POLYPUBLIE

Développement d'une méthode d'amélioration des propriétés géotechniques des chaussées par calcification chimique

Jean-Louis Zeidan

Document en libre accès dans PolyPublie
Open Access document in PolyPublie

Date	2021
Type	Mémoire ou thèse / Dissertation or Thesis Mémoire de maîtrise/Master's thesis
URL de PolyPublie PolyPublie URL	https://publications.polymtl.ca/9194/
Conditions d'utilisation Terms of use	© Tous droits réservés / All rights reserved
Référence Citation	Zeidan, J.-L. (2021). Développement d'une méthode d'amélioration des propriétés géotechniques des chaussées par calcification chimique [Mémoire de maîtrise, Polytechnique Montréal]. PolyPublie. https://publications.polymtl.ca/9194/

Détails de la thèse
Thesis details

Directeurs de recherche Advisors	Benoit Courcelles
Programme Program	Génie civil

Ce fichier a été téléchargé à partir de PolyPublie, le dépôt institutionnel de Polytechnique Montréal
This file has been downloaded from PolyPublie, the institutional repository of Polytechnique Montréal
https://publications.polymtl.ca

POLYTECHNIQUE MONTRÉAL

affiliée à l'Université de Montréal

Développement d'une méthode d'amélioration des propriétés géotechniques des chaussées par calcification chimique

ZEIDAN JEAN-LOUIS

Département de génies civil, géologique et des mines

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

Génie Civil

Aout 2021

© Jean-Louis Zeidan, 2021.

POLYTECHNIQUE MONTRÉAL

affiliée à l'Université de Montréal

Ce mémoire intitulé :

Développement d'une méthode d'amélioration des propriétés géotechniques des chaussées par calcification chimique

Présenté par **Jean-Louis ZEIDAN**

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

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

Paul BAUDRON, président

Benoît **COURCELLES**, membre et directeur de recherche

Li LI, membre

DÉDICACE

Je dédie ce mémoire à mon père,

À ma mère, mon frère et mes deux sœurs,

C'est grâce à vous que je suis là aujourd'hui.

REMERCIEMENTS

Je tiens à exprimer de ma gratitude et ma reconnaissance envers mon directeur de recherche, le professeur Benoît Courcelles, avec qui j'ai beaucoup appris à travers ses précieux conseils qui ont mené à la réussite de ce travail de recherche.

Je tiens à remercier les meilleurs techniciens du laboratoire de géotechnique, Éric et Samuel, qui nous ont soutenu durant cette période de pandémie difficile. Leurs conseils ont été d'une aide immense pour l'avancement des essais de laboratoire.

Je compte remercier également le corps enseignant du département GCM, pour leur encadrement durant mon parcours de maitrise à Polytechnique Montréal.

Je remercie énormément mes collègues de l'équipe de calcification, Joanderson Morais et Elissar Ozeir, qui ont énormément contribué à la réussite du projet de recherche. Ça a été un grand plaisir et un honneur pour moi de travailler avec eux.

RÉSUMÉ

De nos jours, plusieurs méthodes de réhabilitation des chaussées sont mises en œuvre pour l'entretien du réseau routier qui joue un rôle important, tant sur le plan social que sur le plan économique. Les principales sont les méthodes mécaniques (mélange de différents sols et compactage) ou chimiques (liants hydrauliques, épandages de produits chimiques). S'il est vrai que ces méthodes procurent une amélioration des conditions des chaussées, elles présentent cependant des limitations, notamment en termes de coûts ou d'impact sur l'environnement. Afin de s'affranchir de ces limitations et en maintenant pour objectif la bonne condition des chaussées, de nouvelles études doivent se diriger vers des méthodes à la fois efficaces et respectueuses de l'environnement. Ainsi, l'amélioration des sols par biocalcification a émergé ces dernières années dans le but de fournir une alternative aux méthodes conventionnelles. Si cette nouvelle approche permet d'améliorer le comportement mécanique des sols grâce à la formation de précipités de calcite, elle possède toutefois des limitations puisqu'elle nécessite la manipulation de bactéries, peu commune sur les chantiers routiers, ainsi que l'extraction d'un coproduit, à savoir l'ammoniac. Face à ces limitations, un nouveau procédé de calcification chimique est donc proposé dans la présente étude. La calcification chimique repose sur la précipitation de carbonate de calcium à la suite de la réaction entre deux solutions : une première contenant les ions calcium Ca^{2+} et la deuxième les ions carbonate $C0_3^{2-}$. Tout comme la biocalcification, le procédé proposé vise à la création de liens entre les particules d'un sol dans le but d'amélioration ses propriétés géotechniques (mécanique, résistance à l'érosion, etc.).

Dans un premier temps, ce travail de recherche présente des essais de faisabilité du traitement par calcification chimique d'un matériau granulaire, représenté par un mélange de sols conforme aux limites du matériau de fondation des chaussées classées MG-20 par le Ministère des Transports du Québec. La source de calcium utilisée dans le cadre de ce projet de recherche provient de sels de voiries, à savoir l'acétate de calcium ou le chlorure de calcium. Le bicarbonate de sodium ($NaHCO_3$) est, quant à lui, utilisé en tant que source de carbonates. Dans le but de mieux contextualiser le traitement, différents facteurs ont été étudiés, dont la température de cure, la concentration et l'état (solide ou soluble) des réactifs, ainsi que la nature et la granulométrie des sols traités. Les résultats de cette étude confirment la faisabilité du traitement par calcification

chimique, avec toutefois quelques discontinuités et de faibles profondeurs de pénétration dans certains cas d'application. Enfin, en prenant en considération les limitations des différentes méthodes d'application, à savoir le malaxage ou la pulvérisation des réactifs, des protocoles ont été proposés pour le traitement des chaussées à grande échelle.

ABSTRACT

Nowadays, several road rehabilitation methods are implemented to maintain the road network which plays important roles, both socially and economically. The main methods are mechanical (mix of different soils and compaction) or chemical (hydraulic binders, spreading of chemicals). While it is true that these methods improve the pavement conditions, they do have limitations in terms of cost and impact on the environment. To avoid these limitations and to maintain good condition of pavements as an objective, new studies must focus on methods that are both effective and respectful of the environment. To this end, soil improvement by biocalcification has recently emerged to offer an alternative to conventional methods. If this method improves the mechanical behavior of soils, it also has some limitations as it implies the manipulation of bacteria, which is not usual on construction sites, and the extraction of ammonia as a byproduct. To face these limitations, a new process of calcification is proposed in this study. This process relies on the precipitation of calcium carbonate as a result of the reaction between two solutions: a first one with calcium ions Ca^{2+} and a second one with carbonate ions $C0_3^{2-}$. As for biocalcification, this chemical process aims to create bonds between the particles of a soil in order to improve its geotechnical properties (mechanical, resistance to erosion, etc.).

Firstly, this research work presents feasibility tests for the treatment by chemical calcification of a granular material, represented by a mixture of soils complying with the limits of the pavement foundation material classified MG-20 by the Ministry of Transport of Quebec. The source of calcium used in this research project is provided by road salts and sodium bicarbonate ($NaHCO_3$) is used as a source of carbonates. To better contextualize the treatment, various factors have been studied, including the curing temperature, the concentration and state (solid or soluble) of the reagents, as well as the nature and particle size of the treated soils. The results of this study confirm the feasibility of treatment by chemical calcification, with however some discontinuities and low penetration depths in certain conditions.

Finally, taking into consideration the limitations related to the application methods (i.e. mixing or spreading of reagents), protocols have been elaborated for large-scale treatments.

TABLE DES MATIÈRES

DÉDICACE III

REMERCIEMENTS IV

RÉSUMÉ V

ABSTRACT VII

TABLE DES MATIÈRES VIII

LISTE DES TABLEAUX XII

LISTE DES FIGURES XIV

LISTE DES SIGLES ET ABRÉVIATIONS XVI

CHAPITRE 1 INTRODUCTION 1

1.1 Mise en contexte 1

1.2 Objectifs 3

1.3 Méthodologie 4

1.4 Contribution des travaux 5

1.5 Structure du document 6

CHAPITRE 2 REVUE DE LITTÉRATURE 8

2.1 Présentation de la situation des chaussées au Québec 8

2.1.1 Répartition des routes selon les responsabilités 8

2.1.2 Conditions des chaussées revêtues et non revêtues 9

2.1.3 Coupe type des chaussées revêtues 11

2.1.4 Problématique des chaussées 12

2.2 Méthodes conventionnelles de stabilisation des chaussées 15

2.2.1 Stabilisation mécanique 15

2.2.2 Stabilisation chimique par liant hydraulique 16

2.3 Stabilisation par l'utilisation d'abat-poussières et sels de voiries 19

2.3.1 Présentation des abat-poussières 20

2.3.2 Présentation et comparaison du Chlorure de calcium ($\boldsymbol{CaCl2}$) et du Chlorure de magnésium ($\boldsymbol{MgCl2}$) 20

2.3.3 Impact environnemental des sels de voiries et abat-poussières 25

2.3.4 Aspect socio-économique 27

2.4 Méthode alternative de stabilisation des chaussées : le traitement par biocalcification 28

2.4.1 Avantage du traitement par biocalcification 29

2.4.2 Limitation de la méthode de traitement par biocalcification 31

2.5 Méthode proposée pour la stabilisation des chaussées routières : le traitement par calcification chimique 33

2.5.1 L'acétate de calcium : une source de calcium alternative aux sels de voiries à base de chlorure 34

2.5.2 La valorisation d'un résidu industriel : les coquilles d'œufs 37

2.5.3 Précipitation de carbonate de calcium ($\boldsymbol{CaCO3}$) 40

2.5.4 Facteurs affectant la précipitation de carbonate de calcium 41

2.6 Synthèse de la revue de littérature 44

CHAPITRE 3 MATÉRIEL ET RÉACTION DE CALCIFICATION 46

3.1 Matériaux utilisés pour les essais 46

3.1.1 Sols à traiter 46

3.1.2 Moules utilisés 50

3.2 Réactifs et réactions de calcification chimique 52

3.2.1 Réactifs 52

3.2.2 Calcification chimique à partir d'acétate de calcium 53

3.2.3 Calcification chimique à partir de chlorure de calcium 58

CHAPITRE 4 ARTICLE 1: ESSAI DE FAISABILITÉ D'UN TRAITEMENT DE CALCIFICATION CHIMIQUE DE CHAUSSÉES ROUTIÈRES 61

4.1 Résumé 61

4.2 Abstract 62

4.3 Introduction 63

4.4 Matériel 64

4.4.1 Sol utilisé pour les essais 64

4.4.2 Moules utilisés 65

4.5 Méthode 67

4.5.1 Réaction de calcification 67

4.5.2 Essais de base guidant aux variations 68

4.5.3 Séries de traitement et variations 71

4.6 Observation et résultats 75

4.6.1 Observation lors de la préparation des échantillons 75

4.6.2 Résultats 76

4.7 Conclusions et recommandations 86

4.7.1 Conclusion 86

4.7.2 Recommandations 87

CHAPITRE 5 RÉSULTATS COMPLÉMENTAIRES 88

5.1 Traitement de calcification chimique en utilisant le chlorure de calcium ($\boldsymbol{CaCl2}$) (source de calcium) et le bicarbonate de sodium ($\boldsymbol{NaHCO3}$)(source de carbonate) 88

5.1.1 Échantillon 1 : Mélange de sol + Chlorure de calcium ($\boldsymbol{CaCl2}$) + Bicarbonate de sodium ($\boldsymbol{NaHCO3}$) à l'état solide ($\boldsymbol{T = 50°C}$) 89

5.1.2 Échantillon 2 : Mélange de sols +Chlorure de calcium ($\boldsymbol{CaCl2}$) + Bicarbonate de sodium ($\boldsymbol{NaHCO3}$) à l'état soluble ($\boldsymbol{T = 50°C}$) 91

5.1.3 Échantillon 3 : Sol de poussière de pierre + Chlorure de calcium ($\boldsymbol{CaCl2}$) + Bicarbonate de sodium ($\boldsymbol{NaHCO3}$) à l'état soluble ($\boldsymbol{T = 50°C}$).....92

5.2 Traitement de calcification chimique en utilisant le chlorure de calcium ($\boldsymbol{CaCl2}$) (source de calcium) et le carbonate de sodium $\boldsymbol{Na2CO3}$ (source de carbonate) 93

CHAPITRE 6 DISCUSSION GÉNÉRALE 96

6.1 Problèmes rencontrés lors des essais.....96

6.2 Méthode préconisée pour une mise en œuvre sur le terrain.....98

CHAPITRE 7 CONCLUSION ET RECOMMANDATIONS 100

7.1 Éléments de synthèse 100

7.2 Recommandations pour des recherches futures 101

BIBLIOGRAPHIE 102

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 2-1-Évolution du nombre de véhicules de promenade, de camions lourds et total du parc automobile entre 2000 et 2014 13

Tableau 2-2-Quantité estimative annuelle de chlorure de calcium épandue sur les routes par provinces 21

Tableau 2-3-Charges totales de chlorures 22

Tableau 2-4-Comparaison entre le chlorure de calcium et le chlorure de magnésium 23

Tableau 2-5-Concentration de chlorure obtenue pour différentes sources d'eau 26

Tableau 2-6-Comparaison des coûts directs des sels de voiries 28

Tableau 2-7- Présentation des deux séries d'échantillons traités par MICP 36

Tableau 2-8-Tableau récapitulatif de différents essais réalisés sur des échantillons traités par MICP 36

Tableau 2-9- Composantes et domaines d'applications des rejets de coquilles d'œufs 38

Tableau 2-10-Résultats d'essais sur des échantillons traités par MICP à l'aide de différentes sources de calcium 40

Tableau 2-11-Propriétés des formes cristallines anhydres de carbonate de calcium la calcite, l'aragonite et la vatérite 41

Tableau 3-1-Exigences granulométriques du MTQ pour les matériaux de fondation MG-20 48

Tableau 3-2- Résultats de la quantité d'eau absorbée par le sol mélange 50

Tableau 3-3- Volume d'acétate de calcium à récupérer selon l'application numérique 55

Tableau 3-4-Quantités des réactifs à utiliser pour les échantillons 1 et 2 en utilisant le bicarbonate de sodium et l'acétate de calcium en tant que réactifs 57

Tableau 3-5-Quantités des réactifs à utiliser pour les échantillons 1 et 2 en utilisant le carbonate de sodium et l'acétate de calcium en tant que réactifs 58

Tableau 3-6-Quantités des réactifs à utiliser pour les échantillons 1 et 2 en utilisant le bicarbonate de sodium et le chlorure de calcium en tant que réactifs 59

Tableau 3-7-Quantités des réactifs a utiliser pour les échantillons 1 et 2 en utilisant le carbonate de sodium et le chlorure de calcium en tant que réactifs 60

Tableau 5-1- Tableau récapitulatif des trois échantillons 89

LISTE DES FIGURES

Figure 1-1-Schéma récapitulatif de la situation actuelle dans le traitement des voiries, ainsi que la contribution de la calcification chimique 3

Figure 1-2-Schéma récapitulatif du projet de recherche 5

Figure 2-1-Pourcentage des chaussées en bon état 10

Figure 2-2-Évolution du budget annuel nécessaire à l'entretien des chaussées 10

Figure 2-3-Coupe type transversale des chaussées souples 12

Figure 2-4- Résistance à la compression simple d'échantillons de sable d'Ottawa traités par biocalcification suite à l'application de cycles gel-dégel 30

Figure 2-5-Module d'Young d'échantillons de sables d'Ottawa traités par biocalcification suite à l'application de cycles gel-dégel 31

Figure 3-1-Sols utilisés pour la préparation du sol mélange et des échantillons 46

Figure 3-2-Courbes granulométriques des sols utilisés 48

Figure 3-3-Moule principal utilisé pour les essais 51

Figure 3-4-Moules utilisés pour tester l'effet de l'exposition à l'air ambiant 52

Figure 4-1-Courbes granulométriques des sols utilisés 65

Figure 4-2-Moule principal des essais 66

Figure 4-3-Moules utilisés pour tester l'effet de l'exposition à l'air ambiant 67

Figure 4-4-Résultats des échantillons 1 et 2 70

Figure 4-5- Précipités récupérés sous les échantillons 1 et 2 70

Figure 4-6-Séries principales et variations apportées au traitement 75

Figure 4-7- Formation de mousse instantanée pour les échantillons traités avec l'acétate de calcium et le bicarbonate de sodium 76

Figure 4-8- Échantillons traités par le bicarbonate soluble et comparaison des surfaces 77

Figure 4-9- Cavités entre les grains plus grossiers illustrant la migration des fines particules et l'hétérogénéité des échantillons traités 78

Figure 4-10- Résultats de l'échantillon traité par application de vinaigre sur un échantillon mélangé à des coquilles d'œufs 79

Figure 4-11- Résultats des échantillons de pierre concassée traités..... 80

Figure 4-12- Discontinuité granulométrique de l'échantillon de pierre concassé en utilisant le bicarbonate à l'état soluble 81

Figure 4-13-Formation de précipitation dans la partie inférieure de l'échantillon à cause de la présence de particules fines..... 81

Figure 4-14-Formation d'une couche de précipitation à la surface (1 cm de sol calcifié) 82

Figure 4-15-Résultats des échantillons traités par le vinaigre et le bicarbonate à l'état solide 83

Figure 4-16-Résultats de l'échantillon traité par le vinaigre et le bicarbonate à l'état soluble 84

Figure 4-17-Résultats des échantillons traités par le vinaigre et le bicarbonate à l'état solide en utilisant le sol de pierre concassée 85

Figure 4-18- Résultats des échantillons exposés ou non à l'air ambiant 86

Figure 5-1- Résultats de la calcification chimique à partir de $CaCl_2$ et de bicarbonate de sodium solide: Formation d'une couche de précipitée blanchâtre juste à la surface 90

Figure 5-2- Résultats de la calcification chimique à partir de $CaCl_2$ et de bicarbonate de sodium soluble 92

Figure 5-3- Discontinuités au sein de l'échantillon 3 93

Figure 5-4-Illustration de l'homogénéité de l'échantillon traité par le carbonate de sodium et le chlorure de calcium 95

LISTE DES SIGLES ET ABRÉVIATIONS

AASHTO : American Association of State Highway and Transportation Officials

ASTM : American Society for Testing and Materials

$°C$: Degré Celsius

Ca^{2+} : Ion calcium

$CaCl_2$: Chlorure de calcium

$CaCO_3$: Carbonate de calcium

CaO : Oxyde de calcium ou chaux vive

$Ca(OH)_2$: Hydroxyde de calcium ou chaux éteinte

$(CH_3COO)_2Ca$: Acétate de calcium

CH_3COOH : Acide acétique

Cl^- : Ion chlorure

CMA : Acétate de calcium-magnésium

CO_2 : Dioxyde de carbone

CO_3^{2-} : Ion carbonate

D : Diamètre (cm)

DRX : Diffraction de Rayon X

H : Hauteur (cm)

H_2O : Monoxyde de dihydrogène

KCl : Chlorure de potassium

LCPE : Loi canadienne sur la protection de l'environnement

LSIP : Liste de substances d'intérêt prioritaire

m : Masse (Kg)

M : Masse molaire ($Kg.mol^{-1}$)

MG20 : Matériaux granulaires de taille maximale égale à 20 mm selon la classification du MTQ

$MgCl_2$: Chlorure de magnésium

MICP : Précipitation de calcite induite par microbes, ou Microbially Induced Calcite Precipitation

MTQ : Ministère des Transports du Québec

n : Nombre molaire

Na^+ : Ion sodium

Na_2CO_3 : Carbonate de sodium ou « Washing Soda »

$NaCH_3COO$: Acétate de sodium

$NaCl$: Chlorure de sodium

$NaHCO_3$: Bicarbonate de sodium ou « Baking Soda »

$NaNO_3$: Nitrate de sodium

OH^- : Ion hydroxyde

pH : Potentiel hydrogène

PVC : Poly(Chlorure de Vinyle)

ρ : Masse volumique

SAAQ : Société de l'Assurance Automobile du Québec

SO_4^{2-} : Ion sulfate

T : Température (°C)

UCS_{max} : Résistance maximale à la compression simple

V : Volume

S_i : Séries principale d'ordre « i » apportée au traitement

S_{i-j} : Variation d'ordre « j » apportée à la série principale d'ordre « i »

CHAPITRE 1 INTRODUCTION

1.1 Mise en contexte

Les chaussées jouent un rôle primordial dans l'économie du Québec en assurant la circulation des personnes et des marchandises. Un plan de maintenance continu est nécessaire afin d'assurer la conservation d'un réseau routier en bon état. Cependant, environ 33% des 350 000 km de routes qui composent le réseau routier du Québec sont en mauvais état et cela implique un budget réservé aux investissements routiers croissants, dépassant les 144 millions de dollars pour les années 2019 à 2021 (MTQ, 2020c). Ces coûts importants sont engendrés par les conditions climatiques rudes, qui se traduisent par des phénomènes d'érosion combinés aux cycles de gel-dégel, mais également par l'augmentation continue du nombre de véhicules qui a atteint, en 2014, les 6 millions (34% de plus que l'année 2000) (MTQ, 2020a).

Afin d'entretenir les chaussées, plusieurs méthodes physiques, chimiques, biologiques ou même la combinaison de plusieurs de ses méthodes peuvent être mises en œuvre. Ainsi, on retrouve, d'une part, les méthodes de stabilisation mécanique par compactage ou de stabilisation chimique à travers les liants hydrauliques (ciment, chaux, cendres volantes et bitume) (Winterkorn & Pamukcu, 1991), et, d'autre part, l'épandage de produits à base de chlorure ($NaCl, CaCl_2, MgCl_2$) ou d'autres produits équivalents utilisés en hiver pour la fonte des neiges (sels de voiries) et en été pour la diminution des émissions de poussières (abat-poussières) (Environnement Canada, 2007).

Considérant que l'épandage de sels de voiries ou d'abat-poussières est récurrent et que les chaussées sont, majoritairement, dans un mauvais ou très mauvais état, l'étude vise à déterminer si cet épandage peut également contribuer à l'amélioration des performances mécaniques des chaussées. Ainsi, l'épandage des produits servirait non seulement à rendre les routes praticables, mais également à améliorer leurs fondations. Pour répondre à cette question, nous nous sommes intéressés plus spécifiquement à la calcification chimique des sols, qui consiste en la création de liens entre les particules de sol à la suite d'une réaction entre deux solutions contenant les ions calcium (Ca^{2+}) et carbonates (CO_3^{2-}). Cette réaction résulte en la formation de carbonate de calcium, qui aurait donc pour rôle de créer des « ponts » entre les particules d'un sol granulaire (La fondation d'une route).

Parmi l'ensemble des sels de voiries ou abat-poussières mis en œuvre, on retrouve en grande majorité les produits chlorés (2 950 000 tonnes/ans), dont le chlorure de calcium (108 000 tonnes/ans) (Morin & Perchanok, 2000). Toutefois, compte tenu de l'impact environnemental de ces produits, on retrouve également d'autres alternatives, telles que l'acétate de calcium, qui sont toutefois plus onéreuses. L'étude proposée vise ainsi à trouver une réaction de calcification utilisant le chlorure de calcium ou l'acétate de calcium et permettant de renforcer les fondations routières, voire de les régénérer, à la suite de l'épandage des sels. Compte tenu du coût des acétates de calcium et de leur faible emploi, elle vise également à trouver une alternative de production, notamment à partir de coquilles d'œufs en remplacement des gisements calcaires. Cette approche permettrait de valoriser un résidu industriel tout en diminuant la pression sur la ressource en matières premières. La Figure 1-1 résume la situation actuelle des traitements des chaussées (en bleu), ainsi que la contribution proposée (en vert et en bleu ciel) pour l'entretien des chaussées.

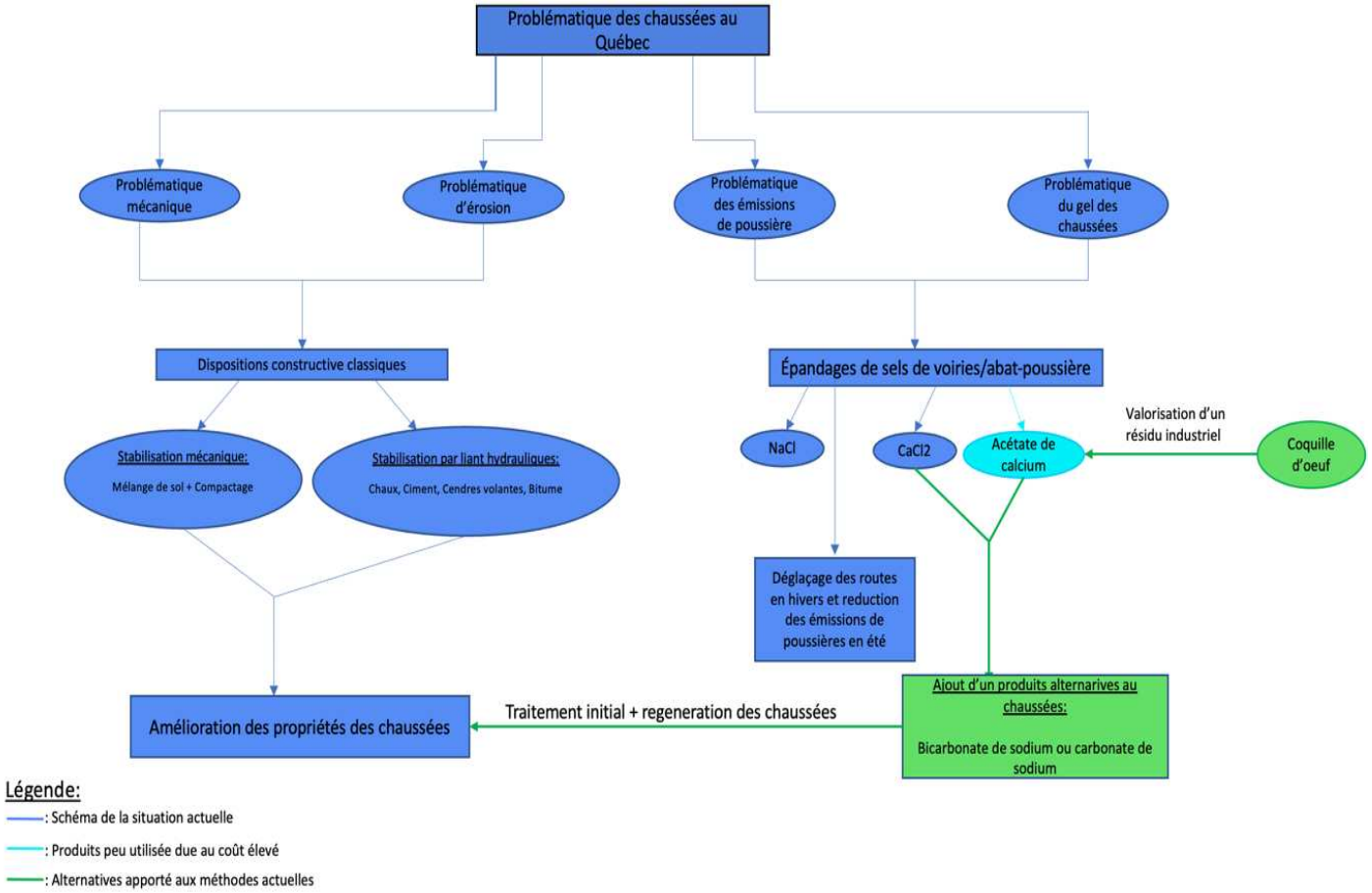


Figure 1-1-Schéma récapitulatif de la situation actuelle dans le traitement des voiries, ainsi que la contribution de la calcification chimique

1.2 Objectifs

L'objectif général de cette étude est l'amélioration des propriétés mécaniques des fondations granulaires de voiries et la réduction des émissions de poussières. Cet objectif général se décompose en objectifs spécifiques (OS) :

OS1 : Établir un protocole de calcification utilisant l'acétate de calcium en tant que source de calcium soluble et déterminer les paramètres d'influence sur la réaction de calcification,

OS2 : Établir un protocole de calcification chimique utilisant le $CaCl_2$ en tant que source de calcium,

OS3 : Déterminer les conditions de mise en œuvre sur site et fournir les recommandations pour l'implémentation de la technique à grande échelle.

1.3 Méthodologie

L'atteinte de l'objectif général des travaux repose essentiellement sur des essais de laboratoire visant à vérifier la faisabilité du traitement. Ceux-ci font partie intégrante d'un programme de recherche complet visant, en plus, à caractériser les performances mécaniques des sols traités et leur résistance à l'érosion.

La Figure 1-2 présente le détail des essais réalisés dans ce travail de recherche (en vert), ainsi que les travaux connexes réalisés par Elissar Ozeir (en orange) et Joanderson Morais (en jaune) dans le cadre du programme de recherche complet.

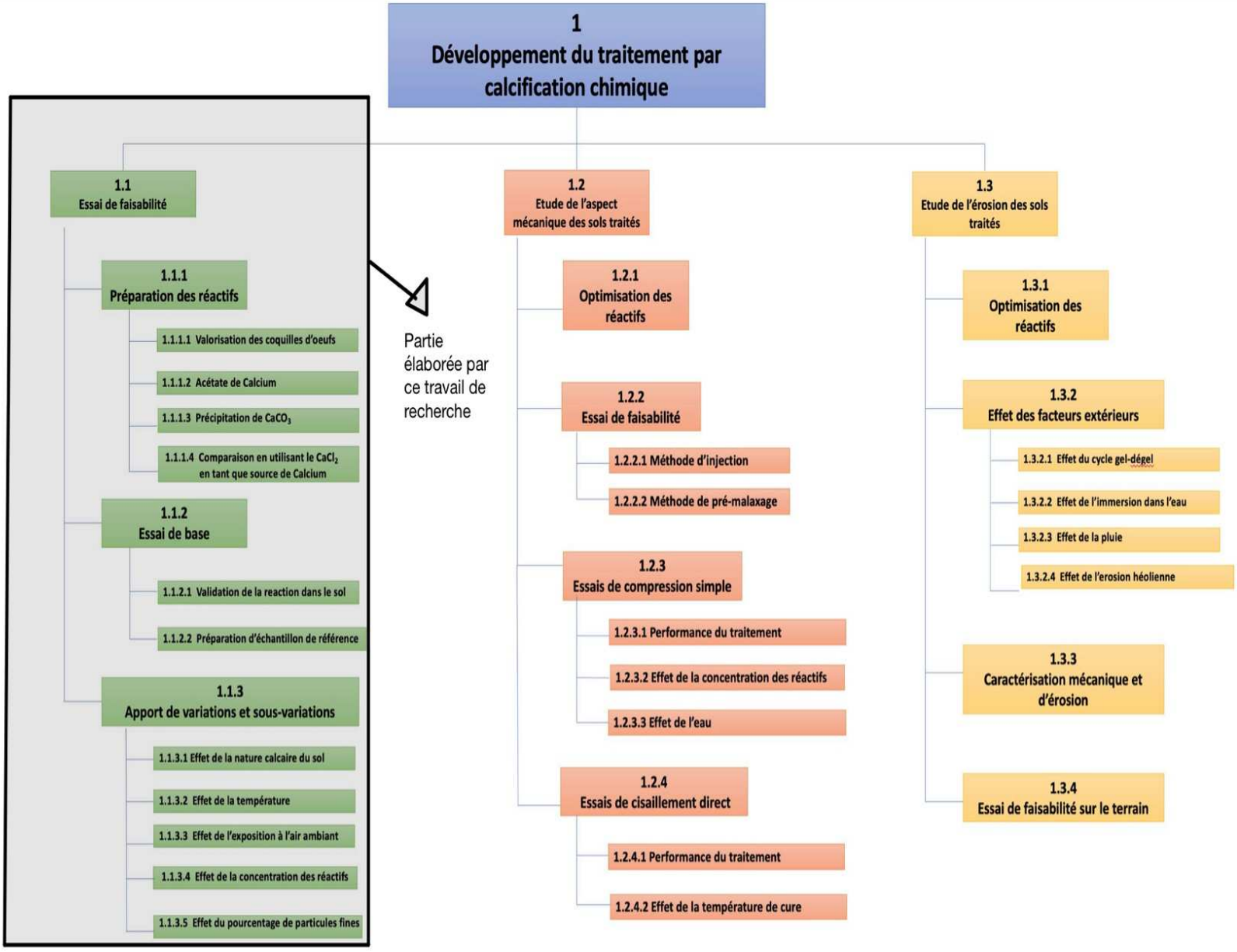


Figure 1-2-Schéma récapitulatif du projet de recherche

1.4 Contribution des travaux

En tirant profit de l'épandage de sels de voiries sur les routes québécoises, cette étude vise l'obtention de chaussées « autocicatrisantes » à travers l'ajout d'un produit réactif à base de carbonates (bicarbonate de sodium ou carbonate de sodium) qui interagit avec les sels de voirie de manière à créer des liens entre les particules de sols. Cette étude propose donc, pour la première fois, d'établir un lien entre l'épandage des sels de voiries et les performances des

chaussées routières, de manière à ce que les opérations courantes d'épandage de sels en hiver ou en été conduisent à l'amélioration de la qualité des chaussées et ce, tout au long de leur vie.

1.5 Structure du document

En plus du présent chapitre, le mémoire est composé des éléments suivants :

Chapitre 2 : Réalisation d'une revue de littérature

La revue de littérature est divisée en trois parties :

- la première partie présentera la contextualisation des caractéristiques des chaussées revêtues et non revêtues (couche de fondation et de sous-fondation), ainsi que les problèmes rencontrés pour leur entretien;
- pour répondre aux problèmes rencontrés sur les chaussées, la deuxième partie sera consacrée à la présentation des différentes méthodes de stabilisation des chaussées. Une attention particulière sera portée au traitement par calcification chimique des sols granulaires dans la littérature;
- dans la troisième partie, une présentation des réactifs et produits de la réaction de calcification chimique sera développée, ainsi que les facteurs pouvant affecter le traitement.

Chapitre 3 : Mise en place du protocole expérimental

Le chapitre 3 présentera la mise en place du protocole expérimental qui nécessite, en premier lieu, la caractérisation des matériaux granulaires selon les normes du Ministère des Transports du Québec, ainsi que la présentation des matériaux qui seront nécessaires à sa mise en place.

Chapitre 4 : Essai de faisabilité du traitement par calcification chimique

Le chapitre 4, composé d'un article scientifique, aura pour but la présentation des essais de faisabilité à partir d'acétate de calcium. Il abordera en particulier les différents facteurs affectant le traitement (température, granulométrie, concentration des réactifs, etc) dans un souci d'optimisation du protocole.

Chapitre 5 : Résultats complémentaires

Comme le $CaCl_2$ est le deuxième sel de voiries le plus utilisé au Canada et que l'acétate de calcium est dispendieux comparativement aux autres sels de voiries, le traitement de calcification chimique

à partir de chlorure de calcium sera présenté dans cette section. De plus, des essais de traitement à l'aide de carbonate de sodium et de chlorure de calcium y seront également présentés.

Chapitre 6 : Discussion générale

Le chapitre 6 présentera une discussion sur les résultats obtenus et les problèmes rencontrés lors des essais de laboratoire, ainsi que des recommandations relatives à l'application de la technique.

CHAPITRE 2 REVUE DE LITTÉRATURE

La qualité de la construction et l'entretien sont deux facteurs importants de la durée de vie d'un réseau routier. Ainsi, nous présenterons dans un premier temps les principales caractéristiques de chaussées routières et les problématiques rencontrées dans le contexte québécois. Dans un deuxième temps, nous présenterons les méthodes d'amélioration couramment mises en place pour limiter l'impact du climat et des charges sur la durée de vie des chaussées, en particulier les méthodes mécaniques (compactage) et chimiques (Liants hydrauliques et sels de voiries). Par la suite, nous présenterons une méthode d'amélioration qui a émergé ces dernières années, la biocalcification, ainsi que ses limitations. Finalement, nous exposerons l'idée d'une nouvelle approche de traitement chimique, née du couplage entre la prémisse de base de la biocalcification, à savoir la précipitation de calcite, et l'épandage des sels de voiries. Cette nouvelle approche sera par la suite utilisée pour les essais des chapitres 3 à 5.

2.1 Présentation de la situation des chaussées au Québec

Le réseau routier forme un élément capital dans l'économie du Québec, puisqu'il assure le déplacement des personnes et des marchandises. D'un point de vue économique, le Ministère des Transports du Québec (MTQ ou Transport Québec) estime la valeur neuve des infrastructures routières sous sa responsabilité à plus de 30 milliards de dollars. Le budget des investissements routiers pour les années 2019 à 2021 est, quant à lui, estimé par Transport Québec à 144 M$ (MTQ, 2020c).

Les investissements des infrastructures de toute la province du Québec pour les années 2020 à 2030 sont estimés à 130,5 milliards de dollars. Ce budget a connu une hausse de 13,1% par rapport au plan précédent (Gouvernement du Québec, 2020). Parmi les dépenses prévues, un montant de l'ordre de 9 milliards de dollars est consacré à l'entretien routier (environ 7% de la somme totale).

2.1.1 Répartition des routes selon les responsabilités

Le réseau routier québécois est composé d'environ 325 000 km de routes dont la responsabilité est répartie selon les paliers gouvernementaux. Le MTQ gère ainsi 9,5% des routes, formées en grande partie de chaussées revêtues (autoroutes, routes nationales, routes régionales et routes collectives).

De leur côté, les municipalités sont responsables de 33% du réseau, regroupant les routes, rues et chemins locaux (en général des chaussées non revêtues). Pour sa part, le ministère des Forêts, et de la Faune et de Parcs (MFFP) est responsable d'environ 58% du réseau. Enfin, de petites portions sont gérées par Hydro-Québec (ouvrages hydroélectriques : barrages +centrales) et d'autres par le gouvernement (MTQ, 2020b).

Le Ministère des Transports a mis en place une division de ce réseau en définissant un réseau stratégique en soutien au commerce extérieur (RSSCE) comprenant 8 046 km d'autoroutes et de routes nationales. Son importance est reflétée par le grand pourcentage de personnes qui l'utilisent (87% de la population du Québec et environ 91% des emplois). Le reste du réseau est défini en tant que réseau hors RSSCE. À titre d'exemple, pour la ville de Montréal, le budget des investissements routiers pour les années 2019 à 2021 est de 955 M$.

2.1.2 Conditions des chaussées revêtues et non revêtues

L'état du réseau routier regroupant les chaussées revêtues et non revêtues est présenté par le MTQ pour la période qui s'étend de 2010 à 2019 (Figure 2-1). On constate que, durant les 5 dernières années, l'état des chaussées s'est légèrement dégradé en passant d'un pourcentage de 80% de chaussée en bon état en 2016, à un pourcentage de 76,7 % en 2019. Cette régression implique une augmentation continue du budget annuel pour la conservation et l'entretien du réseau (Figure 2-2).

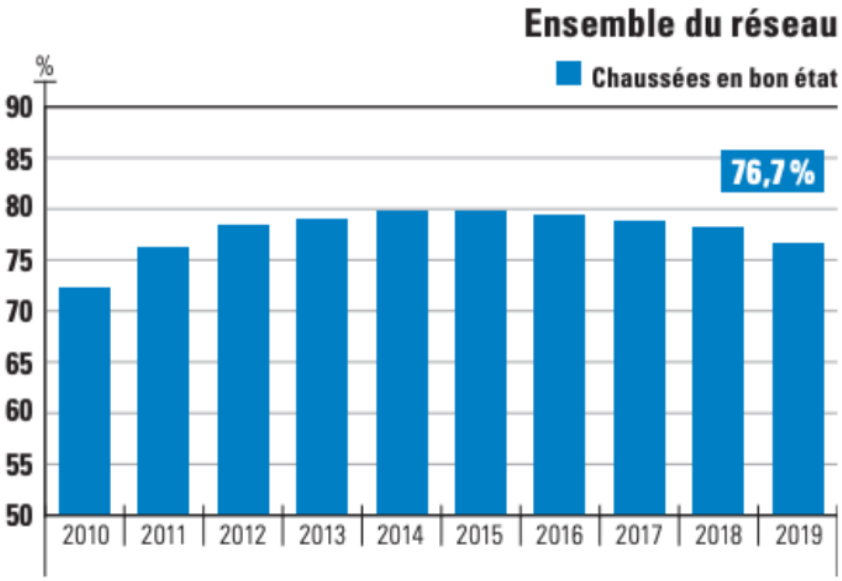


Figure 2-1-Pourcentage des chaussées en bon état

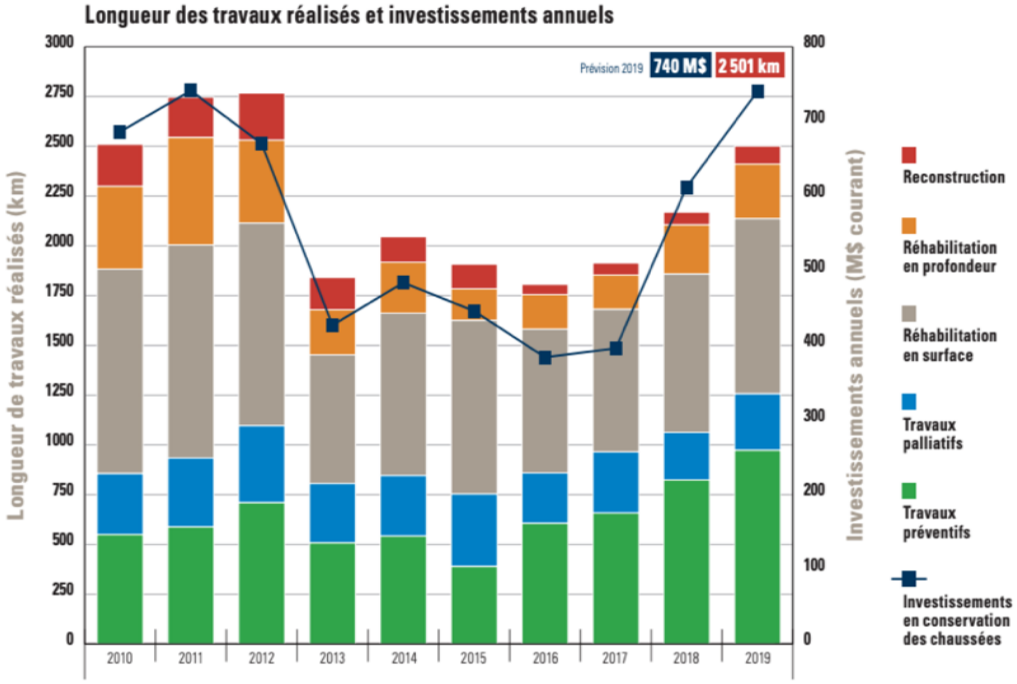


Figure 2-2-Évolution du budget annuel nécessaire à l'entretien des chaussées

2.1.3 Coupe type des chaussées revêtues

En général, les chaussées sont réparties sous deux grandes catégories : les chaussées souples et les chaussées rigides (Huang, 2004). La différence entre les deux reposes sur la composition des couches qui les constituent. Les chaussées souples sont formées de couches de matériaux granulaires recouvertes par une couche de bitume, tandis que les chaussées rigides sont formées en majorité par des dalles de béton, ce qui affecte principalement la répartition des charges sur le sol de support (MTQ, 2012).

Comme la majorité des chaussées au Québec sont des chaussées souples (MTQ, 2013) et qu'il s'agit des chaussées visées par le projet de recherche, nous nous intéresserons plus particulièrement à ce type de chaussées dans la suite de la revue de littérature.

Les chaussées souples sont formées de trois couches principales : une couche de revêtement à la surface, habituellement formée de bitume, ainsi qu'une couche de fondation et une couche de sous-fondation, composées de matériaux granulaires. La Figure 2-3 présente une coupe transversale des différentes couches citées ci-dessus. À noter qu'il est possible d'inclure une couche de drainage entre les couches de sous-fondation et du sol support (Holtz, 1981).

Les couches formant la chaussée souple contribuent différemment à la distribution des charges induites par le trafic. Leurs rôles sont répartis de la manière suivante (AASHTO, 1993) :

- la couche de revêtement a pour rôle d'empêcher l'introduction de l'eau dans la chaussée. Elle forme donc une couche imperméable à la surface. De plus, elle contribue à la distribution de la charge de trafic, à l'imposition d'une surface adéquate pour les véhicules, ainsi qu'à la réduction des émissions de poussières et la perte de granulats en empêchant le phénomène d'érosion;
- la couche de fondation forme un élément essentiel de la chaussée en constituant un support additionnel pour la répartition des charges, ainsi que la protection du sol support contre le gel;
- enfin, la couche de sous-fondation, comme pour la couche de fondation, contribue aussi à la répartition des charges et la protection du sol support contre le gel. En plus, cette couche facilite le drainage de la couche de fondation et assure une protection contre les

contaminations possibles provenant du sol support sur la structure de la chaussée puisqu'elle forme une isolation entre le sol support et la structure de la chaussée.

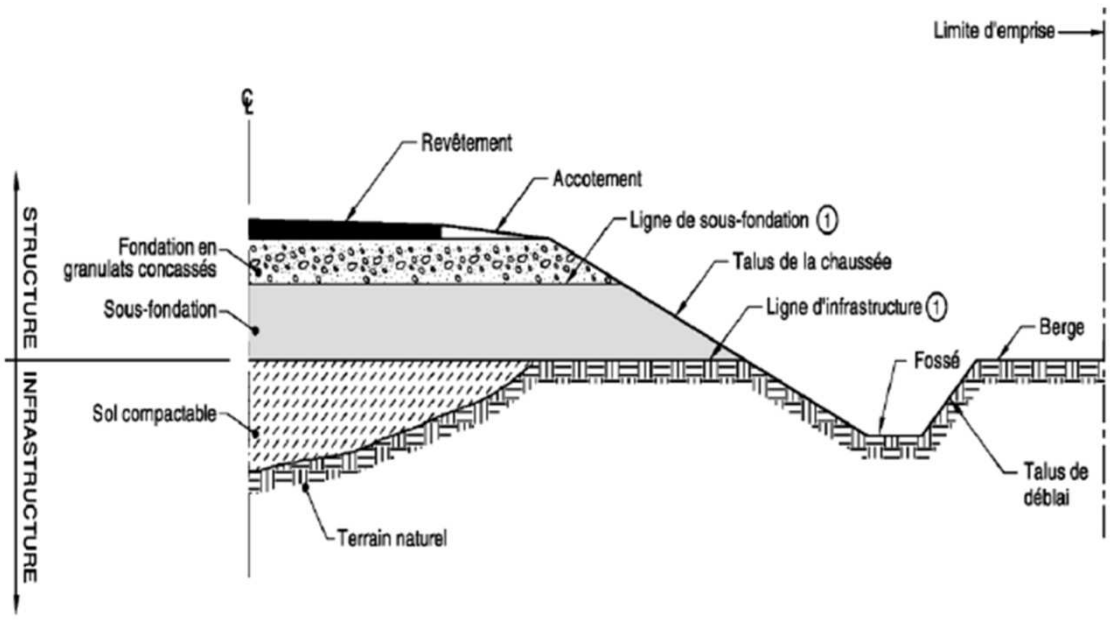


Figure 2-3-Coupe type transversale des chaussées souples

2.1.4 Problématique des chaussées

La dégradation de l'état de la chaussée est due à deux facteurs principaux : le climat et le parc automobile qui l'utilise quotidiennement. Les données les plus récentes annoncées par la Société d'Assurance Automobile du Québec (SAAQ) démontrent que le parc automobile a connu une augmentation remarquable, en dépassant les 6 millions de véhicules en 2014 (34% de plus que l'année 2000). Cette augmentation a aussi touché le nombre de camions et de véhicules de promenades qui ont aussi augmenté de 25% entre 2000 et 2014 (Tableau 2-1). Cela induit une augmentation de la fréquentation du réseau et implique une détérioration plus rapide de ce dernier.

Tableau 2-1-Évolution du nombre de véhicules de promenade, de camions lourds et total du parc automobile entre 2000 et 2014

Type de véhicule	**Année 2000 (Véhicules)**	**Année 2009 (Véhicules)**	**Année 2014 (Véhicules)**	**Augmentation de l'année 2000 à l'année 2014 (%)**
Véhicules de promenade	3 843 685	4 377 955	4 742 210	23,4
Camions lourds	107 678	118 890	135 392	25.7
Total de tous les véhicules	4 660 987	5 778 947	6 240 266	33.9

Le climat Canadien, et plus spécifiquement Québécois, joue aussi un rôle important dans le processus de détérioration des chaussées à cause des écarts importants de température (atteignant 30 degrés Celsius en été et -30 en hiver). De plus, une étude menée par l'institut national de santé publique du Québec démontre que la surface des pavés atteint les 80 $°C$ durant les jours les plus chauds (INSPQ, 2009), ce qui cause une augmentation des déformations de la couche de roulement. Cette température sera utilisée ultérieurement dans le cadre des essais de laboratoire mené lors de ce projet de recherche.

Ces différences de température causent aussi des cycles de gel-dégel qui, comme leur nom l'indique, forment un cycle de deux étapes : (1) une première durant laquelle une couche non négligeable de sol gèle, engendrant une augmentation de la capacité portante du sol, et (2) une seconde durant laquelle la glace dégèle au niveau des couches supérieures et l'eau s'accumule sur les couches inférieures encore gelées. Cette accumulation d'eau cause une augmentation accrue de la teneur en eau et des pressions interstitielles, ce qui conduit à une diminution de la contrainte effective et à une réduction de la capacité portante des chaussées.

La dégradation des chaussées non revêtues est, quant à elle, beaucoup plus affectée par le phénomène d'érosion. Ce sont encore une fois les conditions climatiques, à travers les précipitations et le vent, et le parc automobile qui causent ce phénomène (Epps & Ehsan, 2002). L'amplitude de l'impact des conditions climatiques sur l'érosion s'accentue durant les périodes

sèches (durant la saison d'été au Québec) à cause de l'évaporation de l'eau dans le sol qui réduit les interactions entre les particules et facilite leur déplacement au passage des véhicules (Addo, 1995). Cette perte de particules fines implique l'augmentation de la taille des interstices entre les grains de sols, induisant une plus grande mobilité des particules grossières exposées à l'action abrasive du trafic. L'évaporation de l'eau est donc initiatrice d'un phénomène de détérioration de plus grande ampleur.

L'érosion par le vent constitue, quant à elle, l'un des facteurs principaux liés aux émissions de poussières sur les routes non revêtues. Elle est générée par le contact entre les particules de sols en surface des chaussées non revêtues et le vent qui crée des forces de cisaillement excédant la résistance de cohésion du sol lui-même (Valenzuela, Palma, & Vega, 2014). Cette érosion intègre 3 phénomènes selon la taille des particules de sol en place. Les particules ayant un diamètre plus petit que 0,05 mm, c'est-à-dire celles classées comme particules fines, subissent un mouvement de suspension. Ces particules sont transportées en suspension sous l'action du vent (le long d'une trajectoire plus ou moins parallèle à la direction du vent). Les particules ayant un diamètre variant entre 0,1 et 1 mm subissent, quant à elles, un mouvement par saltation (avancement par bonds ou mouvement discontinu) causé par la pression imposée par le vent sur les particules du sol qui induit la collision entre les différentes particules de sol. Ce mouvement des particules déclenche le troisième mouvement caractérisé par le fluage de la surface de la chaussée dû à la collision entre les particules de petit diamètre et les grosses particules. Les poussières provenant des routes non revêtues sont les principales sources des émissions de particules au Canada (Environnement Canada, 2007). Ces émissions sont le résultat de deux causes principales citées ci-dessus : l'érosion par le vent et l'érosion due au passage de véhicules. Elles compromettent la santé humaine, ainsi que l'environnement (Environnement Canada, 1999; Thompson & Visser, 2003).

Pour faire face à ces éléments qui causent la détérioration de la condition des chaussées, plusieurs méthodes de stabilisation sont appliquées de nos jours, dont la stabilisation mécanique, la stabilisation chimique par liants hydrauliques, ainsi que l'épandage des sels de voirie. Ces méthodes sont présentées par la suite.

2.2 Méthodes conventionnelles de stabilisation des chaussées

La stabilisation des sols regroupe toutes les méthodes physiques ou mécaniques, chimiques, biologiques ou même la combinaison de plusieurs d'entre elles. Elles visent l'amélioration des propriétés du sol naturel en place, dont la capacité portante et la stabilité, et cherchent à le rendre adéquat aux applications d'ingénierie envisagées (stabilisation d'un remblai contre l'érosion, stabilisation des sols formant les couches des chaussées, amélioration des sols de fondations profondes, etc.) (Winterkorn & Pamukcu, 1991).

Les méthodes de stabilisation des sols couvrent, comme présentées ci-dessus, une vaste gamme d'applications et cela impose l'élaboration d'un plan de traitement sur différents aspects (Winterkorn & Pamukcu, 1991). Les trois aspects principaux qui couvrent le plan de traitement sont (1) l'évaluation des propriétés mécaniques du sol à traiter (2) la comparaison du rapport efficacité/aspect économique de la méthode à utiliser, et (3) la prise en considération des conditions environnementales (amplitude et variation avec le temps). Les raisons qui poussent à la stabilisation des sols naturels sont ainsi (Winterkorn & Pamukcu, 1991): l'augmentation de la capacité portante, l'amélioration de la stabilité, la réduction de la perméabilité et du changement de volume (due aux cycles gel-dégel et la variation du niveau de la nappe phréatique), la réduction des tassements engendrés par les charges appliquées et l'augmentation de la résistance au cisaillement.

2.2.1 Stabilisation mécanique

La stabilisation mécanique est un processus qui consiste à mélanger deux ou plusieurs sols de gradations différentes et à appliquer une énergie mécanique à l'aide de divers types de rouleaux, de pilons et de vibrations dans le but d'améliorer les propriétés du sol (Afrin, 2017).

La première étape consiste donc à mélanger un sol naturel ayant une faible capacité portante (comme l'argile et le limon dans certaines régions) à un sol granulaire importé (Hilf, 1991). Cette étape permet l'obtention d'un matériau répondant aux spécifications requises selon le cas d'application (chaussée, barrage, sol de fondation, etc.).

À la suite de l'obtention du mélange de sols, un compactage est réalisé en appliquant une énergie mécanique. Ce compactage a pour rôle la densification du sol à travers l'expulsion de l'air sans modification de la quantité d'eau présente dans le sol, ce qui entraîne l'augmentation du degré de saturation du mélange de sols (Hilf, 1991). Il procure en général une augmentation de la résistance

au cisaillement du sol traité, une diminution de sa compressibilité et de sa perméabilité, ainsi qu'une limitation de la variation de volume indésirable par exemple due aux cycles gel-dégel, au gonflement et au retrait du mélange (Holtz, 1981).

Malgré le fait que la stabilisation mécanique des sols soit l'une des méthodes les plus économiques et pratiques de nos jours (Afrin, 2017), l'éloignement des bancs d'emprunt de matériaux peut constituer un surcoût. Dans ce cas, il est parfois préférable de substituer cette technique par une stabilisation chimique permettant d'obtenir les performances attendues à partir du sol naturel en place (Hilf, 1991). Ce type de stabilisation est présenté dans les prochaines sections.

2.2.2 Stabilisation chimique par liant hydraulique

L'une des méthodes de traitement des sols les plus anciennes est la stabilisation par liants chimiques, qui consiste à mélanger le sol à un ou plusieurs liants sous différentes formes de bouillie, de poudre ou même à l'état liquide (Winterkorn & Pamukcu, 1991). Cette stabilisation repose sur les réactions de cimentation ou d'échange d'ions et vise à diminuer l'altération de la surface de sol, colmater les vides ou enrober les particules dans le but d'améliorer et de contrôler la stabilité, la résistance ainsi que la perméabilité des sols traités (Sherwood, 1993).

Plusieurs agents (liants) de stabilisation dont le ciment, la chaux, l'asphalte, les résines, les silicates, les acides, les lignines ou les résidus siliceux de charbons peuvent être utilisés. Cependant, les agents les plus utilisés sont le ciment, la chaux, les cendres volantes et le bitume (Sherwood, 1993).

2.2.2.1 Stabilisation par le ciment

La stabilisation des sols par le ciment consiste en la création de liaisons entre les particules de sols à travers l'hydratation des particules de ciment. Cette hydratation conduit à la formation de cristaux qui relient les particules les unes aux autres, induisant une augmentation de la résistance des sols à la compression ainsi que l'amélioration de la résistance au cisaillement et de la capacité portante des sols (Broms, 1990; Winterkorn & Pamukcu, 1991).

Le ciment joue aussi un rôle important dans la diminution de la limite de liquidité, l'augmentation de l'indice de plasticité, ainsi que dans la maniabilité des sols argileux (Sherwood, 1993). Le plus couramment utilisé en stabilisation est le ciment Portland, qui est un ciment hydraulique en poudre

fine, essentiellement constitué de silicates de calcium hydrauliques (Winterkorn & Pamukcu, 1991).

Cette méthode de stabilisation est limitée par plusieurs facteurs, dont la création de fissures qui peut être due à la présence de matières étrangères et d'impuretés, au ratio eau-ciment, à la température ambiante (dépendamment de la région d'application), à la présence d'additifs ainsi qu'à la surface spécifique du sol traité (Sherwood, 1993). De plus, la taille des particules de sol ne doit pas être plus petite que celles des particules de ciment (d_{min}=2 μm), car cela affecte la préservation d'une bonne surface de contact entre elles et l'efficacité du traitement (Winterkorn & Pamukcu, 1991). Cette méthode est donc en général utilisée pour le traitement des sols granulaires.

2.2.2.2 Stabilisation à la chaux

La chaux est un autre additif couramment utilisé pour la stabilisation et l'amélioration des propriétés des sols. Il s'agit de la plus ancienne méthode connue de stabilisation chimique, utilisée notamment par les Romains pour construire la voie Appienne (Winterkorn & Pamukcu, 1991). On distingue deux types de chaux, qui sont la chaux vive (CaO) et la chaux hydratée ($Ca(OH)_2$). Cependant, la chaux vive est la plus utilisée à cause de sa teneur en chaux supérieure en comparaison à la chaux hydratée, de sa densité plus élevée, qui permet la réduction de l'espace de stockage, et de la génération de chaleur, qui réduit la durée nécessaire à l'augmentation de la résistance des sols (White, 2005).

À la suite de l'ajout de chaux vive au sol humidifié, une chaux hydratée se forme par absorption de l'eau du sol. Cette absorption peut atteindre 32 % du poids propre de la chaux vive. Comme cette réaction entre l'eau et la chaux vive génère de la chaleur, elle provoque l'évaporation de l'eau, induisant par le fait même l'augmentation de la limite de plasticité et de la résistance des sols traités (Sherwood, 1993). Il est à mentionner que cette méthode est généralement utilisée pour le traitement des argiles, car elle se base sur la réaction entre la chaux et les silicates ou aluminosilicates, qui ne se retrouvent généralement pas dans les sols granulaires inertes (Winterkorn & Pamukcu, 1991).

Les avantages apportés par cette méthode de traitement sont toutefois compromis par l'impact sur l'environnement de la production de chaux, qui nécessite la calcination du carbonate de calcium à des températures élevées (aux alentours de 900 °C), induisant alors l'émission d'une quantité élevée

de dioxyde de carbone et une consommation d'énergie importante (Chen, Chen, Wang, Huang, & Song, 2021).

2.2.2.3 Stabilisation aux cendres volantes

L'utilisation de la méthode de stabilisation aux cendres volantes a connu une grande évolution depuis le début des années 90 et cela à cause de sa large disponibilité, son coût acceptable, ainsi que le temps minime nécessaire au traitement en comparaison aux autres méthodes de stabilisation par liants chimiques (Ciment et chaux) (White, 2005).

Les cendres volantes sont notamment des sous-produits des centrales électriques au charbon. Elles possèdent de faibles propriétés de cimentation par rapport à la chaux ou aux ciments. Elles appartiennent ainsi à la famille de liants secondaires et ne peuvent pas apporter seules une amélioration au sol (Winterkorn & Pamukcu, 1991). Cependant, en présence d'un activateur en petite quantité avec lesquelles elles réagissent chimiquement, la production d'un composé de cimentation devient possible, et cela permet d'améliorer la résistance des sols traités (White, 2005).

Comme pour le traitement par la chaux ou le ciment, la stabilisation par les cendres volantes présente des limitations dépendantes des facteurs extérieurs et des propriétés du sol traité : la teneur en eau du sol doit être inférieure à sa teneur en eau optimale, la température doit être supérieure à 0°C lors du mélange des cendres volantes avec sol et le contact avec l'eau doit être limité pendant le mélange dans le but d'éviter la perte de résistance (MacLaren & White, 2003).

2.2.2.4 Stabilisation par le bitume

La stabilisation bitumineuse repose sur l'incorporation de matériaux bitumineux dans un sol, un agrégat ou un mélange sol-agrégats (Winterkorn & Pamukcu, 1991). Le mécanisme de stabilisation diffère selon la nature des sols traités. Pour les sols cohésifs, la stabilisation repose sur un phénomène d'imperméabilisation, qui est induit par l'enrobage des particules de sols par le matériau bitumineux, ralentissant l'infiltration de l'eau dans le sol traité. Pour les sols non cohésifs (sable et gravier, gravier concassé), l'imperméabilisation et l'adhérence sont les deux mécanismes qui se produisent. Comme pour les sols cohésifs, l'imperméabilisation permet la création d'une membrane qui réduit l'infiltration de l'eau et limite la tendance du matériau granulaire à perdre de la résistance (Winterkorn & Pamukcu, 1991). L'adhérence est, quant à elle, le résultat de l'effet du

bitume sur les particules du matériau granulaire, c'est-à-dire la création d'une cohésion et l'augmentation de la résistance au cisaillement.

Malgré le fait que cette méthode représente une bonne alternative pour la stabilisation des sols, plusieurs points faibles doivent être pris en compte (Winterkorn & Pamukcu, 1991) :

- la résistance au cisaillement initial des sols saturés est réduite à cause de l'état initial liquide du bitume qui nécessite un temps de séchage avant d'observer une augmentation de cette résistance;
- avec le temps, le bitume devient fragile, ce qui peut affecter les sols traités. Cependant, la combinaison du bitume à d'autres additifs permet la réduction de cet effet;
- les coûts assimilés au traitement par le bitume sont élevés en comparaison au traitement par ciment et par la chaux, d'où la nécessité de le combiner à d'autres additifs plus abordables.

Par ailleurs, le bitume ne fait pas partie des additifs considérés comme option écologique comme les enzymes, les biopolymères ou la résine des arbres (Winterkorn & Pamukcu, 1991).

2.3 Stabilisation par l'utilisation d'abat-poussières et sels de voiries

Les conditions climatiques du Québec imposent des conditions difficiles sur le réseau routier (Gouvernement du Québec, 2010), notamment des précipitations importantes de neige durant l'hiver et des températures élevées durant l'été. Dans le but d'atténuer les effets néfastes causés par ces conditions, et en visant l'entretien du réseau routier québécois, des produits, le plus souvent à base de chlorures, sont utilisés en tant que sels de voiries en hiver (déglaçage des routes) et abat-poussières en été (Environnement Canada, 1999). Les trois principaux produits à base de chlorure utilisés au Canada sont le chlorure de sodium ($NaCl$), le chlorure de calcium ($CaCl_2$) et le chlorure de magnésium ($MgCl_2$) (Environnement Canada, 2007). Parmi ces produits, le chlorure de sodium ($NaCl$) est celui qui est le plus utilisé pour le déglaçage des routes, tandis que le chlorure de calcium est le sel le plus épandu en été pour le traitement des émissions de poussières (Environnement Canada, 1999, 2007). Les propriétés de ces sels ainsi que leurs impacts sur l'environnement sont présentés dans les prochaines sections.

2.3.1 Présentation des abat-poussières

Les abat-poussières sont des produits chimiques (à l'état hydraté ou anhydre) ayant pour but la rétention des particules fines à travers l'absorption de l'humidité de l'air, impliquant ainsi leur emprisonnement (Saha & Ksaibati, 2020).

Epps et Ehsan,2002 définissent un abat-poussière idéal comme étant un produit qui pénètre le sol facilement, augmente la pression de surface de l'eau entourant les particules de sol, présente une faible pression de vapeur, préserve son efficacité dans une grande plage de conditions climatiques et est efficace à long terme (ce qui implique une utilisation moins fréquente) (Epps & Ehsan, 2002).

Le traitement par additifs chimiques permet la modification des caractéristiques physico-chimiques du sol de sorte à augmenter sa cohésion et à créer des « ponts » entre ses particules. Selon Valenzuela et al. (2014), les abat-poussières peuvent être divisés en deux catégories : (1) les produits hygroscopiques (chlorure de calcium, sodium et magnésium), connus pour leur aptitude à absorber et emprisonner l'humidité de l'air dans le sol, et (2) les agents liants comme le chlorure d'ammonium et le silicate de sodium qui ont aussi pour rôle la création de liens entre les particules de sols.

2.3.2 Présentation et comparaison du Chlorure de calcium ($CaCl_2$) et du Chlorure de magnésium ($MgCl_2$)

On s'intéresse à ces deux produits en particulier puisqu'ils peuvent être utilisés en tant que source de calcium pour le traitement de calcification chimique.

Le chlorure de calcium est impliqué dans plusieurs applications de traitement des chaussées, dont la consolidation des agrégats sur les routes en gravier, la réduction des poussières en tant qu'agent de prémouillage du sel et du sable, et la stabilisation des mélanges de bases (mélanges de produits stabilisant) avant leur épandage sur la chaussée (Environnement Canada, 2007). Il s'agit du deuxième sel de voiries le plus utilisé en Amérique du Nord (Environnement Canada, 2007). Cela se traduit par une utilisation annuelle de 110 000 tonnes de chlorure de calcium sur les routes canadiennes. Le Tableau 2-2 présente les quantités estimatives annuelles de chlorure de calcium épandues sur les routes dans les provinces canadiennes (Morin & Perchanok, 2000). On remarque que la province de l'Ontario est celle qui possède la plus grande consommation de chlorure de calcium avec une quantité annuelle de 45 405 tonnes. Le Québec se place en deuxième position

avec une quantité annuelle de 20 956 tonnes. Il en est de même pour le Tableau 2-3, qui présente la charge totale de chlorures utilisés annuellement (Environnement Canada, 1999).

Tableau 2-2-Quantité estimative annuelle de chlorure de calcium épandue sur les routes par provinces

Province	**Quantité de chlorure de calcium (tonnes)**
Colombie-Britannique	12 573
Alberta	6 985
Saskatchewan	2 794
Manitoba	6 985
Ontario	45 405
Québec	20 956
Nouveau-Brunswick	1 746
Île-du-Prince-Édouard	349
Nouvelle-Écosse	5 169
Terre-Neuve	839
Yukon	1 397
Territoire du Nord-Ouest	2 794
Total	**107 992**

Tableau 2-3-Charges totales de chlorures

Province	Quantité de chlorure de calcium (tonnes)
Colombie-Britannique	93 900
Alberta	114 641
Saskatchewan	33 642
Manitoba	46 880
Ontario	1 148 570
Québec	950 444
Nouveau-Brunswick	173 896
Île-du-Prince-Édouard	18 061
Nouvelle-Écosse	230 182
Terre-Neuve	135 384
Yukon	2 139
Territoire du Nord-Ouest	2 989
Total	**2 950 728**

L'épandage de chlorures de calcium et de magnésium est le plus souvent lié aux traitements des émissions de poussières, et cela à cause de leurs propriétés hygroscopiques. Ces dernières engendrent le retardement de l'évaporation à la surface des chaussées et causent l'emprisonnement de l'humidité nécessaire pour éviter la perte de particules fines (Addo, 1995; Sanders, Addo, Ariniello, & Heiden, 1997). Leurs propriétés sont synthétisées dans le Tableau 2-4.

Tableau 2-4-Comparaison entre le chlorure de calcium et le chlorure de magnésium

Source	Application	Mécanisme fonctionnel	Avantages	Restrictions
Chlorure de calcium				
- <u>Trois formes :</u> -Flocons type I, à 77% - 80% de pureté -Flocons type II, à 94% - 97% de pureté - Liquide en concentration de 35% à 38%	- Normalement un ou deux traitements par année. <u>Flocons :</u> -Application initiale entre 0,5 et 1,1 kg/m^2. -Application ordinaire : 0,9 kg/m^2. <u>Liquide :</u> -Application initiale solution de 35% à 38% entre 0,9 à 1,6 l/m^2. -Application subséquente : ½ à 1/3 de l'application initiale.	-Capte l'humidité lorsque l'humidité relative est de 29% à 25^{o}C ou de 20% à 38^{o}C. -Favorise un compactage. -Une chaussée traitée au chlorure de calcium présente moins de risques de perte d'humidité et de densité lors des travaux de nivelage et de compactage.	-Capte l'humidité de l'air. -Abaisse le point de congélation et réduit ainsi le soulèvement par le gel et les effets des cycles gel/dégel. -Augmente la densité du compactage des matériaux routiers. -Efficacité continue après un nivelage.	-Légèrement corrosif pour le métal et très corrosif pour l'aluminium et ses alliages. -L'eau de pluie peut provoquer le lessivage des chlorures très solubles. -La chaussée peut devenir glissante si la teneur en fines de la surface traitée est élevée.

Tableau 2-4- Comparaison entre le chlorure de calcium et le chlorure de magnésium (Suite)

Source	Application	Mécanisme fonctionnel	Avantages	Restrictions
Chlorure de magnésium				
- Produit à partir de saumure naturelle. -Sous-produit de la production de potasse.	-Normalement, un à deux traitements par année. -Application initiale : solution à 28-35% -Application ordinaire 1,4 à 2,3 l/m^2. -<u>Application subséquente :</u> 1/2 de l'application initiale	-Capte l'humidité lorsque le taux d'humidité relative est d'au moins 32%, peu importe la température. -Plus efficace que le chlorure de calcium pour augmenter la tension superficielle, créant une couche de roulement très dure une fois sèche. Une chaussée traitée au chlorure de magnésium présente moins de risques de perte d'humidité et de densité lors des travaux de nivelage et de compactage.	-Abaisse le taux d'évaporation de l'eau dans la chaussée. - Réduis le soulèvement par le gel et les effets des cycles gel/dégel. -Augmente la densité du compactage des matériaux routiers davantage que le chlorure de calcium.	-Corrosif pour l'acier, mais il est possible d'y ajouter un incubateur. -Les précipitations abondantes provoquent le lessivage à cause de la solubilité.

Le MgCl_2 a une plus grande vitesse d'évaporation que le CaCl_2 et cela induit une meilleure efficacité à long terme pour le CaCl_2, ce qui affecte la fréquence d'application (une fréquence plus élevée pour le $MgCl_2$) (Epps & Ehsan, 2002). Cependant, le chlorure de calcium reste efficace jusqu'à des températures de -32°C, tandis que le chlorure de magnésium reste, lui, efficace jusqu'une température de -18°C (Saha & Ksaibati, 2020). De plus, la solubilité du $CaCl_2$ augmente plus rapidement que celle du $MgCl_2$ avec l'élévation de la température, donnant ainsi au $CaCl_2$ un avantage considérable vis-à-vis de la production de saumure (solution destinée à l'épandage et obtenue par dissolution des sels dans l'eau) à des degrés d'humidité plutôt bas et à des températures élevées (Addo, 1995).

2.3.3 Impact environnemental des sels de voiries et abat-poussières

Malgré les avantages de l'utilisation des sels de voiries (faible coût et grande efficacité), ces produits présentent des impacts sur l'environnement (impacts sur l'eau de surface, les sols, la végétation ainsi que la faune) et sur la santé humaine (Environnement Canada, 1999).

La loi Canadienne sur la protection de l'environnement a exigé la mise en place, sous la supervision d'Environnement Canada et de Santé Canada, d'une liste des substances d'intérêt prioritaire (LSIP) dans le but de réglementer l'utilisation des produits considérés toxiques pour la santé humaine et l'environnement. Compte tenu de leur grande utilisation sur les routes canadiennes et suite à l'évaluation de leur toxicité vis-à-vis de l'environnement et de la santé humaine, quatre sels de voiries ont été introduits à cette liste de substances d'intérêt prioritaire (LSIP), dont: le chlorure de sodium ($NaCl$), le chlorure de magnésium ($MgCl_2$), le chlorure de calcium ($CaCl_2$) et le chlorure de potassium (KCl), ce dernier étant moins utilisé que les trois premiers.

Une évaluation environnementale réalisée selon la Loi Canadienne sur la protection de l'environnement a traité plusieurs aspects, dont la salinité et la facilité de pénétration du chlorure dans le sol (Environnement Canada, 1999) . La salinité est définie comme étant « la teneur totale en matériaux dissous dans l'eau, lorsque tous les carbonates ont été convertis en oxydes, que tous les bromures et iodures ont été remplacés par des chlorures et que toute la matière organique a été oxydée » (LCPE,1999). Les anions Cl^- et cations Ca^{2+} qui forme les sels de voirie contribue ainsi énormément à la salinité du sol. La contribution des anions Cl^- à la salinité est la plus importante

en comparaison au bicarbonate (HCO_3^-), au carbonate (CO_3^{2-}) et le sulfate (SO_4^{2-}) (Gouvernement du Québec, 2010). De leur côté, les cations Ca^{2+} sont également très réactifs et interviennent dans plusieurs phénomènes chimiques et biologiques qui se produisent dans les eaux de surface (Environnement Canada, 1999).

En ce qui concerne la pénétration des produits chimiques dans les sols, l'étude montre que les ions chlorures pénètrent facilement dans le sol. Ils arrivent rapidement dans les eaux de surface pour finir dans les eaux souterraines, ce qui cause leur contamination et, possiblement, celle de puits privés et municipaux d'alimentation en eau potable (Tableau 2-5)

Tableau 2-5-Concentration de chlorure obtenue pour différentes sources d'eau

Source de chlorure	**Concentration maximale de chlorures (mg/L)**
Eau de source normale	20-50
Ruisseau urbain en hiver	Plus de 1000
Eau souterraine	2 800
Neige contaminée	3 000-5 000
Eau de ruissellement d'une autoroute	Plus de 18 000
Eau de ruissellement d'un entrepôt de sel	82 000

En conclusion, la loi instaurée suite à l'étude toxicologique des sels de voirie considère que « les sels de voirie qui contiennent des sels inorganiques de chlorure avec ou sans sels de ferrocyanure pénètrent dans l'environnement en une quantité ou en une concentration ou dans des conditions de nature à avoir, immédiatement ou à long terme, un effet nocif sur l'environnement ou sur la diversité biologique, ou de nature à mettre en danger l'environnement essentiel pour la vie. En conséquence, on conclut que les sels de voirie qui contiennent des sels inorganiques de chlorure avec ou sans sels de ferrocyanure sont considérés comme « toxiques » au sens de l'article 64 de la Loi canadienne sur la protection de l'environnement (1999) » (LCPE 1999). Leur usage n'est toutefois pas proscrit, mais des recommandations sur les distances minimales entre les routes et la

végétation ont été émises. Les limitations de l'utilisation de ces produits sont directement liées aux concentrations de chlorures maximales dans les eaux souterraines présentées dans le Tableau 2-5.

2.3.4 Aspect socio-économique

Comme présenté précédemment, le NaCl est le sel de voirie le plus répandu au Canada (Environnement Canada, 2007), en grande partie à cause de son coût d'achat peu élevé en comparaison aux autres sels de voirie disponibles. Le Tableau 2-6 présente une comparaison des coûts directs des sels de voiries les plus utilisés (SALT INSTITUTE, 2004). Cependant, les coûts des sels de voiries doivent prendre en considération les coûts indirects liés à leur effet corrosif sur le béton armé des infrastructures routières, notamment à cause de l'infiltration des ions chlorures dans les pores et fissures. Cela inflige des coûts de réparation annuels de plusieurs milliards de dollars en Amérique du Nord (Cusson & Qian, 2010). Les dégâts de corrosion touchent aussi les garages, les services souterrains ainsi que les véhicules, sans oublier les dégâts environnementaux présentés précédemment. La prise en considération de ces dégâts ajoute, au coût direct d'achat du NaCl (aux alentours de 70 $/tonne) et aux autres sels de voiries, un coût indirect de 900 $/tonne (St-Pierre, 2011).

Compte tenu de l'impact environnemental des sels de voiries à base de chlorure présenté précédemment, des alternatives ont été étudiées et testées ces dernières années. Parmi ces alternatives, on retrouve les acétates qui sont des substances dépourvues de chlorure, biodégradables et sans effet néfaste important sur l'environnement (Anita, 1996). Cependant, leur coût élevé (35 fois le coût du NaCl) et leur disponibilité au Québec représentent les causes principales de sa faible utilisation.

Tableau 2-6-Comparaison des coûts directs des sels de voiries

Sels de voiries (agents déglaçant)	**Comparaison des coûts directs par rapport au Chlorure de Sodium (NaCl)**
Chlorure de sodium (NaCl)	1 (aux alentours de 70 $/tonne)
Chlorure de calcium ($CaCl_2$)	17x
Chlorure de magnésium ($MgCl_2$)	7x
Chlorure de potassium (KCl)	4x ou plus
Acétate de calcium-magnésium (CMA)	35x

2.4 Méthode alternative de stabilisation des chaussées : le traitement par biocalcification

Si les méthodes conventionnelles ont fait leurs preuves, d'autres alternatives ont été étudiées ces dernières années. Parmi celles-ci, on retrouve la biocalcification, aussi connue sous le nom de précipitation de calcite induite par microbes (MICP – Microbially Induced Calcite Precipitation). Il s'agit d'un procédé biologique permettant de créer des précipités de carbonate de calcium ($CaCO_3$) qui agissent comme liant entre les grains d'un sol. Ce procédé repose sur l'activité bactérienne qui permet la production d'ions carbonates à partir d'urée (Willem De Muynck, 2010). La bactérie *Sporosarcina pasteurii* est la plus utilisée dans la littérature à cause de sa forte activité enzymatique ainsi que sa capacité à produire de grandes quantités de précipités en peu de temps (Bang, Galinat, & Ramakrishnan, 2001).

Deux réactions chimiques sont à la base de la précipitation de calcite comme décrit par les équations 2-1 et 2-2 (Whiffin, Van Paassen, & Harkes, 2007) :

$$CO\ (NH_2)_2 + H_20 \rightarrow CO_3^{2-} + 2NH_4^+ \qquad 2-1$$

$$Ca^{2+} + CO_3^{2-} \rightarrow CaCO_3 \qquad 2-2$$

La première étape consiste en l'hydrolyse d'une mole d'urée pour produire une mole d'ions carbonates (CO_3^{2-}) et deux moles d'ions ammonium (NH_4^+). La seconde étape consiste en une réaction des ions carbonates avec des ions calcium (Ca^{2+}) provenant d'une solution de cimentation (comme le chlorure de calcium $CaCl_2$). Le résultat est alors la formation de carbonate de calcium ($CaCO_3$).

2.4.1 Avantage du traitement par biocalcification

Le traitement par biocalcification permet une amélioration des propriétés géotechniques des sols traités (Cheng, Cord-Ruwisch, & Shahin, 2013; Chiung-Wen Chou, 2011; Van Paassen et al., 2010) tel que décrit dans la présente section.

2.4.1.1 California Bearing Ratio (CBR)

Une étude menée par Chou et al. (2011) à démontré que les sols traités par biocalcification présentaient une augmentation importante du ratio CBR. Ainsi, pour un sable dense, le processus de biocalcification a induit une augmentation jusqu'à 6,8 fois du ratio CBR. De même, pour un sable lâche, une augmentation de 2 fois a été observée. Cette différence d'efficacité entre les deux sols est due au fait que le sable dense présente une densité relative plus élevée et un plus grand nombre de contacts entre les particules de sols, facilitant ainsi la création de liaison entre elles.

2.4.1.2 Résistance à la compression simple (UCS)

L'essai de compression simple (UCS) est l'un des essais les plus fréquemment utilisés dans la littérature pour tester la résistance des sols biocalcifiés (Whiffin et al., 2007). Une étude menée par van Passen et al (2010) a mis en évidence une relation exponentielle entre la teneur en carbonate de calcium ($CaCO_3$) et la résistance à la compression simple des sols traités. De plus, leur étude montre que les performances mécaniques des sols traités par MICP varient dépendamment de la méthode de traitement utilisée et cela pour la même quantité de précipités de carbonate de calcium ($CaCO_3$). En ce qui concerne les valeurs minimales et maximales de résistance à la compression simple obtenues suite au traitement, elles sont comprises entre 150 kPa (valeur minimale) et 34 MPa (valeur maximale) (Whiffin, 2004).

2.4.1.3 Effet des cycles gel-dégel sur les sols traités par biocalcification

En prenant en considération le climat canadien, l'effet des cycles gel-dégel doit être pris en considération. Une étude menée par Cheng et al. (2013) présente une comparaison entre la résistance d'échantillon de sol traité par biocalcification et d'autres traités par le ciment. Ces échantillons ont été soumis à l'application de cycles gel-dégel. Il s'est avéré que pour des échantillons de sable traités par biocalcification, la diminution de leur résistance se limite à 10% de la valeur initiale, alors que pour les échantillons de sables traités par du ciment, la résistance à diminué d'environ 40%. D'autre part, une étude menée par Waldschmidt (2017) sur la résistance aux cycles gel-dégel d'un sable d'Ottawa traité par biocalcification démontre que la résistance à la compression simple (Figure 2-4), ainsi que le module d'Young (Figure 2-5), d'échantillons biocalcifiés n'a pas été affectée par les cycles gel-dégel (de 1 à 7 cycles). Les ponts de calcite créés par le processus de biocalcification semblent donc donner de meilleurs résultats vis-à-vis des cycles de gel-dégel comparativement à une méthode conventionnelle de traitement au liant cimentaire.

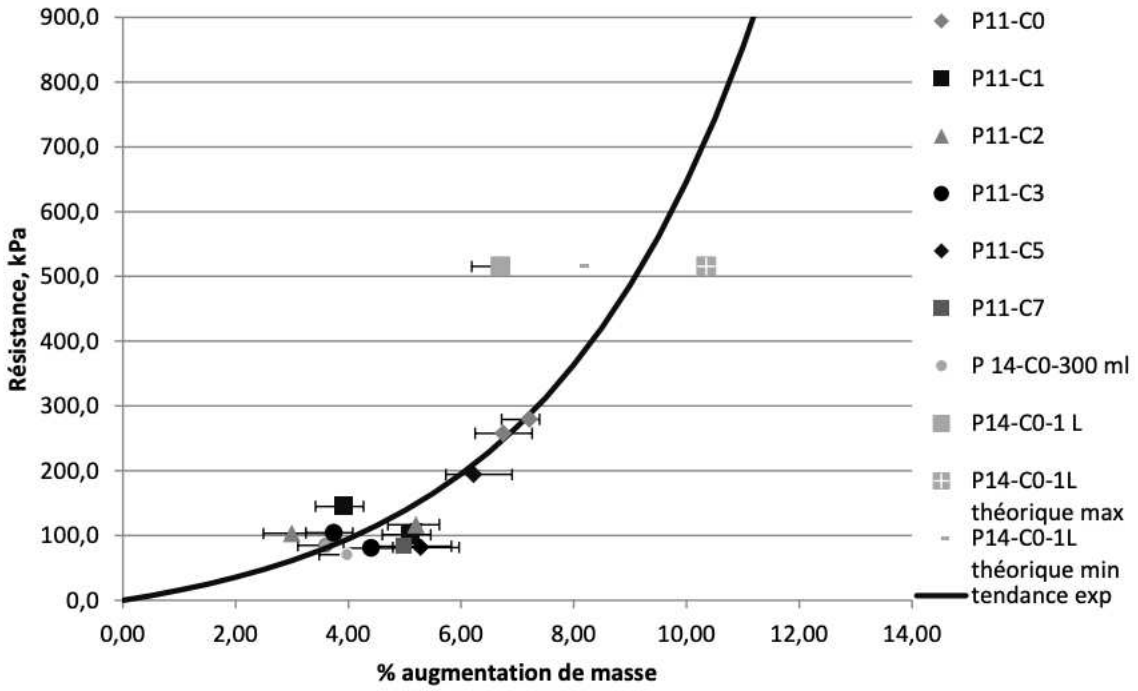


Figure 2-4- Résistance à la compression simple d'échantillons de sable d'Ottawa traités par biocalcification suite à l'application de cycles gel-dégel

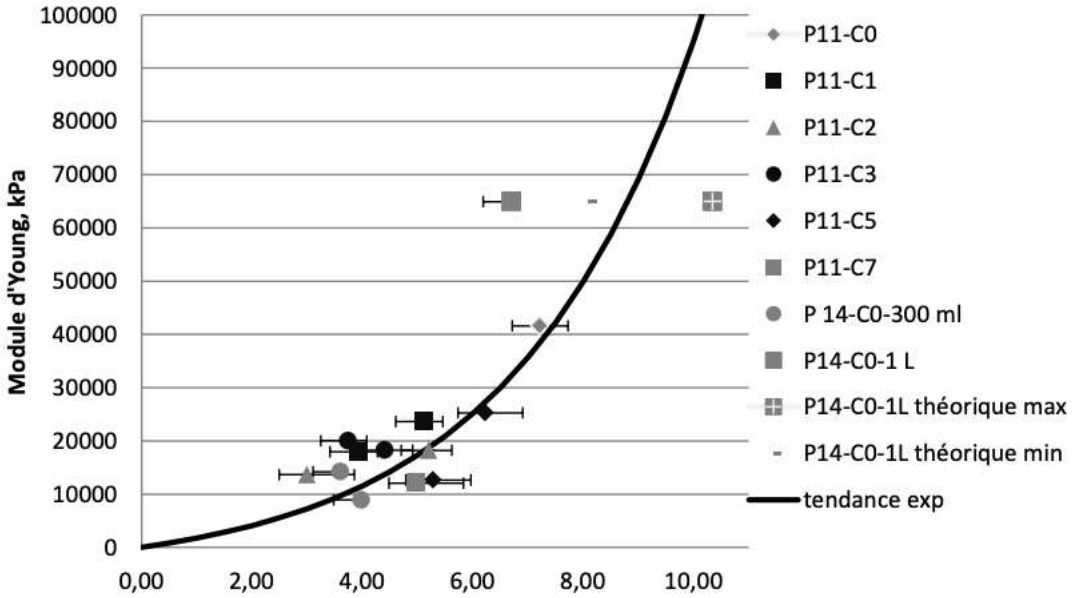


Figure 2-5-Module d'Young d'échantillons de sables d'Ottawa traités par biocalcification suite à l'application de cycles gel-dégel

2.4.2 Limitation de la méthode de traitement par biocalcification

Malgré les avantages que présente cette méthode de traitement, des limitations liées à son utilisation sont à prendre en considération (Martinez, 2012; Mitchell & Santamarina, 2005; Mujah, Shahin, & Cheng, 2017; Van Paassen, 2009). Cette partie couvre ces différentes limitations.

2.4.2.1 Compatibilité des sols

L'une des limitations liées au traitement de biocalcification est que son application est restreinte à des sols ayant une certaine granulométrie. Cela est reflété par une étude menée par Mitchell et Santamarina (2015), durant laquelle ils mentionnent que le traitement MICP n'est pas applicable aux sols plus fins que le silt et possédant une granulométrie inférieure à 6,0 μm à cause de la taille de la bactérie *Sporosarcina pasteurii,* qui mesure en moyenne entre 1,3 et 4 μm. Cette remarque n'affecterait toutefois pas les granulats de fondations routières qui sont plus grossiers que les silts.

2.4.2.2 Homogénéité du traitement

L'homogénéité du traitement reste l'une des plus grandes limitations du traitement par calcification chimique. Une étude réalisée par van Passen (2009) présente des essais pilotes du traitement de

100 m^3 de sable en laboratoire. Selon les résultats obtenus, il s'est avéré que le sol biocalcifié présente une augmentation de sa résistance, mais que cette résistance n'est pas homogène. Plusieurs facteurs sont à l'origine de cette hétérogénéité,:

- une distribution hétérogène de l'urée responsable de la formation de carbonate de calcium ($CaCO_3$),
- la méthode d'injection dans le sol (par injection ou percolation de surface), ainsi que la quantité de nutriments disponibles,
- les chemins préférentiels suivis par l'écoulement des réactifs et des nutriments.

De même, les essais pilotes réalisés par Martinez (2012) sur une zone de traitement de dimensions 0,5 * 0,5 * 0.15 m ont démontré que la distribution du carbonate de calcium ($CaCO_3$) aux points de contact entre les particules est la cause principale de l'amélioration de la résistance des sols traités, cependant cette distribution n'est pas homogène, ce qui est en accord avec les essais menés par van Passen (2009).

En confirmation aux études présentées ci-dessus, Mujah et al. (2017) indiquent qu'en utilisant la méthode d'injection simultanée de la culture de bactérie et de la solution de cimentation du haut vers le bas (flux vertical des réactifs régulé par une pompe péristaltique), une hétérogénéité du traitement a été observée le long des 5 mètres de sol traités. Cette hétérogénéité de traitement est donc un réel défi pour le traitement de fondations routières qui se doit d'être homogène sur des kilomètres.

2.4.2.3 Ammoniac

L'ammoniac est le coproduit du carbonate résultant de l'hydrolyse de l'urée et il constitue un coproduit dans le processus de biocalcification. Il s'agit d'une substance ayant des répercussions sur la santé humaine et la quantité d'ammoniac présente dans l'eau potable est limitée par le ministère canadien de la Santé (2013) à 0,5 mg/L. Pour cela, il est nécessaire de récupérer l'ammoniac produit après traitement et l'une de ces méthodes de récupération consiste à lessiver les sols par pompage (Dejong et al., 2013). Cette méthode n'est toutefois pas envisageable dans le cadre d'un traitement des chaussées routières à cause de la longueur des ouvrages, qui nécessiteraient des pompages sur plusieurs kilomètres.

2.4.2.4 Mise en œuvre sur chantier

Le traitement par biocalcification repose sur plusieurs facteurs comme le débit et les séquences d'injection, le nombre de traitements, ainsi que la culture des bactéries. Cette dernière reste un défi à relever sur le chantier à cause de la manipulation des bactéries, qui sort du champ de compétence des entreprises conventionnelles en génie civil. Ainsi, pour faciliter une application à grande échelle, le présent projet de recherche vise à développer une méthode de calcification chimique des sols qui ne fera pas appel à l'usage des bactéries, mais qui conservera le principe de formation de précipités de calcite.

2.5 Méthode proposée pour la stabilisation des chaussées routières : le traitement par calcification chimique

Si le traitement par biocalcification présente quelques limitations quant à sa mise en œuvre, il n'en reste pas moins que les précipités de carbonates de calcium permettent d'améliorer les performances mécaniques des sols traités. Partant de cette prémisse, une méthode de traitement visant à générer, chimiquement et non biologiquement, une précipitation de carbonates de calcium. Ce type de traitement ne constitue pas une technique actuellement mise en place pour l'amélioration des chaussées. Il s'agit plutôt de la solution proposée pour faire le lien entre l'épandage de sels de voiries ou d'abat-poussières et l'amélioration des performances des fondations routières, comme illustré à la Figure 1-1 du chapitre d'introduction. Nous en présenterons ici les principes et les réactions, tirés d'autres applications que celles des chaussées routières.

La calcification chimique est un processus qui permet le passage de l'état ionique à l'état solide suite à la réaction entre deux solutions chimiques. Le précipité solide obtenu est un carbonate de calcium ($CaCO_3$), formé à partir d'une source en ions calcium (Ca^{2+}) et carbonates (CO_3^{2-}). Ce précipité résulte en un lien entre les particules de sols, qui se traduit par une amélioration des propriétés mécaniques (résistance du sol) et une réduction des effets d'érosion (émission de poussières).

Plusieurs équations peuvent être utilisées pour former le carbonate de calcium. On cite, entre autres, les réactions:

- À base de chlorure de calcium

$$CaCl_{2(aq)} + Na_2CO_{3(aq)} \rightarrow CaCO_{3(s)} + 2NaCl_{(aq)} \quad (2-3)$$

$$CaCl_{2(aq)} + 2NaHCO_{3(aq)} \rightarrow CaCO_3 + 2NaCl + CO_2 + H_2O \quad (2-4)$$

- À base d'acétate de calcium

$$2NaHCO_3 + (CH_3COO)2Ca \rightarrow CaCO_3 + 2NaCH_3COO + CO_2 + H_2O \quad (2-5)$$

$$Na_2CO_3 + (CH_3COO)_2Ca \rightarrow CaCO_3 + 2NaCH_3COO \quad (2-6)$$

- À base de nitrate de calcium

$$Ca(NO_3)_{2(aq)} + Na_2CO_{3(aq)} \rightarrow CaCO_{3(s)} + 2NaNO_{3(aq)} \quad (2-7)$$

- À base de chaux hydratée

$$Ca(OH)_2 + CO_{2(g)} \rightarrow CaCO_{3(s)} + H_2O_{(g)} \quad (2-8)$$

$$Ca(OH)_2 + Na_2CO_{3(s)} \rightarrow CaCO_{3(s)} + 2Na^+ + 2OH^- \quad (2-9)$$

Comme l'équation 2-3 utilise le $CaCl_2$ en tant que source de calcium, et considérant que ce dernier est le deuxième sel de voirie le plus épandu au Canada, elle sera utilisée en tant que référence dans le cas de cette étude. Cependant, l'utilisation du chlorure de calcium en tant que réactif n'élimine pas totalement l'impact sur l'environnement puisqu'il demeure toujours présent dans le processus de traitement. Une alternative sera donc recherchée et elle sera fondée sur les équations 2-5 et 2-6, utilisant l'acétate de calcium comme source alternative de calcium. Les propriétés de l'acétate de calcium et sa fabrication seront abordées dans les sections suivantes.

2.5.1 L'acétate de calcium : une source de calcium alternative aux sels de voiries à base de chlorure

L'acétate de calcium est aussi connu sous le nom de « sel de calcium » puisqu'il forme le sel de calcium de l'acide acétique. C'est un composé chimique dont la formule brute est $C_4H_6CaO_4$. Parmi les propriétés chimiques de l'acétate, on cite sa masse molaire de 158.17 g/mol, sa solubilité dans l'eau égale à 400 $g.L^{-1}$, et sa densité aux alentours de 1.5 g/cm^3. Il est fortement

hygroscopique, c'est-à-dire qu'il a une forte capacité à absorber l'humidité de l'air, et il est en général utilisé dans son état hydraté (National Library of Medicine, 2005).

L'utilisation de l'acétate de calcium comprend une large gamme de domaines d'application, dont le domaine médical pour le traitement de carences en calcium ou l'hyperphosphatémie (Delmez, 1992). Il est aussi utilisé en tant que conservateur alimentaire en pâtisserie ou pour la gélification de l'alcool (Gouvernement du Canada, 2020).

Sans être spécifiquement dédiée aux fondations routières, une étude réalisée par (Choi, Wu, & Chu, 2016) présente une utilisation de l'acétate de calcium dans le domaine de la géotechnique. Dans cette étude, l'acétate de calcium est utilisé en tant que source de calcium alternative soluble pour le traitement de biocalcification des sables par *Microbially Induced Calcite Precipitation* (MICP). Cette technique consiste en une calcification des sols catalysée par l'activité bactérienne et remplace le chlorure de calcium $CaCl_2$ et les autres sels de calcium habituellement utilisés. Il est à noter que l'acétate utilisé par Choi et al (2016) provient d'une réaction entre des coquilles d'œufs et du vinaigre, tel que présenté à la section 2.4.2.

Dans l'étude présentée par Choi et al (2016), deux séries d'échantillons (Tableau 2-7) ont été préparées dans le but de comparer l'efficacité des deux sources de calcium (acétate de calcium et $CaCl_2$) et leur impact sur les propriétés mécaniques et hydrauliques des sols traités. Les résultats présentés dans le Tableau 2-8 démontrent de meilleures performances mécaniques pour les échantillons traités avec l'acétate ($UCS_{max} = 410\ kPa$) en comparaison à ceux utilisant le $CaCl_2$ ($UCS_{max} = 380\ kPa$). Cette observation peut notamment être reliée à la quantité de précipités plus importante dans la série d'échantillons avec acétate.

Tableau 2-7- Présentation des deux séries d'échantillons traités par MICP

	Solution A	**Solution B**		**Solution C**	
Méthode	**BPU (Bactéries productrices d'uréase) (Bacillus Sporosarcine)**	**$CaCl_2$ (Mol)**	**Urée (Mol)**	**Calcium (Mol)**	**Urée (Mol)**
BPU-$CaCl_2$ (échantillons CC-1 à 4)	1/100	0,45	1	-	-
BPU-coquille d'œuf (échantillons ES-1 à 4)	1/100	-	-	0,45	1

Tableau 2-8-Tableau récapitulatif de différents essais réalisés sur des échantillons traités par MICP

				Quantité de calcite (%)			
Code	**Source de calcium**	**UCS (kPa)**	**Perméabilité (10^{-6} m/s)**	**Haut de l'échantillon**	**Centre de l'échantillon**	**Bas de l'échantillon**	**Moyenne**
CC-1	Chlorure de calcium	316	3,82	5,3	4,1	6,4	5,3
CC-2		291	5,56	5,1	4,3	6,3	5,2
CC-3		360	1,27	6,4	5,1	7,2	6,2
CC-4		370	1,06	6,9	5,4	7,5	6,6
ES-1	Coquilles d' œufs	392	6,54	7,1	5,6	7,7	6,8
ES-2		418	1,63	8,2	7,0	8,0	7,7
ES-3		404	2,68	8,0	6,8	8,1	7,6
ES-4		335	4,41	7,4	4,4	7,7	6,5

La substitution du chlorure de calcium par de l'acétate de calcium constitue une avancée importante pour un traitement par calcification chimique ou biologique puisqu'elle évite l'impact des ions

chlorure sur l'environnement. Toutefois, comme indiqué précédemment, l'acétate de calcium est onéreux, ce qui peut nuire à son application à grande échelle. La suite de la revue de littérature portera donc sur les possibilités de valorisation d'un résidu industriel, les coquilles d'œufs, en remplacement des techniques traditionnelles de formation de l'acétate de calcium. La section suivante présentera la situation actuelle des rejets de coquilles d'œufs au Canada et plus spécifiquement au Québec, ainsi que leurs applications potentielles.

2.5.2 La valorisation d'un résidu industriel : les coquilles d'œufs

L'acétate de calcium est obtenu à la suite de la réaction entre le vinaigre et les coquilles d'œufs, suivant la réaction suivante :

$$CaCO_{3\,(s)} + 2CH_3COOH_{\,(s)} \rightarrow (CH_3COO)2Ca_{\,(l)} + CO_{2\,(g)} + H_2O \qquad (2-10)$$

Les coquilles d'œufs sont formées à 95% de carbonate de calcium ($CaCO_3$ sous forme de calcite cristallisée ou amorphe) et constituent un substituant potentiel aux autres sources de calcium étant donné qu'elles sont composées à 37% de calcium et 58% de carbonates (% massique) (Park et al., 2016).

La production canadienne d'œufs présente une augmentation remarquable entre les années 2014 (588 millions de douzaines) et 2019 (719,5 millions de douzaines) et atteint actuellement les 144 Millions de douzaines au Québec (Québec, 2020). Cette production importante engendre des quantités énormes de rejets de coquilles d'œufs comme dans le cas de la région d'Acton, qui évalue que 4 000 tonnes de résidus sont rejetées par les entreprises sur son territoire (Acton, 2007).

Cette quantité importante de rejets de coquilles est valorisée dans plusieurs secteurs et sous diverses applications comme présentées dans le Tableau 2-9.

Plusieurs études démontrent l'applicabilité de la coquille d'œuf dans la stabilisation des sols en remplaçant les matériaux de stabilisation traditionnels (en général la chaux et le ciment) en tant que source naturelle de calcium. Dans l'étude proposée par Consoli et al. (2020), la coquille d'œuf est utilisée pour former de la chaux vive grâce à sa forte teneur en calcium, qui sera ensuite hydratée pour obtenir la chaux éteinte ($Ca(OH)_2$) et ainsi traiter les sols. L'utilisation de cette chaux éteinte a induit une amélioration des propriétés mécaniques des sols traités (résistance et rigidité). Le remplacement de la chaux vive est aussi traité dans l'étude de Anoop et al. (2017), qui porte sur la stabilisation des sols en utilisant la chaux vive et en la remplaçant partiellement par les coquilles

d'œufs. Une masse de coquilles d'œuf équivalente à 0,5%, 1%, 1,5 % et 2% de la masse de sols a été utilisée. Les coquilles d'œufs ont remplacé jusqu'à 50% de la quantité de chaux à utiliser et il s'est avéré qu'un remplacement de 25% donne les meilleurs résultats.

Tableau 2-9- Composantes et domaines d'applications des rejets de coquilles d'œufs

Composantes des coquilles d'œufs non utilisées	**Domaine d'application**	**Application**
Collagène de types I, V et X	Biomédical	Pansement, implants chirurgicaux et médicaments cicatriciels
Calcium	Alimentation animale	Supplément alimentaire
	Alimentation humaine	Supplément alimentaire
	Pharmaceutique	Lutte contre l'ostéoporose, Régénérescence de tissus
Glycosaminoglycanes (GAC)	Cosmétique	Crèmes anti-âge et hydratantes
	Alimentation	Agent émulsifiant dans les vinaigrettes et mayonnaises
Protéines spécifiques aux coquilles d'œufs	Biomédicale	Protéine antibactérienne Ovocalyxin-36 (OCX-36)
Coquilles d'œufs en poudre	Industriel	Céramique et papetières
	Énergie	Capture du CO_2 dans la production d'hydrogène
	Traitement de l'eau	Capacité d'absorption d'ions de métaux

Les coquilles d'œufs sont les coquilles les plus fréquemment rencontrées dans la littérature du fait de leur disponibilité, mais d'autres coquilles peuvent également constituer une source de calcium alternative. L'étude de Liang et al. (2020) présente l'utilisation de coquilles d'œufs, mais également de fruits de mer (huîtres, pétoncles et Saint-Jacques), en tant que source de calcium pour le MICP. Ils mettent ainsi en évidence la compétitivité économique de cette alternative, en plus de la possibilité de valorisation des rejets industriels de coquilles. Un prétraitement chimique est toutefois nécessaire et l'acide nitrique a été utilisé pour la dissolution du calcium avec un rapport de 1:6 pour atteindre la dissolution totale (pour chaque 1 g de coquille, 6 ml d'acide sont nécessaires). L'efficacité des coquilles est ainsi testée grâce à quatre séries d'échantillons traitées par (1) des coquilles d'œufs (2) des coquilles d'huîtres (3) des coquilles Saint-Jacques et (4) du nitrate de calcium. Les résultats présentés dans le Tableau 2-10 démontrent que la précipitation de calcite la plus forte est celle obtenue dans les échantillons traités à l'aide de coquilles d'huître

(15,28% en masse de carbonate de calcium). En termes de performances hydrauliques, la perméabilité est la plus faible avec ce traitement ($1{,}12 \times 10^{-4}\ m/s$) à cause de la diminution du nombre de pores qui sont remplacés par la calcite. En ce qui concerne les performances mécaniques, les échantillons traités avec des coquilles d'huitres possèdent une résistance UCS_{max} de 1 454,6 kPa, soit à peu près 60% plus élevés que les échantillons traités avec les coquilles d'œufs et les coquilles Saint-Jacques.

L'obtention de telles performances mécaniques en utilisant les différents types de coquilles dans le traitement des sols par biocalcification est prometteur d'un point de vue économique (réduction voire annulation des coûts de maintenance) et environnemental (élimination de résidus industriels). En revenant à la situation au Québec, surtout la région d'Acton avec l'abondance de résidus provenant de l'industrie d'œufs, les coquilles d'œufs pourraient être une alternative permettant d'éliminer les résidus et d'améliorer les propriétés des chaussées. Dans un tel contexte, elles seraient utilisées pour la préparation d'acétate de calcium, en remplacement de la technique traditionnelle qui consiste en l'oxydation de l'éthylène par de l'oxygène, et cela en présence du couple $PdCl_2\ et\ CuCl_2$ ou d'un autre procédé usuel qui se base sur la carbonylation (réaction induisant l'apparition d'un groupe carbonyle dans une molécule) du méthanol en catalyse homogène (Jacques METZGER, 2021). Elles viseraient ainsi la réduction des coûts de fabrication et le développement de l'application routière du produit dans un souci de réduction de l'impact environnemental.

Tableau 2-10-Résultats d'essais sur des échantillons traités par MICP à l'aide de différentes sources de calcium

Source de calcium	% en masse de carbonate de calcium formé	Perméabilité ($10^{-4}\ m/s$)	UCS max (kPa)
Coquille d'œuf dissoute dans de l'acide nitrique (CO)	10	1,53	975
Coquille d'huître dissoute dans de l'acide nitrique (CH)	15,28	1,12	1 454,6
Coquille de pétoncles/Saint-Jacques dissoute dans de l'acide nitrique (CP)	8,5	1,75	850
Nitrate de calcium (NC)	14	1,2	1 445,5

2.5.3 Précipitation de carbonate de calcium ($CaCO_3$)

Le carbonate de calcium est le minéral résultant des équations 3 et 4, à l'origine de l'amélioration souhaitée des routes. Nous en présenterons les principales caractéristiques dans la présente section.

Le carbonate de calcium naturel, de formule chimique $CaCO_3$, est l'un des minéraux les plus répandus sur terre (Gebauer, Völkel, & Cölfen, 2008). À l'état naturel, il possède deux structures cristallines différentes : la calcite et l'aragonite; la calcite étant la forme prépondérante. Il est le constituant principal de nombreuses roches sédimentaires : 99% de la craie, 80 à 90 % du calcaire et du marbre (John L. Wray, 1957). De plus, il est aussi présent dans différentes coquilles et os de plusieurs espèces animales, dont les coquilles d'œufs (Anoop et al., 2017).

Outre son origine naturelle, le carbonate de calcium peut être précipité en laboratoire sous différentes formes cristallines : la calcite, l'aragonite ou la vatérite; la calcite étant la seule forme thermodynamiquement stable à température ambiante et pression atmosphérique (John L. Wray,

1957). Le Tableau 2-11 présente les principales caractéristiques de chacun des trois polymères (Ribooga Chang & Park, 2017).

Tableau 2-11-Propriétés des formes cristallines anhydres de carbonate de calcium la calcite, l'aragonite et la vatérite

	Calcite	**Aragonite**	**Vatérite**
Structure Cristalline	Hexagonale	Orthorhombique	Hexagonale
Produit de solubilité (K_{sp}) à 25 °C	$12{,}242 \times 10^{-9}$	$4{,}623 \times 10^{-9}$	$3{,}319 \times 10^{-9}$
Paramètre de la maille	$a = b = 4.990$ Å $c = 17{,}061$ Å	$a = 4{,}9598$ Å $b = 7{,}9641$ Å $c = 5{,}7379$ Å	$a = b = 7{,}16$ Å $c = 2{,}547$ Å

a,b,c : Dimensions de la maille

2.5.4 Facteurs affectant la précipitation de carbonate de calcium

Quoique le $CaCO_3$ puisse être obtenu par une simple précipitation, la formation d'un polymère spécifique de $CaCO_3$ reste un défi pratique (Gebauer et al., 2008). De nombreux paramètres influencent le type de polymère et sa taille: la température, le pH, la vitesse d'agitation, la concentration et le rapport des réactifs ou additifs, ainsi que le temps de cure (vieillissement) (John L. Wray, 1957; Vučak, Pons, Perić, & Vivier, 1998). Les principaux facteurs qui affectent la formation de carbonate de calcium dans le domaine de traitement des sols seront présentés dans la suite de cette section.

2.5.4.1 Effet de la température

La température est considérée comme le facteur le plus critique affectant la formation des polymères de carbonate de calcium (John L. Wray, 1957; Ogino, 1987). Ogino et al. (1987) ont étudié les précipitations de solutions sursaturées en ions calcium (Ca^{2+}) et carbonate (CO_3^{2-}) et ont montré qu'un carbonate de calcium initialement amorphe se transforme en un polymère cristallin. La formation de vatérite et de calcite a été observée à basse température (14-30°C), tandis que celle d'aragonite et de calcite a été observée à température élevée (60-80°C) pour un pH > 10. D'autre part, la transformation complète de la vatérite en calcite a été réalisée après environ 200

min à 25°C, et l'aragonite a été complètement transformée en calcite après environ 1 000-1 300 min à 60-80°C, indiquant que la transformation de vatérite en calcite est plus rapide que le passage d'aragonite en calcite.

De leur côté, Wray et Daniels (1957) ont mené une expérience pour déterminer l'effet de la température, ainsi que d'autres facteurs sur la formation des polymères. Du carbonate de calcium a ainsi été précipité dans des flacons de 500 ml en mélangeant rapidement, à l'aide d'un agitateur, des solutions solubles de carbonate avec des solutions d'ions de calcium. Les expériences ont été effectuées à des températures de 30 à 70°C. Ils ont remarqué que pour une température de 30°C, la vatérite se forme et se transforme ensuite en calcite, alors que pour une température de 40°C le précipité est presque de la calcite pure. Cependant, à 45°, le précipité est composé de 30% de calcite et 70% d'aragonite, mais se transforme pendant deux heures de digestion à plus de 90% de calcite. La composition de calcite augmente donc avec la température jusqu'à 40 °C, tandis que la fraction de vatérite diminue dans la même plage de température.

Outre le type de minéral, la température est considérée comme un facteur affectant également la taille des particules de carbonate de calcium (Vučak et al., 1998; Yu, Lei, Cheng, & Zhao, 2004). Vucak et al. (1998) ont étudié la précipitation du carbonate de calcium et ont conclu que l'élévation de la température du milieu réactionnel au cours de la synthèse aboutissait à l'obtention de particules plus grossières. Cependant, Yu et al. (2004) expliquent plutôt qu'à haute température, la solubilité de la calcite est augmentée, ce qui résulte en des particules de petite taille. Les conclusions sont donc différentes selon les auteurs et cela sera vérifié lors de la réalisation des essais dans ce travail de recherche.

2.5.4.2 Effet du pH

Le pH de la solution est l'un des facteurs importants déterminant le polymère de carbonate de calcium et affectant la force de liaison $CaCO_3$. En particulier, le changement de la liaison $CaCO_3$ est considéré comme important dans la formation des polymères de $CaCO_3$ (Gebauer et al., 2008; Tai & Chen, 1998).

Tai and Chen (1998) ont étudié la formation des polymères de $CaCO_3$ dans une gamme de pH de 8,0 à 12,5 à l'aide des solutions de chlorure de calcium ($CaCl_2$) et (Na_2CO_3) à des températures de 7, 24 et 58°C avec agitation à 800 tr/min. La calcite pure est formée pour différentes valeurs de pH en fonction de la température de réaction. À 7°C, la vatérite et la calcite sont formées pour un pH

≤ 11 et de la calcite pure se forme pour un pH > 11. À 24°C, la calcite pure, l'aragonite, et la vatérite ont été obtenues pour un pH >12, pH = 11 et pH <10, respectivement. À 58 °C, l'aragonite et la calcite précipitent pour un pH ≤ 11 et la calcite pure se forme pour un pH > 11.

2.5.4.3 Effet de la vitesse d'agitation

Le taux d'agitation dans la précipitation du carbonate de calcium affecte la taille des particules et les morphologies des polymères (Agnihotri, Mahuli, Chauk, & Fan, 1999; Sevcik, Perez-Estebanez, Viani, Sasek, & Macova, 2015; Wei, Mahuli, Agnihotri, & Fan, 1997; Yan et al., 2009).

Yan et al. (2009) ont examiné l'effet du taux d'agitation sur les précipitations de la solution de chlorure de calcium ($CaCl_2$) et de carbonate de sodium (Na_2CO_3) avec un taux d'agitation variable (50 à 1000 tr/min). Pour une vitesse d'agitation faible (100 tr/min), la calcite a été observée de façon dominante et une augmentation de la vitesse conduit à la formation de la vatérite. Des résultats similaires ont également été observés par Ševčík et al. (2015). Au cours de la précipitation des solutions de chlorure de calcium dihydrate ($CaCl_2.2H_2O$) et de carbonate de potassium (K_2CO_3) à une température constante de 60°C, pour vitesse d'agitation faible (200 rpm), une quantité importante de calcite (36,3 w%) a été obtenue, tandis que la vatérite est devenue dominante (≥98 w%) à des vitesses d'agitation plus élevées de 400 et 600 rpm.

En ce qui concerne la taille des particules, Wei et al. (1997) et Agnihotri et al. (1999) ont étudié l'effet de la vitesse d'agitation du milieu réactionnel sur la précipitation du carbonate de sodium et ils ont suggéré que les fortes vitesses augmenteraient le nombre de sites de nucléation au sein du cristal en cours de formation. Il s'en suivrait une formation de particules de petite taille. Ils ont également démontré que plus la vitesse augmente, plus la taille des particules augmente. Ce phénomène est dû à la saturation du milieu, fortement diminuée à la suite de la consommation des ions calcium et carbonates. Il y a alors moins de sites de nucléation et cela conduit à l'agglomération des nuclei déjà formés.

2.5.4.4 Effet de la concentration des réactifs

À conditions équivalentes (température, pH, et vitesse d'agitation), une augmentation de la concentration en ions carbonates ($CaCO_3$) tend à favoriser la formation de la calcite plutôt que l'aragonite (John L. Wray, 1957).

Par ailleurs, la taille moyenne des particules décroît avec l'augmentation de la quantité d'ions calcium (Agnihotri et al., 1999; Wei et al., 1997). Wei et al. (1997) et Agnihotri et al. (1999) ont ainsi montré que l'augmentation de la concentration en ions calcium dans le milieu réactionnel aboutit à une nucléation homogène et il en résulte des particules de petite taille (25nm). En revanche, la taille moyenne augmente avec l'augmentation de la quantité d'ions carbonates, ce qui se traduit par la formation de la calcite.

Chakraborty et Bhatia (1996) qui ont étudié la précipitation du carbonate de calcium à partir de solutions aqueuses de carbonate de sodium et de nitrate de calcium. Ils ont ainsi montré que l'augmentation de la concentration en ions carbonates dans le milieu réactionnel aboutissait à un rapport (Ca^{2+}/CO_3^{2-}) faible, et que dans ces conditions, il y avait nucléation hétérogène de la vatérite qui se transformait progressivement en calcite de grosse taille (40nm).

2.5.4.5 Effet du temps de cure

Finalement, le contrôle du temps de vieillissement afin d'obtenir de la calcite ou de l'aragonite est possible (John L. Wray, 1957). Comme la calcite est la plus stable dans les conditions ambiantes, cela se traduit par la formation de vatérite et d'aragonite, qui se transforment ensuite en calcite sous des conditions bien précises (température, pH, vitesse d'agitation et concentration des réactifs). D'autre part, il est à mentionner que le passage de la vatérite à la calcite prend moins de temps que celui de l'aragonite, car leurs produits de solubilité sont beaucoup plus proches. (John L. Wray, 1957).

2.6 Synthèse de la revue de littérature

Comme présenté dans cette revue de littérature, plusieurs méthodes sont utilisées pour l'entretien des chaussées routières, dont les méthodes de stabilisation mécaniques, biologiques et chimiques. Cependant, plusieurs limitations sont liées à l'une ou l'autre des méthodes de stabilisation actuelles dont le coût élevé, les contaminations environnementales engendrées, ainsi que la difficulté de mise en place des modes de traitement (compatibilité des sols en place, manipulation des bactéries pour le cas de la biocalcification, etc…). Pour cela, la mise en œuvre de la calcification chimique apportera non seulement une solution de traitement initial des chaussées, mais également des possibilités de « cicatrisation » en cas d'altération. L'étude élaborée par Choi et al. (2016) présente une alternative à l'utilisation du chlorure de calcium en le remplaçant par une solution de calcium

provenant des coquilles d'œufs pour le traitement par biocalcification des sols. En se basant sur cette nouvelle source de calcium et en prenant en considération les limitations du traitement par biocalcification (compatibilité des sols, homogénéité du traitement, rejet d'ammoniac et difficultés de mise en œuvre sur chantier), le traitement par calcification chimique proposé dans cette étude permettra non seulement l'amélioration des propriétés géotechniques des sols traités, mais aussi la valorisation d'un résidu industriel (les coquilles d'œufs) pour le traitement des sols.

CHAPITRE 3 MATÉRIEL ET RÉACTION DE CALCIFICATION

Le présent chapitre vise à présenter les réactifs et produits, ainsi que les deux réactions de calcification qui mèneront au développement de la technique de traitement et à l'évaluation de sa faisabilité et de ses performances.

3.1 Matériaux utilisés pour les essais

3.1.1 Sols à traiter

Trois sols ont été utilisés dans les essais: (1) de la poussière de pierre (King), (2) de la pierre concassée (Bomix), et (3) de la poussière de roche (Bomix) (Figure 3-1.a, 3-1.b,3-1.c). Le choix de ces matériaux est basé sur le fait qu'ils sont utilisés dans diverses applications, dont le comblement de fouilles, le remblaiement autour des canalisations ou voiries, etc…, applications qui pourront faire l'objet d'une amélioration par calcification chimique.

(a) (b) (c)

Figure 3-1-Sols utilisés pour la préparation du sol mélange et des échantillons

(a) Poussière de pierre (KING) , (b) Pierre concassée (Bomix) , (c) Poussière de roche (Bomix)

La source exacte des trois sols est inconnue, cependant ils ont été ensachés à Saint-Léonard (Montréal-Est) et proviennent donc de l'une des trois carrières suivantes : Demix Agrégats (Carrière de Laval), Mathers (Carrière Saint-Eustache) et Lafarge (Carrière Montréal-Est). Pour

les carrières de Laval et de Montréal-Est, elles sont constituées de substances de nature calcaire, tandis que pour la carrière de Saint-Eustache les substances sont de nature dolomite (MTQ, 2021). La réaction à l'acide observée lors des essais confirme la nature calcaire du sol et élimine donc la possibilité que les sols proviennent de la carrière de Saint-Eustache.

Les sols ont été tamisés en respectant la norme ASTM C136 et leurs courbes granulométriques sont présentées à la Figure 3-2. Les trois sols présentés précédemment ont été tamisés et les particules obtenues pour les différents tamis ont été utilisées pour la préparation d'un mélange de sols qui constitue une reconstitution de la borne inférieure du matériau classé MG-20 (matériaux de fondation) par le *Ministère des Transports du Québec* selon la norme NQ 2560-114 (Tableau 3-1).

L'objectif était d'obtenir un sol représentatif de la couche de fondation des chaussées en plus de la présence d'un pourcentage élevé de particules fines (7%) qui facilite la formation de liaison (« ponts ») entre les particules. La courbe granulométrique du mélange de sols est présentée à la Figure 3-2. Le choix d'un matériau de fondation plutôt que de sous-fondation repose sur l'importance de cette dernière pour la répartition des charges, l'importance du phénomène d'érosion qu'elle subit, ainsi que les divers problèmes de nids-de-poule fréquemment rencontrés au Québec.

En plus des essais réalisés sur le mélange de sols, l'efficacité du traitement sera également testée sur la pierre concassée afin d'évaluer l'influence de la diminution du pourcentage de particules fines sur le traitement par calcification chimique. L'objectif est de vérifier les hypothèses selon lesquelles une faible teneur en particules fines facilite l'infiltration des solutions lors du traitement, alors qu'une teneur plus importante (sol de poussière de pierre) facilite la formation de « ponts » de calcite entre les particules.

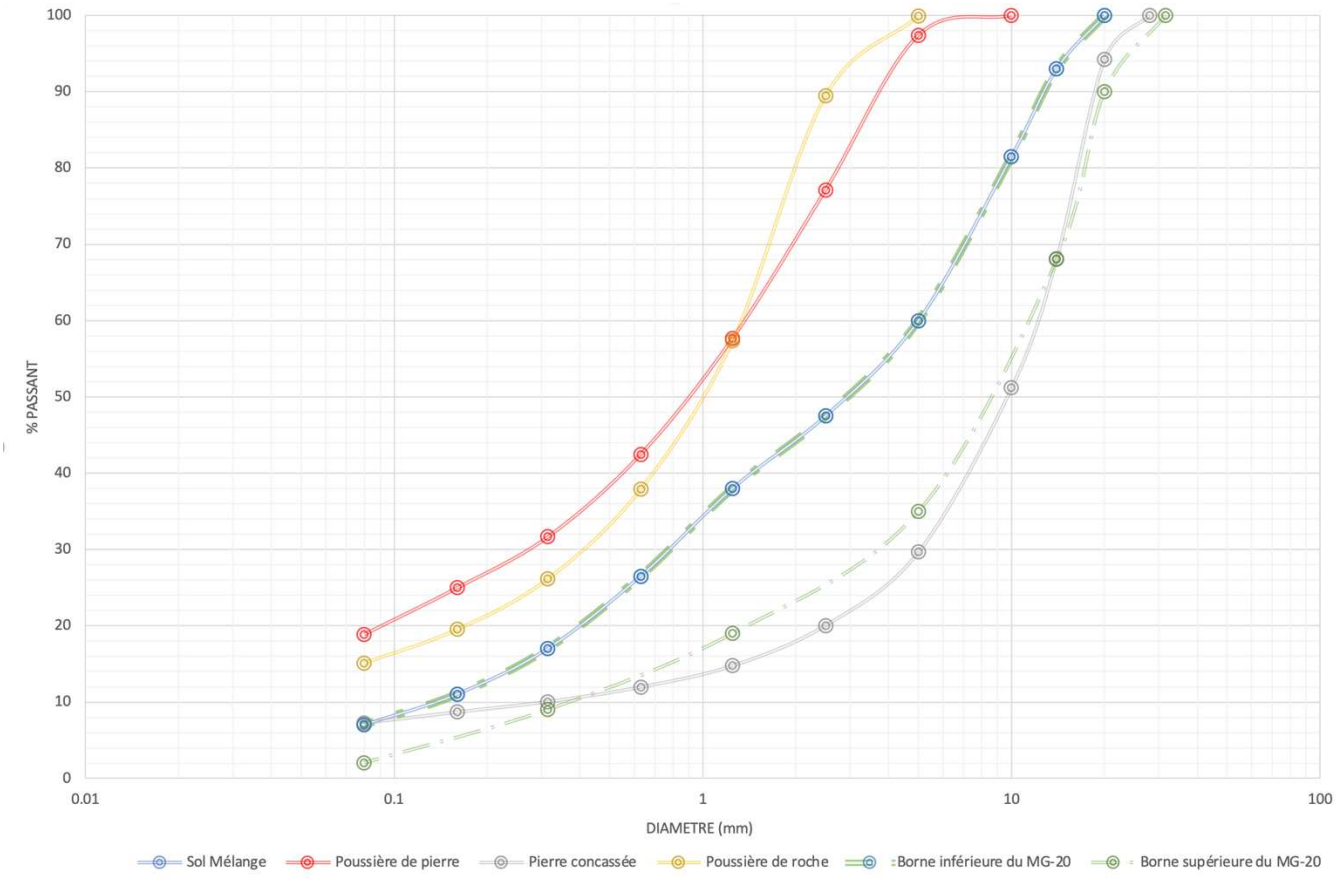


Figure 3-2-Courbes granulométriques des sols utilisés

Tableau 3-1-Exigences granulométriques du MTQ pour les matériaux de fondation MG-20

Diamètre (mm)	**% passant minimum** (Borne supérieure)	**% passant maximum** (Borne inférieure)
31.5	100	100
20	90	100
14	68	93
5	35	60
1,25	19	38
0,315	9	17
0,080	2	7

3.1.1.1 Courbe de rétention d'eau du mélange de sol

Dans le but d'évaluer la teneur en eau résiduelle des échantillons traités, la détermination de la quantité maximale de solutions à déverser sur les échantillons a été calculée. L'objectif étant de ne pas injecter plus de solution que la teneur en eau résiduelle d'un sol, car cela conduirait à la perte de réactifs qui risqueraient d'être drainés au travers de l'échantillon sans réagir. En général, c'est à travers la courbe de rétention d'eau des sols (norme ISO 11275 :2004), qui donne la relation entre la teneur en eau du sol et la pression interstitielle (aussi nommée pression capillaire), que cela est déterminé (MTQ, 1998). Toutefois, comme nous ne visons pas la saturation complète des sols, puis la désaturation, nous avons adopté une méthode simplifiée détaillée ci-après. En l'absence d'étape de saturation du sol, cette méthode sous-estime la teneur en eau résiduelle, mais cette approche est conservatrice puisqu'elle conduit à la diminution de la quantité de réactifs injectés.

Pour cette méthode simplifiée, deux échantillons de mélange de sols ont été préparés: un échantillon (1), d'une masse de 316g, et un échantillon (2), d'une masse de 350g (Hauteur =15 cm, Diamètre 5 cm). Pour le premier échantillon, un volume de 250ml d'eau a été ajouté en une seule étape, tandis que pour le deuxième échantillon, un volume de 95 ml a été ajouté en plusieurs étapes (25 ml par injection). L'eau a été injectée par déversement sur toute la surface des échantillons. L'essai a été arrêté à la suite de l'observation d'eau à la base des échantillons et l'ensemble de la manipulation a duré deux heures. Ensuite, un démoulage a été réalisé et la masse humide de chacun des deux a été pesée. Finalement, les deux échantillons ont été mis au four pour les sécher et peser leur masse sèche. La différence entre les deux masses pesées donne la masse d'eau absorbée par le sol.

Les résultats présentés dans le Tableau 3-2 montrent que la teneur en eau résiduelle est de l'ordre de 10 à 11% pour le mélange de sols. Nous nous limiterons donc à cette valeur pour calculer le volume maximal de solutions à injecter, de manière à ne pas perdre de réactifs à la base de l'échantillon.

Tableau 3-2- Résultats de la quantité d'eau absorbée par le sol mélange

Échantillon	Masse du sol humide	Masse du sol sec	Masse de l'eau absorbée	Teneur en eau résiduelle
Échantillon **1**	346,75 g	311,49g	**35,26g**	**10,2%**
Échantillon **2**	391,04g	349,89g	**41,15g**	**10,6%**

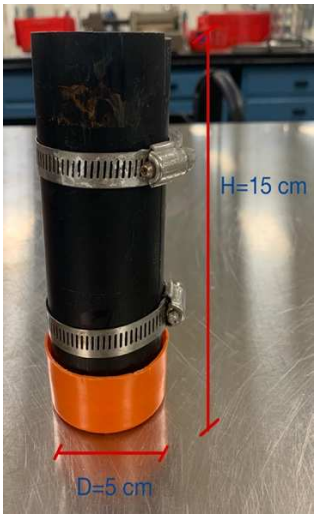
3.1.2 Moules utilisés

Le moule principal pour la préparation des échantillons est un tuyau en PVC (H=15 cm; D=5 cm) scindé en deux pour permettre le démoulage des échantillons à la suite du traitement (Figure 3-3.a).

Le plus grand problème qui a été rencontré est le manque d'étanchéité à la jonction entre les deux demi-tubes, ce qui cause la fuite indésirable de la solution, ainsi que la perte d'un certain volume de réactifs (Figure 3-3.d). Pour remédier à cela, les deux parties du tube ont été tenues par deux cintres métalliques. Ces cintres métalliques exercent une pression sur le raccord de façon à diminuer les fuites, cependant comme illustré à la Figure 3-3.d, les fuites ne sont pas totalement éliminées. À la base du tube, l'échantillon est retenu par un bouchon perforé pour permettre le drainage comme cela se ferait dans une chaussée conventionnelle, drainée par la couche de sous-fondation. Un papier filtre couvre également la face interne du bouchon pour éviter la perte des particules fines lors du traitement. Les Figures 3-3.b et 3-3.c présentent l'équipement complet nécessaire à la mise en place du moule.

(a)

(b)



(c)

(d)

Figure 3-3-Moule principal utilisé pour les essais

(a) Tuyau en PVC coupé en deux, (b) Équipement nécessaire à la mise en place des échantillons, (c) Moule complet avec ses dimensions (H =15 cm ; D = 5 cm), (d) Points de fuite de la solution

Un deuxième récipient métallique a été utilisé pour tester l'exposition à l'air ambiant durant une période de cure suivant le traitement et notamment l'influence du CO_2 atmosphérique. Pour l'échantillon traité sans exposition, le récipient sera complètement recouvert d'un papier aluminium comme illustré à la Figure 3-4.a. Pour l'échantillon exposé à l'air ambiant, la procédure suivante a été suivie : l'échantillon est mis en place dans le récipient métallique, qui est ensuite

démoulé après le traitement et déposé sur une grille de manière à exposer le haut et le bas à l'air ambiant (le bas de l'échantillon est perforé) (Figures 3-4.b et 3-4.c).

(a) (b) (c)

Figure 3-4-Moules utilisés pour tester l'effet de l'exposition à l'air ambiant

(a) Mise en place de l'échantillon non exposé à l'air ambiant, (b)Surface de l'échantillon exposé à l'air ambiant, (c)Partie inférieure de l'échantillon exposé à l'air ambiant (papier aluminium perforé)

3.2 Réactifs et réactions de calcification chimique

3.2.1 Réactifs

Pour la préparation de chacune des réactions de calcification chimique, les réactifs suivants ont été utilisés :

- Acétate de calcium obtenu par dissolution de coquilles d'œufs dans du vinaigre :
  - Coquille d'œuf : les coquilles d'œufs proviennent des résidus alimentaires. Elles ont été rincées, dépourvues de leur paroi interne, lavées et mises au four à 50°C pendant 2 jours pour séchage, puis broyées pour faciliter leur dissolution.
  - Vinaigre : de grade alimentaire de marque Allen, il possède une acidité de 10%.

- Bicarbonate de sodium ($NaHCO_3$) : de marque Arm & Hammer, il s'agit d'un bicarbonate de soude de grade alimentaire.
- Carbonate de sodium (Na_2CO_3) : de marque Arm & Hammer, il s'agit d'un carbonate de soude de grade ménager.
- Chlorure de calcium Dihydrate ($CaCl_2 . 2H_2O$) Le chlorure de calcium provient du fournisseur Fisher ($Réf: BP\ 510 - 500$).

3.2.2 Calcification chimique à partir d'acétate de calcium

3.2.2.1 Préparation de la solution d'acétate de calcium

La première réaction consiste à dissoudre les coquilles d'œufs dans le vinaigre afin d'obtenir une solution de calcium soluble. Lorsque cette réaction a lieu, un précipité de sel d'acétate de calcium se forme au fond du bécher, indiquant que les coquilles d'œufs sont en excès. On récupère alors la partie de l'acétate de calcium dissoute. L'équation 2-10 (page 34) régit l'obtention de l'acétate de calcium.

La deuxième étape consiste à calculer des quantités de chacun des réactifs. Un rapport en masse de 1 : 11,514 (1g de source de calcaire : pour 11,4 mL de vinaigre) pour la préparation de l'acétate a été retenu, et cela en se basant sur un calcul molaire comme suit :

1- *Calcul de la masse de $CaCO_3$ (Provenant des coquilles d'œufs)*

Dans notre cas, les calculs sont faits en considérant un pourcentage massique souhaité de 10% de calcite qui sera utilisé pour tous les échantillons de référence. Cette valeur a été choisie en prenant comme base la biocalcification pour laquelle le traitement se limite à une précipitation maximale de calcite de l'ordre de 12% de la masse de sol (Valeurs obtenues par Benoît St-Onge, 2016).

$m_{CaCO_3} = Masse\ de\ carbonate\ de\ calcium$ (g)

$m_{sol} = Masse\ de\ sol\ (g)$

$$m_{CaCO_3\ (g)} = 10\% * m_{sol}$$

2- Calcul du nombre de moles de $CaCO_3$

$n_{CaCO_3} = Nombre\ de\ mole\ de\ carbonate\ de\ calcium\ (mol)$
$M_{CaCO_3} = Masse\ molaire\ du\ carbonate\ de\ calcium\ (g.mol^{-1})$

$$n_{CaCO_3}(\text{mol}) = m_{CaCO_3} / M_{CaCO_3} = 10\% * m_{sol} / 100.086 = m_{sol} /1000{,}086$$

3- Calcul de la masse du vinaigre

$n_{CH_3COOH} = Nombre\ de\ mole\ d'acide\ acétique\ (mol)$
$m_{CH_3COOH} = Masse\ d'acide\ acétique\ (g)$
$M_{CH_3COOH} = Masse\ molaire\ d'acide\ acétique\ (g.mol^{-1})$

$$n_{CH_3COOH} = 2 * n_{CaCO_3} = 2 * m_{sol} /1000{,}086 = m_{sol} /500{,}043$$

$$\rightarrow m_{CH_3COOH}(\text{g}) = n_{CH_3COOH} * M_{CH_3COOH} = (2 * m_{sol} /1000{,}086) \times 60 = \mathbf{0{,}12} * m_{sol}$$

4- Calcul du volume du vinaigre

$V_{CH_3COOH} = Volume\ de\ vinaigre\ (L)$
$\rho_{CH_3COOH} = Masse\ volumique\ du\ vinaigre\ (\frac{g}{L})$

$$V_{CH_3COOH}\ (\text{L}) = m_{CH_3COOH} / \rho_{CH_3COOH} = m_{CH_3COOH} / 1010$$

Étant donné que le type de vinaigre utilisé est de concentration 10% (formé de 10% d'acide acétique), le volume de vinaigre calculé doit être multiplié par 10

→ V CH3COOH a ajouté (L) = $\mathbf{10} * m_{CH_3COOH} / 1010 = \mathbf{0{,}12} * m_{sol} / 101 = 0{,}0012 * m_{sol}$

<u>Finalement</u>: $m_{CaCO_3}\ (\text{g}) = 10\% * m_{sol}$ **;** $V_{CH_3COOH}\ (\text{L}) = 0{,}0012 * m_{sol}$

Les deux réactifs (Coquille d'œufs ($m_{CaCO_3}\ (\text{g}) = 10\% * m_{sol}$) et vinaigre ($V_{CH_3COOH}\ (\text{L}) = 0{,}0012 * m_{sol}$) doivent alors être mélangés l'un à l'autre pour donner lieu à la réaction avant de filtrer la solution

à l'aide d'un papier filtre et récupérer la partie soluble. Le volume d'acétate de calcium à récupérer pour traiter un échantillon est calculé de la manière suivante:

$n_{(CH_3COO)_2Ca}$ = Nombre de mole d'acétate de calcium (mol)

$m_{(CH_3COO)_2Ca}$ = Masse d'acétate de calcium (g)

$M_{(CH_3COO)_2Ca}$ = Masse molaire de l'acétate de calcium ($g.mol^{-1}$)

$V_{(CH_3COO)_2Ca}$ = Volume d'acétate de calcium

$\rho_{(CH_3COO)_2Ca}$ = Masse molaire de l'acétate de calcium (g/L)

$n_{(CH_3COO)_2Ca} = n_{CaCO3}$

→ $m_{(CH_3COO)_2Ca} = n_{CaCO3} * M_{(CH3COO)2Ca} = n_{CaCO3} * 158{,}17$

→ $V_{(CH_3COO)_2Ca} = m_{(CH3COO)_2Ca} / \rho_{(CH3COO)_2Ca} = n_{CaCO3} * 158{,}17 / 1500$

→ V récupéré = $10 * n_{CaCO3} * 158{,}17 / 1500 = 1{,}05\ n_{CaCO3}$ (le volume est multiplié par un facteur de 10 puisque le vinaigre contient 10% d'acide acétique)

Une application numérique est présentée ci-dessous. Pour la préparation de l'acétate de calcium destiné au traitement de deux échantillons, identifiés 1 et 2, dont les masses respectives sont de 210 g et 266 g:

- ➔ Masse du calcaire nécessaire : 21 g +26,7 g = 47,7 g ≈ 48 g
- ➔ Volume du vinaigre nécessaire : 240 ml + 317 ml = 557 ml

Cela implique un ratio calcaire/vinaigre de 1 :11,4 et les volumes d'acétate de calcium à récupérer pour traiter les échantillons 1 et 2 sont présentés dans le Tableau 3-3.

Tableau 3-3- Volume d'acétate de calcium à récupérer selon l'application numérique

Échantillon	**1**	**2**
n $(CH_3COO)_2Ca$	0,21 mol	0,267 mol
m $(CH_3COO)_2Ca$	33,2g	42,23g
V$(CH_3COO)_2Ca$	**220 ml**	**280 ml**

À noter que, comme la réaction entre le vinaigre et les coquilles est lente et qu'elle nécessite un temps de 36 heures pour atteindre l'équilibre, un agitateur a été utilisé pour l'accélérer et produire la solution d'acétate en 5 minutes.

3.2.2.2 Précipitation de la calcite

Pour mémoire, la précipitation de la calcite est régie par les équations 2-5 et 2-6 (page 31) :La différence entre les deux réactions est l'utilisation du bicarbonate de sodium aussi connu sous le nom de *« baking soda »*) dans l'une (équation 2-3), et le carbonate de sodium (aussi connu sous le nom de *« washing soda »*) dans l'autre (équation 2-4). Ces deux produits présentent une bonne biodégradabilité, cependant les applications de chacun diffèrent (application alimentaire pour le premier et application ménagère pour le second).

À noter que l'émission de CO_2 et H_2O de l'équation 2-5 est liée à l'instabilité du bicarbonate de calcium, qui est un sel acide existant uniquement à l'état aqueux. Celui-ci devrait être un produit de l'équation 3, mais il doit être stocké à une pression élevée de CO_2 et est instable sous conditions de pression atmosphérique. Il se transforme alors spontanément en carbonate de calcium avec une faible émission de CO_2 et de H_2O. En donnant un peu de temps à la réaction (temps de cure de 2 à 5 jours), le H_2O s'évapore et on obtient, comme pour l'équation 2-6, un carbonate de calcium.

Pour ce travail de recherche, la réaction à base de bicarbonate de sodium a été privilégiée pour les raisons suivantes (mais quelques essais ont tout de même été réalisés avec le carbonate de sodium) :

(1) Le prix du bicarbonate de sodium (46,20 $ CAD/25 Kg) est inférieur au carbonate de sodium (60 $CAD/25 Kg), ce qui est plus intéressant pour l'économie de la technique développée

(2) Le carbonate de sodium est un produit très irritant (dangereux en contact de la peau et des yeux).

En ce qui concerne les quantités de réactifs utilisées, elles ont été calculées en ayant comme but l'obtention d'un pourcentage massique à 10% de calcite, comme indiqué précédemment :

1- Calcul du nombre de moles de $NaHCO_3$

$n_{NaHCO_3} = Nombre\ de\ mol\ de\ bicarbonate\ de\ sodium\ (mol)$

$$n_{NaHCO_3} = n_{(CH_3COO)_2Ca}/2$$

$$\rightarrow n_{(CH_3COO)_2Ca} = \mathrm{n}CaCO_3$$

$$\rightarrow n_{NaHCO_3} = n_{CaCO_3}/2$$

2- Calcul de la masse de $NaHCO_3$

$$m_{NaHCO_3} = Masse\ de\ bicarbonate\ de\ sodium\ (g)$$
$$M_{NaHCO_3} = Masse\ molaire\ de\ bicarbonate\ de\ sodium\ (g.mol^{-1})$$

$$m_{NaHCO_3} = n_{NaHCO_3} * M_{NaHCO_3} = 84 * \mathrm{n}_{CaCO_3}/2$$

Finalement: $m_{NaHCO_3} = \mathbf{42} * \mathrm{n}_{CaCO_3}$

Les Tableaux 3-4 et 3-5 présentent les applications numériques pour les quantités de réactifs des échantillons 1 et 2 en utilisant l'acétate de calcium en tant que source de calcium et du bicarbonate de calcium ($NaHCO_3$) (Équation 3) ou du carbonate de calcium (Na_2CO_3) comme second réactif (Équation 4).

Tableau 3-4-Quantités des réactifs à utiliser pour les échantillons 1 et 2 en utilisant le bicarbonate de sodium et l'acétate de calcium en tant que réactifs

	Échantillon	
	1	**2**
m_{sol}	210 g	266,6 g
n_{CaCO_3}(mol)	0,21 mol	0,267 mol
m_{CH_3COOH}(g)	25,2 g	32 g
V $_{CH_3COOH}$ (L)	**240 ml**	**317 ml**
n $_{NaHCO_3}$	0,105 mol	0,1335 mol
m $_{NaHCO_3}$	**8,4 g**	**11,25 g**
$m_{sol+\ NaHCO_3}$	**227,6 g**	**289,1 g**

Tableau 3-5-Quantités des réactifs à utiliser pour les échantillons 1 et 2 en utilisant le carbonate de sodium et l'acétate de calcium en tant que réactifs

Échantillon	**1**	**2**
m_{sol}	210 g	266.6 g
n_{CaCO_3}(mol)	0,21 mol	0,267 mol
m_{CH_3COOH}(g)	25,2 g	32 g
V $_{CH_3COOH}$ (L)	**240 ml**	**317 ml**
n $_{Na_2CO_3}$	0.21 mol	0.267 mol
m $_{Na_2CO_3}$	**22,2 g**	**28,3 g**
$m_{sol+ Na_2CO_3}$	**232,2 g**	**294,9 g**

3.2.3 Calcification chimique à partir de chlorure de calcium

Comme pour la précipitation en utilisant l'acétate en tant que source de calcium, la précipitation en utilisant le chlorure de calcium en tant que source de calcium est régie par l'une ou l'autre des équations 2-1 et 2-2 (page 28) :

De même, les quantités de réactifs utilisées ont été calculées en ayant comme but l'obtention d'un pourcentage massique à 10% de calcite:

1- *Calcul de la masse de $CaCO_3$*

$$m_{CaCO_3}\,(g) = 10\% * m_{sol}$$

2- *Calcul du nombre molaire de $CaCO_3$*

$$n_{CaCO_3}(mol) = m_{CaCO_3} / M_{CaCO_3} = 10\% * m_{sol} / 100{,}086 = m_{sol}/1000{,}86$$

3- *Calcul du nombre de moesl de $CaCl_2$*

$$n_{CaCl_2} = Nombre\ de\ mole\ de\ chlorure\ de\ calcium\ (mol)$$

$$n_{CaCl_2} = n_{CaCO_3} = m_{sol}/1000{,}86$$

4- *Calcul de la masse de* $CaCl_2$

$m_{CaCl_2} = Masse\ de\ chlorure\ de\ calcium\ (g)$

$M_{CaCl_2} = Masse\ molaire\ de\ chlorure\ de\ calcium\ (g.mol^{-1})$

$$m_{CaCl_2} = n_{CaCl_2} \times M_{CaCl_2} = \frac{m_{sol}}{1000{,}86} \times 110{,}9 = 0{,}11 * m_{sol}$$

5- *Calcul du nombre de moles de* $NaHCO_3$

$$n_{NaHCO_3} = 2 * n_{CaCO_3} = 2 * \frac{m_{sol}}{1000{,}86} = m_{sol}/500.43$$

6- *Calcul de la masse de* $NaHCO_3$

$$m_{NaHCO_3} = n_{NaHCO_3} * M_{NaHCO_3} = 2 * \frac{m_{sol}}{1000{,}86} * 84 = 0{,}168 * m_{sol}$$

Les Tableaux 3-6 et 3-7 présentent les applications numériques pour les quantités de réactifs des échantillons 1 et 2 en utilisant le chlorure de calcium en tant que source de calcium et du bicarbonate de calcium ($NaHCO_3$) *(Équation 3) ou du carbonate de calcium* (Na_2CO_3) *comme second réactif (Équation 4).*

Tableau 3-6-Quantités des réactifs à utiliser pour les échantillons 1 et 2 en utilisant le bicarbonate de sodium et le chlorure de calcium en tant que réactifs

Échantillon	**1**	**2**
m_{sol}	210 g	266,6 g
m_{CaCl_2} (g)	25,2 g	29,5 g
n $NaHCO_3$	0,42 mol	0,534 mol
m $NaHCO_3$	**35,3 g**	**44,9 g**
$m_{sol+\ NaHCO_3}$	**245,3 g**	**311,5 g**

Tableau 3-7-Quantités des réactifs a utiliser pour les échantillons 1 et 2 en utilisant le carbonate de sodium et le chlorure de calcium en tant que réactifs

Échantillon	**1**	**2**
m_{sol}	210 g	266,6 g
m_{CaCl_2} (g)	25,2 g	29,5 g
n Na_2CO_3	0,21 mol	0,267 mol
m Na_2CO_3	**22,3 g**	**28,3 g**
$m_{sol+ Na_2CO_3}$	**232,3 g**	**294,9 g**

CHAPITRE 4 ARTICLE 1: ESSAI DE FAISABILITÉ D'UN TRAITEMENT DE CALCIFICATION CHIMIQUE DE CHAUSSÉES ROUTIÈRES

Cet article constitue une réponse au premier objectif fixé pour ce travail de recherche (OS1) : établir un protocole de calcification en utilisant l'acétate de calcium en tant que source de calcium soluble et déterminer les paramètres d'influence sur la réaction de calcification. Il a été soumis à la Revue Canadienne de Géotechnique le 29 juillet 2021.

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

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

4.1 Résumé

Cet article a pour but d'élaborer une technique de calcification chimique des sols granulaires et plus spécifiquement des sols formant la couche de fondation des chaussées. La calcification chimique repose sur la réaction entre une solution contenant les ions calcium (Ca^{2+}) et une solution contenant les ions carbonates (CO_3^{2-}) et elle vise la formation de précipitée de carbonate de calcium ($CaCO_3$) dans le but de créer des « ponts » entre les particules d'un sol. Dans cette étude, l'acétate de calcium sera utilisé en tant que source de calcium et le bicarbonate de sodium en tant que source de carbonates. Trois sols ont été utilisés pour la préparation des échantillons : de la poussière de pierre, de la pierre concassée et un mélange de sols reprenant la granulométrie de la limite inférieure d'un matériau classé MG-20 par le *Ministère des Transports du Québec* et utilisé pour la construction de la couche de fondation des chaussées. Deux échantillons de référence ont été préparés en premier et des variations ont par la suite été apportées dans le but d'évaluer l'influence de différents paramètres dont la température de cure, la concentration et l'état (solide ou soluble) des réactifs, ainsi que le pourcentage de particules fines du sol traité. Les résultats des essais de traitement, basés sur une observation et une caractérisation visuelle des échantillons traités, ont mis en évidence que : une certaine hétérogénéité (discontinuités) a été observée pour la majorité des échantillons traités, principalement à cause de l'absence de compactage des échantillons. Par ailleurs, une profondeur de traitement de sol calcifié limitée à un maximum de 8 centimètres a été observée, principalement à cause de l'instantanéité de la réaction, qui se déroule essentiellement à

la surface (l'infiltration de la solution étant lente). De plus, l'impact de l'exposition à l'air ambiant semble aussi affecter grandement la profondeur du traitement puisque la réaction s'accentue au contact avec l'air ambiant. Enfin, la nature calcaire du sol présente une alternative à la source de calcium utilisée, l'acétate de calcium, et pourra être prise en considération pour des études futures.

4.2 Abstract

The aim of this article is to develop a technique for the chemical calcification of granular soils and more specifically of soils forming the foundation layer of pavements. Chemical calcification is based on the reaction between a solution containing calcium ions (Ca^{2+}) and a solution containing carbonate ions (CO_3^{2-}) and it aims to form precipitates of calcium carbonate ($CaCO_3$) in order to create "bridges" between particles in a soil. In this study, calcium acetate will be used as a source of calcium and sodium bicarbonate as a source of carbonates. Three soils were used for the preparation of the samples: stone dust, crushed stone and a mixture of soils taking up the particle size of the lower limit of a material classified MG-20 by the Ministry of Transport of Quebec and used for the construction of the foundation layer of roadways. Two reference samples were prepared first, and variations were subsequently made in order to evaluate the influence of various parameters including the curing temperature, the concentration and the state (solid or soluble) of the reagents, as well as the percentage of fine particles in the treated soil. The results of the treatment tests, based on an observation and a visual characterization of the treated samples, showed that: A certain heterogeneity (discontinuities) was observed for most of the treated samples, mainly due to the absence of compaction some samples. Furthermore, a treatment depth of calcified soil limited to a maximum of 8 centimeters was observed, mainly because of the instantaneousness of the reaction, which takes place mainly at the surface (the infiltration of the solution being slow). In addition, the impact of exposure to ambient air also appears to greatly affect the depth of treatment since the reaction is accentuated upon contact with ambient air. Finally, the calcareous nature of the soil presents an alternative to the source of calcium used, calcium acetate, and may be taken into consideration for future studies.

4.3 Introduction

Les chaussées représentent l'un des éléments capitaux de l'économie du Québec, puisqu'elles assurent le déplacement des personnes et des marchandises. Cependant, compte tenu des conditions climatiques difficiles au Québec et de l'augmentation continue du parc automobile, elles nécessitent un entretien continu, ce qui implique des budgets en constante augmentation depuis 2016 (MTQ, 2020c). En ce qui concerne les chaussées non revêtues, le principal facteur de dégradation des chaussées est le phénomène d'érosion (Epps & Ehsan, 2002), qui implique la perte de particules fines (Addo, 1995) et l'augmentation de la taille des interstices entre les grains de sols, conduisant finalement à une plus grande mobilité des particules grossières exposées à l'action abrasive du trafic. Ce phénomène d'érosion est aussi renforcé par l'action du vent qui crée des forces de cisaillement excédant la résistance de cohésion du sol lui-même (Valenzuela et al., 2014). De leur côté, les chaussées revêtues font face aux problèmes de diminution de capacité portante ainsi que les problèmes de nids de poule. Pour remédier à ces problèmes, plusieurs méthodes de stabilisation routières sont mises en place de nos jours dont les méthodes physiques ou mécaniques (Afrin, 2017; Hilf, 1991), chimiques par liant hydraulique (ciment, chaux, cendres volantes, bitume, etc) (Broms, 1990; Sherwood, 1993; Winterkorn & Pamukcu, 1991) , biologiques ou même la combinaison de plusieurs d'entre elles. En plus de ces méthodes, l'épandage de sels de voiries/abat-poussières est aussi utilisé pour l'entretien du réseau québécois en visant le déglaçage en hiver et la rétention des particules fines en été (Saha & Ksaibati, 2020). Cependant malgré les avantages de l'utilisation des sels de voiries (faible coût et grande efficacité), ces produits présentent des impacts sur l'environnement (impacts sur l'eau de surface, les sols, la végétation ainsi que la faune) et sont donc considérés comme produits « toxiques » par la loi canadienne sur la protection de l'environnement (Environnement Canada, 1999). Compte tenu de ces éléments, le présent article vise le développement d'une méthode de traitement des chaussées qui permette d'allonger leur durée de vie et qui soit en même temps respectueuse de l'environnement et à un coût abordable : la calcification des sols de fondations routières. Le procédé consiste à mélanger le sol avec un réactif contenant des ions carbonates (CO_3^{2-}) et à ajouter une solution contenant des ions calcium (Ca^{2+}) de manière à créer un précipité de carbonate de calcium ($CaCO_3$). Ce précipité agit alors comme agent de liaison entre les particules d'un matériau granulaire. Dans cette étude, le bicarbonate de sodium sera utilisé en tant que source de carbonate et l'acétate de calcium en tant que source de calcium. Par ailleurs, dans un souci de réduction des coûts et de l'impact

environnemental de la technique, une méthode de préparation de l'acétate de calcium à partir de résidus de coquilles d'œufs est proposée.

L'article présente des essais de faisabilité de calcification chimique de matériaux granulaires représentatifs des fondations routières, ainsi qu'une étude des facteurs qui influencent la réaction (température, concentration et état des réactifs, nature du sol, granulométrie et exposition à l'air ambiant) dans le but de présenter des recommandations pour les études futures et la mise en œuvre de la technique à grande échelle.

4.4 Matériel

4.4.1 Sol utilisé pour les essais

Les sols utilisés pour la préparation des échantillons sont de la poussière de pierre, de la pierre concassée et un mélange de sol qui a été préparé en utilisant les particules recueillies par le tamisage des sols (poussière de pierre et pierre concassé) en reconstituant la courbe inférieure du matériau classé MG-20 par le *Ministère des Transports du Québec* selon la norme NQ 2560-114 et utilisé habituellement comme sol de fondation des routes. Les courbes granulométriques des 3 sols utilisés sont présentés à la Figure 4-1. Le choix d'un matériau de fondation plutôt que de sous-fondation repose sur l'importance de cette dernière pour la répartition des charges et l'importance du phénomène d'érosion qu'elle peut subir.

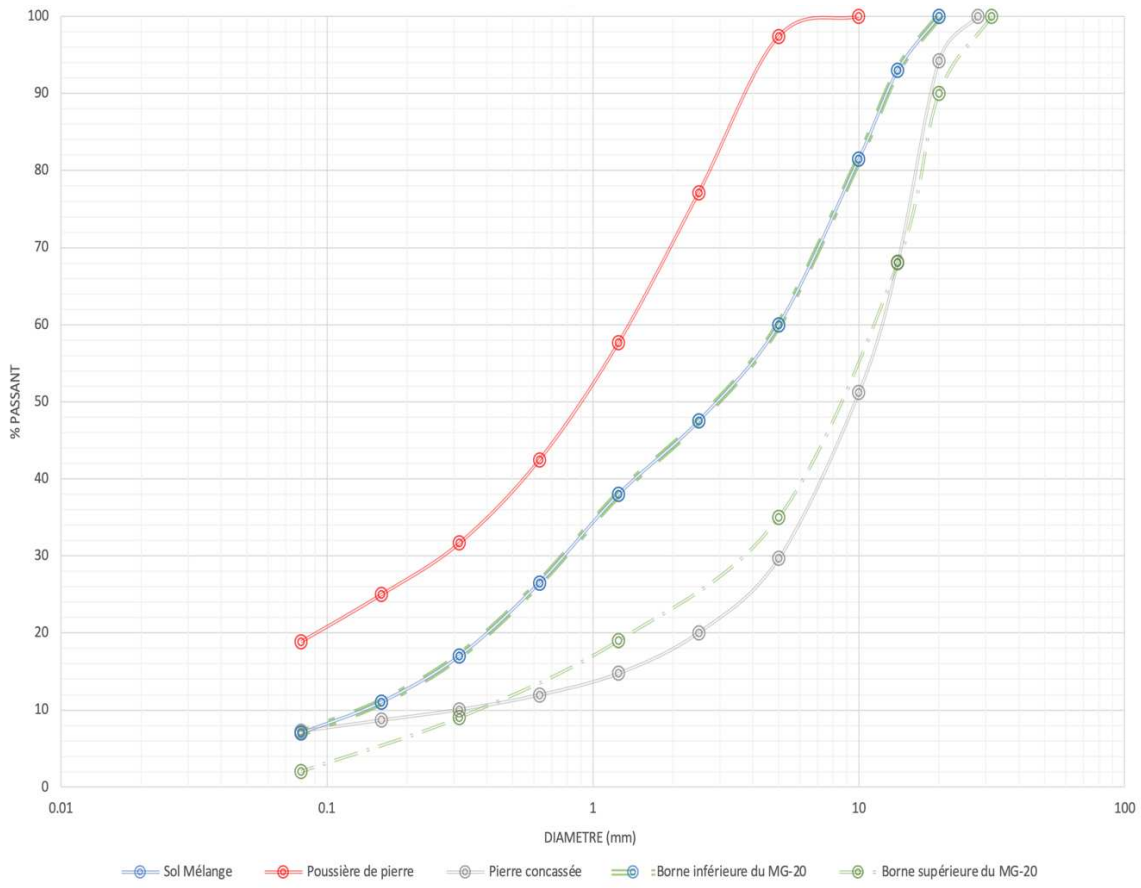


Figure 4-1-Courbes granulométriques des sols utilisés

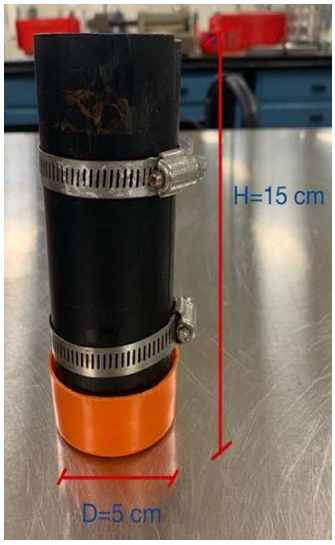
4.4.2 Moules utilisés

Le moule principal pour la préparation des échantillons est un tuyau en PVC (H= 15 cm; D= 5 cm) coupé en deux pour permettre le démoulage des échantillons à la suite du traitement (Figure 4-2.a). Les deux compartiments sont tenus par deux ceintures métalliques pour limiter les chemins préférentiels à la jonction entre les deux parties, tel qu'observé à la Figure 4-2.b.

À la base du tube, l'échantillon est retenu par un bouchon perforé pour permettre le drainage de la solution excédentaire, le cas échéant. Un papier filtre couvre également la face interne du bouchon pour éviter le lessivage des particules fines lors du traitement. L'équipement nécessaire à la mise en place du moule ainsi que ces dimensions sont présentés dans les Figures 4-2.c et 4-2.d.

(a)

(b)



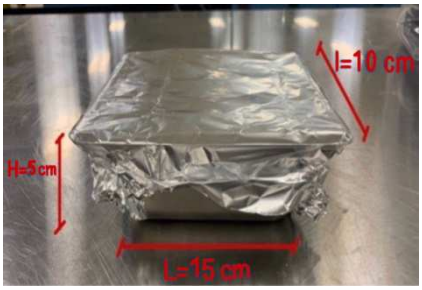
(c)

(d)

Figure 4-2-Moule principal des essais

(a) Tuyau en PVC coupé en deux, (b) Équipement nécessaire à la mise en place des échantillons, (c) Moule complet avec ses dimensions (H =15 cm ; D = 5 cm), (d) : Points de fuite de la solution

Un deuxième moule métallique à base rectangulaire (l=10 cm cm, L=15 cm et H=5 cm) a été utilisé pour tester l'exposition à l'air ambiant durant une période de cure à la suite du traitement. Pour l'échantillon traité sans exposition, le récipient sera complètement recouvert d'un papier aluminium comme illustré à la Figure 4-3.a. Pour l'échantillon exposé à l'air ambiant, la procédure suivante a été suivie : l'échantillon est mis en place dans le récipient métallique, qui est ensuite démoulé après le traitement et déposé sur une grille de manière à exposer le haut et le bas à l'air ambiant (le bas de l'échantillon est perforé) (Figures 4-3.b et 4-3.c).



(a)

(b)

(c)

Figure 4-3-Moules utilisés pour tester l'effet de l'exposition à l'air ambiant

(a) Mise en place de l'échantillon non exposé à l'air ambiant, (b)Surface de l'échantillon exposé à l'air ambiant, (c)Partie inférieure de l'échantillon exposé à l'air ambiant (papier aluminium perforé)

4.5 Méthode

4.5.1 Réaction de calcification

La réaction de calcification utilisée dans le cadre de la faisabilité du traitement des sols est la suivante :

$$2NaHCO_3 + (CH_3COO)_2Ca \rightarrow CaCO_3 + 2NaCH_3COO + CO_2 + H_2O$$

Les réactifs utilisés pour la mise en place de cette réaction sont le bicarbonate de sodium ($NaHCO_3$) en poudre, de grade alimentaire et de marque Arm & Hammer, et l'acétate de calcium

($(CH_3COO)_2Ca$), préparé à partir de coquilles d'œufs et de vinaigre dans un rapport massique de de 1 : 11,514 (coquille : vinaigre).

4.5.2 Essais de base guidant aux variations

Les essais de calcification ont débuté par la préparation de deux essais de base, destinés en premier lieu à vérifier l'efficacité de la réaction dans le sol. Par la suite, des essais complémentaires ont été réalisés afin de caractériser les facteurs qui affectent la réaction. Le facteur qui varie entre les deux échantillons est la température de cure qui selon la littérature joue un rôle primordial dans la précipitation de carbonate de calcium (taille et morphologie) : Pour des températures élevées (50°C ou plus) la taille des précipitations est plus importante qu'à basse température, en plus la précipitation de calcite est-elle formé dans une tranche de température de 40 à 50 °C (John L. Wray, 1957; Ogino, 1987): Pour tester l'effet de température, le premier a été mis au four à une température de 50°C, tandis que l'échantillon 2 a été gardé en température ambiante.

4.5.2.1 Préparation des échantillons

Les deux échantillons de base ont été préparés à partir du mélange de sols. Les masses respectives des échantillons (1) et (2) sont de 210 g et 266,6 g.

Les quantités de $NaHCO_3$ ajoutées à chacun des échantillons sont déterminées à partir des calculs molaires de la réaction chimique dans le but d'obtenir un pourcentage massique de calcite de 10% de la masse de sol. Cette valeur a été retenue en prenant comme référence la biocalcification des sols (procédé biologique de calcification), pour laquelle le taux de calcite se limite habituellement à 12% (St-Onge, 2016). Ainsi, une masse de 17,6 g de $NaHCO_3$ a été mélangée à l'échantillon **(1)** et une masse de 22,5 g à l'échantillon **(2)**. Le mélange a ensuite été mis en place dans le moule cylindrique. Suite à cette opération, la solution d'acétate de calcium a été ajoutée par déversement à l'aide d'un bécher à la surface des échantillons (220 mL et 280 mL, respectivement pour les échantillons 1 et 2).

4.5.2.2 Analyse des résultats obtenus

Plusieurs observations ont été tiré lors de l'application du traitement :

- formation instantanée d'une mousse abondante à la surface de l'échantillon dû à la réaction entre l'acétate de calcium et au mélange de sols + carbonate de sodium, avec notamment un débordement de la solution,
- infiltration très lente de la solution dans le sol mise en évidence par la stagnation de la solution à la surface lors de l'application (un déversement en plusieurs étapes a été nécessaire).

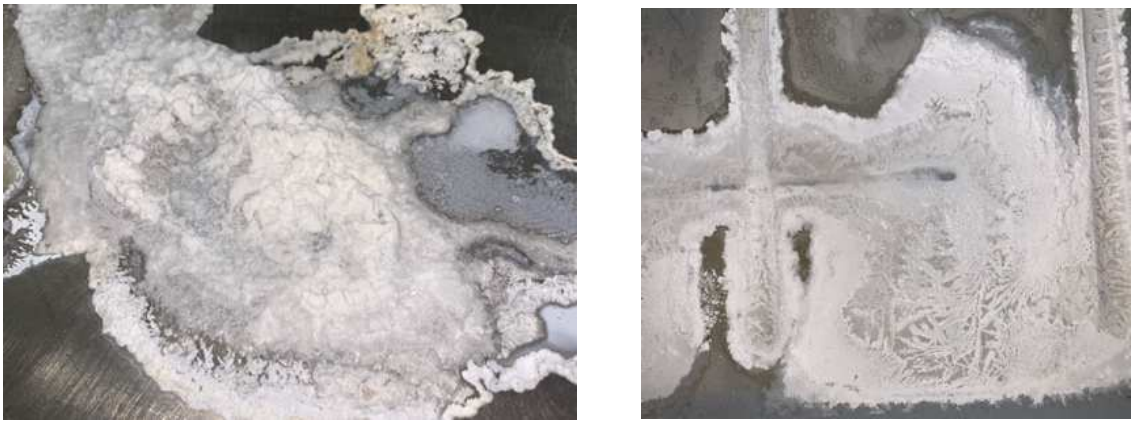
Pour l'échantillon mis au four (à 50° C) pendant 48 heures (échantillon 1) (Figure 4-4.a), on remarque qu'un précipité se forme à la surface du sol. Aucune précipitation ne semble avoir eu lieu à l'intérieur de la couche de sol. Cela pourrait être dû au fait que la réaction est instantanée et avance du haut vers le bas, ce qui ne permet pas la précipitation en profondeur à la suite de l'ajout d'acétate de calcium. De plus, une grande quantité de précipités a été observée à la surface de l'échantillon, résultat de leur expulsion par la mousse en formation.

L'échantillon 2 a, quant à lui, bénéficié d'un temps de séchage plus important (72 heures) à cause de la faible température de cure et les deux parties du moule ont été désolidarisées de manière à faciliter le séchage à l'intérieur de l'échantillon (Figure 4-4.b). Lors du démoulage, une couche importante de précipités est apparue le long de l'échantillon, au niveau de l'ouverture du moule, et du haut de l'échantillon, tous deux exposés à l'air ambiant (Figure 4-4.c). De plus, comme pour l'échantillon 1, une grande quantité de précipités a été expulsée en dehors de l'échantillon et des précipités ont même été recueillis dans les récipients qui accueillaient les échantillons (Figure 4-5).

(a) (b) (c)

Figure 4-4-Résultats des échantillons 1 et 2

(a) Échantillon 1 à la suite du démoulage, (b) Ouverture apportée au moule de l'échantillon 2, (c) Formation de précipités au niveau des ouvertures (échantillon 2)



(a) (b)

Figure 4-5- Précipités récupérés sous les échantillons 1 et 2

(a) Précipités formés sous l'échantillon mis au four à $T = 50° C$ (Échantillon 1), (b) Précipités formés sous l'échantillon mis en cure à température ambiante (Échantillon 2)

Suite aux différents essais, les remarques suivantes ont été tirées :

- la température affecte la forme et la taille des précipités. Les précipités observés pour l'échantillon 1 étaient en effet de plus grande taille que les précipités de l'échantillon 2. Ainsi, plus la température est importante plus la taille des formations semble grande,
- l'infiltration de la solution de calcium est très lente, principalement à cause de la granulométrie du mélange de sols composé d'un pourcentage de particules fines élevé,
- l'exposition à l'air ambiant semble affecter considérablement la réaction, en concentrant le phénomène de précipitation.

4.5.3 Séries de traitement et variations

Sur la base des premières observations sur les échantillons 1 et 2, plusieurs séries de traitement ont été réalisées dans le but d'étudier l'influence de différents paramètres. Chacune des séries de traitement comprend plusieurs variations de paramètres comme la concentration des réactifs, la température ou la taille des particules. Ces séries sont notées , S_{x-y} où x représente le mode d'application du traitement et y représente un changement dans les concentrations, la température ou la taille des particules utilisées, tel que détaillé ci-après :

S_0 : Utilisation de l'acétate de calcium comme source d'ions Ca^{2+}. Pour les échantillons testés dans cette série, une solution d'acétate de calcium est déversée sur un échantillon de mélange de sols auquel a été ajouté préalablement du $NaHCO_3$ solide (0,08 g/g de sol). Les échantillons sont ensuite mis au four à 50°C.

S_1 : Prise en considération de la nature calcaire du sol. Dans le cas d'un sol calcaire, l'application d'une solution de vinaigre sur le sol conduit à la dissolution de la surface des grains et à l'émission d'ions Ca^{2+} dans la solution, qui peut alors réagir avec le bicarbonate de sodium préalablement mélangé au sol. On cherche ainsi, dans cette série, à dissoudre puis précipiter le sol de nature calcaire. Ce dernier constitue dans ce cas la source de calcium se substituant à l'utilisation des coquilles d'œufs dans la préparation de l'acétate de calcium. L'idée générale de ce traitement réside

dans la localisation des précipités. En effet, il est attendu que les précipités se forment préférentiellement au contact entre les grains, où l'eau réside plus longtemps par phénomène de capillarité, ce qui crée une cohésion entre les grains et améliore ainsi leur résistance au cisaillement.

S_2: Effet de l'exposition à l'air ambiant. Comme les essais de base ont montré que le contact avec l'air ambiant influence le phénomène de précipitation, des essais ont été réalisés avec des échantillons de plus grande taille (H=5 cm; L=15 cm; l=10 cm), soumis ou non à un contact avec l'air ambiant. En ce qui concerne la méthode utilisée, elle est semblable à celle utilisée pour la préparation des échantillons de la série S_0.

Finalement, pour les séries S_0 et S_1, des variations ont été réalisées dans le but d'analyser les facteurs suivants :

- effet de la température,
- effet de la diminution et de l'augmentation du pourcentage de particules fines en utilisant les sols de pierre concassé et de poussière de pierre,
- effet de l'augmentation de la concentration des réactifs.

Ces variations sont présentées ci-après, en commencent par le mode d'application et l'explication du facteur analysé. Il est à noter que les calculs des réactifs sont identiques à ceux utilisés pour la préparation des échantillons de référence :

Variations apportées à la série S_0:

S_{0-1} : Bicarbonate à l'état soluble : Les échantillons traités ont été obtenus par déversement de deux solutions d'acétate et de bicarbonate de sodium simultanément dans l'échantillon de sol, puis mis au four à une température de 50°C durant 72 heures. La solution d'acétate est identique à celle utilisée pour les échantillons de référence, alors que la solution de bicarbonate de sodium a été obtenue par dissolution de 28 de bicarbonate de sodium dans 200 ml d'eau distillée. Le but ici est de permettre à une quantité plus importante de bicarbonate de sodium de réagir avec l'acétate déversé. Ce raisonnement est basé sur le fait que la réaction se fait toujours instantanément à la surface et donc la solution d'acétate n'a pas le temps de s'infiltrer et réagir avec des quantités plus éloignées de $NaHCO_3$ déjà mélangées avec le sol. Ce traitement ne vise pas forcément une plus

grande pénétration dans l'échantillon, mais vise la formation d'une plus grande quantité de précipités

S_{0-2}: Augmentation de la concentration des réactifs: Dans cette variation, les concentrations des réactifs sont doublées (en visant 20% de précipitation de calcite au lieu de 10%), c'est-à-dire que le bicarbonate de sodium a été mélangé avec le sol dans un ratio de 0,16 g/g de sol et qu'un ratio de 2,08 ml/g de solution de calcium a été déversé à la surface des échantillons. Le but ici étant l'augmentation de la quantité de précipitée, en visant la création de plus de lien entre les particules de sols.

S_{0-3}: Formation de l'acétate dans le sol pour favoriser la formation de précipités entre les particules : Dans cette variation, des coquilles d'œufs broyées sont ajoutées directement dans le sol (10% de la masse de l'échantillon), en plus du bicarbonate de sodium. Du vinaigre est ensuite déversé à la surface de l'échantillon. Le but ici de former l'acétate de calcium dans le sol afin de faciliter la précipitation à une plus grande profondeur.

S_{0-4}: Diminution du pourcentage de particules fines : Le sol traité est différent dans cette variation; il s'agit de la pierre concassée, en remplacement du mélange de sols (la principale différence entre les deux étant la taille des particules influençant ainsi la perméabilité). Le but ici est de faciliter l'infiltration de la solution dans le sol et donc d'augmenter l'épaisseur de la couche calcifiée.

$S_{0-1,4}$: Diminution du pourcentage de particules fines ainsi que l'utilisation du bicarbonate à l'état soluble : Dans cette variation, les deux solutions d'acétate de calcium et de bicarbonate de sodium sont appliquées simultanément sur un échantillon pierre concassée. Comme pour les échantillons S_0^1 et S_0^4, le but ici est la maximisation de l'infiltration de la solution pour obtenir des formations à des profondeurs plus élevées.

S_{0-5}: Augmentation du pourcentage de particules fines : Dans cette variation, l'acétate est appliqué sur un échantillon de sol poussière de pierre mélangée préalablement avec le bicarbonate de sodium. Comme la poussière de pierre est formée d'un pourcentage plus important de particule fine, le but ici étant de profiter de l'accentuation de la réaction au niveau des particules fines qui facilite la création de liens entre elles.

$S_{0-2,5}$: Concentration en réactifs. Pour cette variation, deux facteurs ont été testés: l'augmentation de la concentration des réactifs en visant une précipitation de 20% de calcite, ainsi que

l'augmentation du pourcentage de particules fines en remplaçant le mélange de sols par la poussière de pierre. Elle rassemble donc les effets visés dans les variations S_0^2 et S_0^5, l'objectif étant l'augmentation de la profondeur du traitement.

S_{0-6}: Variation de la température de traitement : Finalement, des essais complémentaires ont été réalisés avec mise en cure des échantillons traités à température ambiante (environ 25 °C). Comme la température affecte la taille des précipitations, le but ici est de pouvoir justifier cette hypothèse et analyser son effet sur le traitement de calcification.

Variations apportées à la série S_1 :

S_{1-1} : Bicarbonate à l'état soluble : Dans cette variation, les deux solutions de vinaigre et de bicarbonate de sodium sont déversées simultanément dans l'échantillon de sol, puis celui-ci est mis au four à une température de 50°C. L'effet recherché est identique à celui de la variation S_0^1, la différence réside simplement dans l'utilisation du vinaigre en remplacement de l'acétate de sodium.

S_{1-4}: Diminution du pourcentage de particules fines : Dans cette variation, le vinaigre est déversé sur un échantillon de pierre concassée préalablement mélangée avec le bicarbonate de sodium. Comme pour la variation S_0^4, le but ici est de faciliter l'infiltration de la solution dans le sol.

S_{1-6}: Variation de la température de traitement : Cette fois, les échantillons sont mis en cure à une température ambiante, dans le même but que pour la variation S_0^6, mais avec des réactifs différents.

Les séries de traitement et leurs variations et les paramètres étudiés sont synthétisés dans la Figure 4-6.

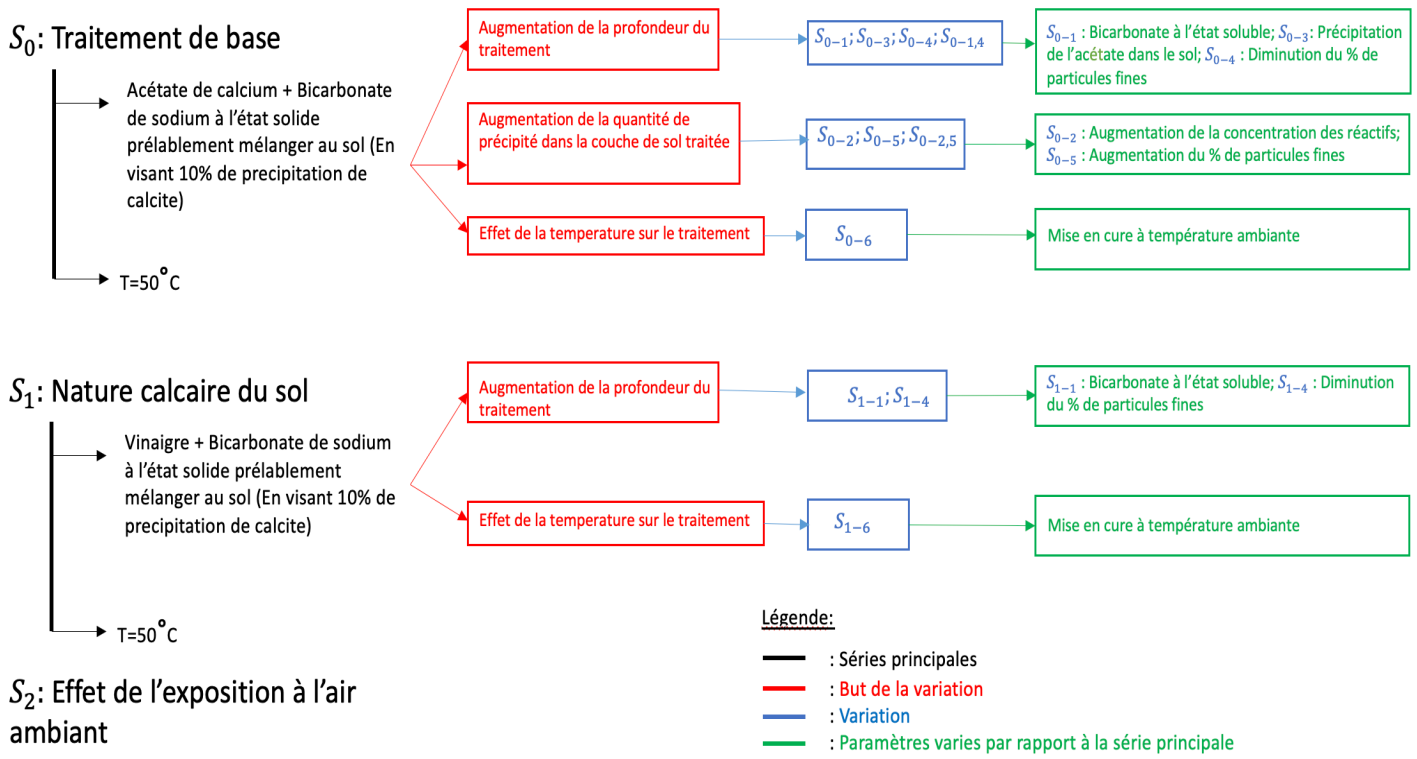


Figure 4-6-Séries principales et variations apportées au traitement

4.6 Observation et résultats

4.6.1 Observation lors de la préparation des échantillons

Pour tous les échantillons traités par l'acétate de calcium avec le mélange de sols (toutes les variations de la série S_0), on remarque la formation d'une mousse importante instantanée à la surface des échantillons (Figure 4-7), produit de la réaction entre l'acétate et le bicarbonate de calcium. Par ailleurs, l'infiltration de la solution est très lente à cause du pourcentage élevé de particules fines dans le mélange de sols. Cette même observation est présente pour les échantillons de poussière de pierre. En contrepartie, pour les échantillons de sol de pierre concassée, l'infiltration se fait plus rapidement à cause du faible pourcentage de particules fines, ce qui favorise la pénétration du front de précipitation.

En ce qui concerne les échantillons traités avec le vinaigre au lieu de l'acétate (Série S_1), la formation de mousse indiquant l'intensité de la réaction est aussi observable, mais avec une

intensité moins importante. Cette observation pourrait être attribuable à la pureté du sol calcaire, qui n'est pas uniquement composé de calcite, contrairement aux coquilles d'œufs.

Figure 4-7- Formation de mousse instantanée pour les échantillons traités avec l'acétate de calcium et le bicarbonate de sodium

4.6.2 Résultats

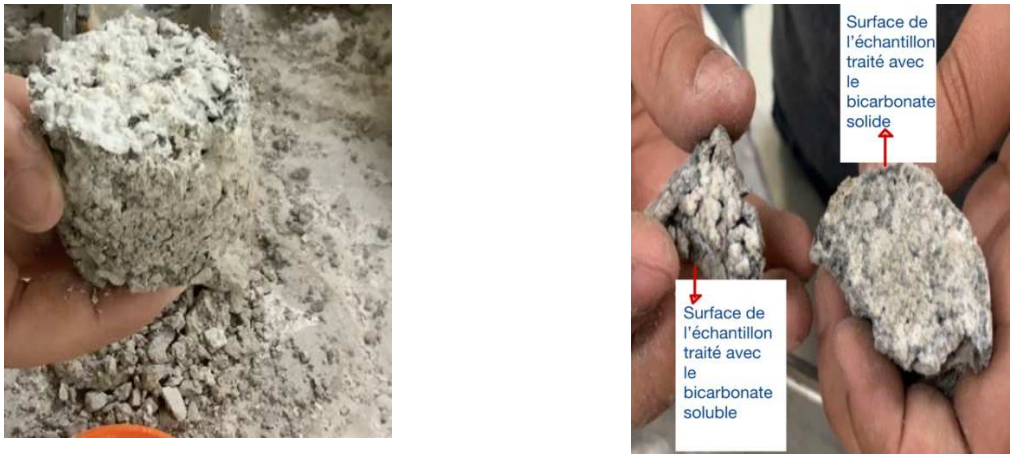
- *S_0 : Application d'une solution d'acétate de calcium sur le sol préalablement mélangé avec le bicarbonate de sodium, puis cure au four à 50˚C durant 2 jours, 3 échantillons.*

Pour la série S_0, la formation d'une couche mince de sol calcifié à la surface de l'échantillon est observée. La formation de précipitée est n'est pas homogène et la profondeur atteinte par le traitement est limitée (3 cm de sol calcifié). Une migration des fines particules vers le bas a été observée, vraisemblablement à cause de l'absence de compactage des échantillons.

À la suite du démoulage des échantillons, une petite quantité d'eau (100 mL) a été déversée sur le haut des échantillons dans le but d'évaluer leur caractère perméable et la stabilité des précipités formés après mouillage. L'infiltration de l'eau à travers la couche calcifiée est rapide, cependant cela a causé le détachement de cette couche du reste du sol, indiquant qu'aucune autre précipitation n'a eu lieu dans le sol sous-jacent.

- S_{0-1}: *Application des solutions d'acétate de calcium et de bicarbonate de sodium(à l'état soluble) sur le mélange de sols, T=50°C, 3 échantillons.*

Pour les échantillons S_{0-1}, une formation d'une couche de 5 cm de sol calcifié est observable (Figure 4-8.a). Une profondeur plus importante de sol calcifié a été atteinte, cependant une manipulation sommaire des échantillons mets en évidence que la rigidité de la couche calcifiée est moins importante que pour les échantillons traités avec le bicarbonate à l'état solide (S_0) Cela se traduit par une surface rugueuse pour les échantillons avec bicarbonate solide et une surface moins résistante pour les échantillons avec le carbonate soluble. À la suite de l'application de l'eau, la partie calcifiée a perdu une grande partie de sa résistance au contraire des échantillons de référence S_0 (Figure 4-8.b).



(a) (b)

Figure 4-8- Échantillons traités par le bicarbonate soluble et comparaison des surfaces

(a) : Formation d'une couche de 5 cm de sol calcifié à la surface

(b) : Comparaison de la surface des échantillons traiter par le bicarbonate solide et soluble

- S_{0-2}*: Acétate de calcium + bicarbonate de sodium à* ***l'état solide*** *appliqué sur le mélange de sols en doublant la concentration des réactifs, T=50 °C, 1 échantillon.*

Comme pour les échantillons S_0, une migration vers le bas des particules fines a été observée conduisant à la non-homogénéité de l'échantillon (Figure 4-9). En ce qui concerne la précipitation,

une grande quantité de précipités s'est formée à la surface, cependant aucune liaison n'a été observée entre les particules de sol et ces dernières sont facilement détachables de la surface.

Figure 4-9- Cavités entre les grains plus grossiers illustrant la migration des fines particules et l'hétérogénéité des échantillons traités

- S_{0-3}*: Acétate de calcium formé dans le sol (en ajoutant la poudre de coquilles d'œufs au sol et au bicarbonate de sodium à l'état solide et en déversant le vinaigre à la surface de l'échantillon), T=50 ˚C, 1 échantillon.*

Pour l'échantillon qui a été traité en formant l'acétate de calcium dans le sol, on remarque une calcification sur toute la hauteur de l'échantillon (8 cm) et non uniquement à sa surface, comme c'était le cas pour les échantillons de référence (série S_0). Cependant, suite au déversement de 200 ml d'eau à la surface de l'échantillon, la couche calcifiée perd quelques précipités (liaisons entre les grains) et donc partie de sa rigidité (Figures 4-10.a et 4-10.b).

(a)

(b)

Figure 4-10- Résultats de l'échantillon traité par application de vinaigre sur un échantillon mélangé à des coquilles d'œufs

(a) : Calcification jusqu'à une profondeur de 8 cm

(b) : Altération de la surface suite à l'application d'eau après traitement

- *S_{0-4}: Acétate de calcium ajouté au mélange de bicarbonate de sodium(à l'état solide) et du sol de pierre concassée, T=50 ˚C, 3 échantillons.*

Une discontinuité granulométrique importante apparaît, avec une migration des particules fines vers le bas (Figures 4-11.a et 4-11.b), causant ainsi une non-homogénéité du sol traité avec la formation de précipités aux endroits où ce sont agglomérées les particules fines (Figure 4-11.c). En ce qui concerne la surface calcifiée, elle a aussi perdu une bonne partie de sa rigidité à la suite du déversement de l'eau, ce qui se traduit par l'instabilité des liaisons créées à cause de l'absence de particules fines dans cette partie de l'échantillon.

(a) (b) (c)

Figure 4-11- Résultats des échantillons de pierre concassée traités

(a) : Face contenant les particules fines – Migration des particules fines

(b) : Surface à moitié calcifiée (partie contenant les particules fines)

(c) : Face dépourvue de particules fines

- $S_{0-1,4}$*: Application des solutions d'acétate de calcium et de bicarbonate de sodium(à l'état soluble) sur un sol de pierre concassée, T=50 ˚C), 1 échantillon.*

Un échantillon de pierre concassée a été traité avec le bicarbonate à l'état soluble pour maximiser l'infiltration et la formation de précipités dans le sol. Comme pour les autres échantillons (S_{0-4}), deux granulométries distinctes de sol ont été observées (Figure 4-12). Une couche supérieure dépourvue de particules fines et une partie inférieure regroupant les particules fines. De plus, une petite quantité de précipités s'est formé à la surface, cependant vu l'absence de particules fines, les liaisons crées n'ont aucune résistance à l'humidification (par déversement d'eau à la surface à la suite du démoulage) et même au raclage de la surface (en utilisant une spatule métallique).

Figure 4-12- Discontinuité granulométrique de l'échantillon de pierre concassé en utilisant le bicarbonate à l'état soluble

- S_{0-5}*: Acétate de calcium ajouté au mélange de bicarbonate de sodium(à l'état solide) et du sol de poussière de pierre, T=50 ˚C,1 échantillon.*

Les résultats de ces échantillons sont proches des échantillons de référence S_0, avec une couche de précipités essentiellement en surface. La différence réside cependant dans l'apparition de liaisons entre les particules de sols dans la partie inférieure de l'échantillon (Figure 4-13). Le problème d'homogénéité est toujours présent, même avec l'augmentation du pourcentage de particules fines. L'absence de compactage semble donc être la cause de ces discontinuités.

Figure 4-13-Formation de précipitation dans la partie inférieure de l'échantillon à cause de la présence de particules fines

- $S_{0-2,5}$*: Acétate de calcium ajouté au mélange de bicarbonate de sodium (à l'état solide) et du sol de poussière de pierre en doublant la concentration des réactifs, T=50 ˚C, 1 échantillon.*

Pour l'échantillon de poussière de pierre, une quantité importante de précipités s'est formée à la surface et les liaisons créées entre les particules ne sont observables que jusqu'à une profondeur limitée (1 cm de sol calcifié) (Figure 4-14). D'autre part, en raclant la surface avec une spatule métallique, les précipités se détachent facilement. Cela est dû en grande partie à la vitesse de la réaction et à la faible perméabilité de l'échantillon, qui causent le déclenchement de la réaction à la surface.

Figure 4-14-Formation d'une couche de précipitation à la surface (1 cm de sol calcifié)

- S_{0-6}*: Acétate de calcium ajouté au mélange de bicarbonate de sodium (à l'état solide) et du mélange de sols, T= Température ambiante, 2 échantillons.*

Pour les échantillons mis en cure à température ambiante, une couche de 3 cm de précipités s'est formée à la surface. Cependant, en comparant ces résultats avec ceux mis au four à 50°C, on remarque que la taille des précipités est moins importante, cela se traduisant par une réduction de la résistance des liaisons créées entre les particules de sol. De plus, à la suite du déversement d'une très petite quantité d'eau sur les échantillons, les liens créés par les précipités se sont cassés et l'effondrement des échantillons a été observé.

- *S_1 : Remplacement de la solution d'acétate par le vinaigre seulement qui sera ajouté au bicarbonate de sodium solide additionné au mélange de sols.*

Pour les échantillons traités avec le vinaigre au lieu de l'acétate, les résultats présentent la formation de précipités dans la moitié supérieure de l'échantillon, avec la création de liens entre les particules (Figure 4-15.a). De plus, la surface de l'échantillon présente une texture plutôt rugueuse (Figure 4-15.b). En contrepartie, la profondeur de traitement atteinte n'est pas suffisante, cela pouvant être dû à la quantité de calcium dissoute dans le sol, qui semble être la limite de la réaction dans ce cas. Suite à l'humidification des échantillons, la partie supérieure (calcifiée) s'est détachée de la partie inférieure qui ne comporte aucune formation, mais les liens entre les particules calcifiées ont été conservés (Figure 4-15.c).

(a) (b) (c)

Figure 4-15-Résultats des échantillons traités par le vinaigre et le bicarbonate à l'état solide

(a) : Formation de précipités dans la partie supérieure de l'échantillon

(b) : Texture rocheuse de la surface des échantillons traités par le vinaigre et le bicarbonate à l'état solide

(c) : Préservation de liens entre les particules de sols calcifiés suite à l'humidification des échantillons

- *S_{1-1} : Remplacement de la solution d'acétate par le vinaigre et déversement de la solution de bicarbonate à l'**état soluble** au **mélange de sols**, T=50° C, 1 échantillon.*

Pour les échantillons traités avec le bicarbonate à l'état soluble, une petite quantité de précipités s'est formée à la surface, mais les liens entre les particules de sols sont totalement absents (Figure 4-16.a). De plus, la formation de précipités sur les ouvertures du bouchon au fond de l'échantillon a été observée à cause de son exposition à l'air ambiant (Figure 4-16.b).

(a) (b)

Figure 4-16-Résultats de l'échantillon traité par le vinaigre et le bicarbonate à l'état soluble

(a) : Formation d'une petite quantité de précipitation à la surface sans la création de liens entre les particules

(b) : Formation de précipiter sur les ouvertures du bouchon au fond de l'échantillon

- *S_{1-4}: Remplacement de la solution d'acétate par le vinaigre ajouté au bicarbonate de sodium **solide** préalablement additionné à un échantillon de **pierre concassée**, T=50°C, 2 échantillons.*

Comme pour les échantillons de pierre concassée traités avec l'acétate (S_{0-4}) l'apparition de deux parties du sol de granulométrie très distincte a été observée: la première partie (la moitié droite) (Figure 4-17.a) est constituée en grande proportion de particules grossières avec assez de vides, alors que la deuxième partie (la moitié gauche) est constituée en majorité de particules grossières (Figure 4-17.b). Cependant, une petite couche de sol précipité s'est formée dans la partie

supérieure droite de l'échantillon (Figure 4-17.c). D'autre part, l'infiltration de l'eau à travers la couche de précipitation est rapide indiquant un bon drainage du sol à la suite du traitement.

(a) (b) (c)

Figure 4-17-Résultats des échantillons traités par le vinaigre et le bicarbonate à l'état solide en utilisant le sol de pierre concassée

(a) : Face comportant les particules fines

(b) : Face dépourvue de particules fines (causant l'absence de lien entre les particules)

(c) : Formation d'une couche de sol calcifié dans la partie contenant les particules fines

- S_{1-6} *: Remplacement de la solution d'acétate par le vinaigre ajouté au bicarbonate solide préalablement additionné au* ***mélange de sols****, T= Température ambiante, 1 échantillon.*

Les observations pour ces échantillons sont similaires aux échantillons (S_{0-6}) avec des formations à la surface du sol, mais une rupture des liens entre les particules suite au déversement de 100 ml d'eau sur l'échantillon.

- S_2 *: Effet de l'exposition à l'air ambiant*

Pour l'échantillon exposé à l'air ambiant, on remarque la formation de précipitée à la surface et sur le papier aluminium perforé à la base de l'échantillon (Figure 4-18.a). Cependant, aucune formation de précipités n'a eu lieu pour l'échantillon non exposé (Figure 4-18.b). Cette série d'essais confirme donc les observations faites au démoulage des échantillons cylindrique et l'effet du contact avec l'atmosphère sur la précipitation de carbonate de calcium. Deux phénomènes peuvent ainsi contribuer à la formation de précipités en surface : l'influence du CO_2 atmosphérique dans

l’équilibre calco-carbonique et l’évaporation de l’eau à la surface de l’échantillon conduisant à une sursaturation du milieu et à l’augmentation locale de la précipitation.

(a) (b)

Figure 4-18- Résultats des échantillons exposés ou non à l'air ambiant

(a) : Surface de l’échantillon exposé à l’air ambiant

(b) : Surface de l’échantillon non exposé à l’air ambiant

4.7 Conclusions et recommandations

4.7.1 Conclusion

La calcification des sols à partir d’acétate de calcium et de bicarbonate de sodium présente une alternative intéressante à l’amélioration des chaussées. Les séries d’essais réalisées dans le cadre de cette étude ont démontré la faisabilité de la réaction dans les sols, même si des problèmes d’homogénéité subsistent. Pour atténuer ces derniers, il est possible d’augmenter le pourcentage de fines particules, ce qui a pour effet de limiter leur déplacement dans la matrice grossière. Cette opération implique cependant une diminution de la profondeur du front de précipitation dans le sol. L’utilisation du bicarbonate de sodium à l’état soluble permet l’augmentation de la profondeur de traitement, mais peut induire un lessivage des particules fines.

En ce qui concerne la perméabilité, les essais d'infiltration d'eau post-traitement ont montré que les pores des échantillons n'étaient pas totalement colmatés par le carbonate de calcium et qu'ils conservent donc leur caractère drainant, essentiel au bon fonctionnement des chaussées. Cependant, les précipités formés à température ambiante semblent être affectés par le mouillage, ce qui pourrait limiter l'efficacité de la technique à long terme, après infiltration d'eau dans la chaussée.

La nature calcaire du sol pourrait aussi présenter une alternative se substituant à l'acétate de calcium pour le traitement. Pour les sols non calcaires, l'ajout d'autres sources de calcium comme les coquilles d'œufs pourrait conduire à un résultat similaire.

Finalement, l'exposition à l'air ambiant affecte grandement la réaction et favorise la formation de précipités à la surface des échantillons.

4.7.2 Recommandations

En se basant sur les essais présentés ci-dessus, et dans le but d'améliorer la profondeur de traitement et la stabilité des liaisons, les recommandations suivantes sont présentées :

- le compactage du sol est essentiel et pourrait être la solution aux discontinuités observées,
- comme l'effet de l'exposition à l'air ambiant cause le déclenchement et l'avancement de la réaction juste à la surface, l'application, du traitement sur un plus grand nombre de couches (des couches de 3 à 5 cm) permettrait d'atteindre une plus grande profondeur de sol calcifié.
- la variation de la température serait aussi un point important à prendre en considération, puisque les liaisons créées à température ambiante sont instables en cas de réhumidification. Une température de 40°C est présentée par (Ogino, 1987) comme la température idéale pour la formation de calcite, qui est la forme la plus stable du carbonate de calcium. La mise en œuvre du procédé sur chantier nécessiterait toutefois l'application de chaleur à la surface du sol traité.

CHAPITRE 5 RÉSULTATS COMPLÉMENTAIRES

Cette étude vise à l'élaboration d'un protocole de calcification chimique des sols granulaires en utilisant l'acétate de calcium en tant que source de calcium, ainsi que l'étude de la faisabilité de ce dernier sur un matériau de fondation des chaussées. Cet objectif a été couvert à travers l'article du chapitre 4, en présentant des essais de base ainsi qu'une étude des facteurs d'influence sur le traitement (température, concentration et états (solide ou soluble) des réactifs, ainsi que la nature et granulométrie du sol). Toutefois, l'acétate de calcium n'est pas le sel de voirie le plus répandu, notamment à cause de son prix. En répondant à l'OS 2 de ce travail de recherche, la présente section aura donc pour but la présentation d'une réaction de calcification à partir du chlorure de calcium ($CaCl_2$), deuxième sel de voiries le plus répandu au Québec. De plus, le remplacement du bicarbonate de sodium ($NaHCO_3$) par le carbonate de sodium (Na_2CO_3) sera aussi étudié à travers la présentation d'un échantillon traité par le chlorure de calcium et le carbonate de sodium en changeant le mode d'application.

5.1 Traitement de calcification chimique en utilisant le chlorure de calcium ($CaCl_2$) (source de calcium) et le bicarbonate de sodium ($NaHCO_3$)(source de carbonate)

Au Canada et plus spécifiquement au Québec, l'épandage de produits à base de chlorures ($NaCl$, $CaCl_2$) est la solution la plus courante pour l'entretien en hiver (sels de voirie) comme en été (abat-poussières) des chaussées. De plus, le chlorure de calcium est le deuxième sel de voirie le plus répandu sur les chaussées du Québec (Environnement Canada, 2007).

Pour cette raison, l'utilisation du chlorure de calcium en tant que source de calcium dans la réaction de calcification sera testée ici. Cette dernière est régie par l'équation 2 rappelée ci-dessous :

$$Rappel : CaCl_2 + 2NaHCO_3 \rightarrow CaCO_3 + 2NaCl + CO_2 + H_2O \quad (Eq.2)$$

Des essais préliminaires de cette réaction ont été réalisés par El Alaoui (2018) et ont démontré la faisabilité de la technique dans les sols. Dans le cadre de la présente étude, 3 échantillons ont été préparés en utilisant le chlorure de calcium en tant que source de calcium.

Comme pour les essais à base d'acétate de calcium, un pourcentage de calcite égal à 10% de la masse de sol a été visé. Le Tableau 5-1 résume les réactifs ainsi que leurs proportions pour les trois échantillons.

Tableau 5-1- Tableau récapitulatif des trois échantillons

Numéro de l'échantillon	**Sol/réactifs utilisés**	**Masse/volume utilisé**
1	Sol mélange Réactifs : $NaHCO_3$ **(Solide)** $CaCl_2$	$m_{sol} = 312{,}1\ g$ Masse des réactifs : m_{NaHCO_3} =52,4 g $m_{CaCl_2} = 34.6\ g / V_{CaCl_2} = 32\ ml$
2	Sol mélange Réactifs : $NaHCO_3$ **(Soluble)** $CaCl_2$	$m_{sol} = 314{,}2\ g$ Masse des réactifs : m_{NaHCO_3} =52,7g / $V_{NaHCO_3} = 200\ mL$ $m_{CaCl_2} = 34{,}8\ g / V_{CaCl_2} = 32\ ml$
3	Poussière de pierre Réactifs : $NaHCO_3$ **(Soluble)** $CaCl_2$	$m_{sol} = 318{,}9\ g$ Masse des réactifs : m_{NaHCO_3} =53,5g / $V_{NaHCO_3} = 200\ mL$ $m_{CaCl_2} = 35{,}3g / V_{CaCl_2} = 32\ ml$

5.1.1 Échantillon 1 : Mélange de sol + Chlorure de calcium ($CaCl_2$) + Bicarbonate de sodium ($NaHCO_3$) à l'état solide ($T = 50°C$)

Pour cet échantillon, une masse de 52,4 g de bicarbonate de sodium a été ajoutée aux 312,1 g du mélange de sols. Suite à la mise en place du mélange dans le moule, 32 ml de la solution de chlorure de calcium ($CaCl_2$) ont été déversés sur l'échantillon.

On remarque que la solution de chlorure de calcium demeure longtemps à la surface de l'échantillon (infiltration lente), induisant une réaction concentrée à la face supérieure du sol. L'échantillon a ensuite été mis au four à une température de $50°C$ pendant 48 heures.

À la suite du démoulage, une couche importante de précipités de couleur blanchâtre est observée et celle-ci couvre la totalité de la surface de sol (Figure 5-1.a). Cependant, aucune formation n'est observée en profondeur, ce qui semble être justement dû à l'infiltration lente de la solution. De plus, il est à noter que l'échantillon présente une certaine humidité résiduelle, vraisemblablement à cause de la réaction entre le bicarbonate de sodium et le chlorure de calcium qui forme des molécules de H_2O qui affecte le temps de cure (Figure 5-1.b).

En désirant tester le drainage à travers la couche de précipitation en déversant un volume de 200 mL d'eau distillée à la surface de l'échantillon, celui-ci s'est complètement effondré, ce qui illustre l'instabilité des liaisons entre les particules de sol.

(a)

(b)

Figure 5-1- Résultats de la calcification chimique à partir de $CaCl_2$ et de bicarbonate de sodium solide: Formation d'une couche de précipitée blanchâtre juste à la surface

(a) : Formation d'une couche de précipités blanchâtres à la surface

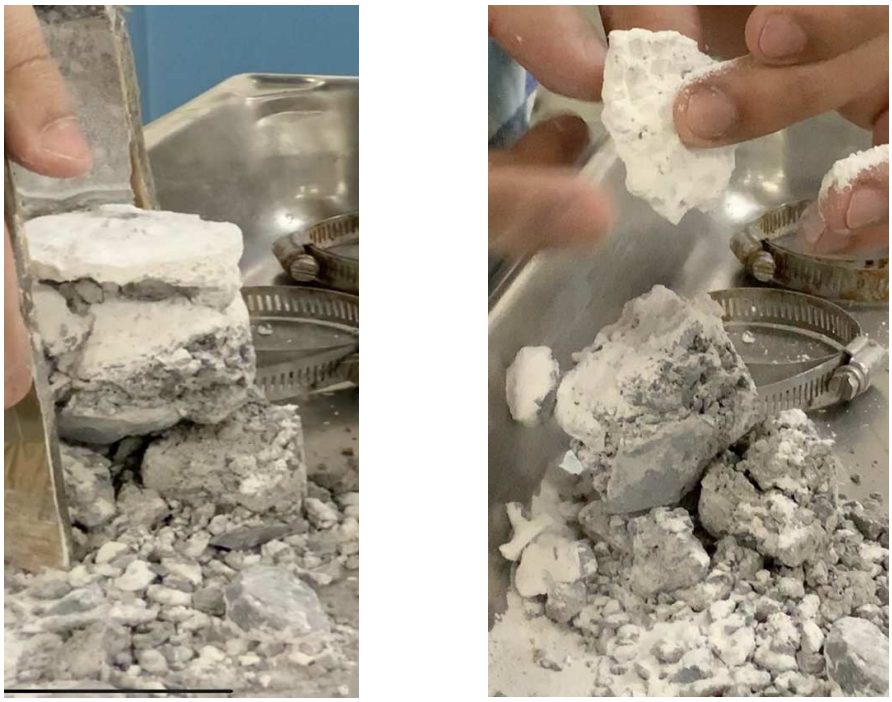
(b) : Échantillon présentant une humidité résiduelle après cure

5.1.2 Échantillon 2 : Mélange de sols +Chlorure de calcium ($CaCl_2$) + Bicarbonate de sodium ($NaHCO_3$) à l'état soluble ($T = 50°C$)

Pour l'échantillon 2, le bicarbonate de sodium a été dissout et utilisé à son état soluble en le déversant simultanément avec la solution de chlorure de calcium. Le but ici étant d'augmenter la profondeur du traitement qui se limitait, dans l'essai précédent, à la surface de l'échantillon. Les deux solutions de bicarbonate ($V_{NaHCO_3} = 200\ mL$) et de chlorure de calcium ($V_{CaCl_2} = 32\ mL$) sont ajoutées simultanément sur le mélange de sol (par déversement du haut de l'échantillon) préalablement placé dans le moule.

À la suite de l'ajout des deux solutions, la formation d'une mousse instantanée a été observée à la surface de l'échantillon, cependant elle est moins importante que celle observée pour les échantillons traités par l'acétate de calcium et le bicarbonate de sodium (la viscosité du $CaCl_2$ peut être à l'origine de ce phénomène). Il est à noter que le volume déversé dépasse la capacité d'absorption du sol mélange à cause de la grande quantité d'eau distillée (200 mL/52,7 g) nécessaire à la dissolution du bicarbonate de sodium.

Lors du démoulage, il est remarquable qu'une quantité importante de précipités s'est formée à la surface, cependant l'échantillon s'est complètement effondré à cause de la présence de discontinuités. Cela peut être dû au non-compactage de l'échantillon (Figure 5-2.a), comme pour les essais précédents. De plus, la couche de précipitation s'est complètement détachée de la couche de sol indiquant l'absence de liaison entre les particules de sols dans la couche non précipitée (Figure 5-2.b).



(a) (b)

Figure 5-2- Résultats de la calcification chimique à partir de $CaCl_2$ et de bicarbonate de sodium soluble

(a) Formation d'une couche de précipités importante à la surface, (b) Détachement de la couche de précipitatés

5.1.3 Échantillon 3 : Sol de poussière de pierre + Chlorure de calcium ($CaCl_2$) + Bicarbonate de sodium ($NaHCO_3$) à l'état soluble ($T = 50°C$)

Pour l'échantillon 3, la poussière de pierre a été utilisée dans le but d'augmenter le pourcentage de particules fines et de favoriser la formation de liens entre les particules de sols. Comme pour l'échantillon 2, une mousse instantanée s'est formée à la surface de l'échantillon à la suite du déversement des solutions de chlorure de calcium et de bicarbonate de sodium.

Les résultats de cet échantillon sont similaires aux résultats de l'échantillon 2, avec la formation de précipités juste à la surface du sol sans création de liens entre les particules dans la couche de sol inférieure. De plus, beaucoup de discontinuités ont été observées et ont conduit à l'effondrement

de l'échantillon lors de son démoulage (Figure 5-3). Cela semble être dû à la difficulté d'infiltration de la solution et au non-compactage de ce dernier.

Figure 5-3- Discontinuités au sein de l'échantillon 3

5.2 Traitement de calcification chimique en utilisant le chlorure de calcium ($CaCl_2$) (source de calcium) et le carbonate de sodium (Na_2CO_3) (source de carbonate)

Pour la majorité des échantillons traités précédemment, beaucoup de discontinuités ont été observées à la suite de leur démoulage. De plus, il s'est avéré que la profondeur maximale de sol contenant des précipités correspond au 1/3 de la hauteur de l'échantillon (aux alentours de 5 cm). Pour ces raisons et dans le but d'améliorer le protocole en vue de réaliser des essais mécaniques, il est recommandé d'utiliser le carbonate de sodium (Na_2CO_3) en remplacement du bicarbonate de sodium ($NaHCO_3$) qui a été utilisé dans le cadre de ce travail de recherche. En effet, la réaction entre le chlorure de calcium et le carbonate de sodium conduit directement à la formation de calcite, contrairement à la réaction avec le bicarbonate de sodium qui passe par une phase intermédiaire. Cette recommandation a été testée par Elissar Ozeir, dans le cadre de son projet de recherche visant

à tester les performances mécaniques d'une poussière de roche traitée par calcification chimique. La méthode de traitement est présentée ci-dessous :

- En premier lieu le carbonate de sodium est mélangé préalablement au sol (une masse égale à 10% de la masse de sol);
- Ensuite, le sol est divisé en trois parties égales qui sont mélangées séparément à la solution de chlorure de calcium. La quantité de solution de chlorure de calcium est liée à la teneur en eau optimale du sol de poussière de roche déterminée par l'essai Proctor modifié (égale à 6%);
- Les couches sont ajoutées successivement dans le moule. Un compactage de chacune des couches a été réalisé à la suite de sa mise en place;
- Finalement, l'échantillon est mis au four à une température de $45° C$ pendant 5 jours.

Suite au démoulage de l'échantillon après la cure, les observations suivantes ont été effectuées (Figure 5-4):

- Au contraire des échantillons présentés précédemment, l'échantillon présente une homogénéité tout au long de sa hauteur, essentiellement à cause du mélange avec la solution calcifiante au lieu de son infiltration depuis la surface;
- Aucun détachement de particules n'a été observé;
- L'échantillon présente une résistance qui semble être suffisante pour tester ses propriétés mécaniques;
- La couche de précipités est uniforme tout au long de l'échantillon, avec une accentuation au niveau de la surface qui était en contact avec l'air ambiant durant la période de cure.

Figure 5-4-Illustration de l’homogénéité de l'échantillon traité par le carbonate de sodium et le chlorure de calcium

CHAPITRE 6 DISCUSSION GÉNÉRALE

Cette étude vise à élaborer une méthode de traitement des sols de fondation des chaussées par calcification chimique et les chapitres 4 et 5 ont mis en évidence la faisabilité des réactions envisagées dans les sols granulaires. Dans le présent chapitre, les résultats seront remis dans le contexte des chaussées routières. Nous discuterons en particulier des problèmes rencontrés lors des essais de laboratoire, des améliorations possibles et des recommandations pour une application de la technique sur le terrain.

6.1 Problèmes rencontrés lors des essais

La calcification chimique est la nouvelle méthode de traitement des chaussées proposée dans cette étude. Cependant lors de la réalisation des essais de laboratoire plusieurs problèmes (limitations) ont été rencontrés:

- problème d'hétérogénéité : pour la plupart des échantillons de sols traités, des discontinuités ont été observées suite à leur démoulage, induisant ainsi une non-homogénéité du traitement tout au long des échantillons. Ce problème est dû en grande partie au non-compactage des échantillons. Le compactage devant être réalisé par couche de sols (ne dépassant pas les 5 cm) serait problématique lors de la mise en œuvre sur une chaussée, habituellement compactée par couches de 30 cm d'épaisseur. L'épaisseur de traitement obtenue pourrait toutefois être suffisante pour améliorer la résistance des sols à l'érosion externe, par exemple pour limiter la formation de nids-de-poule après arrachement de la couche de roulement.
- temps de cure insuffisant : le temps de cure utilisé pour les échantillons était de 48 heures. Cependant, il s'est avéré qu'il n'est pas suffisant vu que certains échantillons été toujours humides suite au démoulage, ce qui indique que la réaction n'était pas terminée. Cela ne serait toutefois pas forcément problématique sur le terrain puisque l'amélioration des performances pourrait s'étaler sur plusieurs jours, voire plusieurs dizaines de jours. Le cas échéant, des restrictions de charges pourraient être mises en place pour les premières semaines de mise en circulation.

- le problème de perméabilité des sols utilisés (pourcentage élevé de particules fines) et effet de l'exposition à l'air ambiant: ces deux facteurs impliquent l'accentuation de la réaction à la surface des échantillons, ce qui mène à penser au changement de la méthode d'application du traitement qui consiste au déversement de la solution de calcium à la surface du sol préalablement mélangé à la source de carbonate (bicarbonate ou carbonate de sodium).Une application par malaxage des solutions avec le sol traité permettrait une meilleure homogénéité du traitement. Cette méthode pourrait être mise en œuvre sur chantier au travers d'un mélange de la couche de fondation et de la source de carbonates à l'aide d'un pulvimalaxeur.
- Influence de la température : Dans la littérature, la température joue un rôle important dans la précipitation de carbonate de calcium (John L. Wray, 1957; Ogino, 1987) et les résultats meilleurs résultats ont été obtenus avec une température de 50°C dans la présente étude. Toutefois, l'application d'une température élevée sur le chantier pourrait s'avérer problématique dans le contexte d'un ouvrage linéaire. D'autres facteurs pourraient toutefois améliorer les résultats obtenus à température ambiante au laboratoire, comme la chaleur générée par l'application de la couche de roulement ou la température de cette dernière lors de la saison chaude.
- Incertitude sur la nature des précipités : Aucune analyse par diffraction de rayon X (DRX) n'a pas été réalisée dans le cadre de cette étude. Cependant, la nature des précipités de carbonate de calcium obtenus joue un rôle important sur l'efficacité du traitement et la forme recherchée est principalement la calcite puisqu'elle est la plus stable parmi les formes cristallines possibles (John L. Wray, 1957). De tels essais d'identification devraient être mis en œuvre lors d'études futures.

6.2 Méthode préconisée pour une mise en œuvre sur le terrain

En prenant en considération le principe de calcification chimique développé dans le présent travail de recherche ainsi que les limitations rencontrées lors des essais de laboratoire (difficulté d'infiltration, hétérogénéité de traitement et temps de cure) , deux protocoles de traitement pourraient être envisagés :

- Protocole 1 : Amélioration initiale d'une fondation routière

Ce premier protocole vise améliorer les performances mécaniques des chaussées routières dès leur construction. Compte-tenu des problèmes liés à l'infiltration des solutions dans la chaussée, il est préconisé de mélanger le bicarbonate de sodium et la solution de calcium avec les granulats de la fondation. Pour cela, un pulvimalaxeur (pulvérisateur-mélangeur) pourrait être utilisé afin d'homogénéiser les matériaux avant le compactage. Celui-ci serait alors réalisé par couches, généralement de 30 cm d'épaisseur. Les avantages de ce protocole seraient doubles. En premier lieu, il ne modifierait pas énormément les opérations courantes de construction de chaussées conventionnelles. Seule une étape de mélange serait ajoutée et celle-ci est déjà maîtrisée par les entreprises du secteur puisque ce type de matériel est couramment utilisé pour incorporer des liants hydrauliques, tels le ciment ou la chaux, aux fondations. En second lieu, cela permettrait de traiter les fondations en profondeur et aboutirait, si les performances mécaniques du traitement sont avérées, à l'amélioration de la capacité portante des routes.

- Protocole 2 : Régénération des fondations routières

Ce protocole fonctionne selon une approche différente du premier, mais il pourrait en être complémentaire. Dans celui-ci, il serait envisagé de mélanger les granulats de fondation avec du bicarbonate de sodium, qui constituerait une réserve de réactifs sous la couche de roulement. En cas de fissuration de cette dernière, l'infiltration de sels de voiries conduirait à l'activation de la réaction de calcification et à l'amélioration de la fondation immédiatement sous la fissure. Cela aurait un effet de régénération des fondations ou d'autocicatrisation. Comme illustré dans les essais de laboratoire, le traitement serait limité aux premiers centimètres de la couche de fondation à cause des difficultés d'infiltration, mais cela pourrait être suffisant pour constituer une couche protectrice de la couche de fondation avant les réparations de surface. Comme la température influence la réaction, un épandage de sels de voiries en été pourrait également être envisagé.

Finalement, les protocoles 1 et 2 ne sont pas exclusifs et il pourrait être envisagé de les combiner. Pour cela, du bicarbonate de sodium pourrait être ajouté en excès dans la mise en œuvre du protocole 1 de manière à constituer une réserve de réactif en cas d'infiltration de sels de voiries.

CHAPITRE 7 CONCLUSION ET RECOMMANDATIONS

7.1 Éléments de synthèse

L'objectif principal de ce travail de recherche était l'étude de la faisabilité d'un traitement de calcification chimique impliquant l'utilisation de l'acétate de calcium préparé à base de résidus de coquilles d'œufs et de vinaigre. Un protocole a donc été élaboré dans le but d'améliorer les propriétés géotechniques des sols de fondation des chaussées et des variations traitement ont été étudiées dans le but de déterminer l'influence de différents paramètres sur la réaction. Les conclusions suivantes peuvent ainsi être tirées :

1. la réaction de calcification est considérablement affectée par l'exposition à l'air ambiant, tel que mis en évidence par son accentuation au niveau des ouvertures du moule (surface de l'échantillon et les ouvertures du bouchon de bas),
2. la diminution du pourcentage de particules fines, ainsi que l'utilisation du bicarbonate de sodium à son état soluble permet l'obtention d'une plus grande profondeur de traitement. À l'inverse, l'augmentation du pourcentage de particules fines permet une meilleure homogénéité des échantillons traités,
3. des discontinuités ainsi que la création de chemins préférentiels d'écoulement de la solution ont été observées lors du démoulage des échantillons . Cela peut être dû au non-compactage des échantillons, qui s'avère être un facteur important pour l'obtention de meilleurs résultats, ainsi que la difficulté d'infiltration de la solution qui reste longtemps à la surface,
4. la nature calcaire du sol présente une bonne alternative en tant que source de calcium et pourrait être utilisée pour le traitement par calcification chimique. L'ajout d'une autre source de calcium comme les coquilles d'œufs en poudre au sol pourrait aussi être pris en considération,
5. l'utilisation du chlorure de calcium, qui est le deuxième sel de voirie le plus répandu au Canada, en tant que source de calcium présente aussi une alternative possible pour le traitement par calcification chimique.

7.2 Recommandations pour des recherches futures

En prenant en considération les différents éléments de synthèse tirés de ce travail de recherche, les recommandations suivantes sont proposées :

1. la division du sol composant l'échantillon en plusieurs couches auxquelles les solutions seront appliquées séparément permettrait l'obtention d'une profondeur plus importante du traitement,
2. l'application d'un compactage permettrait d'obtenir une meilleure homogénéité des échantillons. Ce compactage doit aussi être appliqué pour chacune des couches composant l'échantillon, le cas échéant.,
3. la température de cure affecte aussi le traitement, ce qui mène à penser à mettre en place des variations de la température dans une gamme allant de $40°C$ et $50°C$ en visant la détermination de la température optimale. Vu la difficulté de l'application de température élevée sur chantier, une étude des performances mécaniques du traitement à températures ambiantes doit aussi être réalisée,
4. la réalisation d'analyse par Diffraction de Rayon X (DRX) est nécessaire dans le but de caractériser les cristaux de précipitation obtenus (structure, phases et nature des cristaux),
5. À la suite de l'optimisation et de la réalisation d'essais mécaniques de laboratoire, le protocole pourrait être réalisé sur des bancs d'essai plus représentatifs du terrain.

BIBLIOGRAPHIE

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

Acton. (2007). Opportunité d'affaire: Transformation des coquilles d'ouefs. http://www.regionacton.ca/pdf/occasion-affaires-coquilles-oeufs.pdf

Addo, J. Q., Sanders, T.G. (1995). Effectiveness and environmental impact of road dust suppressants. https://www.ugpti.org/resources/reports/details.php?id=1028

Afrin, H. (2017). A Review on Different Types Soil Stabilization Techniques. *International Journal of Transportation Engineering and Technology, 3*(2), 19. doi:10.11648/j.ijtet.20170302.12

Agnihotri, R., Mahuli, S. K., Chauk, S. S., & Fan, L.-S. (1999). Influence of Surface Modifiers on the Structure of Precipitated Calcium Carbonate. *Industrial & Engineering Chemistry Research, 38*(6), 2283-2291. doi:10.1021/ie9900521

Anita, I. K., G. (1996). Calcium Magnesium Acetate (CMA)- an alternative deincing agent. *Swedish Road and Transport Research Institute, No.789A*, 33 pages.

Anoop, P. S., Beegom, H., Johnson, J. P., J, M., N, T. M. T., & S, P. (2017). Potential of Egg shell powder as replacement of Lime in soil stabilization. *International Journal of Advanced Engineering Research and Science, 4*(8), 86-88. doi:10.22161/ijaers.4.8.15

Bang, S. S., Galinat, J. K., & Ramakrishnan, V. (2001). Calcite precipitation induced by polyurethane-immobilized Bacillus pasteurii. *Enzyme and Microbial Technology, Vol.28*(4-5), 404-409. https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0141022900003483

Broms, B. (1990). Stabilization of soft clay with lime and cement columns in Southeast Asia. *International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences & Geomechanics Abstracts, Vol.27*.

Chen, L., Chen, X., Wang, H., Huang, X., & Song, Y. (2021). Mechanical Properties and Microstructure of Lime-Treated Red Clay. *KSCE Journal of Civil Engineering, 25*(1), 70-77. doi:10.1007/s12205-020-0497-0

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. doi:10.1139/cgj-2012-0023

Chiung-Wen Chou, E. A. S., Ahmet H. Aydilek, Michael Lai. (2011). Biocalcification of sand through urealysis. *Journal of Geotechnical and Geoenvironmental Engineering, Vol.137*(12), 1179-1189. https://doi.org/10.1061/(ASCE)GT.1943-5606.0000532

Choi, S. G., Wu, S. F., & Chu, J. (2016). Biocementation for Sand Using an Eggshell as Calcium Source. *Journal of Geotechnical and Geoenvironmental Engineering, 142*(10). doi:Artn 06016010

10.1061/(Asce)Gt.1943-5606.0001534

Consoli, N. C., Caicedo, A. M. L., Saldanha, R. B., Scheuermann, H. C., & Acosta, C. J. M. (2020). Eggshell Produced Limes: Innovative Materials for Soil Stabilization. *Journal of Materials in Civil Engineering, 32*(11). doi:Artn 06020018

10.1061/(Asce)Mt.1943-5533.0003418

Cusson, D., & Qian, S. Y. (2010). Inhibition de la corrosion causée par les chlorures dans les ponts en béton armé. *Solution constructive; n° 73*.

Dejong, J. T., Burbank, M., Kavazanjian, E., Weaver, T., Montoya , B. M., Hamdan, N., . . . Palomino, A. (2013). Biogeochemical processes and geotechnical applications: progress, opportunities and challenges. *Géotechnique, Vol.63*(4), p.287-301.

Delmez, J. (1992). Hyperphosphatemia: Its Consequences and Treatment in Patients With Chronic Renal Disease. *American Journal of Kidney Diseases, 19*(4), 303-317.

Loi Canadienne sur la protection de l'environnement : Liste des substances d'intérêt prioritaire (sels de voirie), (1999).

Environnement Canada. (2007). *Meilleures pratiques pour l'utilisation et l'entreposage des abat-poussières au chlore*.

Epps, A., & Ehsan, M. (2002). Laboratory Study of Dust Palliative Effectiveness. *Journal of Materials in Civil Engineering, 14*(5), 427-435. doi:10.1061/(asce)0899-1561(2002)14:5(427)

Gebauer, D., Völkel, A., & Cölfen, H. (2008). Stable Prenucleation Calcium Carbonate Clusters. *Science, 322*(5909), 1819-1822. doi:10.1126/science.1164271

Gouvernement du Canada. (2020, 05-05-2020). Liste des agents de conservation autorisés. https://www.canada.ca/fr/sante-canada/services/aliments-nutrition/salubrite-aliments/additifs-alimentaires/listes-autorises/11-conservation.html

Gouvernement du Québec. (2010). *Stratégie québécoise pour une gestion environnementale des sels de voirie*. Retrieved from http://www.bv.transports.gouv.qc.ca/mono/1061427.pdf

Gouvernement du Québec. (2020). *Plan Québécois des infrastructures*. Bibliothèque et Archives nationales du Québec https://www.tresor.gouv.qc.ca/fileadmin/PDF/budget_depenses/20-21/7-Plan_quebecois_des_infrastructures.pdf

Hilf, J. W. (1991). Compacted Fill. In H.-Y. Fang (Ed.), *Foundation Engineering Handbook* (pp. 249-316). Boston, MA: Springer US.

Holtz, R. D., ; Kovacs W.D (1981) (1981). *An Introduction To Geotechnical Engineering* (J. Lafleur, Trans.). École Polytechnique de Montréal.

Huang, Y. H. (2004). *Pavement Analysis and Design* (2nd Edition ed.).

INSPQ. (2009). *Mesures de lutte aux îlots de chaleur urbains*. https://www.inspq.qc.ca/pdf/publications/988_MesuresIlotsChaleur.pdf

Jacques METZGER. (2021). Acétique Acide. In *Encyclopædia Universalis*.

John L. Wray, F. D. (1957). Precipitation of calcite and Aragonite. *Journal of the american chemical society, Vol.79*.

Liang, S. H., Chen, J. T., Niu, J. G., Gong, X., & Feng, D. L. (2020). Using recycled calcium sources to solidify sandy soil through microbial induced carbonate precipitation. *Marine Georesources & Geotechnology, 38*(4), 393-399. doi:10.1080/1064119x.2019.1575939

MacLaren, D. C., & White, M. A. (2003). Cement: Its Chemistry and Properties. *Journal of Chemical Education, 80*(6), 623. doi:10.1021/ed080p623

Martinez, B. C. (2012). *Up-Scaling of Microbial Induced Calcite Precipitation in Sands for Geotechnical Ground Improvement.* (Ph.D.). University of California, Davis, Ann Arbor. https://www.proquest.com/dissertations-theses/up-scaling-microbial-induced-calcite/docview/1319305649/se-2?accountid=40695

Mitchell, J. K., & Santamarina, J. C. (2005). Biological Considerations in Geotechnical Engineering. *Journal of Geotechnical and Geoenvironmental Engineering, Vol. 131*(10), 1222-1233.

Morin, D., & Perchanok, M. (2000). *ROAD SALT LOADINGS IN CANADA*.

MTQ. (1998). *Conductivité hydraulique de matériaux de fondations de chaussées partiellement saturés*. Bibliothèque nationale du Québec http://www.bv.transports.gouv.qc.ca/mono/1137906.pdf

MTQ. (2012). *Orientation ministérielle sur le choix des types de chaussées 2010-2015*. https://www.transports.gouv.qc.ca/fr/entreprises-partenaires/entreprises-reseaux-routier/chaussees/Documents/orientation_types_chaussees2010-2015.pdf

MTQ. (2013). *Plan Stratégique du Ministère des Transports 2013-2015*. http://www.bv.transports.gouv.qc.ca/per/0708731/04_2013_2015.pdf

MTQ. (2020a). *Bilan de l'état des chaussées du réseau routier supérieur québécois*. https://www.transports.gouv.qc.ca/fr/entreprises-partenaires/entreprises-reseaux-routier/chaussees/Documents/bilan-chaussees.pdf

MTQ. (2020b, 2021). Information sur le réseau routier. 2021. https://www.transports.gouv.qc.ca/fr/projets-infrastructures/info-reseau-routier/Pages/information-sur-le-reseau-routier.aspx

MTQ. (2020c). Investissements routiers 2019-2021 - Plus de 144 M$ seront investis dans la région du Centre-du-Québec. https://www.transports.gouv.qc.ca/fr/salle-de-presse/nouvelles/Pages/investissements-centre-du-quebec.aspx

MTQ. (2021). Carte de la Direction générale principale de la région de Montréal. *Carte des carrières et sablières et des centrales d'enrobage.* https://www.transports.gouv.qc.ca/fr/entreprises-partenaires/entreprises-reseaux-routier/chaussees/cartes-carrieres-sablieres-centrales-enrobage/Pages/cartes-carrieres-sablieres-centrales-enrobage.aspx

Mujah, D., Shahin, M. A., & Cheng, L. (2017). State-of-the-Art Review of Biocementation by Microbially Induced Calcite Precipitation (MICP) for Soil Stabilization. *Geomicrobiology Journal, 34*(6), 524-537. doi:10.1080/01490451.2016.1225866

National Library of Medicine. (2005, 13-02-2021). Compound summary: Calcium Acetate. https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/Calcium-acetate

Ogino, T. (1987). The formation and transformation mechanism of calcium carbonate in water. *Geochimica et Cosmochimica Acta, 51*(10), 2757-2767.

Park, S., Choi, K. S., Lee, D., Kim, D., Lim, K. T., Lee, K. H., . . . Kim, J. (2016). Eggshell membrane: Review and impact on engineering. *Biosystems Engineering, 151*, 446-463. doi:10.1016/j.biosystemseng.2016.10.014

Québec, I. A. A. (2020, 18-12-2020). Production d'œufs. https://www.quebec.ca

Ribooga Chang, S. K., Seungin Lee, Soyoung Choi, Minhee Kim, & Park, a. Y. (2017). Calcium Carbonate Precipitation for CO2 Storage and Utilization: A Review of the Carbonate Crystallization and Polymorphism. *Frontier in Energy Research, 5*.

Saha, P., & Ksaibati, K. (2020). Effectiveness of the two chemical treatments (CaCl2 and MgCl2) as dust suppressants on gravel roads. *International Journal of Pavement Engineering*. doi:10.1080/10298436.2020.1745799

SALT INSTITUTE. (2004). Le sel de voirie et notre environnement. 27 p.

Sanders, T. G., Addo, J. Q., Ariniello, A., & Heiden, W. F. (1997). Relative effectiveness of road dust suppressants. *Journal of Transportation Engineering-Asce, 123*(5), 393-397. doi:Doi 10.1061/(Asce)0733-947x(1997)123:5(393)

Sevcik, R., Perez-Estebanez, M., Viani, A., Sasek, P., & Macova, P. (2015). Characterization of vaterite synthesized at various temperatures and stirring velocities without use of additives. *Powder Technology, 284*, 265-271. doi:10.1016/j.powtec.2015.06.064

Sherwood, P. (1993). *Soil stabilization with cement and lime*: Her Majesty Stationary Office.

St-Onge, B. (2016). Experimental assessment of cristal state for sands treated by microbially induced calcite precipitation.

St-Pierre, G. (2011). Une alternative efficace et écologique au sel de voirie. . *Le Droit*, p. 11.

Tai, C. Y., & Chen, F. B. (1998). Polymorphism of CaCO3, precipitated in a constant-composition environment. *AIChE Journal, 44*(8), 1790-1798. doi:10.1002/aic.690440810

Thompson, R. J., & Visser, A. T. (2003). Mine haul road fugitive dust emission and exposure characterisation. *Environmental Health Risk Ii, 8*, 103-112. Retrieved from <Go to ISI>://WOS:000189471400011

Valenzuela, P., Palma, J. H., & Vega, S. (2014). Dust suppressant treatments. Quality control. *Revista De La Construccion, 13*(3), 27-35. doi:Doi 10.4067/S0718-915x2014000300004

Van Paassen, L. A. (2009). *Biogrout, ground improvement by microbial induced carbonate precipitation.* (PhD Thesis). Delft University of Technology, http://resolver.tudelft.nl/uuid:5f3384c4-33bd-4f2a-8641-7c665433b57b

Van Paassen, L. A., van Loosdrecht, M. C. M., Pieron, M., Mulder, A., Ngan-Tillard, D. J. M., & Van Der Linden, T. J. M. (2010). Strength and deformation of biologically cemented sandstone. *Rock Engineering in Difficult Ground Conditions - Soft Rocks and Karst - Proceedings of the Regional Symposium of the International Society for Rock Mechanics, EUROCK 2009*, p.405-410.

Vučak, M., Pons, M. N., Perić, J., & Vivier, H. (1998). Effect of precipitation conditions on the morphology of calcium carbonate: quantification of crystal shapes using image analysis. *Powder Technology, 97*(1), 1-5. doi:https://doi.org/10.1016/S0032-5910(97)03375-5

Wei, S. H., Mahuli, S. K., 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. doi:10.1021/ie9607681

Whiffin, V. S. (2004). *Microbial CaCO3 precipitation for the production of biocement.* (Ph.D). 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. doi:10.1080/01490450701436505

White, D. (2005). Fly Ash Soil Stabilization for Non-Uniform Subgrade Soils. IHRB Project TR-461, FHWA Project 4.

Willem De Muynck, N. D. B., Willy Verstraete,. (2010). Microbial carbonate precipitation in construction materials: A review. *Ecological Engineering, Vol. 36*(2), 118-136. https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S092585740900113X

Winterkorn, H., & Pamukcu, S. (1991). *Soil Stabilization and Grouting*.

Yan, F. W., Zhang, S. F., Guo, C. Y., Zhang, X. H., Chen, G. C., Yan, F., & Yuan, G. Q. (2009). Influence of stirring speed on the crystallization of calcium carbonate. *Crystal Research and Technology, 44*(7), 725-728. doi:10.1002/crat.200900190

Yu, J., Lei, M., Cheng, B., & Zhao, X. (2004). Effects of PAA additive and temperature on morphology of calcium carbonate particles. *Journal of Solid State Chemistry, 177*(3), 681-689. doi:https://doi.org/10.1016/j.jssc.2003.08.017