

Titre: Amélioration des performances mécaniques de matériaux de fondations routières par calcification chimique
Title: [Amélioration des performances mécaniques de matériaux de fondations routières par calcification chimique](#)

Auteur: Elissar Ozeir
Author: [Elissar Ozeir](#)

Date: 2021

Type: Mémoire ou thèse / Dissertation or Thesis

Référence: Ozeir, E. (2021). Amélioration des performances mécaniques de matériaux de fondations routières par calcification chimique [Master's thesis, Polytechnique Montréal]. PolyPublie. <https://publications.polymtl.ca/9132/>
Citation: [Ozeir, E. \(2021\). Amélioration des performances mécaniques de matériaux de fondations routières par calcification chimique \[Master's thesis, Polytechnique Montréal\]. PolyPublie. https://publications.polymtl.ca/9132/](#)

Document en libre accès dans PolyPublie

Open Access document in PolyPublie

URL de PolyPublie: <https://publications.polymtl.ca/9132/>
PolyPublie URL: [https://publications.polymtl.ca/9132/](#)

Directeurs de recherche: Benoit Courcelles
Advisors: [Benoit Courcelles](#)

Programme: Génie civil
Program: [Génie civil](#)

POLYTECHNIQUE MONTRÉAL

affiliée à l'Université de Montréal

**Amélioration des performances mécaniques de matériaux de fondations
routières par calcification chimique**

ELISSAR OZEIR

Département des génies civil, géologique et des mines

Mémoire présenté en vue de l'obtention du diplôme de *Maîtrise ès sciences appliquées*

Génie civil

Août 2021

POLYTECHNIQUE MONTRÉAL

affiliée à l'Université de Montréal

Ce mémoire intitulé:

Amélioration des performances mécaniques de matériaux de fondations routières par calcification chimique

Présenté par **Elissar OZEIR**

en vue de l'obtention du diplôme de *Maîtrise ès sciences appliquées*

a été dûment accepté par le jury d'examen constitué de :

Li LI, président

Benoît COURCELLES, membre et directeur de recherche

Paul BAUDRON, membre

DÉDICACE

Je dédie ce mémoire

À mon père pour son soutien, son affection

et sa grande confiance,

À ma mère pour son amour, ses encouragements,

et ses sacrifices éternels,

Et à mon Dieu !

Sans vous, ce travail n'aurait jamais vu le jour.

REMERCIEMENTS

Je tiens tout d'abord à remercier sincèrement mon directeur de recherche, le professeur Benoît Courcelles, pour m'avoir offert l'opportunité de travailler sur un projet de maîtrise innovant au sein de son équipe de recherche. Sa patience, sa disponibilité et surtout ses judicieux conseils tout au long du projet m'ont été d'une aide inestimable. Cette maîtrise m'a permis de me familiariser avec le milieu de recherche et d'approfondir mes connaissances dans le domaine des infrastructures routières.

Mes très chers remerciements pour les techniciens du laboratoire de géotechnique, Éric et Samuel, pour leurs conseils et leur soutien technique infini. La réussite de mes travaux n'aurait pas été possible sans leur assistance précieuse.

Je remercie également mes collègues Joanderson et Jean-Louis qui m'ont donné la chance de travailler au sein d'une équipe dynamique et passionnante. Nos projets de recherche connexes ont connu un progrès formidable grâce à notre collaboration enrichissante. Ce fût un grand plaisir de travailler à leurs côtés.

Finalement, je remercie du fond du cœur ma famille et plus particulièrement mes parents et mes trois frères pour leur confiance, leur amour, leurs conseils et leur soutien inconditionnel tout au long de mon parcours universitaire. Je suis devenue la femme que je suis aujourd'hui grâce à leurs efforts incessants.

RÉSUMÉ

Les techniques courantes de construction et de réhabilitation des chaussées reposent sur l'amélioration de l'état géotechnique des matériaux routiers au moyen du compactage ou par l'ajout d'un liant chimique. Malgré leur grande efficacité sur le plan technique, ces opérations de stabilisation mécanique et chimique demeurent coûteuses et engendrent parfois un impact sur l'environnement. Pour pallier ces contraintes, la recherche de solutions alternatives pouvant s'inscrire pleinement dans le contexte du développement durable est en plein essor. Parmi ces solutions, la stabilisation par calcification chimique a très récemment fait son apparition avec le principe de renforcer le sol en place par le biais de précipités chimiquement produits.

La calcification chimique consiste à introduire, dans la matrice du sol, des produits réactifs susceptibles de générer une réaction indispensable à la précipitation de carbonate de calcium. Localisés aux points de contact des grains, ces précipités forment des ponts de cimentation liant les particules de sol entre elles de sorte à améliorer leurs caractéristiques mécaniques. Dans cette étude, quatre réactions chimiques potentielles sont impliquées dans le mécanisme de précipitation envisagé. Ces réactions se différencient par la nature des produits chimiques utilisés en tant que sources de calcium et de carbonates.

Les travaux menés dans cette recherche constituent une étude préliminaire ayant pour objectif d'examiner le potentiel de la calcification chimique à développer un matériau granulaire performant adapté aux couches des fondations routières. En vue d'optimiser la mise en œuvre du nouveau processus, un protocole de traitement fiable a été élaboré permettant la préparation des échantillons de sol suffisamment résistants et homogènes. Ces échantillons calcifiés ont subi par la suite une série d'essais de compression simple divisés en trois volets principaux. Le premier volet a été réalisé pour des échantillons traités via les 4 réactions chimiques considérées et a présenté une augmentation notable de leur résistance mécanique. Le deuxième volet a été réalisé pour des échantillons traités à différentes concentrations de la solution de calcium et les résultats démontrent une augmentation de leur résistance lorsque la concentration appliquée diminue. Finalement, le troisième volet a consisté à tester des échantillons ayant subi une hydratation suite à leur traitement et a mis en évidence une légère amélioration de leur rigidité sous l'action de l'eau. Par ailleurs, et en vue de mieux caractériser le comportement du matériau calcifié, des essais de cisaillement direct ont été effectués. Les résultats de ces derniers ont révélé que la calcification chimique améliore la

réponse du sol au cisaillement en lui conférant une cohésion significative. Ce gain de résistance est fortement contrôlé par la condition de température imposée.

ABSTRACT

Common pavement construction and rehabilitation techniques are based on improving the geotechnical state of road materials through compaction or addition of a chemical binder. Despite their high technical efficiency, these mechanical and chemical stabilization operations remain costly and can sometimes impact the environment. To overcome these constraints, the search for alternative solutions that can be fully integrated into the context of sustainable development is booming. Among these solutions, the stabilization by chemical calcification has very recently appeared with the principle of strengthening the soil in place by means of chemically produced precipitates.

Chemical calcification involves the introduction into the soil matrix of reagents capable of generating an indispensable reaction to calcium carbonate precipitation. Located at grain contact points, these precipitates form cement bridges that bind soil particles together to improve their mechanical characteristics. In this study, four potential chemical reactions are involved in the proposed precipitation mechanism. These reactions differ in the nature of the chemicals used as sources of calcium and carbonates.

The work carried out in this research is a preliminary study aimed at examining the potential of chemical calcification to develop a high-performance granular material suitable for road foundation layers. In order to optimize the implementation of the new process, a reliable treatment protocol has been developed to allow the preparation of sufficiently resistant and homogeneous soil samples. These calcified samples were subsequently subjected to a series of simple compression tests divided into three main components. The first part was carried out for samples submitted to the 4 treatment modes studied and it demonstrated a significant increase in their mechanical strength. The second part was carried out for samples treated at different concentrations of the calcium solution and it indicated an increase in their resistance to the decrease in the applied concentration. The third component tested samples that had undergone hydration following treatment and it showed a slight improvement in their stiffness under the effect of water. Furthermore, to better characterize the behaviour of the calcified material, direct shear tests were carried out. The results of these test revealed that chemical calcification improves the response of the soil to shear by giving it significant cohesion. This resistance gain is strongly controlled by the imposed temperature condition.

TABLE DES MATIÈRES

DÉDICACE.....	III
REMERCIEMENTS	IV
RÉSUMÉ.....	V
ABSTRACT	VII
TABLE DES MATIÈRES	VIII
LISTE DES TABLEAUX.....	XI
LISTE DES FIGURES.....	XII
LISTE DES SIGLES ET ABRÉVIATIONS	XIV
CHAPITRE 1 INTRODUCTION.....	1
1.1 Mise en contexte.....	1
1.2 Objectifs	2
1.3 Méthodologie	2
1.4 Structure du document	3
CHAPITRE 2 REVUE DE LITTÉRATURE	4
2.1 Problématique des chaussées	4
2.2 Types des chaussées	5
2.2.1 Chaussées revêtues	6
2.2.2 Chaussées non revêtues	7
2.3 Types de dégradations des chaussées.....	9
2.3.1 Dégradations des chaussées revêtues	9
2.3.2 Dégradations des chaussées non revêtues	12
2.4 Facteurs influençant l'état des chaussées	13
2.4.1 Les conditions climatiques	13

2.4.2 Le parc automobile.....	14
2.5 Sélection des matériaux de fondation et de sous -fondation	15
2.5.1 Généralités.....	15
2.5.2 Caractérisation géotechnique des matériaux de fondation et de sous-fondation d'une chaussée.....	16
2.6 Stabilisation des sols	21
2.6.1 Stabilisation mécanique.....	21
2.6.2 Stabilisation chimique	22
2.6.3 Stabilisation par biocalcification	28
2.6.4 Stabilisation par calcification chimique	39
2.6.5 Analyse critique des techniques existantes	50
CHAPITRE 3 RÉACTIONS, RÉACTIFS ET MATÉRIAUX.....	52
3.1 Réactions chimiques envisagées	52
3.2 Matériel	54
3.2.1 Bicarbonate de sodium	54
3.2.2 Carbonate de sodium.....	56
3.2.3 Chlorure de calcium	57
3.2.3 Acétate de calcium	58
3.2.5 Poussière de roche	63
3.2.6 Moules.....	66
CHAPITRE 4 ARTICLE 1 : ÉTUDE DES PERFORMANCES MÉCANIQUES D'UN MATÉRIAUX DE FONDATION GRANULAIRE TRAITÉ PAR LA CALCIFICATION CHIMIQUE	68
4.1 Résumé	68
4.2 Introduction	69

4.3 Matériels et méthodes.....	70
4.3.1 Réactions chimiques mises en jeu	70
4.3.2 Réactifs et matériaux	71
4.3.3 Protocole expérimental.....	73
4.4 Résultats et discussions	80
4.5 Conclusion.....	86
4.6 Références	86
4.7 Annexe A.....	88
4.8 Sigles et des abréviations	88
4.9 Tableaux	89
4.10 Figures.....	94
CHAPITRE 5 DISCUSSION GÉNÉRALE	98
5.1 Protocole de calcification chimique pour les matériaux granulaires de fondation des chaussées	98
5.2 Amélioration de la performance mécanique par calcification chimique.....	100
5.3 Influence de la température	104
5.4 Potentiel de valorisation des déchets industriels par calcification chimique	106
5.5 Avantages du traitement via l'acétate de calcium.....	107
5.6 Applications pratiques <i>in situ</i> de la calcification chimique.....	108
CHAPITRE 6 CONCLUSION ET RECOMMANDATIONS	111
BIBLIOGRAPHIE	114

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 2-1: Limites de distribution granulométrique des fondations MG-20 et MG-112 selon les normes MTQ	16
Tableau 2-2: Caractéristiques des essais Proctor	17
Tableau 2-3: Valeurs de CBR exigées pour une chaussée (AASHTO, 1993)	18
Tableau 3-1: Propriétés physico-chimiques du bicarbonate de sodium (Gawande et al., 2008; Malik & Goyal, 2006; Palangié, 2014).....	54
Tableau 3-2: Propriétés physico-chimiques du carbonate de sodium (CNESST, 2021)	56
Tableau 3-3: Résultats de l'analyse de la courbe granulométrique du sol	64
Tableau 4-1: Récapitulatif des échantillons du premier volet d'essais en compression simple	89
Tableau 4-2: Récapitulatif des échantillons du deuxième volet d'essais en compression simple ..	90
Tableau 4-3 (Suite) : Récapitulatif des échantillons du deuxième volet d'essais en compression simple	91
Tableau 4-4: Récapitulatif des échantillons du troisième volet d'essais en compression simple ..	92
Tableau 4-5: Récapitulatif des échantillons testés en cisaillement direct	93
Tableau 5-1: Amélioration de la résistance en compression simple des sols traités par les 4 réactions de calcification chimiques envisagées.....	101
Tableau 5-2: Équations d'évolution de la résistance selon la diminution de la concentration de traitement pour les 4 réactions chimiques considérées	102
Tableau 5-3: Valeurs des paramètres de Mohr-Coulomb de sols soumis à différents modes de traitement.....	106
Tableau 5-4: Comparaison des coûts unitaires des divers déglaçants (Salt Institute, 2004).....	108

LISTE DES FIGURES

Figure 2-1:Évolution de l'état des chaussées selon le confort au roulement IRI (MTQ, 2019a)	5
Figure 2-2:Structure conventionnelle d'une chaussée revêtue (MTQ).....	7
Figure 2-3: Structure conventionnelle d'une chaussée non revêtue.	8
Figure 2-4:Fissures longitudinales hors-piste de roues (MTQ, 2002)	10
Figure 2-5:Nids de poule de sévérité majeure (Crédit: Radio-Canada, 2019)	11
Figure 2-6: Illustration d'une importante émission de poussières sur une route forestière du Québec (Archives La presse, Tremblay (2020))	13
Figure 2-7: Endommagements affectant la chaussée en période de dégel (MTQ, 2017)	14
Figure 2-8: Effet de l'ajout de chaux sur les caractéristiques de compactage d'un sol (LCPC- SETRA, 2000).....	24
Figure 2-9: Schéma comparant les deux méthodes de traitement d'un échantillon de sol : 1) par pompage et 2) par percolation (St-Onge, 2016)	30
Figure 2-10: Illustration de l'effet du degré de saturation sur la répartition du carbonate de calcium dans la matrice du sol (Cheng, Cord-Ruwisch & Shahin, 2013)	32
Figure 2-11: Corrélations entre UCS et la teneur en CaCO ₃ (van Paassen, Leon A, Ghose, van der Linden, van der Star & van Loosdrecht, 2010)	35
Figure 2-12: Comparaison de la résistance UCS des sols traités par biocalcification et au ciment après 10 cycles gel-dégel (Cheng et al., 2013).....	36
Figure 2-13: Schéma illustrant la formation du carbonate de calcium à la surface des continents suivant un phénomène d'équilibre calco-carbonique (Verrecchia, Eric P., 2002).....	43
Figure 2-14: Images MEB du CaCO ₃ : (a) vatérite sphérique , (b) calcite cubique et aragonite en forme rosace (c) aragonite en forme d'aiguille (d) transformation de la vatérite (petites particules sphériques) en calcite (Chang, R. et al., 2017)	45
Figure 2-15: Effet de la température sur l'abondance des polymorphes (Chu et al., 2013)	48
Figure 2-16: Effet du pH sur la formation de l'aragonite pure (Ramakrishna et al., 2016)	49

Figure 3-1: Comparaison de la performance du traitement par biocalcification avec CaCl ₂ (CC) et avec coquilles d'œufs (ES) : a) Réponse de l'essai de compression simple b) Réponse de l'essai de perméabilité (Choi, Wu & Chu, 2016)	62
Figure 3-2: Courbe granulométrique de la poussière de roche	64
Figure 3-3: Courbe de compactage de la poussière de roche selon Proctor modifié	65
Figure 3-4: Système d'extraction utilisé	67
Figure 4-1: Moyenne des résultats en compression simple des échantillons du premier volet d'essais	94
Figure 4-2: Moyenne des résultats en compression simple des échantillons du deuxième volet d'essais	94
Figure 4-3: Valeurs du pH des deux solutions de calcium préparées à différentes concentrations	95
Figure 4-4: Évolution du pH dans le sol mélangé avec le carbonate de sodium a) par application du vinaigre b) par application de l'eau.	95
Figure 4-5: Moyenne des résultats en compression simple des échantillons du troisième volet d'essais	96
Figure 4-6: Critères de rupture de Mohr-Coulomb des séries (1) et (2)	96
Figure 4-7: Critères de rupture de Mohr-Coulomb des séries (3) et (5)	97
Figure 4-8: Critères de rupture de Mohr-Coulomb des séries (4) et (6)	97
Figure 5-1 : Exemples d'échantillons après extraction a) Échantillon traité par la méthode de percolation, b) Échantillon traité par la méthode de malaxage	100
Figure 5-2: Plan de rupture d'un d'échantillon soumis à l'essai de cisaillement direct	105
Figure 5-3: Pulvimalaxeur utilisé pour la stabilisation de la chaussée par calcification chimique (Adapté Bitume Québec, 2007).....	109

LISTE DES SIGLES ET ABRÉVIATIONS

A: Surface totale transversale à l'écoulement (m^2)

AASHTO: *American Association of State Highway and Transportation Officials*

ABS: Acrylonitrile butadiène styrène

ASTM: *American Society for Testing and Materials*

BA : Bicarbonate de sodium avec acétate de calcium

BC : Bicarbonate de sodium avec chlorure de calcium

c: Cohésion (KPa)

Ca^{2+} : Ion calcium

$Ca(CH_3COO)_2$: Acétate de calcium

$CaCl_2$: Chlorure de calcium

$CaCO_3$: Carbonate de calcium

$Ca(HCO_3)_2$: Bicarbonate de calcium

$Ca(NO_3)_2$: Nitrate de calcium

CaO : Oxyde de calcium

$Ca(OH)_2$: Hydroxyde de calcium

CBR: *California Bearing Ratio*

C_c : Coefficient de courbure

CCDG : Cahier des charges et dévis généraux

CCP : Carbonate de calcium précipité

CCN : Carbonate de calcium naturel

CD : Essai de cisaillement direct

CMA : *Calcium magnesium acetate*

CO_2 : Dioxyde de carbone

CO_3^{2-} : Ion carbonate

$\text{CO}(\text{NH}_2)_2$: Urée

CS : Essai de compression simple

C_u : Coefficient d'uniformité

D_{10} : Diamètre des grains correspondant à 10% de passant (mm)

D_{30} : Diamètre des grains correspondant à 30% de passant (mm)

D_{60} : Diamètre des grains correspondant à 60% de passant (mm)

D_{\max} : Diamètre du plus gros granulat (mm)

H_2O : Molécule d'eau

HCO_3^- : Ion bicarbonate

I_p : Indice de plasticité

INSPQ : Institut national de santé publique du Québec

IRI : Indice de rugosité international (%)

K : Conductivité hydraulique (cm/s)

K_s : Constante de solubilité

L : Hauteur du moule essai Proctor (cm)

MAPAQ : Ministère de l'Agriculture des Pêcheries et de l'Alimentation

MEB : Microscopie Électronique à balayage

MG112 : Matériel granulaire de taille maximale 112 mm dans la classification du MTQ

MG20 : Matériel granulaire de taille maximale 20 mm dans la classification du MTQ

MICP : Microbially Induced Calcite Precipitation

MTQ: Ministère des Transports de Québec

NaCH_3COO : Acétate de sodium

Na_2CO_3 : Carbonate de sodium

NaCl : Chlorure de sodium

NaHCO₃: Bicarbonate de sodium

NaNO₃ : Nitrate de sodium

NaOH : Hydroxyde de sodium

NH₃ : Ammoniac

NH₄⁺ : Ion ammonium

OH⁻ : Ion hydroxyde

OS : Objectif spécifique

PAA : Acide polyacrylique

PEG : Polyéthylène glycol

pH : Potentiel hydrogène

pKa : Constante d'acidité

PN : Poussière de roche non traitée

PT : Poussière de roche traitée

Q : Débit (m/s³)

SAAQ : Société de l'Assurance Automobile du Québec

SW : Sable bien gradué dans la classification USCS

T_a : Température ambiante

T_c : Température de cure de 45°C

UCS : Résistance à la compression simple (Unconfined compressive strength) (KPa)

USCS : *Unified Soil Classification System*

V : Volume (m³)

w : Teneur en eau (%)

w_{opt} : teneur en eau optimale de l'essai Proctor (%)

WA : Carbonate de sodium avec acétate de calcium

WC : Carbonate de sodium avec chlorure de calcium

ΔH : Différence de charge hydraulique (cm)

Δt : Intervalle de temps donné (s)

ρ_d : Masse volumique sèche (kg/m^3)

$\rho_{d \max}$: Masse volumique sèche maximale (kg/m^3)

Ω : Taux de sursaturation

φ : Angle de friction ($^\circ$)

$^\circ\text{C}$: Degré Celsius

CHAPITRE 1 INTRODUCTION

1.1 Mise en contexte

Assurant un déplacement sécuritaire des personnes et des biens et permettant un accès aux différentes ressources naturelles, le réseau routier possède une valeur économique et sociale très élevée au sein d'une nation. Par conséquent, partout dans le monde, le maintien des chaussées dans des bonnes conditions constitue l'un des défis principaux auxquels font face les autorités routières. Ce défi est d'autant plus grand que la plupart des réseaux subissent une augmentation rapide et continue du trafic routier (SAAQ, 2018).

Selon le ministère des Transports du Québec (MTQ, 2019c), environ 50% du réseau routier québécois, soit l'équivalent de 163 000 km de routes, se trouve en mauvais ou très mauvais état. Ceci est dû non seulement à l'augmentation significative du trafic lourd, mais aussi aux conditions climatiques sévères présentes (écart de température importants et cycles de gel/dégel). Ces problèmes majeurs affaiblissent l'intégrité et l'efficacité des chaussées, ce qui oblige le gouvernement québécois à investir annuellement des budgets importants pour leur entretien. Un budget totalisant 130,5 milliards de dollars est prévu dans le cadre du Plan québécois des infrastructures (PQI) 2020-2030, soit une hausse de 15,1 milliards de dollars (Gouvernement du Québec, 2020).

En raison des limitations des méthodes de stabilisation conventionnelles en termes de performances, d'impact sur l'environnement ou de coût, une attention particulière est portée aujourd'hui sur le développement de nouvelles techniques de traitement basées sur la stabilisation par voie biologique ou chimique. Dans ce contexte, les méthodes de calcification chimique constituent une des pistes récentes d'amélioration de la performance des chaussées revêtues et non revêtues.

Le processus de calcification chimique consiste à injecter des produits chimiques dans le sol, générant une réaction responsable de la précipitation de calcite. Cette calcite a pour rôle de créer des liens entre les particules du sol, améliorant ainsi ses propriétés géomécaniques. En effet, plus les particules d'un matériau granulaire sont connectées les unes aux autres, plus la résistance de ce matériau est importante. Cette technique pourrait donc être une solution efficace et économique

dans le but d'augmenter la résistance et la rigidité des chaussées, ainsi que de réduire la fréquence des réfections durant de leur durée de vie utile.

1.2 Objectifs

L'objectif général de la présente étude est de caractériser les performances mécaniques de chaussées de fondations routières traitées par calcification chimique. Pour ce faire, cet objectif global a été divisé en deux sous-objectifs spécifiques:

OS1 : Optimiser le mode d'application du traitement par calcification chimique aux matériaux de fondation granulaire des chaussées routières,

OS2 : Identifier, au moyen d'une série d'essais de compression simple et de cisaillement direct, l'effet de la calcification chimique sur les caractéristiques mécaniques des échantillons traités.

1.3 Méthodologie

La méthodologie adoptée dans le cadre des travaux de recherche comporte quatre étapes distinctes, détaillées comme suit :

Étape 1 : Réalisation d'une revue de littérature

En premier lieu, il sera essentiel d'approfondir le domaine des chaussées revêtues et non revêtues en réalisant un état des connaissances sur les caractéristiques géotechniques recherchées pour la sélection des matériaux. Cette revue de la documentation permettra également de faire le point sur les principaux phénomènes de dégradation des chaussées, ainsi que sur les techniques de stabilisation les plus récentes dans le domaine routier. Une partie de la littérature traitera du procédé de traitement par biocalcification, notamment ses effets sur la performance mécanique du sol et ses principales limites d'application. Cette première étape se terminera en élaborant le principe fondamental de la calcification chimique, essentiellement les réactions chimiques potentielles et les facteurs externes influençant ce processus.

Étape 2 : Réalisation des essais de laboratoire

Dans le cadre de cette recherche, les activités de laboratoire seront effectuées en trois étapes principales. La première consiste en la caractérisation géotechnique de la poussière de roche à traiter. La deuxième consiste en la réalisation d'un essai de faisabilité visant à optimiser le mode

d'application du traitement au sol. Enfin, la troisième étape consiste en la réalisation d'essais de compression simple et de cisaillement direct dans le but d'évaluer les performances mécaniques du matériau granulaire traité par le protocole optimal.

Étape 3 : Interprétation et discussion des résultats

En analysant les résultats du programme expérimental, il sera crucial de définir le protocole de traitement optimal contribuant aux changements les plus fiables et prometteurs dans l'état du sol chimiquement calcifié. Les résultats des essais mécaniques seront également interprétés en vue d'évaluer le potentiel de la technique de calcification chimique à attribuer au sol une amélioration de résistance et de rigidité.

Étape 4 : Conclusions et recommandations

La dernière étape présentera les différentes conclusions tirées suite à la réalisation de ces travaux préliminaires. Plusieurs recommandations seront proposées quant aux projets de recherche à poursuivre afin d'affiner la compréhension du processus de la calcification chimique dans une perspective d'application de cette technique à l'échelle pilote.

1.4 Structure du document

Ce mémoire est divisé en 5 parties principales. Suite au chapitre 1 d'introduction, le chapitre 2 porte sur les méthodes courantes utilisées pour la stabilisation des fondations routières et le potentiel d'application de la calcification chimique en tant qu'une solution alternative à ces méthodes. En second lieu, le chapitre 3 présente une description détaillée des produits réactifs et du sol utilisés, ainsi que des réactions chimiques envisagées. Par la suite, le chapitre 4 comprend un article permettant de répondre aux deux sous-objectifs spécifiques fixés. Le chapitre 5 présente une discussion générale des résultats expérimentaux obtenus, ainsi que des pistes possibles pour des essais futurs. Finalement, le chapitre 6 fait le sommaire des travaux réalisés.

CHAPITRE 2 REVUE DE LITTÉRATURE

2.1 Problématique des chaussées

Le Québec est desservi par un réseau routier d'environ 325 000 km. Pour sa part, le Ministère des Transports du Québec est responsable de l'entretien d'une partie de ce réseau routier composé d'environ 31 039 km d'autoroutes, de routes nationales, de routes régionales, de routes collectrices, ainsi que de chemins d'accès aux ressources naturelles. Ces routes québécoises sont de grande valeur économique et sociale puisqu'elles assurent des connexions entre les différentes zones peuplées du Québec, ainsi qu'entre les principaux équipements et territoires. Quant à la grande portion restante du réseau comportant les rues, les routes et les chemins locaux, elle demeure sous la responsabilité des municipalités, du Ministère des Ressources Naturelles, d'Hydro-Québec et du gouvernement fédéral.

Selon les données du rapport annuel de gestion du Ministère des Transports du Québec pour l'année 2019-2020, un budget totalisant 835,8 millions de dollars a été consacré pour la conservation du réseau routier québécois, soit une hausse de 15,8% par rapport à l'année 2018-2019. Ce budget a permis la réalisation de travaux de réfection sur une longueur de 1 528 km et de travaux préventifs sur une longueur de 973 km pour l'année 2019. La longueur totale de chaussée concernée par des travaux était donc de 2 501 km de chaussées en 2019.

Dans ce contexte, l'indice de rugosité international (IRI) évaluant le confort de roulement a montré que la proportion des chaussées présentant un bon état en 2019 constitue 76,7 % du réseau routier québécois, soit une diminution de 1,5 % par rapport à l'état observé en 2018 (MTQ, 2019a) . Autrement dit, 23,3% des chaussées québécoises sont en mauvais et très mauvais état. Ces chiffres confirment que, malgré l'augmentation importante des investissements annuels, ces derniers n'ont pas permis de freiner la dégradation des chaussées et d'assurer le bon état du réseau (Figure 2-1).

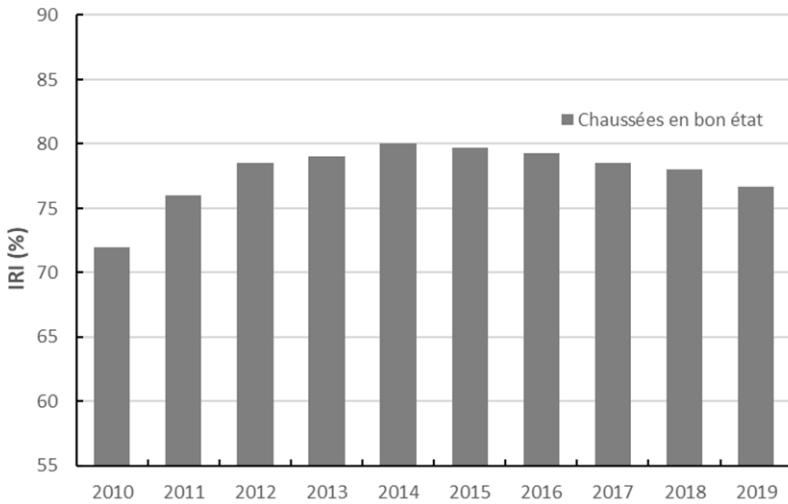


Figure 2-1:Évolution de l'état des chaussées selon le confort au roulement IRI (MTQ, 2019a)

2.2 Types des chaussées

Selon Doré (2004), une chaussée est définie comme étant un système multicouche linéaire, de grande envergure, soumis à plusieurs agents agressifs dont les facteurs environnementaux et le trafic. Malgré son apparence simple, ce système constitue un ensemble complexe et ceci est dû essentiellement à l'interaction entre les différentes couches influençant le comportement global de l'ouvrage. Constituant une interface entre le trafic et le sol sous-jacent, la chaussée a pour rôle de transférer les charges dues au trafic et de réduire les mouvements différentiels provenant du sol et leur effet à la surface afin d'assurer la circulation sécuritaire des véhicules et des personnes (Doré & Zubeck, 2009). Étant donné cela, cette infrastructure routière doit être dotée d'une structure adéquate lui permettant de résister aux contraintes appliquées sans subir des déformations excessives qui peuvent mener à la rupture.

Généralement, du point de vue structural, on peut distinguer deux catégories de chaussées : les chaussées revêtues et les chaussées non-revêtuées. Comme leur nom l'indique, la différence majeure entre ces deux catégories réside dans la présence ou non d'une couche de revêtement en surface de la chaussée. Au Québec, le réseau routier géré par le ministère des Transports du Québec comprend plus de 150 000 km de chaussées non revêtues, ce qui correspond à 45 % du territoire québécois.

Cette proportion augmente à 90% au niveau des réseaux municipaux et privés (Poulin, 2010). La partie restante du réseau est constituée alors de chaussées revêtues.

2.2.1 Chaussées revêtues

Une chaussée revêtue est généralement composée de couches de matériaux granulaires surmontées par une couche de roulement (Figure 2-2). Chacune de ces composantes joue un rôle fonctionnel et structural différent dans la performance et la durabilité de la chaussée (Bilodeau, Dore & Pierre, 2010). Ceci exige alors une sélection appropriée des propriétés relatives aux matériaux constitutifs des différentes couches qui permettent à celles-ci de remplir leur rôle au sein de la chaussée. Les couches ainsi que leurs principales fonctions sont présentées ci-après :

Le revêtement : Cette couche peut être un enrobé bitumineux, un béton de ciment, un traitement de surface, etc. Au Québec, le matériau le plus utilisé pour revêtir les chaussées est l'enrobé bitumineux (Thiam, 2014). Il est constitué de granulats concassés liés entre eux par un bitume lui attribuant une certaine stabilité et étanchéité. Le revêtement joue un rôle majeur dans la distribution des charges provenant du trafic vers la couche de fondation sous-jacente. Il permet également d'assurer la qualité de roulement de la chaussée en fournissant une surface stable et sécuritaire pour les véhicules. Par ailleurs, cette couche de roulement empêche l'infiltration d'eau dans la structure de la chaussée.

La fondation : Cette couche est composée principalement de graviers ou de pierres concassés. Située directement en-dessous de la couche de roulement, elle sert d'élément de support rigide pour cette dernière. Le rôle principal de la fondation granulaire est de distribuer les charges extérieures dans les couches sous-jacentes de la chaussée. De même, elle constitue une plateforme de construction puisqu'elle offre une surface stable pour l'exécution des travaux de pose du revêtement. Elle fournit également, grâce à sa faible teneur en fines, une protection contre le gel du sol support.

La sous-fondation : Cette couche est composée également de matériaux granulaires (sable avec ou sans gravier). Elle remplit diverses fonctions au sein de la chaussée : la répartition des charges sur l'infrastructure, le bon drainage de la fondation granulaire, la diminution des effets liés au gel au sein du sol support.

Bien que le sol support ne soit pas souvent considéré comme une couche composante de la chaussée, ses caractéristiques (portance et gélivité) font partie des paramètres requis pour la conception d'une route vu leur effet non négligeable sur la performance et la durabilité de cette dernière.

Afin de réduire les effets néfastes que produit l'accumulation excessive d'eau sur le comportement de la chaussée, l'intégration d'un système de drainage adéquat demeure une étape primordiale dans la conception de la structure.

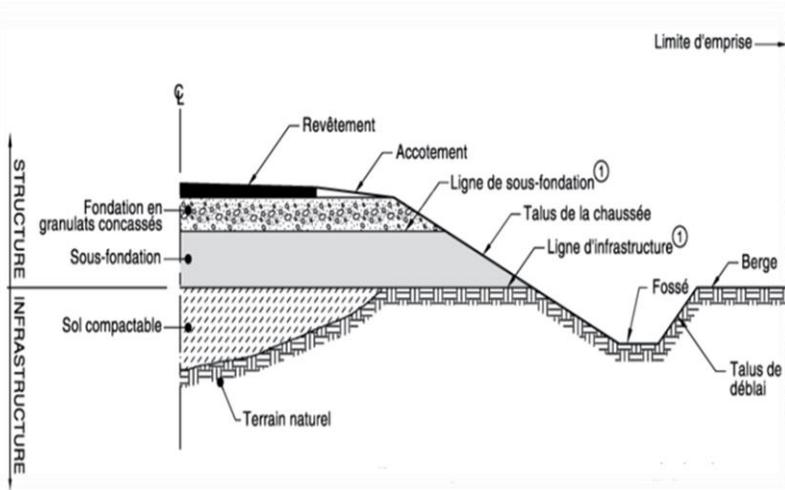


Figure 2-2:Structure conventionnelle d'une chaussée revêtue (MTQ)

Finalement, on peut distinguer 3 types principaux de chaussées revêtues: les chaussées souples recouvertes d'une couche de bitume, les chaussées rigides recouvertes d'une couche de béton de ciment et les chaussées mixtes combinant à la fois les composantes rigides et souples (Agal, 2005). Ces dernières sont composées d'une dalle de béton revêtue d'une surface de roulement en béton bitumineux. Au Québec, le réseau routier est composé en grande partie de chaussées souples (Québec, 2012). Pour cette raison, on se limitera dans le cadre de ce projet à l'étude de ce type de chaussées revêtues en plus des chaussées non revêtues.

2.2.2 Chaussées non revêtues

Par définition, une chaussée non revêtue est une surface de roulement granulaire, dépourvue de revêtement, qui permet une protection du corps de la chaussée contre les différentes sollicitations externes (trafic lourd et climat rigoureux). Pour assurer une bonne performance, la structure de la

chaussée peut être composée d'une couche de roulement granulaire, d'une couche de fondation et d'une couche de sous-fondation reposantes sur le sol d'infrastructure (Le Vern, 2016), tel que montré sur la Figure 2-3.

Les chaussées non revêtues sont généralement des routes de secteurs éloignés ou des chemins d'accès aux ressources. Elles sont principalement empruntées par les véhicules lourds des compagnies d'exploitation des ressources et par les personnes livrant aux activités de plein air. À cause de la faible circulation et de leur éloignement des centres d'activités, le pavage de ces routes paraît souvent une tâche dispendieuse et non essentielle. Les chaussées non revêtues peuvent être divisées en 3 catégories (Autret, 1997) :

Pistes naturelles : Il s'agit de pistes offrant des conditions de roulement telles que la circulation se fait directement sur le terrain naturel, sans aucune intervention préalable. Ce type de routes n'est soumis à aucun système de gestion ou d'entretien.

Pistes de terre : Ce sont des pistes naturelles ou certaines sections difficiles (sections à faible portance, affleurement rocheux ...) qui nécessitent un traitement particulier. Ces routes sont soumises à une circulation faible et temporaire.

Pistes élaborées : Ce sont des pistes entièrement aménagées, facilement accessibles aux véhicules tout en assurant des bonnes conditions de circulation continue.

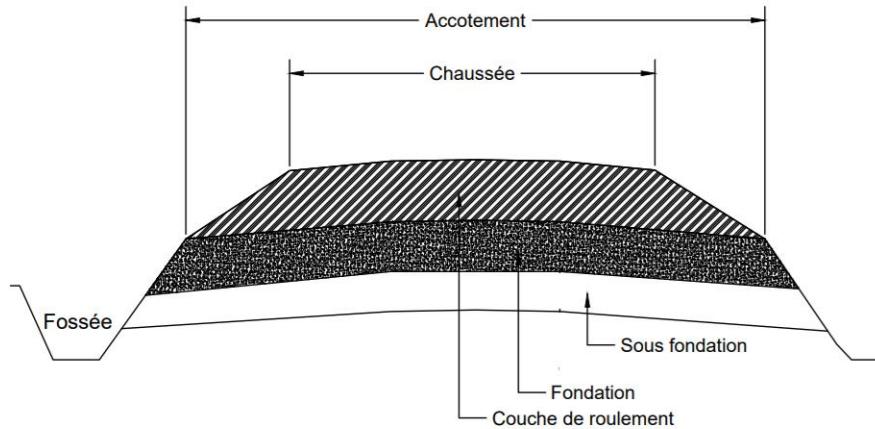


Figure 2-3: Structure conventionnelle d'une chaussée non revêtue.

2.3 Types de dégradations des chaussées

Sous l'effet simultané du trafic, du climat et du vieillissement des matériaux, les chaussées routières (revêtues et non revêtues) se dégradent. Ces dégradations de différents ordres et aspects sont la conséquence de problèmes d'origines diverses. Prenant naissance au niveau des couches supérieures de la chaussée et se propageant progressivement vers les couches inférieures, elles constituent des signes précoce et sensibles de l'évolution de l'état structural et fonctionnel des chaussées. En effet, les dégradations ne révèlent pas uniquement une détérioration de la qualité visuelle de la route mais aussi une diminution de sa stabilité et de sa performance. Pour remédier à ces problèmes, l'évaluation des chaussées devient une nécessité primordiale qui vise, par une série de mesures et d'observations, à déterminer les causes des dégradations et lister les interventions appropriées. Ce diagnostic permet donc d'assurer le bon fonctionnement du réseau routier et de prolonger sa durée de vie.

2.3.1 Dégradations des chaussées revêtues

Les dégradations observées au niveau des chaussées revêtues peuvent être classées en deux catégories : les dégradations de type A, issues d'une déficience de capacité structurelle de la chaussée, et les dégradations de type B, issues d'un défaut de mise en œuvre ou d'un défaut de qualité d'un matériau.

2.3.1.1 Dégradations de type A

Ces dégradations se manifestent sur les chaussées revêtues, et particulièrement les chaussées souples, sous différentes formes, dont les plus fréquentes sont les suivantes (Carter, 2018; MTQ, 2002):

- Les ornières : Ce sont des dépressions induites par le passage des roues des véhicules et dont le profil transversal est similaire à des traces de pneus simples ou jumelés. Les ornières dont la profondeur est inférieure à 12 mm ne présentent pas de problèmes sérieux au contraire de celles dépassant les 25 mm qui deviennent dangereuses et la circulation y est risquée. Cette sorte de dégradation peut être causée par un dimensionnement inadéquat de la chaussée, un faible compactage de l'enrobé et des matériaux granulaires lors de la mise en place, une maniabilité élevée de l'enrobé, une mauvaise conception du système de drainage ...

-Les ondulations : Ces défauts se présentent sous forme de dépressions le long ou en travers de la route. Elles sont généralement causées par le soulèvement différentiel dû au gel, par le retrait ou le gonflement non uniforme des sols de support dû à des variations de la teneur en eau, ou par un tassemement différentiel dû à un passage remblai/déblai ou sol/roc.

-Les fissurations : Les fissures peuvent être transversales, longitudinales dans ou hors des traces de roues et en rive (en bordure de la chaussée). Les fissures transversales peuvent être dues au retrait thermique, au vieillissement et fragilisation du bitume, et même à la remontée des fissures suite aux travaux de resurfaçage. Quant aux fissures dans les traces de roues, il est important de mentionner qu'elles constituent un signe de fatigue de la chaussée directement lié au trafic. À l'inverse, si les fissures longitudinales sont hors de la roue (Figure 2-4), elles peuvent être attribuées à un joint de construction mal exécuté ou à une ségrégation de l'enrobé lors de la pose. Pour les fissures en rive, elles sont généralement dues à un mauvais support latéral de la chaussée ou à un apport latéral d'eau de ruissellement.

-Les faïençages : Il s'agit d'un ensemble de fissures maillées formant une série de polygones au niveau de la couche de roulement. Ce réseau irrégulier indique habituellement la fatigue excessive de la couche de surface ou de la totalité de la chaussée par excès des contraintes de cisaillement induites par le trafic. Ils peuvent également être un signe du décollement de la couche de roulement.



Figure 2-4:Fissures longitudinales hors-piste de roues (MTQ, 2002)

2.3.1.2 Dégradations de type B

Parmi les diverses dégradations révélant la présence d'un défaut dans le corps de la chaussée, on peut principalement distinguer les suivantes (Cammisano, 2007; Carter, 2018; MTQ, 2002) :

-Les nids de poule : Ce sont des trous de forme arrondie, plus ou moins profonds, localisés à la surface de la chaussée (Figure 2-5). Ils sont caractérisés par la désagrégation localisée du revêtement sur toute son épaisseur induisant, par la suite, une expulsion des matériaux granulaires du corps de la chaussée. Ces déficiences sont probablement causées par une épaisseur insuffisante du revêtement, un défaut localisé de la couche de roulement lors de la mise en place des matériaux, une éjection d'une quantité importante de matériaux due à une mauvaise qualité de la chaussée et une faiblesse ponctuelle de la fondation.

-Les flaches : Ce sont des déformations localisées de la surface de roulement qui se manifestent sous forme de dépression en forme arrondie. Elles sont causées par un défaut de résistance des couches inférieures de la chaussée ou par une stabilité insuffisante de la couche de surface. De plus, l'apparition des flaches peut être attribuée à de mauvaises conditions de drainage affaiblissant la portance de la chaussée.

-Les pelades : Il s'agit d'un arrachement par plaques de l'enrobé de la couche de surface. Les causes probables de telles formes de dégradation sont la mauvaise adhérence de la couche de surface ou l'épaisseur insuffisante de celle-ci.



Figure 2-5:Nids de poule de sévérité majeure (Crédit: Radio-Canada, 2019)

2.3.2 Dégradations des chaussées non revêtues

Les chaussées non revêtues sont soumises à une multitude de dégradations dont quelques-unes sont similaires à celles observées sur les chaussées revêtues (Boishardy, 2020). On peut y mentionner :

-Les ornières : Ces affaissements localisés peuvent être causés, comme mentionné précédemment, par le sous dimensionnement de la chaussée, le compactage inapproprié des matériaux granulaires et la présence d'un mauvais système de drainage.

-Les tôles ondulées : Ces ondulations perpendiculaires à l'axe de la route sont très régulières, tant en espacement qu'en amplitude, et dépendent du matériau de surface et de l'intensité de circulation. Elles se manifestent principalement dans le cas d'une instabilité de la couche de roulement ou dans le cas d'un non-respect de la charge maximale à l'essieu correspondant au dimensionnement de la couche de roulement.

-Les nids de poules : Ces cavités arrondies sont caractérisées par l'éjection d'une quantité importante des matériaux de la couche de roulement. Elles sont généralement causées par la qualité insuffisante du sol de plateforme, le mauvais compactage des matériaux de surface et par l'absence ou l'insuffisance du drainage.

-Le ravinement : C'est une érosion longitudinale ou transversale de la chaussée induite par un écoulement d'eau la traversant. L'intensité de cette érosion dépend forcément de la quantité et de la vitesse de l'eau mise en jeu.

Les problèmes des chaussées non revêtues ne se limitent pas uniquement à ces formes de dégradations mentionnées ci-dessus, d'ailleurs un problème d'émission de poussières est fréquemment rencontré (Poulin, 2010) (Figure 2-6). Ce problème acquiert une attention particulière de la part des autorités routières compte-tenu des effets néfastes qui peuvent en résulter au niveau socio-économique et environnemental (Infraguide, 2005) . En effet, la poussière produite par les routes non revêtues constitue une source de pollution atmosphérique à cause des quantités importantes des particules fines qu'elles génèrent, ce qui augmente ainsi le risque des troubles respiratoires. De même, ces particules menacent la sécurité des conducteurs en réduisant leur visibilité. Il est également important de mentionner que la perte des particules fines des routes non revêtues réduit la performance et la durabilité de la surface. Ceci a pour effet d'accélérer la dégradation de la chaussée tout en augmentant les coûts d'entretien.



Figure 2-6: Illustration d'une importante émission de poussières sur une route forestière du Québec (Archives La presse, Tremblay (2020))

2.4 Facteurs influençant l'état des chaussées

La dégradation du réseau routier au Québec est due à l'interaction entre deux facteurs principaux : les conditions climatiques et le parc automobile.

2.4.1 Les conditions climatiques

Au Québec, le contexte climatique sévère a une grande influence sur la performance des chaussées sous l'effet de trois facteurs principaux : l'eau, la température et les cycles gel/dégel (Guy Doré & Bilodeau, 2013). Pendant la saison d'hiver, et avec des écarts de températures de 60 à 70 degrés, le sol d'infrastructure gèle jusqu'à une profondeur de 1,2 à 3 m, dépassant ainsi l'épaisseur structurale de la chaussée qui est de l'ordre 90 cm (MTQ, 2020). L'eau présente dans le sol contribue également à la détérioration des chaussées pendant les cycles gel/ dégel. En effet, l'eau aspirée vers la zone de gel cause la formation des lentilles de glace qui entraîne un soulèvement en surface. Ce soulèvement est responsable de la dégradation de la qualité de roulement puisqu'il a pour effet de plier le revêtement qui devient alors largement fissuré. De plus, sous l'effet du gel, le revêtement se fragilise et se contracte générant des forces de tension responsables de l'apparition des fissures transversales.

D'autre part, pendant le dégel printanier, la grande quantité d'eau résultante de la fonte des glaces se trouve emprisonnée dans le sol, et ceci à cause de l'étanchéité de la couche gelée en dessous (Sylvestre, 2017). La structure de la chaussée devenue saturée subit une diminution significative du module réversible de ses matériaux et donc une réduction de sa capacité portante. En effet, elle ne présente au printemps que 30 à 70 % de sa résistance normale en été (MTQ, 2019b). Cet affaiblissement de la chaussée la rend fragile à la sollicitation par le trafic lourd, ce qui accélère le taux de dégradation, notamment les fissures de fatigue et l'orniérage. Ces endommagements sont illustrés sur la Figure 2-7. Afin de réduire l'effet des charges lourdes sur l'état de la chaussée pendant la période du dégel, le ministère des transports impose aux transporteurs routiers une réduction quant aux poids de leurs véhicules lourds qui vaut environ 8 à 20% des masses axiales.

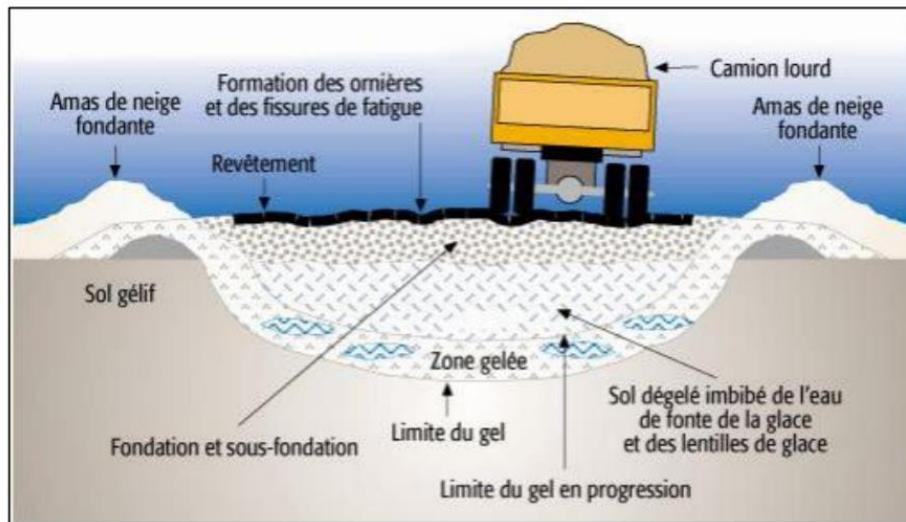


Figure 2-7: Endommagements affectant la chaussée en période de dégel (MTQ, 2017)

2.4.2 Le parc automobile

Le parc automobile qui emprunte le réseau routier québécois est identifié comme étant un autre facteur majeur affectant l'état de ce patrimoine. L'impact le plus considérable de ce parc est attribué au passage des véhicules lourds qui engendre d'importants endommagements à la chaussée. Selon le laboratoire des chaussées du MTQ, le passage d'un véhicule lourd cause un dommage équivalent au passage de 30 000 à 40 000 de véhicules de promenade et engendre donc des dégradations importantes. À ce chapitre, on peut distinguer les dommages en fatigue induisant des fissurations

longitudinales dans les sentiers de roue et les dommages en déformation permanente induisant des ornières structurales.

Des ornières structurales (ornières à grand rayon) peuvent aussi être générées dans les fondations de la chaussée et dans le sol d'infrastructure sous l'effet des fortes contraintes produites par le passage des véhicules lourds (OCDE, 1988).

Les détériorations résultantes du trafic peuvent se matérialiser par la formation de fissures longitudinales dans les pistes de roues causées par la fatigue du revêtement de chaussée.

La nature du parc automobile ne constitue pas le seul critère qu'il faut en tenir compte pour évaluer l'effet de ce parc sur l'état des chaussées routières. Le volume des véhicules lourds circulant sur les routes contrôle en grande partie le niveau de détériorations de ces routes. Selon la Société de l'assurance automobile du Québec (SAAQ, 2018), le nombre de camions qui roulent sur les routes du Québec a augmenté fortement en cinq ans en passant de 140 000 en 2013 à presque 160 000 en 2018. Cette croissance continue du camionnage dans l'économie du Québec a été affirmée dans le portrait statistique et économique réalisé par le MTQ. L'augmentation remarquable du trafic a pour conséquence d'accélérer la dégradation du réseau routier québécois et de réduire sa durée de vie puisque ce réseau n'est pas conçu pour supporter un tel niveau de trafic.

2.5 Sélection des matériaux de fondation et de sous -fondation

2.5.1 Généralités

La performance globale de la chaussée routière est grandement liée aux propriétés géotechniques des matériaux granulaires de fondation et de sous-fondation utilisés pour sa construction (Holtz, R.D., Kovacs & Sheahan, 2011). En effet, l'utilisation des matériaux performants et résistants permet d'attribuer à la chaussée des caractéristiques structurales essentielles pour une bonne rigidité et une meilleure durabilité. La sélection géotechnique appropriée des matériaux de construction demeure donc une étape primordiale dans les travaux de conception des chaussées.

Au Québec, les matériaux de fondation et de sous-fondation doivent répondre obligatoirement aux différents critères indiqués dans les normes du ministère des Transports du Québec (MTQ) et dans le cahier des Charges et Devis Généraux (C.C.D.G) (Poupart, 2013). Dans ce cadre, une série

d'essais mécaniques au laboratoire est recommandée pour identifier les propriétés géotechniques des matériaux disponibles et vérifier leur conformité ou non aux critères exigés.

2.5.2 Caractérisation géotechnique des matériaux de fondation et de sous-fondation d'une chaussée

2.5.2.1 Granulométrie

La granulométrie est l'une des caractéristiques physiques contrôlant la qualité d'un matériau vu qu'elle influence d'une façon marquée différentes propriétés de ce matériau tel le compactage, la perméabilité, la capillarité et la susceptibilité au gel. Ces propriétés peuvent être significativement différentes pour différentes distributions granulométriques du matériau.

Selon la norme NQ 2560-114 établie par le Ministère des Transports du Québec, les matériaux granulaires de fondation (MG-20) et de sous-fondation (MG-112) doivent avoir des courbes granulométriques situées à l'intérieur des fuseaux granulométriques de spécification. Ces fuseaux sont présentés dans le Tableau 2-1.

Tableau 2-1: Limites de distribution granulométrique des fondations MG-20 et MG-112 selon les normes MTQ

Diamètre (mm)	Matériau de fondation MG-20	Matériau de sous-fondation MG-112
112	-	100
80	-	-
56	-	-
31.5	100	-
20	90-100	-
14	68-93	-
5	35-60	35-100
1.25	19-38	-
0.315	9-17	-
0.08		0-10

Afin de réduire le potentiel de gélivité, assurer une capacité portante adéquate et garantir un bon drainage de la chaussée, le MTQ exige un pourcentage maximal de particules fines dans le mélange des matériaux granulaires. Ce pourcentage maximal limité à 7% est restrictif par comparaison aux

pays nordiques comme la Finlande ou la Suède, qui acceptent des pourcentages allant de 10% à 12%.

2.5.2.2 Proctor normal et Proctor modifié

L'essai Proctor a pour objectif de déterminer, pour des conditions de compactage fixées, la teneur en eau optimale à laquelle doit être compactée un sol pour obtenir une masse volumique sèche maximale et garantir alors un bon contrôle du compactage sur chantier. Il est recommandé pour les sols dont le diamètre du plus gros granulat ne dépasse pas un $D_{max}= 20$ mm.

Le principe de cet essai consiste à compacter, dans un moule normalisé et au moyen d'une dame normalisée, un échantillon du sol testé tout en mesurant sa teneur en eau et son poids volumique sec après compactage. L'essai, réalisé pour une énergie de compactage constante, est répété plusieurs fois de suite sur des échantillons portés à des teneurs en eau croissantes en déterminant à chaque fois la densité sèche. Plusieurs points (ρ_d, w) sont obtenus et la courbe de Proctor représentative de la variation de la masse volumique sèche en fonction des teneurs en eau peut être ainsi tracée.

On distingue deux types d'essai Proctor correspondant à des énergies de compactage différentes: le Proctor normal, dont le compactage est moyennement important, et le Proctor modifié dont le compactage est beaucoup plus intense. Le niveau d'énergie élevé relatif à ce dernier exige l'usage d'un équipement plus volumineux ainsi que l'application d'un nombre de coups de compaction plus important, tel que montré dans le Tableau 2-2. Cette évolution de l'essai Proctor normal vers l'essai modifié est liée à l'augmentation de la charge sur les ouvrages et à la recherche d'un essai plus représentatif de la réalité.

Tableau 2-2: Caractéristiques des essais Proctor

Essais	Proctor normal	Proctor modifié
Masse de la dame (Kg)	2.49	4.535
Hauteur de chute (cm)	30.5	45.7
Diamètre du moule (cm)	10.15	15.2
Hauteur du moule (cm)	11.65	11.6
Nombre de couches	3	5
Nombre de coups par couche	25	55
Énergie de compaction (KN.m/m ³)	593	2700

Comme l'essai Proctor modifié fournit des pourcentages de compaction très représentatifs de ceux obtenus sur chantier avec des engins de compactage puissants, ce type d'essai est recommandé pour les travaux routiers. Il est utilisé pour réaliser le compactage des matériaux destinés à constituer la fondation ou le corps de la chaussée routière.

À cet effet, le compactage des matériaux granulaires de la chaussée est règlementé par la norme NQ 2560-114/2002 du MTQ. Cette norme exige que les matériaux de fondation soient densifiés à 98% de la masse volumique sèche maximale avec une teneur en eau optimale comprise entre 8% et 15%. Quant aux matériaux de la sous-fondation, ils doivent être densifiés à 95% de la masse volumique sèche maximale avec une teneur en eau optimale comprise entre 8% et 15%.

2.5.2.3 Indice de portance californien (CBR)

L'indice de portance californien est un essai permettant la mesure de la capacité portante d'un matériau compacté par estimation de sa résistance au poinçonnement par rapport à un sol référence. Cette mesure dépend de la granulométrie du sol, de la teneur en eau et du degré de compactage. L'essai CBR est couramment utilisé pour le dimensionnement des chaussées routières et l'orientation des travaux de terrassements.

Le principe de l'essai est relativement simple : Une fois compacté dans un moule cylindrique suivant les conditions de l'essai Proctor, le matériau à tester est immergé dans l'eau pendant 4 jours. Un piston cylindrique de section $19,3 \text{ cm}^2$ est ensuite enfoncé dans le sol à vitesse constante de 1,27 mm/mn. Les valeurs des charges correspondantes à des enfoncements allant de 2,5 mm à 13 mm sont relevées. Le CBR est calculé finalement comme le rapport entre la charge induisant un enfoncement de 2,5 mm et la charge standard de 1 400 kg induisant un enfoncement égal sur le sol référence. Les valeurs de CBR exigées pour les différentes couches de la chaussée (AASHTO, 1993) sont présentées dans le Tableau 2-3.

Tableau 2-3: Valeurs de CBR exigées pour une chaussée (AASHTO, 1993)

Couche	Indice de portance CBR (%)
Fondation	> 80
Sous-fondation	> 35
Sol support	> 15

2.5.2.4 Perméabilité

La performance globale d'une chaussée n'est pas uniquement influencée par ses caractéristiques mécaniques mais aussi par ses caractéristiques hydrauliques. La variation de l'état hydrique de la chaussée au cours de l'année peut modifier énormément son comportement mécanique et cela en affectant la déformabilité et la rigidité de la structure. Le surplus d'eau dans le corps de la chaussée constitue un facteur majeur de l'accélération de dégradation de la route et donc de la diminution de sa durée de vie. Étant donné cela, assurer un drainage adéquat demeure une étape primordiale dans la conception des chaussées. Ceci rend alors nécessaire la vérification des propriétés drainantes des matériaux de fondation et de sous fondation de la chaussée. À cet effet, la conductivité hydraulique des matériaux granulaires doit être évaluée au moyen de l'essai de perméabilité à charge constante recommandé pour les sols grossiers et conformément à la norme ASTM D2434-68 (2006).

Le débit d'écoulement à travers un milieu poreux saturé de section A et de longueur L induit par une différence de charge Δh selon la loi de Darcy:

$$Q = k A \frac{\Delta h}{L} \quad \text{Éq. 2-1}$$

L'essai de perméabilité à charge constante consiste, en premier lieu, à compacter le matériau dans un moule cylindrique en respectant les conditions de compactage Proctor. Le moule est ensuite posé sur une base métallique munie d'une pierre poreuse et d'un filtre. Ces deux éléments sont également fixés dans la partie supérieure de l'échantillon à tester. Le système est fermé hermétiquement puis relié à un tube de Mariotte permettant d'appliquer une charge hydraulique constante. Ce tube est équipé de deux piézomètres qui servent à mesurer la charge imposée Δh sur un parcours de longueur L. Il est essentiel de noter que l'application de charge se fait de préférence à la base pour éliminer les bulles d'air à l'intérieur de l'échantillon et lui fournir alors une saturation parfaite. Il est important d'ajouter que la charge constante appliquée doit être conforme à la perméabilité du matériau considéré puisqu'une charge très élevée peut causer l'apparition des chemins d'écoulement préférentiels ou l'arrachement des particules fines au sein de l'échantillon.

Une fois le régime permanent établi dans le système, le volume d'eau V recueilli à la sortie pendant un intervalle de temps donné Δt est ainsi mesuré. Connaissant la longueur de l'échantillon L et la

surface du moule A, la conductivité hydraulique du matériau peut être directement calculé par la relation suivante qui découle de la loi de Darcy :

$$k = \frac{V \cdot L}{\Delta h \cdot A \cdot \Delta t} \quad \text{Éq.2-2}$$

2.5.2.5 Susceptibilité au gel

Dans les régions nordiques, le gel saisonnier est l'un des facteurs majeurs de dégradation induisant une augmentation significative du taux d'endommagement du réseau routier. Il peut contribuer jusqu'à environ 75% de la dégradation des chaussées (Doré, Drouin, Pierre & Desrochers, 2005). Les effets du gel sur les routes se manifestent par deux phénomènes principaux : les soulèvements à la surface de la chaussée par l'action du gel en ségrégation et la perte de la capacité portante de la structure lors du dégel printanier.

Les soulèvements au gel sont dus à la formation des lentilles de glace au niveau du sol d'infrastructure suite à la migration de l'eau présente dans le sol non gelé vers la zone gelée. Cette formation de lentilles exige la combinaison de trois conditions essentielles: un sol gélif, une alimentation en eau et une température sous le point de congélation (Holtz, Robert D, Kovacs & Sheahan, 1981; Moniz, 2012; Sylvestre, 2017). Ces conditions sont toutes rencontrées sur le territoire québécois. En effet, ce territoire se caractérise dans sa grande partie par la présence des sols dont la gélivité varie de modérée à forte. Par ailleurs, les précipitations annuelles importantes ainsi que le niveau élevé de la nappe phréatique rendent l'eau disponible à faible profondeur dans les sols. Finalement, les indices de gel variant entre 800°C.jours et 3 000°C.jours mettent en évidence l'intensité du froid dans cette région. À cet effet, le réseau routier québécois connaît des soulèvements au gel importants pouvant atteindre dans certaines régions jusqu'à 200 mm (Doré, 1997).

Les soulèvements au gel entraînent la formation des fissures de gel ainsi que des soulèvements différentiels longitudinaux et transversaux affectant considérablement le confort de roulement et réduisant la durée de vie de la chaussée.

Lors du dégel printanier, l'eau provenant de la fonte de la neige et de la fonte des lentilles de glace se retrouve toujours emprisonnée dans la structure de la chaussée à cause de la couche de sol gelée formant une barrière imperméable. Cette eau génère une augmentation des pressions interstitielles dans le corps de la chaussée sous l'action des charges dynamiques attribuées aux véhicules lourds.

Ces pressions causent la diminution des contraintes effectives et la rigidité des sols qui se traduit alors par une réduction significative de la résistance de la chaussée (Dysli, 1991).

Les cycles de gel et de dégel répétitifs accentuent la dégradation de la chaussée et accélèrent son endommagement avec le temps car l'apparition des petits défauts créent des zones de faiblesse causant une pénétration plus importante d'eau et donc une propagation plus rapide de ces désordres. Afin de minimiser les effets néfastes de ces cycles sur la chaussée, la conception du système doit satisfaire aux critères de protection contre le gel (MTQ, 2020) . Cette protection exige des épaisseurs suffisantes de matériaux granulaires non gélifs au-dessus du sol support. De même, la méthode de conception requise doit prendre en compte l'effet des variations saisonnières des propriétés mécaniques des matériaux par intégration des dommages annuels dans le calcul des modules réversibles de ces matériaux. À noter que le dimensionnement structural des chaussées inclut différentes stratégies pour contrer les effets du dégel tel que l'augmentation de l'épaisseur de la sous-fondation, l'installation d'une couche isolante, le remplacement du sol problématique par un sol moins gélif, la mise en place d'un système de drainage adéquat, etc...

2.6 Stabilisation des sols

La stabilisation des sols est une technique de traitement permettant l'amélioration des caractéristiques géotechniques et mécaniques du sol. Cette technique est couramment utilisée dans les travaux de construction routière pour résoudre les problèmes de stabilité et de déformation rencontrés au niveau des couches de la chaussée. Différentes méthodes de stabilisation physique, chimique et physicochimique peuvent être appliquées afin de préparer des matériaux de bonne qualité pouvant être qualifiés comme matériaux de chaussées (Holtz, R.D. et al., 2011). Étant donné que la stabilisation utilise la totalité du sol présent sur place en lui ajoutant des liants ou en lui appliquant un compactage par exemple, ce procédé est considéré économique et respectueux des ressources. Parmi les diverses avantages qu'offre la stabilisation des sols, on peut en mentionner l'augmentation de la capacité portante, la réduction du tassement et l'augmentation de la résistance au cisaillement (Winterkorn, Hans F. & Pamukcu, Sibel, 1991).

2.6.1 Stabilisation mécanique

La stabilisation mécanique consiste à mélanger le sol avec un ou plusieurs types de matériaux granulaires et à compacter l'ensemble afin d'augmenter sa résistance. L'ajout des matériaux

performants sert à renforcer le sol en place et à améliorer d'une manière significative son comportement mécanique. Un choix adéquat des sols importés est basé sur plusieurs facteurs tel que la résistance mécanique initiale, la composition minérale des matériaux et la gradation du mélange (Hilf, 1991). De plus, le compactage joue un rôle important dans la densification du sol par application d'énergie mécanique. Il se traduit par une expulsion d'air et une diminution des vides par rapprochement des grains du sol. La nouvelle texture resserrée du sol implique une diminution des risques de déformabilité et de tassements, une augmentation de la capacité portante ainsi qu'une réduction de la perméabilité (Le Borgne, 2010).

Réalisés conformément aux normes, les essais de compactage au laboratoire visent à déterminer la teneur en eau optimale nécessaire pour une densité sèche maximale conduisant à la plus grande capacité portante. Une variété d'équipement de compactage est disponible sur les chantiers de construction et dont le choix dépend du type de sol à traiter, du niveau de sollicitation ciblé ainsi que du rendement et de la maniabilité du matériel considéré.

Les améliorations considérables observées dans l'état géotechnique du sol compacté mettent en évidence l'importance de la compaction dans la stabilisation mécanique. À cet effet, les travaux de compactage constituent une étape fondamentale dans la construction des chaussées et sont souvent planifiés en fonction des éléments suivants : nature des matériaux en place, matériel de compactage utilisé, épaisseur compactée et nombre de passages de l'engin.

2.6.2 Stabilisation chimique

La stabilisation chimique est une méthode de traitement utilisée depuis des décennies pour l'amélioration des propriétés mécaniques des sols (Winterkorn, Hans F & Pamukcu, Sibel, 1991) . Elle consiste à mélanger le sol avec un ou plusieurs liants permettant de générer des réactions chimiques stabilisantes telles que la réaction pouzzolanique, la précipitation, l'hydratation et la carbonatation. Il s'agit dans tous les cas de modifier le comportement du sol pour répondre aux exigences de stabilité, de résistance et de déformation. Il existe une gamme très vaste d'agents chimiques utilisés à diverses fins de stabilisation et dont la sélection est contrôlée par l'état naturel du sol, la maniabilité de l'agent, les contraintes économiques et les conditions environnementales mises en jeu (Sherwood, 1993).

2.6.2.1 Traitement aux liants hydrauliques

Stabilisation au ciment

Le traitement au ciment est basé essentiellement sur la réaction de prise hydraulique où les particules de silicates et aluminates de calcium constituant le ciment s'hydratent et se transforment en cristaux s'emboîtant les uns dans les autres. La formation de telles liaisons implique un développement rapide et durable de la résistance mécanique aussi qu'une réduction de la compressibilité et du gonflement tout en assurant une couche de sol cohérente et imperméable (Saitoh, Suzuki & Shirai, 1985) . À cet effet, la stabilisation au ciment est appliquée tant pour la couche de surface que pour la couche de fondation et sous-fondation des chaussées routières. Ce type de traitement est appliqué plus particulièrement aux sols peu plastiques, qui sont à priori inadaptés au traitement à la chaux du fait de leur faible teneur en argiles.

La stabilisation au ciment est un processus influencé par une multitude de facteurs tels que le ratio eau-ciment, la présence des impuretés et la température ambiante. Un bon contrôle de ces facteurs est une condition essentielle pour garantir l'efficacité du traitement. De même, l'application du ciment exige la présence d'un sol ayant des particules de taille maximale 2 mm pour assurer une bonne adhérence entre ce liant et les grains du sol (Winterkorn, Hans F. & Pamukcu, Sibel, 1991).

Stabilisation à la chaux

La chaux vive est obtenue par calcination de carbonate de calcium (CaCO_3), à une température supérieure à 900°C. Au contact de l'eau, elle se transforme en chaux hydratée Ca(OH)_2 (Babasaki, 1997). L'ajout de ce liant hydraulique implique une augmentation de la quantité des ions Ca^{2+} et OH^- en solution dans le sol. Ces ions réagissent avec les particules du sol modifiant alors leurs caractéristiques suivant des processus physico-chimiques. Ceci se traduit par une diminution de la teneur en eau du mélange sol-chaux qui s'explique par trois raisons principales : l'apport des matériaux secs, la consommation de l'eau nécessaire à l'hydratation de la chaux et l'évaporation de l'eau sous l'effet de la chaleur générée par cette réaction exothermique. De même, l'incorporation de la chaux dans un sol argileux provoque le phénomène de flocculation où les particules fines argileuses s'agglomèrent en éléments plus grossiers entraînant une augmentation de la limite de plasticité I_p (Saussaye, 2012). Ce phénomène est responsable également de

l'aplatissement de la courbe Proctor de façon que l'optimum de compactage est décalé vers des teneurs en eau plus fortes et vers des densités de référence plus faibles, tel qu'illustré sur la Figure 2-8. L'aplatissement observé est étroitement lié à la quantité de chaux ajoutée au sol : plus la quantité de chaux est grande, plus la teneur en eau optimale sera décalée vers des teneurs en eau élevées, et plus la densité sèche optimale sera faible (Le Borgne, 2010).

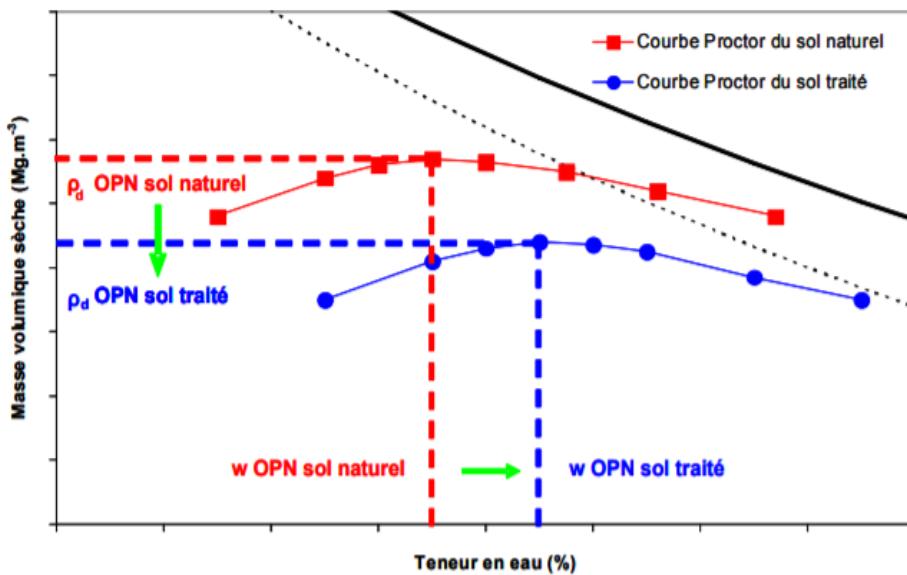


Figure 2-8: Effet de l'ajout de chaux sur les caractéristiques de compactage d'un sol (LCPC-SETRA, 2000)

D'autres modifications dans l'état du sol sont observées à long terme suite au traitement à la chaux : l'apport important d'ions OH^- dans le sol entraîne une forte augmentation du pH favorisant la dissolution de la silice et de l'alumine contenues dans les particules de sol. Ces particules en solution réagissent avec le calcium pour former des produits cimentaires suivant des réactions dites réactions pouzzolaniques qui peuvent durer pour des années. Par conséquent, le sol traité subit une forte augmentation de ses caractéristiques mécaniques, notamment de la résistance à la compression simple et à la traction (Bell, 1996).

En construction routière, la chaux est très couramment utilisée comme stabilisant pour les sols fins du fait qu'elle présente une efficacité géotechnique et économique: valorisation des matériaux médiocres, réduction du trafic poids lourds, réduction des immobilisations pour intempéries,

diminution de la durée des travaux, réduction du coût des travaux... Mais, concernant l'impact environnemental, la chaux demeure un matériau non écologique à cause des émissions importantes de dioxyde de carbone induites lors de sa production aux usines (Birchal, Rocha & Ciminelli, 2000; Shand, 2006).

Stabilisation aux cendres volantes

Les cendres volantes constituent le résidu finement divisé résultant de la combustion du charbon pulvérisé dans les centrales thermiques. Ces produits présentent des propriétés pouzzolaniques et hydrauliques latentes ainsi qu'une teneur élevée d'hydroxyde de calcium permettant leur durcissement par réaction avec l'eau. Selon le type de charbon et de chaudière utilisés, on obtient trois natures différentes de cendres volantes (siliceuses, silico-calciques, calciques).

Les cendres volantes trouvent largement leur application dans le domaine de la construction. Elles sont utilisées pour la préparation de la matière première essentielle à la fabrication des ciments et cela à cause de leurs propriétés pouzzolaniques bénéfiques (amélioration des propriétés mécaniques et de la durabilité du ciment, réduction du coût de fabrication...). De même, elles peuvent être employées pour la réalisation des liants hydrauliques routiers et pour le terrassement nécessaire à la création des remblais ou des couches de la chaussée. À ce niveau, les cendres volantes servent de stabilisants permettant l'amélioration des propriétés mécaniques des sols en place (White, Harrington, Ceylan & Rupnow, 2005).

Le principal avantage des cendres volantes est leur impact réduit sur l'environnement. En effet, elles constituent des produits énergétiques qui peuvent être utilisés comme substituant du ciment, et représentent alors une solution pour réduire de manière importante les émissions de CO₂.

Malgré ses avantages, la stabilisation avec les cendres volantes présente certaines limitations (Mac Laren D.C & White, M.A , 2003) :

- la teneur en eau du sol à traiter doit être inférieure à la teneur en eau optimale, et un assèchement peut ainsi être exigé,
- le mélange de cendres volantes doit être préparé à une température au-dessus de 0°C en évitant tout contact avec l'eau, et cela pour empêcher toute perte probable de résistance,
- les teneurs en soufre peuvent réduire la résistance du mélange sol-cendre volante et cela en formant des minéraux expansifs dans ce dernier.

2.6.2.2 Traitement aux liants hydrocarbonés

Stabilisation avec bitume

Le bitume est un liant composé essentiellement d'assemblage d'atomes de carbone et d'hydrogène résultant de la distillation de certains pétroles bruts. Il est appliqué depuis le début du XXe siècle pour le revêtement des chaussées à haute circulation. Aujourd'hui, la totalité des couches de roulement des chaussées revêtues ainsi que les couches d'assise de trafic routier moyen à fort sont composées de matériaux traités au liant bitumineux. Ces derniers sont également employés dans les travaux de réhabilitation et de rénovation des chaussées revêtues.

La grande exploitation du bitume dans la construction routière s'explique par les effets de stabilisation observés au niveau du sol ou de l'agrégat avec lequel est mélangé. Ce liant se caractérise par sa facilité de mise en œuvre, sa durabilité et ses propriétés d'adhésivité et de viscoélasticité variées (Tachon, 2008) :

- **Adhésivité**

Le bitume se caractérise essentiellement par son pouvoir collant de grande qualité. Au contact des particules solides telles que les granulats, ce produit colle l'ensemble entre elles et développe des forces d'adhésion élevées assurant une sorte de stabilité mécanique au sol en place et permettant une résistance aux phénomènes de désenrobage causés par l'eau et les agents chimiques.

- **Cohésion**

La stabilité mécanique des matériaux traités au bitume est assurée en grande partie par la cohésion apportée par ce liant. Sa ductilité permet un écoulement lent au sein de l'enrobé sans aucune rupture alors que sa ténacité assure une résistance suffisante sous l'effet des contraintes de traction.

- **Viscoélasticité**

Les propriétés viscoélastiques responsables de la souplesse et de la fermeté du bitume contribuent au comportement mécanique de la structure de la chaussée. Cette viscoélasticité est grandement contrôlée par la température et l'origine du bitume. À des basses températures, le bitume se comporte comme un fluide élastique, alors que pour des températures intermédiaires et élevées, il présente successivement un comportement viscoélastique et newtonien. De même, un module très fort du bitume accompagné d'une baisse température implique une fragilisation de l'enrobé alors qu'un module très faible accompagné d'une haute température implique des phénomènes

d'ornierage. Par conséquent, la caractérisation du bitume et de l'enrobé demeure une étape primordiale à réaliser avant leur mise en place afin d'évaluer leur comportement sous l'effet du trafic et des conditions climatiques.

Bien que la stabilisation des sols avec du bitume constitue une technique avantageuse, elle présente plusieurs limitations dont il faut en tenir compte lors des travaux :

Risques de brûlures : Lors de la manipulation de bitume chaud, un risque majeur de brûlure est présent par contact avec la peau. Ce risque est rencontré surtout lors des livraisons du bitume dans les usines ou lors de son transport du camion à la cuve de réception. Différentes précautions doivent être respectées pour éviter les brûlures : respecter strictement le protocole de livraison sur le site, porter les équipements de protection individuels, transférer le bitume au moyen de la pompe réceptionnaire ...

Risques de sécurité : Le bitume présente un risque d'inflammation et d'explosion au-dessus d'une certaine température. À cet effet, il faut absolument éviter le chauffage du bitume au-delà de son point d'éclair ou son contact avec une flamme nue. De même, il est essentiel de conserver ce produit dans des bacs respectant les conditions de sécurité requises.

Coût : Vu le coût élevé de la stabilisation avec du bitume en comparaison au coût de la stabilisation avec d'autres types de liants tels que la chaux et le ciment, le bitume est parfois mélangé avec ces produits pour rendre les coûts plus abordables.

Impact environnemental : Le bitume n'appartient pas au groupe d'additifs écologiques adaptés à la stabilisation des sols. Son utilisation peut provoquer alors des impacts environnementaux négatifs.

Différentes techniques de stabilisation sont abordées en géotechnique routière afin d'améliorer la performance mécanique de la chaussée et de prolonger sa durée de vie. Ces techniques visent à conférer aux matériaux de construction de nouvelles propriétés pour les rendre de meilleure qualité géotechnique. Malgré cela, l'application des procédés de stabilisation traditionnels est à l'origine de problèmes environnementaux majeurs et peut exiger dans certains cas des coûts de construction élevés (Abreu, Jefferson, Braithwaite & Chapman, 2008). À cet effet, des études novatrices travaillent à développer des techniques de construction et de réfection alternatives qui permettent d'obtenir des routes durables, économiques et respectueuses de l'environnement. Dans ce contexte, la biolcalcification est une des techniques en voie de développement continu pour être une

alternative de traitement pour les chaussées routières au moyen d'un processus de précipitation biologique.

2.6.3 Stabilisation par biocalcification

La biocalcification est un processus naturel de précipitation de calcite induite par voie biologique. Initié par des équipes de microbiologistes et développé par des géotechniciens, ce processus s'impose comme une technique novatrice permettant d'améliorer les performances mécaniques des sols en place et cela grâce à la formation des précipités générés par une activité bactérienne. La biocalcification peut devenir une solution alternative employée pour diverses applications possibles tels que la lutte contre l'érosion interne et externe, l'atténuation des poussières, la prévention contre la liquéfaction et le stockage de CO₂ (DeJong, J., Martinez, et al., 2014). Une multitude de techniques de traitement actuelles pourraient alors être remplacées par cette nouvelle technique.

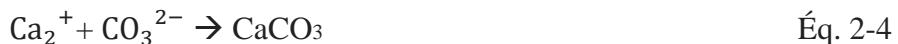
2.6.3.1 Précipitation de la calcite induite par microbe (MICP)

Le MICP (Microbial Induced Carbonate Precipitation) est un procédé qui implique l'activité bactérienne dans la précipitation des cristaux de carbonate de calcium CaCO₃. Il consiste en premier lieu à injecter dans un milieu riche en urée des bactéries capables par leur activité enzymatique d'hydrolyser l'urée tout en libérant des ions carbonates (CO₃²⁻) ou bicarbonates (HCO₃⁻) et des ions ammonium (NH₄⁺). Cette étape est suivie d'une injection de solution de cimentation contenant des ions calcium (Ca₂⁺) qui réagissent avec les ions carbonates libérés pour former des cristaux de carbonates. Ces cristaux se précipitent localement au niveau des points de contact des grains ou dans les irrégularités constituant des ponts entre les grains du sol de façon à augmenter sa résistance mécanique. On peut alors dire que la biocalcification du sol résulte de l'hydrolyse de l'urée qui se résume par deux réactions principales : (1) l'hydrolyse de l'urée et (2) la précipitation de calcite. Ces deux réactions sont décrites par les équations suivantes :

Hydrolyse de l'urée



Précipitation de calcite



Durant la première réaction, 1 mole d'urée est hydrolysée pour donner 1 mole d'ions carbonates et 2 moles d'ions d'ammonium. Durant la deuxième réaction, 1 mole d'ion de calcium réagit avec 1 mole de carbonate pour produire une mole de carbonate de calcium.

La réaction d'hydrolyse de l'urée est accompagnée d'une augmentation locale du pH suite à la libération des ions hydroxyles (OH^-). Cette augmentation du pH entraîne une sursaturation favorisant le processus de précipitation de calcite.

2.6.3.2 Sélection des bactéries pour le procédé MICP

La bactérie *Sporosarcina pasteurii* a été sélectionnée parmi beaucoup d'autres bactéries testées pour la précipitation de la calcite par la technique MICP en raison de sa forte activité enzymatique et elle est une des plus rencontrées dans les tests au laboratoire. Cette famille de bactéries aérobies se caractérise par sa forte capacité à hydrolyser l'urée pour produire des quantités importantes de précipités en très peu de temps (Bang, Galinat & Ramakrishnan, 2001; Dhami, Reddy & Mukherjee, 2013; Wei, S. et al., 2015). De plus, *S. pasteurii* présente un flagelle polaire lui attribuant une mobilité suffisante pour bien se répartir entre les grains du sol et éviter tout phénomène de lessivage. La bonne répartition des bactéries permet une précipitation uniforme des cristaux et donc une augmentation améliorée dans la résistance du sol traité.

La sélection des bactéries les plus productives exige une culture dans un bioréacteur non stérilisé soumis à des conditions favorisant uniquement la production des bactéries à forte activité enzymatique (Cheng & Cord-Ruwisch, 2013). Cette sélection constitue une étape cruciale dans le protocole du traitement des sols par biocalcification vu qu'elle fournit une grande quantité de bactéries nécessaire à la production des précipités de carbonate de calcium.

2.6.3.3 Procédé de traitement des sols par biocalcification

La technique d'introduction et de fixation des bactéries dans le sol a une très grande influence sur la réussite du traitement par le procédé MICP. L'injection de la solution de cimentation indispensable à la précipitation de calcite dans le sol ne garantit pas une amélioration considérable de sa performance mécanique. En effet, une mauvaise fixation des bactéries dans la matrice peut induire une répartition non uniforme de ces microorganismes et cela à cause des risques élevés de lessivage au moment de l'injection de la solution de cimentation. À cet effet, une précipitation

inégale des cristaux de calcite est observée se traduisant par une résistance mécanique non homogène du sol traité (Whiffin, Van Paassen & Harkes, 2007).

Différentes méthodes d'injection des bactéries et de solution de cimentation ont été expérimentées dans le domaine de la biocalcification afin d'assurer un processus de traitement adéquat du sol en place. Les deux méthodes les plus abordées sont : (1) l'injection par pompage et (2) l'injection par percolation, tel que schématisé sur la Figure 2-9.

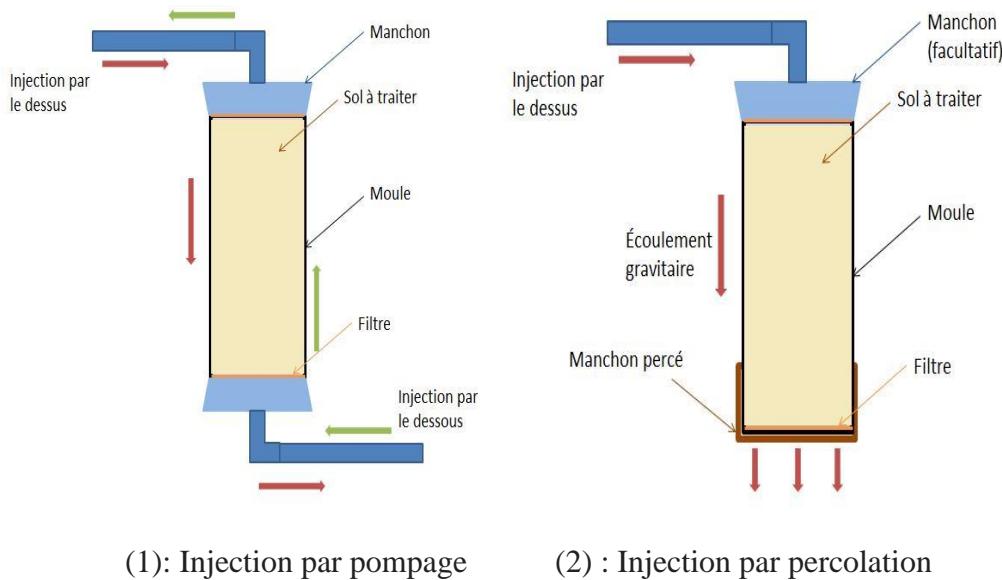


Figure 2-9: Schéma comparant les deux méthodes de traitement d'un échantillon de sol : 1) par pompage et 2) par percolation (St-Onge, 2016)

La première méthode consiste à forer des puits de pompage ou des tranchées d'injection permettant l'introduction des bactéries et des nutriments par le haut (Cheng & Cord-Ruwisch, 2013; Girinsky, 2009) ou par le bas (Harkes, Van Paassen, Booster, Whiffin & van Loosdrecht, 2010; Whiffin, 2004; Whiffin et al., 2007). Malgré le fait qu'elle facilite grandement le contrôle des conditions d'injection telles que le débit et la pression, cette méthode induit une précipitation inégale des cristaux et donc une résistance non homogène du sol biocalcifié. Ceci s'explique par le fait que les bactéries ont toujours tendance à se placer en grande concentration à proximité des endroits d'injection limitant alors la propagation approfondie des bactéries dans le sol. Par conséquent, la cimentation a lieu principalement au niveau des zones d'injection causant une précipitation non uniforme de calcite (Cheng & Cord-Ruwisch, 2014). Étant donné cela, une phase d'incubation est

introduite entre l'injection des bactéries et du liquide de cimentation pour fournir aux bactéries le temps suffisant pour bien se répartir le long du sol à traiter.

Largement étudiée par les chercheurs Cheng et Cord-Ruwisch, la deuxième méthode d'injection consiste à percoler la solution bactérienne et de cimentation depuis la surface par gravité. Ce type de traitement n'exige l'usage d'aucun équipement approprié puisqu'il se base uniquement sur le phénomène de drainage libre. En dépit de cet avantage, l'injection par percolation n'est pas recommandée pour le traitement des sols fins en raison de leur faible perméabilité qui limite fortement l'infiltration des solutions injectées. Ainsi, des faibles profondeurs du sol seront traitées par précipitation.

2.6.3.4 Paramètres affectant le processus de biocalcification

La biocalcification est un processus complexe influencé par différents paramètres tel que la température, le pH, le degré de saturation... L'efficacité de cette technique de traitement est alors assurée par un bon contrôle de l'ensemble de ces paramètres.

2.6.3.4.1 Température

La température présente un effet direct sur l'activité enzymatique des bactéries et sur le taux de production des cristaux CaCO_3 . Des études réalisées par Nemati et Voordouw (2003) mettent en évidence une augmentation considérable de la quantité de cristaux produite suite à l'augmentation de la température de 20 °C à 50 °C. Une température supérieure à 60 °C cause la mort des bactéries et donc l'arrêt de la formation de CaCO_3 (Rebata-Landa, 2007).

La température ne contrôle pas uniquement le taux de nucléation de CaCO_3 mais aussi la morphologie de ces cristaux. Bien que la précipitation de calcite soit trois fois plus importante pour un sol biocalcifié à une température de 50 °C, sa résistance mesurée est 60% plus faible que celle d'un sol biocalcifié à une température de 20 °C. En effet, les températures élevées favorisent la formation de cristaux de petites tailles qui se répartissent sur la totalité de la surface granulaire sans combler suffisamment les pores et former des liaisons fortes entre les grains du sol.

Afin d'obtenir une bonne amélioration de la résistance du sol traité, il est primordial de définir une température optimale qui permet à la fois un taux suffisant de précipitation et une morphologie adéquate des cristaux.

2.6.3.4.2 pH

La libération des ions hydroxyles (OH^-) lors de la réaction d'hydrolyse de l'urée induit une augmentation du pH dans le milieu favorisant alors le phénomène de précipitation. Une précipitation maximale est observée pour des valeurs de pH comprises entre 8 (Stocks-Fischer, Galinat & Bang, 1999) et 9,2 (Wiley & Stokes, 1962).

2.6.3.4.3 Degré de saturation

L'efficacité du traitement MICP est largement contrôlée par les conditions de saturation du sol à traiter. La saturation à 100% conduit à la localisation de la majorité des bactéries sur la surface des grains du sol. Cette distribution non homogène des bactéries se traduit par une précipitation très limitée des cristaux au niveau des points de contact des grains réduisant alors la formation des liaisons fortes entre ces particules. À cet effet, les résistances mécaniques les plus élevées sont mesurées pour des échantillons de sol traités à des faibles degrés de saturation où la précipitation de calcite a lieu dans des endroits efficaces. Les études avancées par Cheng et al (2013) montrent que les meilleurs résultats de résistances sont obtenus pour un traitement réalisé à un degré de saturation de moins de 20 % (Figure 2-10).

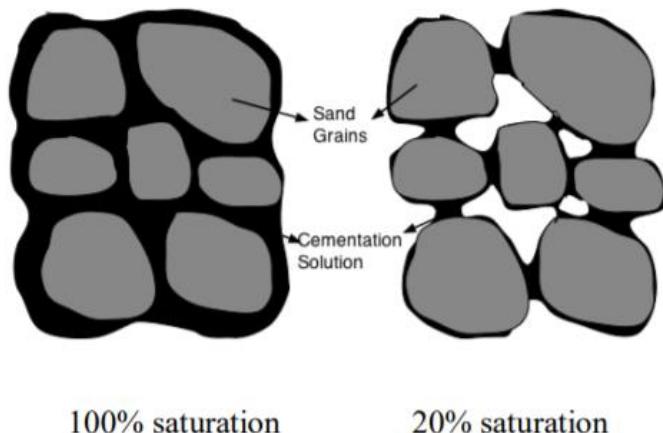


Figure 2-10: Illustration de l'effet du degré de saturation sur la répartition du carbonate de calcium dans la matrice du sol (Cheng, Cord-Ruwisch & Shahin, 2013)

2.6.3.4.4 Concentration bactérienne et concentration de la solution de cimentation

La précipitation du carbonate de calcium par la technique de traitement MICP exige l'injection d'une solution bactérienne suivie de l'injection d'une solution de cimentation. La concentration de chacune de ces deux solutions présente une grande influence sur le processus de formation des cristaux.

Étant donné que les bactéries constituent la source de nucléation dans le protocole de traitement, la quantité injectée de ces microorganismes dans le sol contrôle le taux de précipitation. Plus la disponibilité des cellules bactériennes est importante, plus l'activité enzymatique à l'origine des cristaux est favorisée. Des études réalisées dans le cadre de la biocalcification ont montré que la présence des bactéries en abondance dans le sol génère la formation de nouveaux petits cristaux de CaCO_3 et non la croissance des cristaux existants (DeJong, J. T., Mortensen, Martinez & Nelson, 2010).

La concentration de la solution de cimentation injectée dans le sol a un effet direct sur l'homogénéité du traitement. Une série d'essais réalisés pour des concentrations de cimentation variant entre 0.1 M et 1 M a montré qu'une faible concentration implique une répartition uniforme des cristaux de CaCO_3 se traduisant par une augmentation considérable de la résistance. À l'inverse, une solution fortement concentrée génère une précipitation accélérée des cristaux de CaCO_3 qui ont tendance à se former en majorité dans les vides du sol, minimisant alors l'homogénéité des précipitations. Par conséquent, le traitement du sol au moyen d'une solution de cimentation faiblement concentrée nécessite l'injection de cette solution à plusieurs reprises afin de garantir la formation d'une quantité efficace de cristaux précipités.

2.6.3.4.5 Temps d'incubation des bactéries

Le temps de cure entre chaque injection fait partie des facteurs influençant le procédé de biocalcification. Un temps de cure suffisant permet aux bactéries de se fixer adéquatement aux grains du sol et donc de générer par leur activité enzymatique une précipitation améliorée des cristaux. Ainsi, il est évident de sélectionner un temps de cure convenable pour éviter la mal disposition des bactéries au sein du sol qui peut affecter l'ensemble des résultats du traitement.

2.6.3.4.6 Débit d'injection

Divers paramètres contrôlant le processus de biocalcification sont étroitement liés au débit d'injection appliqué au sol. En effet, le débit d'injection contrôle à la fois la durée totale du traitement et le temps d'incubation. Les protocoles d'injections adoptés dans la technique de traitement MICP se diffèrent par le nombre d'injections effectuées ainsi que le temps de repos considéré entre ces injections : Certains protocoles considèrent une seule injection de la solution de cimentation alors que d'autres appliquent une série d'injections séparées par un temps de repos pouvant varier entre une journée (Cheng & Cord-Ruwisch, 2012) et plusieurs semaines (Reddy, 2013).

L'application d'un débit d'injection élevé peut entraîner le lessivage des bactéries dans le sol induisant une diminution importante de leur activité enzymatique et par conséquent une diminution du taux de précipitation. De plus, selon Whiffin (2004), la vitesse d'injection a un effet direct sur la morphologie des cristaux formés. On peut alors dire qu'un contrôle adéquat du débit d'injection constitue une condition primordiale pour garantir l'efficacité du traitement.

Il est important de noter que les cycles et les débits d'injection des solutions doivent être appliqués conformément à la vitesse d'hydrolyse de l'urée afin d'éviter le phénomène de colmatage ou l'apparition des chemins de précipitation préférentiels dans le sol biocalcifié (Whiffin et al., 2007).

2.6.3.5 Améliorations des propriétés géotechniques des sols biocalcifiés

Le traitement des sols en place via la biocalcification a montré des améliorations considérables dans la performance mécanique des sols traités rendant cette technique une alternative prenant place dans différentes applications, notamment les chaussées routières. Ces améliorations englobent une multitude de propriétés telles que la perméabilité, la résistance à la compression, la résistance aux cycles gel-dégel et la résistance à l'érosion interne.

2.6.3.5.1 Perméabilité

L'amélioration des sols en place par la technique de biocalcification consiste en la création d'une cohésion entre les grains du sol grâce à la formation des cristaux de calcite par voie bactérienne. Localisés aux points de contact des particules du sol, les cristaux précipités jouent le rôle des « ponts » entre ces particules réduisant alors le volume des pores existants et la perméabilité du

sol. Selon les observations réalisées par Whiffin et al. (2007), la perméabilité du sol traité peut être réduite de 22% à 75% par rapport à sa perméabilité initiale.

2.6.3.5.2 Résistance à la compression simple UCS

La résistance d'un sol biocalcifié peut être facilement évaluée grâce à l'essai de compression simple UCS dont la réalisation est simple et rapide permettant de tester un nombre considérable d'échantillons en très peu de temps. Des essais réalisés par Van Paassen et al. (2010) ont mis en évidence l'existence une corrélation exponentielle entre la teneur en CaCO_3 et la valeur de la résistance à la compression simple mesurée, comme on peut le voir sur la Figure 2-11. Ces essais ont montré également que l'amélioration de la résistance du sol traité n'est pas uniquement contrôlée par le taux de calcite produite dans le sol mais aussi par la méthode de traitement adoptée. De plus, en se basant sur les travaux réalisés par St-Onge (2016), Waldschmidt (2017) a établi une formule montrant une augmentation exponentielle de la résistance à la compression pour des faibles teneurs en CaCO_3 . La formule est la suivante :

$$\text{UCS (kPa)} = 70 * \exp(0,26 * C - 0,3) - 51,86 \quad \text{Eq.2-5}$$

avec C la teneur en carbonate de calcium en %.

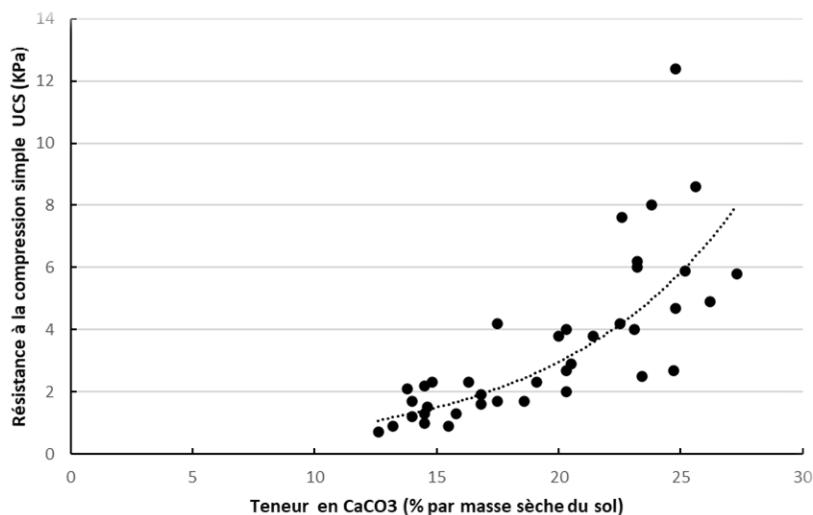


Figure 2-11: Corrélations entre UCS et la teneur en CaCO_3 (van Paassen, Leon A, Ghose, van der Linden, van der Star & van Loosdrecht, 2010)

2.6.3.5.3 Résistance aux cycles gel-dégel

Afin de caractériser le comportement des sols biocalcifiés vis à vis des cycles gel-dégel, les auteurs L.Cheng et al. (2013) ont établi une comparaison entre la résistance à la compression simple des sols traités par biocalcification et celle des sols traités avec du ciment après les avoir soumis à des cycles successifs de gel et de dégel (Figure 2-12). Ils ont bien observé que les échantillons traités par la technique MICP ont connu une perte de l'ordre de 10% de leur résistance alors que les échantillons traités avec du ciment ont connu une perte plus importante d'environ 40% de leur résistance. Les essais de compression de simple réalisés par Waldschmidt (2017) ont montré également que les différents cycles gel-dégel ont peu d'effet sur la résistance des échantillons biocalcifiés sauf dans certains cas particuliers. Ainsi, la méthode de biocalcification permet de réduire les impacts des cycles gel-dégel sur la performance et la durabilité des matériaux traités et cela grâce à la formation des cristaux de CaCO_3 dans les pores liant les particules entre elles et permettant toujours le passage de l'eau dans le sol.

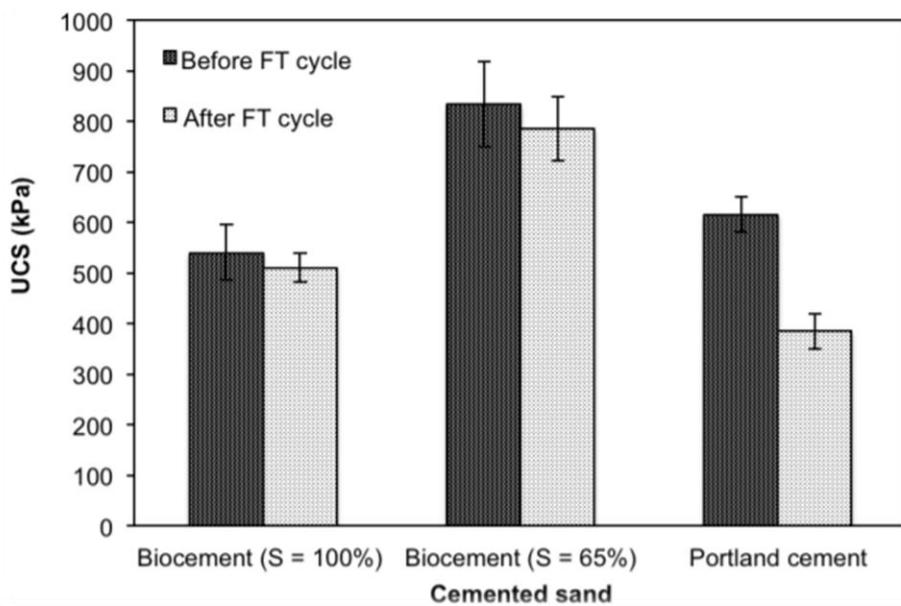


Figure 2-12: Comparaison de la résistance UCS des sols traités par biocalcification et au ciment après 10 cycles gel-dégel (Cheng et al., 2013)

2.6.3.5.4 California Bearing Ratio (CBR)

Une série d'essais CBR a été réalisée par Chou et al. (2011) dans le but d'analyser l'effet des précipitations induites par voie bactérienne sur la portance des sols en place. Dans ce cadre, des échantillons de sables biocalcifiés ont été testés montrant une amélioration remarquable dans leur ratio CBR. En effet, la biocalcification a engendré une augmentation du CBR jusqu'à 6,5 fois pour des sables denses et jusqu'à 2 fois pour des sables lâches. Cette différence s'explique par le fait que le sable dense se caractérise par des nombreuses zones de contact entre ses particules, ce qui augmente les endroits stratégiques de la précipitation et donc l'efficacité du traitement.

2.6.3.6 Limitations de la technique de biocalcification

Malgré le grand potentiel de la biocalcification à améliorer la performance mécanique et physique du sol traité, cette technique présente certains désavantages qui rendent son application complexe et limitée.

2.6.3.5.1 Compatibilité des sols

L'applicabilité de la technique MICP demeure toujours limitée à certains types de sol. En effet, l'efficacité du traitement est largement influencée par la taille des particules du sol en place. Selon Mitchell et Santamarina (2005), il n'est pas recommandé de biocalcifier les sols fins et dont la granulométrie est inférieure à 6,0 µm car ce type de granulométrie peut empêcher la mobilité de la bactérie *S. pasteurii* dont la taille varie en moyenne entre 1,3 et 4,0 µm.

2.6.3.5.2 Homogénéité du traitement

La non-homogénéité du traitement constitue aujourd'hui l'un des problèmes majeurs de la technique MICP. Malgré les grandes améliorations observées dans le comportement des sols biocalcifiés, une différence de résistance a été remarquée après la simulation du traitement par des essais pilote (Martinez, 2012; Van Paassen, Leon Andreas, 2009). Cette différence est due à une mauvaise distribution des bactéries dans le sol générant une précipitation inégale des cristaux de calcite et donc une augmentation de résistance non uniforme. Un tel dysfonctionnement peut résulter d'un ensemble de paramètres contrôlant le protocole expérimental tel que la mauvaise répartition de l'urée nécessaire à la réaction de précipitation, la méthode d'injection appliquée, la quantité de nutriments disponibles et l'écoulement préférentiel des réactifs et des nutriments.

Différentes études ont mis en évidence que les meilleurs résultats d'homogénéité ont été obtenus pour des injections réalisées en étapes et non d'une manière simultanée (Harkes et al., 2010; Tobler, MacLachlan & Phoenix, 2012). En effet, une injection continue de bactéries favorise leur localisation en grande quantité à proximité des points d'injection ce qui limite leur propagation vers des zones plus éloignées du sol. À cet effet, la réaction de cimentation est produite principalement auprès des points d'injection générant d'importantes précipitations à ce niveau et causant alors une répartition inégale des cristaux de calcite dans le sol.

2.6.3.5.3 Production d'ammoniac

La technique MICP basée sur la réaction d'hydrolyse de l'urée est responsable de la production d'ammoniac, un coproduit présentant des effets nocifs sur l'environnement et la santé humaine. Cette substance est polluante et peut causer, à fortes concentrations, des brûlures aux yeux et aux poumons. Pour minimiser ces problèmes de santé, le ministère canadien de la santé impose une concentration d'ammoniac limitée à 0,5 mg/L dans l'eau potable. Dans ce cadre, la réduction de la contamination des eaux souterraines par l'ammoniac demeure l'un des défis principaux auxquels font face les récents projets. L'une des solutions proposées est le lessivage du sol traité afin de récupérer, au moyen de dispositifs appropriés, les sous-produits générés et les intégrer par la suite dans d'autres applications. Par exemple, l'ammoniac récupéré après traitement du sol peut être utilisé dans les engrains (DeJong, J., Soga, et al., 2014) ou employé pour le traitement des eaux usées comme étant un réacteur biologique avec des consortiums microbiens (Grady & Filipe, 2000; Herrero & Stuckey, 2015).

Ainsi, la stabilisation des sols par biocalcification présente des performances qui pourraient être intéressantes pour le traitement des fondations routières, mais elle reste très contraignante vis-à-vis de la préparation des réactifs, qui fait appel à des connaissances en microbiologie peu courantes sur les chantiers routiers, et des rejets d'ammoniac, qui seraient difficilement récupérables dans une fondation routière. Conservant l'idée de la précipitation de calcite dans les chaussées routières, le présent projet de recherche vise donc le développement d'une calcification chimique en remplacement de la calcification biologique. Les différentes options de calcification seront détaillées dans la section suivante.

2.6.4 Stabilisation par calcification chimique

La calcification chimique est un processus de synthèse de carbonate de calcium (CaCO_3) par précipitation de deux ou plusieurs produits chimiques. Caractérisé par un minimum d'impuretés et disponible sous différentes tailles et morphologies, le carbonate de calcium synthétisé révèle de hautes performances permettant son intégration dans un large spectre d'applications (Kammoe & Brice, 2010). En effet, grâce à un processus de traitement rigoureux et complexe, les propriétés de ce précipité peuvent être largement contrôlées pour répondre aux exigences techniques (pureté, granulométrie et homogénéité). Par conséquent, le carbonate de calcium précipité (CCP) constitue un produit commercial haut de gamme utilisé dans de nombreux secteurs technologiques et médicaux, notamment les industries papetières, plastiques, agroalimentaires (Willert, Rothe, Landfester & Antonietti, 2001) et pharmaceutiques (Haruta, Hanafusa, Fukase, Miyajima & Oki, 2003).

La présente étude cherche à évaluer le potentiel d'application de la technique de calcification chimique dans le domaine de construction et réhabilitation des chaussées routières. En effet, le carbonate de calcium naturel obtenu par l'extraction des minéraux a été longtemps utilisé dans le secteur de construction comme une source de matériaux tels l'asphalte et le carton bitumé, avant d'être utilisé pour de nouvelles applications (béton, mortier). Or, le nouveau défi à relever consiste en l'utilisation du carbonate de calcium synthétisé par précipitation chimique comme un produit innovant capable de stabiliser les matériaux granulaires. Dans ce contexte, le principe du traitement envisagé est assimilable à celui adopté en biocalcification; la différence réside principalement dans la voie de précipitation générée dans le sol. La calcite induite par voie chimique pourrait, de la même manière que pour la biocalcification, créer des ponts liant les particules du sol entre elles de manière à augmenter leur cohésion et donc à améliorer la performance mécanique du sol traité.

2.6.4.1 Précipitation de CaCO_3 par calcification chimique

Le carbonate de calcium constitue un produit multifonctionnel disponible sous deux formes principales : le carbonate de calcium naturel (CCN) et le carbonate de calcium précipité (CCP). La première forme est obtenue par extraction des calcaires massifs, de la craie, des marbres. Elle est soumise ultérieurement à un processus de broyage, soit en voie sèche soit en voie humide, pour obtenir finalement la granulométrie envisagée. Quant à la deuxième forme, elle est synthétisée

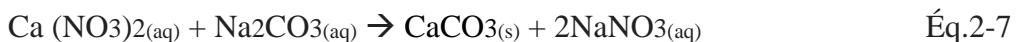
industriellement via de nombreux procédés chimiques réalisés dans des conditions opératoires contrôlées (Schnebelen, 2015).

Il existe dans la littérature une multitude de réactions chimiques potentielles pouvant impliquer la formation du carbonate de calcium précipité. Chacune de ces réactions présente des propres particularités qui influencent la qualité et les propriétés physico-chimiques du produit final.

2.6.4.1.1 Réactions de double décomposition

La réaction de double décomposition est considérée l'une des réactions de précipitation les plus abordées dans les travaux de recherche (Schnebelen, 2015). Elle consiste en un mélange équimolaire d'un sel de calcium et d'un carbonate qui, une fois en solution, se précipitent pour former instantanément le carbonate de calcium (Wei, S.-H., Mahuli, Agnihotri & Fan, 1997). Ce processus de précipitation est souvent accompagné d'une diminution du pH suite à la diminution des espèces basiques dans la solution (carbonates). La réaction de double décomposition est très souvent utilisée pour l'étude cinétique des phases de nucléation et de croissance puisqu'elle permet de connaître la composition exacte de la solution. Or, l'étape critique de cette réaction réside dans le maintien de l'homogénéité du mélange au regard de la possibilité d'obtenir des sursaturations élevées.

On peut citer comme exemples de réaction de double décomposition les deux réactions suivantes :



Bien qu'elles diffèrent par la nature des réactifs mis en jeu, les équations chimiques (2-6) et (2-7) exigent la présence de deux espèces en phase aqueuse dont la première constitue une source d'ions calcium (chlorure de calcium ou le nitrate de calcium) et la deuxième constitue une source d'ions carbonate (le bicarbonate de sodium). La combinaison des ions Ca^{2+} et CO_3^{2-} libérés en solution implique la formation d'un précipité blanc de CaCO_3 insoluble dans l'eau.

2.6.4.1.2 Réaction de carbonatation

La carbonatation du lait de chaux est une technique très couramment appliquée dans le processus de précipitation du carbonate de calcium à cause de son utilisation d'une matière première largement disponible à l'échelle globale. Elle consiste en une préparation d'une suspension d'hydroxyde de calcium ou de la chaux éteinte (Ca(OH)_2) suivie d'une simple injection de bulles

de gaz carbonique CO_2 . L'introduction du mélange gazeux dans la phase liquide comprenant le calcium en solution implique une diminution du pH et donc une formation du précipité CaCO_3 . Ainsi, faisant intervenir le CO_2 gazeux comme co-réactif, ce type de processus nécessite l'usage d'un réacteur triphasique soumis à des conditions opératoires bien contrôlées (Schnebelen, 2015).

Selon Juvekar et Sharma (1973), la réaction de carbonatation du lait de chaux est réalisée suivant cinq étapes principales :

1. Dissolution de l'hydroxyde de calcium : $\text{Ca(OH)}_{2,s} = \text{Ca}_{\text{aq}}^{2+} + 2\text{OH}_{\text{aq}}^-$
2. Absorption du dioxyde de carbone : $\text{CO}_{2,g} = \text{CO}_{2,\text{aq}}$
3. Formation de l'ion hydrogénocarbonate : $\text{CO}_{2,\text{aq}} + \text{OH}_{\text{aq}}^- = \text{HCO}_{3,\text{aq}}^-$
4. Formation de l'ion carbonate : $\text{HCO}_{3,\text{aq}}^- + \text{OH}_{\text{aq}}^- = \text{H}_2\text{O} + \text{CO}_{3,\text{aq}}^{2-}$
5. Formation du carbonate de calcium : $\text{Ca}_{\text{aq}}^{2+} + \text{CO}_{3,\text{aq}}^{2-} = \text{CaCO}_{3,s}$

Les étapes 3 à 5 correspondent à des mécanismes très rapides contrairement aux deux premières étapes. En fin de compte, la réaction de carbonatation peut être résumée par l'équation chimique globale suivante :



Ce processus est l'inverse du processus de production d'hydroxyde de calcium, habituellement réalisé en deux étapes principales. La première consiste à calciner le carbonate de calcium naturel extrait des carrières en l'exposant au four à des températures de $900^\circ\text{C} - 1\,200^\circ\text{C}$ et cela afin de le convertir en oxyde de calcium (chaux vive) et en dioxyde de carbone selon la réaction suivante :



La deuxième étape consiste simplement à hydrater la chaux vive obtenue pour former alors la suspension d'hydroxyde de calcium (lait de chaux) selon la réaction suivante :



2.6.4.1.3 Réaction de caustification

La caustification est un processus chimique permettant la transformation d'une solution de carbonate alcalin en solution de base par l'action de la chaux (Ninane, Criado & Feys, 1995). Ce processus a été adopté dès longtemps par les industries papetières dans le but de coproduire le carbonate de calcium et l'hydroxyde de sodium, deux additifs fondamentaux dans la fabrication

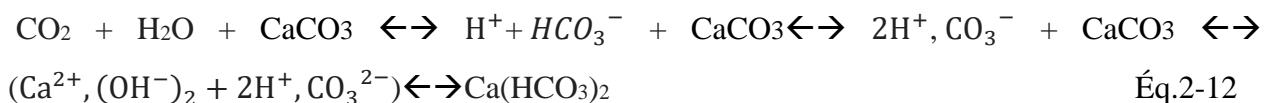
d'un produit final de haute qualité. En effet, la caustification d'une solution aqueuse de carbonate de calcium au moyen du lait de chaux induit la synthèse de deux moles d'hydroxyde de sodium par une mole de carbonate de calcium produite selon la réaction chimique suivante :



Caractérisée par un rapport stœchiométrique invariable, cette réaction ne permet pas un contrôle des proportions des produits synthétisés nécessaire pour répondre aux besoins d'exploitation envisagés. Par ailleurs, le carbonate de calcium obtenu par caustification présente certaines caractéristiques qui le rendent de qualité inférieure à celle du carbonate de calcium obtenu par carbonatation et donc moins adapté aux qualifications recherchées. Ces caractéristiques se manifestent principalement par une distribution granulométrique très étendue ainsi que par une teneur résiduelle excessive en hydroxyde de calcium. Dans ce contexte, la carbonatation du lait de chaux demeure alors la technique la plus recommandée pour garantir les meilleures conditions de synthèse du CaCO₃.

2.6.4.1.4 Réaction d'équilibre calco-carbonique

L'hydrogénocarbonate de calcium, nommé également bicarbonate de calcium Ca(HCO₃)₂, constitue un des éléments chimiques les plus fréquents dans la composition minérale des eaux naturelles. Il se trouve en équilibre chimique avec le dioxyde de carbone au sein d'un système de relations complexes connu par le système calco-carbonique (Eppner, 2016; Louadj, Naceur & Elfil, 2018; Manzola & Ben Amor, 2001; Verrecchia, Eric P, 2002). Cet équilibre se traduit par la réaction de base suivante:



La réaction de départ consiste à solubiliser le CO₂ gazeux dans l'eau pour former l'acide carbonique H₂CO₃. Cet acide permet l'attaque du carbonate de calcium CaCO₃ qui se dissout et se transforme en émulsion sous forme d'hydrogénocarbonates beaucoup plus solubles que les carbonates. Cette étape de dissolution, correspondant au déplacement de la réaction vers la droite, illustre le phénomène naturel de solubilisation des roches sédimentaires dans le sol sous l'action des eaux riches en CO₂. Or, l'équilibre calco-carbonique considéré est régi par de nombreux paramètres influençant la concentration du CO₂ dissous, notamment le dégazage et l'augmentation de la

température. En effet, ces deux paramètres peuvent augmenter d'une façon notable le pH de la solution, ce qui a pour conséquence de diminuer le coefficient de dissolution du CO₂ dans l'eau. Cette nouvelle condition physico-chimique provoque la rupture de l'équilibre qui se déplace alors vers la gauche en induisant la précipitation du carbonate de calcium. La réaction ainsi générée visualise le processus de formation des concrétions de calcaire observées dans les sédiments quaternaires. Finalement, l'échange de CO₂ entre la phase liquide et la phase gazeuse constitue le moteur principal de l'évolution du système triphasique CO₂ - H₂O - CaCO₃.

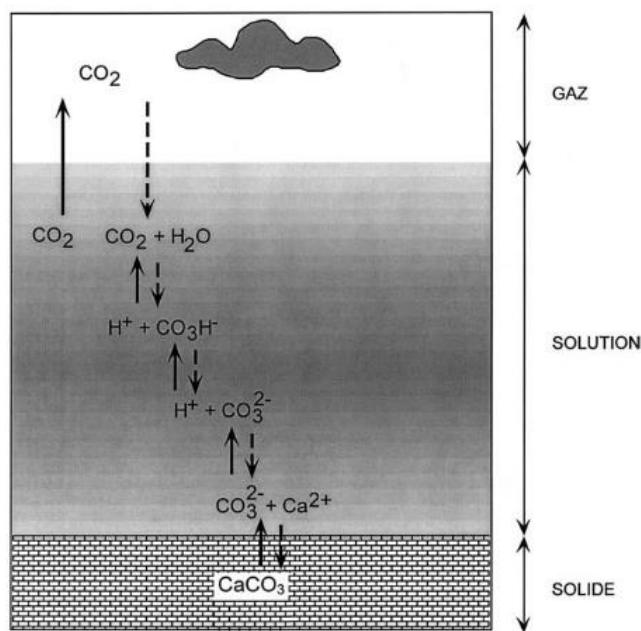
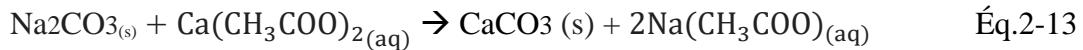


Figure 2-13: Schéma illustrant la formation du carbonate de calcium à la surface des continents suivant un phénomène d'équilibre calco-carbonique (Verrecchia, Eric P., 2002)

2.6.4.1.5 Réaction du carbonate de sodium avec l'acétate de calcium

Ayant un principe similaire à celui des réactions de double décomposition 2-11 et 2-12, ce type de réaction consiste à mélanger dans un rapport équimolaire un sel de calcium avec un carbonate pour précipiter immédiatement le carbonate de calcium. La différence unique réside dans le type de sel de calcium ajouté au carbonate de sodium au sein du milieu réactionnel. En effet, les sels de calcium souvent utilisés (CaCl₂ et Ca(NO₃)₂) sont substitués cette fois-ci par l'acétate de calcium, soit le sel de calcium de l'acide acétique. Dans ce cadre, la réaction envisagée peut être exprimée par l'équation chimique suivante :



L'acétate de calcium constitue un sel présent dans une grande variété d'applications industrielles. Il sert principalement d'additif largement utilisé dans l'industrie agroalimentaire en tant que conservateur et régulateur d'acidité. Ce produit est également utilisé dans le secteur pharmaceutique pour le traitement des maladies rénales vue son rôle à régler le taux de phosphore élevé dans le sang. Par ailleurs, l'acétate de calcium fait partie des produits innovants mis en place récemment dans le domaine de la construction. Caractérisé par son impact minime sur l'environnement et par sa nature biodégradable (Alliance & Fund, 2006), l'acétate représente une des alternatives aux sels de voirie nocifs épandus en très grandes quantités sur le réseau routier. Sa fonction ne consiste pas à fondre la neige mais à modifier sa consistance facilitant alors son enlèvement sur les routes (Robitaille, 2011). Le produit est fortement recommandé dans divers projets de structure tels que les ponts du fait qu'il est dépourvu de chlorure et non corrosif.

La solution d'acétate de calcium peut être facilement préparée par dissolution d'un produit riche en calcium dans le vinaigre contenant une certaine teneur d'acide acétique (entre 4 et 20 %). Généralement, la solution est obtenue par mélange synthétique de l'acide acétique et de la chaux dolomitique, matière première très disponible partout dans le monde. Or, d'autres produits tels que la craie et les coquilles d'œufs peuvent être utilisés dans la synthèse de l'acétate de calcium grâce à leur composition très riche en carbonate de calcium. La phase de préparation de l'acétate de calcium, accompagnée toujours d'un dégagement du CO_2 gazeux, est résumée par l'équation chimique suivante :



2.6.4.2 Facteurs influençant la précipitation de CaCO_3

Le carbonate de calcium existe sous trois polymorphes présentés par ordre de stabilité décroissante en solution : la calcite, l'aragonite, la vatérite. Bien qu'elles possèdent une composition chimique similaire, ces trois formes anhydres se distinguent par leurs structures cristallines qui leur attribuent des caractéristiques physico-chimiques et des propriétés d'usage différentes. La calcite de structure rhomboédrique est la forme cristalline la plus stable pour des conditions de température et de pression normales; elle constitue le composant principal de nombreuses roches sédimentaires. Compte-tenu de sa grande stabilité du point de vue thermodynamique, la calcite fait partie des

minéraux les plus utilisés dans diverses applications industrielles. L'aragonite de structure orthorhombique est un polymorphe métastable produit à température et pression élevées et fréquemment rencontré dans les coquilles et les roches métamorphiques. Quant à la vaterite de structure sphérique ou cubique, elle demeure un polymorphe de très peu d'occurrence dans les minéraux naturels à cause de son état instable vis à vis des conditions ambiantes. La Figure 2-14 montre des images de la vaterite, de l'aragonite et de la calcite observées au microscope électronique à balayage (Chang, R. et al., 2017)

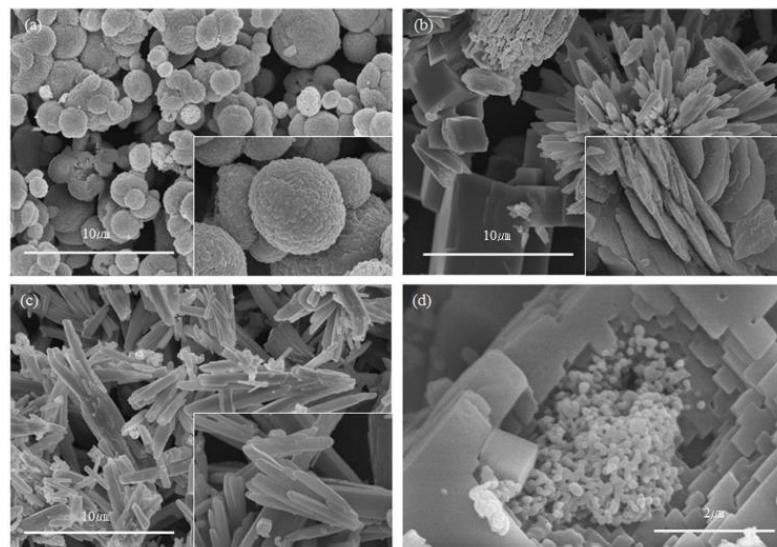


Figure 2-14: Images MEB du CaCO₃: (a) vaterite sphérique , (b) calcite cubique et aragonite en forme rosace (c) aragonite en forme d'aiguille (d) transformation de la vaterite (petites particules sphériques) en calcite (Chang, R. et al., 2017)

La précipitation de l'un ou l'autre des polymorphes du carbonate de calcium ou la combinaison des trois à la fois est étroitement liée aux conditions expérimentales mises en jeu. Or, le système polymorphique évolue toujours de façon à se déplacer d'une phase moins stable vers une phase plus stable pour donner finalement la calcite. Produite généralement en premier, la vaterite peut se transformer directement en calcite une fois les conditions ambiantes de température et de pression vérifiées. Pour l'aragonite, sa transformation en calcite exige plus de temps à cause des valeurs proches de leurs produits de solubilité. Le contrôle du polymorphisme constitue un atout considérable pour la majorité des secteurs industriels au regard de son rôle fondamental dans la synthèse de produits pouvant répondre aux exigences de l'application envisagée. Afin de garantir

un bon contrôle du processus, il est primordial d'identifier et d'analyser les différents paramètres affectant la précipitation des cristaux de carbonate de calcium.

De nombreuses études systématiques ont montré la grande influence des conditions expérimentales sur les caractéristiques des particules de carbonate de calcium synthétisées, notamment sur leur taille et leur morphologie. La concentration initiale des réactifs, la température de précipitation, le pH, le temps et la vitesse d'agitation ainsi que la présence des additifs constituent les facteurs majeurs pouvant considérablement les résultats de la précipitation (Feng, Yong & An, 2007; Han, Hadiko, Fuji & Takahashi, 2006).

2.6.4.2.1 Effet de la concentration initiale des réactifs

Plusieurs auteurs ont étudié largement le procédé de précipitation du carbonate de calcium en mettant en évidence l'impact significatif de la concentration initiale des réactifs sur la taille des cristaux précipités (Kammoe & Brice, 2010). Selon les travaux menés par Wei et al. (1997) dans le cadre de la précipitation par carbonatation du $\text{Ca}(\text{OH})_2$, la formation des particules de petite taille est obtenue pour des concentrations élevées du réactif en émulsion. Ces observations sont conformes avec celles avancées par Agnihotri et al. (1999) à l'effet que la préparation des suspensions de faibles concentrations favorise la synthèse des cristaux de CaCO_3 de taille plus grande et de distribution plus étalée. Cela s'explique par le fait que la présence de la suspension en forte concentration amplifie la phase de nucléation pour prédominer la phase de croissance cristalline et générer alors des particules de taille réduite. La concentration initiale des réactifs ne produit pas uniquement des modifications au niveau de la taille des particules mais aussi au niveau de leur morphologie. Une étude réalisée par Cheng et al. (2004) a marqué une variation importante dans la forme cristalline des précipités de CaCO_3 en fonction de la concentration initiale imposée. En effet, l'augmentation de la concentration en suspension d'une valeur de 4 mM à une valeur de 32 mM a causé la transformation des particules de forme cubique bien définie en des particules de forme très irrégulière. Il est important de mentionner que les observations de Cheng et al., au contraire de celles des deux auteurs précédents, postulent que la taille des particules subit un accroissement avec la concentration.

2.6.4.2.2 Effet de la température de précipitation

L'influence de la température sur les caractéristiques des cristaux de carbonate de calcium synthétisés a été démontrée par un large spectre de travaux de recherche présentés dans la littérature

(Han et al., 2006; Hu & Deng, 2004; Wang, Sondi & Matijević, 1999). Ogino et al. (1987) ont rapporté la formation de la vaterite et de la calcite pour des précipitations à faible température (entre 14°C et 30 °C) et la formation de l’aragonite et la calcite pour des précipitations à haute température (entre 60°C et 80 °C). Le temps de transformation de la phase métastable en calcite a varié également en fonction de la température. La transformation de la vaterite en calcite a exigé environ 200 minutes à 25°C alors que cette durée a atteint environ 1 000 à 1 300 minutes pour la transformation de l’aragonite en calcite à 60 – 80°C. En réalisant la précipitation à 25°C et 80°C, Yu et al. (2004) ont noté une faible variation dans la taille et la morphologie des particules de CaCO₃ sous l’effet de la température. En effet, les particules formées à 25°C présentaient une forme en plaque avec une taille variant entre 6 et 12 µm alors que celles formées à 80°C présentaient une forme de rhomboèdres avec une taille un peu moins réduite (4 – 10 µm). Ce changement de morphologie a été généré par l’augmentation de la solubilité de la calcite suite à l’augmentation de la température. Selon Cheng et al. (2004), la température induit des modifications considérables au niveau de la morphologie et la taille des cristaux de CaCO₃. Les expériences réalisées par ces auteurs ont révélé un accroissement de solubilité accompagné d’une variation de morphologie de la calcite pour des conditions de températures élevées. Par ailleurs, les particules ont subi une diminution de taille de 6 – 12 µm à 4 – 8 µm suite à l’augmentation de la température de 25°C à 80°C. Cheng et Xiang (2009) ont réalisé la précipitation à des températures allant de 30°C à 80 °C et ont remarqué que la teneur de la vaterite était de 98.6 %, 74.6%, 19.6% et 0% pour des températures respectives de 30°C, 60°C, 70°C, et 80°C en notant toujours une teneur de calcite maximale de 4.4%. La formation de l’aragonite a été observée à partir de 50°C avec une teneur augmentant avec la température imposée. Chu et al. (2013) ont suivi le processus de précipitation du carbonate de calcium pendant 120 minutes en considérant un intervalle de températures compris entre 15°C et 75°C, comme on peut le voir sur la Figure 2-15. À 15°C, la vaterite était le polymorphe prédominant précipité à une teneur de 90%. Par contre, l’aragonite et la calcite sont devenues les polymorphes majeurs à 75°C. À noter que le teneur en calcite a commencé à augmenter progressivement avec la température à partir de 40°C face à une décroissance de la teneur en vaterite. Chang et al (2017) ont examiné l’influence de la température sur la morphologie des particules de CaCO₃ avec un suivi continu du pH et du ratio [CO₃²⁻]/ [Ca²⁺]. Ils ont mis en évidence une composition majeure en vaterite et calcite à 25°C, puis une prédominance de la vaterite pour

des valeurs de pH élevées ($\text{pH} \sim 11$). Au contraire, l'aragonite est devenue le polymorphe prépondérant dans la solution pour des températures dépassant 80°C .

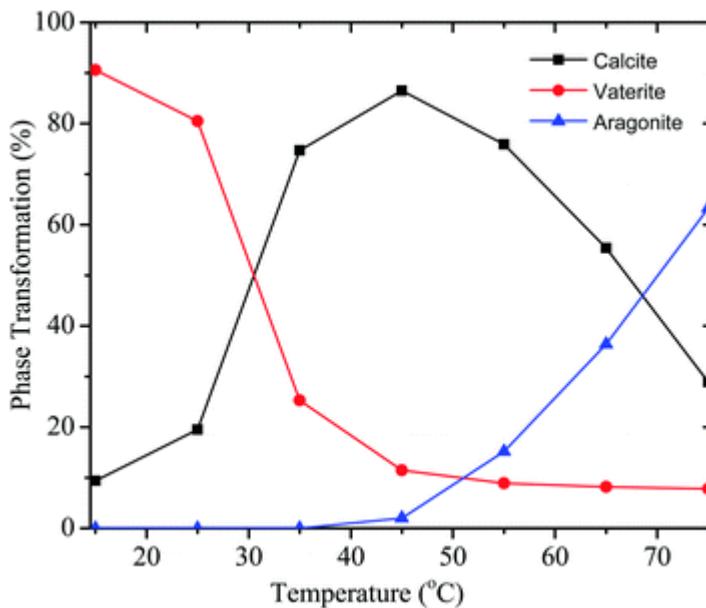


Figure 2-15: Effet de la température sur l'abondance des polymorphes (Chu et al., 2013)

2.6.4.2.3 Effet du pH

Le pH de la solution joue un rôle primordial dans le processus de formation des polymorphes de CaCO_3 en affectant non seulement la concentration d'équilibre des espèces de carbonate mais aussi la force de liaison $\text{Ca}-\text{CO}_3$ (Chang, R. et al., 2017). Cette force contrôle grandement la précipitation de l'un ou l'autre des polymorphes à cause de son influence directe sur le comportement de dissolution de chaque polymorphe (Gebauer, Völkel & Cölfen, 2008). Selon Cheng et al. (2004), les cristaux de CaCO_3 subissent de légères variations dans leur morphologie pour des conditions de pH faibles ($\text{pH} \sim 9$). Or, à des pH élevés, ces variations deviennent majeures induisant la formation des particules de forme très irrégulière. Les niveaux élevés de sursaturation de la solution initiale obtenus pour des pH élevés sont responsables des déformations observées au niveau des particules précipitées. Ramakrishna et al. (2016) ont rapporté que le pH 10 constitue la condition favorable pour la formation de l'aragonite pure (Figure 2-16). Cependant, pour un pH supérieur à cette valeur, la calcite devient le polymorphe dominant dans la solution. En d'autres termes, les pH élevés ($\text{pH} > 11$) favorisent la production de la calcite tandis que les pH compris entre 9 et 11 favorisent la production de l'aragonite. L'obtention de la vaterite est donc privilégiée pour des valeurs de pH inférieures à 8 (Han, Hadiko, Fuji & Takahashi, 2005).

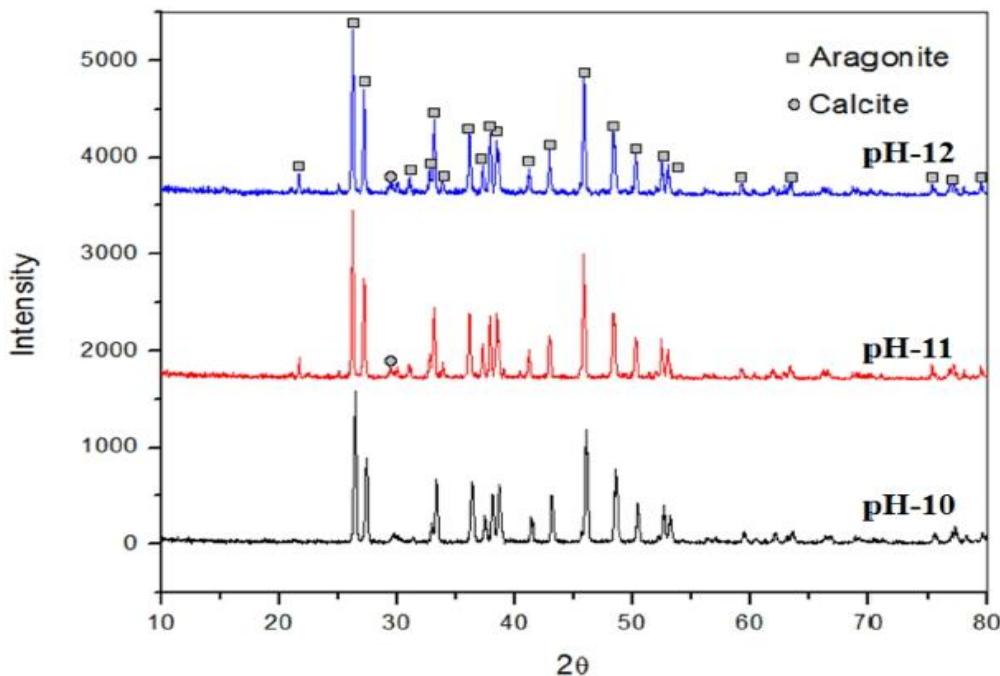


Figure 2-16: Effet du pH sur la formation de l'aragonite pure (Ramakrishna et al., 2016)

2.6.4.2.4 *Effet de la vitesse d'agitation*

La vitesse d'agitation du milieu réactionnel peut influencer considérablement les résultats de précipitation du carbonate de calcium. Yan et al. (2009) ont étudié l'effet de ce paramètre sur la morphologie des particules synthétisées par réaction entre le CaCl_2 et Na_2CO_3 . Ils ont remarqué que la formation de la calcite est favorisée pour des faibles vitesses d'agitation (aux alentours de 100 tours/min) pour être substituée graduellement par la vaterite avec l'accroissement de ces vitesses. Les études menées par Wei et al. (1997) et par Agnihotri et al. (1999) ont montré que l'augmentation de la vitesse d'agitation entraîne une diminution de la taille des particules. Cette observation est attribuée à la croissance du nombre de site de nucléation sous l'action des fortes vitesses qui créent des forces de cisaillement importantes au sein de la solution. Or, ces deux auteurs ont remarqué plus tard une ré-augmentation de la taille des particules causée par le freinage de la phase de nucléation suite à la diminution du niveau de saturation du milieu réactionnel. Avec moins de site de nucléation, les nuclei préexistants s'unissent entre eux pour former des particules de plus grosse taille.

2.6.4.2.5 Effet du temps d'agitation

Pareillement à la vitesse d'agitation, le temps d'agitation peut entraîner des variations importantes dans la taille des polymorphes de CaCO₃ synthétisés par précipitation. L'augmentation du temps d'agitation conduit à une diminution de la taille des particules. En effet, une préparation lente d'une solution de réactifs permet un bon contrôle du niveau de saturation au sein du système réactionnel. Cela garantit une transformation progressive des nuclei formés pour donner naissance à l'un ou l'autre des polymorphes en minimisant le risque de l'agglomération des particules. La précipitation graduelle entraîne finalement des particules de taille plus réduite.

2.6.4.2.6 Effet des surfactants et des additifs

L'ajout d'un surfactant ou d'un additif dans le milieu réactionnel peut induire des variations importantes dans les propriétés des cristaux synthétisés par précipitation. Ces variations ont été mises en évidence par des expériences de précipitation menées par de nombreux auteurs. Parmi ces auteurs, on peut mentionner Xiang et al. (2002) qui ont étudié la réaction de carbonatation en présence du terpinol utilisé dans le but d'activer l'adsorption des bulles de CO₂ sur le Ca(OH)₂. Ils ont remarqué une diminution progressive de la taille des particules de 150 à 90 nm suite à l'augmentation de la teneur de terpinol de 0.1 à 10%. Cette diminution de taille a été attribuée au fait que l'additif ajouté permet une réduction dans la tension superficielle des bulles de CO₂ qui deviennent alors plus stables. La stabilité des bulles se traduit par un transfert de masse CO₂-Ca(OH)₂ accéléré induisant la formation des particules de petite taille. Chen et al. (2004) ont analysé à leur tour le processus de précipitation du carbonate de calcium en utilisant l'acide polyacrylique (PAA). Ils ont constaté des modifications dans la morphologie des cristaux dues à la présence de fortes interactions entre les groupes carboxyliques du PAA et les ions calcium. Selon Yu et al. (2004), la modification cristalline sous l'action du PAA est maximale pour une température de 25°C. Ces auteurs ont réalisé également un processus de précipitation en présence du polyéthylène glycol (PEG) pour déduire que cet additif n'a aucun effet sur la morphologie et la taille des particules à 25°C mais à 80°C.

2.6.5 Analyse critique des techniques existantes

Les mécanismes de stabilisation physiques, chimiques et physico-chimiques relatifs aux méthodes de construction conventionnelles contribuent à des améliorations importantes dans la qualité

géomécanique des matériaux routiers. Malgré leurs avantages sur le plan technique, ces mécanismes peuvent avoir des répercussions environnementales et économiques considérables. En plus, leur génération à l'intérieur du sol à renforcer est limitée aux phases de construction de la chaussée. En d'autres termes, le processus de renforcement prévu est déclenché exclusivement au moment de la mise en place des matériaux sans aucune tendance d'évolution au cours du temps. Quant à la biocalcification, elle constitue une alternative innovante permettant d'offrir des chaussées performantes et durables. Par contre, les difficultés de la mise en œuvre de cette technique sur les terrains routiers demeurent l'un des facteurs majeurs limitant son applicabilité à grande échelle. En effet, la réussite de ce nouveau procédé de traitement exige une main d'œuvre spécialisée en microbiologie difficilement rencontrée sur chantiers, aussi qu'un système de lessivage du sol adéquat pour le captage de l'ammoniac. Dans ce contexte, l'originalité de ce projet de recherche réside sur le développement d'une méthode de stabilisation de chaussée basée sur la précipitation du carbonate de calcium par voie chimique. Avec un principe similaire à la biocalcification, cette nouvelle approche permettra de cimenter naturellement les matériaux des fondations routières à partir des réactions chimiques basées sur l'utilisation des produits réactifs écologiques et économiques. Ce phénomène de cimentation aura pour effet d'augmenter la performance mécanique des chaussées, et donc les rendre plus résistantes aux sollicitations externes. Pouvant être regénéré à plusieurs reprises à l'intérieur du sol traité, le processus de calcification chimique permettra non seulement la correction des dégradations majeures dans le corps de la chaussée mais aussi la réparation ponctuelle des fissures apparues. Cet aspect de matériau auto-cicatrisant implique une augmentation de la durée de vie de la route et donc une réduction du taux d'entretien prévu. Finalement, le protocole de traitement proposé pourrait être facilement reproduit dans le cadre des travaux de construction et réhabilitation des chaussées, sans l'exigence d'équipements ou d'installations complexes.

CHAPITRE 3 RÉACTIONS, RÉACTIFS ET MATÉRIAUX

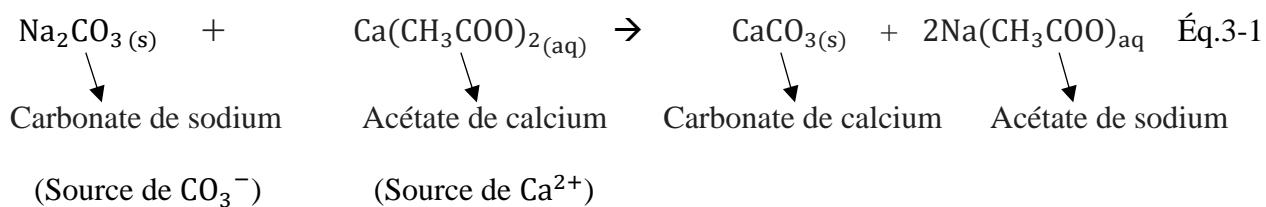
Le présent chapitre vise à décrire les réactions chimiques mises en jeu dans le procédé de calcification chimique développé dans cette étude. Le matériau granulaire ainsi que les différents réactifs chimiques utilisés dans le procédé y sont également détaillés. L'étape d'identification de l'ensemble de ces éléments est fondamentale à la compréhension du principe général du traitement aussi que du protocole expérimental présenté dans le chapitre 4.

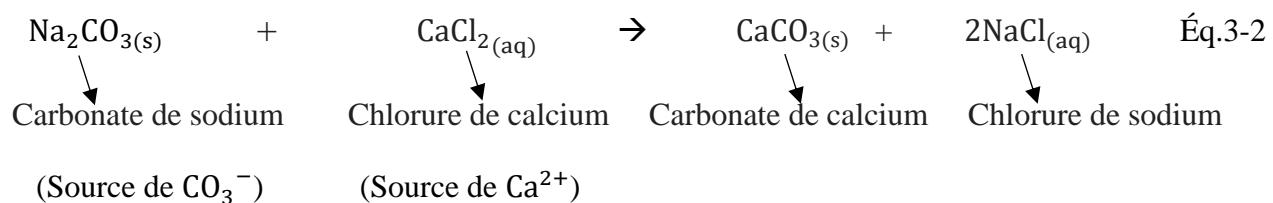
3.1 Réactions chimiques envisagées

La stabilisation de la fondation routière par le procédé de calcification chimique est basée essentiellement sur la précipitation du carbonate de calcium CaCO_3 par voie chimique. Ce précipité joue le rôle d'un pont liant les particules entre elles contribuant à une augmentation de la rigidité du sol calcifié et donc à une amélioration de sa performance mécanique. Deux réactions chimiques principales sont mises en jeu dans le cadre de développer et d'optimiser un protocole expérimental produisant un taux suffisant de précipitation dans le sol à traiter. Le principe de ces deux réactions repose sur un mélange en suspension d'une source de carbonate (CO_3^-) avec une source de calcium (Ca^{2+}) pour induire finalement la formation de la molécule CaCO_3 .

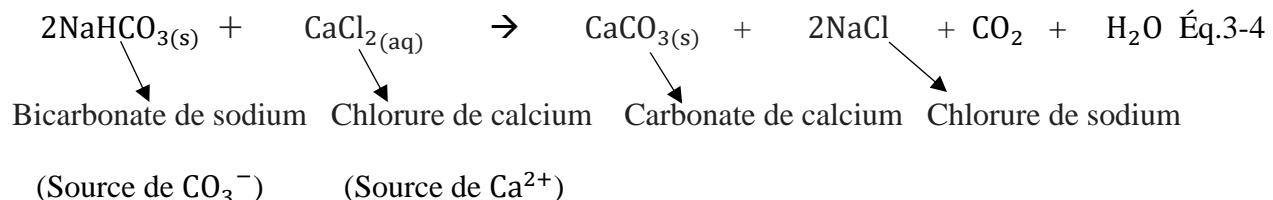
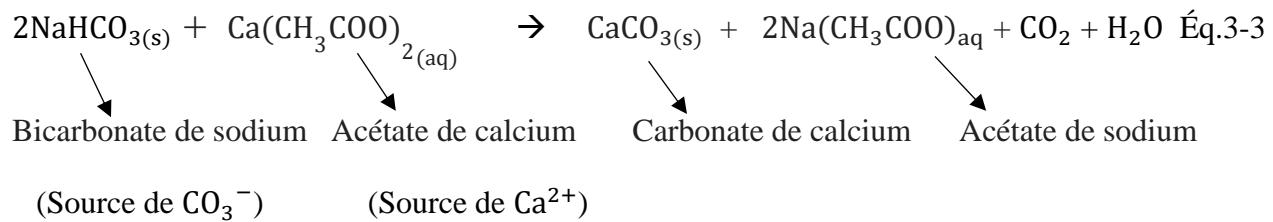
Dans le présent travail, la source de carbonate est fournie à partir des cristaux de carbonate de sodium (Na_2CO_3) ou de bicarbonate de sodium (NaHCO_3) ajoutés à l'état solide dans le milieu réactionnel. Quant à la source de calcium, elle peut être obtenue à partir de deux solutions de sels de calcium différentes : une solution de chlorure de calcium (CaCl_2) ou une solution d'acétate de calcium ($\text{Ca}(\text{CH}_3\text{COO})_2_{(aq)}$).

Par conséquent, les deux réactions chimiques élaborées diffèrent principalement par le type de sel utilisé et peuvent être décrites par les équations suivantes :





Il est à noter que le carbonate de sodium peut être substitué par le bicarbonate de sodium dans les deux réactions (3-3) et (3-4). En effet, l'utilisation de l'un ou l'autre des deux composés chimiques au sein du milieu réactionnel implique le même mélange final voire les mêmes produits. Or, la réaction en présence du bicarbonate de sodium génère en première phase le bicarbonate de calcium $\text{Ca}(\text{HCO}_3)_2$, un sel acide existant uniquement sous forme aqueuse. Cet élément se trouve en équilibre chimique avec le dioxyde de carbone au sein d'un système calco-carbonique (Éq.2-1). Étant donné qu'il n'est stable que pour une pression partielle élevée de CO_2 , le bicarbonate de calcium en solution subit une transformation progressive en précipité de carbonate de calcium sous pression atmosphérique. Cette transformation est accompagnée par un dégagement de CO_2 et de H_2O . Pour conclure, le mélange du bicarbonate de sodium avec un sel de calcium sous des conditions de pression normales demeure une deuxième option valable permettant la précipitation du CaCO_3 .



3.2 Matériel

3.2.1 Bicarbonate de sodium

Le bicarbonate de sodium, également connu par bicarbonate de soude ou hydrogénocarbonate de sodium, est un composé chimique inorganique décrit par la formule brute NaHCO_3 . Il se présente sous la forme d'une poudre cristalline blanche, inodore et de grande pureté (> 98%). Le degré de pureté de ce composé dépend généralement de sa composition en matières premières, son procédé de production ainsi que son usage prévu (O.Patat, 2016). Quelques propriétés physico-chimiques caractérisant le bicarbonate de sodium sont présentées dans le Tableau 3-1.

Tableau 3-1: Propriétés physico-chimiques du bicarbonate de sodium (Gawande et al., 2008; Malik & Goyal, 2006; Palangié, 2014)

Propriétés chimiques	
Formule moléculaire	NaHCO_3
Masse molaire	$84,0066 \pm 0,0018 \text{ g/mol}$
pKa	$\text{HCO}_3^-/\text{CO}_3^{2-} : \text{pK}_{\text{a}1} = 10,33$ $\text{CO}_2(\text{dissous})/\text{HCO}_3^- : \text{pK}_{\text{a}2} = 6,33$
Propriétés physiques	
T°_{fusion}	Début de décomposition thermique pour $T^\circ > 50^\circ\text{C}$ en donnant Na_2CO_3 et en dégageant CO_2 et H_2O Décomposition thermique totale à 270°C
Solubilité	Soluble dans l'eau : 96 g/l à 20°C Insoluble dans l'éthanol et dans les graisses
Masse volumique	2,22 g/cm ³
Substance tampon	Il stabilise le pH des solutions aux environs de 8,1
Agent abrasif	Soluble dans l'eau, il ne présente aucun risque d'endommager les surfaces. Cette caractéristique le rend un agent de nettoyage efficace et non agressif

Tableau 3-1 (Suite) : Propriétés physico-chimiques du bicarbonate de sodium (Gawande et al., 2008; Malik & Goyal, 2006; Palangié, 2014)

Propriétés physiques	
Agent adoucissant	Il empêche la précipitation des ions calcium en calcaire ainsi la formation des dépôts incrustés. Cela permet de réduire l'usage des détergents
Agent levant	Par réaction avec un acide ou par décomposition thermique, il dégage du gaz CO ₂ indispensable à la préparation du pain, des gâteaux, des levures industrielles...
Agent bactériostatique et fongistatique	Il n'attaque pas les champignons et les bactéries mais empêche très efficacement leur développement
Agent anti-pesticides	Il élimine les résidus de pesticides présents à la surface des aliments
Agent non corrosif et non explosif	Il n'est pas corrosif contre les métaux et les surfaces galvanisées et ne présente aucune propriété explosive

Aujourd’hui, le bicarbonate de sodium constitue une substance commerciale produite à très grande échelle industrielle par le biais du procédé Solvay. Ce procédé consiste à carbonater une solution aqueuse saturée en chlorure de sodium (NaCl) et rendue préalablement basique par combinaison à l’ammoniac (NH₃). Cette carbonatation au gaz carbonique CO₂ généré par la calcination du calcaire (CaCO₃) conduit à la précipitation du bicarbonate de sodium (Breton, 2002).

Il existe trois types principaux de bicarbonate de sodium présentant des critères de pureté différents: technique, alimentaire et pharmaceutique. Le premier type est réservé uniquement à l’usage ménager, l’entretien domestique et le jardinage. Le deuxième type peut être utilisé, en plus des tâches ménagères et domestiques, dans des recettes de cuisine grâce à son niveau de pureté garantissant une consommation sûre par le corps humain. Le troisième type se caractérise par une pureté optimale assurée par des opérations de fabrication poussées, ce qui permet son usage ménager et alimentaire mais aussi médical.

Polyvalent, économique, biodégradable et non toxique, le bicarbonate de soude demeure un produit puissant intégré dans divers domaines d’applications. Le type de bicarbonate de sodium utilisé dans

le cadre de cette étude est le produit de « Baking soda ARM & Hammer » largement disponible sur le marché canadien.

3.2.2 Carbonate de sodium

Le carbonate de sodium, également connu par carbonate de soude ou cristaux de soude, est un composé chimique minéral de formule brute Na_2CO_3 . Il se présente sous la forme d'un solide poudreux ou en cristaux, blanc, incolore et très soluble dans l'eau avec un goût alcalin. Ce composé solide peut être obtenu naturellement à partir des gisements de natron (France, 2021) ou synthétiquement par chauffage du bicarbonate de soude produit par le procédé de Solvay (Breton, 2002). Quelques propriétés physico-chimiques caractérisant le bicarbonate de sodium sont présentées dans le Tableau 3-2.

Tableau 3-2: Propriétés physico-chimiques du carbonate de sodium (CNEST, 2021)

Propriétés chimiques	
Formule moléculaire	Na_2CO_3
Masse molaire	$105,9884 \pm 0,0017 \text{ g/mol}$
pKa	$\text{HCO}_3^-/\text{CO}_3^{2-} : \text{pK}_{\text{a}1} = 10,33$ $\text{CO}_2(\text{dissous})/\text{HCO}_3^- : \text{pK}_{\text{a}2} = 6,33$
Propriétés physiques	
T°_{fusion}	851 °C
Solubilité	220 g/L à 20 °C
Masse volumique	2,532 g/cm ³

Le carbonate de sodium est connu pour ses propriétés nettoyantes et désinfectantes qui en font un produit ménager polyvalent utilisé largement pour les entretiens domestiques. Caractérisés par un pH plus basique que celui du bicarbonate de sodium, les cristaux de soude sont considérés plus puissants, pouvant servir notamment comme adoucisseurs d'eau et anticalcaires. À cet effet, en raison de leurs capacités dégraissant et purifiantes considérables, ces cristaux constituent un

composant indispensable dans le processus de fabrication des divers produits de nettoyage. En plus des usages ménagers, le carbonate de sodium connaît des applications dans multiples secteurs industriels. En effet, il est utilisé dans l'industrie de verre comme une matière première pour la fusion. Il intervient également dans la fabrication des dérivés sodiques en chimie industrielle ainsi que dans la désulfuration des fontes en procédés métallurgiques. À ajouter que le carbonate de soude sert d'antiagglomérant et régulateur de pH dans l'industrie agroalimentaire.

Écologiques et biodégradables, les cristaux de soude sont considérés des produits verts ne présentant aucun effet nocif sur l'environnement. Pourtant, ils peuvent être irritants pour la peau et les yeux, ce qui exige de les manipuler avec précaution en portant des gants.

Le type de carbonate de sodium utilisé dans le cadre de cette étude est le produit de « Washing soda ARM & Hammer » disponible sur le marché canadien.

3.2.3 Chlorure de calcium

Le chlorure de calcium, de formule brute CaCl_2 , est un sel composé de 36% de calcium et de 64% de chlore. Il s'agit d'un produit solide à la température ambiante, anhydre, déliquescents et très soluble dans l'eau. Il existe sous différentes formes hydratées : monohydrate, dihydrate, tétrahydrate et hexahydrate.

Le chlorure de calcium est caractérisé principalement par un processus de dissolution très exothermique permettant son utilisation comme fondant routier largement épandu sur les chaussées. En effet, ses grains se dissolvent en absorbant l'humidité pour dégager alors une chaleur qui favorise la fonte de la glace. À mentionner que ce type de sel de voirie agit efficacement même à des températures de -15 °C (Environnement et Santé Canada, 2001). Par ailleurs, le chlorure de calcium est un produit très hygroscopique utilisé comme un puissant abat-poussière sur les routes de gravier (Forget, 2005; Lacasse-Coordonnatrice, Chaussadent, Tarte & Leroy, 2014). Il est capable de capter l'humidité de l'air ambiant et la transférer à la surface de roulement, préservant ainsi une pellicule d'eau qui favorise le lien entre les particules fines.

En raison de sa polyvalence, le chlorure de calcium constitue un sel couramment utilisé sur le réseau routier canadien. Malgré ses nombreux avantages, l'utilisation massive et non contrôlée de ce produit peut avoir de impacts néfastes sur l'environnement et les infrastructures. Une fois en solution, le CaCl_2 libère l'ion chlorure très mobile pouvant être facilement lessivé avant de

contaminer les eaux de surface ou les eaux souterraines (Québec, 2010). En outre, la contamination saline de l'eau est responsable de la corrosion prématuée des armatures métalliques des infrastructures routières en béton armé imposant des coûts de réparation annuels très élevés (Cuisson & Qian, 2020).

3.2.3 Acétate de calcium

L'acétate de calcium, de formule brute $\text{Ca}(\text{CH}_3\text{COO})_2$, est le sel de calcium de l'acide acétique. Ayant une forme anhydre fortement hygroscopique, l'acétate de calcium monohydrate ($\text{Ca}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$) demeure la forme la plus commune. Ce composé chimique est utilisé pour traiter l'hyperphosphatémie chez les personnes atteintes de la maladie rénale à cause de ses propriétés de liaison aux phosphates (PubChem, 2021). En effet, l'ion calcium se combine avec le phosphate alimentaire présent à taux élevé dans le sang pour former alors le phosphate de calcium excrété du corps. Néanmoins, l'acétate de calcium est listé comme additif alimentaire connu sous le code européen E263 en tant que régulateur d'acidité, conservateur et stabilisant. Aujourd'hui, l'acétate de calcium occupe également une place importante dans le secteur de gestion routière comme étant un éventuel produit de déglaçage pouvant substituer les produits traditionnels à base de chlorure. Ces derniers, notamment les chlorures de sodium et calcium, sont utilisés depuis longtemps dans le cadre d'entretien hivernal du réseau routier en raison de leur faible coût et leur grande efficacité. En moyenne, plus de 4,7 millions de tonnes de sels de voirie sont épandues annuellement sur les routes canadiennes, dont 1,5 millions au Québec (Morin & Perchanok, 2000). Pourtant, l'application massive des chlorures peut engendrer des effets secondaires indésirables et coûteux sur l'environnement par la contamination du sol et des eaux souterraines ainsi que sur les automobiles et les infrastructures routières à cause de la corrosion (Fu & Mathews, 2005). Dans ce contexte, les produits à base d'acétate caractérisés par leur nature biodégradable et non corrosive sont considérés une alternative d'entretien intéressante n'ayant aucun impact significatif sur l'environnement (Forget, 2005; Giguère, 2016; Lacasse-Coordonnatrice et al., 2014; Robitaille, 2011). Toutefois, la substitution totale des sels de chlorure par ces produits innovants est difficile à cause de leur coût très élevé. Plus précisément, le coût d'utilisation de l'acétate de calcium ou de magnésium est 7,5 fois supérieur à celui du chlorure de sodium couramment utilisé, soit environ 600 \$ par tonne métrique (Cain, 2004). Par conséquent, l'application de ce composé est limitée généralement aux ponts et aux zones écologiquement sensibles.

L'acétate de calcium est un sel directement obtenu par la réaction du carbonate de calcium avec l'acide acétique aqueux. Ce composé est actuellement produit par mélange de l'acide acétique dérivé du pétrole avec la chaux dolomitique ou la pierre calcaire. Il est soumis ensuite à un séchage par pulvérisation, étape indispensable à la formation de la poudre cristalline (Dionysiou, Tsianou & Botsaris, 2000; Fu & Mathews, 2005). Le coût de production élevé de l'acétate de calcium est attribué en grande partie à l'utilisation de l'acide acétique dérivé du pétrole qui constitue une matière première très chère. Par ailleurs, les sécheurs pulvérisateurs employés dans le processus sont des équipements coûteux contribuant également à l'augmentation du coût commercial du produit final (Dionysiou et al., 2000). Pour réduire le prix des divers produits à base d'acétate, il serait intéressant de substituer l'acide acétique fossile par celui dérivé des matières premières moins chères tel que la biomasse.

Dans cette étude, la préparation d'une solution d'acétate de calcium consiste en un simple mélange de deux produits de base largement disponibles dans l'industrie alimentaire : le vinaigre blanc et les coquilles d'œufs. Le processus mis en place consiste à produire une réaction chimique instantanée entre l'acide acétique (CH_3COOH) contenu dans le vinaigre et le carbonate de calcium (CaCO_3), composant principal des coquilles d'œufs (Chang, K. et al., 2013). Cette réaction est déclenchée par un dégagement de CO_2 produisant du pétilllement et des bulles de gaz. Elle peut être traduite par l'équation chimique suivante :



3.1.3.1 Vinaigre blanc

Le vinaigre blanc est une solution aqueuse incolore à faible teneur d'acide acétique produite industriellement par 2 procédés différents. Le premier consiste en la fermentation naturelle d'une solution alcoolique d'origine agricole, le plus souvent la betterave sucrière. Intervenant uniquement dans 10% de la production mondiale du vinaigre, ce procédé permet de synthétiser un produit à usage alimentaire d'une concentration d'acide acétique entre 4 et 6%. Le deuxième consiste à faire réagir le méthanol (CH_3OH) et le monoxyde de carbone (CO) à haute pression pour générer la molécule d'acide acétique. Cette technique de synthèse chimique, appliquée à large échelle, permet de fournir un vinaigre à usage ménager d'acidité totale maximale de 14% (Darriet, 2020).

Synthétisé par l'un ou l'autre des procédés industriels, le vinaigre blanc constitue un produit de composition naturelle, non polluante mais aussi biodégradable. Ce produit commercial, disponible en grande quantité et à prix très modique sur le marché, se caractérise par une grande polyvalence. En effet, le vinaigre alimentaire peut être utilisé dans la préparation des recettes de cuisine ou pour la conservation des fruits et des légumes. Par ailleurs, le vinaigre ménager est un produit multi-usage aux propriétés nettoyantes et désodorisantes importantes lui permettant d'être une bonne alternative écologique et économique aux produits de ménage traditionnels.

3.1.3.2 Coquilles d'œufs

Contexte actuel de la consommation d'œufs

Au cours des dernières années, le Canada a connu une évolution positive considérable au niveau de son secteur de consommation d'œufs. Selon les données du MAPAQ en 2019, la consommation canadienne d'œufs a subi une croissance importante de 45,3 % entre 2009 et 2018 pour atteindre 782,6 millions de douzaines d'œufs. Cette évolution est observée non seulement au niveau global mais aussi au niveau de la consommation par habitant des Canadiens qui est passée dans les 12 dernières années d'environ 16 douzaines par personne par année à plus de 21 douzaines par personne par année.

La hausse de consommation canadienne se traduit par une hausse de production entraînant le déversement d'environ 45 000 tonnes de coquilles d'œufs annuellement (Shambrock & Farrar, 2015-2018). Le rejet de ces déchets industriels en absence de toute stratégie de traitement peut engendrer des impacts significatifs sur l'environnement ainsi qu'une dégradation des ressources naturelles (Wu, 2012). Or, l'élimination de ces grandes quantités de coquilles d'œufs est un processus coûteux, soit 1 à 2 millions de dollars par année.

Différentes applications de la poudre de coquilles d'œufs

Nombreuses études ont récemment démontré que la poudre des coquilles d'œufs constitue une excellente source de carbonate de calcium pouvant être incorporée dans le développement de divers produits pour les industries alimentaires, papetières, cosmétiques et pharmaceutiques (Combe, 2017). Par ailleurs, cette poudre peut servir comme supplément alimentaire pour les animaux ou même dans les engrains comme conditionneur de sol (Shambrock & Farrar, 2015-2018). Ainsi, la valorisation des déchets de coquilles d'œufs en récupérant la poudre commercialisable présente

des bénéfices sur le plan économique et environnemental. Elle contribue à la fois à réduire les coûts d'élimination très élevés des coquilles, à lancer des nouvelles possibilités sur le marché industriel, aussi qu'à minimiser les impacts néfastes sur l'environnement.

Aujourd'hui, de nouvelles études ont également soulevé le potentiel d'une multitude d'applications des coquilles d'œufs dans le domaine de stabilisation des sols en place. Choi et al. (2016) ont étudié la possibilité de substituer le CaCl_2 utilisé dans le processus de biocalcification du sable par une solution de calcium soluble préparée à partir de coquilles d'œufs et de vinaigre. Suite à des essais de compression simple et de perméabilité sur un sable traité avec la nouvelle source de calcium, ils ont remarqué des résultats très similaires à ceux obtenus par le traitement utilisant le CaCl_2 , tel qu'illustré sur la Figure 3-1. D'autres travaux de recherche ont rapporté que les résidus des coquilles d'œufs peuvent servir comme matière première alternative au calcaire pour la production de la chaux vive et cela grâce à leur teneur très élevée en carbonate de calcium (96% du poids de la coquille) (Consoli, Caicedo, Beck Saldanha, Filho & Acosta, 2020). La calcination de ces déchets consiste tout simplement à transformer leur composant de CaCO_3 en CaO , composant principal de la chaux stabilisante. Cette technique est considérée une solution novatrice permettant de limiter l'exploitation des ressources naturelles, très nocive à l'environnement, et de réduire les coûts du processus de calcination souvent élevés. Zhang et al (2019) ont développé une technique de production d'acétate de calcium – magnésium (CMA) à partir des coquilles d'œufs riches en calcium et cela dans le but de mettre en place un produit de déglaçage alternatif aux sels de voirie traditionnels. Cette technique se fait au moyen d'un équipement de neutralisation ultrasonique soumis à des conditions expérimentales bien contrôlées (Zhang, Zhang, Zhao & Liu, 2019).

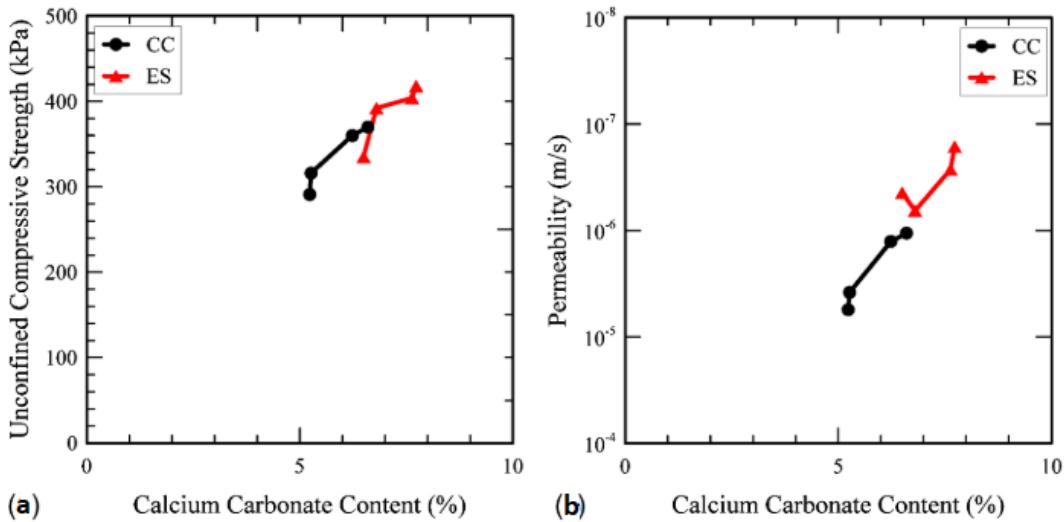


Figure 3-1: Comparaison de la performance du traitement par biocalcification avec CaCl_2 (CC) et avec coquilles d'œufs (ES) : a) Réponse de l'essai de compression simple b) Réponse de l'essai de perméabilité (Choi, Wu & Chu, 2016)

Préparation de l'acétate de calcium à partir de la poudre des coquilles d'œufs

La réaction chimique indispensable à la formation de l'acétate de calcium peut être produite par le mélange du vinaigre de taux d'acidité 10% avec la poudre des coquilles d'œufs. Le choix des coquilles pour la préparation de la solution d'acétate est attribué à leur composition chimique particulière dont la partie minérale est composée essentiellement de carbonate de calcium sous forme de calcite (93.6%). Par conséquent, ce choix adopté permettrait à la fois la valorisation des déchets industriels rejetés en grandes quantités et l'obtention d'une bonne source de calcium alternative au calcaire massif largement exploité dans l'industrie de construction.

3.1.3.3 Craie

La craie est une roche sédimentaire blanche, poreuse, de type calcaire composée principalement de calcite (carbonate de calcium CaCO_3) avec de petites quantités de limon et d'argiles. Elle se forme dans des conditions marines profondes par décomposition des micro-organismes qui constituent le plancton marin. La craie est identifiable par sa dureté, sa teneur en fossiles et par sa réaction avec l'acide détectée par la formation d'une forte effervescence au contact. Cette réaction est observée dans la nature par le phénomène d'altération des roches calcaires sous l'action des pluies acides.

La craie connaît différentes utilisations dans le secteur industriel comme la production de la chaux vive, les briques et le mastic de construction. De même, elle peut être exploitée pour ses propriétés basiques. Dans l'agriculture, la craie est utilisée pour augmenter le pH dans les sols à forte acidité. De petites doses de craie peuvent servir également comme antiacide. La forme commercialisée la plus connue de la craie n'est autre que la craie pour tableau noir. À noter que ce type de craie est fabriqué soit à base de gypse, pour son coût très réduit, soit à base de carbonate disponible sur le marché sous le nom « craie sans poussière ».

Préparation de l'acétate de calcium à partir de la craie

Malgré des essais préliminaires intéressants, les travaux expérimentaux menés dans le cadre de cette étude ont connu une substitution des coquilles d'œufs par la craie pour tableau noir comme source de calcium nécessaire à la préparation de l'acétate de calcium. Cette substitution est due en premier lieu à la difficulté d'approvisionner une quantité suffisante de coquilles d'œufs. En fait, les coquilles utilisées dans ce travail sont collectées à partir des déchets domestiques et non des restaurants ou des industries de production locale. En second lieu, le vinaigre attaque plus facilement la craie ce qui rend la réaction de dissolution plus rapide que celle générée avec la coquille d'œuf. Cela a pour intérêt d'accélérer la formation de l'acétate de calcium et de garantir alors un temps suffisant au traitement d'un nombre important d'échantillons par la technique envisagée. Les bâtonnets de craie, facilement disponibles sur le marché commercial, sont écrasés dans un bêcher pour les transformer en poudre très fine. Cette poudre est ensuite mélangée au vinaigre suivant un rapport de masse craie/vinaigre 1 : 11,4. Pour favoriser la réaction mise en place, le mélange est soumis à une agitation dans le malaxeur pour quelques minutes avant d'être filtré au moyen d'un papier filtre.

3.2.5 Poussière de roche

Le matériau granulaire utilisé dans le cadre de cette étude est la poussière de roche de marque « Bomix ». Caractérisé par une excellente qualité de compaction, ce type de sol sert généralement de sous-couche de finition pour les travaux d'installation des dalles de béton ou des pavés.

La caractérisation de la poussière de roche est faite en deux étapes principales présentées dans cette section.

3.2.5.1 Granulométrie

La granulométrie du sol est présentée à la Figure 3-2

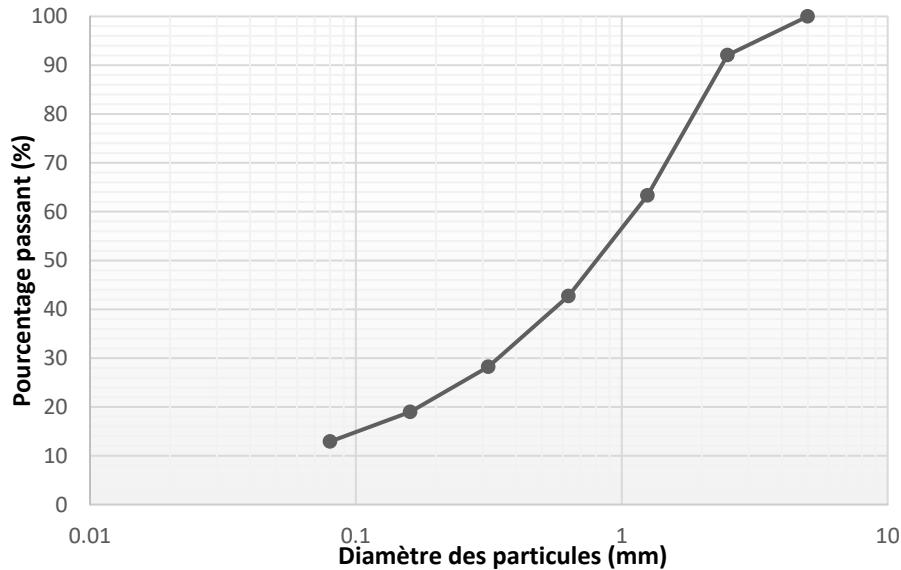


Figure 3-2: Courbe granulométrique de la poussière de roche

Le coefficient d'uniformité et le coefficient de courbure peuvent être directement déterminés à partir de la courbe en utilisant les formules suivantes :

$$C_u = \frac{D_{60}}{D_{10}} \quad \text{Eq.3-6}$$

$$C_c = \frac{D_{30}^2}{D_{10} * D_{60}} \quad \text{Eq.3-7}$$

avec D_{10} , D_{30} et D_{60} les diamètres des particules correspondant à 10, 30 et 60% du passant.

Tableau 3-3: Résultats de l'analyse de la courbe granulométrique du sol

Paramètre	D_{10}	D_{30}	D_{60}	C_u	C_c
Valeur	0,04 mm	0,35 mm	1,2 mm	30	2,55

Ayant un $C_u > 6$ et un $1 < C_c < 3$, le sol étudié est un sable bien étalé (SW), selon la classification USCS.

La poussière de roche est caractérisée par un pourcentage de fines d'environ 15%, soit le double de la valeur maximale exigée par le MTQ (7%). Cet écart considérable peut être justifié par l'objectif principal prévu de la calcification chimique. En effet, la technique de calcification consiste à cimenter les particules granulaires par le biais des précipités de carbonate de calcium. La présence d'un taux élevé de fines a pour effet de réduire les pores dans la matrice du sol et donc de favoriser les liaisons interparticulaires induites par le processus de cimentation. Ainsi, l'évaluation du potentiel de la nouvelle technique à calcifier les sols nécessite l'analyse d'un matériau granulaire avec une fraction de fines importante privilégiant la précipitation.

3.2.5.2 Proctor modifié

Afin de déterminer la teneur en eau et la masse volumique sèche optimales de la poussière de roche testée, un essai Proctor modifié a été réalisé conformément à la norme ASTM D1557-91. Le sol traversant le tamis #4 (5 mm) a été compacté en 5 couches avec 25 coups selon la méthode A (dame de masse 4,5 kg, hauteur de chute de 45 cm et un moule de diamètre 10,2 cm).

La teneur en eau optimale et la masse volumique sèche maximale obtenues sont respectivement 5,8% et 2 232,3 kg/m³ (Figure 3-3). Le degré de saturation optimum est approximativement évalué à 75%.

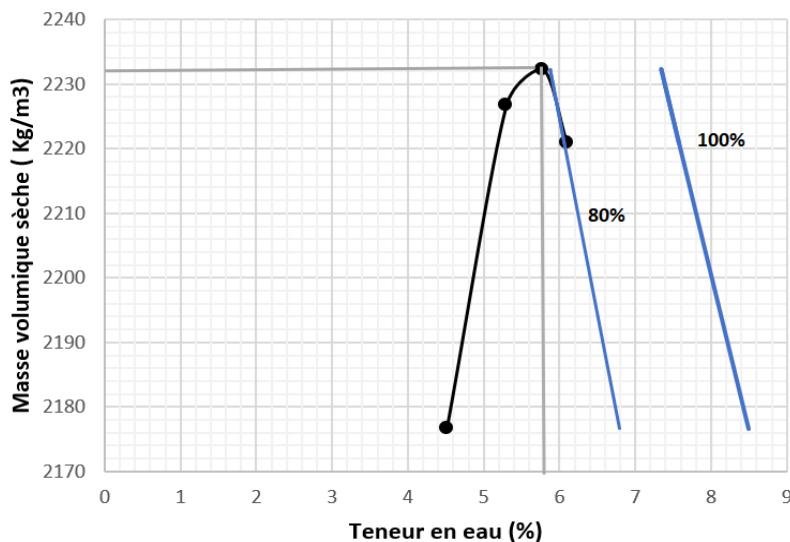


Figure 3-3: Courbe de compactage de la poussière de roche selon Proctor modifié

3.2.6 Moules

Pour garantir de bonnes conditions de préparation de sol, les échantillons sont placés dans des petits moules cylindriques fabriqués de tuyaux d'ABS (acrylonitrile butadiène styrène). Ces moules ont un diamètre interne de 2 pouces (50,8 mm) et une hauteur de 4 pouces (101,6 mm). La sélection des dimensions est basée essentiellement sur la granulométrie du sol caractérisée par un diamètre de particules maximal de 2,5 mm. Par ailleurs, selon la norme ASTM D-2166, les essais de compression simple à réaliser exigent une hauteur d'échantillon égale 2 à 2,5 fois le diamètre.

Le type de moule choisi garantit une bonne étanchéité empêchant la fuite des solutions de traitement déversées à la surface de l'échantillon. Pouvant être placé à l'intérieur d'un cylindre de retenue, le moule utilisé assure également l'exécution d'un compactage bien contrôlé en permettant la mise en place d'une dernière couche de sol dépassant sa hauteur totale. D'autre part, l'insertion du moule dans le cylindre de retenue aide à limiter sa déformation sous l'effet de la compaction et donc à réduire le risque d'endommagement de l'échantillon de sol.

L'étape de démoulage est réalisée au moyen d'un extracteur actionné par vérin manuel (hydraulique). Cet équipement est muni d'un plateau d'éjection pouvant être positionné à différentes hauteurs grâce à l'utilisation de goupilles à dégagement rapide. Cela permet à l'opérateur d'adapter facilement le piston d'éjection à la hauteur du moule utilisé (Figure 3-4). À cet effet, le démoulage adopté demeure une opération facile, rapide, fournissant des échantillons bien tenus à la verticale avec le minimum de perturbation. Il est à mentionner que les moules sont percés à leur extrémité basse afin de déposer une plaque en acier inox d'épaisseur 3 mm sur laquelle la force de pression du piston est appliquée.

En dernier lieu, les moules utilisés dans le cadre de cette étude constituent une option alternative à ceux utilisés dans les travaux d'élaboration du protocole de calcification chimique. Scindés en deux parties, la majorité des moules préparés auparavant ont connu des fuites incontrôlables des solutions de traitement au niveau des zones de sciage. De plus, des difficultés ont été rencontrées lors du démoulage nécessitant l'application des pressions excessives sur les moules, ce qui a engendré à la perte d'un nombre important d'échantillons.

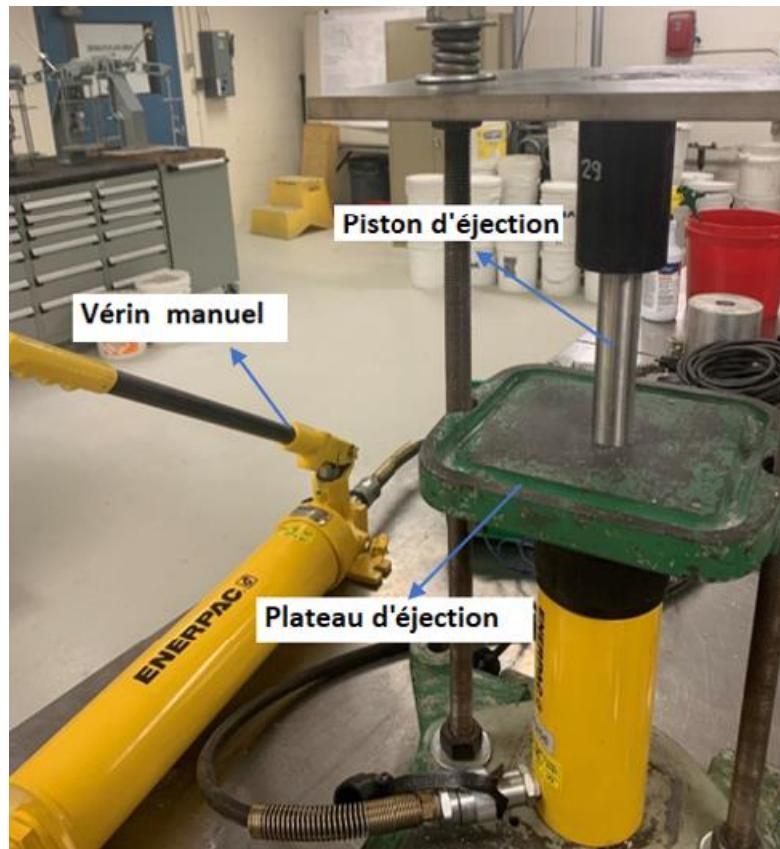


Figure 3-4: Système d'extraction utilisé

CHAPITRE 4 ARTICLE 1 : ÉTUDE DES PERFORMANCES MÉCANIQUES D'UN MATÉRIAUX DE FONDATION GRANULAIRE TRAITÉ PAR LA CALCIFICATION CHIMIQUE

Cet article permet de répondre aux deux objectifs de ce travail de recherche qui sont :(1) optimiser le mode d'application du traitement par calcification chimique aux matériaux de fondation granulaire des chaussées routières et (2) identifier , au moyen d'une série d'essais de compression simple et de cisaillement direct, l'effet de la calcification chimique sur les caractéristiques mécaniques des échantillons traités. Cet article a été soumis à la Revue canadienne de la géotechnique le 28 juillet 2021.

Elissar Ozeir, Joanderson James Oliveira Morais, Jean Louis Zeidan, Benoît Courcelles

Revue canadienne de géotechnique

*Département des génies civil, géologique et des mines – Polytechnique Montréal , Montréal,
Québec, Canada*

4.1 Résumé

La calcification chimique constitue une technique de stabilisation novatrice pouvant être adaptée aux matériaux de fondations routières. Elle consiste à induire dans le sol une réaction de précipitation de carbonate de calcium par l'utilisation des produits commerciaux verts et économiques. Le précipité formé a pour rôle d'augmenter la rigidité du sol traité en liant ses particules entre elles. Cet article décrit le principe de base de la calcification chimique en élaborant les 4 réactions de précipitation mises en jeu. Un programme expérimental basé sur des essais de faisabilité et de performance est également détaillé. Les résultats des essais de compression simple et de cisaillement direct redémontrent le fort potentiel de la technique étudiée à améliorer la performance mécanique du matériau granulaire traité. La résistance à la compression simple des échantillons calcifiés a subi une augmentation importante pour atteindre une moyenne de 33 MPa pour des cas particuliers de traitement. De plus, la résistance au cisaillement direct de ces échantillons a augmenté d'une manière significative en termes de cohésion.

Mots-clés : Calcification chimique, stabilisation, fondations routières, précipitation, essais de compression simple, essais de cisaillement direct

4.2 Introduction

Les routes constituent des axes de communication jouant un rôle primordial dans le développement socio-économique d'une nation (Doré, 2004). Au Québec, l'état du réseau routier est gouverné par le contexte climatique rigoureux et le parc automobile qui l'emprunte. L'action des cycles gel/dégel combinée à l'abondance des précipitations et au trafic lourd en croissance entraîne des dégradations majeures dans le corps des chaussées affectant leur performance tant au niveau structural que fonctionnel. De ce fait, environ 50% du réseau routier se trouve en mauvais ou très mauvais état (MTQ, 2019). L'endommagement des chaussées se traduit à long terme par une diminution de leur durée de vie utile, une augmentation notable des coûts d'entretien aussi que par des problèmes liés au confort et à la sécurité des usagers. Malgré les budgets élevés consentis annuellement à la réhabilitation des chaussées routières, les projets d'entretien mis en place demeurent toujours insuffisants à freiner la dégradation de ces infrastructures. Selon le ministère des Transports du Québec, des investissements de 835,8 millions de dollars ont été réalisés pour la conservation des chaussées en 2019-2020.

Couramment utilisé dans le domaine routier, le procédé de stabilisation des sols permet de conférer aux matériaux de construction les propriétés mécaniques requises pour la conception des chaussées plus performantes et plus résistantes aux contraintes imposées. Différentes techniques de stabilisation chimiques, physiques et physico-chimiques peuvent être appliquées au sol en lui ajoutant des agents stabilisants ou en le soumettant à un système de compactage approprié par exemple (Winterkorn H.F et al., 1991). Par ailleurs, une variété de produits d'abat-poussière est fréquemment épandue sur les chaussées non revêtues afin de contrôler l'émission des poussières, problématique majeure accentuant leur dégradation (Poulin, 2010). Une partie de ces produits à base chlorure tel que le chlorure de calcium sert également de sels de déglaçage utilisés pour l'entretien hivernal (Giguère, S.A., 2016). Malgré l'impact avantageux de l'ensemble de ces techniques sur l'aspect global des chaussées, leur application démontre des effets nocifs sur l'environnement (InfraGuide, 2005) et peut imposer dans certains cas des défis économiques considérables.

Dans ce contexte, les autorités routières cherchent à développer des solutions alternatives aux techniques de construction traditionnelles en vue d'obtenir des chaussées de meilleures rigidité et durabilité tout en offrant des apports intéressants en matière d'économie et d'environnement. La

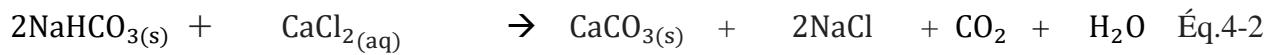
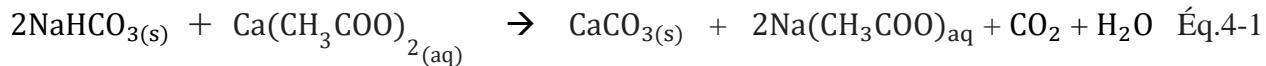
biocalcification est une des technologies prometteuses qui a contribué grandement à la densification des matériaux granulaires grâce à la formation des précipités générée par voie bactérienne (Cheng et al. 2014, Montoya et al. 2013, Amin et al. 2017). Néanmoins, cette méthode de stabilisation des sols présente certains inconvénients limitant son efficacité tels que la production excessive de l'ammoniac néfaste (van Paassen et al. 2010, Tobler et al. 2011), l'hétérogénéité du traitement (Weil et al. 2012, Gomez et al. 2015), mais également des contraintes de manipulations microbiologiques sur les chantiers de construction routiers. Ainsi, une technique de stabilisation innovante basée sur un principe de traitement similaire à celui de la biocalcification fait l'objet du présent travail. Le protocole développé consiste en une calcification chimique, c'est-à-dire en la précipitation de cristaux de carbonate de calcium par le biais d'une réaction chimique induite dans une fondation routière. Il s'agit donc d'un processus chimique permettant la formation des liens de cimentation entre les particules du sol de manière à augmenter leurs performances mécaniques. Les réactifs chimiques indispensables aux réactions de calcification envisagées sont fournis à partir des produits commerciaux largement disponibles sur le marché canadien (bicarbonate de sodium, vinaigre et craie). L'utilisation de ces produits de base permet d'expérimenter un nouveau géo-matériau répondant à la fois à des exigences techniques, financières et environnementales. Cette étude vise à caractériser l'effet de la calcification chimique sur les propriétés mécaniques d'un matériau granulaire de fondation traité, et cela afin d'évaluer le potentiel d'application de ce procédé dans le cadre de nouvelles constructions de chaussées ou de la maintenance des chaussées existantes.

4.3 Matériels et méthodes

4.3.1 Réactions chimiques mises en jeu

La technique de calcification chimique développée dans la présente étude repose principalement sur quatre réactions chimiques fondamentales. Ces réactions, générées dans le sol, consistent à induire une précipitation des cristaux de calcite (CaCO_3) par la combinaison des ions carbonates (CO_3^{2-}) et des ions de calcium (Ca^{2+}). Pour ce faire, des cristaux de carbonate de sodium (Na_2CO_3) ou de bicarbonate de sodium (NaHCO_3) sont mélangés dans le milieu réactionnel avec une solution de sel de calcium. Cette solution peut être fournie par la dissolution du chlorure de calcium ($\text{CaCl}_{2(\text{aq})}$) ou d'acétate de calcium ($\text{Ca}(\text{CH}_3\text{COO})_{2(\text{aq})}$), qui sont tous deux des agents

déglacant de voiries. Leur utilisation permet de trouver de nouveaux débouchés pour ces produits et permet également d'envisager l'amélioration des fondations routières à chaque traitement hivernal. En effet, l'infiltration des sels de voiries dans ces fissures de la couche de roulement permettrait d'apporter un réactif aux fondations sous-jacentes et, par le biais des 4 réactions présentées ci-après, de les renforcer de manière à limiter les dommages et augmenter leur durée de vie :



Les équations 4.3 et 4.4 sont obtenues en substituant le bicarbonate de sodium par le carbonate de sodium comme autre source de carbonates impliquant des produits finaux similaires. Seule une différence de cinétique chimique est déclenchée par la mise en place de l'un ou l'autre des deux réactifs.

4.3.2 Réactifs et matériaux

4.3.2.1 Réactifs chimiques

Bicarbonate de sodium

Constituant une source importante de carbonates, le bicarbonate de sodium (NaHCO_3) est l'un des principaux réactifs indispensables au processus de calcification chimique étudié. Économique et biodégradable, le bicarbonate de soude d'usage ménager « ARM & Hammer » a été utilisé dans le présent travail. Ce produit commercial est largement disponible sur le marché canadien.

Carbonate de sodium

Le carbonate de sodium (Na_2CO_3) constitue une seconde source de carbonates pouvant remplacer le bicarbonate de sodium dans la réaction de calcification chimique. Ce composé est caractérisé par des propriétés physico-chimiques qui en font un produit vert plus puissant recommandé pour

diverses applications domestiques et industrielles. Dans cette étude, les cristaux de soude « ARM & Hammer » ont été utilisés.

Chlorure de calcium

La source de calcium soluble nécessaire à la réaction de calcification provient du chlorure de calcium (CaCl_2), un déglaçant fréquemment utilisé sur le réseau routier canadien. Des cristaux blancs de type dihydrate $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ « Fisher BioReagents BP 510-500 » ont été utilisés dans ce travail. Ce produit est recommandé pour des usages de laboratoire et de fabrication uniquement.

La solution de chlorure de calcium utilisée dans le cadre de cette étude est préparée par dissolution de cristaux de sel dihydrate dans l'eau distillée en respectant un rapport équimolaire (1:1). Ce processus de dissolution exothermique peut être accéléré au moyen d'un agitateur magnétique.

Acétate de calcium

L'acétate de calcium a été également sélectionné comme réactif constituant une source de calcium alternative dans le milieu réactionnel. La solution d'acétate peut être directement produite par dissolution de craie dans du vinaigre. Le vinaigre choisi est un produit de nettoyage « Allen's » avec un taux d'acidité de 10%.

Afin d'obtenir une solution d'acétate de calcium à partir de la craie, un processus opératoire simple est réalisé. Les bâtonnets de craie sont écrasés manuellement dans un bêcher pour se transformer en poudre très fine. Cette poudre est ensuite mélangée au vinaigre de taux d'acidité 10% suivant un ratio de masse craie/vinaigre 1 : 11,4. Pour favoriser la réaction mise en place, le mélange est soumis à une agitation dans le malaxeur pour quelques minutes avant d'être filtré complètement au moyen d'un papier filtre.

4.3.2.2 Sol testé

Le matériau granulaire sélectionné pour cette étude est la poussière de roche de type calcaire. Présentant un pourcentage de fines de 15%, ce type de sol est caractérisé par un espace poreux réduit favorisant la formation des ponts de cimentation au niveau des zones de contact particule-particule. Par conséquent, le traitement de la poussière de roche permet une évaluation pertinente de l'efficacité des précipitations induites par la technique de calcification chimique analysée.

La distribution granulométrique du sol à tester est illustrée dans la Figure 4.1. Selon la classification USCS, ce sol est décrit comme étant un sol SW, c'est-à-dire un sable à granulométrie bien étalée avec peu de fines. Les résultats de l'essai Proctor modifié indiquent une densité sèche maximale (ρ_{dmax}) de 2 232,3 kg/m³ et une teneur en eau optimale (w_{opt}) de 5,8 % (Figure 4.2).

4.3.3 Protocole expérimental

Quelle que soit la réaction chimique mise en jeu, la technique de calcification chimique à développer est réalisée en deux étapes principales : (1) mélanger le sol préalablement avec le (bi)carbonate de sodium et (2) appliquer la solution de sel de calcium au mélange préparé.

Afin d'identifier le mode optimal d'application de la solution de traitement au sol testé, un essai de faisabilité a été effectué en premier lieu en expérimentant deux méthodes de traitement différentes. La première consiste à injecter la solution de sel de calcium par percolation à la surface de l'échantillon compacté, alors que la deuxième consiste à le mélanger mécaniquement avec le sol au moment du compactage. Après ces essais de faisabilité, des essais de performance ont été réalisés dans le but d'évaluer l'effet de la calcification chimique sur le comportement mécanique du matériau traité, ainsi que de sélectionner le réactif garantissant les meilleures performances.

4.3.3.1 Essai de faisabilité

Préparation des échantillons de sol

La préparation des échantillons de sol consiste à mélanger la poussière de roche avec une quantité de bicarbonate de sodium égale à 10% de la masse totale du sol. Dans le cas du traitement (1), par mélange préalable de la source de carbonates avec le sol, on y ajoute également 10 % de la masse du sol en carbonate ou bicarbonate de sodium. Placé à l'intérieur d'un moule cylindrique (type ABS) de dimensions 20,4 mm x 101,6 mm, le mélange est ensuite compacté en 3 couches successives dont chacune est humidifiée et homogénéisée à une teneur en eau de 6% ($w_{opt} + 2\%$). Cet ajout d'eau est préconisé uniquement pour les échantillons de sol à traiter par la méthode de percolation de surface puisque la solution de sel de calcium sera appliquée après compactage et que celui-ci doit être réalisé à l'optimum. Or, pour les échantillons soumis à un traitement par la méthode du mélange, les couches de compactage sont humidifiées par la solution de sel de calcium déversée également à une teneur de 6%.

La préparation d'un échantillon nécessite généralement une masse de sol d'environ 450 g, soit 150 g par couche. Afin de fournir à cet échantillon l'énergie normalisée relative au Proctor modifié (ASTM D1598), le compactage est fait en 57 coups par couche répartis équitablement à la surface compactée. Le nombre de coups appliqué a été calculé en fonction des dimensions du moule et du marteau de compaction utilisés. Ce dernier possède un diamètre de 25,4 mm et un poids de 12,12 N de poids. La hauteur de chute est fixée à 269,24 mm. Il est à mentionner que la phase de compactage est effectuée suite à mise en place d'une rehausse sur le moule cylindrique. Cet équipement a pour rôle d'assurer l'obtention de 3 couches de sol sensiblement égales et donc de garantir des conditions de compaction bien contrôlées. Une fois le compactage finalisé, la rehausse est retirée et la surface est arasée à l'aide d'une règle.

Processus de traitement

Après avoir mélangé le sol avec la source de carbonate (NaHCO_3), il devient primordial de lui appliquer la source de calcium soluble ($\text{Ca}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ ou CaCl_2) afin de mettre en place un milieu réactionnel favorisant la précipitation du carbonate de calcium CaCO_3 .

Il a été déjà mentionné que l'application de la source de calcium se fait simultanément avec la phase de compaction de l'échantillon dans le cas d'un traitement basé sur la technique de malaxage. Dans le cas du traitement par percolation, cet ajout est réalisé par déversement du liquide de sel de calcium depuis la surface de l'échantillon compacté. La pénétration de ce liquide se fait alors par drainage libre sous l'effet de gravité. Pour garantir la réaction de la solution de traitement avec la totalité du carbonate de sodium présent dans le sol, un mélange équimolaire doit être établi. À cet effet, la masse appliquée est équivalente à 10% de la masse totale du sol retenu.

Il est important de noter que l'injection de la solution de calcium dans le sol déclenche une réaction chimique instantanée signalée par la formation immédiate d'un bouillonnement. Le bouillonnement observé au moment d'application de la solution d'acétate de calcium est plus fort que celui généré par la solution de chlorure de calcium.

Les essais menés avec des échantillons traités par la méthode de percolation ont montré le blocage du liquide de traitement à leur surface pendant une période de temps importante. Cette observation peut être attribuée non seulement à la granulométrie du sable testé, mais aussi à sa perméabilité réduite par effet de compaction. Par conséquent, le déversement du liquide à plusieurs reprises a

été recommandé pour permettre sa pénétration totale à travers l'échantillon et donc sa réaction optimale avec le bicarbonate de soude préalablement mis en place dans l'échantillon.

La dernière étape du processus élaboré consiste à garder l'échantillon au four à une température de cure de 45°C pendant 5 jours. La température considérée a pour rôle d'accélérer le séchage du sol avant démoulage, ainsi que de favoriser la formation prédominante des cristaux de calcite. Cette durée de cure de 120 h est cruciale pour garantir le séchage complet des échantillons, notamment ceux traités avec le chlorure de calcium de caractère très hygroscopique.

Observation des résultats

Suite à l'extraction des échantillons, plusieurs observations ont été notées, dont une différence importante dans l'aspect du sol traité par l'une ou l'autre des deux méthodes analysées.

Les échantillons testés par la méthode de percolation ont montré une calcification très limitée à la surface, soit uniquement au niveau de la zone de contact de la solution de traitement avec le sol. Par ailleurs, les cristaux blanchâtres de carbonate de calcium produits sont mal fixés aux grains du sol et peuvent facilement être arrachés avec les doigts. Un arrachement important des particules du sol en surface a été également observé, ce qui a induit la formation de nombreux vides dans la partie supérieure de l'échantillon. En outre, la manipulation des échantillons obtenus a montré que ces derniers présentent une faible résistance engendrant la perte de quelques un lors du démoulage. Ces observations peuvent être dues à l'infiltration relativement lente de la solution, forçant la réaction de calcification à avoir lieu en majorité à la surface de l'échantillon et donc concentrant la précipitation à ce niveau.

Par contre, des résultats prometteurs ont été obtenus suite au traitement par la méthode de malaxage. En effet, les échantillons de sol ont présenté une texture homogène ainsi qu'une résistance notable leur permettant d'être aisément manipulés. Une couche de précipitation rigide et uniforme s'est formée sur quelques centimètres d'épaisseur en surface. Contrairement aux observations de la première méthode, les cristaux de carbonate de calcium ont constitué des véritables ponts liant fortement les particules de sol entre elles.

Finalement, par comparaison globale des résultats, la méthode de malaxage est jugée optimale et sera donc adoptée comme protocole définitif pour les essais à venir.

4.3.3.2 Essais de performance

Une fois la faisabilité du traitement par malaxage validée, une étude de performance mécanique du sol calcifié a été menée par le biais d'essais de compression simple et de cisaillement direct.

Essai de compression simple

Suite à l'obtention d'un sol suffisamment résistant, des essais de compression simple ont été réalisés dans le cadre de cette étude. Étant fiable et rapide, ce type d'essai mécanique permet de tester en peu de temps un nombre important d'échantillons pour construire une base de données. Les essais de compression simple ont été réalisés conformément à la norme ASTM D2166, c'est-à-dire dans des moules ayant un élancement situé entre 2 et 2,5. Cette exigence justifie le choix des moules de dimensions 50,8 mm x 101,6 mm dans le cadre du protocole expérimental élaboré précédemment. Par ailleurs, les échantillons doivent présenter deux surfaces axiales planes et parallèles entre elles avant d'être placés entre les plateaux de la presse mécanique. Cette condition garantit une répartition uniforme de la charge axiale appliquée à l'échantillon au cours de l'essai en minimisant alors les risques de rupture brutale par effet de contraintes concentrées. Dans ce travail, le surfaçage des échantillons traités demeure une étape délicate en raison des précipités formées à leur surface, créant de nombreuses aspérités. La présence des particules de taille relativement grossière rend l'échantillon de sol fragile vis à vis du limage qui risque de l'effriter en provoquant des pertes majeures. À cet effet, la technique de taillage a été substituée par une technique de surfaçage au soufre. Cette dernière consiste à faire fondre le soufre à très haute température (130°C) puis le déverser dans un petit moule de hauteur 2 cm environ pour l'adhérer verticalement à la surface de l'échantillon. Une fois refroidi, le soufre se durcit en formant une plaque lisse et bien rigide. L'opération doit être réalisée soigneusement pour les deux extrémités de l'échantillon.

Le gain de résistance développé par les échantillons de sol traités est un critère primordial pour évaluer l'efficacité de la technique de calcification envisagée. Dans ce contexte, plusieurs séries d'échantillons ont été soumises aux essais de compression simple afin de pouvoir analyser l'impact de l'ensemble des réactions chimiques mises en jeu sur la performance mécanique du sol testé. Ces essais peuvent être divisés en trois volets principaux à détailler.

Le premier volet est basé essentiellement sur l'étude de 5 séries d'échantillons distinctes. Par souci de clarté, les échantillons de sol sont identifiés selon un système de nomenclature spécifique

résumant leur mode de préparation. Ce système est basé sur un groupe de lettres et de chiffres comme suit :

P : Poussière de roche,

T : Sol Traité,

N : Sol Non traité,

B : Bicarbonate de sodium (“ Baking soda”),

W : Carbonate de sodium (“ Washing soda”),

C : Chlorure de calcium,

A : Acétate de calcium,

CS : Essai de Compression Simple,

100 : Concentration maximale de solution de traitement.

À titre d'exemple, l'échantillon PT-BC-100-CS correspond à un échantillon de sol préparé par mélange préalable de la poussière de roche avec le bicarbonate de sodium puis traité par malaxage avec la solution de chlorure de calcium de concentration maximale. Cet échantillon de sol est soumis par la suite à l'essai de compression simple.

Les 5 séries d'échantillons considérées sont ainsi décrites en détail dans le Tableau 4.1.

La série (1) regroupe les échantillons de poussière de roche compactés puis passés à l'étuve à une température de cure de 45°C sans subir aucun traitement. Cette série sert à fournir des échantillons de référence dont les résultats expérimentaux permettent de visualiser la différence de résistance mécanique entre un matériau traité et un autre non traité. Les séries (2) et (3) regroupent des échantillons de sol traités avec du bicarbonate de sodium en se distinguant uniquement par la nature de la solution de calcium appliquée. Ces deux séries visent à évaluer le potentiel des deux réactions chimiques 4.1 et 4.2 à produire un taux de précipitation garantissant la densification du sol. Quant aux séries (4) et (5), elles présentent des échantillons subissant des modes de traitement similaires aux échantillons des deux séries précédentes avec la substitution du bicarbonate de sodium par le carbonate de sodium. Par conséquent, l'étude de ces deux séries est indispensable à l'évaluation de l'efficacité des deux réactions chimiques 4.3 et 4.4, ainsi qu'à l'identification de la source de carbonate contribuant aux meilleures performances.

Afin d'examiner l'effet de la concentration des réactifs sur le processus de formation des cristaux de CaCO_3 , un deuxième volet d'essais a alors été mis en place. Ce volet consiste à tester des échantillons de sol traités avec des solutions de calcium de concentrations différentes. Le dosage de la source de carbonate introduite dans le sol demeure invariable, c'est-à-dire 10% de la masse totale du sol. Quatre concentrations correspondantes à 75%, 50%, 25% et 0% de la concentration de traitement initiale sont considérées pour la solution de chlorure de calcium, ainsi que pour la solution d'acétate de calcium. Compte tenu de la nature calcaire de la poussière de roche utilisée, la concentration de 0% considérée permet d'analyser le cas du traitement limité à la réaction de calcification chimique entre le sol et la source de carbonate qui lui est appliquée uniquement. En d'autres termes, le sol constitue en lui-même la source de calcium indispensable au processus de précipitation du carbonate de calcium sans la nécessité d'ajouter au milieu réactionnel une source de calcium externe. Par conséquent, les deux solutions de chlorure de calcium et d'acétate de calcium seront substituées respectivement par l'eau et le vinaigre. Ces deux derniers ont pour rôle de mettre en solution les ions calcium et carbonate pour générer immédiatement la réaction envisagée.

Dans ce contexte, 16 séries d'échantillons ont été préparées afin d'étudier l'influence de la variation des concentrations sur les résultats de résistance mécanique relatifs aux 4 réactions chimiques mises en jeu. La comparaison de ces résultats permet finalement de sélectionner la concentration optimale contribuant à la cimentation la plus efficiente. Les 16 séries mentionnées sont décrites dans le Tableau 4.2.

En dernier lieu, une attention particulière doit être portée au comportement du sol calcifié vis à vis de la présence d'eau. L'accumulation de l'eau dans la structure de chaussée entraîne souvent un affaiblissement significatif des matériaux granulaires accélérant la dégradation de cette structure. Dans le présent travail, il est essentiel d'examiner l'action de l'eau sur les précipités formés aux points de contact des particules du sol. Une rupture probable des ponts de précipités liant les particules se traduit certainement par une diminution de la résistance du sol développée par effet de cimentation. Pour valider cette approche, 4 séries d'échantillons traités par les différentes réactions chimiques et séchés suffisamment à l'étuve ont été hydratées par application d'un volume d'eau de 30 ml à leur surface. Après l'infiltration de l'eau dans la matrice du sol, les échantillons ont été remis au séchage pour être, par la suite, extraits et testés à la compression simple. Ce mode

opératoire représente le cycle naturel de mouillage-séchage auquel est soumise une chaussée routière sous l'effet des sollicitations climatiques. Les 4 séries sont résumées dans le Tableau 4.3.

Essai de cisaillement direct

Dans le but de mieux décrire le comportement mécanique d'un sol traité par calcification chimique, des essais de cisaillement direct ont été également menés dans le cadre cette étude. L'objectif principal de ces essais vise à définir le critère de rupture de Mohr-Coulomb indispensable à la détermination des paramètres de résistance de cisaillement du sol.

Conformément à la norme ASTM D3080, l'essai de cisaillement a été réalisé sur un échantillon de sol placé dans une boîte de dimensions 60 mm x 60 mm x 45 mm à une vitesse de déplacement constante de 0,9 mm/min. La taille de la boîte de cisaillement a été sélectionnée en fonction de la granulométrie de la poussière de roche utilisée, plus précisément du diamètre de sa plus grosse particule. La consolidation de l'éprouvette de sol cisaillée est assurée par l'application de 3 états de contrainte normale 50 kPa, 100 kPa et 150 kPa. Dans l'étude de certaines séries d'échantillons, la contrainte de normale de 150 kPa a été remplacée par une contrainte de 125 kPa.

La phase de préparation de l'échantillon est effectuée par la mise en place d'une seule couche de sol compactée à 50 coups au moyen de la dame de Proctor modifié et cela afin d'atteindre la densité optimale requise.

Dans cette partie du programme expérimental, 7 séries d'échantillons de modes de traitement différents ont été étudiées. L'ensemble des traitements est toujours basé sur la méthode de malaxage en se différenciant par la nature des réactifs appliqués dans le milieu réactionnel, ainsi que par la condition de température imposée. En effet, la série (1) regroupe les échantillons de poussière de roche compactés puis passés à l'étuve à une température de cure de 45°C pendant 24h sans subir aucun traitement. Cette série sert à fournir des échantillons de référence dont les résultats expérimentaux permettent de souligner la différence des paramètres mécaniques (c et ϕ) entre un matériau traité et un autre non traité. La série (2) regroupe des échantillons identiques à ceux de la série (1), mais gardés à la température ambiante pendant 24 h. La comparaison des résultats de ces deux séries est primordiale pour vérifier si le facteur de séchage du sol contribue à l'amélioration de la performance mécanique de ce dernier ou si son rôle est limité uniquement à l'accélération du processus de calcification chimique. Par ailleurs, les deux séries (3) et (4) présentent des échantillons de poussière de roche mélangés préalablement avec le bicarbonate de sodium puis

traités via deux sources de calcium différentes, soit l'acétate de calcium pour la première et le chlorure de calcium pour la deuxième. Le séchage du sol à une température de cure de 45°C pour une durée de 24 h est une condition expérimentale vérifiée dans le traitement des deux séries. Quant aux échantillons des séries (5) et (6), ils subissent un mode traitement similaire à celui des deux séries précédentes avec une différence uniquement au niveau de la température envisagée. Ainsi, la condition du séchage au four est substituée par un séchage à l'air ambiant. Finalement, l'effet de substitution du bicarbonate de sodium par le carbonate de sodium est évalué par le biais de la série (7) regroupant les échantillons traités avec la solution d'acétate de calcium et séchés à 45°C.

Les 10 séries sont décrites en détails dans le Tableau 4.4. À noter que l'indice « CD » figurant dans le système de nomenclature utilisé désigne l'essai de cisaillement direct. Quant aux deux indices « T_c » et « T_a », ils désignent respectivement la température de cure de 45°C et la température ambiante. Étant donné que traitement de la totalité des échantillons considérés est effectué pour une concentration maximale de solution de calcium, les chiffres correspondants aux différentes concentrations ne sont pas notés dans la présente nomenclature.

4.4 Résultats et discussions

Effet de la calcification chimique sur la résistance en compression simple du sol traité

Lors du démoulage de la série non traitée, deux échantillons ont été complètement perdus (scindés en deux ou trois blocs). Un seul échantillon a pu être finalement récupéré puis testé à la compression simple. Par contre, le démoulage des séries traitées a montré des échantillons bien formés avec une texture rigide et homogène leur permettant d'être facilement récupérés. Les mesures moyennes de la résistance en compression simple réalisées pour les séries (1) à (5) du premier volet d'essais sont illustrées sur la Figure 4-1. Le résultat du sol non traité PN-CS a montré que celui-ci est fragile ne possède qu'une résistance limitée à la compression simple (0,73 MPa). Suite à la calcification chimique mise en place, le comportement mécanique des échantillons a été amélioré. Une augmentation de résistance est marquée dans les différents cas de traitement considérés. Or, il est bien remarquable que le taux de cette augmentation diffère d'une manière significative d'une série à une autre, voire d'une réaction chimique à une autre. En fait, les échantillons PT-WC-100-CS et PT-WA-100-CS traités avec du carbonate de sodium ont démontré des résistances largement supérieures à celles des échantillons PT-BC-100-CS et PT-BA-100-CS

traités avec le bicarbonate de sodium. Plus précisément, le traitement mettant en réaction le carbonate de sodium avec l'acétate de calcium a abouti aux meilleurs résultats. La résistance UCS des échantillons PT-WA-100-CS a atteint une valeur moyenne de 8,76 MPa, soit environ 11 fois plus élevée que celle d'un échantillon de sol non traité.

L'ensemble des résultats obtenus démontre le potentiel des 4 réactions chimiques mises en jeu à produire, dans le sol, des précipités de carbonate de calcium permettant l'amélioration de sa performance mécanique. Par ailleurs, le processus de précipitation le plus efficace est généré par les réactions 4.3 et 4.4 basées sur l'application du carbonate de sodium comme réactif fournissant des ions carbonates dans le milieu réactionnel. Cela peut être expliqué par la cinétique chimique de ces deux réactions qui garantit une formation directe et rapide des cristaux de CaCO_3 . En outre, les réactions 4.1 et 4.2 basées sur l'application du bicarbonate de sodium se caractérisent par la formation transitoire du bicarbonate de calcium $\text{Ca}(\text{HCO}_3)_2$ instable. Ce composé soluble se transforme au cours du temps en carbonate de calcium solide suivant un système calco-carbonique. Cette différence de nature cinétique entre les deux groupes de réactions se traduit par une différence de résistance mécanique puisque la densification du sol est attribuée uniquement à la synthèse des cristaux de CaCO_3 . Ainsi, le sol traité avec le bicarbonate de sodium aurait tendance à subir une augmentation de sa résistance à long terme en raison de la production finale de CaCO_3 .

Effet de la concentration des réactifs sur le processus de précipitation par calcification chimique

Les résultats à la compression simple des séries d'échantillons préparées dans le cadre du second volet d'essais sont présentés dans la Figure 4-2. La diminution de la concentration du sel calcium dissous appliqué au sol contribue à une augmentation de sa résistance. Cette observation est notée pour les 4 modes de traitement envisagés. En effet, la résistance à la compression simple moyenne des échantillons PT-BC-CS et PT-BA-CS a augmenté respectivement de 0,82 MPa à 2,55 MPa et de 1,85 MPa à 2,62 MPa pour des concentrations de traitement diminuant de 100% à 0%. Pour ces deux séries d'échantillons, des résistances quasiment égales sont mesurées pour les concentrations comprises entre 75 et 0%. Quant aux échantillons PT-WC-CS, ils ont démontré une légère amélioration de leur résistance allant de 2,27 MPa à 2,73 MPa dans la plage de concentration de 100% à 50%. Par contre, à partir de la concentration de 50%, la résistance subit une augmentation significative pour atteindre une valeur optimale de 33 MPa à 0%. Pour les échantillons PT-WA-

CS, la résistance augmente progressivement de 8,76 MPa à 14,78 MPa en diminuant la concentration de 100% à 0%. La comparaison des résultats obtenus met en évidence la grande différence de performance entre les deux sources de carbonate utilisées. Les traitements via le carbonate de sodium contribuent à des gains de résistance à la compression simple largement supérieurs à ceux induits par les traitements via le bicarbonate de sodium.

L'évolution remarquable de la résistance à la compression simple relative aux échantillons traités via le carbonate de sodium pourrait être attribuée à l'effet du pH dans le milieu réactionnel. Les valeurs de pH élevées ont pour effet de favoriser la précipitation du carbonate de calcium, ce qui se traduit par une amélioration de la rigidité du sol. Pour valider cette hypothèse, le pH de chacune des solutions de chlorure de calcium et d'acétate de calcium a été mesuré pour les différentes concentrations (de 100% à 0%), tel qu'illustré à la Figure 4-3. À partir des mesures effectuées, il est intéressant de noter que la concentration de 50% déclenchant la forte augmentation de la résistance mécanique des échantillons PT-WC-CS correspond à une valeur de $\text{pH} \approx 5$. Ce pH limite continue à s'accroître pour atteindre la valeur de 7 pour une concentration de 0% (pH de l'eau). Or, le pH de la solution d'acétate de calcium diminue progressivement avec la concentration imposée pour atteindre une valeur de 2,5 environ à 0% (pH du vinaigre). Ainsi, il est envisageable que le pH de cette solution soit toujours en dessous de 5. Ces observations permettent de faire l'hypothèse que le $\text{pH} = 5$ représente une valeur critique influençant grandement la performance du traitement appliqué au sol. Pour des pH inférieurs à 5, l'évolution du mécanisme de précipitation du carbonate de calcium est probablement limitée. Ceci se traduit alors par un comportement plus ou moins similaire pour les échantillons PT-WA-CS traités aux différentes concentrations considérées. Par contre, pour des pH supérieurs à 5, le mécanisme de précipitation est fortement activé impliquant une cimentation efficace et donc une augmentation importante de la résistance à la compression du sol traité.

Les résistances optimales mesurées à des concentrations de traitement nulles pourraient être expliquées par la nature de la source d'ions Ca^{2+} intervenant dans le processus de calcification chimique mis en place. L'application d'une solution d'acétate de calcium ou de chlorure de calcium crée des conditions sursaturées menant à la précipitation du CaCO_3 dans le sol. En d'autres termes, la solution de traitement sert à fournir au sol des quantités excessives d'ions calcium (Ca^{2+}) qui se combinent avec les ions carbonates (CO_3^{2-}) présents pour précipiter immédiatement des cristaux

de CaCO_3 . Ces cristaux, produits uniquement à partir des ions calcium ajoutés au sol, peuvent se localiser à des endroits inefficaces, c'est-à-dire au milieu des pores du sol, sans contribuer grandement aux changements de ses caractéristiques. En revanche, par application d'une solution de traitement moins concentrée, les ions Ca^{2+} issus du sol de nature calcaire sont forcément mis en jeu. Par conséquent, le déversement de l'eau ou du vinaigre a pour effet d'attaquer la poussière de roche qui demeure dans ce cas l'unique source de calcium indispensable à la réaction de calcification envisagée. Ainsi, la dissolution partielle des grains du sol suivie de la formation des précipités favorise la localisation de ces derniers aux points de contact particule-particule. Ce mode de distribution optimal des précipités à l'intérieur du sol se traduit par une augmentation importante de sa résistance mécanique. Or, la différence des résultats mécaniques marquée entre les échantillons PT-WA-0-CS et PT-WC-0-CS pourrait être justifiée par le pH dominant dans le sol. Suite à l'application du vinaigre dans le sol pré-malaxé avec le carbonate de sodium, le pH augmente de 2,5 à 4,7 environ (Figure 4-4). Ce pH acide dissoudrait à la fois les particules du sol calcaire et les ponts de cimentation créés entre elles, ce qui réduirait l'efficacité du traitement appliqué à ce sol. En revanche, suite à l'application de l'eau dans le sol, le pH du milieu réactionnel augmente de 7 à 11 environ (Figure 4-4). Ce pH fortement basique ne provoque pas une dissolution importante des particules du sol mais permet d'atteindre facilement l'équilibre nécessaire à la précipitation du carbonate de calcium. De ce fait, malgré la quantité limitée de sol attaqué, le processus de dissolution- précipitation généré demeure suffisant pour former les cristaux de CaCO_3 aux endroits efficaces dans la matrice du sol.

Effet de l'eau sur l'état du sol traité par calcification chimique

La Figure 4-5 illustre la résistance à la compression simple moyenne des échantillons de sol relatifs au troisième volet d'essais élaboré. Les résultats obtenus démontrent que le comportement du sol calcifié n'est pas dégradé par l'action de l'eau, au contraire il demeure amélioré. En fait, la phase d'hydratation mise en place a impliqué une légère augmentation de résistance pour tous les échantillons considérés et ce, quel que soit le mode de traitement appliqué. Cette augmentation de résistance post-hydration correspond respectivement à des rapports de 1,06, 1,34 , 1,27 et 1,2 vis à vis de la résistance initiale des échantillons PT-BC-100-CS , PT-WC-100-CS, PT-BA-100-CS et PT-WA-100-CS.

Les améliorations mécaniques observées sont probablement dues au potentiel de l'eau à réactiver la réaction de calcification chimique au sein du sol traité. L'ajout de l'eau cause la re-dissolution du (bi)carbonate de sodium disponible en excédent pour le mettre à nouveau en réaction avec le sol calcaire attaqué. Cette réaction permet de produire une quantité additionnelle de cristaux précipités qui favorise la cimentation des particules tout en augmentant la rigidité du sol.

Effet de la calcification chimique sur la résistance au cisaillement du sol traité

Les résultats des essais de cisaillement direct réalisés pour les séries (1) et (2) démontrent que le facteur de séchage au four ne contribue pas à la modification des propriétés géomécaniques du sol (Figure 4-6). En fait, les critères de rupture de Mohr-Coulomb obtenus pour ces deux séries ont donné des paramètres de cisaillement identiques, soit un angle de frottement interne d'environ 72° et une cohésion apparente nulle. Il est important de noter que la valeur de l'angle de frottement obtenu est très élevée. Plusieurs pistes possibles peuvent être suggérées pour expliquer cette observation. En premier lieu, les résultats mécaniques obtenus pour un essai de cisaillement bidimensionnel sont généralement surestimés par rapport à ceux d'un essai tridimensionnel. En second lieu, la poussière de roche retenue a connu un compactage à un degré de saturation de 75% suivi d'un temps de séchage important (au four ou à température ambiante) avant d'être finalement soumise au cisaillement. Ces conditions expérimentales ont pour effet de densifier le matériau testé. Finalement, le ratio exigé par la norme ASTM D3080 pour la taille des boîtes de cisaillement par rapport à la taille des grains du sol pourrait être considéré comme un faible ratio affectant la valeur de l'angle de dilatance et donc la résistance au cisaillement du sol. De ce fait, une correction de l'angle de frottement obtenu pourrait être approximée par la formule empirique avancée par Lade et Lee (1976) (Éq. 4-5). Cette dernière permet d'estimer la limite inférieure de l'angle de frottement interne en déformation plane (φ_{ps}) à partir des résultats des essais triaxiaux (φ_{tx}). En supposant que cette relation reste valable pour un sol traité, un angle de frottement triaxial de 59° est obtenu, ce qui est en adéquation avec celui caractérisant une pierre concassée compactée et bien étalée (60°) (Holtz, Robert D et al., 1981).

$$\varphi_{ps} = 1,5 \varphi_{tx} - 17 \quad \text{Éq. 4-5}$$

Par ailleurs, un gain de résistance au cisaillement a été relevé pour les résultats expérimentaux des séries (3) et (5) dont les échantillons traités ont développé une cohésion apparente de 65 kPa et 54 kPa respectivement. Quant à l'angle de frottement interne caractérisant ces échantillons, il demeure

peu influencé par le traitement appliqué (Figure 4.10). Cela montre que la réaction chimique 4.1 mise en jeu contribue à la densification du sol grâce à des précipitations produites au contact des particules. Ces précipitations créent une forme de cimentation améliorant la cohésion du sol calcifié, mais ne densifient pas énormément le sol. À noter que la différence de cohésion observée peut être attribuée au séchage au four, qui joue le rôle d'accélérateur de la réaction chimique induite dans le sol. En effet, la température a une influence sur la cinétique des précipitations (Baker et al., 1998). Plus la température augmente, plus la constante cinétique de croissance cristalline augmente, provoquant alors une formation plus rapide des cristaux de CaCO_3 . À cela s'ajoute le taux de sursaturation (Ω) qui augmente avec la température en raison d'une diminution de la solubilité (K_s) pour entraîner un potentiel de précipitation de CaCO_3 plus élevé (L. N. Plummer et al., 1982). La quantité de carbonate de calcium accrue implique donc un état de sol plus résistant. En outre, les échantillons de la série (4) ont connu un gain de cohésion remarquable (107 kPa) accompagné d'une diminution de leur angle de frottement (54.6°) (Figure 4.11). Ces résultats mettent en évidence l'efficacité de la réaction 4.2 à améliorer le comportement du sol par effet de cimentation. Or, l'application du CaCl_2 d'acidité élevée ($\text{pH}=2,88$) entraîne une dissolution partielle des grains du sol diminuant la rugosité de leur surface, ce qui se manifeste par une décroissance du frottement de contact entre ces grains. Par contre, les résultats des échantillons de la série (6) ont montré une cohésion nulle et une faible variation de l'angle de frottement (66.41°). Ce grand écart de paramètres de cisaillement entre les séries (4) et (6) subissant un traitement identique semble également au facteur de la température. Le séchage du sol à la température de cure de 45°C a pour effet d'activer la réaction de calcification chimique en attribuant au sol une meilleure résistance au cisaillement.

Finalement, l'essai de cisaillement direct réalisé pour un échantillon PT-WA- T_c -CD a présenté des valeurs de contraintes élevées, dépassant la capacité de mesure maximale de l'appareillage. De ce fait, l'essai a été arrêté suite à l'enregistrement d'une contrainte de cisaillement supérieure à 1 500 kPa pour une contrainte normale de 50 KPa. Cela met en évidence le potentiel du traitement mis en place à engendrer un changement significatif dans l'état du sol qui devient un matériau de forte rigidité, voire non adapté à l'essai considéré.

4.5 Conclusion

En se basant sur les résultats du programme expérimental élaboré, il a été possible de valider l'efficacité du traitement par le procédé de calcification chimique. Le mode d'application jugé optimal consiste à compacter le sol mélangé préalablement avec une source de carbonates en l'humidifiant par une solution de sel de calcium à la teneur Proctor optimale. Les résultats des essais de compression ont présenté un gain de résistance notable, en particulier pour les réactions de calcification via le carbonate de sodium, qui contribuent aux meilleures performances mécaniques. Par ailleurs, quel que soit le mode de traitement appliqué, la résistance à la compression simple des échantillons testés a augmenté suite à la diminution de la concentration de la solution de calcium. La partie majeure de cette augmentation est produite pour une concentration nulle où le processus de précipitation est limité à une réaction entre le sol calcaire et la source de carbonate qui lui est appliquée. Une telle réaction favorise probablement une répartition efficiente des cristaux précipités dans la matrice du sol. À noter qu'une résistance moyenne de 33 MPa a été mesurée suite à la substitution de la solution de calcium par l'eau dans les échantillons de sol pré-malaxés avec le carbonate de sodium. Les essais de compression simple liés aux échantillons hydratés après calcification ont démontré que la présence d'eau n'affaiblit pas leur comportement, au contraire elle entraîne une légère amélioration de leur rigidité. Par ailleurs, les critères de Mohr-Coulomb définis à partir des essais CD ont montré une augmentation significative de la résistance au cisaillement du sol traité. Cette augmentation signalée par une cohésion créée dans le sol met en évidence le potentiel du traitement à produire un nombre de liens de cimentation suffisant pour cimenter les particules entre elles. Le cisaillement des échantillons traités avec le carbonate de sodium et l'acétate de calcium a également révélé des résistances très élevées, dépassant les gammes de mesure permises. Quant à la condition du séchage au four évaluée dans le cadre des essais CD, la comparaison des résultats permet de comprendre son effet d'accélérateur de la précipitation du carbonate de calcium dans le sol.

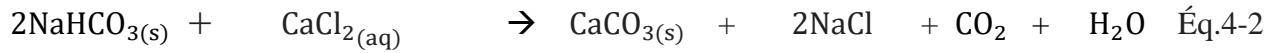
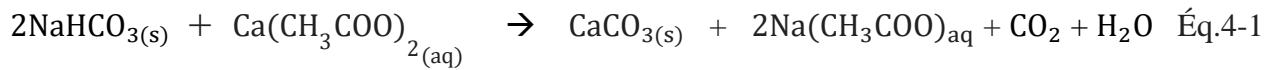
4.6 Références

- Amin, M., Zomorodian, S. M. A., & O'Kelly, B. C. (2017). Reducing the hydraulic erosion of sand using microbial-induced carbonate precipitation. *Proceedings of the Institution of Civil Engineers-Ground Improvement*, 170(2), 112-122.

- Baker, A., Genty, D., Dreybrodt, W., Barnes, W. L., Mockler, N. J., & Grapes, J. (1998). Testing theoretically predicted stalagmite growth rate with recent annually laminated samples: Implications for past stalagmite deposition. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 62(3), 393-404.
- Cheng, L., & Cord-Ruwisch, R. (2014). Upscaling effects of soil improvement by microbially induced calcite precipitation by surface percolation. *Geomicrobiology Journal*, 31(5), 396-406.
- Doré, G. (2004). *Conception et réhabilitation des chaussées* Université Laval, Québec]. Québec.
- Giguère, S.-A. (2016). Alternatives aux méthodes de déglaçage utilisées au Québec et au Canada. Infraguide. (2005). *Dépoussiérage des routes non revêtues*
- Montoya, B. M. (2012). *Bio-mediated soil improvement and the effect of cementation on the behavior, improvement, and performance of sand*. University of California, Davis.
- Plummer, L. N., & Busenberg, E. (1982). The solubilities of calcite, aragonite and vaterite in CO₂-H₂O solutions between 0 and 90 C, and an evaluation of the aqueous model for the system CaCO₃-CO₂-H₂O. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 46(6), 1011-1040.
- Poulin, P., & Sc, M. (2010). *Étude de la performance de chaussées non revêtues traitées par abat-poussière en contexte nordique canadien* Université Laval].
- Québec, M. d. T. d. (2019). Bilan de l'état des chaussées du réseau routier supérieur Québécois. 30 pages.
- Québec, M. d. T. d. (2020). Rapport annuel de gestion 2019-2020. 112 pages. <https://www.transports.gouv.qc.ca/fr/ministere/organisation/rapport-annuel/Pages/rapport-annuel-gestion.aspx>
- Tobler, D. J., Cuthbert, M. O., Greswell, R. B., Riley, M. S., Renshaw, J. C., Handley-Sidhu, S., & Phoenix, V. R. (2011). Comparison of rates of ureolysis between *Sporosarcina pasteurii* and an indigenous groundwater community under conditions required to precipitate large volumes of calcite. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 75(11), 3290-3301.
- van Paassen, L. A., Ghose, R., van der Linden, T. J., van der Star, W. R., & van Loosdrecht, M. C. (2010). Quantifying biomediated ground improvement by ureolysis: large-scale biogrout experiment. *Journal of Geotechnical and Geoenvironmental Engineering*, 136(12), 1721-1728.

Winterkorn, H. F., & Pamukcu, S. (1991). Soil stabilization and grouting. In *Foundation engineering handbook* (pp. 317-378). Springer.

4.7 Annexe A



$$\varphi_{ps} = 1,5 \varphi_{tx} - 17 \quad \text{Eq. 4-5}$$

4.8 Sigles et des abréviations

ASTM : American Society for Testing and Materials

Ca^{2+} : Ion calcium

CaCO_3 : Carbonate de calcium

$\text{Ca}(\text{HCO}_3)_2$: Bicarbonate de calcium

$\text{Ca}(\text{CH}_3\text{COO})_2$: Acétate de calcium

CaCl_2 : Chlorure de calcium

CO_3^{2-} : Ion carbonate

MICP : Microbially Induced Calcite Precipitation

Na_2CO_3 : Carbonate de sodium

NaHCO_3 : Bicarbonate de sodium

SW : Sable bien gradué dans la classification USCS

UCS : Résistance à la compression simple

USCS : Unified Soil Classification System

4.9 Tableaux

Tableau 4-1: Récapitulatif des échantillons du premier volet d'essais en compression simple

# Série	Référence	Nombre d'échantillons	Traité/Non traité	Réactifs	Concentration de la solution de traitement	# couche / # coups par couche	Temps de séchage
1	PN-CS	3	Non traité	-	-	3/ 57	5 jours
2	PT-BC-100-CS	3	Traité	B + C	(1:1)	3/ 57	5 jours
3	PT-BA-100-CS	3	Traité	B + A	(1:11,4)	3/ 57	5 jours
4	PT-WC-100-CS	3	Traité	W + C	(1 : 1)	3/ 57	5 jours
5	PT-WA-100-CS	3	Traité	W + A	(1:11,4)	3/ 57	5 jours

Tableau 4-2: Récapitulatif des échantillons du deuxième volet d'essais en compression simple

# Série	Référence	Nombre d'échantillons	Traité/ Non traité	Réactifs	Concentration de la solution de traitement	# couche / # coups par couche	Temps de séchage
1	PT-BC-75-CS	3	Traité	B + C	(1:0,75)	3 / 57	5 jours
2	PT-BC-50-CS	3	Traité	B + C	(1:0,5)	3 / 57	5 jours
3	PT-BC-25-CS	3	Traité	B + C	(1:0,25)	3 / 57	5 jours
4	PT-BC-0-CS	3	Traité	B + Eau de robinet	(1:0)	3 / 57	5 jours
5	PT-BA-75-CS	3	Traité	B + A	(1:8,5)	3 / 57	5 jours
6	PT-BA-50-CS	3	Traité	B + A	(1:5,7)	3 / 57	5 jours
7	PT-BA-25-CS	3	Traité	B + A	(1:2,85)	3 / 57	5 jours
8	PT-BA-0-CS	3	Traité	B + Vinaigre	(1:0)	3 / 57	5 jours
9	PT-WC-75-CS	3	Traité	W + C	(1:0,75)	3 / 57	5 jours

Tableau 4-3 (Suite) :Récapitulatif des échantillons du deuxième volet d'essais en compression simple

# Série	Référence	Nombre d'échantillons	Traité/ Non traité	Réactifs	Concentration de la solution de traitement	# couche / # coups par couche	Temps de séchage
10	PT-WC-50-CS	3	Traité	W + C	(1 : 0,5)	3 / 57	5 jours
11	PT-WC-25-CS	3	Traité	W + C	(1:0,25)	3 / 57	5 jours
12	PT-WC-0-CS	2	Traité	W + Eau de robinet	(1:0)	3 / 57	5 jours
13	PT-WA-75-CS	3	Traité	W + CA	(1:8,5)	3 / 57	5 jours
14	PT-WA-50-CS	3	Traité	W + A	(1:5,7)	3 / 57	5 jours
15	PT-WA-25-CS	3	Traité	W + A	(1:2,85)	3 / 57	5 jours
16	PT-WA-0-CS	2	Traité	W + Vinaigre	(1:0)	3 / 57	5 jours

Tableau 4-4: Récapitulatif des échantillons du troisième volet d'essais en compression simple

# Série	Référence	Nombre d'échantillons	Traité/ Non traité	Réactifs	Concentration de la solution de traitement	# couche / # coups par couche	Hydraté/ Non hydraté	Temps de séchage avant hydratation	Temps de séchage après hydratation
1	PT-BC-100-H-CS	3	Traité	B + C	(1:1)	3 / 57	Hydraté	4 jours	5 jours
2	PT-WC-100-H-CS	3	Traité	W+ C	(1:1)	3 / 57	Hydraté	4 jours	5 jours
3	PT-BA-100-H-CS	3	Traité	B+A	(1:11,4)	3 / 57	Hydraté	4 jours	5 jours
4	PT-WA-100-H-CS	3	Traité	W+A	(1:11,4)	3 / 57	Hydraté	4 jours	5 jours

Tableau 4-5: Récapitulatif des échantillons testés en cisaillement direct

# Série	Référence	Nombre d'échantillons	Traité/Non traité	Réactifs	Concentration de la solution de traitement	# couche / # coups par couche	Temps de séchage	État de contraintes normales (KPa)
1	PN-T _c - CD	3	Non traité	-	-	1 / 50	24h	50;100;125
2	PN-T _a -CD	3	Non traité	-	-	1 / 50	-	50;100;125
3	PT-BA-T _c -CD	3	Traité	B + A	(1:11,4)	1 / 50	24h	50;100;150
4	PT-BC-T _c -CD	3	Traité	B + C	(1:1)	1 / 50	24h	50;100;150
5	PT-BA -T _a -CD	3	Traité	B + A	(1:11,4)	1 / 50	-	50;100;125
6	PT-BC-T _a -CD	3	Traité	B + C	(1:1)	1 / 50	-	50;100;125
7	PT-WA -T _c -CD	3	Traité	W + A	(1:11,4)	1 / 50	24h	50;100;125

4.10 Figures

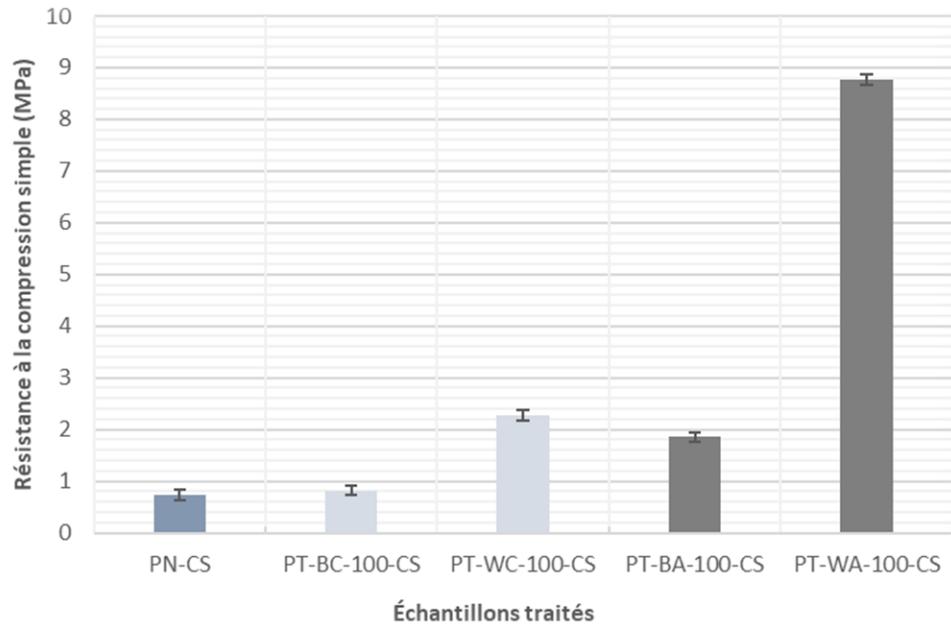


Figure 4-1:Moyenne des résultats en compression simple des échantillons du premier volet d'essais

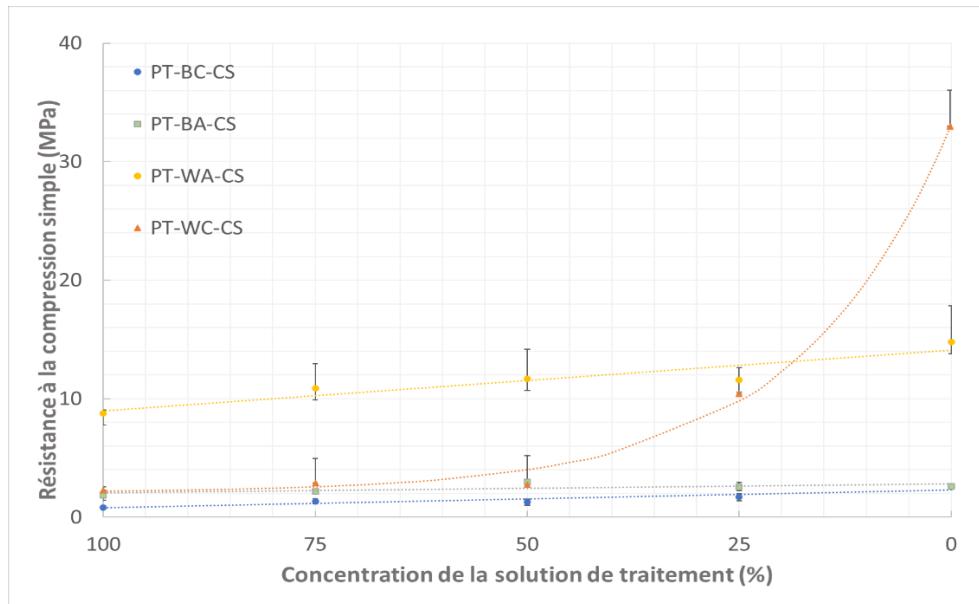


Figure 4-2: Moyenne des résultats en compression simple des échantillons du deuxième volet d'essais

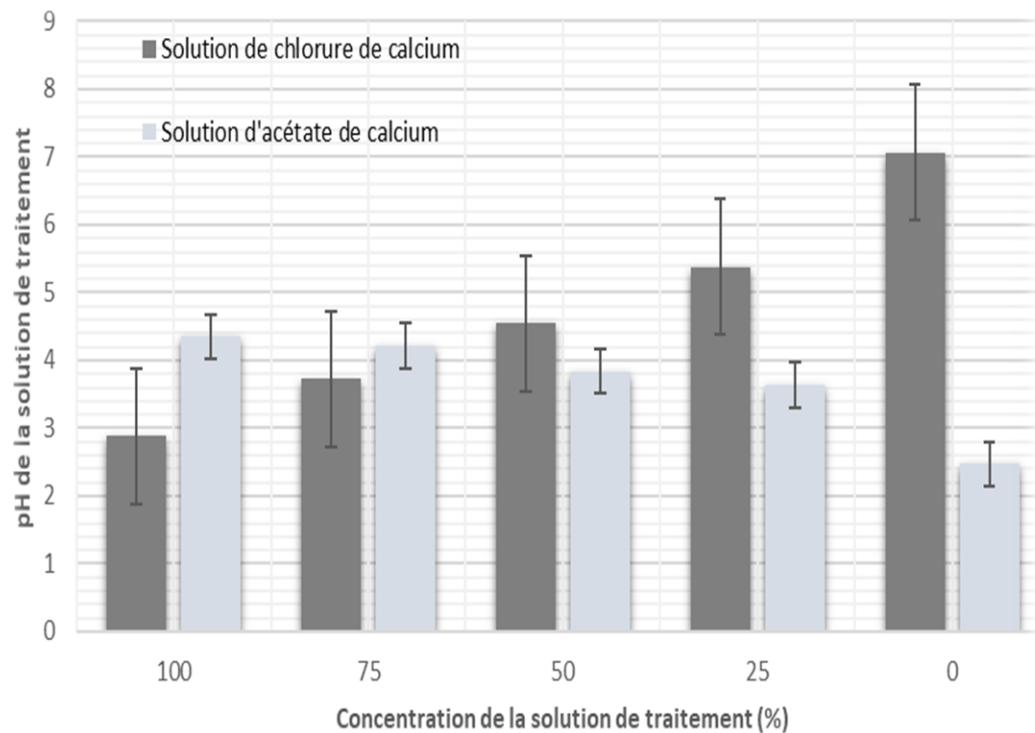


Figure 4-3: Valeurs du pH des deux solutions de calcium préparées à différentes concentrations

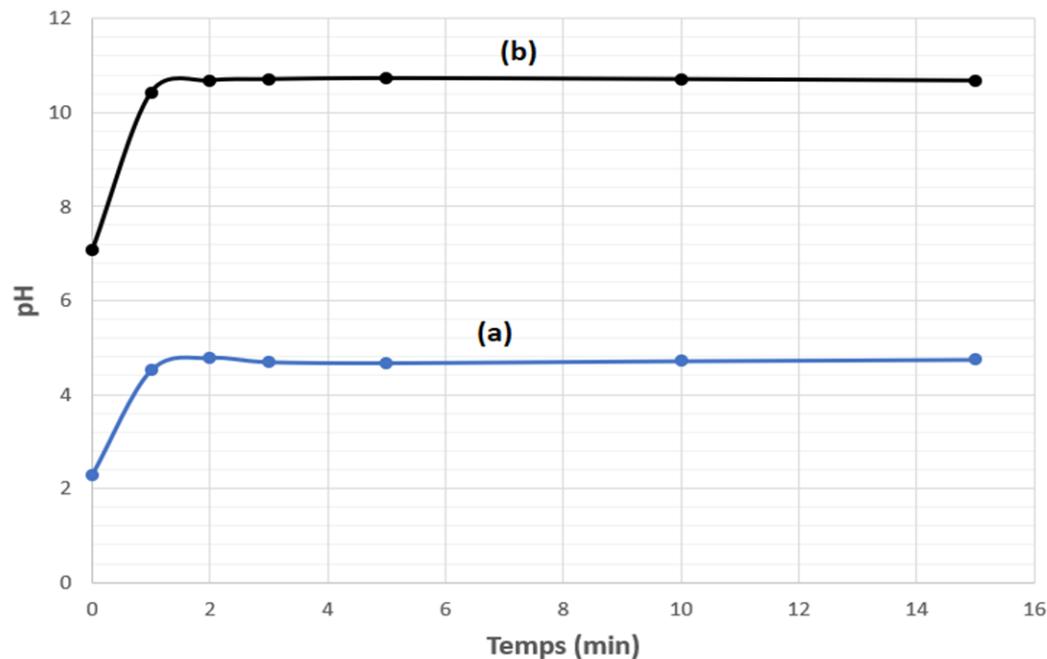


Figure 4-4: Évolution du pH dans le sol mélangé avec le carbonate de sodium a) par application du vinaigre b) par application de l'eau.

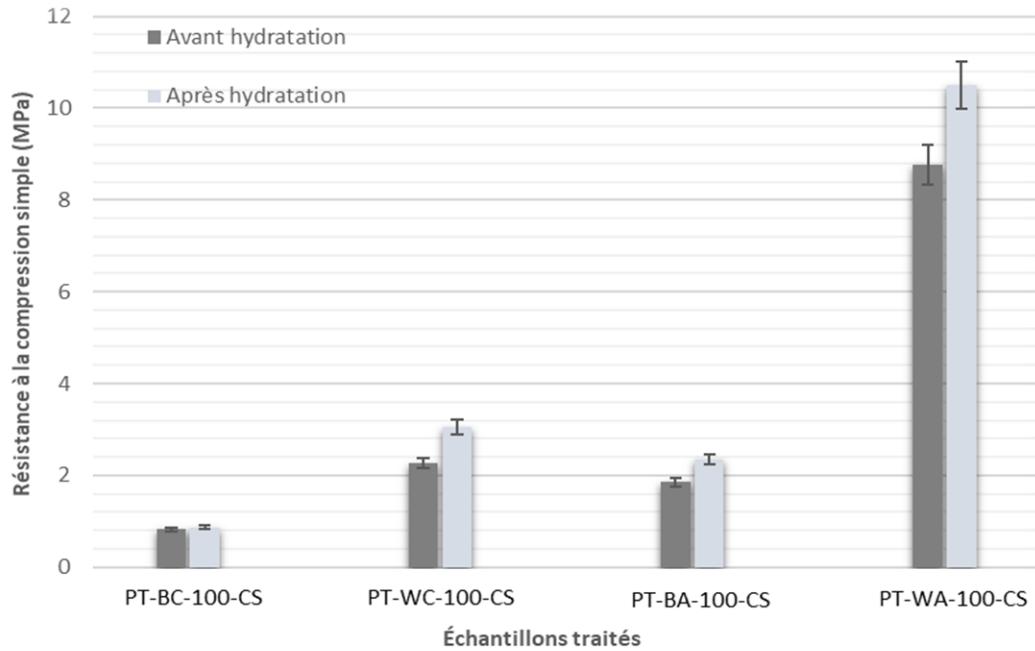


Figure 4-5:Moyenne des résultats en compression simple des échantillons du troisième volet d'essais

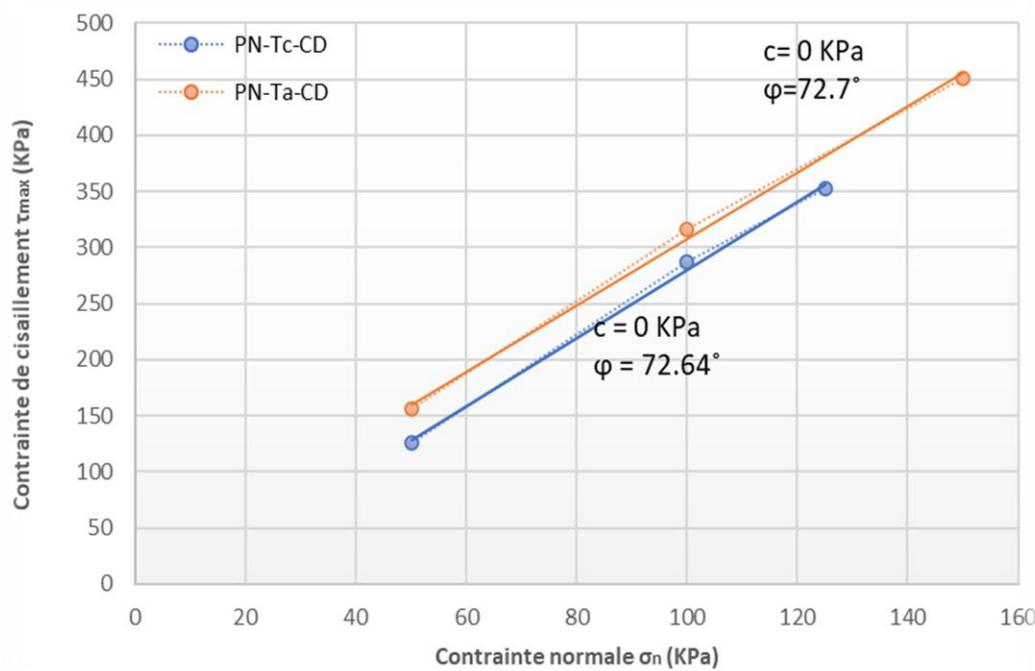


Figure 4-6: Critères de rupture de Mohr-Coulomb des séries (1) et (2)

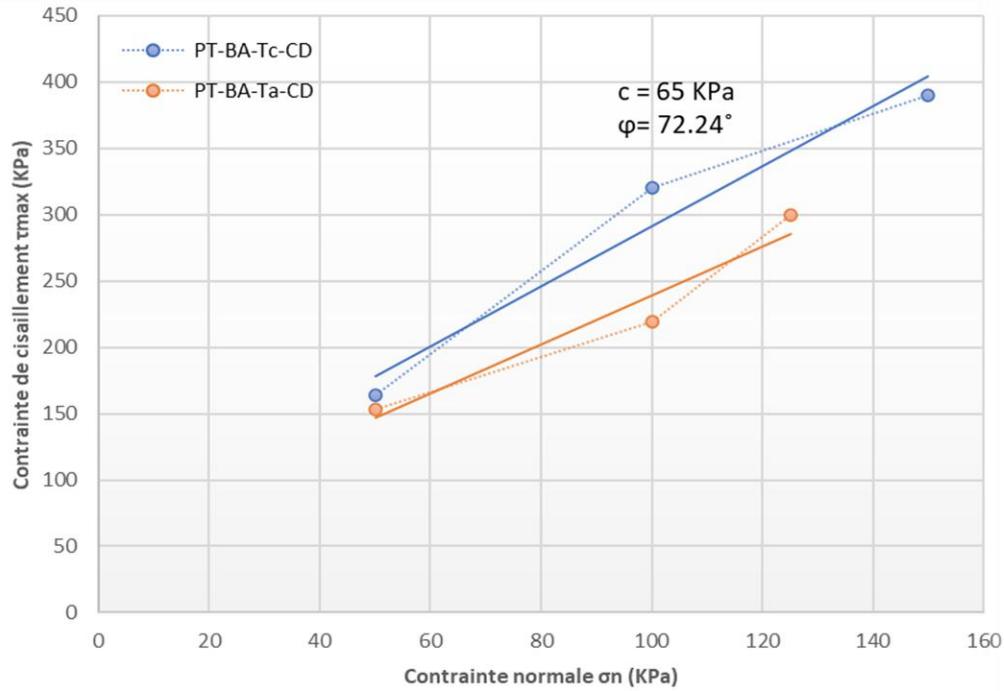


Figure 4-7:Critères de rupture de Mohr-Coulomb des séries (3) et (5)

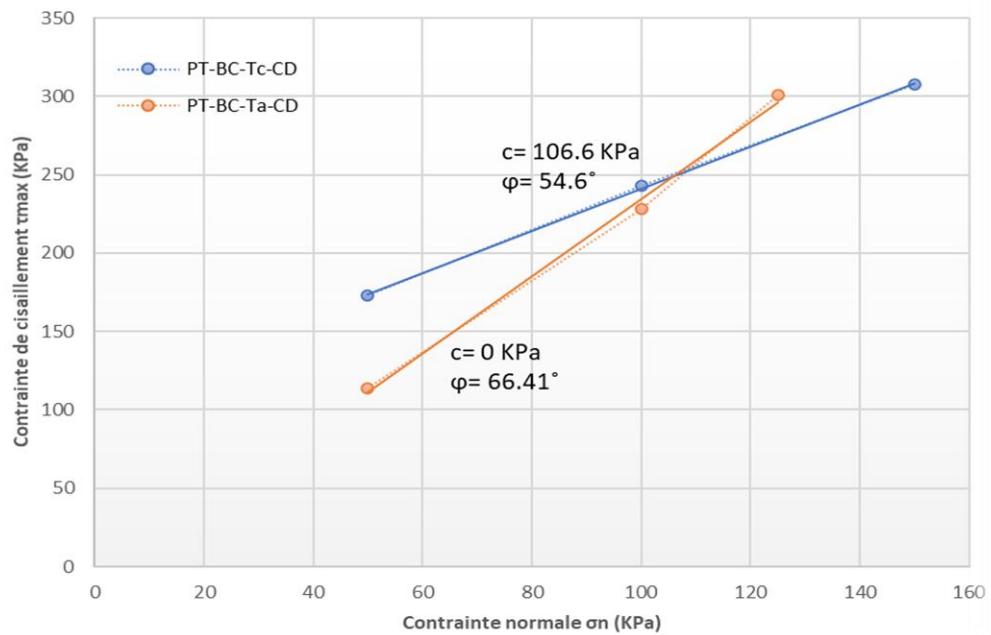


Figure 4-8:Critères de rupture de Mohr-Coulomb des séries (4) et (6)

CHAPITRE 5 DISCUSSION GÉNÉRALE

L'étude menée dans le cadre de ce mémoire visait à développer une technique de stabilisation par calcification chimique à appliquer aux matériaux granulaires de fondation des chaussées routières dans le but d'améliorer leur performance mécanique. De ce fait, il était essentiel de mettre au point un protocole de traitement solide permettant une facilité de mise en œuvre et une bonne homogénéité du sol. De plus, l'étude visait à identifier l'effet de la calcification chimique sur les caractéristiques mécaniques des échantillons traités en vue de vérifier la performance de la technique envisagée. La réponse à ces objectifs spécifiques a été élaborée dans les chapitres 3 et 4 et la présente section propose une synthèse des résultats obtenus et, surtout, le potentiel de la technique, certains avantages du traitement, ainsi que des applications pratiques *in situ*.

5.1 Protocole de calcification chimique pour les matériaux granulaires de fondation des chaussées

Indépendamment de la réaction chimique mise en jeu, le procédé de traitement proposé consiste en deux étapes principales (1) pré-mélanger le sol avec une masse de bicarbonate de sodium (NaHCO_3) égale à 10 % de la masse totale de ce sol, et (2) appliquer une solution de calcium dissous (CaCl_2 ou $\text{Ca}(\text{CH}_3\text{COO})_2$) au mélange préparé. Afin d'assurer une cimentation réussie, il était nécessaire d'optimiser le mode d'application de la solution de traitement dans la poussière de roche retenue. De ce fait, deux protocoles expérimentaux différents ont été menés dans le cadre de cette étude en vue de sélectionner le plus efficient. Le premier consiste à déverser le liquide à la surface de l'échantillon compacté pour un volume équivalent à 10% de la masse totale du sol. Le deuxième consiste à le malaxer mécaniquement avec le sol au moment du compactage suivant un volume correspond à la teneur Proctor optimale (6%). Une fois le traitement complété, les échantillons de sol sont placés au four à une température de cure de 45°C pendant 5 jours. Il est à mentionner que le premier protocole mis en place a démontré une très lente infiltration de la solution de cimentation à travers l'échantillon imposant alors une longue durée d'attente précédant le séchage.

Suite à l'extraction des échantillons traités, il était possible de remarquer le grand écart de performance entre les deux protocoles envisagés (Figure 5-1). En fait, la méthode de malaxage a engendré des échantillons de sol bien calcifiés à leur surface, homogènes et suffisamment résistants

pour être aisément manipulés. Au contraire, la méthode de percolation a fourni des échantillons de fragilité notable en raison des faibles liens de cimentation entre les particules de surface qui demeurent facilement arrachables. Au regard des observations notées, l'efficacité du traitement par malaxage des réactifs chimiques a été validée puisqu'elle offre une mise en œuvre facile, rapide et reproductible.

Dans le cadre des travaux de construction des chaussées routières, le traitement par calcification chimique pourrait être appliquée aux matériaux granulaires de fondation via la méthode de pré-malaxage. Cette dernière consisterait à ajouter au sol les deux réactifs chimiques envisagés et cela simultanément avec les différentes phases de mise en place de la route (voir section 5.6). Un tel protocole de traitement garantirait la génération d'un processus de cimentation adéquat et homogène au sein de la fondation se traduisant alors par une amélioration de sa performance mécanique. Quant à la méthode de percolation, elle demeure toujours une option de traitement valable durant la durée vie d'une chaussée chimiquement calcifiée. En fait, la pulvérisation des sels de voire sur les routes hivernales fissurées induirait une infiltration par percolation de ces produits dans la fondation granulaire. Ce phénomène d'infiltration fournirait à la fondation pré-mélangée avec le (bi)carbonate de sodium des quantités additionnelles de sel de calcium nécessaires à la régénération du processus de précipitation.

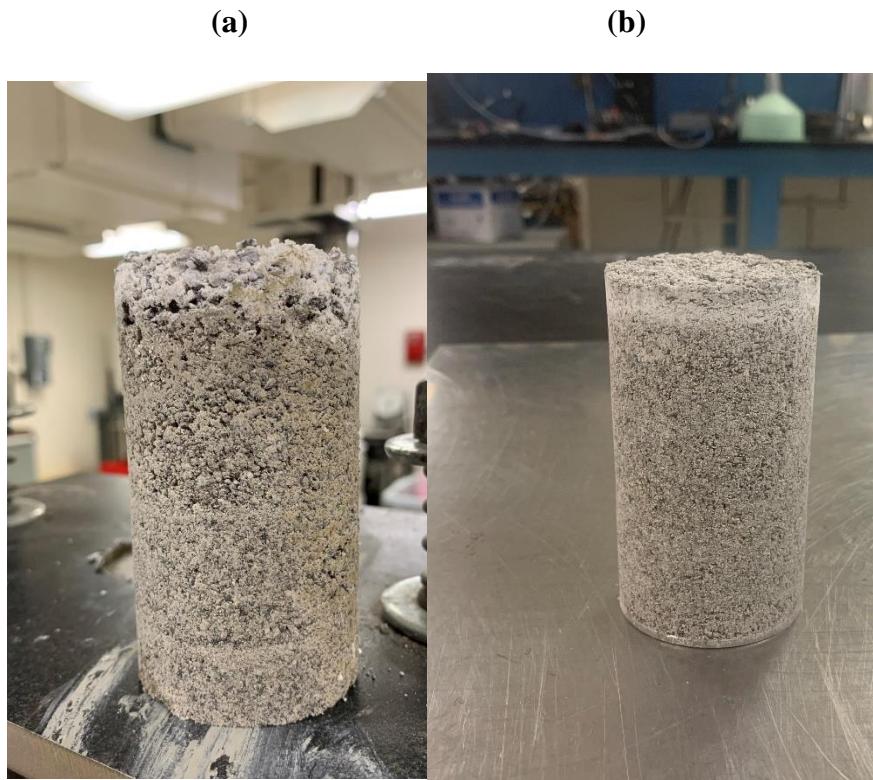


Figure 5-1 : Exemples d'échantillons après extraction a) Échantillon traité par la méthode de percolation, b) Échantillon traité par la méthode de malaxage

5.2 Amélioration de la performance mécanique par calcification chimique

Les essais de compression simple menés dans le cadre de cette étude ont été divisés en trois volets principaux. Le premier volet visait à examiner le potentiel de la calcification chimique à améliorer la résistance mécanique de la poussière de roche retenue. Le Tableau 5-1 montre l'augmentation de la résistance à la compression simple des échantillons de sol calcifiés via les 4 réactions chimiques envisagées. Ces résultats expérimentaux mettent en évidence l'efficacité des divers modes de traitements testés tout en marquant une différence notable de performance entre les deux sources de carbonates utilisées (NaHCO_3 et Na_2CO_3). Cette différence peut être expliquée par l'impact de ces deux réactifs sur la cinétique de précipitation du carbonate de calcium. En effet, le processus de précipitation via le carbonate de sodium conduit à une formation spontanée du carbonate de calcium (CaCO_3) dans le sol traité. Par contre, l'utilisation du bicarbonate de sodium dans le milieu réactionnel entraîne en premier lieu la formation transitoire du bicarbonate de

calcium soluble ($\text{Ca}(\text{HCO}_3)_2$). Ce produit fortement instable se transforme progressivement en carbonate de calcium suivant un système calco-carbonique approprié. Comme la cimentation potentielle du sol est engendrée uniquement par les cristaux de CaCO_3 , un gain de résistance plus élevé a été observé pour les traitements avec le carbonate de sodium. Cette interprétation a permis de prévoir une ré-augmentation probable de la résistance à la compression simple du sol traité avec le bicarbonate de sodium suite à la synthèse du produit final CaCO_3 .

Au regard de cette comparaison d'efficacité entre les deux sources de carbonates, il est probablement possible d'appliquer la calcification chimique via l'un ou l'autre de ces réactifs en vue d'augmenter la performance mécanique des chaussées routières. En effet, malgré son coût d'utilisation plus élevé, le carbonate de sodium permettrait un gain rapide de résistance des fondations granulaires. Alors que le bicarbonate de sodium, moins cher, imposerait des délais plus importants avant l'obtention des performances optimales des routes (semaines ou mois). De ce fait, les deux options de traitement semblent être intéressantes puisqu'elles contribueraient à améliorer le comportement mécanique des routes à long terme en augmentant leur durée de vie.

Tableau 5-1: Amélioration de la résistance en compression simple des sols traités par les 4 réactions de calcification chimiques envisagées.

Réaction chimique	Éléments réactifs	Taux d'augmentation de la résistance UCS (%)
4.1	$\text{NaHCO}_3 + \text{Ca}(\text{CH}_3\text{COO})_2$	+153,4%
4.2	$\text{NaHCO}_3 + \text{CaCl}_2$	+12,33%
4.3	$\text{Na}_2\text{CO}_3 + \text{Ca}(\text{CH}_3\text{COO})_2$	+1 100%
4.4	$\text{Na}_2\text{CO}_3 + \text{CaCl}_2$	+210%

Le deuxième volet mis en place visait à évaluer l'influence de la concentration des réactifs sur le processus de précipitation par calcification chimique. Dans ce contexte, les deux solutions de sel de calcium ont été préparées suivant des concentrations de 75, 50, 25 et 0% de la concentration initiale testée. Quant à la masse de la source de carbonate pré-mélangée avec le sol, elle demeure

invariable (10% de la masse totale de ce sol). Les résultats obtenus ont montré que, pour les 4 modes de traitement analysés, la résistance à la compression simple des échantillons calcifiés augmente avec la diminution de la concentration de solution calcifiante. Les meilleures performances sont toujours observées pour les échantillons traités avec le carbonate de sodium. Les points expérimentaux illustrés dans la Figure 4-2 révèlent une évolution linéaire de la résistance selon la diminution de la concentration, et cela pour des traitements via les réactions 4-1, 4-2 et 4-3. Quant au traitement via la réaction 4-4, la résistance mesurée demeure plafonnée dans la plage de 100% à 50% pour subir par la suite une forte croissance exponentielle. Il est alors possible de proposer à chacune des 4 réactions une équation permettant une bonne approximation de la résistance à la compression simple en fonction de la concentration du sel de calcium appliquée au sol (%). Ces équations sont présentées dans le Tableau 5-2.

Tableau 5-2: Équations d'évolution de la résistance selon la diminution de la concentration de traitement pour les 4 réactions chimiques considérées

Réaction chimique	Équation
4.1	$UCS \text{ (KPa)} = -0.008 \% + 2.83$
4.2	$UCS \text{ (KPa)} = -0.015 \% + 2.3$
4.3	$UCS \text{ (KPa)} = -0.051 \% + 14.08$
4.4	$UCS \text{ (KPa)} = 31(0.946)\% + 2.1$

Les performances optimales des échantillons de sol traités à des concentrations nulles ont permis d'émettre une explication judicieuse des résultats expérimentaux obtenus. En effet, la solution d'acétate de calcium ou de chlorure de calcium constitue une source de calcium pour la précipitation du carbonate de calcium dans le sol à traiter. Une fois appliquée, la solution de traitement fournit au milieu réactionnel une quantité considérable d'ions calcium (Ca^{2+}) qui se combinent avec les ions carbonates (CO_3^{2-}) disponibles pour produire des cristaux de CaCO_3 . Toutefois, une grande partie de ces précipités peut se positionner à des endroits inutiles dans les pores sans créer des liaisons entre les particules du sol et donc sans altérer ses propriétés

mécaniques. Par contre, la substitution respective du chlorure de calcium et de l'acétate de calcium par l'eau et le vinaigre a pour effet d'attaquer le sol calcaire pour le faire réagir avec la source de carbonates qui lui est appliquée. Faisant intervenir les ions Ca^{2+} composant le sol uniquement, une telle réaction privilégie la formation des cristaux de CaCO_3 au niveau des contacts particules-particules. Cette distribution spatiale contribue à des changements significatifs du comportement mécanique. En résumé, l'efficacité de la cimentation par calcification chimique dépend considérablement de la source de calcium mise en jeu. Elle semble être optimisée pour un traitement basé sur la dissolution puis la re-précipitation des grains du sol calcaire qui devient en lui-même la seule source de calcium impliquée dans la précipitation du carbonate de calcium. Cela permet d'attribuer la grande partie des améliorations de performance observées à la composition minéralogique de la poussière de roche sélectionnée pour cette étude.

Finalement, le troisième volet d'essais avait pour but d'identifier l'effet de l'eau sur la poussière de roche traitée par calcification chimique. Pour ce faire, les échantillons de sol calcifiés ont été hydratés par un volume d'eau de 30 ml puis séchés au four à une température de cure de 45°C pendant 5 jours. Les résultats des essais ont montré une résistance à la compression simple plus élevée pour l'ensemble des échantillons hydratés après traitement. Cette augmentation pourrait être attribuée en partie au potentiel de l'eau à réactiver le mécanisme de précipitations du carbonate de calcium dans la matrice du sol. En fait, l'application de l'eau implique probablement la dissolution partielle des grains du sol aussi que la dissolution de la source de carbonates en excès. Ces deux réactifs en solution réagissent de nouveau entre eux pour former des cristaux de CaCO_3 . Par conséquent, le taux de précipités accru attribué au sol une meilleure rigidité.

À partir de ces résultats, il est important de mentionner que l'ajout d'une source de calcium externe demeure une étape cruciale dans le traitement des chaussées routières de nature non calcaire. En effet, le processus de calcification chimique exige à la fois la présence d'une source de carbonates et d'une source de calcium. Par contre, pour des chaussées de type calcaire, seul l'ajout du (bi) carbonate de sodium dans la fondation granulaire est nécessaire. Dans un tel cas, l'application de l'eau au moment du compactage est suffisante pour impliquer un processus de calcification très actif dans le sol. À noter également qu'une simple infiltration d'eau de pluie à l'intérieur de ces chaussées serait susceptible à régénérer la précipitation et donc augmenter la résistance.

5.3 Influence de la température

Une fois l'efficacité du traitement est validée, l'amélioration de la réponse de la poussière de roche quant à la résistance au cisaillement a été évaluée. Des échantillons de sol calcifiés suivant les réactions chimiques 4.1, 4.2 et 4.3 ont été soumis à des essais de cisaillement direct sous des contraintes normales de 50, 100 et 150 kPa. Dans certains essais, la contrainte de 150 kPa a été remplacée par une contrainte de 125 kPa. Pour chaque mode de traitement testé, une série d'échantillons a été mise au four à la température de cure de 45°C et une autre a été gardée à la température ambiante, et cela pour une durée de 24 heures. Cette démarche expérimentale visait à déterminer l'influence du séchage au four sur la résistance du sol traité par calcification chimique. Les paramètres de Mohr-Coulomb définis pour l'ensemble des échantillons de sol cisaillés sont présentés dans le Tableau 5-3. Par comparaison des résultats relatifs aux échantillons non traités, il était possible de conclure que la condition de séchage ne provoque aucune amélioration dans la performance mécanique du sol. Par ailleurs, pour les échantillons traités suivant la réaction 4.1, les résultats ont montré un gain en cohésion significatif avec un angle de friction presque invariable. Pour les échantillons traités suivant la réaction 4.2, les essais ont marqué une cohésion très élevée avec une diminution de l'angle de friction et cela exclusivement pour les traitements en présence du séchage. Il est à noter que la valeur réduite de l'angle de friction est probablement liée à l'acidité élevée du CaCl₂ qui attaque les particules du sol en diminuant leur rugosité. Étant causée par les liens de cimentation entre les grains, la cohésion apparue dans le sol met en évidence l'efficacité des précipitations induites par chacune des réactions 4.1 et 4.2. Or, la mesure d'une cohésion plus élevée pour un traitement avec séchage au four a permis d'émettre l'hypothèse que la température de cure imposée a pour effet d'accélérer la réaction de calcification chimique. En fait, l'impact de la température sur la cinétique des précipitations a été largement abordé dans la littérature. Différentes études ont montré que la constante cinétique de croissance cristalline s'accroît avec la température, ce qui se traduit par une production plus activée de précipités. De même, la température élevée augmente la sursaturation du milieu réactionnel en favorisant les conditions de formation du carbonate de calcium. À partir de ces études, il est vraisemblable que la cohésion nulle obtenue via la réaction 4.2 est due à la vitesse limitée de cette réaction en absence du séchage. Autrement dit, la quantité de précipités générée était insuffisante pour cimenter les particules du sol entre elles. En dernier lieu, étant donné qu'aucune amélioration n'aït eu lieu en termes de frottement dans le sol, ceci permet de dire que les liens de cimentation générés par calcification

chimique ne présentent pas l'épaisseur requise pour fournir un taux de fines élevé au moment de rupture.

L'ensemble des résultats obtenus mettent en évidence la grande influence de la température sur l'efficacité de la calcification chimique. Par conséquent, il serait primordial d'assurer des conditions de températures suffisamment élevées au moment de la mise en place du traitement *in situ*. Cela exigerait évidemment la réalisation des travaux de construction pendant la saison estivale où un réchauffement important de la surface des routes peut être noté. À ajouter que l'application de la couche de revêtement à température élevée permettrait également de fournir une chaleur importante à la fondation traitée. Ces conditions *in situ* pourraient impliquer des températures activant le processus de calcification envisagé.



Figure 5-2: Plan de rupture d'un échantillon soumis à l'essai de cisaillement direct

Tableau 5-3: Valeurs des paramètres de Mohr-Coulomb de sols soumis à différents modes de traitement

Sol traité/ non traité	Réaction chimique	Température	Angle de friction (ϕ)	Cohésion (c)
Non traité	-	Tambiante	72.64°	0 KPa
Non traité	-	T = 45°C	72.7°	0 KPa
Traité	4.1	Tambiante	62.75°	54 KPa
Traité	4.1	T = 45°C	72.24°	65 KPa
Traité	4.2	Tambiante	66.41	0 KPa
Traité	4.2	T = 45°C	54.6°	106.6 KPa
Traité	4.3	T = 45°C	-	-

5.4 Potentiel de valorisation des déchets industriels par calcification chimique

Dans le cadre de cette recherche, la solution d'acétate de calcium a été préparée par dissolution de la craie blanche dans le vinaigre de taux d'acidité 10%. Suite aux améliorations satisfaisantes marquées par les essais mécaniques, il serait primordial de reprendre l'étude expérimentale en substituant la craie par les coquilles d'œufs. Cette étude aurait pour objectif d'évaluer la possibilité de produire à partir de ces résidus une source de calcium contribuant également à des résultats mécaniques pertinents. En effet, les travaux menés par Zeidan et al. (2021) ont démontré la précipitation de CaCO_3 suite à l'application d'une solution d'acétate de calcium, préparée à partir des coquilles d'œufs, à un sol contenant du bicarbonate de sodium. La préparation de la solution de traitement consistait à laver les coquilles avec l'eau distillée en éliminant leur paroi interne, puis les mettre au four à une température de 100°C pendant 24 h pour finalement les broyer en poudre. La poudre ainsi formée a été mélangée dans un bêcher au vinaigre de taux d'acidité 10% suivant

un ratio de masse coquille/vinaigre 1 : 11,4. Étant donné que la dissolution de la poudre sous l'action de l'acide acétique est très lente, le mélange préparé a été soumis à une forte agitation au moyen d'un malaxeur pendant quelques minutes. Cette agitation a pour rôle d'accélérer la phase de dissolution du carbonate de calcium solide en acétate de calcium soluble. Elle est souvent accompagnée de la formation d'une mousse importante à la surface. Une fois la solution d'acétate de calcium bien malaxée, elle est filtrée dans un bécher au moyen d'un papier filtre afin de récupérer les résidus chimiques.

La réussite de la calcification chimique via l'acétate de calcium dérivée des coquilles d'œufs mettrait en place un protocole de traitement innovant sur le plan technique, environnemental et économique. La valorisation des déchets industriels, rejetés en des milliers de tonnes annuellement, implique une réduction notable des coûts financiers et environnementaux liés aux opérations de leur transport, stockage et élimination.

5.5 Avantages du traitement via l'acétate de calcium

Aujourd'hui, les recherches se tournent vers le développement des produits de déglaçage alternatifs aux sels de voiries en vue de réduire leurs impacts majeurs sur l'environnement et les infrastructures. Étant biodégradables et faiblement corrosifs, les acétates sont fortement préconisés pour leur réduction considérable des effets sur l'environnement aussi que pour leur diminution des coûts d'entretien liés à la corrosion des infrastructures et des véhicules. Leur mode de fonctionnement consiste à modifier la consistance de la neige pour la rendre pâteuse, ce qui facilite son enlèvement sur les routes. Dans ce contexte, l'acétate mixte de calcium et de magnésium (CMA) demeure à ce jour le principal déglaçant pouvant éventuellement substituer le NaCl ou le CaCl₂. Malgré les avantages de ce produit, son coût total nettement supérieur à celui du sel de voirie et sa rareté sur le marché québécois font que son application à grande échelle est limitée. La comparaison des coûts unitaires des différents déglaçants utilisés sur les routes par rapport au coût unitaire du chlorure de sodium est présentée dans le Tableau 5-5. Il est à noter que le prix élevé du CMA découle des coûts importants de production de l'acide acétique. Ainsi, les gestionnaires du réseau routier continuent jusqu'à présent à utiliser en abondance les sels de voirie traditionnels.

Tableau 5-4: Comparaison des coûts unitaires des divers déglaçants (Salt Institute, 2004)

Composés déglaçants	Comparaison des coûts unitaires
Chlorure de sodium	1
Chlorure de potassium	5
Chlorure de calcium	7
Chlorure de magnésium	14
Méthanol	17
Formate de Ca et Na	17
Ethylène / Propylène glycol	58
Acétates de Ca et Mg	40

Par contre, dans cette recherche, il a été possible de préparer l'acétate de calcium par l'utilisation des produits commerciaux disponibles en grande quantité et à faibles prix. La préparation de ce composé chimique a été facilement réalisable, sans l'usage d'équipements ou d'installations complexes. De ce fait, l'application de l'acétate de calcium sur les routes hivernales serait une option intéressante contribuant au déglaçage de ces infrastructures à court terme et à l'amélioration de leur performance à long terme. Il est essentiel de mentionner que la réaction chimique entre la source de carbonate et l'acétate de calcium conduit à la formation de l'acétate de sodium. Similaire aux autres acétates, ce produit est considéré comme une alternative respectueuse de l'environnement utilisée souvent pour le dégivrage des pistes de stationnement. Un traitement via l'acétate de calcium offrirait donc de nombreux avantages sur le plan financier, social et environnemental.

5.6 Applications pratiques *in situ* de la calcification chimique

La technique de traitement élaborée dans cette étude semble être facilement applicable dans le cadre des travaux d'entretien des chaussées routières. Un procédé de réhabilitation, similaire au retraitement en place à froid, pourrait être adopté dans le but de renforcer par calcification chimique les chaussées fortement dégradées. En fait, le retraitement en place à froid consiste à incorporer au sein du matériau, obtenu par fragmentation de l'ancienne chaussée, un liant hydraulique ou du ciment, et de les mélanger intimement jusqu'à l'obtention d'une structure homogène et performante. Cette intervention, basée sur la valorisation des matériaux *in situ*, implique une série d'opérations précises faisant appel à un ou plusieurs équipements sur chantier. Dans ce contexte,

il serait possible d'adapter ces opérations pour stabiliser les matériaux de fondation granulaire via les traitements chimiques envisagés. L'exécution des travaux de renforcement par la nouvelle technique comprendrait ainsi les étapes suivantes : (1) la scarification du revêtement et une partie de la fondation au moyen d'un ripper, (2) l'épandage du bicarbonate de sodium ou du carbonate de sodium à la surface de la chaussée sacrifiée au moyen d'un épandeur, (3) le malaxage des matériaux, à l'aide d'un pulvimalaxe, en les humidifiant simultanément avec une solution de sel de calcium jusqu'à assurer un mélange de bonne homogénéité, (4) le nivelage puis le compactage de la structure traitée, et (5) la pose d'une couche de revêtement bitumineux. Il est à mentionner que les enrobés bitumineux coulés à chaud sont malaxés généralement à des températures variant entre 155 et 170°C avant leur épandage en chantier. Ainsi, la pose de la couche de revêtement à très haute température entraîne la transmission de la chaleur vers les sous-couches de la chaussée. Le réchauffement de la fondation granulaire pendant quelques heures aurait tendance à activer fortement la réaction de précipitation générée dans le sol.

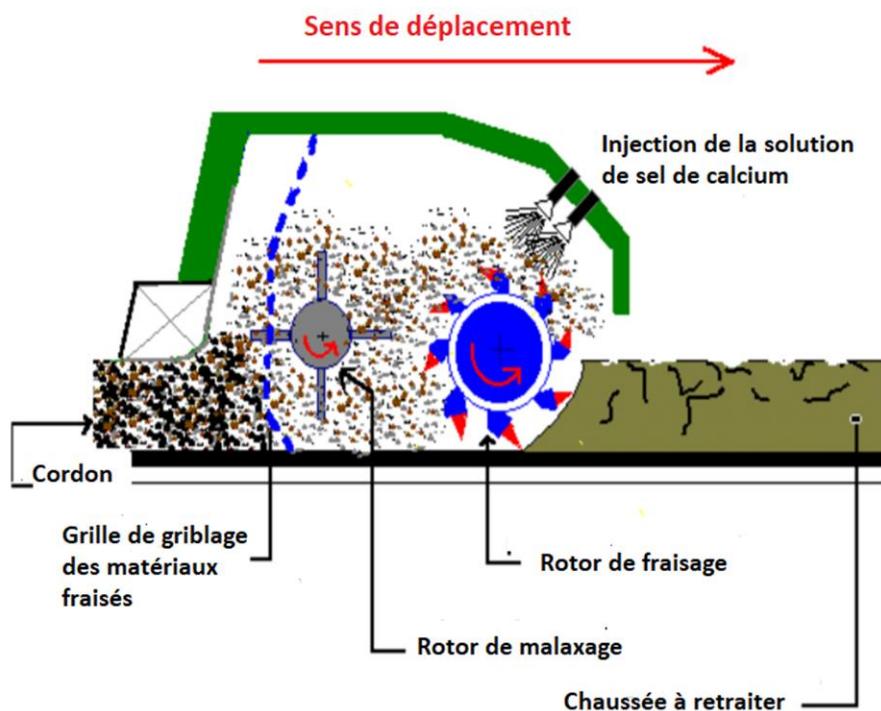


Figure 5-3: Pulvimalaxe utilisé pour la stabilisation de la chaussée par calcification chimique
 (Adapté Bitume Québec, 2007)

La mise en œuvre de la calcification chimique ne se limite pas à la correction des déficiences majeures existantes dans la structure des chaussées. Au contraire, il est envisageable de l'intégrer également dans le programme d'entretien préventif dans le but de sceller les fissures développées dans le revêtement des chaussées traitées. Ce procédé de réparation ponctuelle consisterait simplement à nettoyer et à sécher la fissure à l'aide d'un jet d'air comprimé pour injecter ensuite la solution calcifiante. Une fois infiltrée à l'intérieur de la fondation sous-jacente, cette solution réagit avec la source de carbonate qui y est présente pour précipiter des cristaux de carbonate de calcium. Ces dépôts minéraux formés servent finalement à colmater les fissures. Une telle technique de réfection sans fraisage permettrait de retarder la dégradation de la chaussée en prévenant l'infiltration de l'eau et des matériaux incompressibles dans le corps de la chaussée.

Il est important de noter que la majorité des travaux de réparation du réseau routier québécois s'effectuent pendant la période estivale où des températures supérieures à 30°C peuvent être atteintes. Dans un tel contexte climatique, les surfaces de revêtement des routes peuvent présenter des températures de 80°C, selon un rapport de l'Institut national de santé publique du Québec (INSPQ, 2009). Ceci entraîne certainement des températures suffisamment élevées dans les couches sous-jacentes privilégiant alors le processus de précipitation chimique envisagé.

En période hivernale, des opérations de déneigement et d'épandage de sels de voirie sont nécessaires pour assurer le maintien d'un réseau routier sécuritaire. Le chlorure de calcium est l'un des produits les plus fréquemment utilisés sur les routes québécoises pour faire fondre la neige et la glace. Une fois pulvérisé à la surface d'une chaussée stabilisée par calcification chimique, ce sel aurait tendance à s'infiltrer dans la fondation granulaire pour se mettre en réaction avec la quantité excédentaire de bicarbonate de sodium ou de carbonate de sodium présente. La régénération du processus de précipitation du CaCO₃ se traduirait à long terme par une ré-augmentation de la rigidité de la chaussée. L'épandage du CaCl₂ pourrait alors servir au déglaçage aussi qu'au renforcement des routes. Par ailleurs, il serait possible d'augmenter l'efficacité des travaux d'épandage en substituant le CaCl₂ par l'acétate de calcium. Le déversement de ce dernier provoque des effets similaires sur l'état des infrastructures routières en offrant des bénéfices économiques et environnementaux.

CHAPITRE 6 CONCLUSION ET RECOMMANDATIONS

L'objectif de ce mémoire était de caractériser le comportement mécanique du matériau granulaire traité par calcification chimique, dans une perspective d'application de la nouvelle technique de stabilisation à des couches de fondations routières. Un procédé de traitement fiable et reproductible a été développé permettant ainsi la réalisation d'une série d'essais de compression simple et de cisaillement direct. Dans ce cadre, plusieurs conclusions ont été tirées :

- (1) Le protocole de traitement établi consiste à pré-malaxer la poussière de roche avec le (bi)carbonate de sodium puis le compacter en l'humidifiant par la solution de sel de calcium à la teneur Proctor optimale. Ce protocole efficace a permis d'obtenir des échantillons homogènes et suffisamment résistants pour être soumis aux essais mécaniques.
- (2) La calcification de la poussière de roche par l'une des 4 réactions chimiques élaborées a contribué à l'augmentation de sa résistance à la compression simple. Or, la différence considérable de performance observée entre les traitements via le bicarbonate de sodium et ceux via le carbonate de sodium ont montré que ce dernier est la source de carbonate la plus efficiente. Les échantillons de sol traités par réaction entre le carbonate de sodium et l'acétate de calcium ont développé une résistance mécanique maximale, voire 11 fois plus élevée que celles des échantillons non traités.
- (3) La diminution graduelle de la concentration du sel de calcium dissous appliquée au sol (CaCl_2 ou $\text{Ca}(\text{CH}_3\text{COO})_2$) a contribué à une augmentation de sa résistance à la compression simple. Des valeurs largement supérieures à celles mesurées initialement sont obtenues pour des concentrations nulles, notamment pour les échantillons traités via le carbonate de sodium. La résistance moyenne de ces derniers a augmenté de 8,76 MPa à 14,78 MPa par l'application du vinaigre et de 2,27 MPa à 33 MPa par l'application de l'eau.
- (4) Les essais de compression simple réalisés suite à un processus hydratation-séchage des échantillons de sol calcifiés ont montré une légère augmentation de leur rigidité. Cette augmentation de résistance sous l'action de l'eau a été validée pour les 4 modes de traitements testés.
- (5) Les essais de cisaillement direct effectués pour des échantillons de sol traités via le bicarbonate de sodium ont marqué l'amélioration de leur résistance au cisaillement en termes de cohésion. Le développement de cette cohésion par effet de cimentation est

accéléré par le séchage au four. Quant aux échantillons traités par le carbonate de sodium et l'acétate de calcium, ils ont montré au cours du cisaillement des résistances très élevées dépassant la capacité de mesure de l'appareillage.

Ces essais préliminaires prometteurs mettent en évidence le fort potentiel de la calcification chimique à améliorer la performance mécanique des matériaux granulaires. Il serait dès lors judicieux de mener des recherches plus approfondies en vue d'optimiser le rendement du nouveau procédé selon les recommandations suivantes :

- (1) En vue d'optimiser le protocole de traitement, il serait important d'étudier cette fois-ci l'évolution de la résistance mécanique des échantillons de sol pré-mélangés avec différents taux de (bi)carbonate de sodium. En fait, le contrôle de la concentration de chacun des deux réactifs mis en jeu permettrait d'augmenter l'efficacité des précipitations pour atteindre alors des meilleures résistances.
- (2) Les travaux de cette recherche ont été menés sur un matériau granulaire caractérisé par un pourcentage élevé de fines aussi que par une nature minéralogique calcaire. Ces deux propriétés contribuent d'une manière significative à la réussite du phénomène de précipitation. Dès lors, il serait judicieux de tester un nouveau matériau de nature et de granulométrie différentes afin d'examiner sa réponse mécanique vis à vis des précipitations induites exclusivement par une source de calcium externe. Cette étape serait primordiale pour mieux comprendre le mode fonctionnement de la technique élaborée aussi que pour vérifier son applicabilité pour des matériaux non calcaires.
- (3) La température a un impact majeur sur la performance du traitement vu son rôle d'accélérateur de la réaction de précipitation induite dans le sol. Ainsi, il serait essentiel de mener des essais de compression simple à long terme (après 1 mois ou plus) sur des échantillons de sol traités à température ambiante. Cette étape aura pour objectif de vérifier la possibilité d'obtenir des résultats mécaniques prometteurs sans l'exigence d'une température de cure élevée, ce qui facilite la mise en place de la technique dans les conditions *in situ*.
- (4) Pour les traitements via le bicarbonate de sodium, des essais de compression simple pourraient être réalisés après une durée d'attente de 1 à 2 mois dans le but de vérifier la ré-augmentation prévue de la résistance du sol suite à la formation finale du CaCO_3 . Cette vérification paraît intéressante puisque l'objectif attendu de la méthode de stabilisation mise en place est de renforcer la fondation de la chaussée routière à plus long terme.

(5) Afin d'affiner la compréhension de l'effet de l'eau sur le comportement du sol calcifié, il serait judicieux d'examiner la résistance à la compression simple des échantillons de sol soumis à une série de cycles hydratation-séchage. Incorporant des sollicitations plus représentatives des conditions d'exploitation, ces cycles permettraient de vérifier si la régénération du processus de précipitation est possible à plusieurs reprises ou au contraire, une dégradation graduelle de la rigidité du sol sera observée.

(6) L'interprétation des résultats du programme expérimental élaboré est basée en grande partie sur l'évolution du mécanisme de précipitation à l'échelle microscopique (type de produits synthétisés, cinétique de cristallisation...), ainsi que sur la nature des liaisons de CaCO_3 développées entre les particules du sol. De ce fait, il serait important de réaliser des analyses par Microscope Électronique à Balayage (MEB) et par diffraction de Rayons X (DRX) afin de vérifier les différentes hypothèses émises tout en identifiant le type de polymorphe mis en jeu. L'analyse de la performance des précipitations par le calcul du taux de CaCO_3 produit à travers l'échantillon de sol serait également nécessaire pour une meilleure évaluation de l'efficacité de la technique développée.

(7) En raison du contexte climatique très sévère au Québec, une étude de l'influence des cycles gel-dégel sur les caractéristiques mécaniques des échantillons de sol traités devrait être réalisée.

(8) Afin de mieux évaluer le pH dans le milieu réactionnel et d'analyser son effet sur la précipitation du carbonate de calcium, il serait important de lancer une simulation du problème sur le logiciel PHREEQC. Cette simulation permettra de définir le pH obtenu à l'équilibre chimique aussi que les éléments précipités dans le sol.

BIBLIOGRAPHIE

AASHTO. (1993). *Guide for Design of Pavement Structures*. American Association of State Highway and Transportation Officials.

Abreu, D., Jefferson, I., Braithwaite, P., & Chapman, D. (2008). Why is sustainability important in geotechnical engineering? Dans *GeoCongress 2008: Geosustainability and Geohazard Mitigation* (p. 821-828).

Agal, T. (2005). *Développement d'un catalogue de dimensionnement structural des chaussées pour la Ville de Montréal*, École de technologie supérieure].

Alliance, R. S., & Fund, S. L. D. (2006). *Low-Salt Diet for Ontario's Roads and Rivers*.
<https://www.prweb.com/prfiles/2008/02/07/370423/riversidesroadsaltreportsfinal.pdf>

Autret, P. (1997). Étude des routes non revêtues VIZIRET. *Bulletin des laboratoires des Ponts et Chaussées*.

Babasaki, R. (1997). *Japanese Geotechnical Society technical committee report-Factors influencing the strength of improved soil*. Proc. 2nd Int. Conf. Ground Improvement Geosystems-Grouting and Deep Mixing-, 1997.

Bang, S. S., Galinat, J. K., & Ramakrishnan, V. (2001). Calcite precipitation induced by polyurethane-immobilized *Bacillus pasteurii*. *Enzyme and microbial technology*, 28(4-5), 404-409.

Bell, F. (1996). Lime stabilization of clay minerals and soils. *Engineering geology*, 42(4), 223-237.

Bilodeau, J.-P., Dore, G., & Pierre, P. (2010). Optimisation de la granulométrie des matériaux granulaires de fondation des chaussées. *Canadian Journal of Civil Engineering*, 37(10), 1350-1362.

Birchal, V., Rocha, S., & Ciminelli, V. (2000). The effect of magnesite calcination conditions on magnesia hydration. *Minerals engineering*, 13(14-15), 1629-1633.

Boishardy, V. (2020). *Utilisation de revêtements économiques pour les routes locales et les routes d'accès aux ressources*, Université Laval].

Breton, C. (2002). Carbonate de sodium–Procédé Solvay à l'ammoniac. *Techniques de l'ingénieur*.

- Cain, N. P. (2004). Analyse d'un programme hybride de déglaçage - Alternative pratique au déglaçage utilisant le chlorure de sodium. *Ontario, Végétation Cain inc.*, 23 p.
- Cammisano, D. (2007). *Développement d'un outil de diagnostic et de confirmation des causes de détérioration des chaussées flexibles*, École de technologie supérieure].
- Carter, A. (2018). Reconnaître les types de dégradation des chaussées municipales. *Via Bitume*.
- Chang, K., McGinn, J., Weinhert Jr, E., Miller, S., Ikeda, D., & DuPonte, M. (2013). Natural farming: Water-soluble calcium. *Sustainable agriculture*, 1-3.
- Chang, R., Kim, S., Lee, S., Choi, S., Kim, M., & Park, Y. (2017). Calcium Carbonate Precipitation for CO₂ Storage and Utilization: A Review of the Carbonate Crystallization and Polymorphism. *Frontiers in Energy Research*, 5(17). Review. <https://doi.org/10.3389/fenrg.2017.00017>
- Cheng, L., & Cord-Ruwisch, R. (2012). In situ soil cementation with ureolytic bacteria by surface percolation. *Ecological Engineering*, 42, 64-72.
- Cheng, L., & Cord-Ruwisch, R. (2013). Selective enrichment and production of highly urease active bacteria by non-sterile (open) chemostat culture. *Journal of Industrial Microbiology and Biotechnology*, 40(10), 1095-1104.
- Cheng, L., & Cord-Ruwisch, R. (2014). Upscaling effects of soil improvement by microbially induced calcite precipitation by surface percolation. *Geomicrobiology Journal*, 31(5), 396-406.
- Cheng, L., Cord-Ruwisch, R., & Shahin, M. A. (2013). Cementation of sand soil by microbially induced calcite precipitation at various degrees of saturation. *Canadian Geotechnical Journal*, 50(1), 81-90.
- Chu, D. H., Vinoba, M., Bhagiyalakshmi, M., Baek, I. H., Nam, S. C., Yoon, Y., . . . Jeong, S. K. (2013). CO₂ mineralization into different polymorphs of CaCO₃ using an aqueous-CO₂ system. *Rsc Advances*, 3(44), 21722-21729.
- Combe, M. (2017). La coquille d'oeuf, symbole de l'économie circulaire ! *Techniques de l'ingénieur*.
- Consoli, N. C., Caicedo, A. M. L., Beck Saldanha, R., Filho, H. C. S., & Acosta, C. J. M. (2020). Eggshell Produced Limes: Innovative Materials for Soil Stabilization. *Journal of Materials in Civil Engineering*, 32(11), 06020018.

Cuisson, D., & Qian, S. (2020). *Inhibition de la corrosion causée par les chlorures dans les ponts en béton armé*. Conseil national de recherche du Canada (CNRS).

Darriet, C. (2020). *Comment le vinaigre blanc est-il fabriqué?* Mesure. <https://mesure.cc/comment-est-fabrique-le-vinaigre-blanc/>

DeJong, J., Martinez, B., Ginn, T., Hunt, C., Major, D., & Tanyu, B. (2014). Development of a scaled repeated five-spot treatment model for examining microbial induced calcite precipitation feasibility in field applications. *Geotechnical Testing Journal*, 37(3), 424-435.

DeJong, J., Soga, K., Kavazanjian, E., Burns, S., Van Paassen, L., Al Qabany, A., . . . Caslake, L. F. (2014). *Biogeochemical processes and geotechnical applications: progress, opportunities and challenges*. Bio-and Chemo-Mechanical Processes in Geotechnical Engineering: Géotechnique Symposium in Print 2013 (p. 143-157).

DeJong, J. T., Mortensen, B. M., Martinez, B. C., & Nelson, D. C. (2010). Bio-mediated soil improvement. *Ecological Engineering*, 36(2), 197-210.

Dhami, N. K., Reddy, M. S., & Mukherjee, A. (2013). Biominerization of calcium carbonate polymorphs by the bacterial strains isolated from calcareous sites. *Journal of microbiology and biotechnology*, 23(5), 707-714.

Dionysiou, D., Tsianou, M., & Botsaris, G. (2000). Investigation of the conditions for the production of calcium magnesium acetate (CMA) road deicer in an extractive crystallization process. *Crystal Research and Technology: Journal of Experimental and Industrial Crystallography*, 35(9), 1035-1049.

Doré, G. (1997). *Détérioration des chaussées en conditions de gel: Une nouvelle approche prévisionnelle*, Université Laval].

Doré, G. (2004). *Conception et réhabilitation des chaussées*, Université Laval, Québec].

Doré, G., Drouin, P., Pierre, P., & Desrochers, P. (2005). Estimation of the Relationships of Road Deterioration to Traffic and Weather in Canada. *Québec : Transport Canada*.

Doré, G., & Zubeck, H. K. (2009). *Cold regions pavement engineering*. McGraw-Hill, New York.

Dysli, M. (1991). Le gel et son action sur les sols et les fondations. *PPUR Presses polytechniques et Universitaires Romandes*.

Eppner, F. (2016). *Évolution thermo-hydro-géochimique d'un puits à colonne permanente conduisant à la précipitation et à la dissolution de la calcite*, École Polytechnique de Montréal].

Feng, B., Yong, A. K., & An, H. (2007). Effect of various factors on the particle size of calcium carbonate formed in a precipitation process. *Materials Science and Engineering: A*, 445, 170-179.

Forget, N. (2005). *Distribution et rétention des sels de déglaçage dans des sols en bordure d'une autoroute*, Université de Montréal].

France, S. c. d. (2021). Carbonate de sodium.

<https://new.societechimiquedefrance.fr/produits/carbonate-de-sodium/>

Fu, W., & Mathews, A. P. (2005). Two-stage fermentation process for the production of calcium magnesium acetate and propionate road deicers. *Enzyme and microbial technology*, 36(7), 953-959.

Gawande, P., LoVetri, K., Yakandawala, N., Romeo, T., Zhanell, G., Cvitkovitch, D., & Madhyastha, S. (2008). Antibiofilm activity of sodium bicarbonate, sodium metaperiodate and SDS combination against dental unit waterline-associated bacteria and yeast. *Journal of applied microbiology*, 105(4), 986-992.

Gebauer, D., Völkel, A., & Cölfen, H. (2008). Stable prenucleation calcium carbonate clusters. *Science*, 322(5909), 1819-1822.

Giguère, S.-A. (2016). Alternatives aux méthodes de déglaçage utilisées au Québec et au Canada.

Girinsky, O. (2009). *Pré-industrialisation d'un procédé de consolidation de sol par biocalcification in situ*, Université d'Angers UFR Sciences].

Gouvernement du Québec. (2020). *Budget 2020-2021 – Plan budgétaire*.

http://www.budget.finances.gouv.qc.ca/budget/2020-2021/fr/documents/PlanBudgetaire_2021.pdf

Grady, C., & Filipe, C. (2000). Ecological engineering of bioreactors for wastewater treatment. *Environmental challenges*, 117-132.

Han, Y. S., Hadiko, G., Fuji, M., & Takahashi, M. (2005). Effect of flow rate and CO₂ content on the phase and morphology of CaCO₃ prepared by bubbling method. *Journal of Crystal Growth*, 276(3-4), 541-548.

- Han, Y. S., Hadiko, G., Fuji, M., & Takahashi, M. (2006). Factors affecting the phase and morphology of CaCO₃ prepared by a bubbling method. *Journal of the European Ceramic Society*, 26(4-5), 843-847.
- Harkes, M. P., Van Paassen, L. A., Booster, J. L., Whiffin, V. S., & van Loosdrecht, M. C. (2010). Fixation and distribution of bacterial activity in sand to induce carbonate precipitation for ground reinforcement. *Ecological Engineering*, 36(2), 112-117.
- Haruta, S., Hanafusa, T., Fukase, H., Miyajima, H., & Oki, T. (2003). An effective absorption behavior of insulin for diabetic treatment following intranasal delivery using porous spherical calcium carbonate in monkeys and healthy human volunteers. *Diabetes technology & therapeutics*, 5(1), 1-9.
- Herrero, M., & Stuckey, D. (2015). Bioaugmentation and its application in wastewater treatment: a review. *Chemosphere*, 140, 119-128.
- Hilf, J. W. (1991). Compacted fill. Dans *Foundation engineering handbook* (p. 249-316). Springer, Boston, MA.
- Holtz, R. D., Kovacs, W. D., & Sheahan, T. C. (1981). *An introduction to geotechnical engineering* (vol. 733). Prentice-Hall Englewood Cliffs.
- Holtz, R. D., Kovacs, W. D., & Sheahan, T. C. (2011). *An Introduction to Geotechnical Engineering*. Pearson.
- Hu, Z., & Deng, Y. (2004). Synthesis of needle-like aragonite from calcium chloride and sparingly soluble magnesium carbonate. *Powder technology*, 140(1-2), 10-16.
- Infraguide. (2005). *Dépoussiérage des routes non revêtues*.
- INSPQ. (2009). Mesures de lutte aux îlots de chaleur urbains.
<https://collections.banq.qc.ca/ark:/52327/ba1943633>
- Kammoe, B., & Brice, R. (2010). *Synthèse de nanoparticules de carbonate de calcium*].
- Lacasse-Cordonnatrice, C., Chaussadent, A., Tarte, F.-A. D., & Leroy, V. (2014). ÉTUDE D'IMPACT DES ÉPANDAGES DE PRODUITS DE VOIRIE SUR LES MILIEUX NATURELS ET STRATÉGIE D'INTERVENTION DURABLE POUR LA MUNICIPALITÉ DE SAINTE-ANNE-DES-LACS.

Lade, P., & Lee, K. (1976). *Engineering properties of soils. Engineering Report.* UCLA-ENG-7652, Los Angeles, Calif., 145.

Le Borgne, T. (2010). *Caractérisation et quantification des éléments perturbateurs de prise lors du traitement des sols*, Institut National Polytechnique de Lorraine].

Le Vern, M. (2016). *Conception mécaniste-empirique des chaussées non revêtues*, Université Laval].

Louadj, A., Naceur, M., & Elfil, H. (2018). Pollution par précipitation des carbonates de calcium des eaux saumâtres selon les zones de métastabilité. *Academic Journal of Civil Engineering*, 36(1), 615-619.

Malik, Y. S., & Goyal, S. M. (2006). Virucidal efficacy of sodium bicarbonate on a food contact surface against feline calicivirus, a norovirus surrogate. *International journal of food microbiology*, 109(1-2), 160-163.

Manzola, A. S., & Ben Amor, M. (2001). Étude des équilibres des phases du carbonate de calcium : influence des compagnons de cristallisation. *Le Journal de Physique IV*, 11(PR10), Pr10-175-Pr110-182. <https://doi.org/10.1051/jp4:20011026>

Martinez, B. C. (2012). *Up-scaling of microbial induced calcite precipitation in sands for geotechnical ground improvement*. University of California, Davis.

Moniz, C. (2012). *Performance mécanique, hydrique et au gel des matériaux granulaires recyclés: évaluation en laboratoire* *Performance mécanique, hydrique et au gel des matériaux granulaires recyclés: évaluation en laboratoire* Université Laval].

Morin, D., & Perchanok, M. (2000). *Road salt loadings in Canada*.

MTQ. (2002). Manuel d'identification des dégradations des chaussées souples. 58 pages.

MTQ. (2019a). Bilan de l'état des chaussées du réseau routier supérieur Québécois. 30 pages.

MTQ. (2019b). Dossier dégel - La protection du réseau routier : Une priorité. 32 pages.
https://www.transports.gouv.qc.ca/fr/entreprises-partenaires/ent-camionnage/degel/Documents/fiches_degel.pdf

MTQ. (2019c). Rapport annuel de gestion 2019-2020. 112 pages.
<https://www.transports.gouv.qc.ca/fr/ministere/organisation/rapport-annuel/Pages/rapport-annuel-gestion.aspx>

MTQ. (2020). *Dimensionnement structural des chaussées souples: Chaussée 2*. Direction générale du laboratoire des chaussées.

Ninane, L., Criado, C., & Feys, F. (1995). *Procédé de coproduction de carbonate de calcium et d'hydroxyde de sodium*. WIPO.

O.Patat. (2016). *Substance de base - Bicarbonate de sodium*. Solvay.
http://itab.asso.fr/downloads/jt-intrants-2016/11_patat-bicarbonate.pdf

Palangié, N. (2014). *Bicarbonate: un concentré d'astuces pour votre maison, votre santé, votre beauté*. Editions Eyrolles.

Poulin, P. (2010). Étude de la performance de chaussées non revêtues traitées par abat-poussière en contexte nordique canadien.

Poupart, J. (2013). *Étude du comportement en déformation permanente des matériaux granulaires non liés de fondation de chaussées en condition de gel saisonnier*, Université Laval].

PubChem. (2021). *PubChem Compound Summary for CID 6116, Calcium acetate*.
<https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/Calcium-acetate>

Québec, M. d. T. d. (2010). La gestion environnementale des sels de voirie – État de situation partiel. <http://www.bv.transports.gouv.qc.ca/mono/1099788.pdf>

Ramakrishna, C., Thenepalli, T., Huh, J.-H., Ahn, J. W., Ramakrishna, C., Thenepalli, T., . . . Ahn, J. W. (2016). Precipitated calcium carbonate synthesis by simultaneous injection to produce nano whisker aragonite. *Journal of the Korean Ceramic Society*, 53(2), 222-226.

Rebata-Landa, V. (2007). *Microbial activity in sediments: effects on soil behavior*, Georgia Institute of Technology].

Reddy, M. S. (2013). Biominerization of calcium carbonates and their engineered applications: a review. *Frontiers in microbiology*, 4, 314.

Robitaille, J.-P. (2011). *Les sels de voirie au Québec: proposition d'une démarche de gestion environnementale spécifique aux zones vulnérables*, Université de Sherbrooke].

SAAQ. (2018). *Données et statistiques 2018.*

<https://saaq.gouv.qc.ca/fileadmin/documents/publications/donnees-statistiques-2018.pdf>

Saitoh, S., Suzuki, Y., & Shirai, K. (1985). *Hardening of soil improved by deep mixing method.* International conference on soil mechanics and foundation engineering. 11 (p. 1745-1748).

Saussaye, L. (2012). *Traitemet des sols aux liants hydrauliques: aspects géotechniques et physico-chimiques des perturbations de la solidification*, Université de Caen].

Schnebelen, M. (2015). *Étude de l'agglomération lors de la précipitation de carbonate de calcium par un procédé de carbonatation d'une suspension d'hydroxyde de calcium*, Université de Lorraine].

Shambrock, D., & Farrar, J. (2015-2018). *Transformer des coquilles d'œufs en ingrédients alimentaires fonctionnels*. Innovateurs canadiens en alimentaire

https://www.agrireseau.net/documents/Document_90797.pdf

Shand, M. A. (2006). *The chemistry and technology of magnesia* (vol. 210). Wiley Online Library.

Sherwood, P. T. (1993). *Soil stabilization with cement and lime*. London: The Stationery office.

St-Onge, B. (2016). *Validation d'un protocole d'injection pour l'amélioration des sols en place par MICP et analyse de l'état critique d'un sable biocalcifié.*, École Polytechnique de Montréal].

Stocks-Fischer, S., Galinat, J. K., & Bang, S. S. (1999). Microbiological precipitation of CaCO₃. *Soil Biology and Biochemistry*, 31(11), 1563-1571.

Sylvestre, O. (2017). Influence du soulèvement au gel sur la durée de vie utile des chaussées.

Tachon, N. (2008). *Nouveaux types de liants routiers à hautes performances, à teneur en bitume réduite par addition de produits organiques issus des agroressources*, L'institut national polytechnique de Toulouse].

Thiam, P. M. (2014). *Effets des futurs changements climatiques sur la performance à long terme des chaussées souples au Québec*].

Tobler, D. J., Maclachlan, E., & Phoenix, V. R. (2012). Microbially mediated plugging of porous media and the impact of differing injection strategies. *Ecological Engineering*, 42, 270-278.

Tremblay, L. (2020). 13,5 M\$ pour démanteler des routes forestières du Québec. *Le Quotidien*.

- Van Paassen, L. A. (2009). *Biogrout, ground improvement by microbial induced carbonate precipitation*, Delft University of Technology , Delft , Netherlands].
- van Paassen, L. A., Ghose, R., van der Linden, T. J., van der Star, W. R., & van Loosdrecht, M. C. (2010). Quantifying biomediated ground improvement by ureolysis: large-scale biogrout experiment. *Journal of geotechnical and geoenvironmental engineering*, 136(12), 1721-1728.
- Verrecchia, E. P. (2002). Géodynamique du carbonate de calcium à la surface des continents. *Géologie de la Préhistoire: méthodes, techniques, applications*. Editions Géopré, Paris, 233-276.
- Verrecchia, E. P. (2002). *Geodynamique du carbonate de calclium à la surface des continents*. Association pour l'étude de l'environnement géologique de la préhistoire, Paris.
- Waldschmidt, J.-B. (2017). *Étude de l'influence de cycles gel-dégel sur le comportement d'un sable traité par biocalcification*, Ecole Polytechnique, Montreal (Canada)].
- Wang, L., Sondi, I., & Matijević, E. (1999). Preparation of uniform needle-like aragonite particles by homogeneous precipitation. *Journal of colloid and interface science*, 218(2), 545-553.
- Wei, S.-H., Mahuli, S., Agnihotri, R., & Fan, L.-S. (1997). High surface area calcium carbonate: pore structural properties and sulfation characteristics. *Industrial & engineering chemistry research*, 36(6), 2141-2148.
- Wei, S., Cui, H., Jiang, Z., Liu, H., He, H., & Fang, N. (2015). Biomineralization processes of calcite induced by bacteria isolated from marine sediments. *Brazilian Journal of Microbiology*, 46(2), 455-464.
- Whiffin, V. S. (2004). *Microbial CaCO₃ precipitation for the production of biocement*, Murdoch University].
- Whiffin, V. S., Van Paassen, L. A., & Harkes, M. P. (2007). Microbial carbonate precipitation as a soil improvement technique. *Geomicrobiology Journal*, 24(5), 417-423.
- White, D. J., Harrington, D., Ceylan, H., & Rupnow, T. (2005). *Fly ash soil stabilization for non-uniform subgrade soils, Volume I: Engineering properties and construction guidelines*. Iowa. Dept. of Transportation. Highway Division.
- Wiley, W., & Stokes, J. (1962). Requirement of an alkaline pH and ammonia for substrate oxidation by *Bacillus pasteurii*. *Journal of bacteriology*, 84(4), 730-734.

Willert, M., Rothe, R., Landfester, K., & Antonietti, M. (2001). Synthesis of inorganic and metallic nanoparticles by miniemulsification of molten salts and metals. *Chemistry of materials*, 13(12), 4681-4685.

Winterkorn, H. F., & Pamukcu, S. (1991). Soil stabilization and grouting. Dans *Foundation engineering handbook* (p. 317-378). Springer.

Winterkorn, H. F., & Pamukcu, S. (1991). *Stabilisation des sols et jointoientement*. Manuel d'ingénierie des fondations.

Wu, H. D. (2012). Study on the processing of calcium acetate from eggshell. *Food Ind*, 12, 37-39.

Zhang, H., Zhang, Z., Zhao, Y., & Liu, Y. (2019). Preparation of Calcium Magnesium Acetate Snow Melting Agent Using Raw Calcium Acetate-Rich Made from Eggshells. *Waste and Biomass Valorization*, 11(12), 6757-6767. <https://doi.org/10.1007/s12649-019-00920-6>