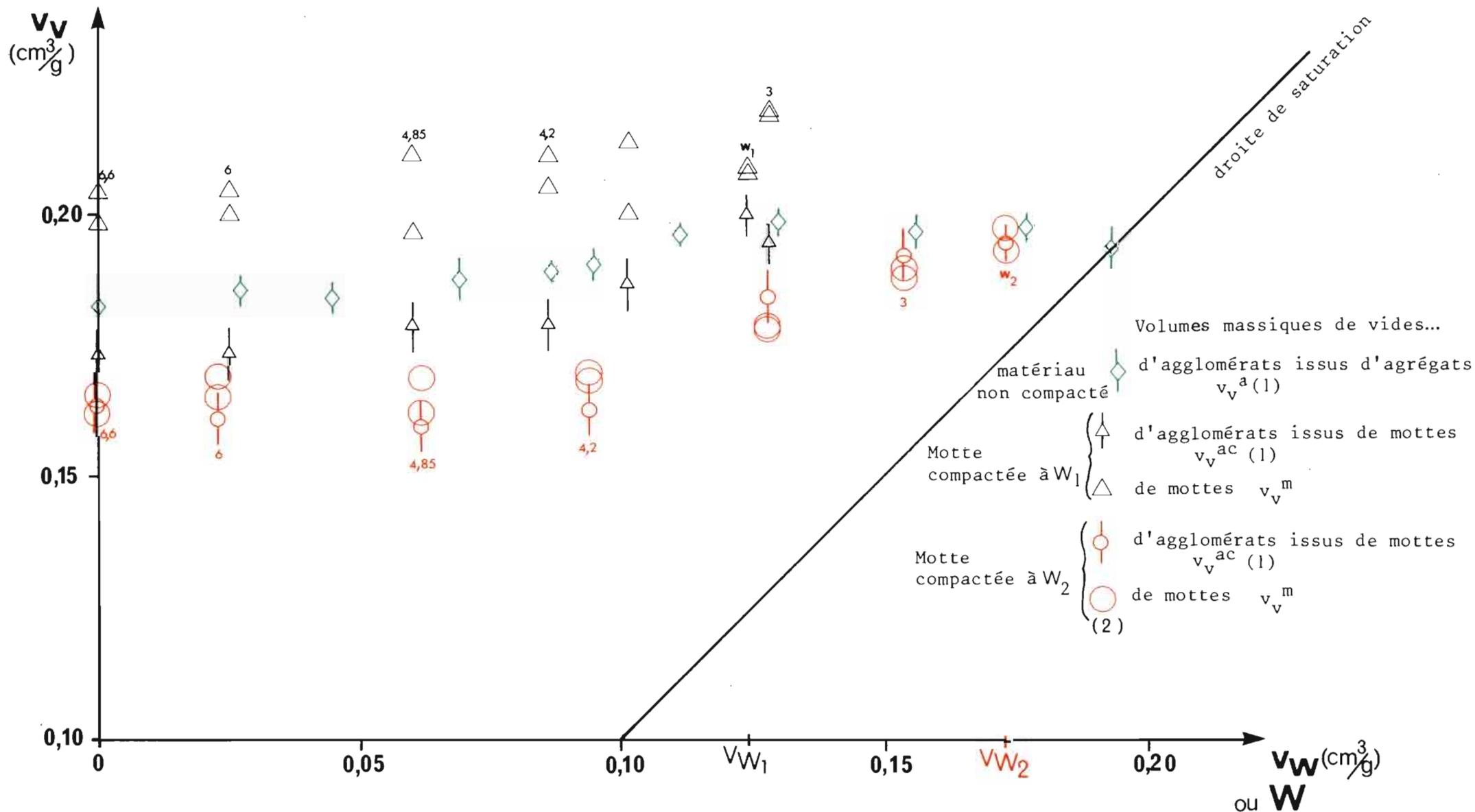


FIGURE 16 - Au cours de la dessiccation, variation, en fonction du volume massique d'eau (v_w), des volumes massiques de vides d'agglomérats et, éventuellement, de mottes, pour le matériau non compacté et pour les mottes compactées à W_1 ou à W_2

(1) moyenne d'au moins 3 mesures et son intervalle de confiance avec un risque de 1%

(2) les nombres à la verticale des séries de mesures indiquent le pF correspondant à chacune de ces séries

à W_1 , la limite de retrait des agrégats est obtenue pour une succion plus élevée, comprise entre pF 5 et pF 6, mais l'essentiel du retrait se produit pour les succions inférieures à pF 4,2.

2.1.3 - Le retrait à l'échelle de la motte

A l'issue du compactage, le volume massique de vides (v_v^m) de la motte compactée à W_2 est inférieur à celui de la motte compactée à W_1 et sa diminution au cours de la dessiccation est également plus importante, si bien que l'écart entre les valeurs de v_v^m des deux types de mottes s'accroît. CHANG et al (1968) ont obtenu des comportements semblables avec des matériaux plus argileux.

Si l'on compare les variations de v_v^m , d'une part, et de v_v^{ac} , d'autre part :

- Pour la motte compactée à W_2 , le retrait est semblable aux deux niveaux d'organisation. Le retrait des agrégats, en contact étroit les uns avec les autres, se transmet donc à la motte dans son ensemble. Aussi, il ne se développe donc pas, au cours de la dessiccation, un volume poral interagrégats, c'est-à-dire un volume de pores dont la distribution spatiale soit comparable à celle des pores interagrégats présents avant le compactage dans les échantillons.

- Le retrait de la motte compactée à W_1 semble plus faible que celui des agrégats qui la constituent. On ne peut l'affirmer à cause de la variabilité de ce type de motte. Pour mieux tenir compte de cette variabilité, on a reporté, sur la fig. 16, les valeurs de v_v^m et v_v^{ac} de la motte compactée à W_1 et mise à l'équilibre à pF3, dont la teneur en eau est légèrement supérieure à W_1 ; cependant, une faible variation de teneur en eau, ne signifie pas pour autant que la contrainte hydrique (pF 3) dont le mode d'application est très différent de la contrainte mécanique, n'a pas provoqué une évolution de l'espace poral associée à une redistribution de l'eau. Quoi qu'il en soit, même si le retrait de la motte est semblable à celui des agrégats qui la constituent (le volume poral interagrégats, $v_v^m - v_v^{ac}$, reste constant, dans ce cas, au cours de la dessiccation) la porosité interagrégats, $\frac{v_v^m - v_v^{ac}}{v_d^m}$, a tendance à augmenter jusqu'à la limite de retrait, car le volume de la motte diminue.

2.1.4 - Conclusion

Le comportement au retrait du matériau (à l'échelle des agrégats, comme à l'échelle de la motte) dépend de l'histoire mécanique qu'il a éventuellement subie (compactage à W_1 , ou à W_2). Il en résulte que les deux types de mottes et le matériau non compacté ne se différencient plus seulement par leur porosité interagrégats, comme après le compactage, mais aussi par leur porosité d'agrégats : En deçà de la limite de retrait, les porosités d'agrégats sont de l'ordre de 30,2 % pour la motte compactée à W_2 , 31,6 % pour la motte compactée à W_1 et 32,8 % pour le matériau non compacté. Les effets des tassements sont donc aggravés par la dessiccation.

Des mesures de porosités ont été effectuées pour analyser les conséquences, sur l'état physique du sol de la parcelle expérimentale du Rheu, du passage d'un corn-sheeler en condition humide (PLET et TANGUY, non publié). La différence de porosité d'agglomérats, à l'état sec, entre la zone non tassée et la zone tassée était de 1 à 2 %, donc comparable à celle

que nous avons obtenue entre les agrégats non compactés et les mottes. Par contre, STENGEL (1979) n'a pas constaté de différence entre les porosités d'agglomérats, à l'état sec, d'échantillons prélevés sous et à côté des traces de roues de traceur, sur un sol limono-argileux.

2.2 - Les observations microscopiques

2.2.1 - A l'échelle de l'assemblage des agrégats

+ Le retrait des agrégats, au sein de la motte compactée à W_1 , à structure fragmentaire, ne se traduit pas, en général, par une individualisation plus nette des agrégats (photo ?). Très localement, certains vides d'entassement des agrégats, de forme polyconcave, se prolongent et parfois même sont reliés entre eux par des pores à morphologie de fissures, très fins (quelques dizaines de μm), qui diminuent les surfaces de contact entre les agrégats. La porosité interagrégats ne semble pas augmenter sur les lames dont on dispose pour ce type de motte. La porosité mesurée sur ces lames (pores de diamètre équivalent supérieur à 30 μm) a même tendance à diminuer. Mais, pour diverses raisons, cette porosité n'est pas directement comparable à la porosité interagrégats : d'une part, la porosité mesurée sur les lames minces prend en compte les pores interagrégats et intraagrégats les plus grossiers, que le Quantimet ne peut différencier. D'autre part, conformément aux observations de MURPHY et al (1978) déjà mentionnées au § II. 1.2.2., la porosité mesurée sur les lames minces et la distribution de cette porosité en fonction de la taille des pores, sont très variables pour un même type de motte dans un état physique déterminé.

+ La motte compactée à W_2 conserve sa structure massive à tendance lamellaire : les fissures observées dans ce type de motte, à la suite du compactage (cf. II. § 2.4.2), à orientation normale à la direction d'application de la contrainte mécanique ne se développent pas au cours de la dessiccation. Par ailleurs, la coalescence des agrégats apparaît plutôt accrue (Photo 8). La porosité mesurée sur les lames minces diminue de manière plus sensible que pour la motte compactée à W_1 .

2.2.2 - A l'échelle de l'assemblage des constituants visibles au microscope optique

Les observations microscopiques ne mettent pas en évidence une évolution, avec la teneur en eau, de l'assemblage des constituants au sein des agrégats, pas plus qu'une différence, à ce niveau d'organisation, entre chacun des deux types de mottes et le matériau non compacté, bien que les mesures physiques aient différencié ces trois types d'échantillons par leur porosité d'agrégats. Les variations de porosité d'agrégats, avec la teneur en eau et selon l'histoire mécanique préalable à la dessiccation, sont certes relativement faibles.

L'assemblage plasmique est toujours à dominance squelsépique. Les concentrations plasmiques revêtant les pores ou intégrés au fond matriciel sont parfois fissurées, mais les échantillons humides présentaient déjà une telle fissuration.

2.2.3 - En conclusion, les observations microscopiques ne permettent pas de constater des modifications notables de la structure des deux types de mottes au cours de la dessiccation.

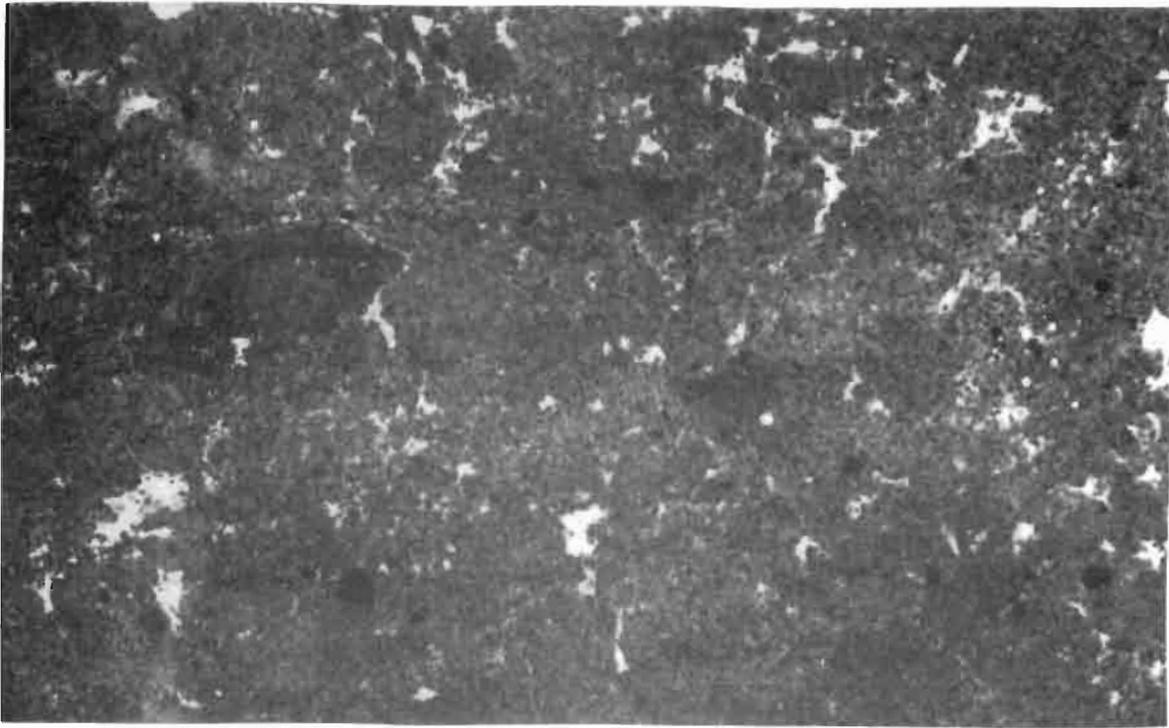


Photo 7 :
 Motte compactée
 à W_1 , séchée à
 105°C (pF 6,6)
 (lame "verticale")

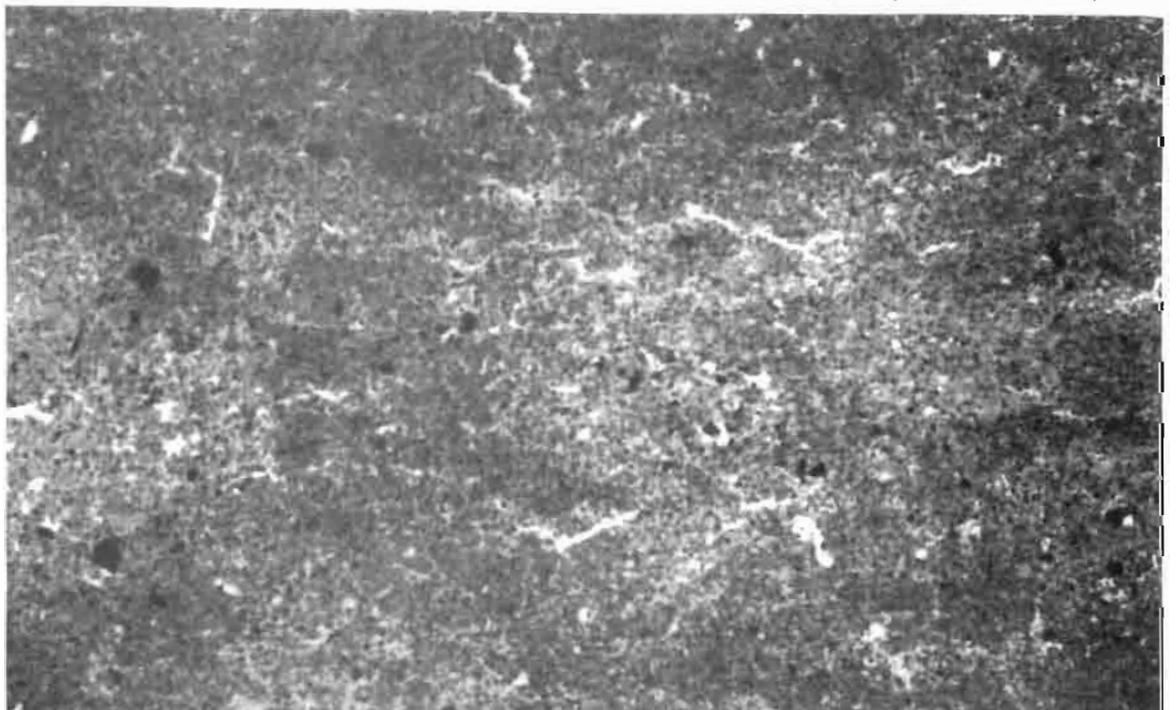
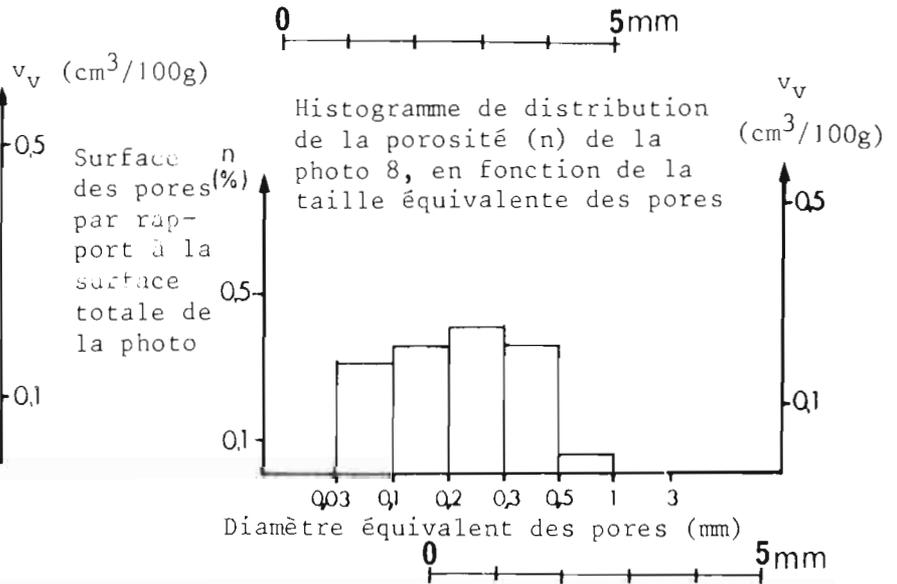
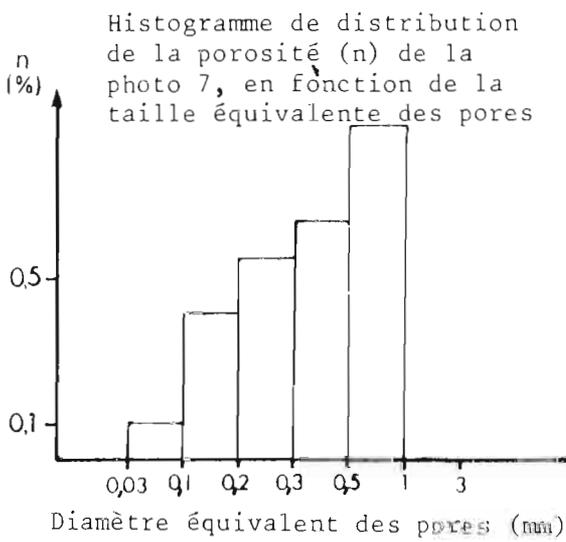


Photo 8 :
 Motte compactée
 à W_2 , séchée
 à 105°C (pF 6,6)
 (lame "verticale")

3 - ETUDE DU GONFLEMENT DES MOTTES ET DU MATERIAU NON COMPACTE

3.1 - Résultats des mesures physiques

3.1.1 - Présentation des résultats

Les volumes massiques de vides de mottes et d'agglomérats, mesurés aux différentes étapes des histoires hydriques, en dessiccation et en humectation, sont portés en fonction de la teneur en eau :

- sur la *figure 17*, pour la motte compactée à W_1
- sur la *figure 18*, pour la motte compactée à W_2
- sur la *figure 19*, pour les agrégats non compactés, avec un nombre de mesures plus limité que pour les mottes.

Pour chaque type d'échantillon, compacté ou non, ces figures permettent de comparer entre eux les volumes massiques de vides obtenus, à des teneurs en eau semblables ou à un même pF, au cours de la dessiccation et au cours des réhumectations.

Sur la *figure 20*, on a rassemblé, parmi l'ensemble des mesures, celles effectuées seulement aux deux étapes hydriques des réhumectations (pF 3 et pF 1,5), mais pour les deux types de mottes et les agrégats non compactés, ceci afin de comparer entre eux ces divers échantillons, lorsqu'ils sont réhumectés à partir des différents états de dessiccation.

L'ensemble des mesures et analyses statistiques sont rassemblées en Annexe IV - 2.

3.1.2 - Influence du niveau de dessiccation préalable à l'humectation sur le gonflement

3.1.2.1 - A pF 3

a) à l'échelle des agrégats

- Après un séchage à l'étuve à 105° C (pF 6,6), les deux types de mottes et les agrégats non compactés ont, lorsqu'ils sont réhumectés à pF 3, un volume massique de vides d'agglomérats significativement plus élevé qu'en dessiccation, à une teneur en eau semblable (*fig. 17 à 19*). Si la dessiccation préalable à l'humectation est moins poussée (pF 6), on n'observe plus de différence significative, et cela, également pour l'un quelconque de ces trois types d'échantillons (*Annexes IV- 2. ⑥, ⑦, ⑭*).

Il apparaît donc qu'une dessiccation très intense (supérieure à pF 6), a pour effet, lorsque ce matériau limoneux est réhumecté à pF 3, d'augmenter le volume poral intraagrégats par rapport à sa valeur en dessiccation

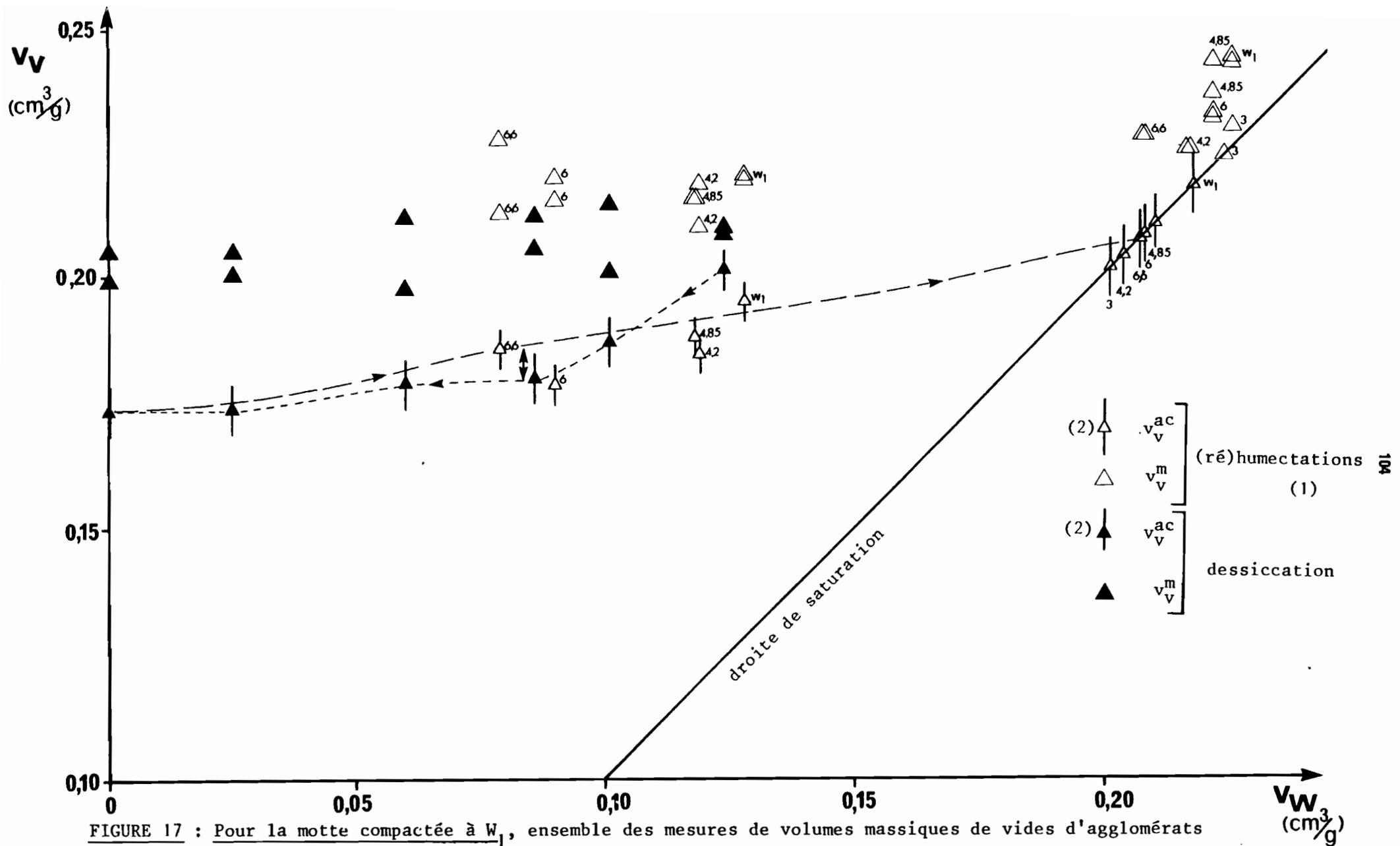


FIGURE 17 : Pour la motte compactée à W_1 , ensemble des mesures de volumes massiques de vides d'agglomérats (v_v^{ac}) et de mottes (v_v^m), aux différentes étapes hydriques de la dessiccation et des réhumectations en fonction du volume massique d'eau (v_w)

- (1) Les nombres placés à côté des symboles indiquent le pF (ou la teneur en eau) atteint avant les réhumectations à pF 3, puis à pF 1,5, pour les points correspondants.
- (2) Moyennes de 3 mesures avec un intervalle de confiance pour un risque de 1 %.

à une humidité semblable.

Il découle de ce fait que le matériau séché à 105° C commence à gonfler à partir d'une teneur en eau inférieure à la limite de retrait. Pour les dessiccations moins intenses, ce n'est pas le cas, ou bien, on ne peut le montrer, car le nombre d'étapes hydriques en réhumectation, limité à deux, est insuffisant pour suivre le gonflement de manière aussi continue que le retrait.

Cette observation montre également qu'une modification des propriétés de gonflement, consécutive à une dessiccation intense, peut être une des causes plausibles de la différence (présentée en II § 2.1), entre les porosités d'agrégats non compactés amenés à différentes teneurs en eau en suivant deux protocoles distincts : l'un par dessiccation progressive, l'autre par réhumectation après un séchage à l'air (pF supérieur à 6).

- A cause de l'hystérésis de la relation entre le pF et la teneur en eau, les mottes sont d'autant moins humides à pF 3 qu'elles ont été au préalable plus fortement desséchées. L'écart entre les teneurs en eau extrêmes (réhumectations à pF 3 après les dessiccations à pF 6,6 et à pF 4,2) est de l'ordre de 4 %, dans la gamme de teneur en eau pour laquelle on a observé le maximum de retrait au cours de la dessiccation.

Or, si la teneur en eau varie, les volumes massiques de vides d'agglomérats issus des mottes compactées à W_2 réhumectées à pF 3, ne sont pas significativement différents, quelle que soit l'intensité de la dessiccation préalable (fig. 18 ; Annexe IV-2. ③ ; il manque la valeur de v_v^{ac} après la dessiccation à pF 4,2) ; pour les mottes compactées à W_1 (fig. 17), la valeur de v_v^{ac} obtenue après la dessiccation à pF 6 est significativement plus faible que celles obtenues après les dessiccations plus intenses (pF 6,6) ou moins intenses (pF 4,85 et pF 4,2), qui ne sont pas significativement différentes entre elles (Annexe IV-2. ②). Pour chaque type de motte, les valeurs de v_v^{ac} en réhumectation à pF 3, sont inférieures à celles obtenues à ce même pF, en dessiccation (motte compactée à W_2) ou en humectation après le compactage (motte compactée à W_1).

Ces deux observations à pF 3, à l'échelle des agrégats, mettent en évidence que les relations entre la teneur en eau et le volume poral intraagrégats, ou entre le pF et le volume poral intraagrégats, ne sont pas bijectives : pour chaque type d'échantillons compactés ou non, il ne correspond pas forcément, à une teneur en eau donnée, ou à un pF donné (cela n'est vérifié qu'à pF 3), une même valeur de volume poral intraagrégats, en dessiccation et en réhumectation, et dans ce cas, selon l'état hydrique initial. En d'autres termes, les courbes de retrait et de gonflement des agrégats ne sont pas forcément superposées dans toute la gamme de teneur en eau ou de pF.

b) à l'échelle de la motte

Si on analyse les variations de volumes massiques de vides à l'échelle des mottes (v_v^m), les observations faites à l'échelle des agrégats

restent valables pour la motte compactée à W_2 . Pour la motte compactée à W_1 , on ne peut l'affirmer, compte tenu de la variabilité de ce type de motte pour une histoire hydrique donnée, mais on observe la même tendance. Par ailleurs, pour chacune des histoires hydriques, le volume poral interagrégats des mottes compactées à W_1 est au moins aussi élevé qu'à l'issue de la dessiccation préalable à l'humectation à pF 3. Les réhumectations à pF 3 après les deux plus fortes dessiccations ne se traduisent pas par le développement d'un volume poral interagrégats dans les mottes compactées à W_2 , du moins pas de manière appréciable d'après les mesures effectuées ; après les deux autres dessiccations (pF 4,85 et pF 4,2), on ne peut rien dire car soit les mesures de v_v^m , soit celles de v_v^{ac} font défaut.

3.1.2.2.- A pF 1,5 :

1) Remarques à propos du degré de saturation en eau des échantillons

A pF 1,5, et contrairement aux autres succions, plus élevées, appliquées aux échantillons au cours des histoires hydriques, les pores interagrégats sont susceptibles d'être remplis d'eau, au moins partiellement, puisque la taille maximale des pores remplis d'eau est, à ce pF, de l'ordre de 50 μm . Dans ce cas, la teneur en eau des mottes doit donc être supérieure à celle des agglomérats. Or, pour l'ensemble des étapes hydriques, les mesures de teneur en eau n'ont été effectuées que sur des fragments de mottes. Si les volumes massiques de vides d'agglomérats sont portés en fonction de la teneur en eau des mottes, la plupart des points se situent à droite de la droite de saturation, ce qui est aberrant car cela correspondrait à une sur-saturation en eau. Ces points ont donc été placés sur la droite de saturation, avec les mêmes valeurs de v_v^{ac} , puisque celles-ci ont été mesurées, et des teneurs en eau inférieures à celles des mottes correspondantes, évaluations des teneurs en eau des agglomérats.

Au demeurant, d'après les mesures effectuées, on peut faire les observations suivantes relatives au degré de saturation des divers échantillons, à pF 1,5 (*fig. 17, 18 et 19*) :

- Les agrégats non compactés ou à l'intérieur des deux types de mottes sont saturés en eau à l'issue de l'ensemble des histoires hydriques, ou tout au moins proches de la saturation, pour les seules mottes compactées à W_2 et desséchées à pF 6 ou à pF 6,6 avant d'être réhumectées.

- Les mottes compactées à W_1 ne sont pas, en général, saturées en eau, à l'issue des diverses histoires hydriques.

- Les mottes compactées à W_2 sont, au contraire, saturées ou proches de la saturation, sauf lorsque la dessiccation préalable a atteint pF 6.

Ces observations donnent des indications sur la présence, dans les divers échantillons, de pores dont la taille équivalente est supérieure à 50 μm . L'absence de saturation dans les agrégats réhumectés après une forte dessiccation pourrait cependant être liée à un piégeage d'air.

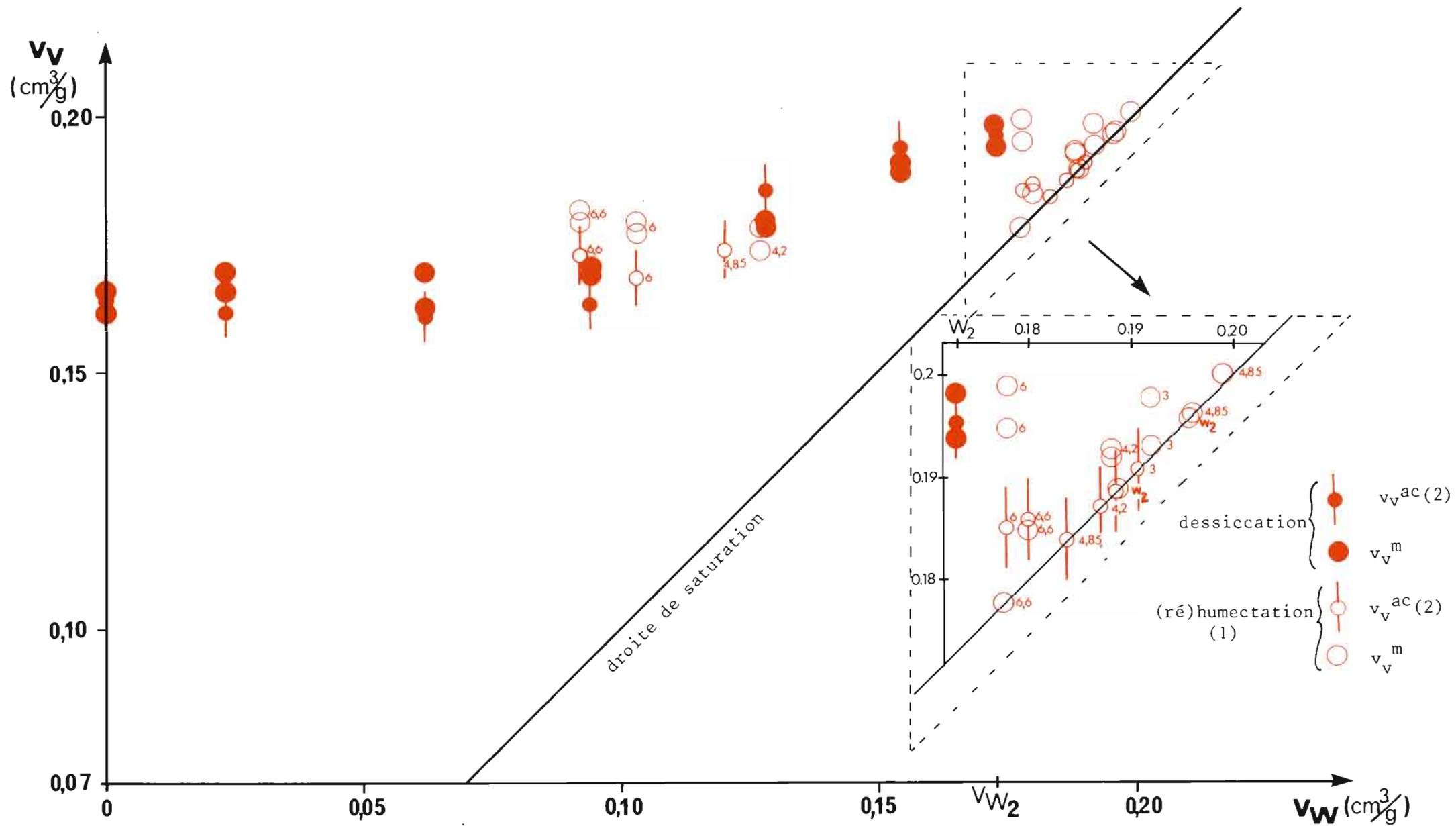


FIGURE 18 - Pour la motte compactée à W_2 , ensemble des mesures de volumes massiques de vides d'agglomérats (v_v^{ac}) et de mottes (v_v^m), aux différentes étapes hydriques de la dessiccation et des (ré)humectations, en fonction du volume massique d'eau (v_w)

- (1) les nombres placés à côté des symboles ont la même signification que sur la figure 17
 (2) moyenne de 3 valeurs de v_v^{ac} et son intervalle de confiance (risque 1%)

2) Comportement de la motte compactée à W_2 (fig. 18)

a) à l'échelle des agrégats

- A pF 1,5, au terme des diverses histoires hydriques, les volumes massiques de vides d'agglomérats issus des mottes compactées à W_2 ne sont pas significativement différents entre eux, bien que les valeurs les plus faibles de v_v^{ac} correspondent aux mottes préalablement desséchées à des pF supérieurs ou égaux à 4,2 (Annexe IV-2. ⑩).

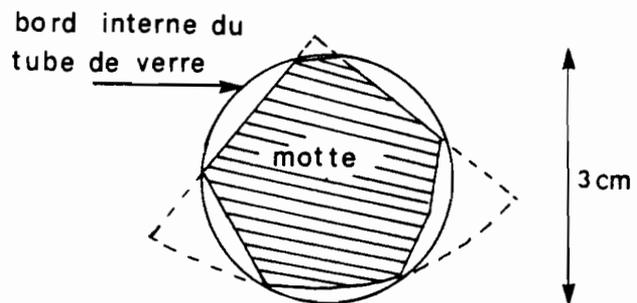
L'intensité de la dessiccation préalable à l'humectation n'a donc pas, d'après les mesures effectuées, d'influence notable sur le volume poral intraagrégats (ou la porosité d'agrégats), à pF 1,5.

- Par ailleurs, on peut observer que toutes les valeurs de v_v^{ac} sont significativement plus faibles que celle obtenue immédiatement après le compactage à W_2 (Annexe IV-2. ⑩). Cette diminution de la porosité d'agrégats est a priori surprenante car elle n'est pas limitée à certaines histoires hydriques (bien qu'elle soit plus significative lorsque la dessiccation préalable a atteint pF 4,2 au moins) et la teneur en eau des mottes, à pF 1,5, est toujours supérieure à W_2 .

Aussi, pourrait-elle être liée, en partie, à la méthode utilisée pour mettre les mottes en équilibre à pF 3 et à pF 1,5 (cf. II § 1.2.1.). En effet, à cause du diamètre intérieur des tubes en verre du dispositif, la partie périphérique des mottes, plus poreuse que la motte dans son ensemble (cf. II § 3.2.1.), a dû être éliminée, conformément au schéma ci-dessous, ce qui a pu entraîner une sous-évaluation systématique des valeurs de v_v^m et de v_v^{ac} , par rapport aux mottes initiales.

Cette remarque ne remet pas en cause les observations faites précédemment à pF 3.

Schéma : En hachuré, partie de la motte conservée pour les équilibres à pF 3 et à pF 1,5



b) à l'échelle de la motte

- Si l'on tient compte de la remarque précédente pour analyser les valeurs de v_v^m , les mottes (réhumectées à pF 1,5) sont au moins aussi poreuses

qu'après le compactage à W_2 , à l'exception de celles qui ont subi la dessiccation la plus intense (pF²6,6), dont le volume poral est significativement plus faible que dans celles qui ont subi les autres histoires hydriques.

Il apparaît, en conséquence, que le gonflement de la motte compactée à W_2 se produit surtout avant pF 3 lorsque la dessiccation a été poussée jusqu'à pF 6,6, et plutôt entre pF 3 et pF 1,5, si la dessiccation a été moins intense.

- Par ailleurs, l'écart entre les valeurs de v_v^m et v_v^{ac} semble plus important à pF 1,5, lorsque la dessiccation a atteint pF 4,85 ou pF 6, que pour les autres histoires hydriques comportant une dessiccation plus faible, ou au contraire plus poussée. Il se serait donc développé, au cours des réhumectations consécutives aux dessiccations à pF 4,85 et pF 6, un volume poral interagrégats, constitué de pores dont la distribution spatiale est comparable à celle des pores interagrégats initiaux, mais qui ne correspondent pas nécessairement à ces derniers. De plus, les dimensions de ces pores seraient variables, car la motte qui a été desséchée à pF 4,85 est saturée à pF 1,5, contrairement à celle desséchée à pF 6.

c) En conclusion, il apparaît que la porosité d'agrégats de la motte compactée à W_2 ne varie pas de manière significative à pF 1,5 en fonction du niveau de dessiccation atteint avant la réhumectation. En revanche, l'intensité de la dessiccation préalable à la réhumectation semble avoir une influence sur la porosité totale ou sur la porosité interagrégats de ce type de motte, à pF 1,5 : on observe, en effet, une diminution de la porosité totale après la dessiccation à pF 6,6, et une légère augmentation de la porosité interagrégats après les dessiccations à pF 6 ou pF 4,85, par rapport aux autres histoires hydriques (réhumectations à pF 1,5 directement après le compactage ou après une plus faible dessiccation).

3) Comportement de la motte compactée à W_1 (fig. 17)

a) à l'échelle des agrégats

- L'une des valeurs de volume massique de vides d'agglomérats issus de mottes compactées à W_1 (ré)humectées à pF 1,5, est significativement plus élevée que toutes les autres, qui ne sont pas significativement différentes entre elles. Cette valeur correspond à l'humectation à pF 1,5, directement après le compactage (Annexe IV-2. ⑨). Mis à part ce cas particulier, comme pour la motte compactée à W_2 , le volume poral intraagrégats ne varie donc pas de manière notable selon l'intensité de la dessiccation mise en jeu au cours des diverses histoires hydriques.

- Le cas particulier peut avoir différentes causes :

- L'histoire hydrique pour laquelle on obtient une valeur plus élevée de v_v^{ac} ne devrait pas se distinguer de celle qui comportait un premier équilibre à pF 3 avant pF 1,5. En effet, lorsque la motte compactée à W_1 est amenée à pF 3, sa teneur en eau n'augmente que légèrement, et, les humectations jusqu'à pF 1,5 à partir du compactage à W_1 et à partir du premier équilibre à pF 3, ont été réalisées dans les mêmes conditions expérimentales. Cependant, la cinétique de l'humectation n'a pas été abordée dans cette expérience. Or, il aurait été nécessaire de vérifier, dans ce cas, que le premier équilibre à pF 3, s'il ne se traduit pas par une variation importante de teneur en eau, ne provoque pas une évolution de la structure du matériau susceptible d'influer sur le gonflement lorsque l'humectation se poursuit jusqu'à pF 1,5.

- Toutefois, une certaine hétérogénéité entre les mottes compactées à W_1 pourrait être aussi à l'origine des différences observées entre des histoires hydriques comparables. L'assemblage des agrégats au sein des mottes compactées à W_1 , ménage, en effet, des pores interagrégats dont le volume total et/ou les dimensions présentent une certaine variabilité, plus particulièrement entre des mottes prélevées dans des couches distinctes d'échantillons Proctor (cf. II § 3.2.3.), ce qui est toujours le cas entre les diverses histoires hydriques.

Or, cette variabilité du mode d'assemblage des agrégats est susceptible d'influer sur le potentiel d'hydratation et de gonflement des agrégats et donc des mottes, *plus particulièrement pour les faibles succions* : les mottes seront d'autant plus proches de la saturation que les dimensions des pores interagrégats seront petites, et le potentiel de gonflement et d'hydratation des agrégats s'exprimera d'autant plus que leur assemblage est moins serré (CHANG et WARKENTIN 1968).

Le fait que les agrégats non compactés aient une teneur en eau, à pF 1,5, nettement supérieure à celles des mottes compactées à W_1 et à W_2 , va dans le sens de cette dernière remarque (*fig. 19 et 20*). De plus, si l'on compare, à pF 1,5, à l'issue des différentes histoires hydriques, non plus seulement les valeurs de v_v^{ac} , mais aussi les valeurs de v_v^m et le degré de saturation des mottes compactées à W_1 (*Tableau IX*), il apparaît que les agglomérats les moins poreux sont associés aux mottes les moins poreuses et les plus saturées en eau (à l'exception des mottes qui ont subi une dessiccation à pF 6,6, qui sont à la fois peu poreuses, et les moins saturées en eau).

Pour les faibles succions, la dispersion des mesures de v_v^{ac} sur les mottes compactées à W_1 , est donc susceptible de s'accroître pour une même histoire hydrique. Aussi, pour s'assurer de l'influence d'histoires hydriques particulières sur le volume poral intraagrégats, à pF 1,5, de la motte compactée à W_1 , il aurait été nécessaire de multiplier le nombre de mesures, à partir de plusieurs mottes, pour chacune des histoires hydriques.

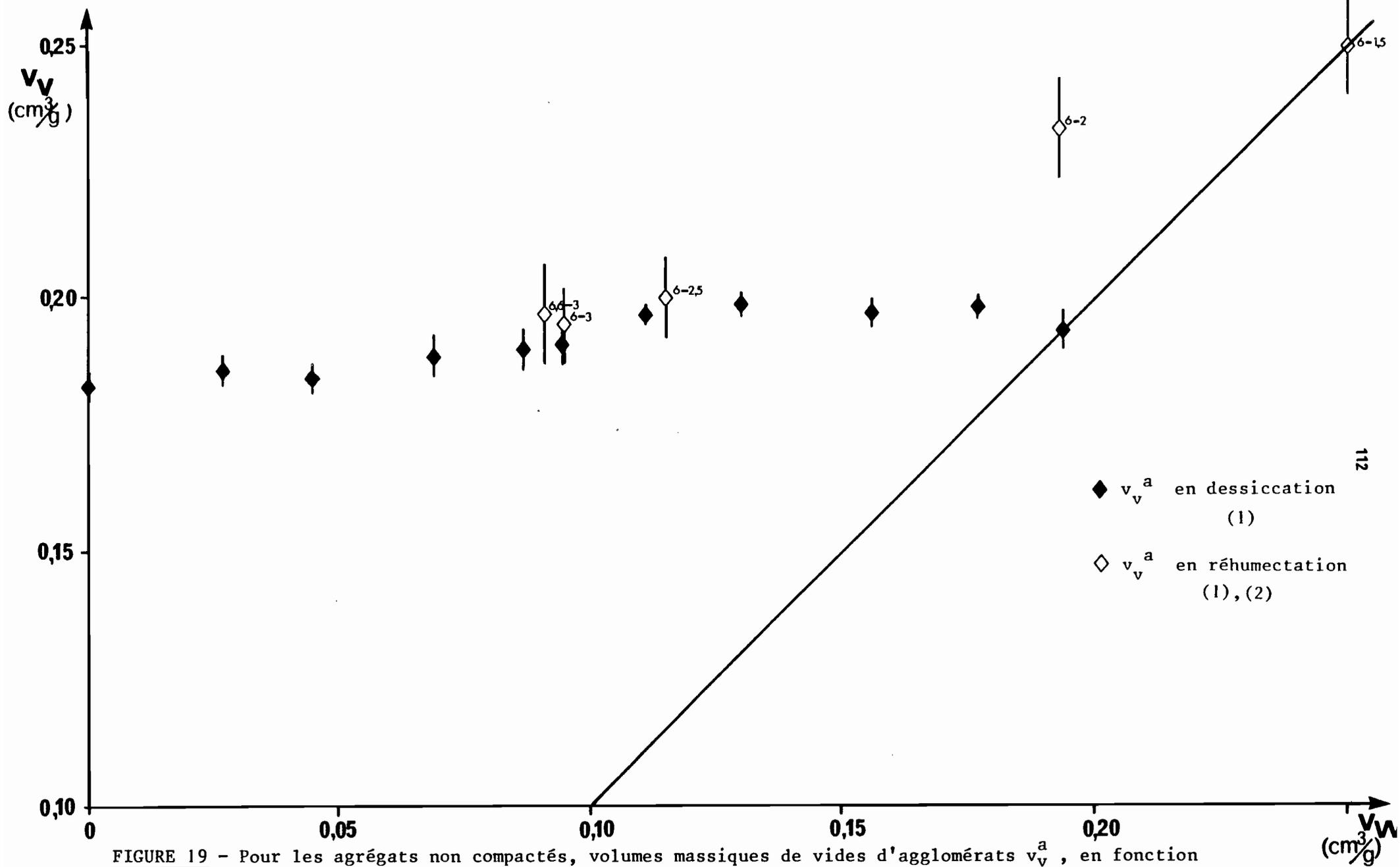


FIGURE 19 - Pour les agrégats non compactés, volumes massiques de vides d'agglomérats v_v^a , en fonction du volume massique d'eau (v_w) en dessiccation et pour quelques réhumectations.

- (1) Moyenne de 3 à 12 valeurs de v_v^a en dessiccation et 2 à 3 valeurs en réhumectation, avec son intervalle de confiance (risque de 1 %).
- (2) Des deux nombres placés à côté des symboles, le premier correspond au pF atteint en dessiccation, avant la réhumectation jusqu'à un pF correspondant au second nombre.

Tableau IX : Caractéristiques des mottes compactées à W_1 à l'issue des différentes histoires hydriques, à pF 1,5.

	:Compactage:					
	:à W_1	:pF 4,85	:pF 6	:pF 6,6	:pF 4,2	:pF 3
	:→pF 1,5	:→pF 1,5	:→pF 1,5	:→pF 1,5	:→pF 1,5	:→pF 1,5
v_v^{ac} (cm ³ /g)	: 0,218	: 0,210	: 0,208	: 0,207	: 0,204	: 0,201
v_v^m (cm ³ /g)	: 0,242	: 0,237	: 0,232	: 0,228	: 0,226	: 0,224
	: 0,243	: 0,243	: 0,233	: 0,228	: 0,226	: 0,230
degré de saturation	: 0,93	: 0,94	: 0,96	: 0,91	: 0,97	: 1
v_w/v_v^m	: 0,93	: 0,91	: 0,95	: 0,91	: 0,97	: 0,98
$v_v^m - v_w$: 0,67	: 0,45	: 0,42	: 0,95	: 0,27	: 0
$v_v^m - v_v^{ac}$: 0,68	: 0,64	: 0,44	: 0,95	: 0,27	: 0,14

b) à l'échelle de la motte

Pour toutes les histoires hydriques, le gonflement entre pF 3 et pF 1,5, est plus faible à l'échelle de la motte qu'à l'échelle des agrégats. En conséquence, le volume poral interagrégats a tendance à diminuer.

Par ailleurs, on peut remarquer que la part du volume poral interagrégats non remplie d'eau ($\frac{v_v^m - v_w}{v_v^m - v_v^{ac}}$) est au plus des deux tiers, à l'exception, là encore, de la motte préalablement desséchée à pF 6,6 (*Tableau IX*). Autrement dit, et à cette exception près, les pores interagrégats dont la taille équivalente est inférieure à 50 μm représentent, à pF 1,5, au moins le tiers du volume poral interagrégats des mottes compactées à W_1 .

c) En conclusion, d'après les mesures effectuées à pF 1,5, la plupart des histoires hydriques appliquées aux mottes compactées à W_1 ne se traduisent pas par des états physiques sensiblement différents. La dessiccation la plus intense (pF 6,6) a pour conséquence, lors de la réhumectation, une hydratation plus faible de ce type de motte, associée non pas à un moindre gonflement ou une moindre hydratation des agrégats, mais à l'absence de pores interagrégats de dimensions suffisamment petites pour être remplis d'eau à ce pF. Dans le cas de l'humectation à pF 1,5 directement après le compactage, pour laquelle on obtient une porosité d'agrégats plus élevée que pour les autres histoires hydriques, si l'hypothèse d'une différence de comportement au gonflement liée à la cinétique de l'humectation n'est pas écartée, le manque d'homogénéité des mottes compactées à W_1 pourrait être aussi en cause.

3.1.3 - Influence du compactage à W_1 et à W_2 sur le gonflement du matériau limoneux du Rheu (comparaison, au cours des réhumectations des deux types de mottes et du matériau non compacté).

a) Si l'on compare, au cours des réhumectations à pF 3 et à pF 1,5, les volumes massiques de vides d'agglomérats des deux types de mottes et des agrégats non compactés (fig. 20), il apparaît que, pour une même histoire hydrique, le volume poral intraagrégats de la motte compactée à W_2 est toujours significativement plus faible que celui de la motte compactée à W_1 et (lorsque la comparaison est possible) encore plus faible que celui du matériau non compacté (Annexes IV - 2. ④, ⑤, ⑪, ⑫).

A pF 3, les écarts entre les valeurs de volume massique de vides d'agglomérats des trois types d'échantillons sont du même ordre de grandeur que ceux obtenus au maximum de dessiccation de chacune des histoires hydriques considérées. Par contre, entre pF 3 et pF 1,5, ces écarts augmentent nettement. Les propriétés de gonflement du matériau à l'échelle des agrégats s'expriment donc différemment entre pF 3 et pF 1,5, selon le type d'échantillon considéré : Le gonflement des agrégats apparaît d'autant plus faible que leur assemblage est plus serré.

b) Par ailleurs, les deux types de mottes se différencient toujours par leur volume poral total (v_v^m), plus élevé dans la motte compactée à W_1 , et par leur volume poral interagrégats ($v_v^m - v_v^{ac}$) dont on a vu précédemment qu'il n'augmenterait que faiblement dans la motte compactée à W_2 , et pour deux histoires hydriques seulement (après les dessiccations à pF 6 et pF 4,85).

c) Enfin, la différence de l'ordre de 3 % entre les teneurs en eau des deux types de mottes réhumectées à pF 1,5 (cf. III § 2.4.2 a) apparaît liée à la fois au remplissage partiel du volume poral interagrégats de la motte compactée à W_1 et au moindre gonflement des agrégats de la motte compactée à W_2 (fig. 20).

3.1.4 - Conclusion de l'étude du gonflement par les mesures physiques

Le nombre des étapes hydriques au cours des (ré)humectations, limité à deux (pF 3 et pF 1,5), ne permet pas de suivre le gonflement des mottes compactées à W_1 ou à W_2 , et des agrégats non compactés, de manière aussi continue que le retrait.

● Pour chaque type d'échantillons compactés ou non, il apparaît néanmoins que les courbes de gonflement ne se superposent pas toujours à la courbe de retrait, et cela, aux deux niveaux d'organisation considérés du matériau (agrégats, et motte pour les échantillons compactés).

En particulier, lorsque le matériau est réhumecté après un séchage à l'étuve à 105° C, il commence à gonfler à partir d'une teneur en eau inférieure à celle pour laquelle son volume avait cessé de diminuer au cours de la dessiccation (c'est-à-dire la limite de retrait). Dans ce cas, la porosité de l'échantillon (porosité d'agrégats ou de motte) est

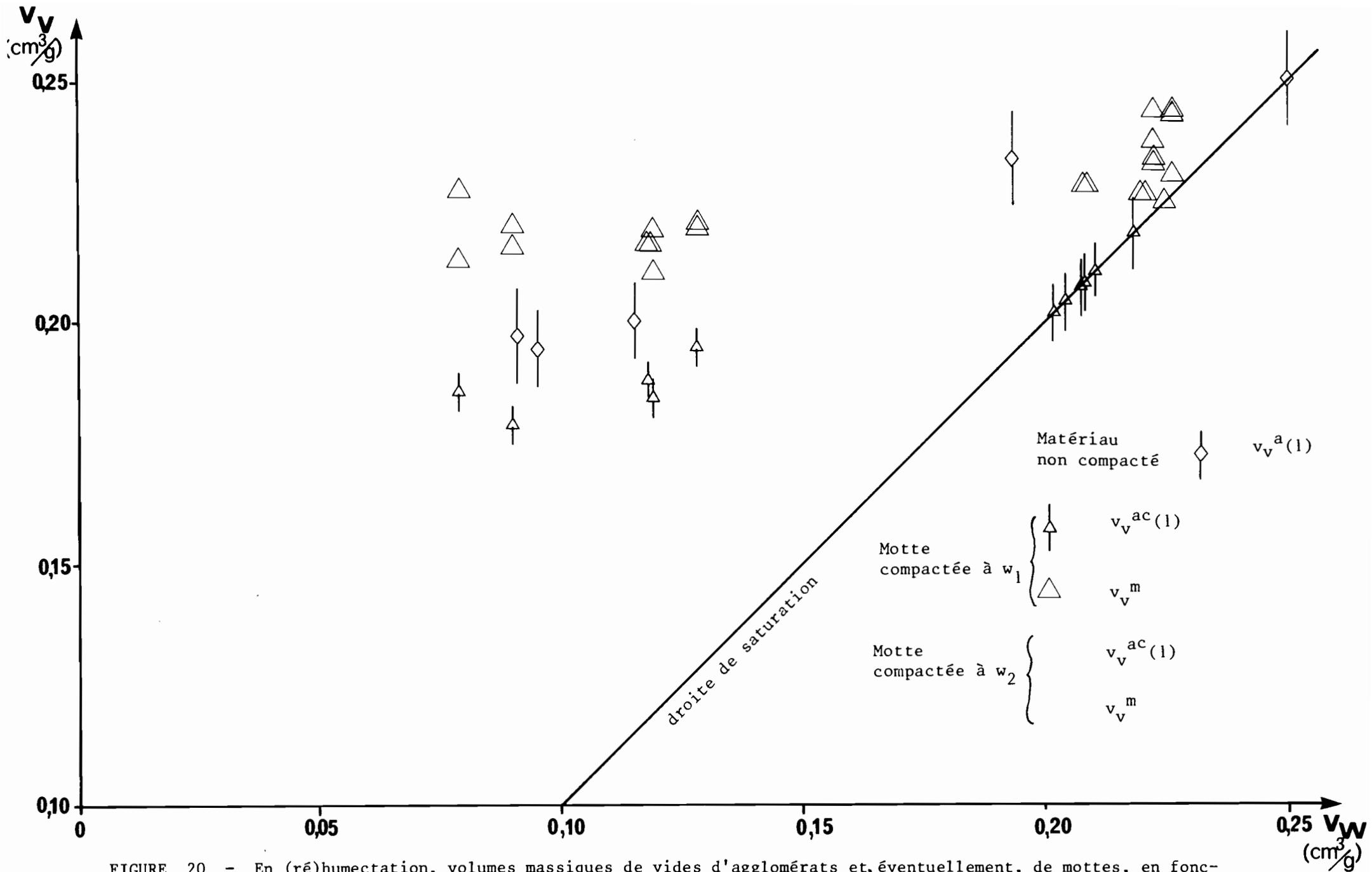


FIGURE 20 - En (ré)humectation, volumes massiques de vides d'agglomérats et, éventuellement, de mottes, en fonction du volume massique d'eau, pour le matériau non compacté et pour les mottes compactées à w_1 ou à w_2

(1) moyenne de 3 valeurs (en général) et son intervalle de confiance avec un risque de 1%

plus élevée , à teneur en eau égale, en réhumectation à pF 3 qu'en dessiccation. Lorsque la dessiccation a été moins intense, la porosité de l'échantillon réhumecté à pF 3 est soit semblable, soit plus faible qu'en dessiccation, toujours à teneur en eau égale.

● *Par ailleurs, les courbes de gonflement des trois types d'échantillons compactés ou non sont toujours nettement distinctes.* De plus, indépendamment de l'histoire hydrique, c'est-à-dire de l'état hydrique préalable à la (ré)humectation, les deux types de mottes et le matériau non compacté ne présentent pas le même gonflement, à l'échelle des agrégats, entre pF 3 et pF 1,5 : *les agrégats gonflent moins lorsque le matériau a été compacté, et d'autant moins que le compactage a été réalisé à une teneur en eau plus élevée.* A cause de cette différence de comportement au gonflement, *les deux types de mottes et le matériau non compacté (ré)humectés à pF 1,5, se différencient par leur porosité d'agrégats encore plus nettement qu'à l'issue de la dessiccation, ou qu'à la première étape des réhumectations (pF 3) :* les porosités d'agrégats à pF 1,5 - calculées pour les échantillons préalablement desséchés à pF 6 pour être plus strictement comparables, bien que les porosités d'agrégats des échantillons réhumectés à pF 1,5 ne soient pas significativement différentes selon l'intensité de la dessiccation préalable - sont de 33,1 % pour la motte compactée à W_2 , 35,7 % pour la motte compactée à W_1 et 40,1 % pour le matériau non compacté.

Le gonflement des mottes compactées à W_1 est plus faible que celui des agrégats qui les constituent, de sorte que la porosité interagrégats de ce type de motte diminue au cours des (ré)humectations. Malgré cette diminution, *la porosité interagrégats des mottes compactées à W_1 reste supérieure à celle des mottes compactées à W_2 , pour l'ensemble des histoires hydriques.* En effet, la porosité interagrégats n'augmenterait que faiblement dans les mottes compactées à W_2 , entre pF3 et pF 1,5, après les dessiccations à pF 6 et pF 4,85 seulement, le gonflement à l'échelle de la motte étant alors légèrement supérieur au gonflement à l'échelle des agrégats.

3.2 - Les observations microscopiques (1)

3.2.1 - à l'échelle de l'assemblage des agrégats

a) *La motte compactée à W_1 conserve, lorsqu'elle est réhumectée à pF 3 au cours des différentes histoires hydriques, une structure fragmentaire semblable à celle décrite après le compactage et au cours de la dessiccation. On n'observe pas à pF 3, comme d'ailleurs à pF 1,5, de différences notables de structure selon le niveau de dessiccation atteint avant la réhumectation.*

(1) On ne disposait pas de lames minces pour les deux types de mottes, réhumectées à pF 3 et à pF 1,5 après la dessiccation à pF 4,85, et réhumectés à pF 1,5 après la dessiccation à pF 4,2.

A pF 1,5, cependant, les agrégats apparaissent beaucoup plus individualisés. Les surfaces de contact entre les agrégats ont en effet diminué sensiblement avec l'apparition de discontinuités entre les agrégats dans le prolongement des vides d'entassement des agrégats de forme polyconcave (Photos 9 et 10). Ces discontinuités, étant donné leur largeur (de 30 à 60 μm), doivent être remplies d'eau à pF 1,5. Les réhumectations à pF 1,5 ne se sont donc pas seulement traduites par le remplissage des pores dont la taille équivalente est de l'ordre de 50 μm , mais par le développement de tels pores au niveau des zones de contact entre les agrégats, et parfois, au sein même de ces agrégats. Les observations microscopiques rejoignent les mesures physiques sur ce point, sauf dans le cas où la dessiccation préalable a atteint pF 6,6. En effet, d'après les mesures physiques, et mise à part cette histoire hydrique particulière, une part importante de la porosité interagrégats (au moins le tiers) est saturée d'eau à pF 1,5 ; or, des discontinuités susceptibles d'être remplies d'eau à pF 1,5 sont observées dans les mottes après l'ensemble des histoires hydriques, peut-être moins développées et moins nombreuses dans la motte qui a subi la dessiccation à pF 6,6, mais il faudrait disposer d'un plus grand nombre de lames minces pour s'en assurer.

b) La structure de la motte compactée à W_2 ne change pas de manière notable au cours de la première phase des réhumectations (jusqu'à pF 3) à partir des différents états de dessiccation : la structure reste massive, à tendance lamellaire, comme après le compactage et pendant la dessiccation.

En revanche, à pF 1,5, c'est-à-dire au terme des différentes histoires hydriques, la structure de la motte compactée à W_2 a légèrement évolué :

- Au cours de l'humectation après le compactage ou après une faible dessiccation (pF 3), la fissuration à orientation normale à la contrainte mécanique a tendance à se développer (les fissures sont plus longues, en particulier) et, en conséquence, la structure lamellaire de ce type de motte s'affirme.

- Lorsque la dessiccation préalable a été plus intense (pF 6 ou pF 6,6), il se produit une certaine fragmentation de la motte compactée à W_2 , qui présente de ce fait, à pF 1,5, une structure moins massive (à tendance polyédrique fine) qu'après le compactage et la dessiccation (Photo 11). Cette fragmentation est liée au développement de pores à morphologie de fissures à partir des quelques petits pores interagrégats qui subsistent dans ce type de motte. Ces discontinuités ou fissures (de quelques dizaines de μm de large, donc vraisemblablement remplies d'eau à pF 1,5), à orientation quelconque, traversent ou réindividualisent certains agrégats initiaux.

La motte qui a subi la dessiccation à pF 6,6 apparaît plus fragmentée que celle qui a été seulement desséchée jusqu'à pF 6, et la taille des éléments structuraux créés lors de la fragmentation est également plus petite et inférieure à la taille des agglomérats (2 à 3 mm). Cette observation, qui doit être considérée avec réserve à cause du petit nombre de lames minces disponibles et de la variabilité de celles-ci ne serait cependant pas en contradiction avec les mesures physiques selon lesquelles les valeurs de volume poral de motte et d'agglomérats sont semblables pour l'échantillon préalablement desséché à pF 6,6, contrairement à celui desséché à pF 6.

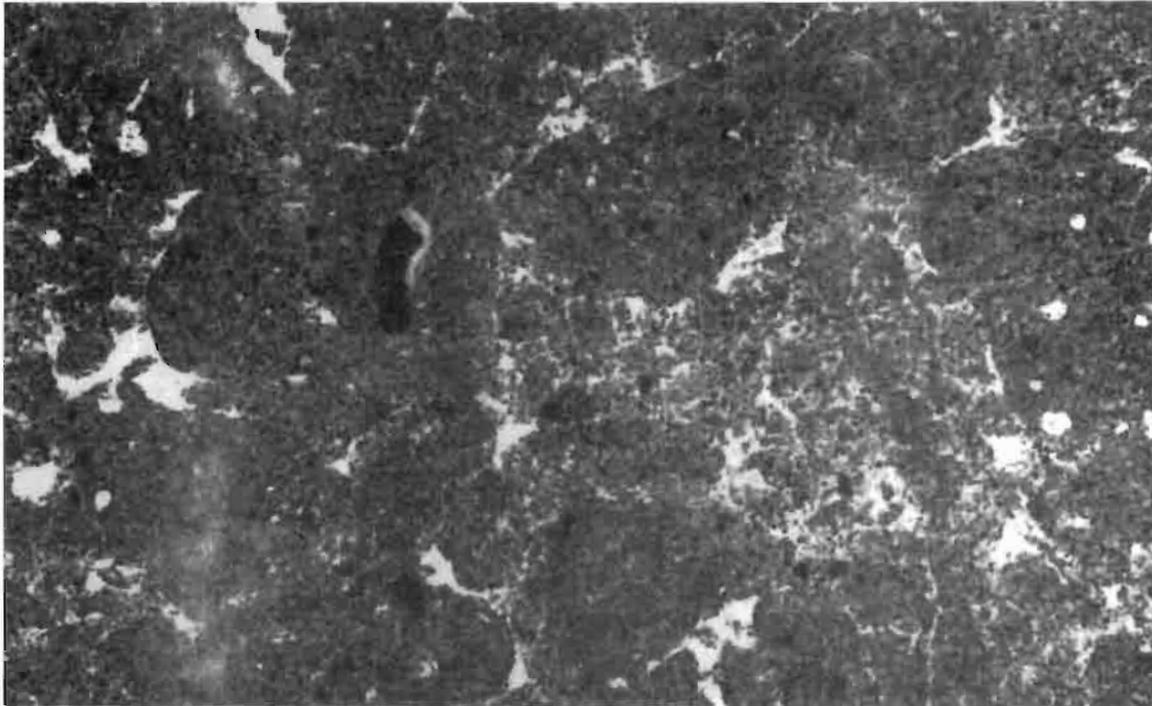


Photo 9 :

Motte compactée à W_1 , séchée à 105°C , réhumectée à $pF_{1,5}$ (lame "verticale")

0 ————— 5 mm

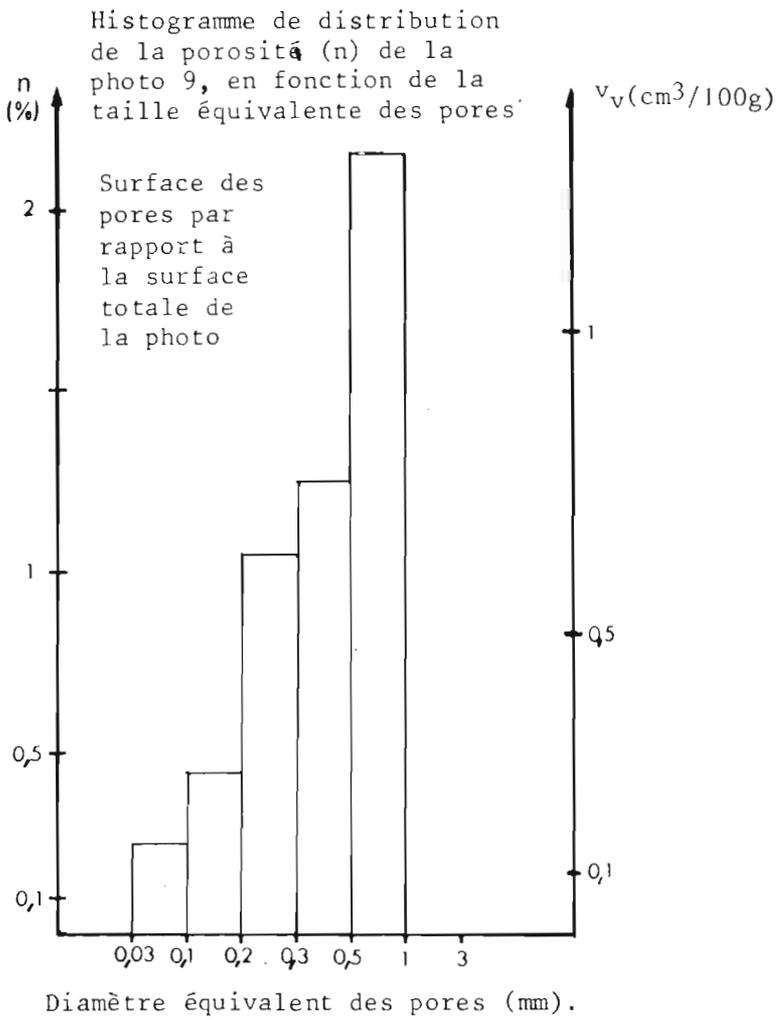


Photo 10 :

Motte compactée à W_1 , séchée jusqu'à pF_6 , réhumectée jusqu'à $pF_{1,5}$; discontinuités entre les agrégats de $50\ \mu\text{m}$ de large

0 ————— 2 mm

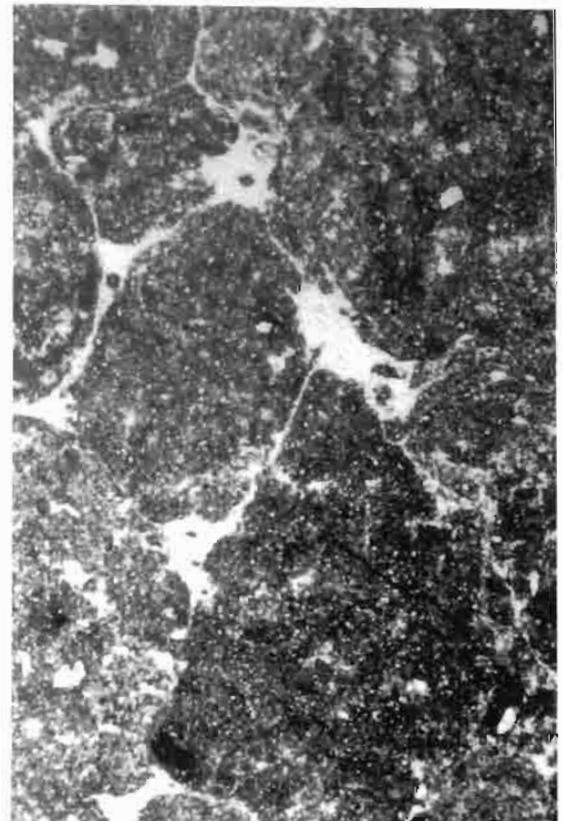


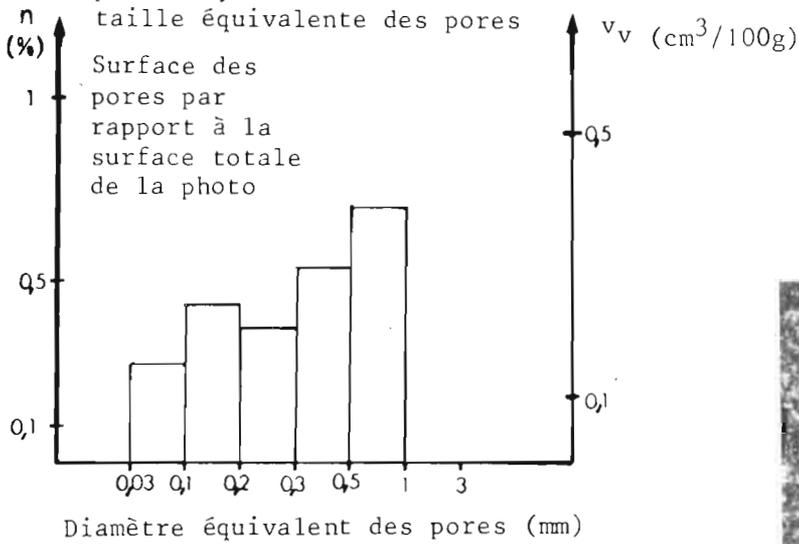


Photo 11:

Motte compactée à W_2 , séchée à 105°C , réhumectée à pF1,5 (lame "verticale")

Histogramme de distribution de la porosité (n) de la photo 11, en fonction de la taille équivalente des pores

0 5mm



0 1 2mm

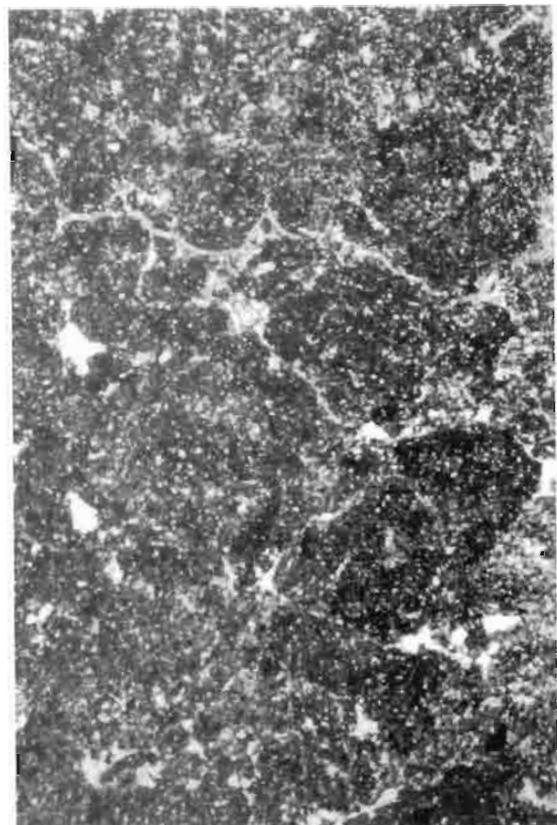


Photo 12 :

Motte compactée à W_2 , séchée jusqu'à pF6, réhumectée à pF1,5 ; on note l'apparition de discontinuités de $50 \mu\text{m}$ de large environ, séparant ou traversant les agrégats.

3.2.2 - à l'échelle de l'assemblage des constituants visibles au microscope optique

On n'observe pas à pF 3, dans l'un et l'autre types de mottes préalablement desséchés à pF 6,6, de modifications internes aux agrégats concernant l'assemblage des constituants, pas plus qu'une fissuration, qui auraient pu être associées à l'augmentation de la porosité d'agrégats par rapport à la valeur obtenue, à teneur en eau égale, au cours de la dessiccation.

D'une manière plus générale, on ne perçoit pas d'évolution de l'assemblage des constituants, au cours des (ré)humectations, en fonction de la teneur en eau ou selon le type de motte. L'assemblage plasmique est toujours squelsépique. Le plasma, lorsqu'il est abondant, est fissuré, peut-être plus fréquemment à pF 1,5 que pour les autres états d'humidité. Ces fissures n'ont parfois que quelques μm de large, si bien que leur observation sur les lames minces est aléatoire, compte tenu de l'épaisseur des lames (25 à 30 μm).

3.2.3 - En conclusion, bien que la motte compactée à W_2 acquière une structure moins massive qu'après le compactage, lorsqu'elle est réhumectée à pF 1,5, plus particulièrement après avoir subi de fortes dessiccations, les structures des deux types de mottes restent nettement distinctes, à l'échelle de l'assemblage des agrégats uniquement : Tout au long des histoires hydriques, les agrégats sont, en effet, assemblés de manière moins serrée dans la motte compactée à W_1 et ils ménagent entre eux des vides d'entassement de plus grandes dimensions. Les observations microscopiques à une échelle plus fine ne permettent cependant pas de différencier les deux types de mottes.

4 - CONCLUSION

Les tassements du matériau limoneux du Rheu, réalisés en laboratoire à deux humidités particulières (W_1 et W_2 supérieure à W_1) ont été analysés par leurs conséquences, d'une part sur les propriétés de rétention en eau du matériau (Chapitre III) et, d'autre part (ce chapitre) sur l'évolution de son état physique au cours d'histoires hydriques (alternances de dessiccation-humectation distinctes entre elles par l'intensité de la dessiccation préalable à l'humectation).

Le matériau était initialement constitué d'un assemblage d'agrégats, et on a pu mettre en évidence que les compactages à W_1 , comme à W_2 , ne se sont pas traduits par une diminution de la porosité des agrégats (Chapitre II). Les échantillons (mottes) compactés à W_1 ou à W_2 et le matériau non compacté ne se distinguent entre eux, d'après les mesures effectuées, que par leur porosité interagrégats : faible dans la motte compactée à W_1 , négligeable dans la motte compactée à W_2 . D'après les observations microscopiques, la motte compactée à W_1 présente une structure massive à tendance lamellaire, les agrégats initiaux n'y étant pratiquement plus individualisés, contrairement à la motte compactée à W_1 dont la structure est encore frag-

mentaire. Notons que ces deux types de structure ont été observés sur le terrain et qu'ils n'ont pas les mêmes effets sur les cultures ni le même comportement sous l'action des outils de travail du sol ou des facteurs climatiques (PLET et TANGUY, 1975).

● Sous l'influence des alternances de dessiccation-humectation, les deux types de mottes et le matériau non compacté vont présenter, d'après les mesures effectuées, des états physiques plus différenciés qu'à l'issue du compactage :

En effet, au cours de la dessiccation, le retrait des agrégats (et donc la diminution de porosité des agrégats) est plus important dans les échantillons compactés, et d'autant plus que le compactage a été réalisé à une teneur en eau plus élevée. Inversement, au cours des humectations, et quelle que soit l'intensité de la dessiccation préalable, ce sont les agrégats non compactés qui gonflent plus et ceux de la motte compactée à W_2 qui gonflent le moins. Il en résulte que les agrégats de la motte compactée à W_2 sont, tout au long des diverses histoires hydriques, moins poreux que ceux de la motte compactée à W_1 , et encore moins poreux que les agrégats non compactés. De ce fait, les effets des compactages à W_1 , comme à W_2 sont aggravés par les variations hydriques, et d'autant plus que la porosité interagrégats de la motte compactée à W_2 n'augmente que faiblement, lorsqu'elle est réhumectée après une forte dessiccation. Les observations microscopiques mettent en évidence, dans ce cas, le développement de pores à morphologie de fissures qui réindividualisent partiellement les agrégats initiaux ou les fragmentent. Par ce début de fragmentation (ou de "restructuration"), la motte compactée à W_2 présente une structure moins massive qu'à l'issue du compactage et de la dessiccation, mais reste nettement distincte de la motte compactée à W_1 , dont les agrégats se réindividualisent parfois totalement au cours des réhumectations, par le développement au niveau des zones de contact entre les agrégats de discontinuités remplies d'eau aux faibles succions.

● La moindre rétention en eau, aux faibles succions (pF 1,5) de la motte compactée à W_2 par rapport à la motte compactée à W_1 (et encore plus par rapport au matériau non compacté) s'explique par le gonflement plus faible des agrégats de la motte compactée à W_2 et, les agrégats étant saturés en eau, par le remplissage des pores interagrégats (éventuellement apparus au cours des humectations), surtout dans la motte compactée à W_1 .

● Si les différences de comportement au retrait et au gonflement, entre les agrégats qui constituent les deux types de mottes et le matériau non compacté, peuvent être reliées au compactage et aux conditions d'humidité dans lesquelles il a été réalisé, les modifications structurales provoquées par les compactages à W_1 et à W_2 , ne sont pas forcément totalement caractérisées, et, l'influence de ces modifications structurales sur le retrait ou sur le gonflement restent non précisées. Est-ce le mode d'assemblage des agrégats qui détermine, à lui seul, les différences de retrait et de gonflement du matériau, à l'échelle des agrégats et à l'échelle des mottes ? Ou

bien, les compactages à W_1 et à W_2 ont-ils provoqué *d'autres modifications structurales internes aux agrégats*, que les mesures de porosité d'agrégats ou les observations microscopiques n'ont pas mises en évidence ? *Les analyses de rétention en eau suggèrent d'ailleurs de telles modifications*, car on observe à pF 3 (en dessiccation, comme pour les réhumectations) des écarts de teneur en eau entre les divers échantillons compactés ou non (la motte compactée à W_2 étant cette fois plus humide que la motte compactée à W_1), alors que la taille équivalente maximale des pores remplis d'eau à ce pF est de l'ordre de $1,5 \mu\text{m}$ (selon la loi de Jurin) seulement.

Le chapitre suivant aura donc pour objectif *d'essayer de caractériser l'évolution de la structure du matériau limoneux, sous l'influence de la contrainte mécanique et des variations hydriques, à des niveaux d'organisation des constituants plus fins que jusqu'à présent.*

TROISIEME PARTIE :

**Etude de l'évolution de la structure
du matériau , soumis à des contraintes
mécanique et hydriques , à l'échelle de
l'assemblage des constituants élémentaires**

CHAPITRE V

INFLUENCE DU COMPACTAGE

ET DES VARIATIONS HYDRIQUES

SUR LA STRUCTURE DU MATERIAU

Porosimétrie à mercure ,

observations en microscopie électronique à balayage

Pour caractériser de manière quantitative la structure des matériaux pédologiques aux niveaux les plus fins d'organisation des constituants, on a recours à des méthodes d'étude indirecte de cette structure, puisqu'elles sont relatives, en fait, aux caractéristiques dimensionnelles de l'espace poral ménagé par l'assemblage des constituants élémentaires.

La porosimétrie par injection de mercure permet ainsi de déterminer la distribution de la porosité d'un matériau, en fonction de la taille des pores, sur une gamme de tailles comprises entre 100 μm et quelques nm. Pour les pores encore plus petits, on a recours à la porosimétrie à l'azote. Ces méthodes ne peuvent être utilisées que sur des échantillons secs ; leur emploi a donc été limité tant que l'on ne disposait pas de techniques permettant de déshydrater des échantillons sans modifier leur structure (LAWRENCE, 1977 ; QUIRK, 1978 ; NEWMAN et THOMASSON, 1979).

L'espace poral intraagrégats constituant l'essentiel de l'espace poral des échantillons compactés à W_1 , et surtout à W_2 , il nous a paru important d'essayer de le caractériser, à l'aide de la porosimétrie à mercure, de manière moins globale que par la seule mesure de porosité d'agrégats.

On a donc comparé les distributions de la porosité en fonction de la taille des pores des échantillons compactés aux deux humidités différentes,

et soumis à quelques-unes des contraintes hydriques.

Si certaines différences de distribution de la porosité, entre les divers échantillons, ont pu être parfois reliées à des changements de comportement physique du matériau, consécutifs à l'application des contraintes mécaniques et hydriques, la nature des pores affectés par ces contraintes demeure très hypothétique.

Aussi quelques observations en microscopie à balayage ont-elles été effectuées, qui permettent de décrire de manière essentiellement qualitative l'organisation des différents constituants et la morphologie des pores visibles à cette échelle, dans le matériau, à différents états hydriques.

On présentera également dans ce chapitre quelques résultats relatifs au comportement physique (rétention de l'eau, retrait et gonflement) de la fraction argileuse extraite du matériau du Rheu.

1 - INFLUENCE DES CONTRAINTES MECANIQUES ET HYDRIQUES SUR LA DISTRIBUTION DU VOLUME PORAL EN FONCTION DE LA TAILLE DES PORES DU MATERIAU LIMONEUX

1.1 - La porosimétrie à mercure

1.1.1 - Principe

La porosimétrie à mercure consiste à mesurer le volume de mercure introduit, lorsque des pressions croissantes lui sont appliquées, dans un échantillon préalablement déshydraté et dégazé. A cause de son caractère *non mouillant*, le mercure ne peut en effet pénétrer dans un échantillon poreux que lorsqu'il est soumis à une pression d'autant plus élevée que les pores sont plus petits. Chaque pression d'injection du mercure (P) peut être reliée, par la loi de Jurin, à une taille équivalente de pore (r_{eq}), si on assimile l'espace poral à un ensemble de capillaires cylindriques ou à bords parallèles :

$$P = \frac{2 \nu |\cos \theta|}{r_{eq}}$$

où ν est la tension superficielle du mercure dans le vide, θ est l'angle de contact du mercure sur les constituants solides, et r_{eq} est le rayon des capillaires cylindriques ou la distance entre deux plans parallèles.

θ , en particulier, varie en fonction de la nature et de l'état de surface des constituants, sans que cela change considérablement la valeur calculée de r_{eq} . Dans ce travail qui consiste à comparer divers échantillons d'un même matériau, il n'était pas utile de déterminer avec une grande précision les valeurs de ν et de θ , qui ont été prises égales à $0,480 \text{ Nm}^{-1}$ et 141° respectivement (LAWRENCE, 1977). En conséquence :

$$P = \frac{7\,500}{r_{eq}} \quad \text{avec } \begin{array}{l} r_{eq} \text{ en nm} \\ P \text{ en bars} \end{array}$$

LAWRENCE (1978) a montré, sur des échantillons de différentes textures, que l'injection de mercure ne provoque pas de modifications de leur structure.

1.1.2 - Mode opératoire

L'échantillon déshydraté, de quelques cm^3 (fragments de mottes ou agrégats) est placé dans la cellule du porosimètre (ampoule sur laquelle s'adapte un capillaire calibré) pour y être dégazé sous un vide de $5 \cdot 10^{-2}$ torr. Puis la cellule est remplie de mercure, toujours sous vide.

Dans une première phase, le vide est cassé progressivement : la pression du mercure au niveau de l'échantillon varie de 0,07 ou 0,1 bar, selon la hauteur de mercure dans le capillaire, jusqu'à 1,07 ou 1,1 bar. Le volume de mercure pénétré dans l'échantillon est alors mesuré en suivant visuellement, à l'aide d'un cathétomètre, la baisse de niveau du ménisque de mercure dans le capillaire.

Dans une seconde phase, la cellule est placée dans le porosimètre, où l'injection de mercure en fonction de la pression est alors suivie automatiquement. Davantage de précisions sur le fonctionnement du porosimètre à mercure sont données par DELAGE (1979) et PELLERIN (1980).

Les mesures ont été effectuées au laboratoire de Science du Sol du C. N. R. A. de Versailles, avec un appareil CARLO-ERBA 65 A qui permet d'atteindre une pression maximale de 1 000 bars.

1.1.3 - Mode de représentation des résultats

Les tailles des pores pénétrés par le mercure entre 0,07 et 1 000 bars sont comprises entre $100 \mu\text{m}$ environ et $7,5 \text{ nm}$. Le volume de mercure injecté, rapporté à la masse sèche de l'échantillon (grandeur de référence identique pour tous les échantillons) est un volume massique de vides ou volume poral. Pour l'ensemble des échantillons analysés, on a utilisé deux modes de représentation graphique :

- la courbe du volume poral cumulé en fonction de $\log r_{eq}$ (des petits vers les grands pores),
- la distribution de ce volume poral entre différentes classes de tailles de pores, définies chacune par un accroissement constant de $\log r_{eq}$ égal à 0,25.

1.1.4 - Avantages et limites de la porosimétrie à mercure

a) La porosimétrie à mercure est basée sur les phénomènes capillaires, comme la méthode qui consiste à déduire la distribution du volume poral d'un matériau en fonction de la taille des pores, à partir de la variation

de la teneur en eau en fonction du pF (1) (cf. III § 2.3.1.). Mais, dans un matériau contenant de l'argile, la variation de la teneur en eau s'accompagne d'une évolution de la morphologie de l'espace poral (cf. III § 2.3.2.b). Il en résulte que la seule caractéristique qui puisse être déterminée à chacun des pF où les mesures de teneur en eau sont effectuées, est le volume des pores (remplis d'eau) dont la taille est inférieure ou égale à r_{eq} fonction du pF.

Avec la porosimétrie à mercure, *l'échantillon doit être déshydraté*. Si cette déshydratation est effectuée *selon un procédé qui permette de conserver la structure initiale des échantillons*, il est alors possible de *déterminer complètement et à des états hydriques bien définis*, la distribution du volume poral d'un échantillon, en fonction de la taille équivalente des pores (2).

La déshydratation reste cependant une opération délicate. Dans ce travail, les échantillons humides ont été lyophilisés (cf. II § 1.2.1.). Or, LAWRENCE et al (1979) et MURRAY et QUIRK (1980 a et b) ont montré, sur des matériaux très argileux que ce procédé de déshydratation peut provoquer des modifications structurales à des niveaux d'organisation très fins, bien que le retrait global des échantillons soit très faible. D'après ces auteurs, même avec un échantillon peu épais et une congélation très rapide, on ne pourrait empêcher une migration de l'eau des pores les plus fins (de quelques nm ou dizaines de nm) vers des pores plus grossiers où elle se solidifie. La lyophilisation, contrairement à la méthode du point critique (3), modifierait la distribution de la taille des pores des échantillons humides, par le développement de pores de l'ordre du μm et l'effondrement des pores plus fins.

Cependant, TESSIER et BERRIER (1978) et TESSIER et QUIRK (1979) ont observé en microscopies électroniques à balayage et à transmission des échantillons d'argile pure (illite ou montmorillonite) à différents pF. Or, d'après ces observations, ces deux procédés de déshydratation aboutissent à des structures semblables (en particulier, par la présence aux faibles pF de pores dont la largeur est de l'ordre du μm), du moins lorsque la lyophilisation est réalisée dans des conditions satisfaisantes (cf. II § 1.2.1.).

Ce point qui demeure donc très controversé, sera discuté à partir des résultats obtenus.

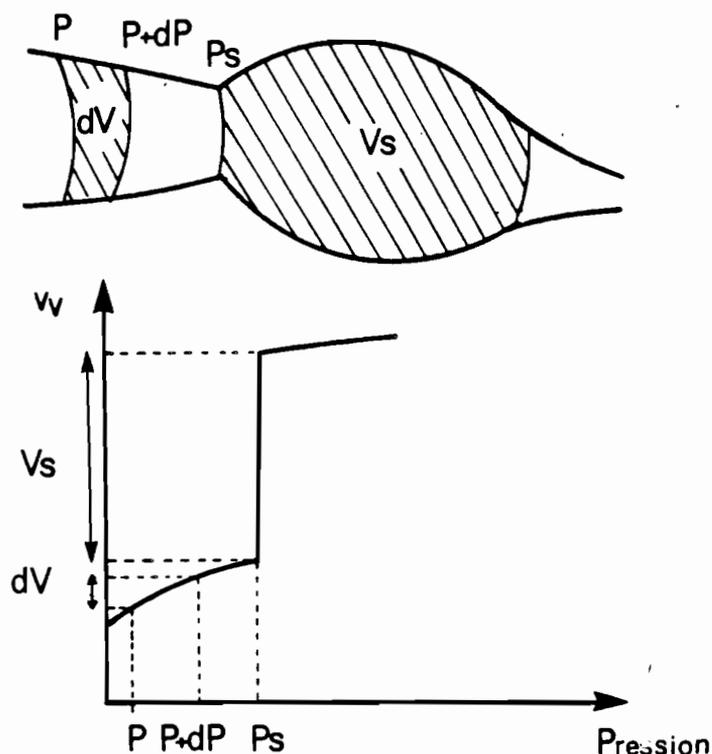
Puisque les lames minces ont été réalisées, dans ce travail, à partir d'échantillons lyophilisés, notons que de tels artefacts, s'ils exis-

- (1) Il faut toutefois remarquer que *l'injection du mercure équivaut à une désorption d'eau* car c'est le vide résiduel qui joue le rôle de fluide mouillant.
- (2) Par la suite, on écrira plus brièvement "distribution de la taille des pores".
- (3) Procédé de déshydratation par évaporation à la température et la pression du point critique (la tension superficielle de l'eau étant alors nulle). Ces dernières étant trop élevées pour l'eau ($T_c = 374^\circ \text{C}$ et $P_c = 221$ bars) et pouvant causer des modifications des constituants, l'eau est d'abord remplacée par un liquide approprié, par exemple du CO_2 ($T_c = 31^\circ \text{C}$, $P_c = 74$ bars).

tent, peuvent ne pas être décelés en microscopie optique, du moins si les observations, et éventuellement les mesures, portent uniquement sur les pores de taille supérieure à 30 μm (LAWRENCE, 1977). Il faudrait vérifier, en particulier, que la lyophilisation n'a pas d'incidence sur les assemblages plasmiqes.

b) Une autre incertitude quant à la validité des courbes de distribution de la taille des pores obtenues en porosimétrie à mercure est liée à l'emploi de la loi de Jurin qui ne s'applique rigoureusement qu'à un système de pores de forme simple et régulière. Or, lorsque certains pores sont reliés entre eux par des étranglements, le mercure ne peut accéder à ces pores qu'à partir d'une pression qui dépend de la taille des étranglements, comme l'illustre la figure 21. De ce fait, on risque de sous-estimer la taille des pores pénétrés par le mercure à une pression donnée. C'est le phénomène "bouteille d'encre" déjà évoqué à propos de la relation entre le pF et la teneur en eau (cf. III § 2.3.2.a). La porosimétrie à mercure donne donc plutôt une distribution du volume poral en fonction de la taille équivalente des seuils de pores (DELAGE, 1979 ; VACHIER et al, 1979).

FIGURE 21 : Schéma illustrant la progression du mercure dans un pore de forme quelconque (d'après VACHIER, CAMBIER et PROST, 1979).



1.2 - Les échantillons analysés et la nature des pores pris en compte, avec la porosimétrie à mercure

a) Les échantillons suivants ont pu être caractérisés par la porosimétrie à mercure :

- + Avant compactage : Agrégats à W_1 et à W_2
- + Après compactage : Motte compactée à W_1 et motte compactée à W_2
- + En dessiccation : - Motte compactée à W_1 et séchée jusqu'à pF 6
 - Les deux types de mottes séchées à l'étuve à 105° C (pF 6,6).
- + En réhumectation : - Les deux types de mottes réhumectées à pF 3, après une dessiccation jusqu'à pF 6
 - Les deux types de mottes réhumectées à pF 1,5, après une dessiccation jusqu'à pF 6
 - Les deux types de mottes réhumectées à pF 1,5, après une dessiccation jusqu'à pF 6,6

On ne dispose donc pas de courbes d'injection de mercure, en particulier pour les mottes faiblement desséchées (jusqu'à pF 4,2 par exemple) ou réhumectées après une faible dessiccation. Les résultats sont rassemblés en Annexe V - 1.1. et 2.

Mis à part les échantillons séchés à l'étuve à 105° C, la déshydratation a été effectuée dans tous les cas par lyophilisation (congélation dans du fréon, refroidi par l'azote liquide).

Une seule caractérisation a pu être réalisée par échantillon, sauf pour les agrégats non compactés, à W_1 et à W_2 (2 répétitions). Les deux courbes obtenues, par exemple, avec les agrégats à W_1 (fig. 22) donnent une idée de la reproductibilité des résultats, comparable à celle mise en évidence par LAWRENCE et al (1979) sur des échantillons plus argileux.

b) Par ailleurs, la gamme de variation des tailles équivalentes de pores (r_{eq}) pour laquelle on peut mesurer le volume de mercure injecté, étant comprise entre 7,5 nm et, au maximum, 100 μ m, l'essentiel du volume poral intraagrégats et une partie du volume poral interagrégats (dans la mesure où celui-ci n'est pas nul) sont pris en compte.

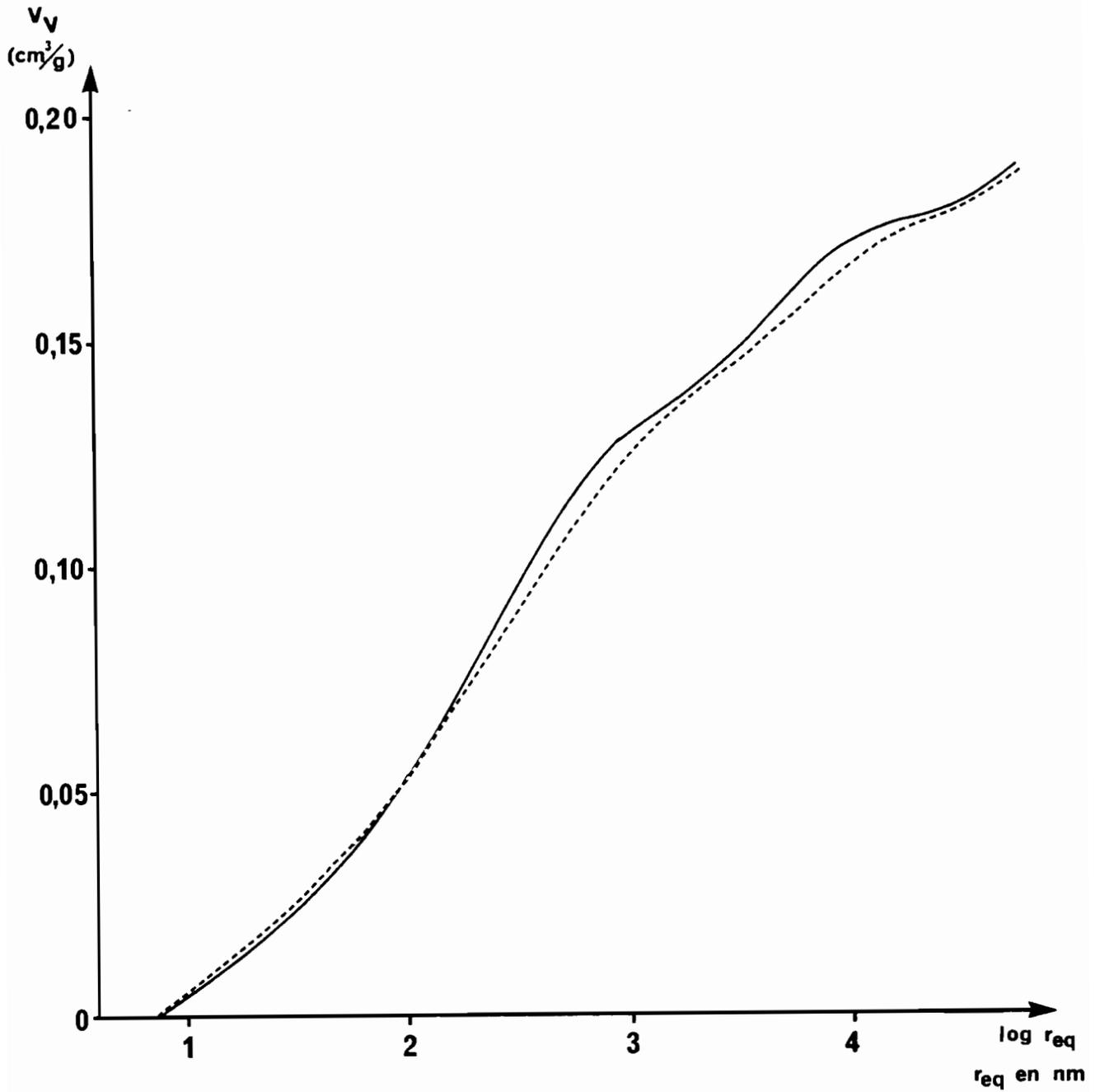


FIGURE 22 : Courbes de volume poral cumulé en fonction du logarithme du rayon équivalent des pores, obtenues sur deux échantillons d'agrégats (non compactés) à W_1 .

En effet, dans la motte compactée à W_2 , lorsque le volume poral interagrégats y est négligeable, le volume total de mercure injecté, noté v_v^t , est inférieur au volume massique de vides d'agglomérats, v_v^{ac} (tableau X). La différence entre v_v^{ac} et v_v^t correspond au volume de pores intraagrégats de r_{eq} inférieur à 7,5 nm, auquel le mercure n'a pu accéder (de l'ordre de 0,01 cm³/g).

Dans la motte compactée à W_1 , v_v^t est toujours inférieur au volume massique de motte, v_v^m , et légèrement supérieur ou inférieur à v_v^{ac} (tableau X). Puisqu'il subsiste vraisemblablement dans la motte compactée à W_1 , comme dans la motte compactée à W_2 , des pores de r_{eq} inférieur à 7,5 nm, c'est donc qu'une partie du volume poral interagrégats est incluse dans v_v^t . Il s'agit des plus petits pores interagrégats ($r_{eq} < 100 \mu\text{m}$) ou des extrémités de ces pores (pores "en coin" au niveau des zones de contact entre les agrégats). Notons, d'ailleurs, que les gammes de variation de r_{eq} des pores interagrégats et intraagrégats, se recouvrent partiellement, à cause de ces pores "en coin". De tels pores sont vraisemblablement aussi pris en compte avec les agrégats non compactés, bien que les dimensions des pores interagrégats soient de l'ordre du mm.

Tableau X : Comparaison pour quelques échantillons de valeurs de v_v^m , v_v^{ac} et v_v^t

	v_v^m (cm ³ /g)	v_v^{ac} (cm ³ /g)	v_v^t (cm ³ /g)
Motte compactée à W_2	0,194	0,195	0,186
Motte compactée à W_2 , séchée à pF 6,6	0,166	0,164	0,151
Motte compactée à W_1	0,209	0,200	0,195
Motte compactée à W_1 , séchée à pF 6,6	0,204	0,173	0,179

1.3 - Influence du compactage sur la distribution de la taille des pores du matériau

1.3.1 - Résultats

a) La perte de 5 % de teneur en eau des agrégats non compactés, entre $W_2 = 17,3 \%$ et $W_1 = 12,4 \%$ entraîne (fig. 23) :

- d'une part, une diminution du volume des pores de r_{eq} compris entre 0,18 et 1,8 μm .
- d'autre part, une augmentation du volume des pores plus grands

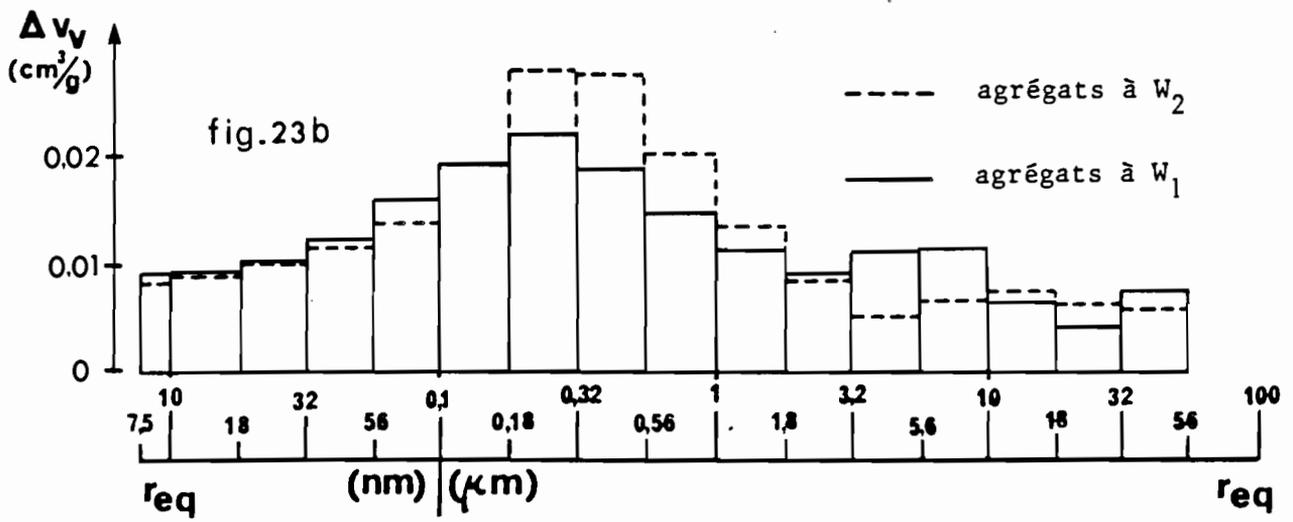
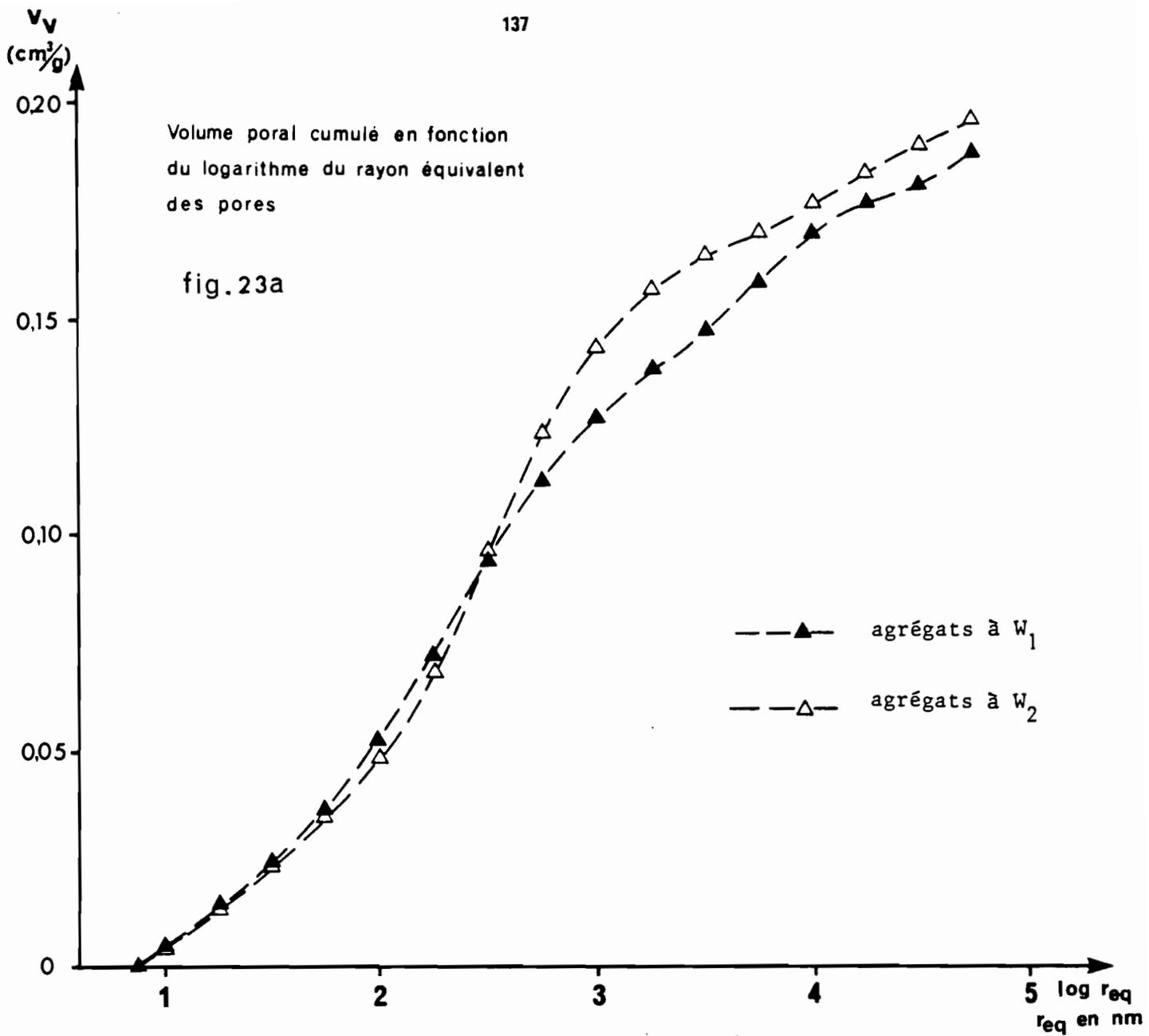


FIGURE 23 : Comparaison des distributions de la taille des pores des agrégats (non compactés) à W_1 et à W_2 .

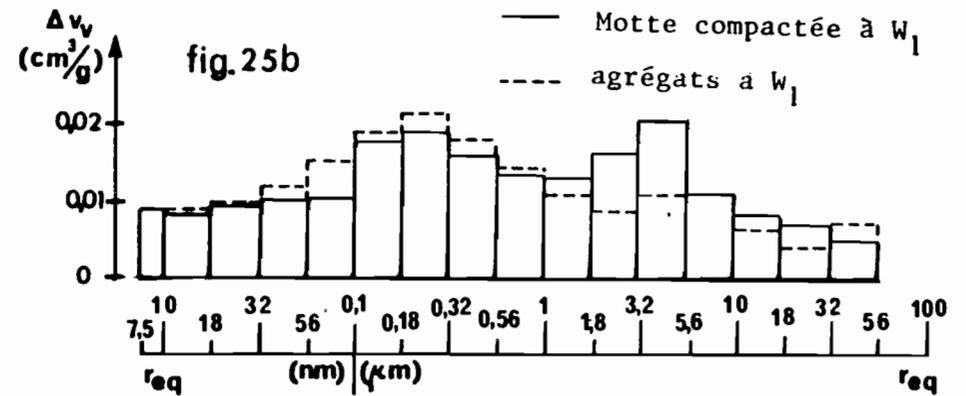
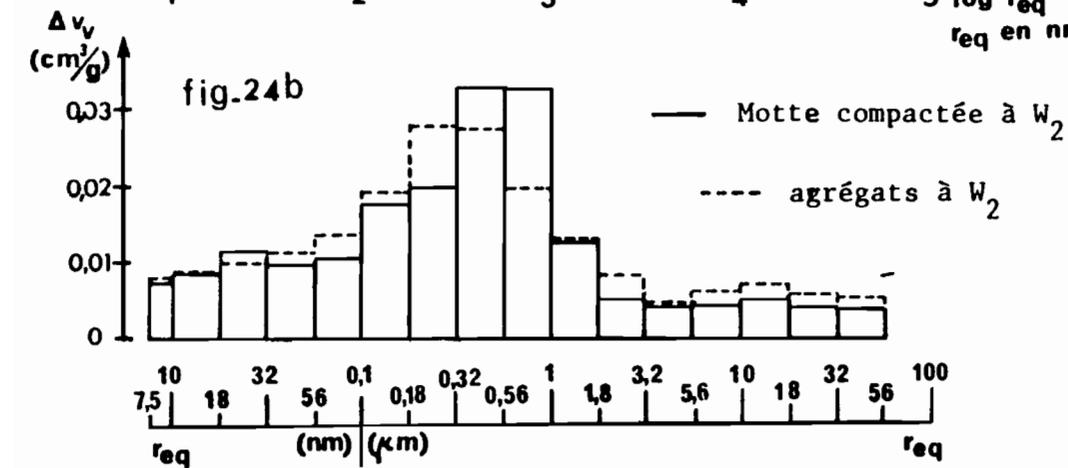
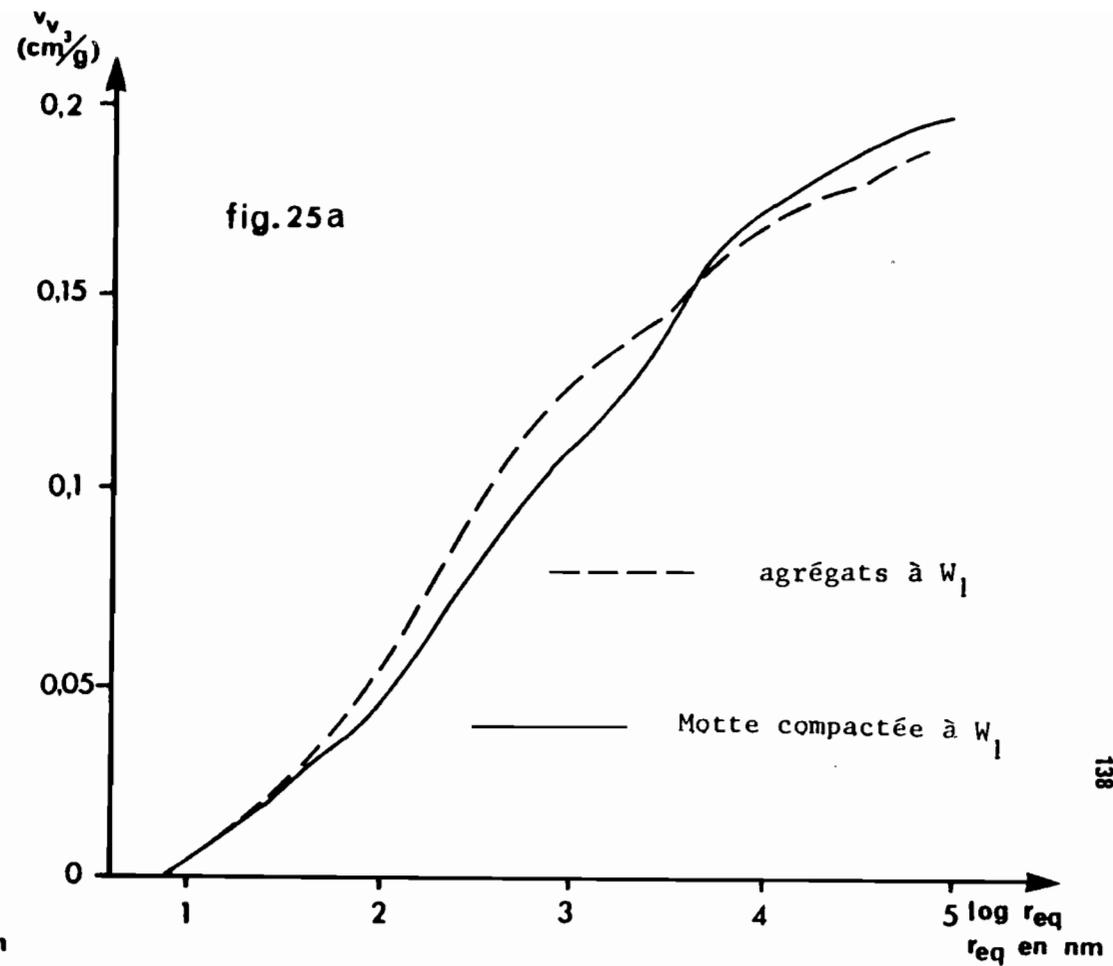
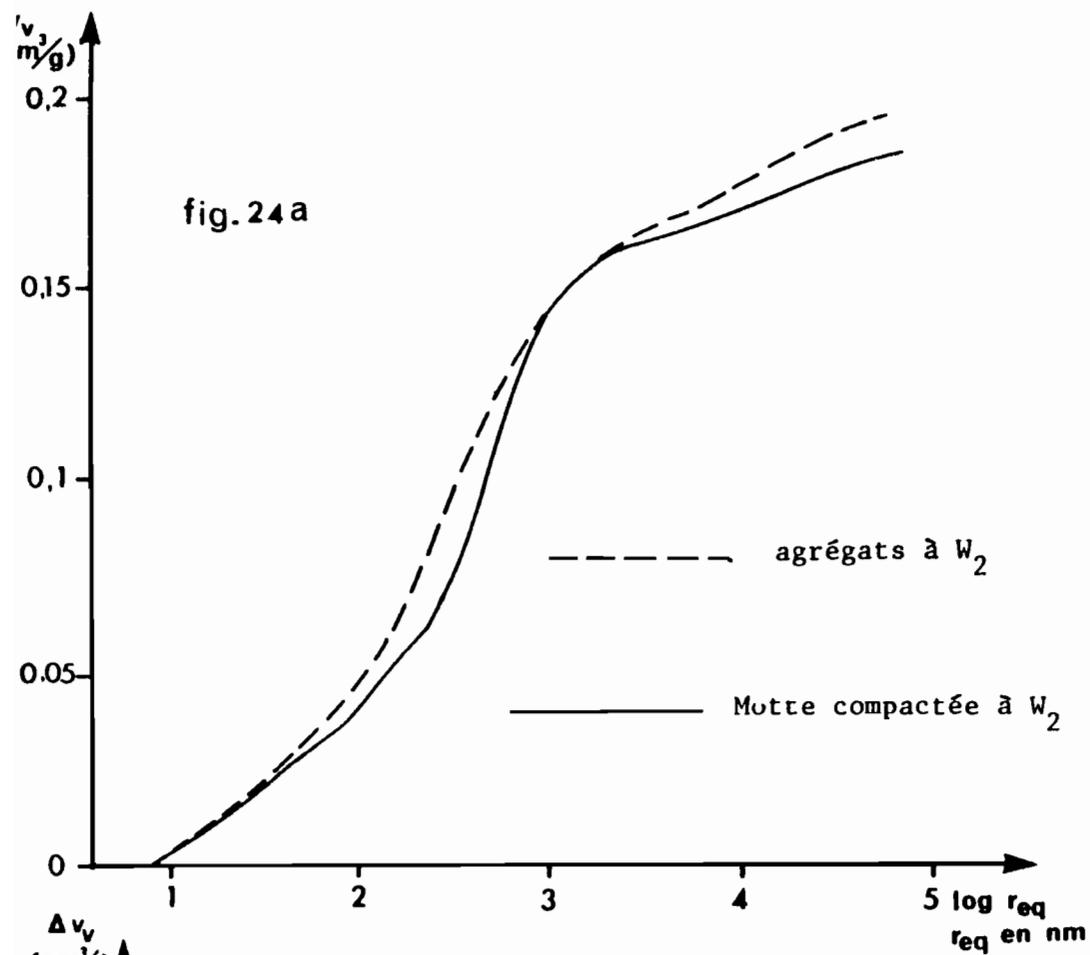


FIGURE 24 : Influence du compactage à W_2 sur la distribution de la taille des pores du matériau.

FIGURE 25 : Influence du compactage à W_1 sur la distribution de la taille des pores du matériau.

(de r_{eq} compris entre 1,8 et 10 μm essentiellement) et, dans une moindre mesure, plus petits (de r_{eq} inférieur à 0,1 μm).

De ce fait, la distribution du volume poral en fonction de la taille équivalente des pores *est un peu plus étalée à W_1 qu'à W_2 .*

Le volume total des pores pris en compte avec la porosimétrie à mercure, v_v^t , est un peu plus faible à W_1 qu'à W_2 . Comme les agrégats ont un volume poral intraagrégats non significativement différent à W_1 et à W_2 , si l'écart observé (inférieur à 0,01 cm^3/g) est significatif, il ne peut s'expliquer que par un volume de pores de r_{eq} inférieur à 7,5 nm, un peu plus important à W_1 qu'à W_2 .

b) Le compactage à W_1 , comme à W_2 , modifie la distribution de la taille des pores du matériau sur presque toute la gamme de r_{eq} analysée. Seuls les pores les plus fins, de r_{eq} inférieur à 32 nm ne semblent pas affectés de manière notable (*fig. 24 et 25*).

+ Le compactage à W_1 se traduit par une diminution du volume des pores de r_{eq} compris entre 32 nm et 1,8 μm et par une augmentation du volume des pores de r_{eq} compris entre 1,8 et 5,6 μm (*fig. 25*).

+ Le compactage à W_2 augmente le volume des pores de r_{eq} compris entre 0,32 et 1 μm et diminue le volume des pores plus fins (de r_{eq} compris entre 32 et 320 nm) et plus grossiers (de r_{eq} supérieur à 1,8 μm) (*fig. 24*).

Il en résulte que *la motte compactée à W_1 présente une distribution de la taille des pores, plus étalée que la motte compactée à W_2 , dans laquelle dominent les pores de r_{eq} compris entre 0,32 et 1 μm , au détriment des pores de r_{eq} compris entre 1,8 et 10 μm (plus généralement de r_{eq} supérieur à 1,8 μm) (*fig. 26*).*

Le compactage a accentué la différence de distribution de la taille des pores du matériau entre les deux teneurs en eau, W_1 et W_2 .

Contrairement aux agrégats, le volume total de mercure injecté dans les mottes, v_v^t , est plus faible à W_2 qu'à W_1 . Comme les deux types de mottes ont un même volume poral intraagrégats après le compactage, le supplément de v_v^t (de 0,007 cm^3/g) dans la motte compactée à W_1 correspond vraisemblablement à la partie de son volume poral interagrégats qui est prise en compte (encore plus importante si le volume des pores de r_{eq} inférieur à 7,5 nm est effectivement plus faible à W_2 qu'à W_1).

1.3.2 - Discussion

Les différences de distribution de la taille des pores, entre les deux types d'agrégats et entre les deux types de mottes, concernent des

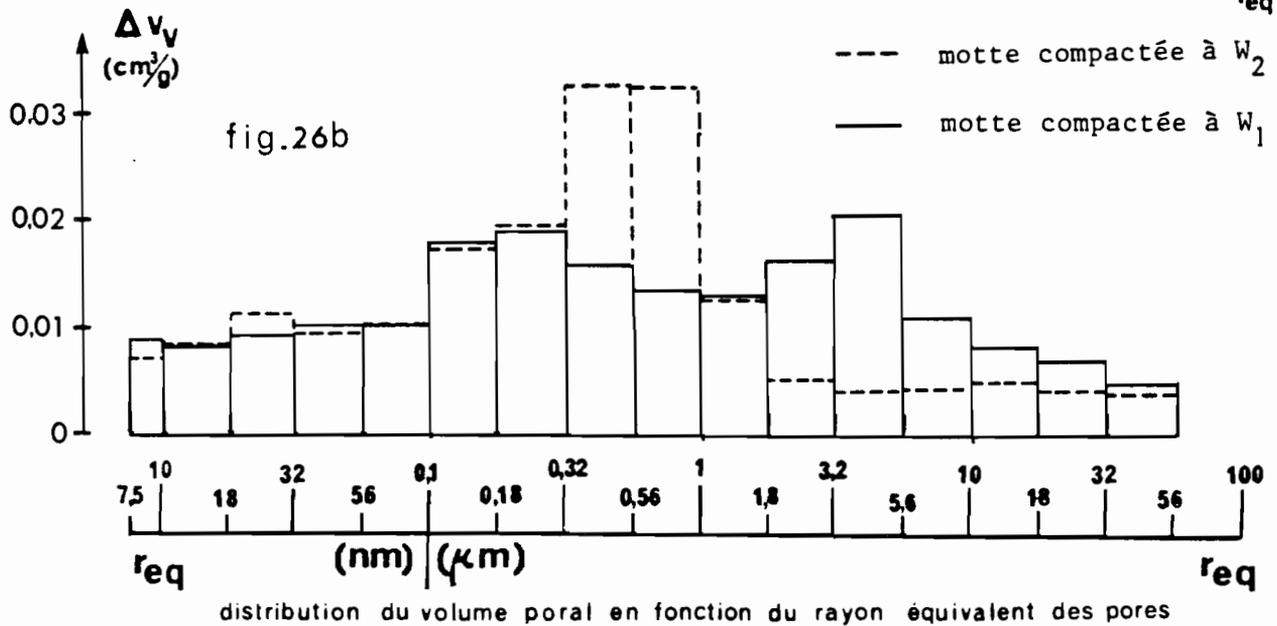
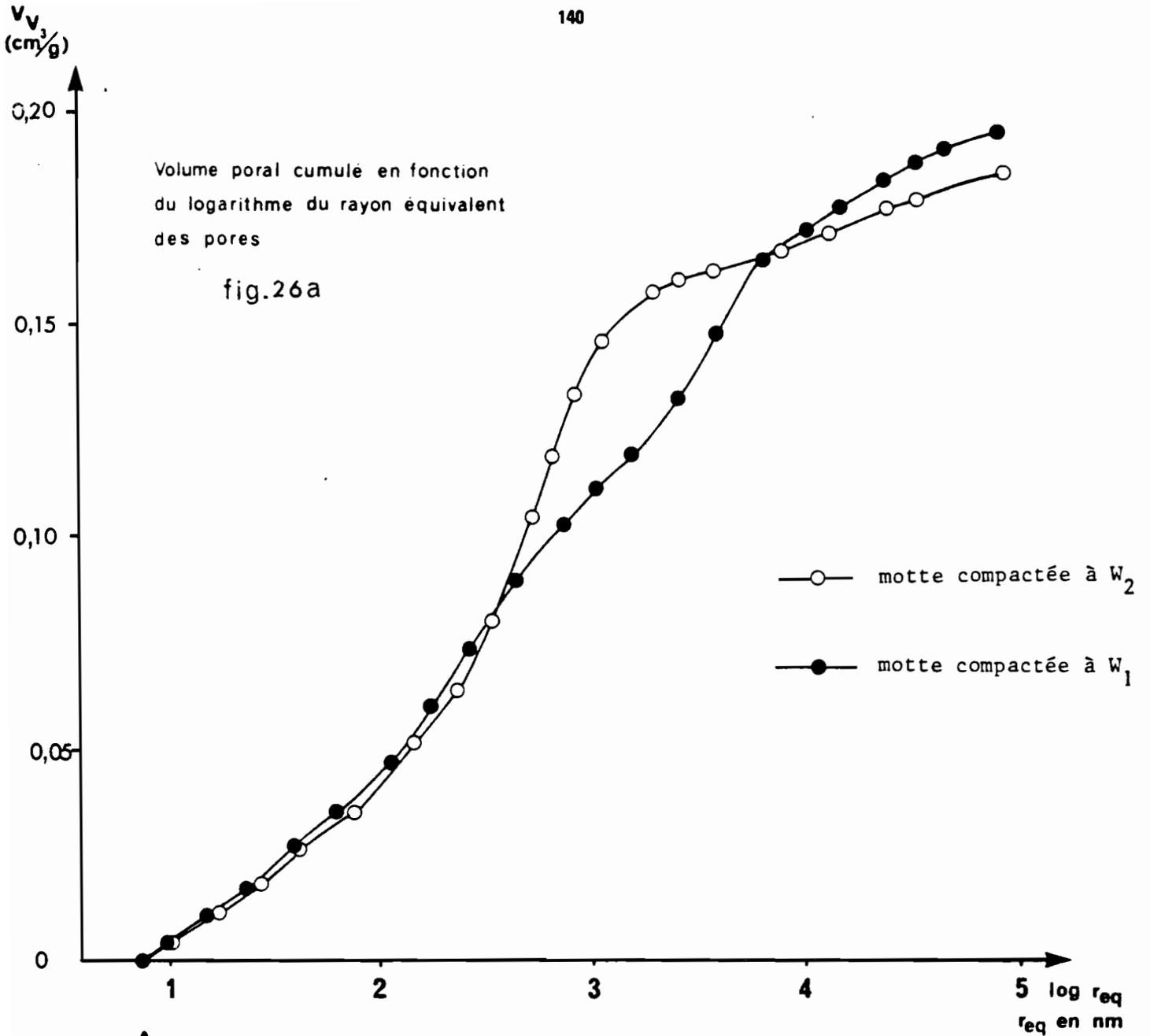


FIGURE 26 : Comparaison des distributions de la taille des pores de la motte compactée à W₁ et de la motte compactée à W₂.

pores qui, étant donné leur taille équivalente, appartiennent pour une grande part à l'espace poral intraagrégats.

Les modifications structurales entraînées par le compactage ne porteraient donc pas seulement sur le mode d'assemblage des agrégats, comme le laissent penser les mesures physiques (de v_v^{ac} et v_v^m) et les observations en microscopie optique : Les deux types de mottes, en particulier, se distingueraient non seulement par leur volume poral interagrégats, mais aussi, par la distribution de leur volume poral intraagrégats en fonction de la taille des pores.

a) Les risques d'artefacts

Une telle différence de distribution de la taille des pores pourrait être provoquée par la lyophilisation. En effet, la présence dans les échantillons à W_2 (agrégats ou motte) d'un volume de pores de r_{eq} compris entre 0,18 (ou 0,32) et 1 μm plus important que dans les échantillons à W_1 , est compatible avec un développement, au cours de la congélation, de pores de l'ordre du μm , d'autant plus important que l'échantillon est initialement plus humide (LAWRENCE et al, 1979 ; QUIRK et MURRAY, 1980 a et b).

Pourtant, on peut remarquer, dès à présent, que la différence de distribution de la taille des pores entre les deux types de mottes (pour les pores de r_{eq} supérieur à 0,32 μm) persiste au cours des histoires hydriques qu'elles ont subies après le compactage, plus ou moins accentuée comme on le verra par la suite selon l'étape hydrique considérée (fig. 28, 36, 37 et 38). En particulier :

- après le séchage à l'étuve à 105° C, alors que les mottes n'ont pas été lyophilisées avant l'injection de mercure, et ont la même teneur en eau, nulle (fig. 28).
- à pF 1,5, les mottes ayant été lyophilisées, mais alors que c'est la motte compactée à W_1 qui est la plus humide (fig. 37 et 38).

On peut donc dire que le compactage a sensiblement modifié la distribution de la taille des pores intraagrégats, de manière différente à W_1 et à W_2 , et durable avec les variations hydriques, même si la validité des courbes d'injection de mercure, dans leur ensemble, n'est pas assurée pour les échantillons lyophilisés.

b) Comparaison entre distribution de la taille des pores évaluée par la porosimétrie à mercure et rétention en eau

La validité des courbes d'injection de mercure obtenues sur des échantillons lyophilisés peut néanmoins être appréciée pour un point seulement de chacune d'entre elles :

En effet, le volume massique d'eau (v_w) d'un échantillon à un pF déterminé doit théoriquement coïncider avec le volume poral de cet échantillon, susceptible d'être rempli d'eau à ce pF (noté v_v^w), évalué par la po-

rosimétrie à mercure (la taille maximale des pores remplis d'eau étant calculée par la loi de Jurin pour l'eau). Il faut toutefois remarquer que, d'une manière générale, cela n'est vrai que lorsque l'échantillon est amené à ce pF *en dessiccation*, car les éventuels effets "bouteille d'encre" agissent alors de la même manière sur la pénétration du mercure et sur la rétention de l'eau. Par ailleurs, v_v^w est sous-estimé si on ne connaît pas le volume de pores de r_{eq} inférieur à 7,5 nm.

C'est pourquoi on se propose de comparer (*tableau XI*) :

- d'une part, les valeurs de v_w des deux types de mottes en équilibre à pF 3 (après le compactage), et des agrégats non compactés amenés à pF 3 (en dessiccation),

- et, d'autre part, les valeurs des volumes de pores de r_{eq} compris entre 7,5 nm et 1,53 μm (r_{eq} maximum des pores remplis d'eau à pF 3), évaluées à partir des deux types de mottes (après le compactage) et des agrégats à W_1 , faute d'avoir analysé ces mêmes échantillons à pF 3.

Tableau XI

Echantillons	v_w (cm ³ /g) à pF 3	v_v^w (cm ³ /g) 7,5 nm $\leq r_{eq} \leq$ 1,53 μm
Motte compactée à W_2	0,154	0,154
Motte compactée à W_1	0,128	0,119
Agrégats à W_1	0,135	0,136

On peut constater, en première analyse, que le volume massique d'eau (v_w) retenu par ces trois échantillons à pF 3 est d'autant plus élevé que le volume poral évalué à partir de la porosimétrie à mercure (v_v^w) est lui-même plus élevé, donc, une certaine concordance entre les deux types de mesures.

Plus précisément :

- Pour la motte compactée à W_2 , les deux types de mesures, v_w et v_v^w , sont identiques. Comme v_v^w a été évalué sur la motte compactée à W_2 , à l'issue du compactage, dont la teneur en eau est de 2 % plus élevée qu'à pF 3, l'identité de v_w et v_v^w peut s'expliquer par une légère surévaluation de v_v^w par rapport à sa valeur à pF 3, qui compenserait le volume des pores de r_{eq} inférieur à 7,5 nm qui n'est pas pris en compte (de l'ordre de 0,01 cm³/g).

- Pour la motte compactée à W_1 , le volume des pores de r_{eq} inférieur à 7,5 nm peut correspondre à l'écart de l'ordre de $0,01 \text{ cm}^3/\text{g}$ observé entre les valeurs de v_V^W et de v_W , dans la mesure où ce type de motte est, à l'issue du compactage, pratiquement à pF 3.

- Pour les agrégats non compactés, l'analogie des valeurs de v_W et v_V^W est moins compréhensible : à W_1 , les agrégats sont, en effet, à un pF légèrement supérieur à pF 3. De ce fait, v_V^W devrait être inférieur à v_W , non seulement parce que les pores de r_{eq} inférieur à 7,5 nm ne sont pas pris en compte, mais aussi parce que le volume de pores de r_{eq} inférieur à $1,53 \mu\text{m}$ doit être un peu plus élevé à pF 3 qu'à W_1 , car il diminue entre W_2 et W_1 (fig. 23).

Il apparaît, en conséquence, que la porosimétrie à mercure, effectuée sur des échantillons lyophilisés, donne des résultats cohérents (au moins pour les deux types de mottes) avec les mesures de rétention en eau à pF 3. Inversement, les différences de rétention en eau à pF 3 entre les divers échantillons compactés ou non, apparaissent liées à des différences de distribution de la taille des pores intraagrégats.

La validité des distributions de la taille des pores de ces échantillons n'est cependant pas vérifiée dans toute la gamme de variation de r_{eq} (de part et d'autre de $r_{eq} = 1,53 \mu\text{m}$). Mais on peut penser, d'après ces résultats, que les éventuels artefacts provoqués par la lyophilisation, ne se manifestent pas sur le matériau limoneux du Rheu, avec la même gravité que sur des matériaux plus argileux.

1.4 - Influence de la dessiccation sur la distribution de la taille des pores des mottes compactées à W_1 et à W_2

1.4.1.- Résultats

a) A l'issue de la dessiccation (à pF 6,6), les distributions de la taille des pores des deux types de mottes se caractérisent par rapport à celles obtenues après le seul compactage, par une diminution du volume des pores de r_{eq} inférieur à $0,56 \mu\text{m}$ (en ne considérant que les pores auxquels le mercure a pu accéder, c'est-à-dire de r_{eq} supérieur à 7,5 nm). Cette diminution de volume poral n'est que partiellement compensée par une augmentation du volume des pores de r_{eq} compris entre $0,56$ et $5,6 \mu\text{m}$ essentiellement (fig. 27).

En conséquence, le volume total des pores pris en compte avec la porosimétrie à mercure, v_V^T , diminue pour les deux types de mottes. Cette observation est en accord avec la mise en évidence d'un retrait (cf. IV § 2.1) à l'échelle des agrégats et à l'échelle de la motte.

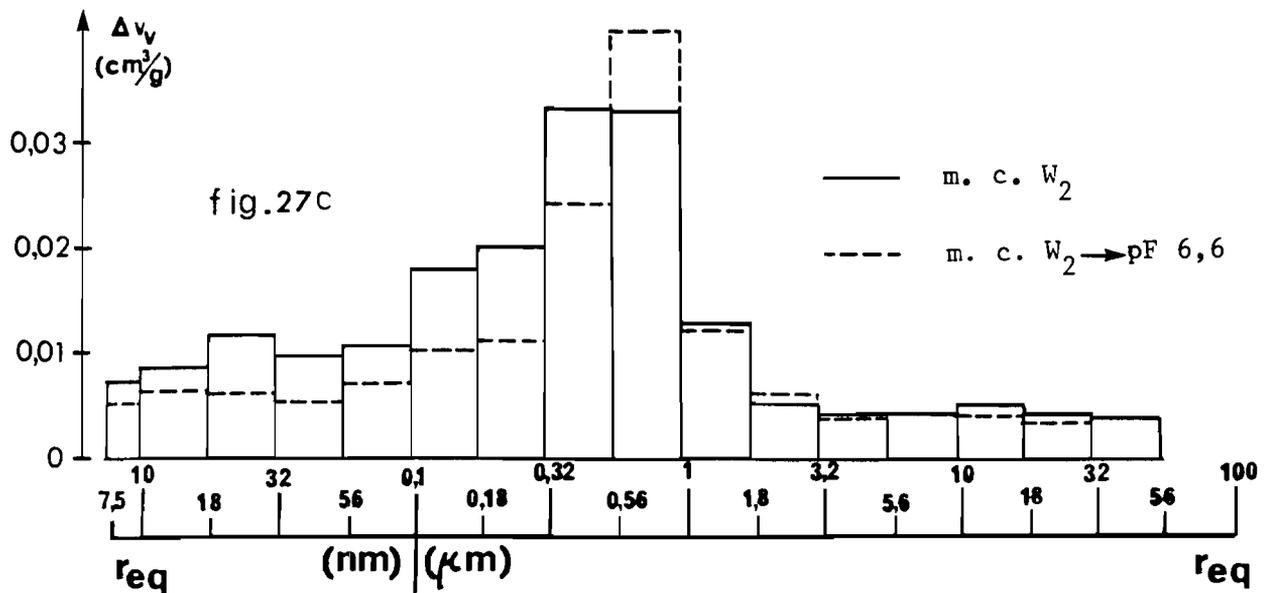
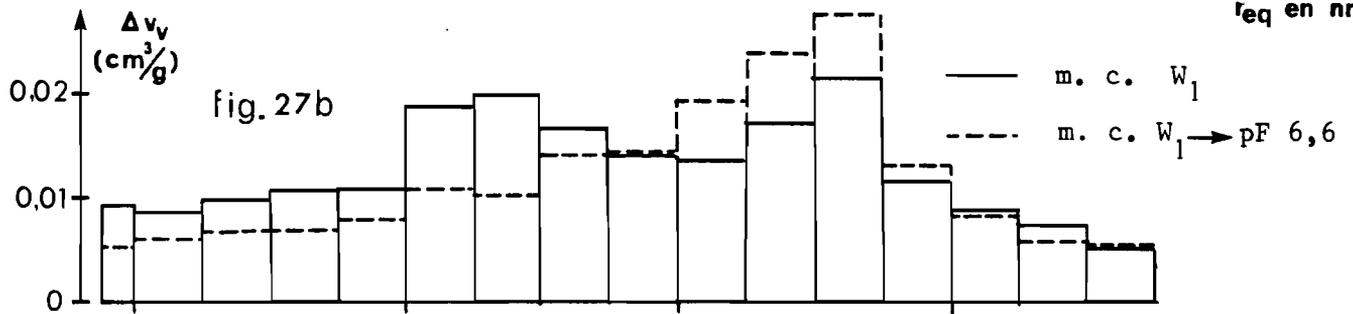
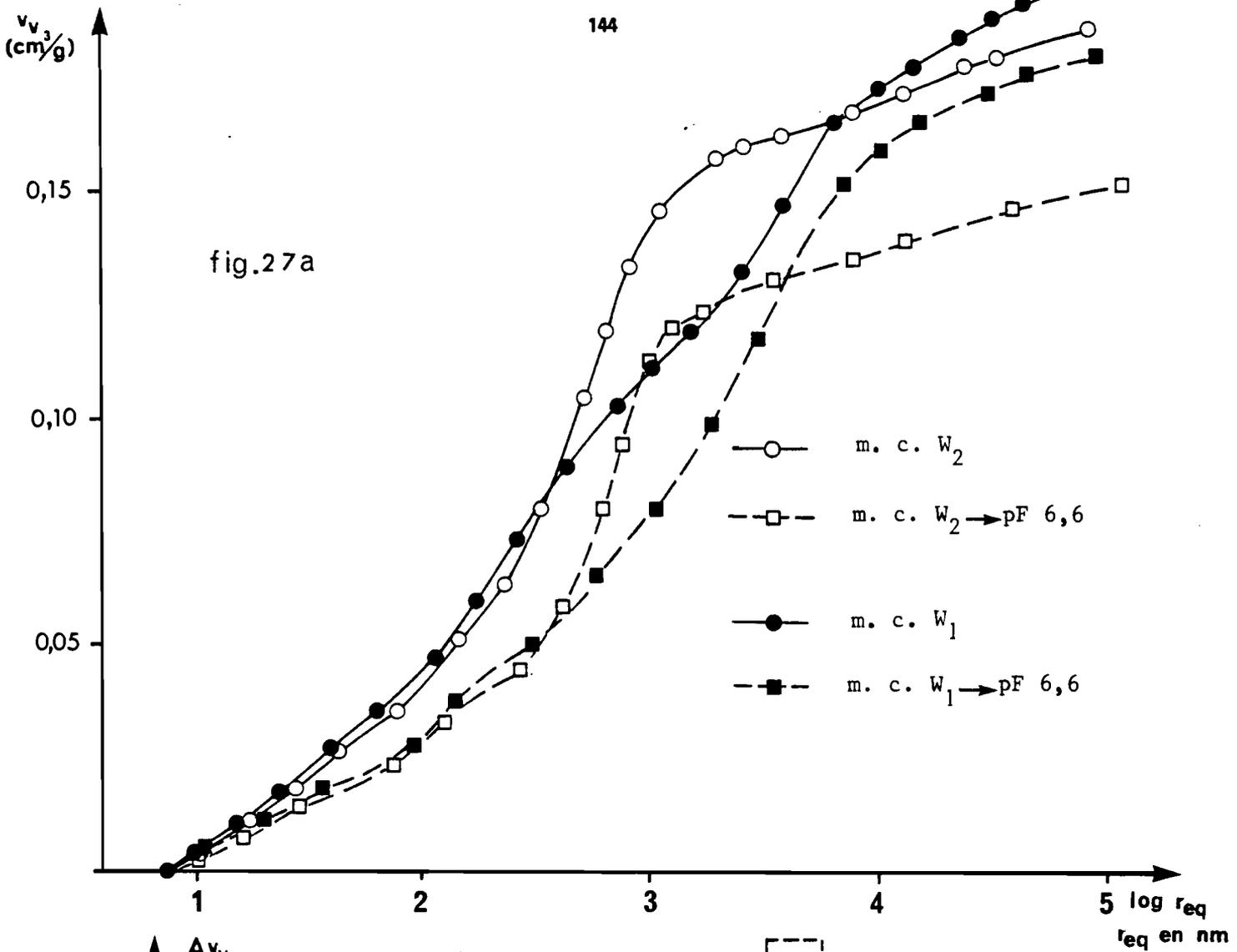


FIGURE 27 : Comparaison des distributions de la taille des pores de la motte compactée à W_1 (m. c. W_1) et de la motte compactée à W_2 (m. c. W_2), après le compactage et après la dessiccation à pF 6,6 ($\rightarrow pF\ 6,6$).

b) Plus précisément, le retrait de la motte compactée à W_2 , plus intense que celui de la motte compactée à W_1 , peut être associé (fig. 27) :

- à une diminution un peu plus importante du volume des pores de r_{eq} inférieur à $0,56 \mu\text{m}$ ($0,041$ contre $0,033 \text{ cm}^3/\text{g}$), la différence étant due essentiellement aux pores de r_{eq} compris entre $0,32$ et $0,56 \mu\text{m}$,

- à une moindre augmentation du volume des pores de r_{eq} supérieur à $0,56 \mu\text{m}$ ($0,007$ contre $0,018 \text{ cm}^3/\text{g}$), et limitée, d'ailleurs, aux pores de r_{eq} inférieur à $1 \mu\text{m}$,

- et donc, à une plus forte diminution de v_v^t ; l'écart entre les valeurs de v_v^t des deux types de mottes passe de $0,007 \text{ cm}^3/\text{g}$ après le compactage à $0,030 \text{ cm}^3/\text{g}$ après la dessiccation à pF 6,6.

On peut remarquer que les différences, entre les deux types de mottes, de modification de la distribution de la taille des pores au cours de la dessiccation, concernent seulement la gamme de variation de r_{eq} pour laquelle les deux types de mottes se différencient à l'issue du compactage.

De ce fait, la différence de distribution de la taille des pores entre les deux types de mottes se situe toujours, après la dessiccation, dans la gamme de r_{eq} supérieur à $0,32 \mu\text{m}$, mais elle s'est accentuée (fig. 28).

c) Les distributions de la taille des pores obtenues pour la motte compactée à W_1 après la dessiccation à pF 6, d'une part, et à pF 6,6, d'autre part, sont identiques pour les pores de r_{eq} inférieur à $0,1 \mu\text{m}$, mais légèrement différentes à partir de $0,1 \mu\text{m}$ (fig. 29). En particulier, l'augmentation du volume des pores de r_{eq} compris entre $0,56$ et $5,6 \mu\text{m}$, provoquée par la dessiccation, est plus faible lorsque celle-ci a atteint pF 6 ($0,008 \text{ cm}^3/\text{g}$) au lieu de pF 6,6 ($0,017 \text{ cm}^3/\text{g}$). On ne peut toutefois pas affirmer que de tels écarts sont significatifs. Il est en tout cas probable que ceux observés pour les pores de r_{eq} supérieur à $10 \mu\text{m}$ ne le soient pas. En effet, la motte à pF 6 a été placée en plusieurs petits fragments dans la cellule du porosimètre, contrairement à la motte à pF 6,6, placée dans une cellule de plus grande dimension. Or, en diminuant la taille des fragments de motte, on diminue le nombre des surfaces de contact entre agrégats, et donc le volume des pores interagrégats "en coin", suffisamment petits pour être pris en compte.

1.4.2 - Discussion

a) A l'issue de la dessiccation, l'écart entre les valeurs de v_v^t des deux types de mottes ($0,030 \text{ cm}^3/\text{g}$) est nettement supérieur à la différence entre leur volume poral intraagrégats ($0,010$ ou $0,015 \text{ cm}^3/\text{g}$, en deça de la limite de retrait des agrégats). Le complément correspond sans doute au volume poral interagrégats pris en compte avec la porosimétrie à mercure, essentiellement dans la motte compactée à W_1 . On peut en effet penser que les deux types de mottes dont la teneur en eau est nulle à pF 6,6, ont un même volume de pores de r_{eq} inférieur à $7,5 \text{ nm}$.

Par ailleurs, la valeur de r_{eq} en deça de laquelle la différence

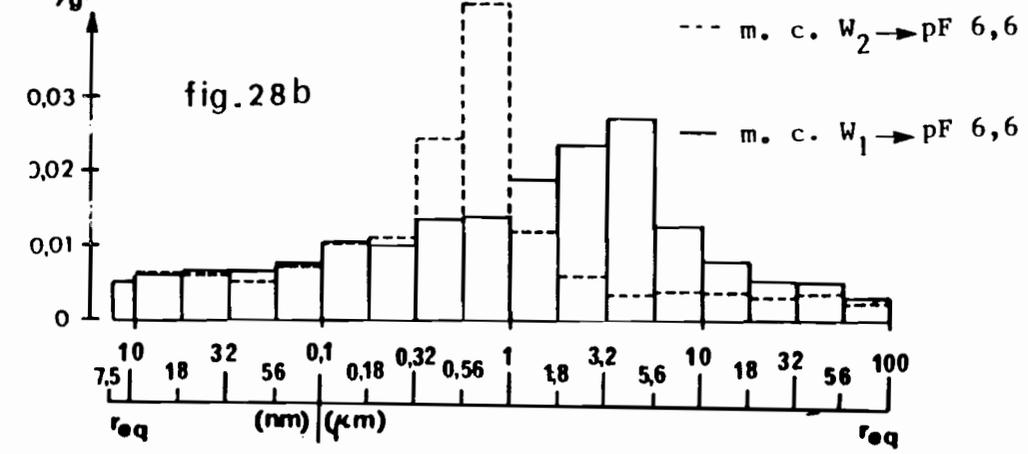
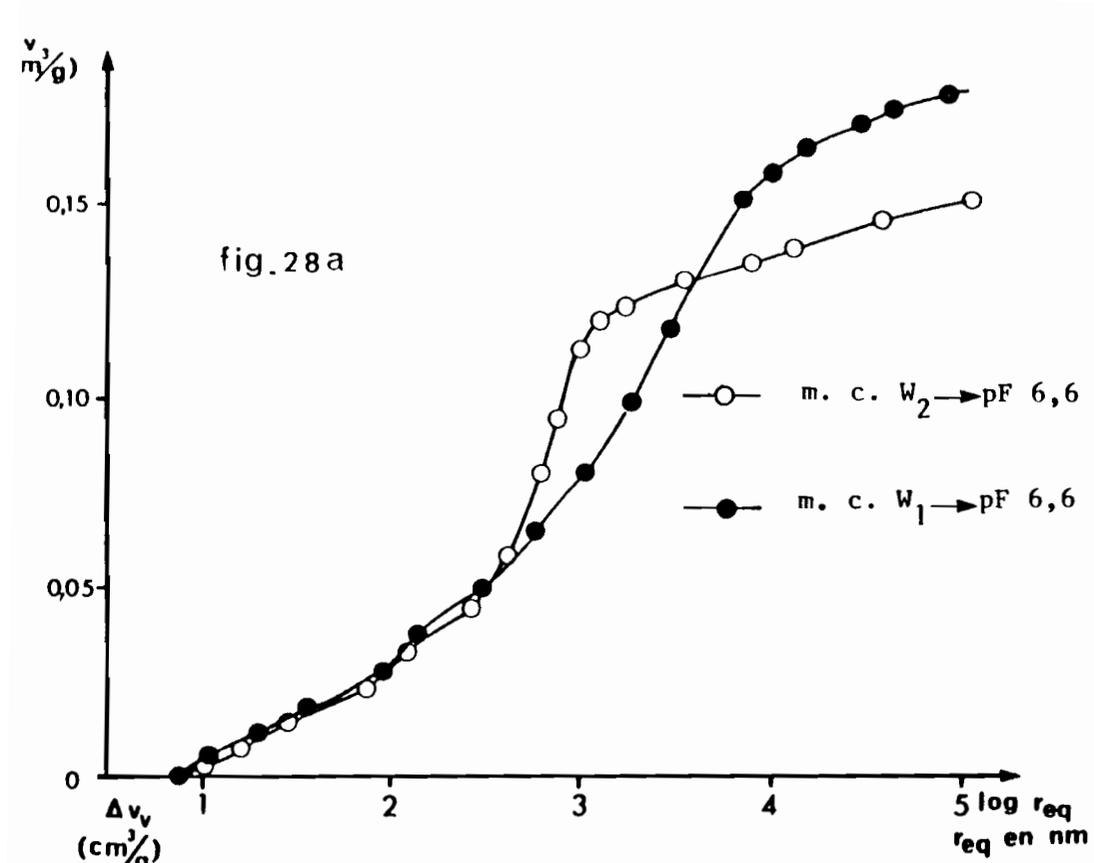


FIGURE 28 : Comparaison des distributions de la taille des pores des deux types de mottes séchées à pF 6,6 (m. c. W_1 ou m. c. $W_2 \rightarrow$ pF 6,6).

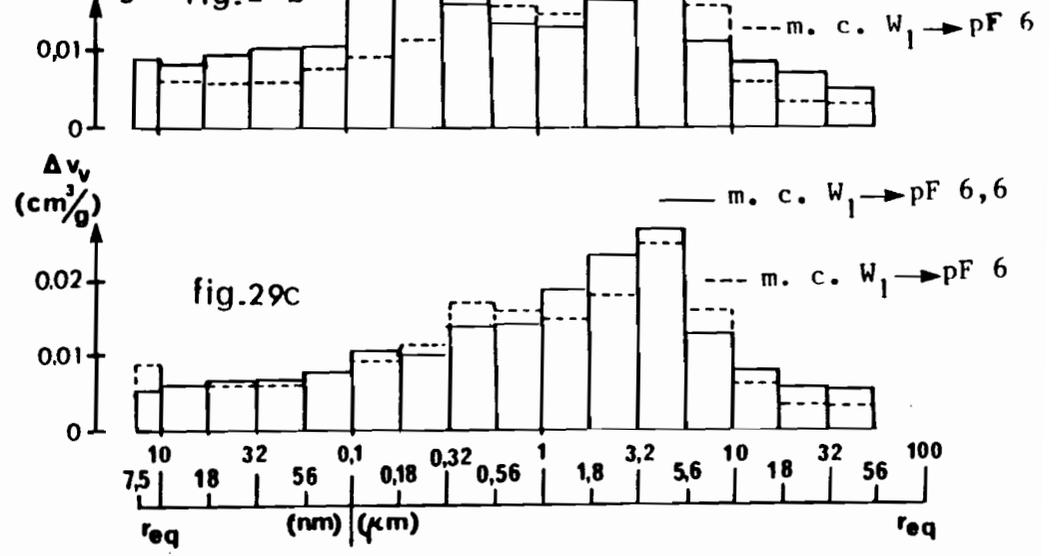
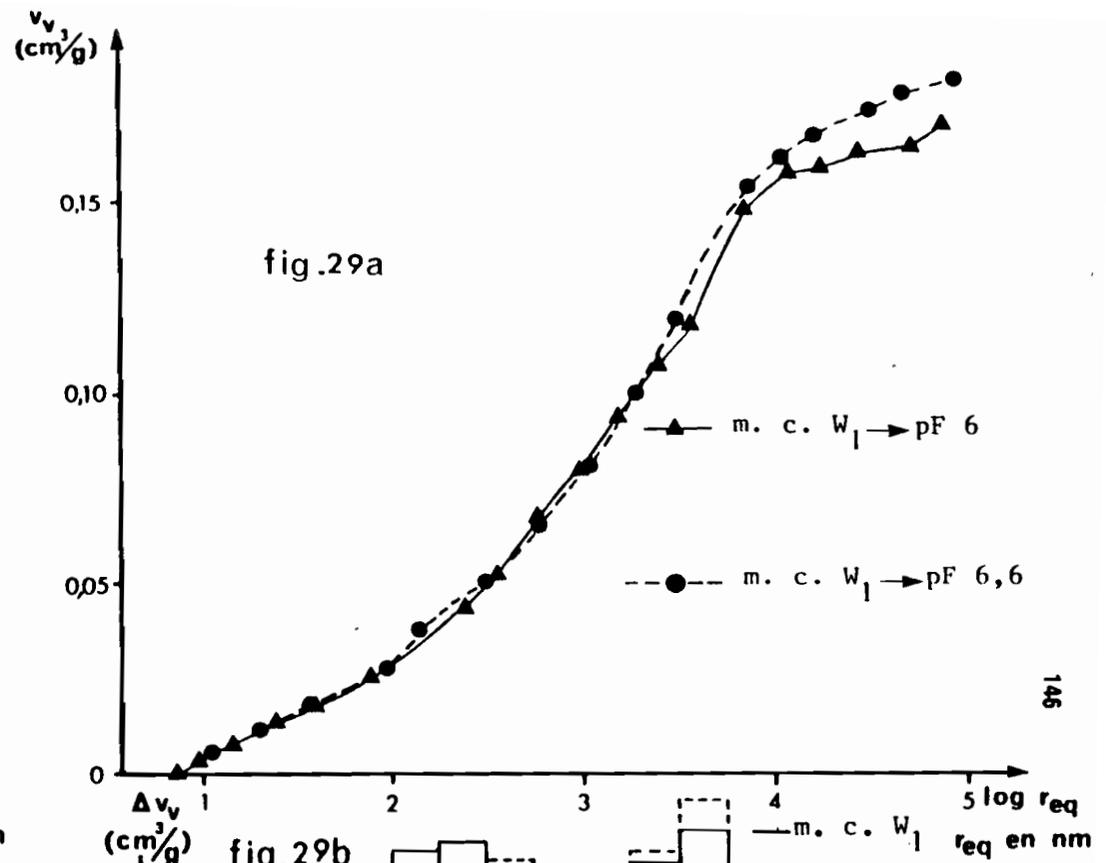


FIGURE 29 : Comparaison des distributions de la taille des pores de la motte compactée à W_1 séchée à pF 6 et séchée à pF 6,6

de volume poral cumulé entre les deux types de mottes à pF 6,6 équivaut à la différence entre leur volume poral intraagrégats, est de l'ordre de $5,6 \mu\text{m}$ (fig. 28). C'est aussi pour cette valeur de r_{eq} que se croisent les courbes de volume poral cumulé des deux types de mottes seulement compactées dont le volume poral intraagrégats n'est pas significativement différent (fig. 26). Aussi, la limite entre les tailles des pores interagrégats et intraagrégats pourrait-elle être de l'ordre de $5,6 \mu\text{m}$. Mais, comme les gammes de variations de r_{eq} de ces deux types de pores se recouvrent partiellement, cette limite n'a pas un sens strict. Néanmoins, les volumes de pores interagrégats plus petits que $5,6 \mu\text{m}$ et de pores intraagrégats plus grands que $5,6 \mu\text{m}$ sont égaux et on peut penser qu'ils sont relativement faibles.

b) Par ailleurs, on peut proposer l'interprétation suivante des modifications de distribution de la taille des pores provoquées par une dessiccation intense (pF ≥ 6) :

La diminution du volume des pores de r_{eq} inférieur à $0,56 \mu\text{m}$ résulte, en effet, vraisemblablement :

- d'une part, de la *contraction* des pores les plus fins, ménagés par l'assemblage des particules d'argile,

- d'autre part, compte tenu de l'augmentation du volume des pores de r_{eq} compris entre $0,56$ et $5,6 \mu\text{m}$, de l'*expansion* d'autres pores (dont le r_{eq} dépasse alors $0,56 \mu\text{m}$), ménagés entre des ensembles de particules d'argile, qui se disposent en se rétractant autour des particules plus grossières de limon.

Ces derniers pores pourraient correspondre aux "lacunes" observées par FIES (1978), sur des lames minces de mélanges d'argile et de sable, ayant subi une dessiccation. Lorsque l'argile est abondante, ces "lacunes" sont des fissures développées au sein de la fraction argileuse ; sinon, ce sont des cavités entre les particules de sable plus ou moins enrobées d'argile.

Sur les lames minces du matériau limoneux du Rheu (mottes ou autres échantillons), on n'a pas observé de tels pores, ou bien, exceptionnellement, dans les plages les plus riches ou au contraire les plus pauvres en plasma argileux. Dans le matériau limoneux du Rheu, les espaces entre les particules de limon grossier sont en effet beaucoup plus étroits que ceux ménagés entre des particules de sable et, d'ailleurs, le diamètre équivalent de ces pores, qui selon la porosimétrie à mercure n'excède pas une dizaine de μm , est inférieur à l'épaisseur de la lame mince.

Les deux types de mottes présentent, après le compactage comme après la dessiccation, des distributions de la taille des pores nettement différentes, sur le domaine de variation de r_{eq} compris entre $0,32$ et $5,6 \mu\text{m}$, qui est donc assez large du côté des plus **grands** pores intraagrégats. Si l'interprétation précédente est correcte, les deux types de mottes pourraient se différencier par la morphologie des lacunes au sein de la fraction argileuse, tout au moins par la taille des seuils de ces pores, plutôt que par la morphologie des plus petits pores ménagés par l'assemblage des

particules d'argile.

c) Ces résultats ne permettent toutefois pas de suivre l'évolution en continu de la distribution de la taille des pores des deux types de mottes au cours de la dessiccation, car ils ne concernent que la dernière étape de celle-ci (ou les deux dernières étapes pour la motte compactée à W_1).

En particulier, il aurait été intéressant de comparer les distributions de la taille des pores des deux types de mottes à pF 4,2, étant donné que l'essentiel ou la totalité du retrait à l'échelle des agrégats se produit entre pF 3 et pF 4,2. Il est probable que les distributions de la taille des pores des mottes à pF 4,2, soient nettement différentes de celles obtenues après le compactage ou à l'issue de la dessiccation.

En effet, si on évalue, à partir des porosimétries à mercure des deux types de mottes seulement compactées, le volume poral susceptible de se désaturer entre pF 3 et pF 4,2, en supposant que l'assemblage des particules soit rigide, ce volume poral est près de deux fois plus élevé que le volume d'eau effectivement perdu entre pF 3 et pF 4,2 par chaque type de motte (Tableau XII). Aussi, sous réserve que les distributions de la taille des pores obtenues sur des échantillons initialement humides ne soient pas faussées par des artefacts, le volume de pores de r_{eq} inférieur à $0,1 \mu\text{m}$ doit être plus élevé à pF 4,2, dans chaque type de motte, qu'il ne l'est après le compactage.

Tableau XII

Echantillon	Δv_w entre pF 3 et pF 4,2 (cm^3/g)	v_v^w (cm^3/g) $0,1 \mu\text{m} \leq r_{eq} \leq 1,53 \text{ m}$
Motte compactée à W_1	0,042	0,075
Motte compactée à W_2	0,060	0,112

Cela résulterait de la contraction de pores initialement plus grands que $0,1 \mu\text{m}$ (ou tout au moins de la diminution de la taille des seuils de ces pores), sans laquelle il ne se produirait d'ailleurs pas de retrait à l'échelle des agrégats.

On peut également émettre l'hypothèse que le retrait plus intense des agrégats dans la motte compactée à W_2 est lié à la présence, dans ce type de motte, d'un volume de pores, susceptibles de se désaturer mais aussi de se contracter entre pF 3 et pF 4,2, plus important que dans la motte compactée à W_1 (Tableau XII). Si cette hypothèse était vérifiée, cela signifierait que ce sont les modifications de structures internes aux agrégats, provoquées par le compactage, différentes selon la teneur en eau à laquelle il a été effectué, qui sont à l'origine des différences de comportement au retrait constatées, et non pas (ou pas seulement) les différen-

ces de mode d'assemblage des agrégats.

A partir de pF 4,2, il ne se produit plus de retrait à l'échelle des agrégats, ce qui signifie que les particules les plus grossières (de limon) sont en contact étroit. L'organisation des particules les plus fines peut cependant encore évoluer et le volume de pores de r_{eq} inférieur à 0,1 μm pourrait diminuer, jusqu'à la valeur obtenue à pF 6,6, par la contraction de certains pores et l'expansion d'autres pores (dont le r_{eq} peut alors dépasser nettement 0,1 μm), conformément à l'interprétation du paragraphe précédent (b).

1.5 - Evolution de la distribution de la taille des pores des mottes compactées à W_1 et à W_2 au cours de réhumectations

1.5.1 - Résultats

Lorsque les deux types de mottes sont réhumectés à pF 3, puis à pF 1,5, après les deux dessiccations les plus poussées (pF 6 et pF 6,6), leur volume de pores de r_{eq} inférieur à 0,1 μm ne varie pas de manière notable. Le gonflement provoqué par la réhydratation apparaît lié seulement à un accroissement du volume des pores de r_{eq} supérieur à 0,1 μm (fig. 30, 31, 34 et 35).

L'ampleur de cet accroissement et la gamme de variation de r_{eq} pour laquelle les modifications de distribution de la taille des pores sont particulièrement sensibles, varient cependant selon le type de motte considéré et selon l'histoire hydrique qu'il a subie.

a) Réhumectation à pF 3, puis à pF 1,5, après la dessiccation à pF 6

- La distribution de la taille des pores de la motte compactée à W_2 , réhumectée jusqu'à pF 3 après une dessiccation à pF 6, est nettement différente de celle obtenue sur ce type de motte séchée à pF 6,6 (choisie comme référence en l'absence de porosimétrie à mercure sur une motte compactée à W_2 séchée à pF 6).

On observe une diminution du volume des pores de r_{eq} compris entre 0,32 et 1 μm (de 0,018 cm^3/g), et une augmentation, plus importante, du volume des pores de r_{eq} compris entre 1 et 5,6 μm (de 0,023 cm^3/g) (fig. 30 a et b). La réhumectation à pF 3, à partir de pF 6, provoque donc un certain étalement de la distribution de la taille des pores de la motte compactée à W_2 au bénéfice de pores de r_{eq} supérieur à 1 μm . Cela se produit avec un faible gonflement à l'échelle des agrégats et de la motte (cf. IV § 3.1.2.1., fig. 18). que confirme l'augmentation de v_v de l'ordre de 0,01 cm^3/g seulement.

Lorsque la réhumectation se poursuit jusqu'à pF 1,5, l'allure de la distribution de la taille des pores de la motte compactée à W_2 ne se modifie plus sensiblement. Par rapport à pF 3, le gonflement résulte d'un

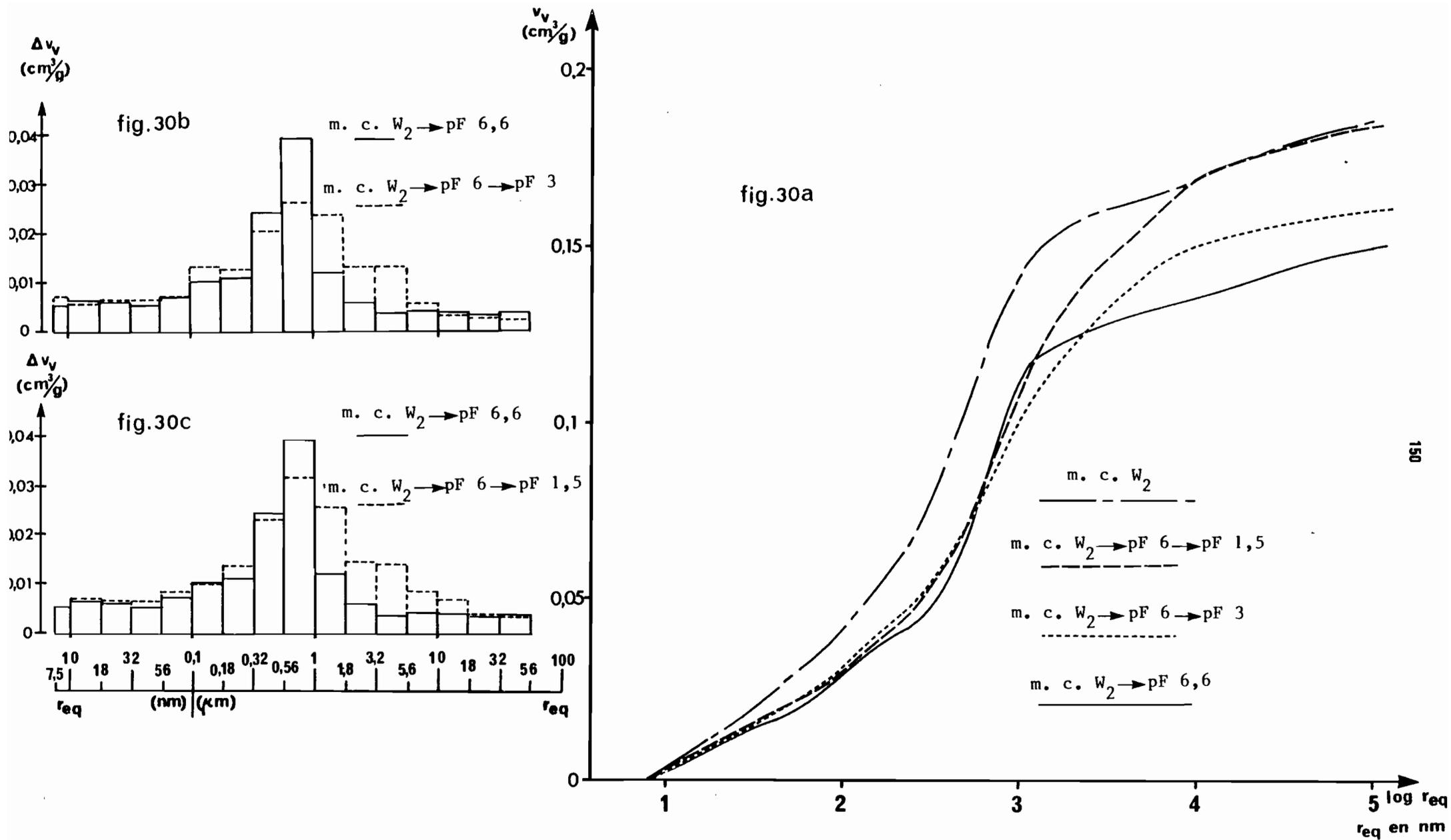


FIGURE 30 : Evolution de la distribution de la taille des pores de la motte compactée à W_2 , au cours de la réhumectation à pF 3 puis pF 1,5, après la dessiccation à pF 6 (comparaison avec la motte compactée à W_2 séchée à pF 6,6).

accroissement de volume poral réparti sur presque toute la gamme de r_{eq} supérieure à $0,1 \mu\text{m}$ (*fig. 30 c*).

- La réhumectation jusqu'à pF 3 de la motte compactée à W_1 , préalablement séchée à pF 6 ne provoque pas une modification de la distribution de la taille des pores aussi nette que pour la motte compactée à W_2 (*fig. 31 a et b*) ; la comparaison avec la motte compactée à W_1 , séchée jusqu'à pF 6,6 au lieu de pF 6, aboutit à la même constatation (*fig. 31 d*). On observe une très légère augmentation du volume poral pour la plupart des classes de taille de pores de r_{eq} supérieur à $0,1 \mu\text{m}$ (*fig. 31 b*).

En revanche, la seconde étape de la réhumectation, jusqu'à pF 1,5, entraîne une augmentation plus sensible du volume des pores de r_{eq} supérieur à $0,32 \mu\text{m}$, plus particulièrement entre 1 et $5,6 \mu\text{m}$.

b) Réhumectation à pF 1,5 après la dessiccation à pF 6,6

La réhumectation jusqu'à pF 1,5 des deux types de mottes séchées à pF 6,6, se traduit par un accroissement du volume des pores de r_{eq} supérieur à $0,1 \mu\text{m}$, qui concerne surtout les pores de r_{eq} compris entre $0,1$ et $1 \mu\text{m}$ pour la motte compactée à W_1 (*fig. 32*) et les pores de r_{eq} compris entre $0,56$ et $1,8 \mu\text{m}$ pour la motte compactée à W_2 (*fig. 33*).

c) Comparaison des deux réhumectations

Pour chacun des deux types de mottes, on peut remarquer que la réhumectation à pF 1,5 donne un volume de pores de r_{eq} compris entre $0,1$ et $1 \mu\text{m}$, plus important lorsque la dessiccation préalable a atteint pF 6,6, au lieu de pF 6 seulement, et inversement pour le volume des pores de r_{eq} supérieur à $1 \mu\text{m}$ (*fig. 34 et 35*).

Pour la motte compactée à W_2 , on n'observe pas de différences notables entre les valeurs de v_v^t obtenues à la suite des deux réhumectations à pF 1,5 ; ces valeurs de v_v^t sont d'ailleurs semblables à celle de ce type de motte seulement compacté. Au contraire, pour la motte compactée à W_1 , v_v^t est plus élevé dans le cas de la réhumectation à partir de pF 6 (de $0,018 \text{ cm}^3/\text{g}$ par rapport à la réhumectation à partir de pF 6,6).

d) Comparaison des deux types de mottes (*fig. 36, 37 et 38*)

Au cours des deux réhumectations étudiées, il existe toujours une différence nette de distribution de la taille des pores entre les deux types de mottes, dans la gamme de r_{eq} supérieur à $0,32 \mu\text{m}$ (notamment entre $0,32$ et $5,6 \mu\text{m}$). Cette différence apparaît cependant plus atténuée au cours de la réhumectation à partir de pF 6, particulièrement à pF 3, à cause de l'étalement de la distribution de la taille des pores de la motte compactée à W_2 , qui se produit dans ce cas (*fig. 36*).

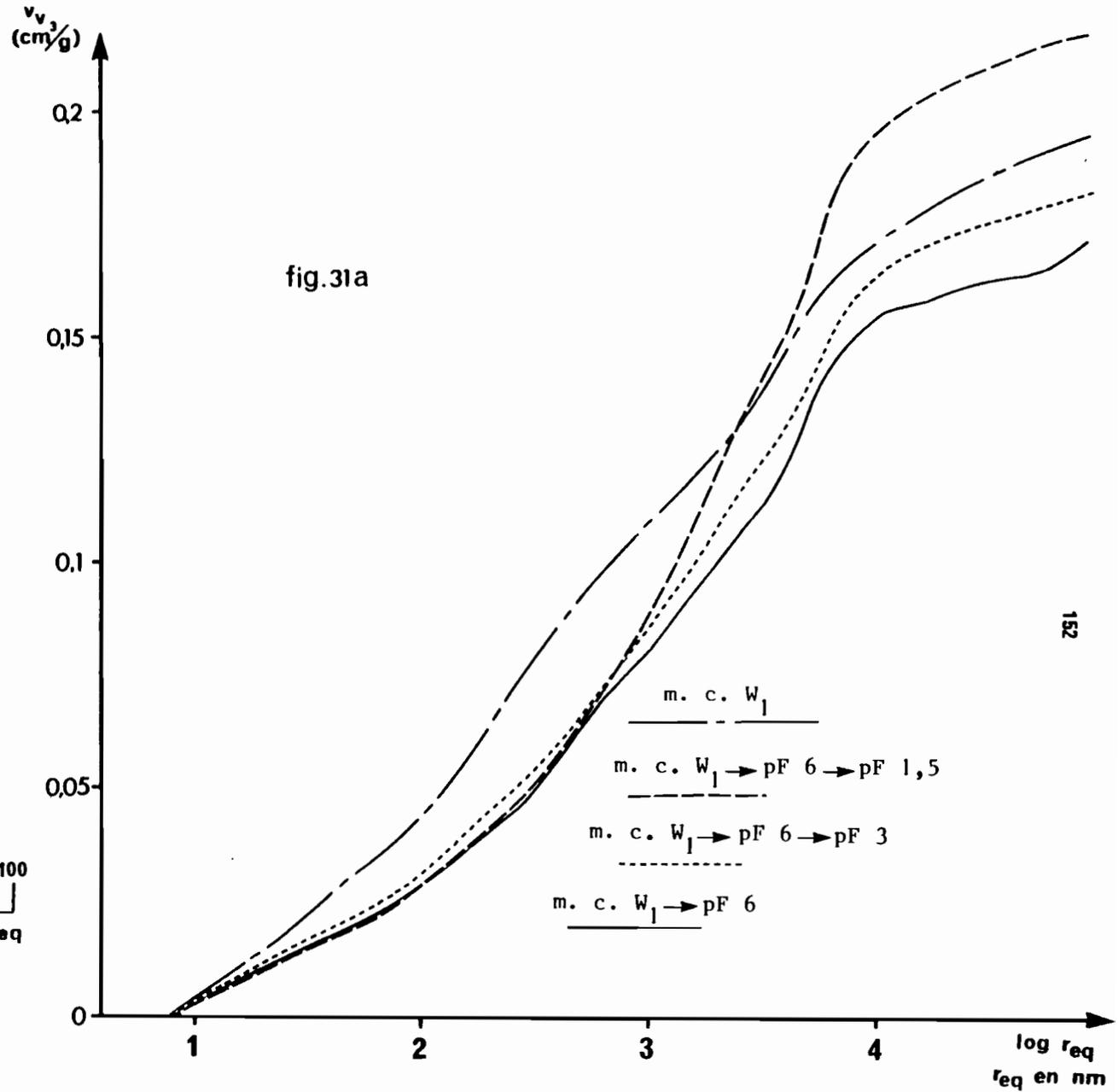
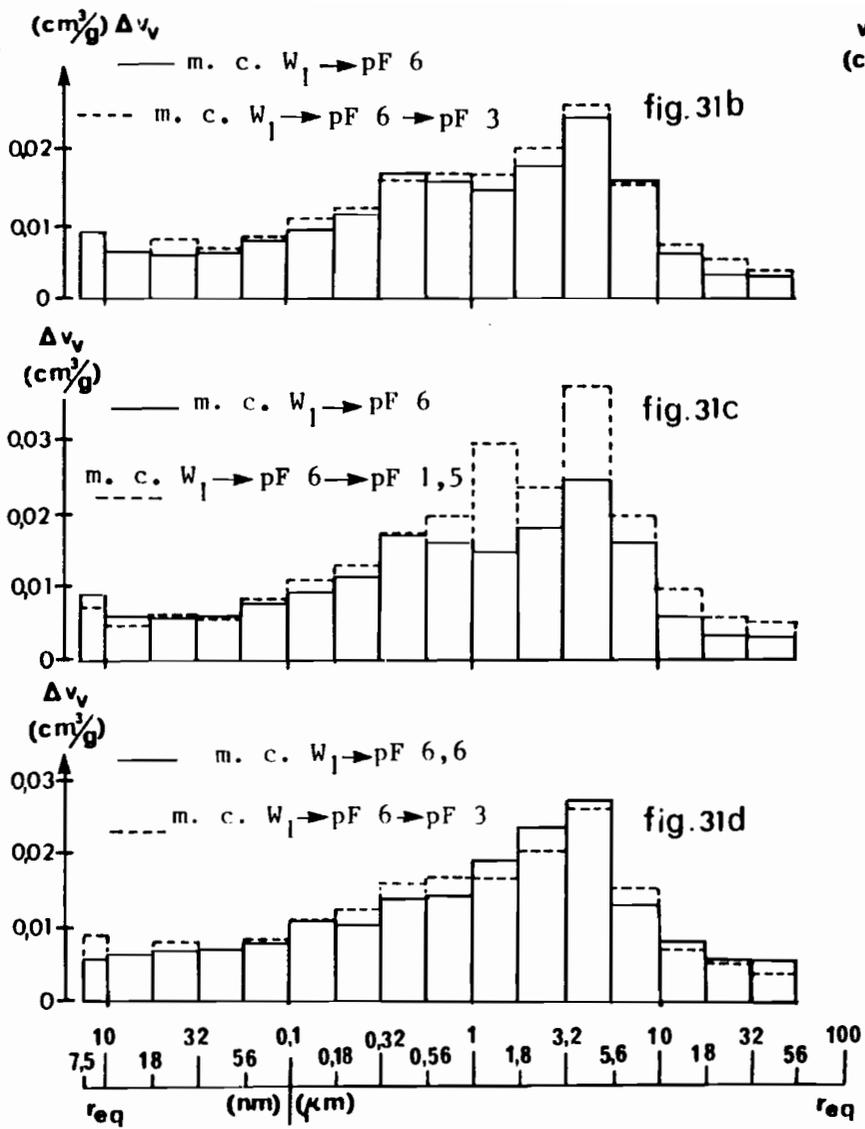


FIGURE 31 : Evolution de la distribution de la taille des pores de la motte compactée à W_1 , au cours de la réhumectation à $pF 3$, puis à $pF 1,5$, après la dessiccation à $pF 6$.

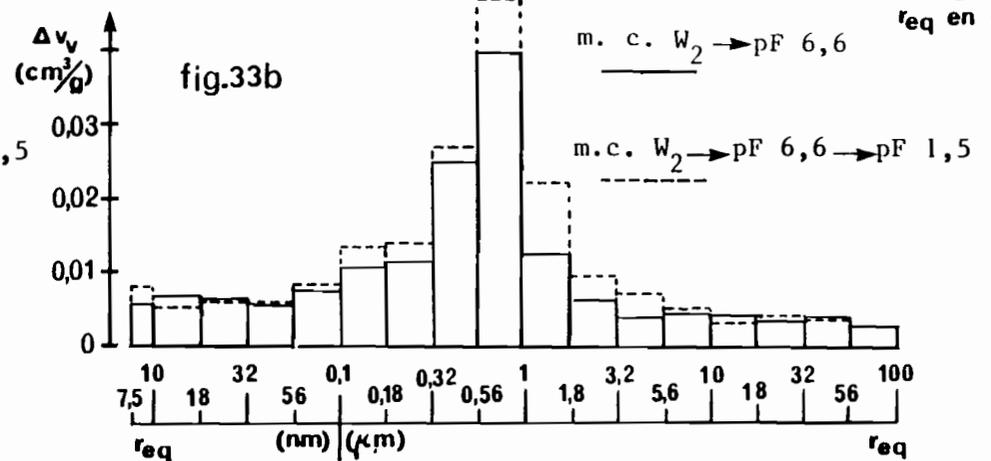
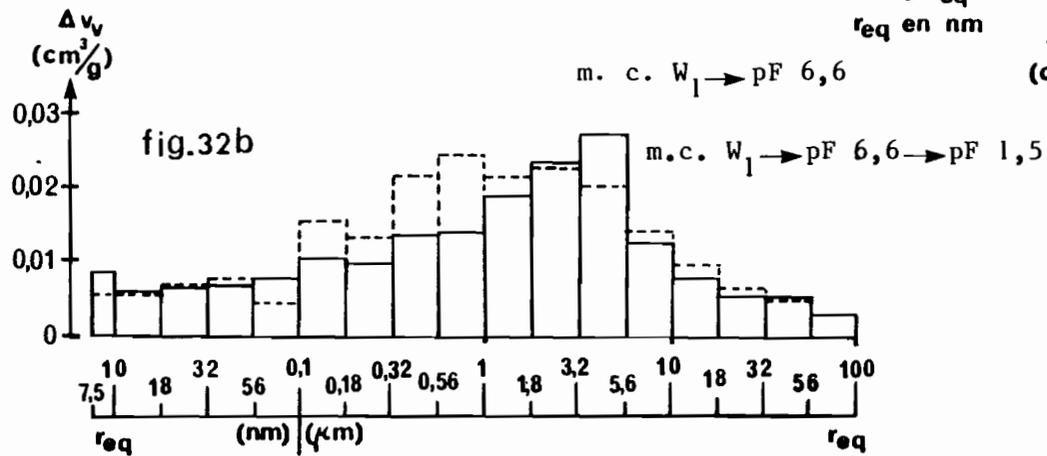
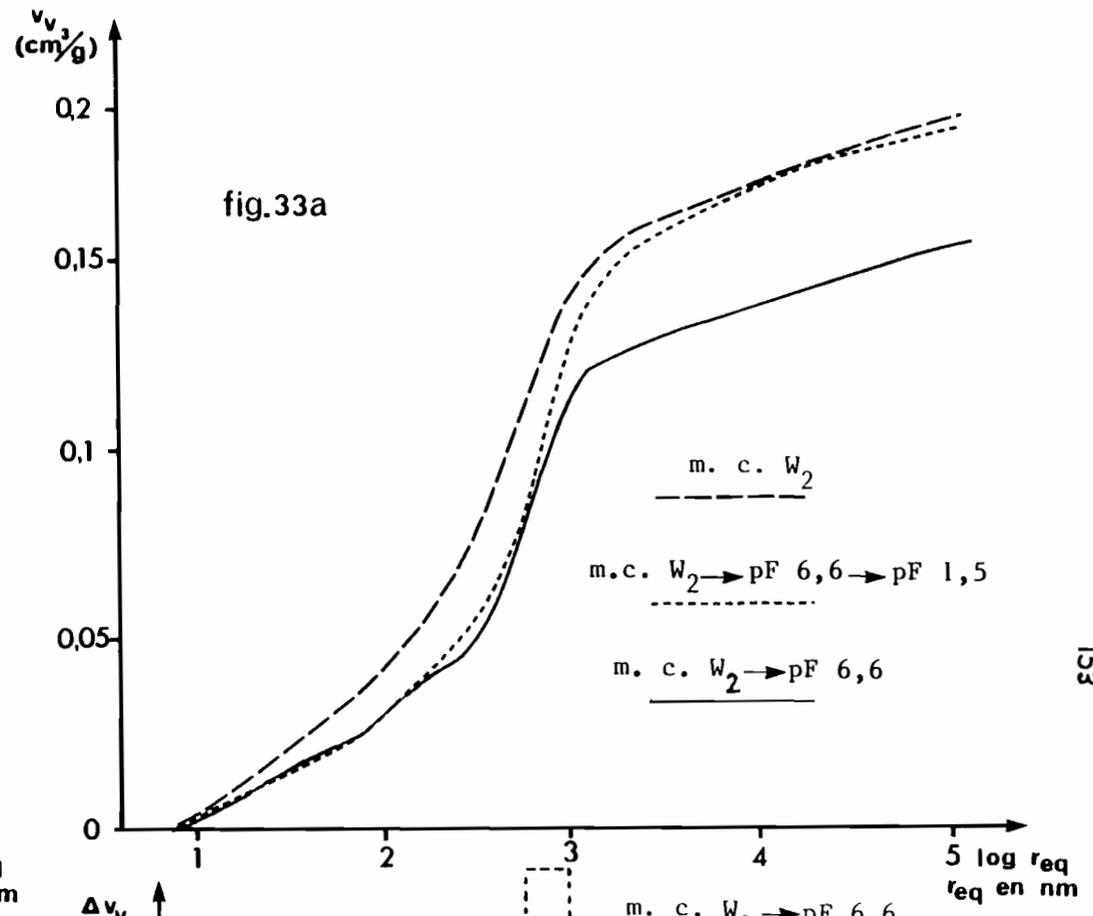
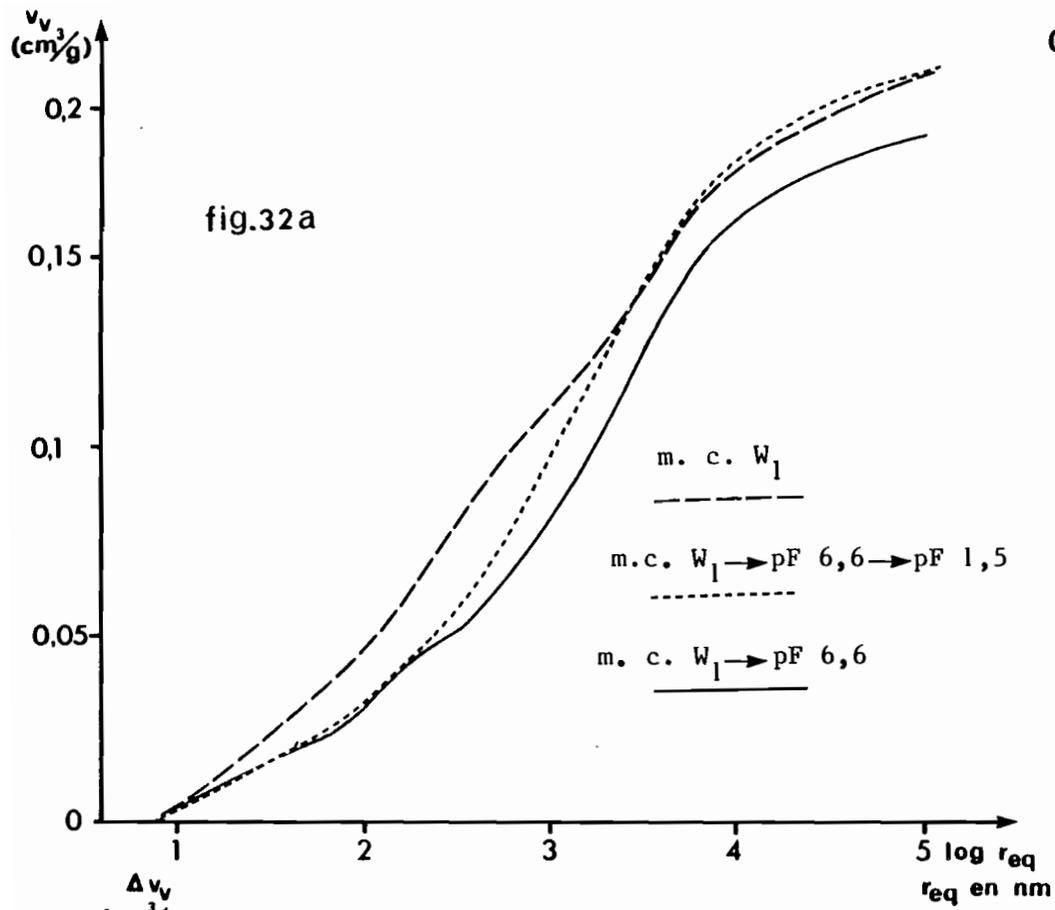


FIGURE 32 : Evolution de la distribution de la taille des pores de la motte compactée à W_1 , au cours de la réhumectation à pF 1,5 à partir de pF 6,6.

FIGURE 33 : Evolution de la distribution de la taille des pores de la motte compactée à W_2 , au cours de la réhumectation à pF 1,5 à partir de pF 6,6.

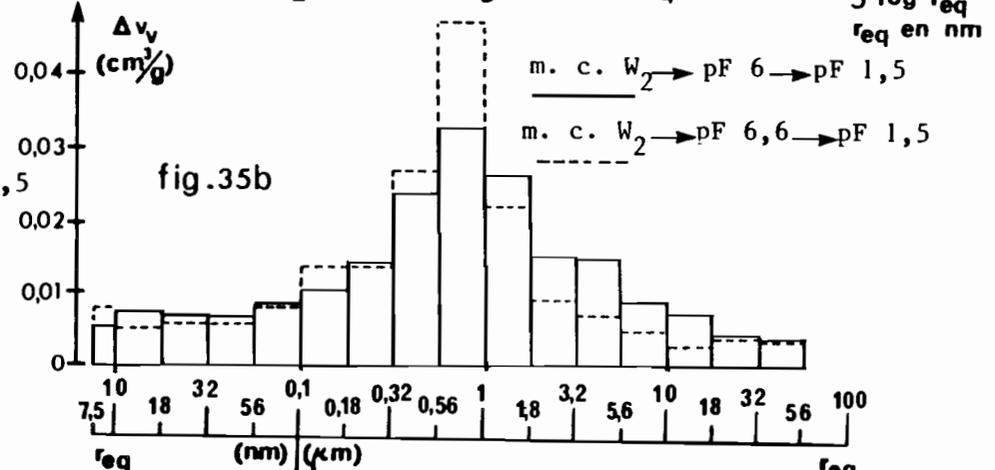
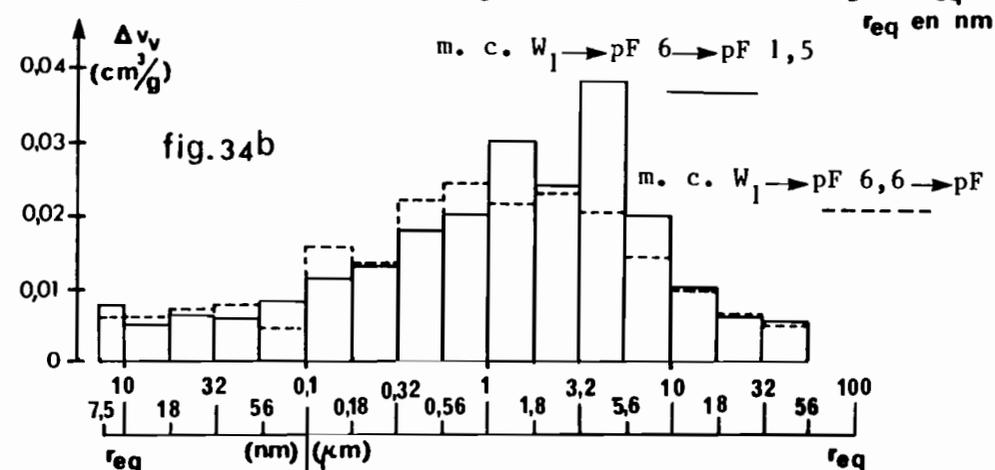
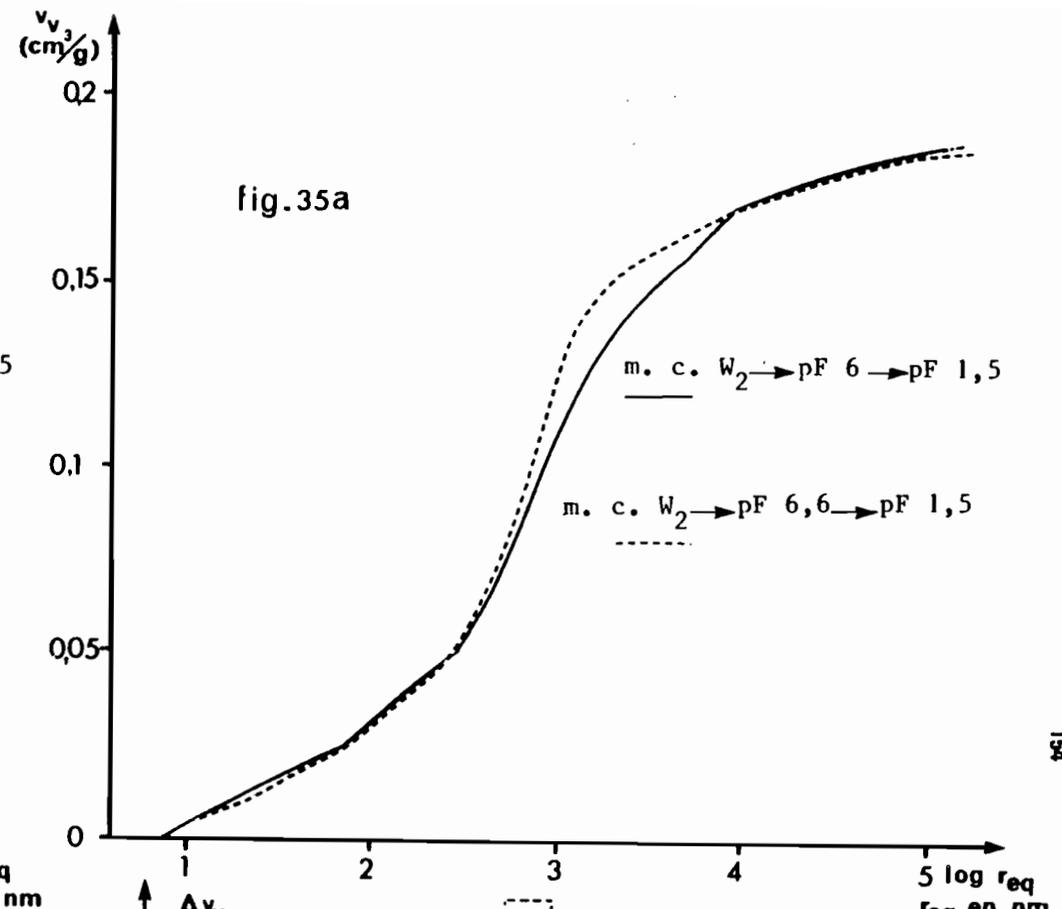
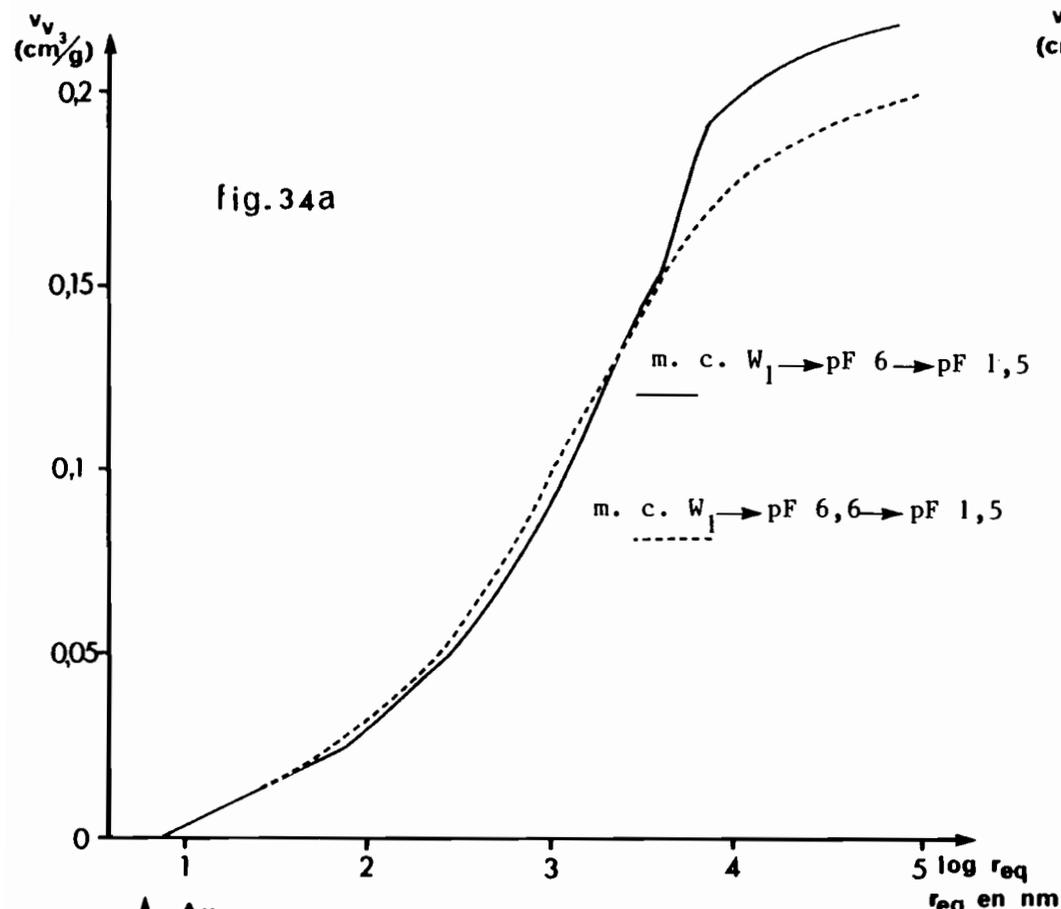


FIGURE 34 : Comparaison des distributions de la taille des pores de la motte compactée à W_1 réhumectée à pF 1,5 à partir de pF 6 et à partir de pF 6,6.

FIGURE 35 : Comparaison des distributions de la taille des pores de la motte compactée à W_2 réhumectée à pF 1,5 à partir de pF 6 et à partir de pF 6,6.

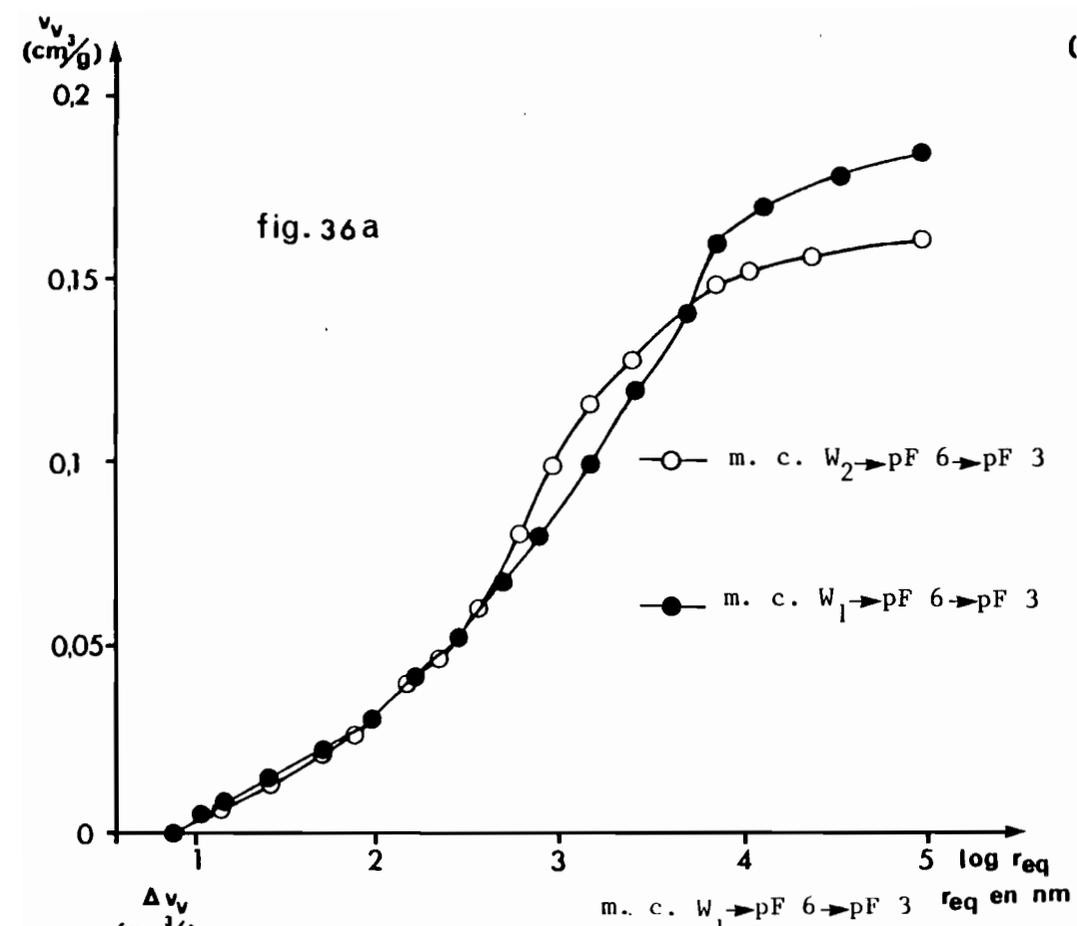


fig. 36a

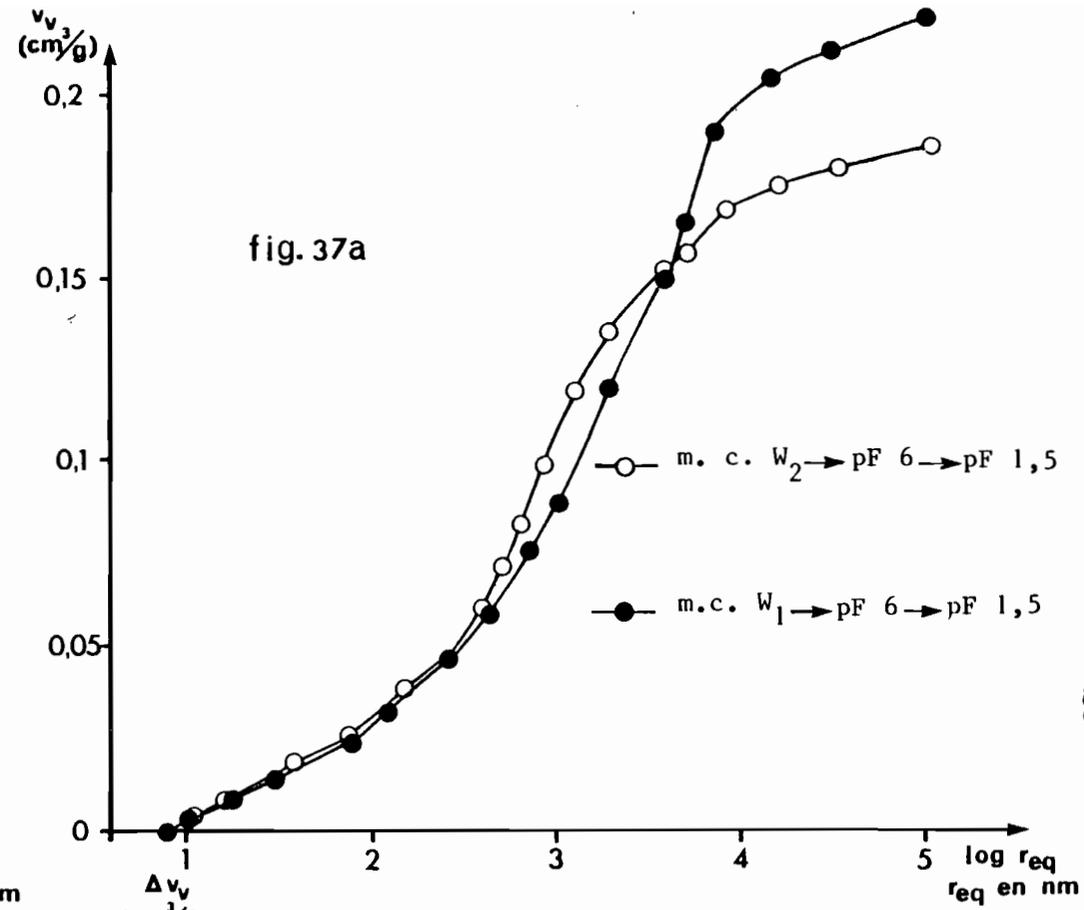


fig. 37a

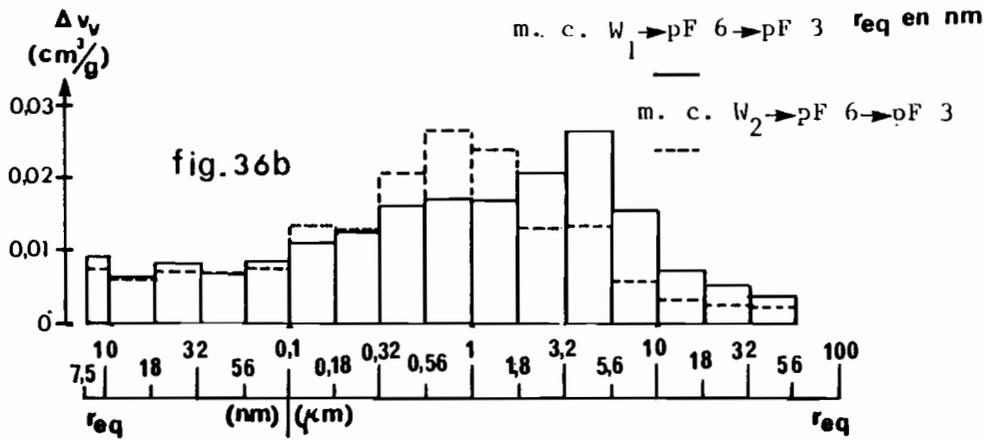


fig. 36b

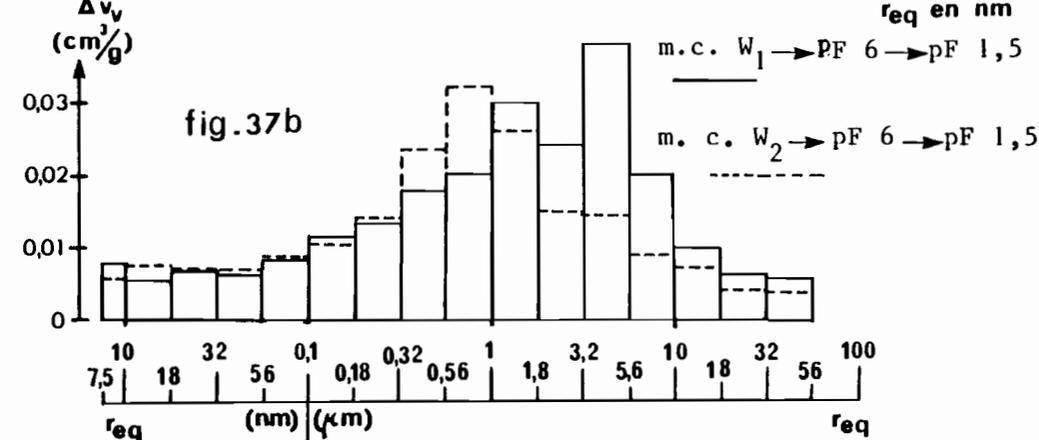


fig. 37b

FIGURE 36 : Comparaison des distributions de la taille des pores des deux types de mottes réhumectées à pF 3 à partir de pF 6.

FIGURE 37 : Comparaison des distributions de la taille des pores des deux types de mottes réhumectées à pF 1,5 à partir de pF 6.

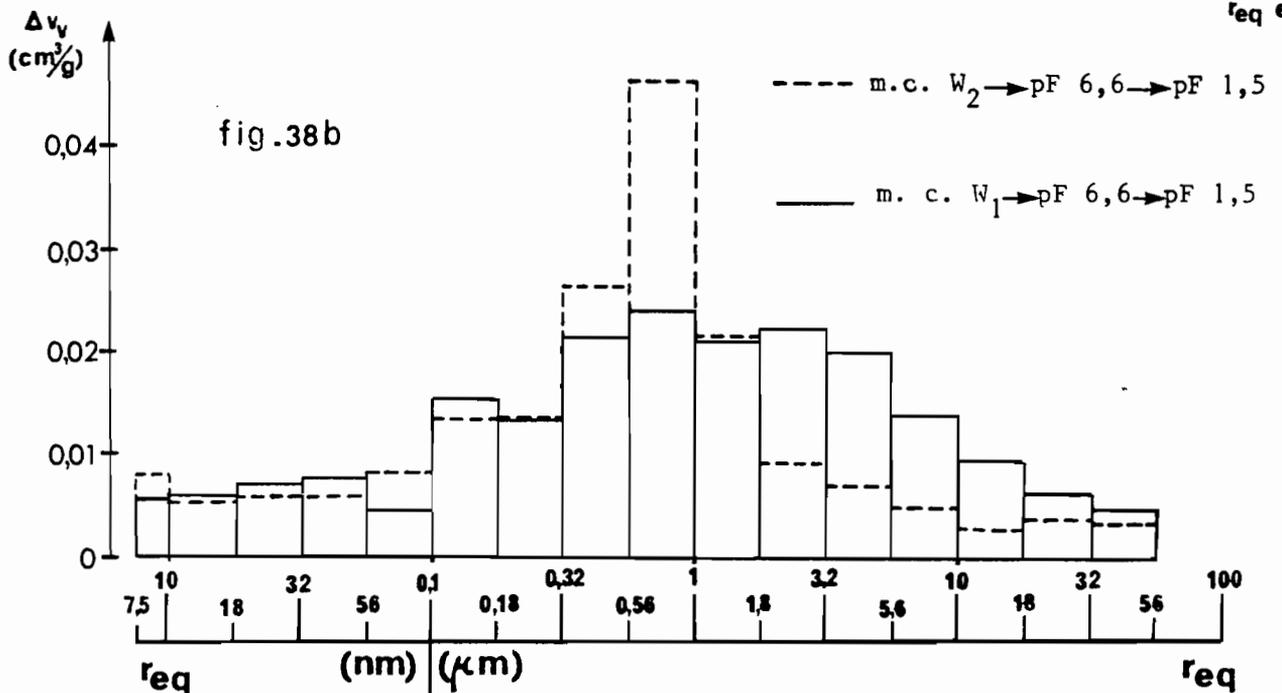
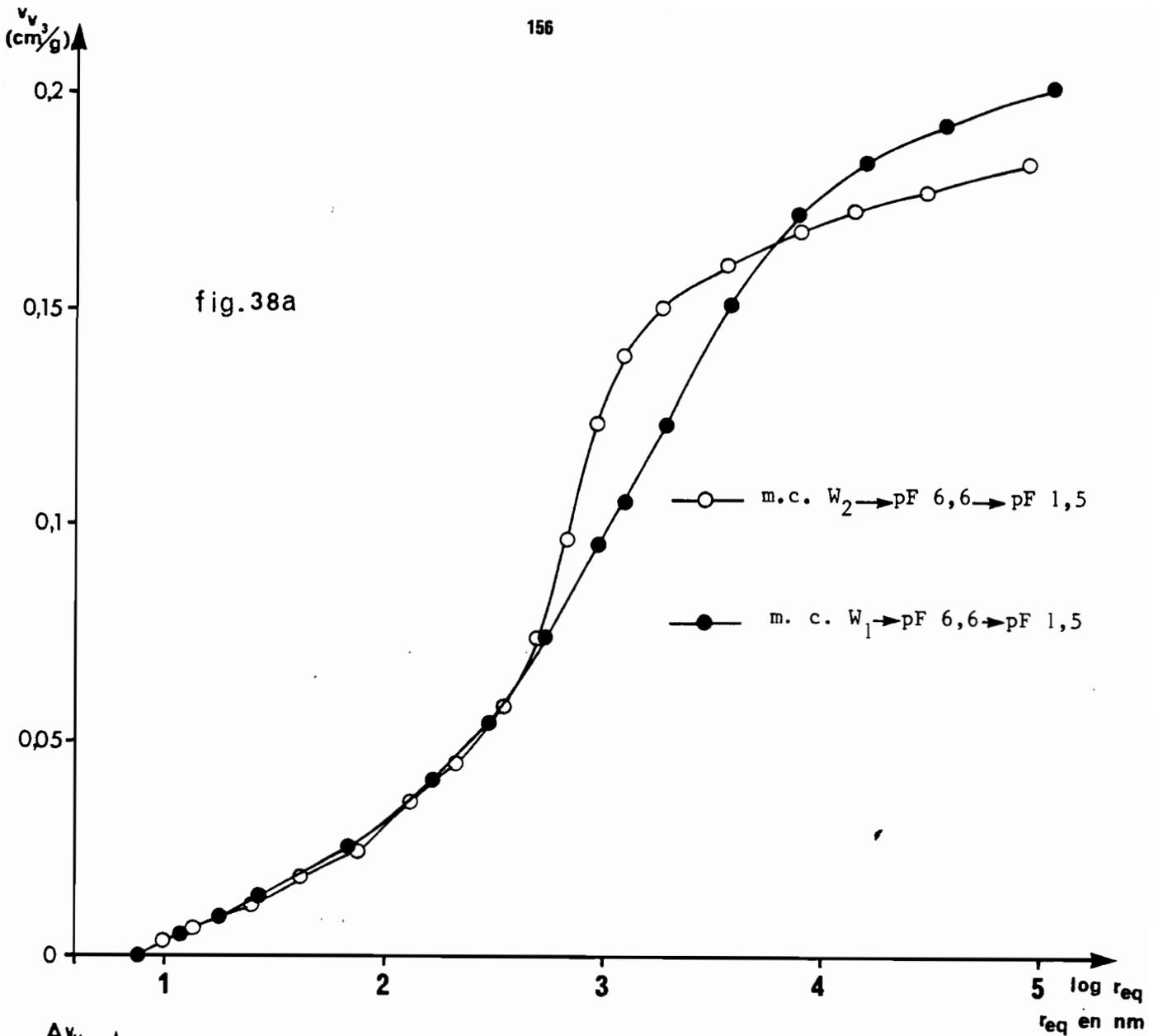


FIGURE 38 : Comparaison des distributions de la taille des pores des deux types de mottes réhumectées à pF 1,5 après la dessiccation jusqu'à pF 6,6 (m. c. W_1 ou m. c. $W_2 \rightarrow pF 6,6 \rightarrow pF 1,5$).

1.5.2 - Discussion

a) Les risques d'artefacts

Ces résultats, selon lesquels la réhydratation des échantillons fortement desséchés se traduit par le développement de pores de r_{eq} supérieur à $0,1 \mu\text{m}$, sans variation notable du volume des pores de r_{eq} inférieur à $0,1 \mu\text{m}$, amènent à s'interroger à nouveau sur les risques d'artefacts causés par la lyophilisation :

La constance du volume des pores de r_{eq} inférieur à $0,1 \mu\text{m}$ peut en effet s'expliquer par une contraction des pores les plus fins, provoquée par une migration d'eau pendant la congélation, ce phénomène étant également à l'origine du développement des pores de r_{eq} supérieur à $0,1 \mu\text{m}$.

Cependant, pour les deux types de mottes, le volume de pores de r_{eq} inférieur à $0,1 \mu\text{m}$ est plus élevé après le compactage qu'après les réhumectations étudiées. Or, les mottes seulement compactées ont été lyophilisées. Plus généralement, la distribution de la taille des pores de chaque type de motte seulement compactée est nettement distincte, dans toute la gamme de variation de r_{eq} , de celles obtenues en réhumectation, même lorsque les teneurs en eau sont du même ordre de grandeur : par exemple (*fig. 30 a et 32 a*), la motte compactée à W_2 , après le compactage ($W = 17,3 \%$), et réhumectée à pF 1,5 à partir de pF 6,6 ($W = 18 \%$) ou pF 6 ($W = 17,8 \%$). De plus, selon le niveau de dessiccation atteint avant la réhumectation, on a observé des différences d'évolution de la distribution de la taille des pores, comparables dans les deux types de mottes.

Aussi, sans vouloir sous-estimer les risques d'artefacts, *il semble que la dessiccation intense subie par les mottes, ait une incidence sur l'évolution de leur espace poral, et donc de leur structure, lorsqu'elles sont réhumectées.*

La constance du volume de pores de r_{eq} inférieur à $0,1 \mu\text{m}$ peut d'ailleurs être attribuée à un *assemblage des particules d'argile, consécutif à la dessiccation, qui reste stable au cours des réhumectations*. Une telle "agrégation" irréversible des particules d'argile a été observée par TESSIER et QUIRK (1979) avec une illite et par TESSIER et al (1980) avec une montmorillonite. Ces auteurs ont montré que *cette modification irréversible de la structure de l'argile, diminue ses propriétés d'hydratation* (cf. III § 2.3.2. c). C'est pourquoi on a étudié les propriétés de rétention de l'eau de la fraction argileuse extraite du matériau du Rheu (cf. V § 2) , réhumectée à partir de différents états de dessiccation.

Quant aux pores de r_{eq} supérieur à $0,1 \mu\text{m}$ dont le développement apparaît être responsable du gonflement, il pourrait s'agir de discontinuités entre les "domaines" de particules agrégées, également observées par les auteurs précédemment cités, dans des échantillons déshydratés par lyophilisation ou par la méthode du point critique.

b) Influence des modifications de distribution de la taille des pores des mottes, au cours des alternances de dessiccation-humectation, sur leurs propriétés de rétention de l'eau

● L'hystérésis de la relation entre le pF et la teneur en eau, observé plus particulièrement à pF 3, peut être expliqué, en partie, par les changements de distribution de la taille des pores des mottes, observés à la suite des alternances de dessiccation-humectation étudiées :

On a reporté sur le tableau XIII :

- les valeurs de volume massique d'eau (v_w) des deux types de mottes, réhumectées à pF 3 à partir de pF 6, et
- les valeurs de volume de pores de r_{eq} compris entre 7,5 nm et 1,53 μm (v_v^w), évaluées à partir des porosimétries à mercure effectuées sur ces mêmes échantillons.

Tableau XIII

Echantillon	Motte compactée à W_2 : séchée à pF 6, réhu- mectée à pF 3	Motte compactée à W_1 : séchée à pF 6, réhu- mectée à pF 3
v_w (cm^3/g)	0,103	0,090
v_v^w (cm^3/g) $v_{7,5 \text{ nm} \leq r_{eq} \leq 1,53 \mu\text{m}}$	0,117	0,100
Δv_w (cm^3/g) v_w dessic. - v_w réhumec.	0,051	0,038
Δv_v^w (cm^3/g) v_v^w dessic. - v_v^w réhumec.	0,037	0,019
$\Delta v_w - \Delta v_v^w$ (cm^3/g)	0,014	0,019

Si on se réfère aux données des tableaux XI et XIII, on peut remarquer que, pour chaque type de motte, la valeur de v_v^w , comme celle de v_w à pF 3, est plus faible en réhumectation qu'en dessiccation (en fait, après le compactage, mais à un pF voisin de pF 3).

Or, pour un type de motte donné, la valeur de v_v^w obtenue en réhumectation, devrait être semblable à celle obtenue en dessiccation, si le phénomène "bouteille d'encre" intervenait seul dans l'hystérésis de la relation entre le pF et la teneur en eau, car la pénétration du mercure, contrairement à l'absorption d'eau, dépend toujours de ce phénomène.

En fait, d'après nos résultats, l'alternance de dessiccation-humectation subie par les mottes modifie leur distribution de la taille des

pores, en diminuant notamment v_v^w , c'est-à-dire le volume des pores susceptible d'être rempli d'eau à pF 3 (en phase de désorption d'eau). Cette diminution, Δv_v^w , est relativement importante par rapport au déficit de réhydratation observé à pF 3, Δv_w^w (Tableau XIII), et d'ailleurs plus importante pour la motte compactée à W_2 que pour la motte compactée à W_1 .

La différence, $\Delta v_w - \Delta v_v^w$, correspond à la part du phénomène "bouteille d'encre" dans l'hystérésis de la relation pF-teneur en eau à pF 3, après la dessiccation à pF 6. Notons, en effet, que l'importance du phénomène "bouteille d'encre" sur la rétention en eau des mottes, avant la dessiccation reste inconnue, et qu'il n'est pas sûr qu'elle soit aussi faible qu'après la dessiccation à pF 6.

La justesse de cette évaluation est liée cependant à la validité des valeurs de v_v^w , qui dépend de l'importance des éventuels artefacts causés par la lyophilisation. De plus, le volume des pores de r_{eq} inférieur à 7,5 nm ne peut être déterminé avec une grande précision, et il n'est pas forcément constant au cours des variations hydriques.

● Le tableau XIV permet de comparer, pour les deux types de mottes réhumectées à pF 1,5 à partir de pF 6 ou de pF 6,6 :

- les volumes massiques d'eau (v_v^w) et
- les volumes de pores de r_{eq} compris entre 7,5 nm et 48 μm , susceptibles d'être remplis d'eau à pF 1,5.

Tableau XIV

Echantillon	Motte compactée à W_1 séchée à pF 6, réhumectée à pF 1,5	Motte compactée à W_1 séchée à pF 6,6, réhumectée à pF 1,5	Motte compactée à W_2 séchée à pF 6, réhumectée à pF 1,5	Motte compactée à W_2 séchée à pF 6,6, réhumectée à pF 1,5
v_w (cm^3/g)	0,222	0,206	0,178	0,180
v_v^w (cm^3/g)				
$7,5 \text{ nm} \leq r_{eq} \leq 48 \mu\text{m}$	0,214	0,197	0,182	0,181

+ Pour la motte compactée à W_1 , la différence de l'ordre de $0,01 \text{ cm}^3/\text{g}$, entre les valeurs de v_w et de v_v^w obtenues après chacune des deux réhumectations, correspond vraisemblablement au volume des pores de r_{eq} inférieur à 7,5 nm qui n'est pas pris en compte dans v_v^w .

+ Pour la motte compactée à W_2 , à l'issue des deux réhumectations, les valeurs de v_w et de v_v^w sont semblables. Cette similitude peut s'expliquer

par la présence dans ce type de motte de pores accessibles au mercure par des seuils de r_{eq} inférieur à $48 \mu\text{m}$, mais dont la taille est plus grande. Le volume poral qui leur correspond pourrait être équivalent au volume des pores de r_{eq} inférieur à $7,5 \text{ nm}$.

+ La moindre hydratation de la motte compactée à W_1 , lorsqu'elle est réhumectée à pF 1,5 après une dessiccation à pF 6,6 au lieu de pF 6, paraît conforme à la différence de v_v^w observée ($\Delta v_v^w = 0,016 \text{ cm}^3/\text{g}$, $\Delta v_v^w = 0,017 \text{ cm}^3/\text{g}$), liée à un volume plus faible de pores de r_{eq} compris entre $3,2 \mu\text{m}$ environ et $10 \mu\text{m}$ (fig. 34 a et b). Cela correspond vraisemblablement à un moindre développement dans la motte préalablement séchée à pF 6,6, de discontinuités, entre les agrégats, remplies d'eau à pF 1,5 (cf. IV § 3.2.1.a). En effet, le volume poral intraagrégats ne varie pas significativement à pF 1,5, selon l'intensité de la dessiccation préalable (cf. IV § 3.1.2.2.3.) et il est probable que l'apparition des discontinuités déplace légèrement vers les petits pores la "limite" entre les tailles des pores interagrégats et des pores intraagrégats.

+ L'hydratation comparable des mottes compactées à W_2 , à l'issue des deux réhumectations est en accord avec la similitude des deux valeurs de v_v^w obtenues.

En conséquence, les valeurs de v_v^w , à pF 1,5, évaluées à partir des porosimétries à mercure, sont cohérentes avec la rétention d'eau des échantillons analysés. La validité des courbes de volume poral cumulé est donc vérifiée pour le point particulier d'abscisse, $\log r_{eq} = 4,68$.

1.6 - Conclusion à l'étude, par la porosimétrie à mercure, de l'évolution de la structure du matériau, sous l'influence des contraintes mécanique et hydriques

La distribution de la taille des pores du matériau limoneux du Rheu, déterminée par la porosimétrie à mercure, évolue sensiblement sous l'influence des contraintes mécanique et hydriques mises en oeuvre expérimentalement.

Le procédé utilisé pour déshydrater les échantillons, la lyophilisation, ne permettrait pas, selon certains auteurs, de conserver la structure initiale des échantillons humides. On a montré à plusieurs reprises que les différences observées entre les divers échantillons analysés ne peuvent correspondre totalement à des artefacts.

Bien que le compactage aux deux teneurs en eau particulières, W_1 et W_2 , ne diminue pas significativement le volume poral intraagrégats des échantillons, il apparaît que la distribution de ce volume poral en fonction de la taille des pores est modifiée, et de manière différente selon la teneur en eau au moment du compactage.

En conséquence, les mottes compactées à W_1 et à W_2 présentent des distributions de la taille des pores nettement distinctes dans la gamme de r_{eq} comprise entre 0,32 et 5,6 μm . Dans la motte compactée à W_2 , les pores dont la taille équivalente se situe entre 0,32 et 1 μm dominent au détriment des pores de r_{eq} plus grands, ce qui permet d'expliquer la plus forte rétention en eau, à pF 3, de ce type de motte par rapport à la motte compactée à W_1 .

Cette différence de distribution de la taille des pores entre les deux types de mottes persiste au cours de la dessiccation, en s'accroissant, et au cours des réhumectations étudiées, en s'atténuant lorsque la dessiccation préalable ne dépasse pas pF 6.

Une dessiccation intense se traduit dans chacun des deux types de mottes par une diminution du volume des pores de r_{eq} inférieur à 0,56 μm , qui n'est que partiellement compensée par une augmentation du volume des pores de r_{eq} plus grand. Ces variations de volume poral ont cependant des amplitudes différentes dans les deux types de mottes, conformément aux différences d'intensité de leur retrait.

Lorsque les échantillons fortement desséchés sont réhumectés, leur gonflement résulte seulement d'un accroissement du volume des pores de r_{eq} supérieur à 0,1 μm , le volume de pores de r_{eq} plus petit ne variant pas. *L'évolution de la distribution de la taille des pores de chaque type de motte, provoquée par une dessiccation intense, n'est donc pas totalement réversible au cours de la réhumectation ; pour la motte compactée à W_2 , notons que cela se produit sans que l'on observe une variation importante du volume poral intraagrégats entre le début et la fin des alternances de dessiccation-réhumectation (cf. IV § 3.1.2.2.2.a). Une telle évolution, partiellement irréversible, de la distribution de la taille des pores du matériau peut être responsable de changements de ses propriétés de rétention de l'eau, expliquant en partie l'hystérésis de la relation entre le pF et la teneur en eau.*

Avant de présenter les quelques observations effectuées en microscopie à balayage, qui apportent certaines informations sur l'espace poral et sur l'organisation des constituants au sein des agrégats, on étudiera quelques propriétés physiques de la fraction argileuse présente dans le matériau limoneux du Rheu, en montrant en particulier la dépendance de ces propriétés de l'histoire hydrique.

2 - NATURE MINÉRALOGIQUE ET COMPORTEMENT PHYSIQUE DE LA FRACTION ARGILEUSE DU MATÉRIAU LIMONEUX DU RHEU

La fraction inférieure à $2\ \mu\text{m}$ a été extraite du matériau limoneux du Rheu, rendue calcique, et amenée par centrifugation à un état de "pâte" argileuse.

2.1 - Analyse minéralogique

L'analyse minéralogique de cette fraction inférieure à $2\ \mu\text{m}$ met en évidence *la présence essentiellement d'illite et de chlorite* :

Le diagramme de rayons X d'un échantillon saturé par Ca (*fig. 39*) présente les séries rationnelles 14,4 Å, 7,2 Å, 4,8 Å et 3,6 Å, d'une part, et 10 Å, 5 Å et 3,35 Å, d'autre part, qui sont respectivement caractéristiques de la chlorite et de l'illite. En effet, ni le chauffage jusqu'à 600°C , ni la saturation à l'éthylène glycol ne provoquent de modification de ce diagramme de rayons X (*fig. 39*).

La réflexion à $7,2\ \text{Å}$ ne peut être attribuée à de la kaolinite. La pauvreté de la fraction inférieure à $2\ \mu\text{m}$ en kaolinite apparaît en effet :

- à l'analyse thermodifférentielle (*fig. 40*) : la perte d'eau entre 400 et 600°C , due à la déshydroxylation des minéraux, n'est que de 5,5 % (une kaolinite pure en perdrait 13,8 %, et une argile 2/1 entre 4,5 et 5,5 %, selon sa nature).

- à l'analyse thermique différentielle (*fig. 41*) : le pic endothermique à 520°C est peu intense.

Les intensités des pics de diffraction des rayons X caractéristiques de l'illite et de la chlorite étant comparables, on peut penser que *les proportions de ces deux minéraux dans la fraction argileuse du matériau du Rheu sont semblables* ; cela est confirmé par le dosage du potassium (3,70 % de K_2O , soit 45 % d'illite).

2.2 - Etude des propriétés de rétention de l'eau, du retrait et du gonflement de la fraction argileuse

Des échantillons de la fraction argileuse du matériau limoneux du Rheu ont été soumis, comme les deux types de mottes, à une dessiccation à partir de l'état "pâteux" et à des réhumectations à partir de niveaux de dessiccation plus ou moins poussés. Pour amener les échantillons à l'équilibre aux différents pF, en dessiccation ou en humectation, on a utilisé les mêmes méthodes que pour les mottes (cf. III § 1.2.).

Deux types de mesures ont été effectués sur les échantillons à l'équilibre : la teneur en eau (W), et la densité sèche (par la méthode au pétrole) permettant d'évaluer le volume massique de vides (v_v). L'ensemble des valeurs de W et de v_v obtenues aux différentes étapes des histoires hydriques sont reportées en Annexe V-2.

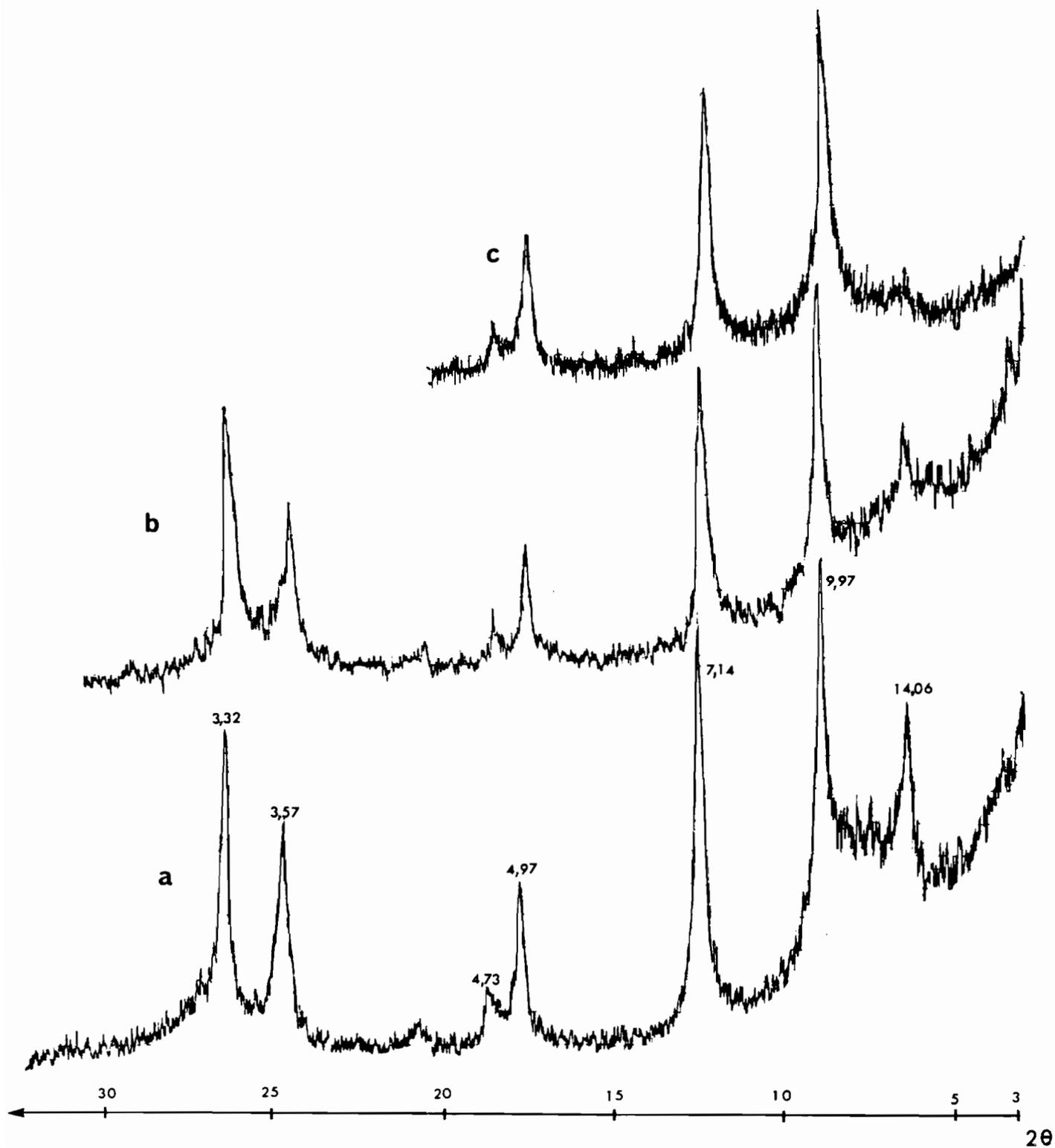


FIGURE 39 : Spectres de rayons X réalisés sur la fraction inférieure à $2 \mu\text{m}$ du matériau limoneux du Rheu
 (a) - Spectre Ca normal
 (b) - Spectre Ca éthylène glycol
 (c) - Spectre Ca, après chauffage à 600°C .

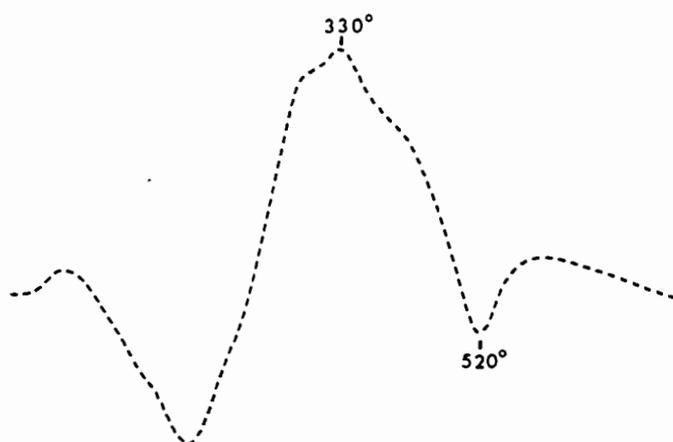


FIGURE 41 : Courbe d'analyse thermique différentielle de la fraction inférieure à 2 μm du matériau limoneux du Rheu.

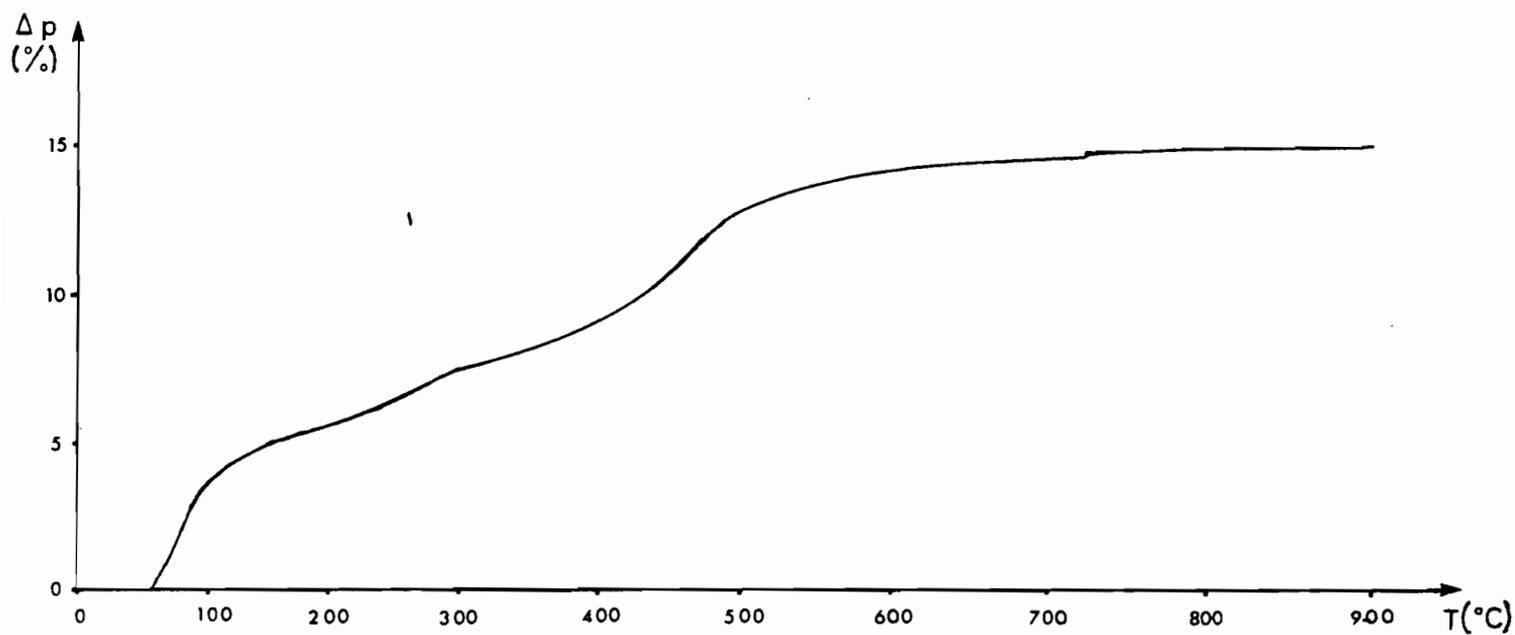


FIGURE 40 : Courbe d'analyse thermopondérale de la fraction inférieure à 2 μm du matériau limoneux du Rheu.

A partir de ces deux types de mesures, on peut étudier le retrait de la fraction argileuse et, l'évolution de ses propriétés de rétention de l'eau et de son gonflement en fonction de l'intensité de la dessiccation qu'elle a subie.

On n'a pas observé en microscopie électronique à balayage l'évolution de la structure de l'argile au cours des variations hydriques. Néanmoins, le comportement physique de cette argile étant caractéristique des illites, on peut, à partir des observations de TESSIER (1978) et de TESSIER et QUIRK (1979) sur une argile de ce type, imaginer l'évolution de l'organisation des particules d'argile en phases de retrait et de gonflement.

Sur la *figure 42*, on a reporté les courbes de variation de la teneur en eau de la fraction argileuse en fonction du pF, pour la dessiccation et pour les réhumectations. Les valeurs de volumes massiques de vides n'ont été rajoutées sur ce graphique que lorsque les échantillons n'étaient pas saturés en eau.

● On peut observer que les échantillons d'argile sont toujours saturés en eau, sauf en fin de dessiccation, un peu avant pF 6. La limite de retrait apparaît aussi pratiquement à pF 6, donc à un pF nettement supérieur à celui pour lequel le matériau limoneux cesse de se rétracter à l'échelle des agrégats. La teneur en eau correspondant à la limite de retrait est de l'ordre de 17 %, soit seulement le dixième de la teneur en eau initiale à pF 1,5, ce qui suppose une modification considérable du mode d'assemblage des particules d'argile au cours de la dessiccation (la porosité passe de 82 % à pF 1,5 à 32 % à l'issue de la dessiccation).

Les particules élémentaires d'une argile du type illite ne correspondent pas à des *crystallites* (empilements d'un certain nombre de feuillets) mais à des "*microdomaines*" en forme de lentille, rigides, constitués de *crystallites* assemblés bord à bord et face à face. Au cours de la dessiccation, l'organisation initiale de ces particules, en "*château de cartes*", s'effondre et elles occupent un espace de plus en plus réduit jusqu'à ce qu'elles soient en contact étroit, face à face (*fig. 43*). Les pores ménagés entre les *microdomaines* commencent alors seulement à se désaturer.

● La quantité d'eau fixée au cours des réhumectations jusqu'à pF 1,5 est d'autant plus faible que la dessiccation préalable a été plus poussée. La variation de la teneur en eau entre pF 3 et pF 1,5 est au plus bas de 8 % et seulement de 2 ou 3 % lorsque la dessiccation a atteint pF 6,6. En conséquence, les échantillons étant saturés entre pF 3 et pF 1,5, le gonflement est aussi très faible.

Au cours des réhumectations, l'organisation des *microdomaines* acquise pendant la dessiccation reste partiellement stable, ce qui explique le déficit de réhydratation, d'autant plus élevé que la dessiccation a été plus intense. L'hydratation et le gonflement résultent seulement du développement de discontinuité de l'ordre de 1 μm de large, qui individualisent des paquets de *microdomaines* (*fig. 43*) appelés "*domaines*".

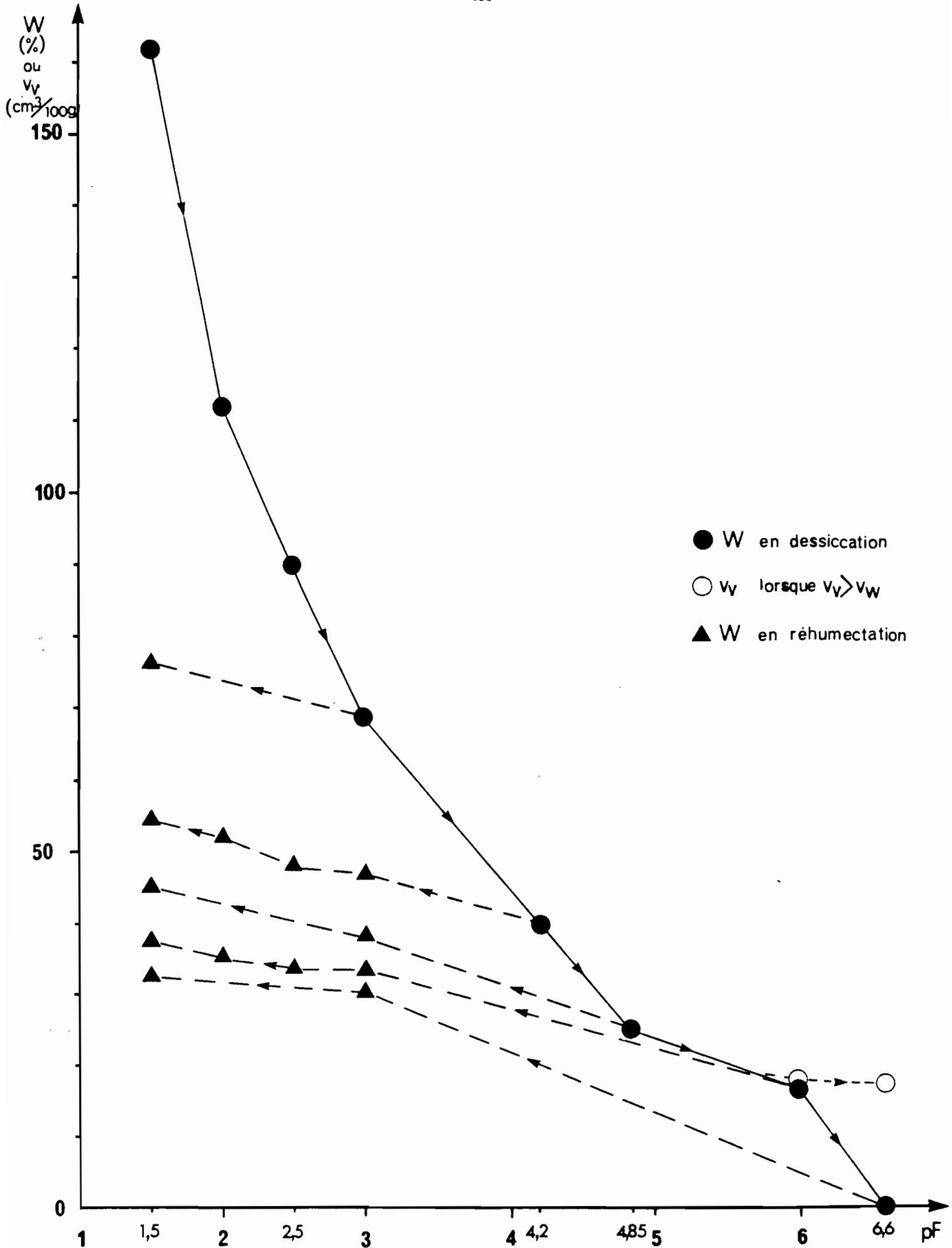


Figure 42 - Courbes de rétention de l'eau de la fraction inférieure à $2 \mu\text{m}$ du matériau limoneux du Rheu

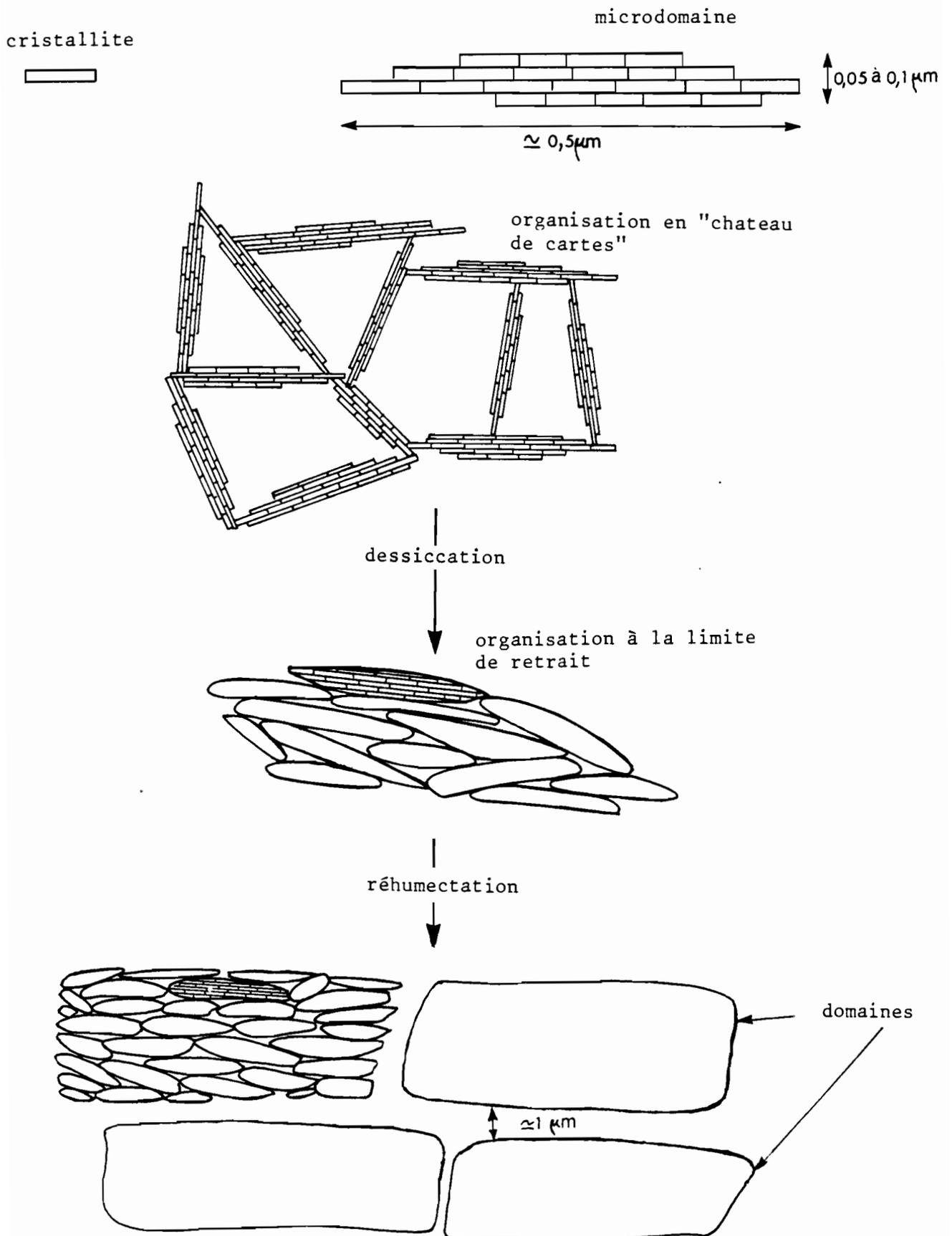


FIGURE 43 : Schéma de l'évolution de l'organisation des particules d'une argile du type illite, au cours de la dessiccation et au cours de la réhumectation.

En conclusion, il apparaît que les propriétés d'hydratation et de gonflement de l'argile présente dans le matériau limoneux du Rheu, et donc l'organisation des constituants argileux, dépendent de l'histoire hydrique du matériau, plus particulièrement de la contrainte maximale de dessiccation qu'il a subie au cours de cette histoire.

3 - OBSERVATIONS EN MICROSCOPIE ELECTRONIQUE A BALAYAGE

Des observations en microscopie électronique à balayage ont été effectuées sur quelques échantillons compactés à W_1 ou à W_2 :

- après le compactage,
- en équilibre à un pF en dessiccation (pF 6), et en réhumectation (pF 1,5 à partir de pF 6,6, pF 6 et pF 4,2).

3.1 - Le microscope électronique à balayage (M. E. B.)

Les observations ont été effectuées, au laboratoire de Science du Sol du C. N. R. A. de Versailles, avec un appareil JEOL JSM 35 équipé du dispositif "Cryoscan".

L'échantillon humide, dont la taille est de l'ordre de 1 ou 2 mm (donc un fragment d'agrégat), est d'abord congelé dans du fréon refroidi par de l'azote liquide. L'échantillon est ensuite fracturé, à l'aide d'un scalpel, dans le sas du microscope, refroidi par de l'azote liquide. La glace se comporte comme un ciment entre les particules ; elle permet d'obtenir une surface nette qui ne correspond pas nécessairement aux discontinuités les plus macroscopiques et recoupe, en conséquence, les différents niveaux d'organisation des constituants. La surface de l'échantillon est enfin métallisée après sublimation de la glace.

3.2 - Observation des deux types de mottes, après le compactage et après la dessiccation à pF 6

Tout d'abord, on peut reconnaître deux types de constituants :

La fracture de l'échantillon dégage parfois totalement des particules de limons fins ou grossiers quartzeux, présentant des surfaces lisses (*photo 16*). Mais, en général, ces particules ne sont pas nettement apparentes, car elles sont recouvertes de "paquets" de particules d'argile, ou domaines argileux, dont les contours sont irréguliers et les surfaces plus rugueuses que celles des limons (*photo 14*).

A l'échelle d'observation du M. E. B., les deux types de mottes ne semblent pas se distinguer, après le compactage comme à l'issue de la

Motte compactée à W_1

Photo 13 : G x 480

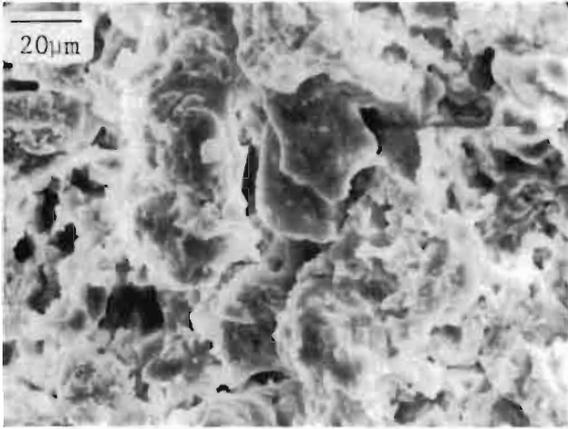
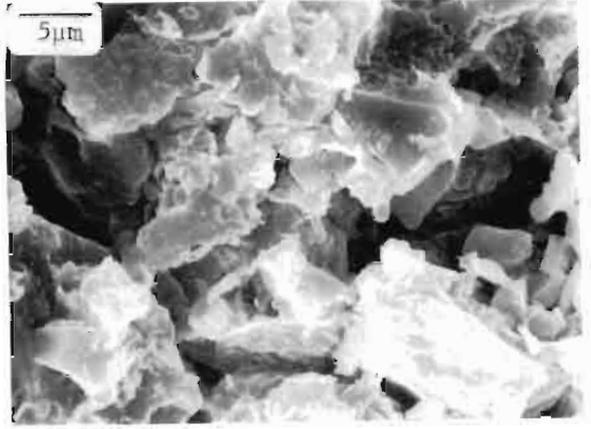


Photo 14 : G x 2000



Motte compactée à W_2

Photo 15 : G x 480

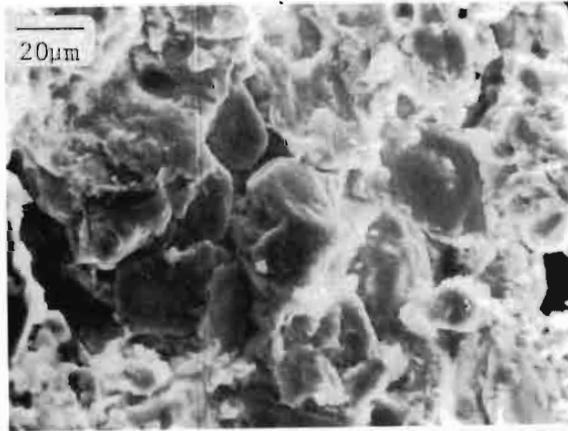


Photo 16 : G x 2000



Motte compactée à W_1 ,
séchée à pF6

Photo 17 : G x 480

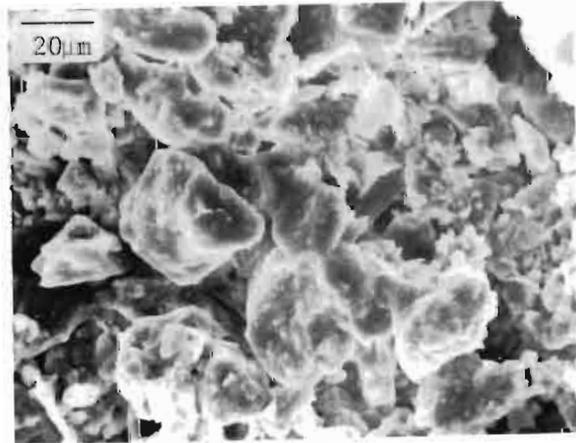
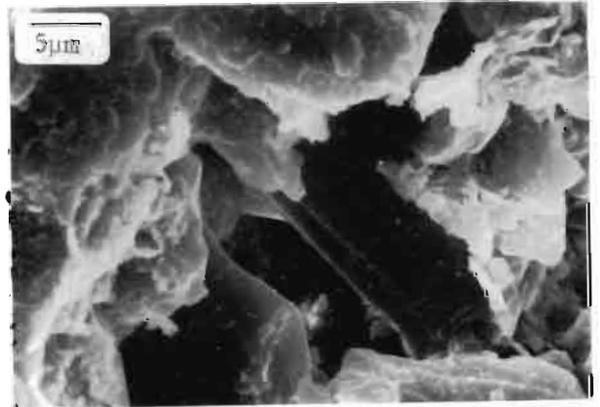


Photo 18 : G x 2000



Motte compactée à W_2 ,
séchée à pF6

Photo 19 : G x 480

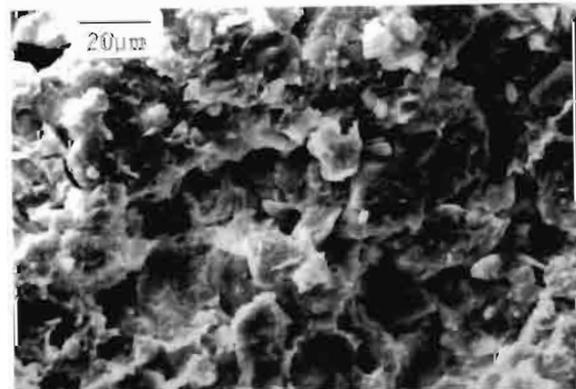
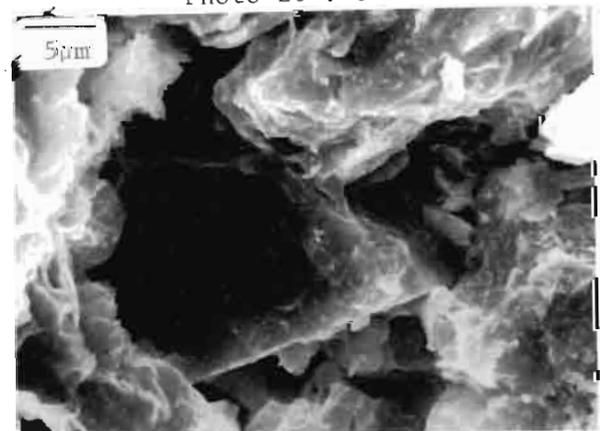


Photo 20 : G x 2000



dessiccation à pF 6, par le mode d'assemblage des constituants ou par la morphologie des pores visibles.

- Dans les deux types de mottes seulement compactées (*photos 13 à 16*), l'essentiel de l'espace poral visible est constitué de pores qui sont des *cavités* ménagées entre des particules de limons enrobées d'argile, dont les dimensions varient entre un et une dizaine de μm .

- Ces cavités sont toujours présentes dans les deux types de mottes séchées à pF 6, et elles sont même observées plus fréquemment que dans les mottes à l'état humide (à W_1 ou à W_2). En effet, bien que les particules de limon enrobées d'argile apparaissent en contact étroit à pF 6, elles sont plus individualisées qu'à l'état humide, sans doute à cause du retrait de l'argile autour des particules de limons (*photos 17 à 20*).

L'analyse des résultats obtenus en porosimétrie à mercure a suggéré l'existence de ces cavités (cf. V § 1.4.2.b), trop petites pour que l'on puisse les observer en microscopie optique compte tenu de l'épaisseur des lames minces.

Or, d'après la porosimétrie à mercure, les distributions de la taille des pores des deux types de mottes se distinguent nettement dans la gamme de r_{eq} comprise entre 0,32 et 5,6 μm , qui correspond, au moins partiellement, aux dimensions des cavités observées en microscopie à balayage.

Les quelques observations effectuées avec le M. E. B. ne sont certes pas suffisantes pour affirmer que la morphologie des pores et, en particulier, leurs dimensions, sont semblables dans les deux types de mottes, d'autant que l'on a été gêné, comme en microscopie optique, par l'hétérogénéité de distribution de l'argile au sein du matériau. Néanmoins, étant donné que les deux types de mottes ont, après le compactage, le même volume poral intraagrégats, *on peut penser que c'est plutôt la taille des seuils des cavités, déterminant leur accessibilité au mercure, qui pourrait être plus petite et plus homogène dans la motte compactée à W_2 que dans la motte compactée à W_1 .*

3.3 - Observation des deux types de mottes réhumectées à pF 1,5 à partir de différents niveaux de dessiccation

Dans les deux types de mottes réhumectées à pF 1,5 à partir de pF 6, on peut observer nettement le développement de *discontinuités au sein de la fraction argileuse dont l'épaisseur est de l'ordre de 1 μm* et qui sont comparables à celles observées par TESSIER et QUIRK (1979) entre les domaines d'un échantillon illitique réhumecté à pF 1,5 (*Photos 21 et 22* pour la motte compactée à W_1 , 23 à 25 pour la motte compactée à W_2). Des cavités subsistent, semblables à celles décrites dans les échantillons seulement compactés ou à l'état sec, mais sont moins nettement visibles, car l'argile gonflée occupe un plus grand espace entre les particules de limons.

Les discontinuités apparaissent à l'origine du gonflement du matériau, si on en juge par l'écartement des particules de limon qu'elles provoquent (*Photo 25*).

On a observé des discontinuités comparables dans les deux types de mottes préalablement desséchées à pF 6,6 ou pF 4,2. Cependant, si on ne parvient toujours pas à différencier les deux types de mottes, après une même histoire hydrique, en revanche, selon le niveau de dessiccation préalable à la réhumectation, on peut observer certaines différences : les discontinuités sont beaucoup plus développées au sein de la fraction argileuse lorsque la dessiccation préalable n'a atteint que pF 4,2 (*Photos 26 et 27*) au lieu de pF 6, et inversement lorsque la dessiccation a atteint pF 6,6 (*Photo 28*). A la périphérie des domaines argileux, l'assemblage des particules d'argile apparaît moins compact à pF 1,5 qu'à l'issue de la dessiccation, et, semble-t-il, d'autant moins compact que celle-ci a été moins poussée.

Ces dernières observations mettent donc en évidence, elles aussi, le rôle de l'histoire hydrique subie par le matériau sur l'organisation des constituants. Elles sont de plus conformes aux résultats obtenus en porosimétrie à mercure, selon lesquels le gonflement se traduit par le développement de pores de r_{eq} de l'ordre du μm . Le développement des discontinuités pourrait accroître les dimensions des seuils par lesquels le mercure accède aux cavités. Le moindre développement des discontinuités lorsque la dessiccation préalable à la réhumectation a atteint pF 6,6 au lieu de pF 6, permettrait alors d'expliquer :

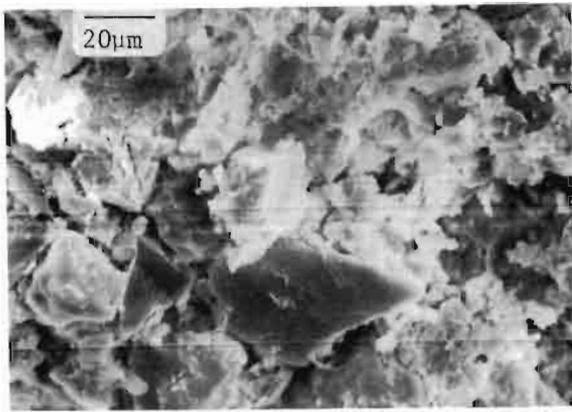
- l'atténuation de la différence entre les distributions de la taille des pores des deux types de mottes, dans le seul cas de la réhumectation à partir de pF 6,
- l'importance relativement faible du phénomène "bouteille d'encre" dans l'hystérésis de la relation pF-teneur en eau, évaluée en réhumectation à pF 3, à partir de pF 6.

4 - CONCLUSION

Au cours de ce dernier chapitre, on a étudié, à l'aide de la porosimétrie à mercure et d'observations en microscopie électronique à balayage, l'évolution de la structure du matériau limoneux du Rheu, soumis expérimentalement à des contraintes mécanique et hydriques.

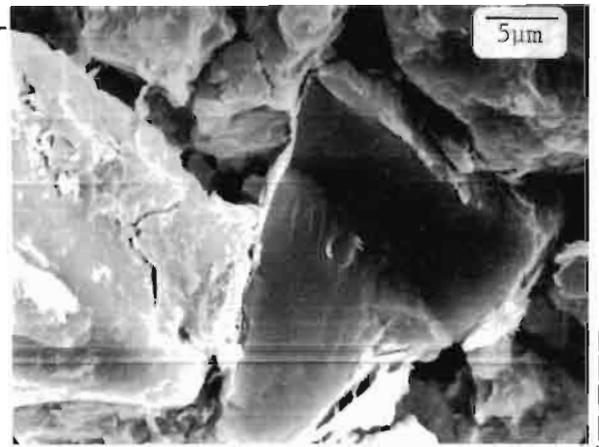
La porosimétrie à mercure a permis de montrer que le compactage aux deux teneurs en eau particulières, W_1 et W_2 , ne se traduit pas seulement par une diminution importante (à W_1) et une disparition (à W_2) du volume poral interagrégats, mais aussi par une modification de la distribution de la taille des pores intraagrégats, et cela, sans variation notable du volume poral intraagrégats.

Photo 21 : G x 480



Motte compactée à W_1 , séchée à pF6, réhumectée à pF 1,5

Photo 22 : G x 2000



Motte compactée à W_2 , séchée à pF6, réhumectée à pF1,5

Photo 23 : G x 480

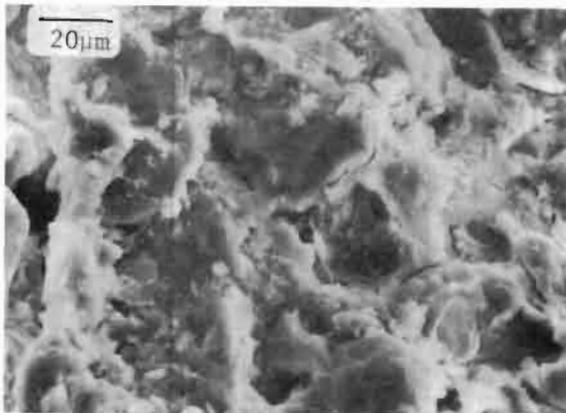


Photo 24 : G x 2000

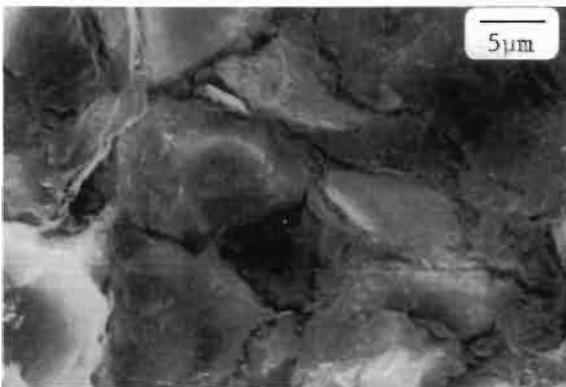
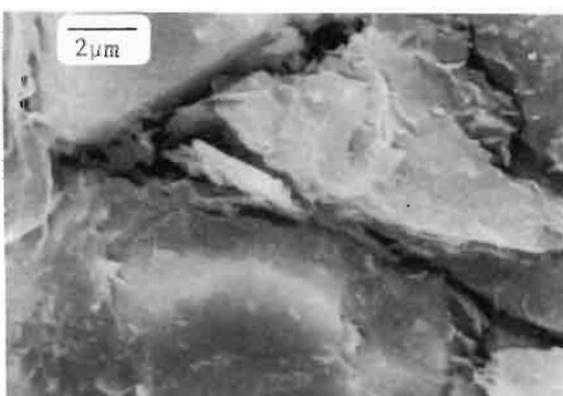


Photo 25 : G x 4800



Motte compactée à W_2 , séchée à pF4,2, réhumectée à pF1,5

Photo 26 : G x 480

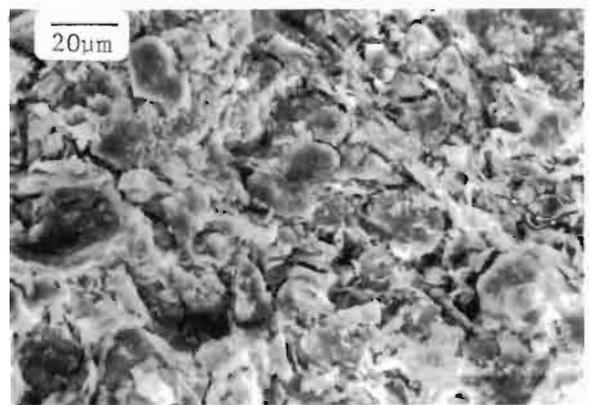
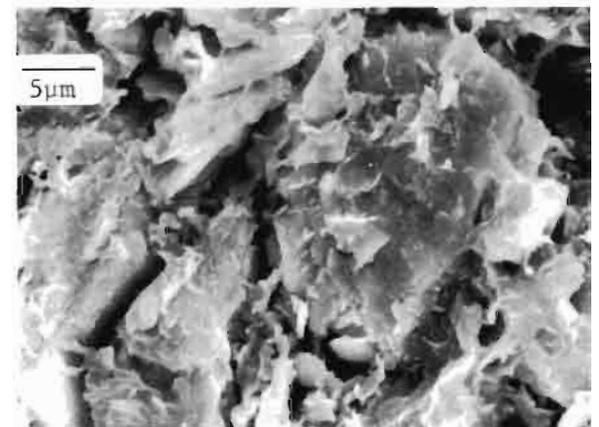
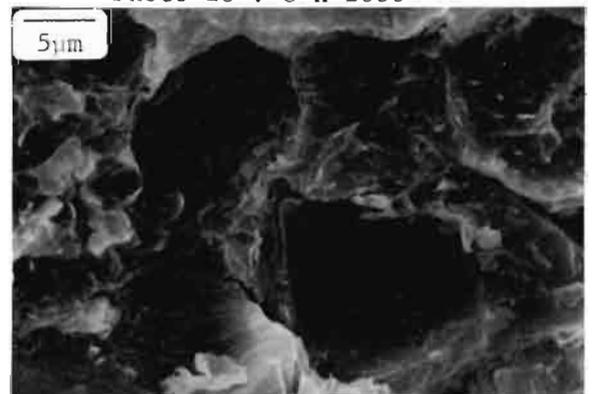


Photo 27 : G x 2000



Motte compactée à W_2 , séchée à pF6,6, réhumectée à pF1,5

Photo 28 : G x 2000



Les échantillons compactés à W_1 et à W_2 présentent des distributions de la taille des pores nettement distinctes dans une large gamme de tailles équivalentes de pores qui inclut, au moins en partie, les dimensions des plus grands pores observés en microscopie électronique à balayage. Ces pores correspondent à des cavités ménagées entre les particules de limons enrobées par des "paquets" ou domaines de particules d'argile, et sont reliés entre eux par des "seuils" plus étroits que leurs propres dimensions. Compte tenu du mécanisme de pénétration du mercure dans les échantillons, ce sont les dimensions de ces seuils, plus que celles des cavités qui sont vraisemblablement, après le compactage à W_2 , plus petites et plus homogènes qu'après le compactage à W_1 .

Ces modifications de la morphologie de l'espace poral intraagrégats permettent d'expliquer les changements de propriétés de rétention de l'eau du matériau à pF 3, à la suite du compactage aux deux teneurs en eau particulières.

Une évolution de l'espace poral intraagrégats n'est pas étonnante, même si elle ne se traduit pas par une diminution du volume poral intraagrégats. En effet, un arrangement des agrégats, d'autant plus serré que leur teneur en eau au moment du compactage est élevée, est la conséquence d'une déformation plus grande des agrégats, favorisée par les propriétés lubrifiantes de l'argile hydratée. Or, cette déformation suppose certaines modifications de l'organisation des constituants au sein des agrégats, et donc de la morphologie de l'espace poral intraagrégats.

La différence de distribution de la taille des pores entre les échantillons compactés aux deux teneurs en eau particulières persiste au cours des histoires hydriques auxquelles ces échantillons ont été soumis (dessiccation jusqu'à pF 6 ou pF 6,6, suivie d'une réhumectation jusqu'à pF 1,5). *Les modifications structurales internes aux agrégats, provoquées par le compactage, n'apparaissent donc pas réversibles au cours de ces variations hydriques, comme d'ailleurs certaines modifications entraînées par la dessiccation.*

On constate en effet que le volume des pores les plus fins (dont la taille équivalente est inférieure à $0,1 \mu\text{m}$), qui a diminué au cours de la dessiccation, reste constant au cours des réhumectations.

Ce phénomène a été attribué à un assemblage plus serré des particules d'argile, à la suite de la dessiccation, qui reste stable au cours des réhumectations ; le gonflement résulte seulement du développement de pores dont la taille est supérieure à $0,1 \mu\text{m}$, et notamment de discontinuités séparant des domaines argileux, dont la largeur est de l'ordre de $1 \mu\text{m}$.

Cette évolution de l'organisation des constituants argileux se traduit par une diminution des propriétés d'hydratation de l'argile, d'autant plus importante que la dessiccation a été intense. Cela peut être la cause de la diminution du seuil hydrique de sensibilité au compactage (W^c) du matériau, lorsqu'il a subi une forte dessiccation avant le compactage (cf. I § 3.1.2.a.).

Les modifications structurales internes aux agrégats, consécutives à la dessiccation, peuvent également expliquer en partie l'hystérésis de la relation entre le pF et la teneur en eau.

La porosimétrie à mercure et la microscopie électronique à balayage ont donc permis de mettre en évidence certaines modifications importantes de la structure du matériau *que les mesures de porosités et les observations en microscopie optique n'avaient pas permis de révéler.*

Or, il s'est avéré que ces modifications pouvaient expliquer certains changements de propriétés physiques du matériau : en particulier, ses propriétés de rétention de l'eau, et peut-être, cela reste à vérifier, ses propriétés de retrait et de gonflement.

CONCLUSION

Au cours de ce travail, nous avons cherché à analyser les conséquences de compactages réalisés dans des conditions bien définies, sur la structure - ou l'espace poral - et sur certaines propriétés physiques d'un matériau limoneux, sensible au tassement.

Le comportement au compactage du matériau a tout d'abord été étudié de manière globale, par la variation de la compacité du matériau lorsqu'il est soumis à une même contrainte mécanique, à plusieurs teneurs en eau différentes.

Lorsque le matériau est compacté aux faibles teneurs en eau, le tassement est d'autant moins intense que les agrégats qui constituent le matériau ont une taille plus homogène. Cette influence de la taille initiale des agrégats diminue progressivement pour les plus fortes teneurs en eau au moment du compactage.

Le seuil hydrique de sensibilité au compactage et la teneur en eau du maximum de compacité sont indépendants de la taille initiale des agrégats. Il est apparu par contre que ces limites de changement d'état (plastique et liquide) dépendaient non seulement de l'énergie mise en jeu par le compactage et de la constitution du matériau (FAURE, 1978), mais aussi de l'histoire du matériau avant le compactage. Cela a été montré en fabriquant les agrégats à l'état humide, d'une part, et après une dessiccation intense, d'autre part.

Le compactage à des teneurs en eau croissantes se traduit par une diminution de plus en plus importante de la porosité interagrégats qui

finir par s'annuler au voisinage de la teneur en eau du maximum de compacité ; le matériau acquiert alors, par la coalescence des agrégats, une structure massive.

La porosité des agrégats de ce matériau limoneux ne diminue pas sous l'action de la contrainte mécanique mise en jeu, ou bien faiblement, lorsque la porosité interagrégats devient négligeable et dans le seul cas où les agrégats ont été fabriqués à l'état sec.

Cependant, nous avons mis en évidence, en analysant la distribution de la taille des pores du matériau, que la morphologie de l'espace poral intraagrégats était sensiblement modifiée par le compactage et de manière variable, selon la teneur en eau à laquelle il est effectué. Ces modifications concernent vraisemblablement les cavités ménagées par l'assemblage des particules de limon enrobées d'argile.

En soumettant à une dessiccation plus ou moins intense, suivie d'une réhumectation, des échantillons compactés ou non, nous avons montré que les effets des compactages sur la structure du matériau, ne sont pas réversibles sous l'action de ces contraintes hydriques :

- Si l'on considère le seul critère d'existence ou non de pores interagrégats, la structure des échantillons n'évolue que faiblement au cours des alternances de dessiccation-humectation. En particulier, lorsque la dessiccation est intense, il se produit, en fin de réhumectation, un début de fragmentation des échantillons à structure initialement massive.

- Cependant, plus le compactage a été réalisé à une teneur en eau élevée, plus les agrégats se rétractent au cours de la dessiccation et moins ils gonflent au cours des réhumectations. En conséquence, les échantillons se distinguent au cours des alternances de dessiccation-humectation, non plus seulement, comme à l'issue du compactage, par leur porosité interagrégats, mais aussi par leur porosité d'agrégats, plus faible dans les échantillons à structure massive. Les effets des tassements les plus intenses sont donc aggravés par les variations hydriques.

- De plus, les modifications de l'espace poral intraagrégats provoquées par le compactage persistent, plus ou moins accentuées, au cours des alternances de dessiccation-humectation. Nous avons également mis en évidence, que l'évolution de la distribution de la taille des pores intraagrégats au cours d'une dessiccation intense, n'est pas réversible, pour les plus petits pores, lorsque le matériau est réhumecté. Cela a été interprété comme résultant d'une agrégation des particules d'argile consécutive à la dessiccation.

Enfin, nous avons pu relier les modifications de structure entraînées par le compactage et les variations hydriques à des changements de propriétés de rétention de l'eau du matériau :

- Le compactage a une influence sur la rétention en eau du matériau dans une large gamme de succions : comprise entre pF 1,5 et pF 4,2 au moins. Les différences observées entre les échantillons compactés ou non sont liées :

. pour les faibles suctions (pF 1,5), aux différences, d'une part, de gonflement des agrégats et, d'autre part, d'importance des pores interagrégats susceptibles, compte tenu de leurs dimensions, d'être alors remplis d'eau,

. pour les suctions moyennes (pF 3 et pF 4,2), aux modifications de l'espace poral intraagrégats.

- Quant aux modifications de structure consécutives à une dessiccation intense, elles sont responsables, en partie, de l'hystérésis de la relation entre le pF et la teneur en eau.

Alors que de nombreux travaux se sont intéressés au rôle de la constitution sur certaines caractéristiques ou propriétés physiques des matériaux pédologiques, l'ensemble de ces résultats obtenus sur un matériau de constitution donnée, montre l'importance des contraintes subies par le matériau au cours de son histoire sur l'évolution de ses caractéristiques structurales. Cette évolution se traduit par des changements de propriétés (rétention de l'eau, par exemple) et de comportement du matériau sous l'action des contraintes qui s'y développent (comportement au compactage, retrait, gonflement).

Cependant, le choix des contraintes énergétiques mises en oeuvre en laboratoire et d'un matériau limoneux pauvre en matière organique nécessite de confronter ces résultats à des données relatives au milieu naturel.

Par exemple, des structures massives sont fréquemment observées sur le terrain à la suite d'interventions de matériels ou de pâturages sur des terrains humides. Il serait important de les caractériser sans négliger le mode d'assemblage des constituants élémentaires. Il est en effet apparu que les modifications de structure provoquées par des contraintes mécaniques ne se traduisent pas nécessairement par un tassement, c'est-à-dire une diminution de porosité, à l'échelle des agrégats, mais par des changements importants de la distribution de cette porosité en fonction de la taille des pores.

Cette dernière caractéristique est accessible par la porosimétrie à mercure ou à azote, mais les courbes de rétention de l'eau, nécessitant des appareils moins sophistiqués, en donnent certains éléments et, en plus, renseignent sur un aspect du fonctionnement du sol. Pour apprécier les avantages ou les inconvénients de certaines modifications de la structure du sol, il serait d'ailleurs important d'étudier leurs conséquences sur d'autres aspects du fonctionnement du sol, tels que la circulation de l'eau, ou le comportement à l'action de sollicitations externes (travail du sol, croissance des racines, notamment).

ANNEXES

	Pages
I - 1 - Analyses physiques et chimiques du matériau limoneux du Rheu.	182
I - 2 - Courbes Proctor du matériau limoneux du Rheu ($W, \bar{\gamma}_d$).	183
II - 1 - Densités sèches d'agglomérats issus d'agrégats non compactés ($\bar{\gamma}_d^a$) et volumes massiques de vides d'agglomérats correspondants (v_v^a), en fonction de la teneur en eau.	184
II - 2 - Compactage du matériau préparé selon le protocole modifié (mesures $\bar{\gamma}_d^{ac}, \bar{\gamma}_d^m$, et v_v^{ac}, v_v^m).	189
II - 3 - Compactage du matériau préparé selon le protocole standard ($\bar{\gamma}_d^{ac}, \bar{\gamma}_d^m$ et v_v^{ac}, v_v^m).	190
III - 1 - Aux différentes étapes hydriques en dessiccation et en humectation, mesures de $W, \bar{\gamma}_d^{ac}$ et $\bar{\gamma}_d^m$, pour les deux types de mottes.	191
IV - 1 - Variation, au cours de la dessiccation de v_v^{ac} et v_v^m . Comparaison des deux types de mottes et du matériau non compacté.	192
IV - 2 - Variation au cours des réhumectations de v_v^{ac} et v_v^m . Comparaison des différentes histoires hydriques pour chaque type de motte, et comparaison des deux types de mottes et du matériau non compacté.	195
V - 1 - Résultats des porosimétries à mercure.	203
V - 2 - Mesures sur la fraction argileuse extraite du matériau limoneux du Rheu : W et v_v en fonction du pF en dessiccation et en réhumectation.	208

ANNEXE I - 1 : Résultats de quelques analyses physiques et chimiques effectuées sur le matériau limoneux du Rheu.

- . Le matériau pédologique utilisé dans ce travail a été prélevé dans un horizon d'accumulation d'argile (B_t) d'un sol brun faiblement lessivé et légèrement hydromorphe développé sur un matériau limoneux. La parcelle expérimentale du Rheu, au Sud-Ouest de Rennes (action concertée O. N. I. C./I. N. R. A./I. T. C. F.) a fait l'objet d'une étude pédologique détaillée par CURMI (1974). Le profil de sol présente la succession d'horizons suivante :

A_p (0 - 27 cm)/ A_3 (28 - 45 cm)/ B_t (45 - 90 cm)/(B/C_g) (90 - 120 cm)/horizon caillouteux beige (120 - 180 cm)/horizon limono-argileux rouge (180 - 220 cm).

- . Toutes les analyses ont été effectuées sur les quatre types d'agrégats fabriqués pour être compactés.

	:Protocole standard:		:Protocole modifié:	
	:0 - 2 mm	:2 - 5 mm	:0 - 2 mm	:2 - 5 mm
: Granulométrie sans décalcification (en %) :	:	:	:	:
: - Argile (0 à 0,002 mm)	: 20,6	: 21,8	: 21,3	: 22,6
: - Limons fins (0,002 à 0,020 mm)	: 24,3	: 25,0	: 24,0	: 24,0
: - Limons grossiers (0,020 à 0,050 mm)	: 47,4	: 45,4	: 46,6	: 45,2
: - Sables fins (0,050 à 0,200 mm)	: 5,1	: 5,5	: 5,8	: 6,3
: - Sables grossiers (0,200 à 2 mm)	: 2,6	: 2,3	: 2,3	: 1,9
: . Carbone org. méthode Anne ... (‰)	: 3,4	: 3,0	: 3,1	: 3,1
: . Matière organique	: 5,9	: 5,1	: 5,4	: 5,4
: . Azote "Kjeldahl"	: 0,45	: 0,44	: 0,47	: 0,51
: . Rapport carbone organique (Anne)/azote Kjeldahl	: 7,60	: 6,80	: 6,66	: 6,12
: . pH "eau"	: 7,0	: 7,2	: 7,0	: 7,2
: . pH "K Cl N."	: 5,9	: 5,8	: 6,2	: 6,1
: . Capacité d'échange méthode de Motson (meq/100 g)	: 7,9	: 8,7	: 7,3	: 8,1
: - Calcium échangeable (meq/100 g).....	: 7,1	: 7,3	: 6,8	: 7,5
: - Magnésium échangeable (meq/100 g)	: 0,64	: 0,67	: 0,59	: 0,67
: - Potassium échangeable (meq/100 g)	: 0,126	: 0,132	: 0,082	: 0,135
: - Sodium échangeable (meq/100 g)	: 0,128	: 0,123	: 0,075	: 0,085

Annexe I - 2 : Courbes Proctor du matériau limoneux du Rheu :

Densités sèches ($\bar{\gamma}_d$) mesurées après compactage Proctor, en fonction de la teneur en eau (W), selon le mode de fabrication des agrégats (protocole standard ou modifié) et selon la taille initiale des agrégats.

Protocole standard				Protocole modifié			
Agrégats de 0 à 2 mm		Agrégats de 2 à 5 mm		Agrégats de 0 à 2 mm		Agrégats de 2 à 5 mm	
W (%)	$\bar{\gamma}_d$						
1,8	1,461	1,8	1,306	3,0	1,314	6,8	1,414
3,6	1,483	3,7	1,402	4,2	1,324	7,1	1,420
5,6	1,550	5,6	1,458	7,7	1,406	8,6	1,469
7,5	1,571	7,7	1,545	8,6	1,476	9,0	1,454
9,5	1,624	9,7	1,580	8,5	1,463	9,4	1,509
11,7	1,681	11,7	1,665	9,9	1,539	10,5	1,519
13,6	1,720	13,7	1,704	10,2	1,472	11,1	1,580
15,7	1,741	15,7	1,731	10,9	1,581	11,5	1,592
17,4	1,717	17,3	1,702	12,1	1,608	11,6	1,577
		18,9	1,658	12,2	1,603	11,7	1,585
				12,2	1,619	12,6	1,607
				12,7	1,645	12,6	1,606
				13,5	1,672	13,7	1,641
				14,6	1,701	15,3	1,700
				15,8	1,730	15,9	1,707
				16,6	1,751	16,5	1,705
				17,2	1,743	17,5	1,727
				17,9	1,727	18,2	1,721
				18,7	1,707	19,3	1,692
				20,0	1,655		

densité de solide $\bar{\gamma}_s = 2,672$

ANNEXE II - 1 - Densités sèches d'agglomérats issus d'agrégats non compactés ($\bar{\gamma}_d^a$) en fonction de la teneur en eau et volumes massiques de vides d'agglomérats (v_v^a) correspondants.

①

1) Agrégats préparés selon le protocole modifié

Teneurs en eau (W, en %)	Mesures de $\bar{\gamma}_d^a$	Moyenne des mesures de $\bar{\gamma}_d^a$ et intervalle de confiance (risque de 1 %)	P.P.D.S. (1)	Valeurs de v_v^a (en cm ³ /100 g) avec $\bar{\gamma}_s = 2,672$	Moyenne des valeurs de v_v^a et intervalle de confiance (risque 1 %)
0 (séchage à 105° C)	1,802 ; 1,791 ; 1,791 ; 1,803 ; 1,803 ; 1,792	1,797 ± 0,009	0,013	18,07 ; 18,41 ; 18,41 ; 18,04 ; 18,04 ; 18,38	18,22 ± 0,29
2,7	1,774 ; 1,790 ; 1,790 ; 1,786 ; 1,791 ; 1,790	1,787 ± 0,009	N. S. ; 0,013	18,94 ; 18,44 ; 18,44 ; 18,57 ; 18,41 ; 18,44	18,54 ± 0,29
4,5	1,806 ; 1,790 ; 1,783 ; 1,788 ; 1,785 ; 1,796	1,791 ± 0,009	N. S. ; 0,016	17,94 ; 18,44 ; 18,66 ; 18,50 ; 18,60 ; 18,25	18,40 ± 0,29
6,9	1,778 ; 1,784 ; 1,772	1,778 ± 0,013	N. S.	18,82 ; 18,63 ; 19,01	18,82 ± 0,41
8,7	1,767 ; 1,769 ; 1,761 ; 1,783 ; 1,773 ; 1,763 ; 1,775 ; 1,766 ; 1,793 ; 1,763 ; 1,778 ; 1,782	1,773 ± 0,007	0,015 ; N. S. ; 0,012	19,17 ; 19,10 ; 19,36 ; 18,66 ; 18,98 ; 19,30 ; 18,91 ; 19,20 ; 18,35 ; 19,30 ; 18,82 ; 18,69	18,98 ± 0,20
9,4	1,781 ; 1,779 ; 1,770 ; 1,766 ; 1,750 ; 1,775	1,770 ± 0,009	N. S.	18,72 ; 18,79 ; 19,07 ; 19,20 ; 19,72 ; 18,91	19,07 ± 0,29
11,1	1,744 ; 1,738 ; 1,741 ; 1,743 ; 1,755 ; 1,754 ; 1,748 ; 1,745 ; 1,756 ; 1,765 ; 1,763 ; 1,767	1,752 ± 0,007	0,012 ; (+)	19,91 ; 20,11 ; 20,01 ; 19,95 ; 19,55 ; 19,59 ; 19,52 ; 19,78 ; 19,88 ; 19,23 ; 19,30 ; 19,17	19,61 ± 0,20
13	1,739 ; 1,750 ; 1,753 ; 1,750 ; 1,744 ; 1,749 ; 1,744 ; 1,738 ; 1,741	1,745 ± 0,008	0,010 ; N. S. ; 0,012	20,08 ; 19,72 ; 19,62 ; 19,72 ; 19,91 ; 19,75 ; 19,91 ; 20,11 ; 20,01	19,87 ± 0,24
15,6	1,745 ; 1,743 ; 1,746 ; 1,765 ; 1,751 ; 1,753	1,750 ± 0,009	N. S.	19,88 ; 19,95 ; 19,85 ; 19,23 ; 19,69 ; 19,62	19,70 ± 0,29
17,7	1,736 ; 1,740 ; 1,752 ; 1,749 ; 1,754 ; 1,733 ; 1,765 ; 1,751 ; 1,753	1,748 ± 0,008	0,012 ; N. S. ; 0,015	20,18 ; 20,05 ; 19,65 ; 19,75 ; 19,59 ; 20,28 ; 19,23 ; 19,69 ; 19,62	19,78 ± 0,24
19,3	1,765 ; 1,754 ; 1,764	1,761 ± 0,013	N. S.	19,23 ; 19,59 ; 19,26	19,36 ± 0,41

(1) N. S. : non significatif.

(+) Significatif.

②

a) ► Analyse de variance des mesures de $\bar{\gamma}_d^a$ ► Analyse de variance pour les valeurs de v_v^a

Source de variation:	Somme des carrés :	Nombre de degrés de liberté (S.C.E.) :	Variance σ^2 (écart-type) :	F calculé	Source de variation:	S.C.E. :	d.d. :	Varian- ce σ^2 :	F calculé
Facto- rielle(W):	0,024032	10	0,0024032 (0,049)	0,002402 0,0000753	Facto- rielle(W):	24,5212	10	2,45212 (1,57)	34,13
Résiduel- le	0,005043	67	0,0000753 (0,0087)		Résiduel- le	4,8137	67	0,0718 (0,27)	
Totale	0,0290,75	77	0,0003776		Totale	29,3349	77	0,3810	

$$F \text{ calculé} = 31,91 > F_{67;1\%}^{10} = 2,60$$

$$F \text{ calculé} = 31,91 > F_{56;1\%}^{10} = 3,49$$

$$F \text{ calculé} = 34,13 > F_{67;1\%}^{10} = 2,60$$

$$F \text{ calculé} = 34,13 > F_{67;1\%}^{10} = 3,49$$

► La teneur en eau a donc une influence significative sur $\bar{\gamma}_d^a$ ou v_v^a (avec un risque de 1%).

► L'intervalle de confiance des moyennes de $\bar{\gamma}_d^a$ ou de v_v^a , calculé, pour chaque teneur en eau, avec un risque de 1% :

$$\bar{\gamma}_d^a \pm t_{67;1\%} \sqrt{\frac{\hat{\sigma}_r^2}{n}} \quad \text{ou} \quad v_v^a \pm t_{67;1\%} \sqrt{\frac{\hat{\sigma}_r^2}{n}}$$

avec $t_{67;1\%} = 2,653$, $\hat{\sigma}_r^2$ estimation de la variance des mesures de $\bar{\gamma}_d^a$ ou v_v^a (donnée par la variance résiduelle) et n nombre de mesures.

$$\bar{\gamma}_d^a \pm \frac{0,023}{\sqrt{n}} \quad \text{ou} \quad v_v^a \pm \frac{0,71}{\sqrt{n}}$$

③

b). La plus petite différence significative entre deux moyennes (P. P. D. S.) est :

$$t_{67;1\%} \sqrt{\hat{\sigma}_r^2 \left(\frac{1}{n_1} + \frac{1}{n_2} \right)} \text{ avec } n_1 \text{ et } n_2, \text{ nombres de mesures de chacune des 2 moyennes.}$$

Seule la différence entre les moyennes à 11,1 et 9,4% de teneur en eau est significative.

En regroupant les valeurs de $\bar{\gamma}_d^a$ obtenues à $W = 0, 2,7$ et $4,5\%$, puis à $W = 6,9, 8,7$ et $9,4\%$, et à $W = 11,1, 13, 15,6$ et $17,7\%$: la P. P. D. S. s'écrit :

$$t_{67;1\%} \sqrt{\hat{\sigma}_r^2 \left(\frac{1}{n_1} + \frac{1}{n_2} \right)}, \text{ avec } n_1 \text{ et } n_2 \text{ plus grands que précédemment.}$$

W (%)	Moyenne de l'ensemble des mesures de $\bar{\gamma}_d^a$	Nombre de mesures	P. P. D. S. (+) : significatif
0 ; 2,7 ; 4,5	1,792	18	0,007 (+)
6,9 ; 8,7 ; 9,4	1,773	21	
11,1 ; 13 ; 15,6 ; 17,7	1,750	39	0,006 (+)

Les 3 domaines de variation de la teneur en eau donnent donc des moyennes de $\bar{\gamma}_d^a$ significativement différentes.

④ 2) Agrégats préparés selon le protocole standard

Teneur en eau (W, en %)	Mesures de $\bar{\gamma}_d^a$	Moyenne des mesures de $\bar{\gamma}_d^a$ et intervalle de confiance (risque de 1 %)	Valeurs de v_v^a correspondantes (en $\text{cm}^3/100\text{g}$)	Moyenne des valeurs de v_v^a (en $\text{cm}^3/100\text{g}$) et intervalle de confiance (risque de 1 %)
0	:1,744 ; 1,775 ; 1,760	:1,760 \pm 0,013	:19,91 ; 18,91 ; 19,39	:19,40 \pm 0,48
1,4	:1,770 ; 1,767 ; 1,759	:1,765 \pm 0,013	:19,07 ; 19,16 ; 19,49	:19,24 \pm 0,48
1,8	:1,764 ; 1,769 ; 1,775	:1,769 \pm 0,013	:19,26 ; 19,10 ; 18,91	:19,09 \pm 0,48
3,5	:1,775 ; 1,762 ; 1,760	:1,766 \pm 0,013	:18,91 ; 19,32 ; 19,39	:19,21 \pm 0,48
5,4	:1,755 ; 1,765 ; 1,745	:1,755 \pm 0,013	:19,55 ; 19,23 ; 19,88	:19,55 \pm 0,48
7,4	:1,731 ; 1,741 ; 1,732	:1,735 \pm 0,013	:20,34 ; 20,01 ; 20,31	:20,22 \pm 0,48
9,5	:1,728 ; 1,735 ; 1,732	:1,732 \pm 0,013	:20,44 ; 20,21 ; 20,31	:20,32 \pm 0,48
11,6	:1,721 ; 1,717 ; 1,724	:1,721 \pm 0,013	:20,67 ; 20,81 ; 20,57	:20,68 \pm 0,48
14	:1,700 ; 1,684 ; 1,696	:1,693 \pm 0,013	:21,39 ; 21,95 ; 21,53	:21,62 \pm 0,48
15,6	:1,697 ; 1,689 ; 1,688	:1,691 \pm 0,013	:21,50 ; 21,78 ; 21,81	:20,70 \pm 0,48
17,1	:1,700 ; 1,685 ; 1,706	:1,697 \pm 0,013	:21,39 ; 21,92 ; 21,19	:21,57 \pm 0,48
19,5	:1,685 ; 1,670 ; 1,684	:1,680 \pm 0,013	:21,92 ; 22,45 ; 21,95	:22,11 \pm 0,48

⑤ a) ► Analyse de variance des mesures de $\bar{\gamma}_d^a$ ► Analyse de variance des valeurs de v_v^a

Source de variation	S. C.	E. d.d.l.	Variance (écart-type)	F calculé	Source de variation	S. C.	E. d.d.l.	Variance (écart-type)	F calculé
Factorielle (W)	:0,036437	11	:0,003312	49,43	Factorielle (W)	:40,8407	11	:3,7128 (1,93)	43,17
Résiduel	:0,001611	24	:0,000067 (0,0082)		Résiduel	:2,0633	24	:0,0860 (0,29)	
Totale	:0,038048	35	:0,001087		Totale	:42,9040	37		

$$F \text{ calculé} = 49,63 > F_{24}^{11}, 1\% = 3,10$$

$$F \text{ calculé} = 49,63 > F_{24}^{11}, 1\% = 5,01$$

$$F \text{ calculé} = 43,17 > F_{24}^{11}, 1\% = 5,01$$

► La teneur en eau a donc une influence significative sur $\bar{\gamma}_d^a$ et sur v_v^a (avec un risque de 1 %).

► L'intervalle de confiance des moyennes de $\bar{\gamma}_d^a$, pour chacune des teneurs en eau est, avec un risque de 1 % :

$$\bar{\gamma}_d^a \pm t_{24;1\%} \sqrt{\frac{\hat{\sigma}_r^2}{n}} = \bar{\gamma}_d^a \pm 2,797 \sqrt{\frac{0,000067}{3}}$$

$$= \bar{\gamma}_d^a \pm 0,013$$

$$\text{De même, pour } v_v^a : v_v^a \pm 2,797 \sqrt{\frac{0,086}{3}}$$

$$= v_v^a \pm 0,48$$

- ⑥ b) . La plus petite différence significative entre deux moyennes :

$$t_{24;1\%} \sqrt{\frac{2\hat{\sigma}_r^2}{3}} = 0,019$$

Seules les moyennes à $W = 11,6$ et 14% sont significativement différentes un risque de 1% .

En regroupant les mesures en trois domaines de variation de la teneur en eau (cf. tableau suivant), on constate que les moyennes de $\bar{\gamma}_d^a$ de ces domaines sont significativement différentes.

W (%)	Moyenne de l'ensemble des mesures de $\bar{\gamma}_d^a$	Nombre de mesures	P. P. D. S. (+) : significatif
0 ; 1,4 ; 1,8 ; 3,5 ; 5,4	1,763	15	0,010 (+)
7,4 ; 9,5 ; 11,6	1,729	9	0,010 (+)
14 ; 15,6 ; 17,1 ; 19,5	1,690	12	

$$P. P. D. S. = t_{24;1\%} \sqrt{\hat{\sigma}_r^2 \left(\frac{1}{n_1} + \frac{1}{n_2} \right)}$$

- 3) Comparaison, entre les deux protocoles de préparation des agrégats, des densités sèches d'agglomérats, à différentes teneurs en eau

- ⑦ a) . Les variances résiduelles obtenues pour les deux protocoles de préparation des agrégats (estimations des variances des mesures de $\bar{\gamma}_d^a$ pour ces deux protocoles) ne sont pas significativement différentes :

$$\frac{\hat{\sigma}_r^2 \text{ modifié}}{\hat{\sigma}_r^2 \text{ standard}} = \frac{0,753}{0,67} = 1,12 < F_{67}^{24, 1\%} = 2,40$$

- ⑧ b). La plus petite différence significative entre les densités sèches d'agglomérats issues des agrégats préparés selon les deux protocoles, est obtenue par la formule suivante; elle est variable selon le nombre de mesures (n_i) effectuées à chacune des teneurs en eau particulières pour le protocole modifié :

$$t_{91;1\%} \sqrt{\frac{\hat{\sigma}_r^2 \text{ modifié}}{n_i} + \frac{\hat{\sigma}_r^2 \text{ standard}}{3}} = P. P. D. S. (1\%)$$

avec $91 = 67 + 24$ (somme des degrés de libertés de chacune des deux variances résiduelles)

$$\text{et } t_{91;1\%} = 2,633$$

n_i	3	6	9	12
P. P. D. S.	0,018	0,016	0,015	0,014

Teneur en eau (W, en %)	$\bar{\gamma}_d^a$ modifié - $\bar{\gamma}_d^a$ standard	n_i	P.P.D.S.(1 %)
Protocole modifié:Protocole standard			
0 : 0	: 1,797 - 1,760 = 0,037	: 6	: 0,016
2,7 : 1,8	: 1,787 - 1,765 = 0,022	: 6	: 0,016
2,7 : 3,5	: 1,787 - 1,766 = 0,021	: 6	: 0,016
4,5 : 3,5	: 1,791 - 1,766 = 0,025	: 6	: 0,016
6,9 : 7,4	: 1,778 - 1,735 = 0,043	: 3	: 0,018
9,4 : 9,5	: 1,770 - 1,732 = 0,038	: 6	: 0,016
11,1 : 11,6	: 1,752 - 1,721 = 0,031	: 12	: 0,014
13 : 14	: 1,745 - 1,693 = 0,052	: 9	: 0,015
15,6 : 15,6	: 1,750 - 1,691 = 0,059	: 6	: 0,016
17,7 : 17,1	: 1,748 - 1,697 = 0,051	: 9	: 0,015
19,3 : 19,5	: 1,761 - 1,680 = 0,081	: 3	: 0,018

Les différences entre les moyennes de $\bar{\gamma}_d^a$ des agrégats préparés selon le protocole modifié et ceux préparés selon le protocole standard sont donc toujours significatives.

⑨

c) De plus, ces différences apparaissent significativement plus faibles pour les teneurs en eau inférieures à 3,5 - 4,5 % (dans trois cas sur quatre) que pour les teneurs en eau supérieures à 13 - 14 %. L'écart entre une différence à l'état humide et une différence à l'état sec peut s'écrire :

$$(\bar{\gamma}_d^a \text{ mod.} - \bar{\gamma}_d^a \text{ std}) \text{ hum.} - (\bar{\gamma}_d^a \text{ mod.} - \bar{\gamma}_d^a \text{ std}) \text{ sec.}$$

Les valeurs obtenues sont rassemblées dans le tableau ci-après. La plus petite valeur significative de cet écart, avec un risque de 1 %, est :

$$t_{91;1\%} \sqrt{\frac{2\sigma_{\bar{\gamma}_d^a \text{ std.}}^2}{3} + \frac{\sigma_{\bar{\gamma}_d^a \text{ mod.}}^2}{n_i \text{ sec}} + \frac{\sigma_{\bar{\gamma}_d^a \text{ mod.}}^2}{n_i \text{ hum.}}} = 0,021 \text{ ou } 0,022 \text{ avec } n_i \text{ sec} = 6$$

et $n_i \text{ hum.} = 9$ ou 6 respectivement.

W en % (modifié/standard)	0	2,7/1,8	2,7/3,5	4,5/3,5
$(\bar{\gamma}_d^a \text{ mod.} - \bar{\gamma}_d^a \text{ std}) \text{ sec}$				
0,037	0,022	0,021	0,025	
$(\bar{\gamma}_d^a \text{ mod.} - \bar{\gamma}_d^a \text{ std}) \text{ hum.}$				
	N.S.	(+)	(+)	(+)
13/14 : 0,052	0,015	0,030	0,031	0,027
	(+)	(+)	(+)	(+)
15,6 : 0,059	0,022	0,037	0,038	0,034
	(+)	(+)	(+)	(+)
17,7/17,1 : 0,051	0,014	0,029	0,030	0,026
	N.S.	(+)	(+)	(+)

(+) Significatif avec un risque de 1 %.

N. S. non significatif.

ANNEXE II - 2 : Compactage du matériau préparé selon le protocole modifié

► Mesures de $\bar{\gamma}_d^{ac}$ (et v_v^{ac}), $\bar{\gamma}_d^m$ (et v_v^m) après compactage à W_1 et à W_2

W	$\bar{\gamma}_d^{ac}$	$\overline{\bar{\gamma}_d^{ac}}$	$\bar{\gamma}_d^m$	v_v^{ac} (cm ³ /100 g)	$\overline{v_v^{ac}}$ (cm ³ /100 g)	v_v^m (cm ³ /100 g)
$W_1 = 12,4\%$	1,728	1,741	1,714	20,21	20,03	20,91
	1,735			19,69		
	1,749		1,717	20,05		20,81
	1,751			20,45		
	1,740			19,75		
$W_2 = 17,3\%$	1,760	1,751	1,747	19,39	19,52	19,81
	1,762			19,33		
	1,742		1,761	19,69		19,36
	1,751			19,79		
	1,743			19,95		
	1,749			19,98		

► Comparaison des volumes massiques de vides d'agglomérats, avant (v_v^a) et après (v_v^{ac}) compactage à W_1 et à W_2 .

• à W_1 : $\bar{v}_v^a - \bar{v}_v^{ac} = 0,16$ avec $\bar{v}_v^a = 19,87$ à $W = 13\%$ (sur 9 mesures)

La plus petite différence significative entre ces moyennes, avec un risque de 1 % =

$$t_{81} ; 1\% \sqrt{\frac{\hat{\sigma}_r^2(w_1)}{5} + \frac{\hat{\sigma}_r^2(\text{mod.})}{9}} = 2,639 \sqrt{\frac{0,0821}{5} + \frac{0,0718}{9}} = 0,39$$

Avec $-81 = 67 + 14$, nombres de degrés de liberté des variances résiduelles, pour les mesures sur motte compactée à W_1 (cf. annexe IV-1-1) et pour les agrégats non compactés préparés selon le protocole modifié.

— $\hat{\sigma}_r^2(w_1)$: estimation de la variance des mesures de v_v^{ac} à partir de mottes compactées à W_1 (cf. annexe IV-1-1).

— $\hat{\sigma}_r^2(\text{mod.})$ idem pour les mesures de v_v^a à partir d'aggrégats non compactés préparés selon le protocole modifié (cf. annexe II-1-1-a).

• à W_2 : $\bar{v}_v^a - \bar{v}_v^{ac} = 0,26$ avec $\bar{v}_v^a = 19,78$ à $W = 17,7\%$ (sur 9 mesures)

La plus petite différence significative entre ces moyennes, avec un risque de 1 % :

$$t_{84} ; 1\% \sqrt{\frac{\hat{\sigma}_r^2(W_2)}{6} + \frac{\hat{\sigma}_r^2(\text{mod.})}{9}} = 2,636 \sqrt{\frac{0,0896}{6} + \frac{0,0718}{9}} = 0,40$$

Avec : $-84 = 67 + 17$

— $\hat{\sigma}_r^2(W_2)$: estimation de la variance des mesures de v_v^{ac} à partir de mottes compactées à W_2 (cf. annexe IV-1-1).

Le compactage à W_1 comme à W_2 ne se traduit pas par une variation significative du volume massique de vides d'agglomérats.

► Les intervalles de confiance, avec un degré de confiance de 99 %, pour les valeurs de \bar{v}_v^{ac} à W_1 et à W_2 , figurent en Annexe IV-1-1.

ANNEXE II - 3 : Compactage du matériau préparé selon le protocole standard

► Mesures de $\bar{\gamma}_d^{ac}$ (et v_v^{ac}), $\bar{\gamma}_d^m$ (et v_v^m) après compactage à W_1^i , W_2^i et W_3^i .

W	$\bar{\gamma}_d^{ac}$	$\bar{\gamma}_d^{ac}$	$\bar{\gamma}_d^m$	v_v^{ac} (cm ³ /100 g)	\bar{v}_v^{ac} (cm ³ /100 g)	v_v^m (cm ³ /100 g)	
$W_1^i = 9,5 \%$	1,716	1,725	1,643	20,85	20,55	23,44	
	1,723			20,61			
	1,736		1,626	20,18			24,08
$W_2^i = 12,9 \%$	1,738	1,740	1,685	20,11	20,03	21,92	
	1,735			20,21			
	1,748		1,704	19,78			21,26
$W_3^i = 14,7 \%$	1,758	1,755	1,744	19,46	19,55	19,91	
	1,767			19,17			
	1,741		1,738	20,01			20,11

► Analyse de variance sur les valeurs de v_v^{ac}

Source de variation	S. C. E.	d. d. l.	Variance	F calculé
Factorielle(W)	1,50035	2	0,7502	F = 6,47
Résiduelle	0,6958	6	0,1160	
Totale	2,19615	8		

$F_{6, 5\%}^2 = 5,14 < 6,47$
 $F_{6, 1\%}^2 = 10,92 > 6,47$

La teneur en eau a une influence significative sur v_v^{ac} avec un risque de 5 % seulement (non significative avec un risque de 1 %).

► L'intervalle de confiance avec un degré de confiance de 99 % est pour chacune des moyennes de v_v^{ac} : $\bar{v}_v^{ac} \pm t_6$; 1% $\sqrt{\frac{0,1160}{3}} \simeq 0,73 \pm \bar{v}_v^{ac}$

► Comparaison des volumes massiques de vides d'agglomérats, avant et après le compactage.

A chacune des teneurs en eau, la plus petite différence significative entre la moyenne des mesures avant compactage (\bar{v}_v^a) et après compactage (\bar{v}_v^{ac}), avec un risque de 1 %, s'écrit :

$$t_{30} ; 1\% \sqrt{\frac{\hat{\sigma}_r^2 (c.) + \hat{\sigma}_r^2 (std)}{3}} = 2,750 \sqrt{\frac{0,1160 + 0,0860}{3}} = 0,71$$

avec $30 = 24 + 6$

$\hat{\sigma}_r^2 (c.)$ et $\hat{\sigma}_r^2 (std)$ estimations des variances des mesures de v_v^{ac} , pour les échantillons compactés et non compactés respectivement (pour $\hat{\sigma}_r^2 (std)$, cf. Annexe II-1-2-a).

- + à W_1^i : $\bar{v}_v^a - \bar{v}_v^{ac} = -0,23$ non significatif ($\bar{v}_v^a = 20,32$ à $W = 9,5 \%$).
- + à W_2^i : $\bar{v}_v^a - \bar{v}_v^{ac} = 0,65$ non significatif ($\bar{v}_v^a = 20,68$ à $W = 11,6 \%$).
- + à W_3^i : $\bar{v}_v^a - \bar{v}_v^{ac} = 1,59$ significatif ($\bar{v}_v^a = 21,62$ à $W = 14 \%$).
- + à W_3^i : $\bar{v}_v^a - \bar{v}_v^{ac} = 2,07$ significatif ($\bar{v}_v^a = 21,62$ à $W = 14 \%$).

ANNEXE III - 1 : Aux différentes étapes hydriques, mesures de $\bar{\gamma}_d^{ac}$, $\bar{\gamma}_d^m$

Motte compactée à W_1				Etapés hydriques	Motte compactée à W_2			
W (%)	$\bar{\gamma}_d^a$	$\bar{\gamma}_d^a$	$\bar{\gamma}_d^m$		W (%)	$\bar{\gamma}_d^a$	$\bar{\gamma}_d^a$	$\bar{\gamma}_d^m$
12,4	1,728		1,714	Compactage à W_1 ou W_2	17,3	1,760		1,747
	1,735	1,741				1,762		
	1,749					1,742	1,755	
	1,751		1,717			1,749		1,761
	1,740					1,751		
						1,743		
0	1,820		1,746	pF 6,6 (étuve 105° C)	0	1,862		1,864
	1,827	1,827				1,859	1,858	
	1,834		1,728			1,852		1,851
7,9	1,790		1,705	pF 6,6 → pF 3	9,2	1,829		1,800
	1,787	1,787				1,825	1,829	
	1,783		1,663			1,833		1,809
20,8	1,718		1,660	pF 6,6 → pF 1,5	18,0	1,792		1,789
	1,725	1,720				1,783	1,785	
	1,718		1,660			1,781		1,812
2,5	1,829		1,728	pF 6	2,3	1,868		1,839
	1,828	1,826				1,864	1,866	
	1,822		1,741			1,867		1,852
9,0	1,800		1,684	pF 6 → pF 3	10,3	1,833		1,814
	1,807	1,809				1,856	1,843	
	1,820		1,697			1,839		1,807
22,2	1,714		1,649	pF 6 → pF 1,5	17,8	1,789		1,758
	1,719	1,718				1,791	1,788	
	1,722		1,648			1,785		1,745
6,0	1,820		1,707	pF 4,85	6,2	1,864		1,863
	1,808	1,809				1,873	1,870	
	1,797		1,751			1,875		1,840
11,8	1,772		1,695	pF 4,85 → pF 3	12,0	1,821		-
	1,783	1,779				1,820	1,825	
	1,784		1,695			1,835		-
22,2	1,712		1,637	pF 4,85 → pF 1,5	19,9	1,791		1,741
	1,720	1,711				1,790	1,792	
	1,700		1,620			1,794		1,753
10,1	1,791		1,700	pF 4,2 (1er essai)	12,8	1,785		1,807
	1,778	1,782				1,800	1,788	
	1,776		1,741			1,780		1,810
8,6	1,809		1,707	pF 4,2	9,4	1,854		1,836
	1,817	1,807				1,868	1,861	
	1,794		1,726			1,861		1,842
11,9	1,802		1,687	pF 4,2 → pF 3	12,7			1,811
	1,789	1,791						
	1,782		1,713					1,826
21,7	1,737		1,666	pF 4,2 → pF 1,5	18,8	1,791		1,764
	1,733	1,729				1,780	1,782	1,765
	1,716					1,775		1,764
12,8	1,752		1,685	pF 3	15,4	1,768		1,777
	1,765	1,758				1,754	1,762	
	1,758		1,683			1,765		1,771
22,6	1,726		1,655	pF 3 → pF 1,5	19,2	1,760		1,762
	1,749	1,737				1,774	1,770	
	1,738		1,671			1,775		1,748
22,6	1,675		1,621	pF 1,5	19,6	1,787		1,754
		1,688				1,778	1,777	
	1,700		1,619			1,765		1,776

ANNEXE IV - 1

①

IV - 1 - 1 : Evolution des volumes massiques de vides de mottes (v_v^m) et d'agglomérats (v_v^{ac}) des deux types de mottes, au cours de la dessiccation.

Motte compactée à W_1				Motte compactée à W_2					
pF	W (%)	v_v^{ac} (cm ³ /100 g)	v_v^{ac} (cm ³ /100 g)	v_v^m (cm ³ /100 g)	pF	W (%)	v_v^{ac} (cm ³ /100 g)	v_v^{ac} (cm ³ /100 g)	v_v^m (cm ³ /100 g)
?	$W_1 = 12,4$	20,21		20,91	?	$W_2 = 17,3$	19,39		19,81
		19,69					19,33		
		20,05	20,03				19,69	19,52	
		20,45					19,98		
		19,75		20,81			18,79		19,36
							19,95		
?	10,1	18,40		21,39	?	15,4	19,13		18,84
		18,81	18,70				19,58	19,31	
		18,88		20,01			19,23		19,04
4,2	8,6	17,85		21,15	?		18,59		17,91
		17,61	17,92			12,8	18,13	18,49	
		18,31		20,51			18,75		17,82
4,85	6,0	17,52		21,15	4,2	9,4	16,51		16,25
		17,88	17,87				16,10	16,30	
		18,22		19,68			16,30		16,92
6	2,5	17,25		20,44	4,85	6,2	16,22		16,25
		17,28	17,33				15,96	16,03	
		17,46		20,01			15,90		16,92
6,6	0	17,52		19,84	6	2,3	16,11		16,95
		17,31	17,31				16,22	16,16	
		17,10		20,44			16,14		16,57
					6,6	0	16,28		16,22
							16,37	16,41	
							16,57		16,59

Influence de la teneur en eau sur v_v^{ac} :

► Analyse de variance des valeurs de v_v^{ac}

+ Motte compactée à W_1 :

Source de variation	S.C.E.	d.d.l.	Variance (écart-type)	F calculé
Factorielle (W)	22,0512	5	4,4102	F = 53,70
Résiduelle	1,1498	14	0,0821 (0,29)	
Totale	23,2010	19	1,2211	

F calculé $> F_{14}^5$; 1 % = 7,92

l'effet de la teneur en eau sur v_v^{ac} est très hautement significatif (risque de 1 %).

+ Motte compactée à W_2

Source de variation	S.C.E.	d.d.l.	Variance (écart-type)	F calculé
Factorielle (W)	56,0003	6	9,3334	F = 104,21
Résiduelle	1,5226	17	0,0896 (0,30)	
Totale	57,5229	23	2,5010	

F calculé $> F_{17}^6$; 1 % = 6,56

l'effet de la teneur en eau sur v_v^{ac} est très hautement significatif.

► Intervalles de confiance de chaque moyenne (\overline{v}_v^{ac}), avec un risque de 1 % :

+ Motte compactée à W_1 :

$$\overline{v}_v^{ac} \pm t_{14;1\%} \sqrt{\frac{\hat{\sigma}_r^2}{n}} \quad (\text{avec } n : \text{nombre de répétitions})$$

$$\pm 2,977 \frac{0,29}{\sqrt{n}}$$

$$\pm 0,38 \text{ si } n = 5$$

$$\pm 0,49 \text{ si } n = 3$$

+ Motte compactée à W_2 :

$$\overline{v}_v^{ac} \pm t_{17;1\%} \sqrt{\frac{\hat{\sigma}_r^2}{n}}$$

$$\pm 2,898 \frac{0,30}{\sqrt{n}}$$

$$\pm 0,35 \text{ si } n = 6$$

$$\pm 0,50 \text{ si } n = 3$$

► Plus petite différence significative entre deux moyennes, avec un risque de 1 % :

+ Motte compactée à W_1

$$\text{P.P.D.S.} = t_{14;1\%} \sqrt{\frac{2\hat{\sigma}_r^2}{3}} = 0,70 \quad (\text{si 3 répétitions pour les 2 moyennes})$$

$$\text{ou} = t_{14;1\%} \sqrt{\hat{\sigma}_r^2 \left(\frac{1}{3} + \frac{1}{5}\right)} = 0,623 \quad (\text{sinon})$$

+ Motte compactée à W_2

$$= t_{17;1\%} \sqrt{\frac{2\hat{\sigma}_r^2}{3}} = 0,71$$

$$= t_{17;1\%} \sqrt{\hat{\sigma}_r^2 \left(\frac{1}{3} + \frac{1}{6}\right)} = 0,61$$

La variation de \overline{v}_v^{ac} et donc le retrait sont significatifs, avec un risque de 1 %, entre W_1 et 8,6 % de teneur en eau (pF 4,2); avec un risque de 5 % entre pF 4,85 et pF 6.

La variation de \overline{v}_v^{ac} et donc le retrait sont significatifs avec un risque de 1 %, entre $W = 15,4$ % (pF 3) et $W = 9,4$ (pF 4,2).

②

IV - 1 - 2 : Comparaison du volume massique de vides d'agglomérats dans les deux types de mottes et dans le matériau non compactés, au cours de la dessiccation.

Pour le matériau non compacté, les résultats sont reportés en Annexe II - 1 - 1 - a.

a) Motte compactée à W_1 / matériau non compacté

La plus petite différence significative entre les moyennes (de \overline{v}_v^a ou de \overline{v}_v^{ac}) des deux types d'échantillons, avec un risque de 1 % est :

$$t_{81, 1\%} \sqrt{\frac{\hat{\sigma}_r^2(W_1)}{n_i} + \frac{\hat{\sigma}_r^2(\text{n. c.})}{n_j}} = 2,639 \sqrt{\frac{0,0821}{n_i} + \frac{0,0718}{n_j}}$$

avec 81 = 67 + 14 (somme des degrés de liberté des variances résiduelles des valeurs de \overline{v}_v^a et de \overline{v}_v^{ac}).

n_i, n_j : nombre de valeurs de \overline{v}_v^a et \overline{v}_v^{ac} respectivement pour la motte compactée à W_1 et les agrégats non compactés.

: Motte comp. :	:	:	:	:	:	:	:	:	:
: à W_1 :	0	2,5	6	6	8,6	10,1	12,4	:	:
: W (%) :	:	:	:	:	:	:	:	:	:
: Mat. non compacté :	0	2,7	4,5	6,9	8,7	9,4	13	:	:
: n_i :	3	3	3	3	3	3	5	:	:
: n_j :	6	6	6	3	12	6	9	:	:
: $\overline{v}_v^a - \overline{v}_v^{ac}$ (cm ³ /100g) :	0,91(+)	1,21(+)	0,53(+)	0,95(+)	1,06(+)	0,37 (N.S.)	-0,16 (N.S.)	:	:
: P.P.D.S. (risque de 1 %) :	0,52	0,52	0,52	0,60	0,48	0,52	0,39	:	:

(+) : significatif (N. S.) : non significatif.

b) Motte compactée à W_2 /matériau non compacté

La plus petite différence significative entre \bar{v}_v^a et \bar{v}_v^{ac} , avec un risque de 1 % est :

$$t_{84,; 1\%} \sqrt{\frac{\hat{\sigma}_r^2(W_2)}{n_k} + \frac{\hat{\sigma}_r^2(n.c.)}{n_j}} = 2,636 \sqrt{\frac{0,0896}{n_k} + \frac{0,0718}{n_j}}$$

avec $84 = 67 + 17$

n_k : nombre de valeurs de v_v^{ac} pour la motte compactée à W_2 .

: Motte comp;	:	:	:	:	:	:	:	:
: à W_2	:	0	2,3	6,2	9,4	12,8	15,4	17,3
: W (%)	:	:	:	:	:	:	:	:
: Mat. non	:	:	:	:	:	:	:	:
: compacté	:	0	2,7	6,9	9,4	13	15,6	17,7
:	:	:	:	:	:	:	:	:
: n_j	:	6	6	3	6	9	6	9
:	:	:	:	:	:	:	:	:
: n_k	:	3	3	3	3	3	3	6
:	:	:	:	:	:	:	:	:
: $\bar{v}_v^a - \bar{v}_v^{ac}$ (cm ³ /100g)	:	1,81 (+)	2,38 (+)	2,79 (+)	2,77 (+)	1,38 (+)	0,39 (N.S.)	0,26 (N.S.)
:	:	:	:	:	:	:	:	:
: P.P.D.S. (risque	:	:	:	:	:	:	:	:
: de 1 %)	:	0,54	0,54	0,61	0,54	0,51	0,54	0,40
:	:	:	:	:	:	:	:	:

(+) : Significatif

(N.S.) : non significatif.

c) Motte compactée à W_1 /motte compactée à W_2

La plus petite différence significative entre les \bar{v}_v^{ac} des deux types de mottes (avec un risque de 1 %) est :

$$t_{31; 1\%} \sqrt{\frac{\hat{\sigma}_r^2(W_2)}{n_k} + \frac{\hat{\sigma}_r^2(W_1)}{n_i}} = 2,746 \sqrt{\frac{0,0821 + 0,0896}{3}}$$

avec $31 = 17 + 14$, et $n_k = n_i = 3$ dans tous les cas, sauf à W_1 où $n_i = 5$.

: Motte compactée à W_1	:	0	2,5	6	8,6	12,4
: W (%)	:	:	:	:	:	:
: Motte compactée à W_1	:	0	2,3	6,2	9,4	12,8
:	:	:	:	:	:	:
: $\bar{v}_v^{ac}(W_1) - \bar{v}_v^{ac}(W_2)$:	0,90(+)	1,17 (+)	1,8 (+)	1,62 (+)	1,49 (+)
:	:	:	:	:	:	:
: P.P.D.S. (risque de 1 %)	:	0,66	0,66	0,66	0,66	0,59
:	:	:	:	:	:	:

(+) : significatif.

ANNEXE IV - 2

IV - 2 - 1 : Volumes massiques de vides de motte (v_v^m) et d'agglomérats (v_v^{ac}) pour les deux types de mottes réhumectées à pF 3 et à pF 1,5, en fonction de l'intensité de la dessiccation préalable.

①

2.1.1. à pF 3 :

Motte compactée à W_1				Motte compactée à W_2			
pF atteint avant pF 3 : (en %)	v_v^{ac} ($\text{cm}^3/100 \text{ g}$)	$\overline{v_v^{ac}}$ ($\text{cm}^3/100 \text{ g}$)	v_v^m ($\text{cm}^3/100 \text{ g}$)	pF atteint avant pF 3 : (%)	v_v^{ac} ($\text{cm}^3/100 \text{ g}$)	$\overline{v_v^{ac}}$ ($\text{cm}^3/100 \text{ g}$)	v_v^m ($\text{cm}^3/100 \text{ g}$)
pF 5,6	7,9	18,44	21,22	pF 6,6	9,2	17,25	18,13
		18,53	18,54			17,37	
		18,66	22,70			17,13	17,85
pF 6	9,0	18,13	21,95	pF 6	10,3	17,13	17,70
		17,92	17,86			16,45	16,84
		17,52	21,50			16,95	17,91
pF 4,85	11,8	19,00	21,57	pF 4,85	12	17,48	
		18,66	18,76			17,52	17,36
		18,62	21,57			17,07	
pF 4,2	11,9	18,28	21,85	pF 4,2	12,7	-	17,79
		18,47	18,27				
		18,06	20,95				17,33
W_1	12,8	19,65	21,92				
		19,23	19,44				
pF ?		19,45	21,99				

②

a) Motte compactée à W_1 ► Analyse de variance des valeurs de v_v^{ac}

Source de variation	S.C.E.	d.d.l.	Variance (écart-type)	F calculé
Factorielle (pF atteint avant pF 3)	4,1948	4	1,0487	22,02
Résiduelle	0,4762	10	0,0476 (0,22)	
Totale	4,6710	14	0,3336	

F calculé > F_{10}^4 ; 1 % = 11,28

Le niveau de dessiccation atteint avant la réhumectation à pF 3 a donc une influence très hautement significative sur v_v^{ac} , à pF 3.

► L'intervalle de confiance de chacune des moyennes ($\overline{v_v^{ac}}$), avec un risque de 1 % est :

$$\overline{v_v^{ac}} \pm t_{10} ; 1 \% \sqrt{\frac{\overline{\sigma_v^2}}{3}} = \overline{v_v^{ac}} \pm 0,40 \text{ avec } t_{10} ; 1 \% = 3,169$$

- La valeur de \overline{v}_v^{ac} , obtenue en humectant jusqu'à pF 3 la motte compactée à W_1 (directement après le compactage), est significativement plus élevée (avec un risque de 1 %) que l'ensemble des valeurs obtenues en réhumectation à pF 3 à partir des différents états de dessiccation :

$$19,44 - \frac{18,27 + 18,76 + 17,86 + 18,54}{4} = 1,08 > \text{P.P.D.S.} = t_{10} ; 1\% \sqrt{\frac{\hat{\sigma}_r^2}{3} \left(1 + \frac{1}{4}\right)} = 0,45.$$

- La valeur de \overline{v}_v^{ac} obtenue en réhumectation à pF 3 après la dessiccation à pF 6 est significativement plus faible que celles obtenues en réhumectation à pF 3 après les dessiccations à pF 6,6, pF 4,2 et pF 4,85.

$$\frac{18,54 + 18,76 + 18,27}{3} - 17,86 = 0,66 > \text{P.P.D.S.} = t_{10} ; 1\% \sqrt{\frac{\hat{\sigma}_r^2}{3} \left(1 + \frac{1}{3}\right)} = 0,46$$

③

b) Motte compactée à W_2 ► Analyse de variance

Source de variation	S.C.E.	d.d.l.	Variance (écart-type)	F calculé
Factorielle (pF atteint avant pF 3)	0,4403	2	0,2201	3,29
Résiduelle	0,4011	6	0,0669 (0,26)	
Totale	0,8414	8	0,1052	

F calculé < F_6^2 ; 5 % = 5,14

Les trois valeurs de \overline{v}_v^{ac} obtenues en réhumectation à pF 3, après les dessiccations à pF 6,6, pF 6 ou pF 4,85, ne sont pas significativement différentes (avec un risque de première espèce de 5 %).

- L'intervalle de confiance des 3 moyennes, avec un risque de 1 %, est :

$$\overline{v}_v^{ac} \pm t_6 ; 1\% \sqrt{\frac{\hat{\sigma}_r^2}{3}} = \overline{v}_v^{ac} \pm 0,55 \text{ avec } t_6 ; 1\% = 3,707.$$

④

c) Comparaison des valeurs de \overline{v}_v^{ac} des deux types de mottes réhumectées à pF 3 après une même dessiccation.

pF atteint en des- siccation avant pF 3	$\overline{v}_v^{ac}(W_1) - \overline{v}_v^{ac}(W_2)$ (cm ³ /100 g)		La plus petite différence significative entre les deux moyennes, avec un risque de 1 %, est :
pF 6,6	1,29 (+)		$t_{16} ; 1\% \sqrt{\frac{\hat{\sigma}_r^2(W_1)}{3} + \frac{\hat{\sigma}_r^2(W_2)}{3}}$
pF 6	1,01 (+)		$= 2,921 \sqrt{\frac{0,0669 + 0,0476}{3}}$
pF 4,85	1,40 (+)		$= 0,57$

(+) : significatif

Le volume massique de vides d'agglomérats est donc, dans les trois cas, significativement plus faible dans la motte compactée à W_2 que dans la motte compactée à W_1 .

- ⑤ d) Comparaison des valeurs de volume massique de vides d'agglomérats à pF 3, après la dessiccation à pF 6, ou à pF 6,6, entre la motte compactée à W_1 et les agrégats non compactés.

Pour \bar{v}_v^a , voir Annexe IV-2-2.

pF atteint en des-	\bar{v}_v^{ac}	\bar{v}_v^{ac}		
siccation avant pF 3:	$\bar{v}_v^{ac}(W_1)$	$\bar{v}_v^{ac}(N.C.)$		La plus petite différence significative
	(cm ³ /100 g)			entre les deux moyennes, avec un risque de
				1 % est :
pF 6,6	1,14	(+)	t_{17} ; 1 % $\sqrt{\frac{\hat{\sigma}_r^2(W_1)}{3} + \frac{\hat{\sigma}_r^2(n.c.)}{n}}$	
pF 6	1,62	(+)	$= 2,898 \sqrt{\frac{0,0476}{3} + \frac{0,1617}{n}}$	
			$= 0,90$ si $n = 2$ (n : nombre de mesures pour	les agrégats non compactés)
			$= 0,67$ si $n = 3$	

(+) significatif

Les volumes massiques de vides d'agglomérats issus d'agrégats non compactés, sont donc significativement plus faibles à pF 3, après une même dessiccation (pF 6 ou pF 6,6), que pour les mottes compactées à W_1 .

- ⑥ e) Comparaison, à des teneurs en eau équivalentes, du volume massique de vides d'agglomérats de la motte compactée à W_1 en dessiccation, et en réhumectation après une dessiccation à pF 6, ou à pF 6,6.

$$\text{Après la dessiccation à pF 6,6, } \bar{v}_v^{ac}(\text{réhum.}) - \bar{v}_v^{ac}(\text{dessi.}) = 18,54 - 17,92 = 0,62 \text{ (cm}^3\text{/100 g)}$$

$$\text{Après la dessiccation à pF 6, } \bar{v}_v^{ac}(\text{réhum.}) - \bar{v}_v^{ac}(\text{dessi.}) = 17,86 - 17,92 = -0,06 \text{ (cm}^3\text{/100 g)}$$

La plus petite différence significative, avec un risque de 1 %, est :

$$t_{24} ; 1 \% \sqrt{\frac{0,0476 + 0,0821}{3}} = 0,58$$

Seule la dessiccation à pF 6,6 entraîne, en réhumectation à pF 3, une augmentation du volume massique de vides d'agglomérats par rapport à sa valeur en dessiccation, à une teneur en eau équivalente.

- ⑦ f) Même comparaison que précédemment, pour la motte compactée à W_2

$$\begin{aligned} \text{Après la dessiccation à pF 6,6 : } \bar{v}_v^{ac}(\text{réhum.}) - \bar{v}_v^{ac}(\text{dessi.}) &= 17,25 - 16,30 = 0,95 \\ \text{" " " à pF 6 : } &= 16,84 - 16,30 = 0,54 \text{ (en cm}^3\text{/100 g)} \end{aligned}$$

La plus petite différence significative avec un risque de 1 % est :

$$t_{23} ; 1 \% \sqrt{\frac{0,0896 + 0,0669}{3}} = 0,64$$

Même conclusion que pour la motte compactée à W_1 .

⑧

2.1.2. à pF 1,5 :

Motte compactée à W_1				Motte compactée à W_2					
pF atteint:	W à	v_v^{ac}	v_v^{ac}	v_v^m	pF atteint:	W à	v_v^{ac}	v_v^{ac}	v_v^m
avant pF	pF 1,5	(cm ³ /	(cm ³ /	(cm ³ /	avant pF	pF 1,5	(cm ³ /	(cm ³ /	(cm ³ /
1,5	(%)	100 g)	100 g)	100 g)	1,5	(%)	100 g)	100 g)	100 g)
pF 6,6	20,8	20,78		22,81	pF 6,6	18	18,38		18,47
		20,55	20,70				18,66	18,59	
		20,78		22,81			18,72		17,76
pF 6	22,2	20,92		23,21	pF 6	17,8	18,47		19,45
		20,75	20,77				18,41	18,49	
		20,65		23,25			18,60		19,88
pF 4,85	22,2	20,98		23,66	pF 4,85	19,9	18,40		20,01
		20,71	21,03				18,44	18,38	
		21,39		24,30			18,31		19,62
pF 4,2	21,7	20,14		22,59	pF 4,2	18,8	18,40		19,26
		20,27	20,42				18,75	18,69	
		20,85					18,91		19,23
pF 3	22,6	20,51		22,99	pF 3	19,2	19,39		19,32
		19,75	20,12				18,94	19,08	
		20,11		22,41			18,91		19,78
W_1	22,6	22,27	21,83	24,26	W_2	19,6	18,53		19,58
		21,39		24,34			18,81	18,83	
							19,23		18,88

⑨

a) Motte compactée à W_1 ► Analyse de variance des valeurs de v_v^{ac}

Source de variation	S.C.E.	d.d.l.	Variance (écart-type)	F calculé
Factorielle (pF atteint: avant pF 1,5)	4,0752	5	0,8150	7,06 > F_{11}^5 ; 1% = 5,32
Résiduelle	1,2692	11	0,1154 (0,34)	
Totale	5,3444	16	0,3340	

► L'une des valeurs de v_v^{ac} est significativement différente des autres (humectation à pF 1,5, directement après le compactage), les autres n'étant pas significativement différentes entre elles (avec un risque de 1 %).

$$21,83 - \frac{20,12 + 20,42 + 21,03 + 20,77 + 20,70}{5} = 1,22 > t_{11} ; 1\% \sqrt{0,1154 \left(\frac{1}{15} + \frac{1}{2}\right)} = 0,79$$

► La plus petite différence significative entre deux moyennes est :

$$t_{11} ; 1 \% \sqrt{0,1154 \times \frac{2}{3}} \text{ si 3 répétitions.}$$

$$= 3,106 \times 0,277 = 0,86$$

► L'intervalle de confiance des différentes moyennes est :

$$\overline{v}_v^{ac} \pm t_{11} ; 1 \% \sqrt{\frac{0,1154}{n_i}} = \overline{v}_v^{ac} \pm 0,61 \text{ (si 3 répétitions)}$$

$$= \overline{v}_v^{ac} \pm 0,75 \text{ (si 2 répétitions)}$$

⑩

b) Motte compactée à W_2

► Analyse de variance (sur v_v^{ac})

Source de variation	S.C.E.	d.d.l.	Variance (écart-type)	F calculé
Factorielle (pF atteint avant pF 1,5)	0,9685	5	0,1937	F = 3,73 < $F_{12}^5 ; 1 \% = 5,06$
Résiduelle	0,6225	12	0,0519 (0,23)	
Totale	1,5910	17	0,0936	

Les moyennes des valeurs de v_v^{ac} des mottes compactées à W_2 , réhumectées à pF 1,5 à partir de différents niveaux de dessiccation ne sont pas significativement différentes.

► L'intervalle de confiance de ces moyennes, avec un risque de 1 %, est :

$$\overline{v}_v^{ac} \pm t_{12} ; 1 \% \sqrt{\frac{\hat{\sigma}_r^2}{3}} = \overline{v}_v^{ac} \pm 3,055 \sqrt{\frac{0,0519}{3}} = \overline{v}_v^{ac} \pm 0,40$$

► Comparaison entre le volume massique de vides d'agglomérats de la motte compactée à W_2 à l'issue du compactage, et à l'issue des différentes histoires hydriques (à pF 1,5).

pF en dessiccation avant pF 1,5	$\overline{v}_v^{ac}(W_2) - \overline{v}_v^{ac}(pF 1,5)$	
pF 6,6	0,88 (++)	La plus petite différence significative, avec un risque de 1 %, est :
pF 6	0,98 (++)	
pF 4,85	1,09 (++)	avec $t_{29} = 12 + 17$
pF 4,2	0,78 (++)	avec $t_{29} ; 1 \% = 2,756$
pF 3	0,39 (+)	3 mesures à pF 1,5
W_2	0,64 (++)	6 mesures après compactage à W_2
		$t_{29} ; 1 \% \sqrt{\frac{0,0519}{3} + \frac{0,0896}{6}} = 0,37$

(++) : significatif (risque de 1 %)

(+) : significatif (risque de 5 %)

. Analyse de variance sur v_v^m

Source de variation	S.C.E.	d.d.l.	Variance	F calculé
Factorielle (pF atteint avant pF 1,5)	3,7453	5	0,7491	5,845 > F_6^6 ; 5 % = 4,39
Résiduelle	0,7689	6	0,1282	< F_6^5 ; 2,5 % = 5,99
Totale	4,5142	11	0,4104	

L'une des moyennes, au moins, est significativement différente des autres (avec un risque de 5 %).

La valeur de v_v^m obtenue à pF 1,5 après la dessiccation à pF 6,6 est significativement différente des autres valeurs obtenues après des dessiccations plus faibles :

$$\frac{19,67 + 19,82 + 19,23 + 19,55 + 19,23}{5} - 18,12 = 1,38 > t_6 ; 5\% \sqrt{\frac{0,1282}{2} \left(\frac{1}{5} + 1\right)}$$

$$2,447 \times 0,2773 = 0,68$$

- ⑪ c) Comparaison des volumes massiques de vides d'agglomérats des deux types de mottes à pF 1,5, après une même dessiccation.

pF atteint en dessiccation avant pF 1,5	$\bar{v}_v^{ac}(W_1) - \bar{v}_v^{ac}(W_2)$ (cm ³ /100 g)	La plus petite différence significative entre les deux moyennes, avec un risque de 1 % est :
pF 6,6	2,11	$t_{23} ; 1\% \sqrt{\frac{\hat{\sigma}_r^2(W_1)}{n_i} + \frac{\hat{\sigma}_r^2(W_2)}{3}} = 2,807 \sqrt{\frac{0,1154}{n_i} + \frac{0,0519}{3}}$ avec n_i (nombre de mesures sur la motte compactée à W_1) = 2 ou 3. Soit une P.P.D.S. = 0,66 avec $n_i = 3$ = 0,77 avec $n_i = 2$
pF 6	2,28	
pF 4,85	2,65	
pF 4,2	1,73	
pF 3	1,04	
W_1 ou W_2	3,00	

La motte compactée à W_1 a donc un volume massique de vides d'agglomérats dans tous les cas significativement plus élevé que la motte compactée à W_2 .

- ⑫ d) Comparaison des volumes massiques de vides d'agglomérats issus de la motte compactée à W_1 et des agrégats non compactés, à pF 1,5, après une dessiccation à pF 6 (la seule pour laquelle on dispose de mesures sur agrégats non compactés). Pour v_v^a , voir Annexe IV-2-2.

$$\bar{v}_v^a - \bar{v}_v^{ac}(W_1) = 25,02 - 20,77 = 4,25 \text{ cm}^3/100 \text{ g.}$$

Cette différence est supérieure à la plus petite différence significative (avec un risque de 1 %) :

$$t_{19} ; 1\% \sqrt{\frac{\hat{\sigma}_r^2(W_1)}{3} + \frac{\hat{\sigma}_r^2(n. c.)}{2}} = 2,80 \sqrt{\frac{0,0519}{3} + \frac{0,1617}{2}} = 0,88$$

Les agrégats ont donc un volume massique de vides d'agglomérats significativement plus élevé à pF 1,5 (après une dessiccation à pF 6) que la motte compactée à W_1 .

IV - 2 - 2 :

⑬

a) Volume massique de vides d'agglomérats issus d'agrégats non compactés (préparés selon le protocole modifié), v_v^a , en réhumectation à différents pF à partir de différents états de dessiccation (pF 6 ou pF 6,6).

pF atteint en dessiccation → pF atteint en réhumec- tation	W en réhumec- tation (%)	v_v^a (cm ³ /100 g)	$\overline{v_v^a}$ (cm ³ /100 g)
pF 6,6 → pF 3	9,1	19,88 19,49	19,68
pF 6 → pF 3	9,5	19,39 19,59 19,46	19,48
pF 6 → pF 2,5	11,5	20,45 19,95 19,62	20,00
pF 6 → pF 2	19,3	22,78 23,92	23,35
pF 6 → pF 1,5	26,4	24,88 25,15	25,02

. Analyse de variance des valeurs de v_v^a

Source de variation	S.C.E.	d.d.l.	Variance	F calculé
Factorielle (histoire hydrique)	56,0891	4	14,0223	$F = 86,0 > F_7^4 ; 1\% = 17,19$
Résiduelle	1,1322	7	0,1617 (0,40)	L'une, au moins, des moyennes est significativement différente des autres (avec un risque de 1%.)
Totale	57,2213	11		

. L'intervalle de confiance de chacune des moyennes avec un risque de 1 % :

$$\begin{aligned} \overline{v_v^a} \pm t_7 ; 1\% \sqrt{\frac{\sigma^2}{n_i}} &= \overline{v_v^a} \pm 3,499 \sqrt{\frac{0,1617}{n_i}} \\ &= \overline{v_v^a} \pm 0,99 \text{ si } n_i = 2 \\ &= \overline{v_v^a} \pm 0,81 \text{ si } n_i = 3 \end{aligned}$$

⑭

b) Comparaison, à teneur en eau équivalente des valeurs de \bar{v}_v^a obtenues en dessiccation et en réhumectation après une forte dessiccation (pF 6 ou pF 6,6). Pour les valeurs de \bar{v}_v^a en dessiccation, voir en Annexe II-2-1.

W (%) en humectation	pF atteint en dessiccation → pF en réhumectation	W en dessiccation (%)	\bar{v}_v^a (humec.) (cm ³ /100g)	\bar{v}_v^a (des.)	Nombre de mesures en dessiccation n _i	en réhumectation n _j	P.P.D.S. (1 %) (P.P.D.S. 5 %)
9,1	pF 6,6 → pF 3	8,7	0,70		12	2	0,78 (0,58)
9,1	pF 6,6 → pF 3	9,4	0,61		6	2	0,80 (0,61)
9,5	pF 6 → pF 3	9,4	0,41		6	3	0,68 (0,51)
11,5	pF 6 → pF 2,5	11,1	0,39		12	3	0,646 (0,487)
19,3	pF 6 → pF 2	19,3	3,99		3	2	0,85 (0,64)

La plus petite différence significative, avec un risque de 1 %, est :

$$t_{74 ; 1\%} \sqrt{\frac{\hat{\sigma}_r^2 \text{ des.}}{n_i} + \frac{\hat{\sigma}_r^2 \text{ hum.}}{n_j}} = 2,64 \sqrt{\frac{0,0718}{n_i} + \frac{0,1617}{n_j}}$$

Avec un risque de 5 % $= 1,99 \sqrt{\frac{0,0718}{n_i} + \frac{0,1617}{n_j}}$

Les valeurs figurent dans le tableau ci-dessus.

Les volumes massiques de vides d'agglomérats sont significativement plus élevés en réhumectations qu'en dessiccation, seulement à pF 2 (après pF 6) avec un risque de 1 %. A pF 3, après une dessiccation à pF 6,6, la différence est significative seulement avec un risque de 5 % (cette différence est donc moins significative que pour les deux types de mottes). A pF 3 ou à pF 2,5, après une dessiccation à pF 6, la différence n'est pas significative, comme pour les deux types de mottes (cf. Annexe IV-2-1-1 e et f).

V - 1 - 1 (suite)

Echantillon : Motte compactée à W_1 , séchée jusqu'à pF 6, réhumectée à pF 3

:Log r_{eq}	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:														
:(r_{eq} en mm)	:	0,875	:	1,04	:	1,17	:	1,40	:	1,70	:	1,97	:	2,23	:	2,44	:	2,70	:	2,87	:	3,18	:	3,40	:	3,70	:	3,85	:	4,11	:	4,51	:	4,96
: v_v cumulé	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:
:($cm^3/100$ g)	:	0	:	0,48	:	0,80	:	1,48	:	2,24	:	3,04	:	4,23	:	5,19	:	6,79	:	7,99	:	9,99	:	11,99	:	13,98	:	15,98	:	16,97	:	17,82	:	18,49

Echantillon : motte compactée à W_2 , séchée jusqu'à pF 6, réhumectée à pF 3

:Log r_{eq}	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:														
:(r_{eq} en mm)	:	0,875	:	1,02	:	1,14	:	1,41	:	1,70	:	1,87	:	2,18	:	2,34	:	2,57	:	2,80	:	2,97	:	3,18	:	3,40	:	3,85	:	4,03	:	4,37	:	4,98
: v_v cumulé	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	
:($cm^3/100$ g)	:	0	:	0,41	:	0,68	:	1,36	:	2,18	:	2,65	:	4,01	:	4,69	:	6,05	:	8,06	:	9,93	:	11,63	:	12,82	:	14,86	:	15,25	:	15,64	:	16,13

Echantillon : Agrégats à W_1 (moyenne de deux injections de mercure)

:Log r_{eq}	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:														
:(r_{eq} en mm)	:	0,875	:	1,0	:	1,25	:	1,5	:	1,75	:	2,0	:	2,25	:	2,5	:	2,75	:	3,0	:	3,25	:	3,5	:	3,75	:	4,0	:	4,25	:	4,5	:	4,75
: v_v cumulé	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	
:($cm^3/100$ g)	:	0	:	0,46	:	1,40	:	2,42	:	3,65	:	5,23	:	7,16	:	9,35	:	11,20	:	12,66	:	13,78	:	14,67	:	15,78	:	16,89	:	17,54	:	17,96	:	18,71

Echantillon : Agrégats à W_2 (moyenne de deux injections de mercure)

:Log r_{eq}	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:														
:(r_{eq} en mm)	:	0,875	:	1,0	:	1,25	:	1,5	:	1,75	:	2,0	:	2,25	:	2,50	:	2,75	:	3,0	:	3,25	:	3,50	:	3,75	:	4,0	:	4,25	:	4,5	:	4,75
: v_v cumulé	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	
:($cm^3/100$ g)	:	0	:	0,41	:	1,31	:	2,30	:	3,45	:	4,82	:	6,75	:	9,52	:	12,25	:	14,23	:	15,56	:	16,39	:	16,88	:	17,51	:	18,23	:	18,84	:	19,41

ANNEXE V - 1 - 2 : Distribution du volume poral en différentes classes de rayons équivalents de pores définies par un accroissement fini de $\log r_{eq} = 0,25$

Pour les échantillons analysés, Δv_v (cm ³ /100 g)														
r_{eq}	$\log r_{eq}$	Agrégats	Agrégats	Motte	Motte	Motte	Motte	Motte	Motte	Motte	Motte C.	Motte	Motte	Motte
(en mm)	(r_{eq} en nm)	à W_1	à W_2	comp. à W_1	comp. à W_2	C. à W_1 → pF 6	C. à W_1 → pF 6,6	C. à W_2 → pF 6,6	C. à W_1 → pF 6,6	C. à W_2 → pF 6	C. à W_1 → pF 6	C. à W_2 → pF 6	C. à W_1 → pF 6	C. à W_2 → pF 6
7,5	0,875	0,91	0,82	0,91	0,73	0,88	0,80	0,52	0,55	0,77	0,89	0,71	0,73	0,50
10	10	0,94	0,90	0,84	0,85	0,60	0,59	0,64	0,57	0,52	0,63	0,58	0,49	0,68
18	1,25	1,02	0,99	0,95	1,15	0,59	0,65	0,61	0,69	0,57	0,78	0,67	0,63	0,65
32	1,5	1,22	1,15	1,04	0,96	0,60	0,66	0,54	0,74	0,58	0,66	0,68	0,57	0,64
56	1,75	1,58	1,37	1,06	1,04	0,77	0,74	0,71	0,45	0,80	0,84	0,73	0,79	0,82
100	2,0	1,94	1,93	1,80	1,76	0,92	1,03	1,02	1,52	1,32	1,09	1,30	1,08	0,99
180	2,25	2,19	2,77	1,92	1,97	1,13	0,98	1,09	1,31	1,35	1,22	1,26	1,26	1,35
320	2,5	1,85	2,73	1,61	3,26	1,69	1,34	2,39	2,14	2,63	1,58	2,01	1,71	2,28
560	2,75	1,46	1,98	1,37	3,23	1,56	1,39	3,99	2,40	4,58	1,67	2,58	1,94	3,15
1 (µm)	3,0	1,12	1,33	1,32	1,25	1,46	1,85	1,17	2,07	2,15	1,66	1,84	2,91	2,52
1,78	3,25	0,90	0,83	1,66	0,52	1,78	2,30	0,57	2,22	0,89	2,00	1,29	2,34	1,44
3,16	3,5	1,10	0,49	2,06	0,41	2,42	2,65	0,36	1,98	0,69	2,58	1,30	3,71	1,39
5,62	3,75	1,11	0,63	1,11	0,43	1,58	1,24	0,41	1,37	0,48	1,53	0,57	1,94	0,83
10	4,0	0,64	0,72	0,85	0,51	0,59	0,78	0,39	0,93	0,28	0,71	0,32	0,95	0,68
17,8	4,25	0,43	0,61	0,72	0,43	0,31	0,55	0,32	0,61	0,37	0,51	0,26	0,59	0,38
31,6	4,5	0,74	0,56	0,49	0,40	0,29	0,52	0,36	0,46	0,36	0,38	0,21	0,52	0,32
56,6	4,75													
100	5,0					0,31	0,24							

ANNEXE V - 2 - 1 : Résultats sur la fraction argileuse extraite du matériau limoneux du Rheu.

V - 2 - 1 : Variation, au cours d'une dessiccation progressive, de la teneur en eau (W) et du volume massique de vides (v_v) de la fraction argileuse extraite du matériau limoneux, préparée à l'état de pâte.

pF de la dessiccation	pF 1,5	pF 2	pF 2,5	pF 3	pF 4,2	pF 4,85	pF 6	Séchage à 105° C
								pF 6,6
W (%)								
(1 à 3 mesures)	161,7	112,4	90,2	68,8	40,0	25,3	16,9	0
v_v (cm ³ /100 g)								
(1 mesure seulement)	160,0	109,9	88,9	68,8	40,5	23,0	18,5	17,3

Densité de solide de l'argile : $\bar{\gamma}_s = 2,774$ (évaluée en pycnomètre à eau)

V - 2 - 2 : Variation de W et v_v de la fraction argileuse, réhumectée à partir de différents états de dessiccation.

pF atteint en dessiccation	pF atteint en réhumectation				
	pF 3	pF 2,5	pF 2	pF 1,5	
pF 3	W (%)	-	-	-	76,3
	v_v (cm ³ /100 g)	-	-	-	75,6
pF 4,2	W	47,0	48,0	52,2	54,5
	v_v	45,6	48,0	51,6	53,6
pF 4,85	W	38,0	-	-	45,0
	v_v	36,6	-	-	42,6
pF 6	W	33,4	33,7	35,2	37,6
	v_v	32,0	33,7	33,5	36,5
pF 6,6	W	30,2	-	-	32,4
	v_v	30,4	-	-	33,1

BIBLIOGRAPHIE

- ALVAREZ-MARQUES J. L., CONCARET J., GUYOT J., JACQUIN M. (1974) - Etude en laboratoire de la percolation de l'eau à travers des sols soumis à diverses contraintes : *C. R. Acad. agric. France* : 693-701.
- BODDAERT D. (1976) - Etude du comportement mécanique d'un sol travaillé soumis au roulage d'engins agricoles. *Mémoire de fin d'étude, E. N. I. T. A. de Dijon. I. N. R. A. Avignon* : 25 p.
- BOUMA J. (1977) - Soil Survey and the study of water in unsaturated soil simplified theory and some case studies. *Soil Survey papers*, n° 13, Wageningen.
- BOUMA J., JONGERIUS A., BOERSMA O., JAGER A., SCHOONDERBEEK D. (1977) - The function of different types of macropores during saturated flow through four swelling soil horizons. *Soil Sci. Soc. Am. J.*, 41 : 945-950.
- BREWER R. (1964) - Fabric and mineral analysis of soils. *John Wiley and Sons ed., New York* : 470 p.
- BULLOCK P., THOMASSON A. J. (1979) - Rothamsted studies of soil structure II. Measurement and characterisation of macroporosity by image analysis and comparison with data from water retention measurements. *J. Soil Sci.*, 30 : 391-413.
- CHANG R. K., WARKENTIN B. P. (1968) - Volume change of compacted clay soil aggregates. *Soil Sci.*, 105 : 106-111.
- CHANG R. K. (1968) - Component potentials and hysteresis in water retention by compacted clay soil aggregates. *Soil Sci.*, 105 : 172-176.
- de CRECY J., CONCARET J., MUNIER O., LAVEILLE G. (1979) - Assemblage structural des sols et histoire des matériaux. *C. R. Acad. Agric. France*. 1448-1452.
- CRONEY D., COLEMAN J. D. (1954) - Soil structure in relation to soil suction (pF). *J. Soil Sci.*, 5 : 75-84.
- CURMI P. (1974) - Contribution à la connaissance des formations superficielles du Bassin de Rennes. Quelques observations sur les organisations sédimentologiques et pédologiques. *Mémoire de D. A. A., E. N. S. A. de Rennes* : 55 p., annexes.
- CURMI P. (1979) - Altération et différenciation pédologique sur granite en Bretagne. Etude d'une toposéquence. *Thèse E. N. S. A. et Université de Rennes* : 155 p.

- DELAGE P. (1979) - Etude du milieu poreux et de la texture d'argiles sensibles du Québec. *Thèse Université Pierre et Marie Curie, Paris VI, et E. N. S. M. Paris* : 126 p.
- FAURE A. (1971) - Contribution à l'étude du mécanisme du compactage des sols. *Ann. agron.*, 22 (5) : 487-513.
- FAURE A. (1974) - Des caractéristiques mécaniques de la fraction argileuse dans le mécanisme de tassement des sols. *C. R. Acad. Sci., Paris*, t. 278, sér. D : 1175-1178.
- FAURE A. (1976) - Influence de la phase argileuse sur la susceptibilité au tassement des sols. *Science du Sol*, 2 : 121-130.
- FAURE A. (1978) - Comportement des sols au compactage : Rôle de l'argile et conséquences sur l'arrangement des grains. *Thèse Université Scientifique et Médicale de Grenoble* : 137 p.
- FIES J. C. (1978) - Porosité du sol : étude de son origine texturale. *Thèse Université Louis Pasteur, Strasbourg* : 139 p.
- GRIMALDI M. (1977) - Etudes en laboratoire du comportement au tassement du sol limoneux du Rheu (Ille et Vilaine). Observations micromorphologiques. *Mémoire de D. E. A.-D. A. A., Université et E. N. S. A. de Rennes. I. N. R. A. Rennes et Avignon* : 59 p.
- GREENE-KELLY R. (1974) - Shrinkage of clay soils : A statistical correlation with other soil properties *Geoderma*, 11 : 243-257.
- GUERIF J. (1976) - Première contribution à l'étude de l'influence des matières organiques sur le comportement au compactage des sols. *Mémoire de D. E. A., U. S. T. L.-E. N. S. A. Montpellier* : 33 p.
- HAINES W. B. (1923) - The volume changes associated with variation of water content in soil. *J. Agric. Sci.*, 13 : 296-310.
- HANDBOOK OF CHEMISTRY AND PHYSICS (1955) - 37 éd., *chem. Rubber Publishing co. Cleveland ed.*
- HENIN S. (1977) - Cours de Physique du Sol. Tome II. *O. R. S. T. O. M.-Editest*, initiations-documentations techniques, n° 29 : 222 p.
- HILLEL D. (1971) - Soil and water. Physical principles and processes. *Academic Press.*, New-York : 288 p.
- HOMSHAW L. G., CHAUSSIDON J. (1978) - Pore size distribution in water saturated calcium montmorillonite using low temperature heat-flow scanning calorimetry. *Proc. Vith Int. Clay Conf., Oxford* : 141-151.
- ISMAIL S. N. A. (1975) - Micromorphometric soil porosity characterization by means of electro-optical image analysis (Quantimet 720). *Soil Survey papers*, n° 9, Wageningen : 104 p.

- I. S. S. S. (INTERNATIONAL SOCIETY OF SOIL SCIENCE (1976) - Soil Physics terminology. *Bull. I. S. S. S.*, n° 48 : 16-22.
- JONGERIUS A., SCHOONDERBEEK D., JAGER A., KOWALINSKI St. (1972) - Electro-optical soil porosity investigation by means of quantimet - B equipment. *Geoderma*, 7 : 177-198.
- JONGERIUS A., HEINTZBERGER G. (1975) - Methods in Soil micromorphology. A technique for the preparation of large thin sections. *Soil survey papers*, n° 10, Wageningen : 45 p.
- LAWRENCE G. P. (1977) - Measurement of pore sizes in fine - textured soils : A review of existing techniques. *J. Soil Sci.*, 28 : 527-540.
- LAWRENCE G. P. (1978) - Stability of soil pores during mercury intrusion porosimetry. *J. Soil Sci.*, 29 : 299-304.
- LAWRENCE G. P., PAYNE D., GREENLAND D. J. (1979) - Pore size distribution in critical point and freeze dried aggregates from clay subsoils. *J. Soil Sci.*, 30 : 499-516.
- MIEDEMA R., PAPE Th., VAN DE WALL G. J. (1974) - A method to impregnate wet soil samples, producing high quality thin sections. *Neth. Journ. Agric. Sci.*, 22 : 37-39.
- MONNIER G., STENGEL P., FIES 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) : 533-545.
- MURPHY C. P., BULLOCK P., TURNER R. H. (1977 a) - The measurement and characterisation of voids in soil thin sections by image analysis. Part I. Principles and techniques. *J. Soil Sci.*, 28 : 498-508.
- MURPHY C. P., BULLOCK P., BISWELL K. V. (1977 b) - The measurement and characterisation of voids in soil thin sections by image analysis. Part II. Applications. *J. Soil Sci.*, 28 : 509-518.
- MURPHY C. P., BANFIELD C. F. (1978) - Pore space variability in a sub-surface horizon of two soils. *J. Soil Sci.*, 29 : 156-166.
- MURRAY R. S., QUIRK J. P. (1980 b) - Freeze-Dried and Critical-Point-Dried Clay - A Comparison. *Soil Sci. Soc. Am. J.*, 44 : 232-234.
- MURRAY R. S., QUIRK J. P. (1980 a) - Clay-Water interactions and the mechanism of soil swelling. *Colloids Surf.*, 1 : 17-32.
- NEWMAN A. C. D., THOMASSON A. J. (1979) - Rothamsted studies of soil structure III. Pore size distributions and shrinkage processes. *J. Soil Sci.*, 30 : 415-439.
- PELLERIN F. M. (1980) - La porosimétrie au mercure appliquée à l'étude géotechnique des sols et des roches. *Bull. liaison Labo. P. et Ch.*, 106 : 105-116.

- PLET P., TANGUY H. (1975) - Contribution à l'étude des relations entre l'évolution du profil cultural et le comportement des assolements céréaliers intensifs dans l'Ouest de la France. *Mémoire de D. E. A. - D. A. A., Université et E. N. S. A. de Rennes* : 185 p.
- QUIRK J. P. (1978) - Some Physico-Chemical Aspects of Soil Structural Stability, a Review. *W. W. Emerson, R. D. Bond and A. R. Dexter (Editors), Modification of Soil Structure. Wiley-Interscience* : 3-16.
- REEVE M. J., HALL D. G. M. (1978) - Shrinkage in clayey subsoils of contrasting structure. *J. Soil Sci.*, 29 : 315-323.
- REEVE M. J., HALL D. G. M., BULLOCK P. (1980) - The effect of soil composition and environmental factors on the shrinkage of some clayey british soils. *J. Soil Sci.*, 31 : 429-442.
- RICHARDS L. A. (1941) - A pressure-membrane extraction apparatus for soil solution. *Soil Sci.*, 51 : 377-386.
- RICHARDS L. A. (1947) - Pressure membrane apparatus - construction and use. *Agric. Eng.*, 28 : 451-454.
- STENGEL P. (1976) - Incidence de la simplification du travail du sol sur la porosité de la couche arable. *C. R. du Colloque : Simplification du travail du sol en rotation céréalière I. T. C. F.*, 150-165.
- 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 : 27-51.
- STIRK G. B. (1954) - Some aspects of soil shrinkage and the effect of racking upon water entry into the soil. *Aust. J. Agric. Res.*, 5 : 279-290.
- TESSIER D. (1978) - Etude de l'organisation des argiles calciques. Evolution au cours de la dessiccation. *Ann. agron.*, 29 (4) : 319-355.
- TESSIER D., BERRIER J. (1978) - Observations d'argiles hydratées en microscopie électronique à balayage ; importance et choix de la technique de préparation. *Proc. Vth Int. Working Meeting Soil Micro-morphology, Granada* : 117-135.
- TESSIER D., QUIRK J. P. (1979) - Sur l'apport de la microscopie électronique dans la connaissance du gonflement des matériaux argileux. *C. R. Acad. Sci., Paris*, t 288, Sér. D : 1375-1378.
- TESSIER D., BERRIER J. (1979) - Utilisation de la microscopie électronique à balayage dans l'étude des sols. Observation de sols humides soumis à différents pF. *Science du sol*, 1 : 67-82.
- TESSIER D., PEDRO G., CAMARA L. (1980) - Sur le comportement hydrique et l'évolution de l'organisation des argiles (kaolinites et smectites) au cours de la dessiccation et de la réhumectation. *C. R. Acad. Sci., Paris*, t. 290, Sér. D : 1169-1172.

- TESSIER D. (1980) - Sur la signification de la limite de retrait dans les argiles. *C. R. Acad. Sci., Paris*, t. 291, sér. D : 377-380.
- TESSIER D., PEDRO G. (1980) - Sur les propriétés de gonflement des argiles dans les sols. *C. R. Acad. Sci., Paris*, t. 291, sér. D : 461-464.
- VACHIER P., CAMBIER P., PROST R. (1979) - Structure d'un milieu poreux : la craie. *Ann. agron.*, 30 (3) : 247-253.

LISTE DES FIGURES

	Pages
1 - Courbes Proctor du matériau limoneux du Rheu préparé selon le protocole Standard et selon le protocole Modifié.	17
2 - Courbes Proctor du matériau limoneux du Rheu, obtenues en supposant que les seuils hydriques de sensibilité au compactage (W^c) soient identiques pour chacun des deux protocoles de fabrication des agrégats.	23
3 - Variation, en fonction de la teneur en eau (W), de la densité sèche d'agglomérats ($\bar{\gamma}_d^a$) issus d'agrégats 2-5 (non compactés) préparés selon les deux protocoles (standard et modifié)	35
4 - Courbes Proctor et courbes de variation, en fonction de la teneur en eau, de la densité sèche d'agglomérats ($\bar{\gamma}_d^a$) issus d'agrégats 2-5, pour les deux protocoles de fabrication des agrégats.	43
5 - Mode de prélèvement des mottes dans un échantillon Proctor.	46
6 - Variation en fonction de la teneur en eau (W) de la densité sèche du matériau préparé selon le protocole modifié : - non compacté, à l'échelle des agrégats ($\bar{\gamma}_d^a$) - après le compactage, à l'échelle de l'échantillon Proctor ($\bar{\gamma}_d$), de mottes prélevées dans ces échantillons ($\bar{\gamma}_d^m$), et d'agglomérats issus de ces mottes ($\bar{\gamma}_d^{ac}$).	51
7 - Matériau préparé selon le protocole modifié : aux deux teneurs en eau particulières au moment du compactage, volumes massiques de vides : - dans les agrégats non compactés (v_v^a) - après le compactage, dans les échantillons Proctor (v_v), dans les mottes (v_v^m) et dans les agglomérats issus de ces mottes (v_v^{ac}).	52
8 - Comme la Figure 6, mais pour le matériau préparé selon le protocole Standard.	61
9 - Comme la Figure 7, mais pour le matériau préparé selon le protocole Standard.	62
10 - Dispositif pour mettre des échantillons en équilibre à des pF inférieurs ou égaux à 3 (d'après TESSIER et BERRIER, 1979).	75
11 - Courbes de rétention de l'eau de la motte compactée à W_1 (a) et de la motte compactée à W_2 (b).	79
12 - Courbes de rétention de l'eau des deux types de mottes et des agrégats non compactés, pour quelques histoires hydriques.	82

- 13 - Schématisation de l'effet "bouteille d'encre". 86
- 14 - Courbes de rétention de l'eau d'un matériau argileux (d'après CRONEY et COLEMAN, 1954) 88
- 15 - Variation au cours d'une dessiccation du volume d'un échantillon de sol argileux, préparé à l'état de pâte (a) ou à structure conservée (b), d'après HAINES (1923) et STIRK (1954). 95
- 16 - Au cours de la dessiccation, variation, en fonction du volume massique d'eau (v_w), des volumes massiques de vides d'agglomérats et, éventuellement, de mottes, pour le matériau non compacté et pour les mottes compactées à W_1 ou à W_2 . 97
- 17 - Pour la motte compactée à W_1 , ensemble des mesures de volumes massiques de vides d'agglomérats (v_v^{ac}) et de mottes (v_v^m), aux différentes étapes hydriques de la dessiccation et des réhumectations, en fonction du volume massique d'eau (v_w). 104
- 18 - Pour la motte compactée à W_2 , ensemble des mesures de volumes massiques de vides d'agglomérats (v_v^{ac}) et de mottes (v_v^m), aux différentes étapes hydriques de la dessiccation et des (ré)humectations, en fonction du volume massique d'eau (v_w). 108
- 19 - Pour les agrégats non compactés, volumes massiques de vides d'agglomérats (v_v^{ac}), en fonction du volume massique d'eau (v_w), en dessiccation et pour quelques réhumectations. 112
- 20 - En (ré)humectation, volumes massiques de vides d'agglomérats et, éventuellement, de mottes, en fonction du volume massique d'eau, pour le matériau non compacté et pour les mottes compactées à W_1 ou à W_2 . 115
- 21 - Schéma illustrant la progression du mercure dans un pore de forme quelconque (d'après VACHIER et al, 1979). 133
- 22 - Volume poral cumulé en fonction du logarithme du rayon équivalent des pores : deux courbes réalisées sur deux échantillons d'agrégats non compactés à W_1 . 135
- 23 à 38 - Comparaison des distributions de la taille des pores de deux ou plusieurs échantillons :
 - représentation du volume poral cumulé (des petits vers les grands pores) en fonction du logarithme de la taille équivalente des pores,
 - distribution de ce volume poral en différentes classes de tailles de pores.
- 23 - Agrégats à W_1 et agrégats à W_2 (non compactés). 137

- 24 - Agrégats non compactés à W_2 et motte compactée à W_2 . 138
- 25 - Agrégats non compactés à W_1 et motte compactée à W_1 .
- 26 - Motte compactée à W_1 et motte compactée à W_2 . 140
- 27 - Motte compactée à W_1 et motte compactée à W_2 , après le compactage et après la dessiccation à pF 6,6. 144
- 28 - Motte compactée à W_1 et motte compactée à W_2 , séchées à pF 6,6. 146
- 29 - Motte compactée à W_1 séchée à pF 6 et séchée à pF 6,6.
- 30 - Motte compactée à W_2 ; après le compactage, séchée à pF 6,6, réhumectée à pF 3, puis à pF 1,5, à partir de pF 6. 150
- 31 - Motte compactée à W_1 : après le compactage, séchée à pF 6, réhumectée à pF 3, puis à pF 1,5, à partir de pF 6. 152
- 32 - Motte compactée à W_1 : après le compactage, séchée à pF 6,6, réhumectée à pF 1,5, à partir de 6,6. 153
- 33 - Motte compactée à W_2 : après le compactage, séchée à pF 6,6, réhumectée à pF 1,5, à partir de pF 6,6.
- 34 - Motte compactée à W_2 : réhumectée à pF 1,5 à partir de pF 6,6 et à partir de pF 6. 154
- 35 - Motte compactée à W_1 : réhumectée à pF 1,5 à partir de pF 6,6 et à partir de pF 6.
- 36 - Motte compactée à W_1 et motte compactée à W_2 : réhumectées à pF 3 à partir de pF 6. 155
- 37 - Motte compactée à W_1 et motte compactée à W_2 : réhumectées à pF 1,5 à partir de pF 6.
- 38 - Motte compactée à W_1 et motte compactée à W_2 : réhumectées à pF 1,5 à partir de pF 6,6. 156
- 39 - Diagramme de Rayons X de la fraction inférieure à $2 \mu\text{m}$ du matériau limoneux du Rheu. 163
- 40 - Analyse thermopondérale de la fraction inférieure à $2 \mu\text{m}$. 164
- 41 - Analyse thermique différentielle de la fraction inférieure à $2 \mu\text{m}$.
- 42 - Courbes de rétention de l'eau de la fraction argileuse extraite du matériau limoneux. 166
- 43 - Schéma de l'évolution de l'organisation des particules d'une argile du type illite, au cours de la dessiccation et au cours de la réhumectation (d'après TESSIER, 1978 ; TESSIER et QUIRK, 1979). 167

TABLE DES MATIERES

Pages

INTRODUCTION	7
PREMIERE PARTIE : ETUDE DE L'EVOLUTION DE LA STRUCTURE DU MATERIAU SOUMIS A UNE CONTRAINTE MECANI- QUE	
CHAPITRE I - COMPORTEMENT AU COMPACTAGE DU MATERIAU LIMONEUX DU RHEU	13
1 - Choix d'une méthode de compactage : le test Proctor	14
2 - Nature et histoire des matériaux étudiés	
3 - Analyse des courbes Proctor	16
3.1 - Le point singulier, seuil de sensibilité au com- pactage	
3.1.1 - Eléments d'interprétation	
3.1.2 - Analyse des résultats	19
3.2 - La première partie de la courbe Proctor ($0-W^C$)	20
3.3 - La seconde partie de la courbe Proctor (W^C-W^M)	21
3.4 - Le maximum de compacité	22
3.4.1 - Eléments d'interprétation	
3.4.2 - Analyse des résultats	
3.5 - La troisième partie de la courbe ($W > W^M$)	25
4 - Conclusion	
CHAPITRE II - INFLUENCE DU COMPACTAGE SUR LA STRUCTURE DU MATERIAU - MESURES DE POROSITES, OBSERVATIONS EN MICROSCOPIE OPTIQUE	27
1 - Les méthodes de caractérisation physique et microsco- pique	28
1.1 - Les mesures physiques	
1.1.1 - La méthode de mesure de la densité sèche de pé- tits agrégats	29
a) Principe	
b) Mesures	
c) Précision	30
1.1.2 - Calcul des deux composantes de la porosité to- tale d'un échantillon	31
1.2 - Les observations microscopiques	32
1.2.1 - Préparation des échantillons en vue de la fa- brication de lames minces	
1.2.2 - Description des lames minces	33
2 - Caractérisation des matériaux avant le compactage	34
2.1 - Influence de l'histoire du matériau sur la poro- sité des agrégats avant le compactage	
2.1.1 - Les résultats	
2.1.2 - Discussion	37

2.2 - Les porosités interagrégats et intraagrégats des matériaux non compactés	38
2.3 - Description microscopique de l'horizon B _t du Rheu	
2.4 - Description microscopique d'un assemblage non compacté d'agrégats 2-5	41
3 - Caractérisation des matériaux après le compactage	42
3.1 - Choix des teneurs en eau particulières	45
3.2 - Mode opératoire	
3.2.1 - Prélèvement des mottes dans les échantillons Proctor	
3.2.2 - Les données expérimentales	47
3.2.3 - Homogénéité des mottes et précision des mesures physiques	
3.3 - Présentation des résultats des mesures physiques	48
3.4 - Le matériau préparé selon le protocole modifié	50
3.4.1 - Résultats des mesures physiques	
3.4.2 - Descriptions microscopiques	53
3.4.3 - Conclusion à l'étude du matériau préparé selon le protocole modifié	
3.5 - Le matériau préparé selon le protocole Standard	59
3.5.1 - Résultats des mesures physiques	
3.5.2 - Descriptions microscopiques	60
3.5.3 - Conclusion à l'étude du matériau préparé selon le protocole standard	
4 - Conclusion	65

SECONDE PARTIE : ETUDE DE L'EVOLUTION DE LA STRUCTURE DU MATERIAU COMPACTE SOUMIS A DES CONTRAIN- TES HYDRIQUES

CHAPITRE III - CONSEQUENCES DU COMPACTAGE SUR LES PROPRIETES DE RETENTION DE L'EAU DU MATERIAU	71
1 - L'état énergétique de l'eau dans le sol	
1.1 - Paramètres caractéristiques de l'état énergétique de l'eau du sol	
1.1.1 - Les composantes du potentiel total	72
1.1.2 - Expression des potentiels. Notion de pF	
1.2 - Méthodes utilisées pour amener un échantillon à l'équilibre avec une succion prédéterminée	74
1.2.1 - Techniques mettant en oeuvre une pression pneumatique	
1.2.2 - Techniques reposant sur le contrôle de l'humidité relative	75
2 - Propriétés de rétention de l'eau des mottes	76
2.1 - Les étapes hydriques	
2.2 - Les résultats	78
2.2.1 - Le pF des mottes à l'issue du compactage	
2.2.2 - Variation de la teneur en eau des mottes au cours des histoires hydriques	
2.2.3 - Influence du compactage à W ₁ et à W ₂ sur le comportement hydrique des mottes	83

2.3 - Eléments d'interprétation des résultats	84
2.3.1 - Application de la loi de Jurin à la détermination d'une distribution équivalente de la porosité en fonction de la taille des pores	
2.3.2 - Variation de la teneur en eau en fonction de pF : les causes possibles de l'hystérésis	85
2.4 - Discussion et conclusion de l'étude des propriétés de rétention de l'eau des mottes	89
2.4.1 - Influence des contraintes hydriques sur les propriétés de rétention en eau des mottes	
2.4.2 - Influence du compactage sur les propriétés de rétention en eau du matériau	90
a) à pF 1,5	
b) à pF 3	
 CHAPITRE IV - CONSEQUENCES DU COMPACTAGE SUR L'EVOLUTION DE LA STRUCTURE DU MATERIAU, AU COURS DE VARIATIONS HYDRIQUES - MESURES DE POROSITES, OBSERVATIONS EN MICROSCOPIE OPTIQUE	93
1 - Rappels sur le retrait et le gonflement des matériaux pédologiques	
2 - Etude du retrait des mottes et du matériau non compacté	96
2.1 - Résultats des mesures physiques : Influence du compactage à W_1 et à W_2 sur le retrait du matériau limoneux du Rheu.	
2.1.1 - Remarques préliminaires	
2.1.2 - Le retrait à l'échelle des agrégats	
2.1.3 - Le retrait à l'échelle de la motte	99
2.1.4 - Conclusion	
2.2 - Les observations microscopiques	100
2.2.1 - A l'échelle de l'assemblage des agrégats	
2.2.2 - A l'échelle de l'assemblage des constituants visibles au microscope optique	
2.2.3 - Conclusion	
3 - Etude du gonflement des mottes et du matériau non compacté	103
3.1 - Résultats des mesures physiques	
3.1.1 - Présentation des résultats	
3.1.2 - Influence du niveau de dessiccation préalable à l'humectation sur le gonflement	
3.1.2.1 - A pF 3	
a) à l'échelle des agrégats	
b) à l'échelle de la motte	105
3.1.2.2 - A pF 1,5	106
1) Remarques sur le degré de saturation en eau des échantillons	
2) Comportement de la motte compactée à W_2	109
a) à l'échelle des agrégats	
b) à l'échelle de la motte	
c) conclusion	110
3) Comportement de la motte compactée à W_1	
a) à l'échelle des agrégats	
b) à l'échelle de la motte	113
c) conclusion	

3.1.3 - Influence du compactage à W_1 et à W_2 sur le gonflement du matériau limoneux du Rheu	114
3.1.4 - Conclusion à l'étude du gonflement par les mesures physiques	
3.2 - Les observations microscopiques	117
3.2.1 - A l'échelle de l'assemblage des agrégats	
3.2.2 - A l'échelle de l'assemblage des constituants visibles au microscope optique	123
4 - Conclusion	

TROISIEME PARTIE : ETUDE DE L'EVOLUTION DE LA STRUCTURE DU MATERIAU, SOUMIS A DES CONTRAINTES MECANIQUE ET HYDRIQUES, A L'ECHELLE DE L'ASSEMBLAGE DES CONSTITUANTS ELEMENTAIRES

CHAPITRE V - INFLUENCE DU COMPACTAGE ET DES VARIATIONS HYDRIQUES SUR LA STRUCTURE DU MATERIAU - POROSIMETRIE A MERCURE, OBSERVATIONS EN MICROSCOPIE ELECTRONIQUE A BALAYAGE	129
1 - Influence des contraintes mécaniques et hydriques sur la distribution du volume poral en fonction de la taille des pores du matériau limoneux	
1.1 - La porosimétrie à mercure	130
1.1.1 - Principe	
1.1.2 - Mode opératoire	131
1.1.3 - Mode de représentation des résultats	
1.1.4 - Avantages et limites de la porosimétrie à mercure	
1.2 - Les échantillons analysés et la nature des pores pris en compte avec la porosimétrie à mercure	134
1.3 - Influence du compactage sur la distribution de la taille des pores	136
1.3.1 - Résultats	
1.3.2 - Discussion	139
a) Les risques d'artefact	
b) Comparaison entre distribution de la taille des pores évaluée par la porosimétrie à mercure et rétention en eau	141
1.4 - Influence de la dessiccation sur la distribution de la taille des pores des mottes compactées à W_1 et à W_2	143
1.4.1 - Résultats	
1.4.2 - Discussion	145
1.5 - Evolution de la distribution de la taille des pores des mottes compactées à W_1 et à W_2 au cours des réhumectations	149
1.5.1 - Résultats	
a) Réhumectation à pF 3, puis à pF 1,5, après la dessiccation à pF 6	
b) Réhumectation à pF 3, puis à pF 1,5, après la dessiccation à pF 6,6	151
c) Comparaison des deux réhumectations	
d) Comparaison des deux types de mottes	

1.5.2 - Discussion	157
a) Les risques d'artefacts	
b) Influence des modifications de distribution de la taille des pores des mottes, au cours des alternances de dessiccation-humectation, sur les propriétés de rétention de l'eau	158
1.6 - Conclusion à l'étude par la porosimétrie à mercure de l'évolution de la structure du matériau sous l'influence des contraintes mécaniques et hydriques	160
2 - Nature minéralogique et comportement physique de la fraction argileuse du matériau limoneux du Rheu	162
2.1 - Analyse minéralogique	
2.2 - Etude des propriétés de rétention de l'eau, du retrait et du gonflement de la fraction argileuse	
3 - Observations en microscopie électronique à balayage	168
3.1 - Le microscope électronique à balayage	
3.2 - Observation des deux types de mottes, après le compactage, après la dessiccation à pF 6	
3.3 - Observation des deux types de mottes réhumectées à pF 1,5 à partir de différents niveaux de dessiccation	171
4 - Conclusion	172
 CONCLUSION	 177
 ANNEXES	 181
 BIBLIOGRAPHIE	 209