

# INTERNATIONAL SOCIETY FOR SOIL MECHANICS AND GEOTECHNICAL ENGINEERING



*This paper was downloaded from the Online Library of the International Society for Soil Mechanics and Geotechnical Engineering (ISSMGE). The library is available here:*

<https://www.issmge.org/publications/online-library>

*This is an open-access database that archives thousands of papers published under the Auspices of the ISSMGE and maintained by the Innovation and Development Committee of ISSMGE.*

# Récents développements de la technique osmotique de contrôle de succion

## Recent developments in the osmotic technique of controlling suction

P. Delage, Y.J. Cui & E. De Laure – *Ecole nationale des ponts et chaussées, CERMES, Paris, France*

**RÉSUMÉ:** A côté de la technique plus répandue de « translation d'axes », la technique osmotique propose une alternative intéressante, basée sur l'utilisation d'une solution aqueuse de grosses molécules de polyéthylène-glycol et d'une membrane semi-perméable. On décrit ici le principe de la technique et les adaptations qui en ont été faites en mécanique des sols non saturés : détermination des courbes de rétention d'eau, œdomètre et triaxial osmotiques. L'avantage principal de la technique est qu'elle permet d'atteindre des succions aussi hautes que 12 MPa sans problème de sécurité liés aux fortes pressions d'air. Les inconvénients sont essentiellement reliés à la fragilité de la membrane et on décrit les mesures correctrices qui permettent une utilisation satisfaisante de la technique.

**ABSTRACT:** The osmotic technique of controlling suction provides an alternative to the more commonly used « axis-translation » technique. This technique is based on the use of an aqueous solution of big sized polyethylene glycol molecules (PEG) and of a semi-permeable membrane. In the paper, the principles of the technique are described, and the various applications to geotechnical testing are commented : retention curves, oedometer and triaxial suction controlled apparatuses. The main advantage of the technique is that no artificial air pressure is applied to obtain a positive value of the suction ( $s = u_a - u_w$ ), as in the reality. It is now possible to reach suction as high as 12 MPa without any safety problem related to the confinement of high air pressures. The drawbacks of the technique are mainly related to the weakness of the membrane, and the paper explains how most of them can be corrected.

### 1 INTRODUCTION

Les sols non saturés sont caractérisés par la présence conjointe d'eau et d'air dans leur volume poreux. Il en résulte des phénomènes d'interaction capillaires au niveau des ménisques eau-air ; joints à l'attraction physico-chimique exercée sur l'eau par les minéraux argileux présents dans le sol, ces phénomènes engendrent une attraction, dont on quantifie le degré d'énergie par le concept de succion. La succion est définie comme étant la différence ( $u_a - u_w$ ) entre la pression d'air  $u_a$  et la pression d'eau  $u_w$ . Dans les cas où la pression d'air est égale à la pression atmosphérique et prise pour nulle, on voit que la succion peut-être considérée comme une « pression d'eau négative ». Cette expression suggère que l'eau dans le sol non saturé est à l'état de fluide, ce qui est vrai dans les sols sableux non argileux et de moins en moins vrai dans les sols fins de plus en plus plastiques.

La réalisation d'essais en mécanique des sols non saturés impose de contrôler la succion d'un échantillon soumis à un certain état de contrainte. La première technique de contrôle de succion mise en œuvre consiste à appliquer au sein de l'échantillon une pression d'air  $u_a$  contrôlée, tout en maintenant la pression d'eau  $u_w$  égale à 0 (pression atmosphérique) ; ceci est possible avec le système proposé par Richards (1941), où cette condition de pressions imposées est rendue possible grâce à l'utilisation de pierres poreuses céramiques de très fine porosité. La première application de cette technique à la mécanique des sols non saturés a été proposée par Bishop & Donald (1961), avec son adaptation à l'appareil triaxial ; la pierre poreuse inférieure est remplacée par une pierre céramique et la pression d'air est imposée par le haut (Delage & Cui 2000 et 2001). Des adaptations à l'œdomètre ont aussi été réalisées (Barden et al. 1969, Escario 1969).

Cette technique est d'adaptation plus simple au triaxial, car l'échantillon est déjà en conditions étanches vis à vis de l'eau de confinement de la cellule, ce qui permet de contenir l'air sans difficulté particulière.

A l'œdomètre, les choses sont plus délicates car il faut assurer l'étanchéité entre le piston et l'anneau vis à vis de la pression d'air. La cellule de Rowe (Barden et al. 1969) est une solution possible ; d'autres approches consistent à isoler complètement la

cellule œdométrique dans une chambre pouvant supporter la pression d'air (Escario 1969). Une technique alternative de contrôle de succion, basée sur un principe osmotique, a été proposée par Kassiff & Ben Shalom (1971). Des développements au triaxial ont suivi. C'est l'adaptation de cette technique aux appareils d'essai de mécanique des sol et ses évolutions qui font l'objet de cet article.

### 2 PRINCIPE DE LA METHODE

La technique osmotique a été initialement développée en biologie et en médecine (Lagerwerff et al. 1961), où elle est utilisée en particulier pour les dialyses. Elle a été appliquée pour la première fois au contrôle de la succion dans les sols par les pédologues (Zur 1966). Elle est basée sur l'utilisation d'une membrane (de dialyse) semi-perméable et d'une solution aqueuse de molécules organiques de polyéthylène glycol (PEG) de grande taille ; ces molécules sont constituées de longues chaînes de radicaux éthyle ( $C_2H_4$ ), ce qui leur confère une masse molaire considérable, pouvant aller de 1 000 à 20 000.

Le principe de la méthode est illustré schématiquement sur la Figure 1, qui présente deux vases communicants contenant d'un côté la solution de PEG et de l'autre côté de l'eau pure ; les deux fluides sont séparés par une membrane semi-perméable.

Comme l'eau peut traverser la membrane alors que les molécules de PEG en solution ne le peuvent pas du fait de leur grande taille, la concentration de sels dans la solution va attirer dans le récipient de droite des molécules d'eau pure du récipient de gauche, au travers de la membrane. Dans le cas de la Figure 1, l'équilibre est atteint par l'action de la pesanteur, quand le niveau d'eau du côté de la solution de PEG est suffisamment élevé pour contrebalancer l'effet de la succion osmotique s'exerçant au niveau de la membrane sur l'eau pure.

Les membranes semi-perméables utilisées ici sont de la marque Spectrum (Californie), modèle Spectrapor. Ces membranes sont des grilles microscopiques dont la maille est de l'ordre de 5 nm ; la taille de la grille, qui conditionne le passage des molécules de PEG, définit son pouvoir de coupure (MWCO : mole-

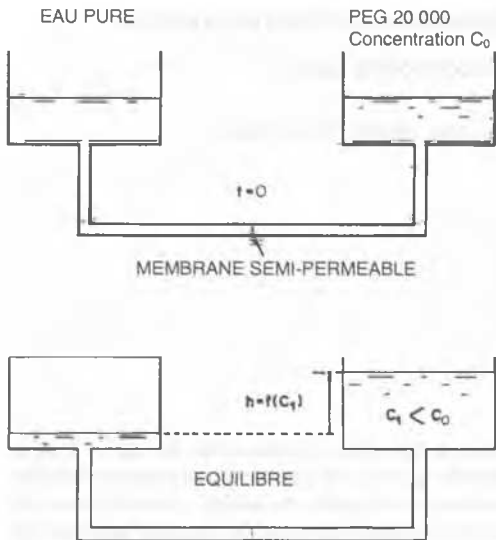


Figure 1 : Technique osmotique : principe de la méthode

cular weight cut-off). Le MWCO d'une membrane doit être relié à la masse molaire de la solution avec laquelle la membrane est utilisée : un PEG 20 000 sera utilisé avec une membrane de MWCO 14 000 et un PEG 6 000 avec une membrane de MWCO 4 000.

L'application de cette méthode au contrôle de la succion dans les sols se fait en mettant un échantillon au contact d'une membrane semi-perméable derrière laquelle circule une solution de PEG ; l'échantillon est soumis à une succion osmotique d'autant plus forte que la concentration en PEG est élevée et l'équilibre des succions se fait par transfert d'eau au travers de la membrane.

La relation concentration - succion a été déterminée par divers auteurs pour une gamme de succion variant entre 0 et 1500 kPa et Williams et Shaykewich (1969) donnent une synthèse de différents travaux, qui montrent que cette relation est indépendante de la masse molaire du PEG. Plus récemment, Delage et al. (1998) ont montré que la gamme de succion contrôlable par cette technique pouvait être significativement étendue, jusqu'à une valeur maximale de 12 MPa.

Le diagramme de la Figure 2 regroupe les résultats de divers chercheurs obtenus sur des PEG de masse molaire 6 000 et 20 000, regroupés par Williams et Shaykewich (1969) et les essais d'extension à fortes succions (12 MPa) sur des PEG de masse molaire 1 500, 4 000, 6 000 et 20 000, réalisés par Delage et al. (1998) en se basant sur des succions imposées par des solutions de NaCl à diverses concentrations.

On observe une excellente compatibilité entre toutes les don-

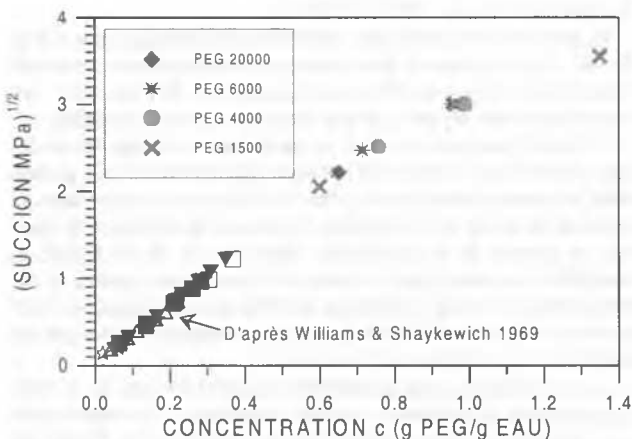


Figure 2 : Technique osmotique : relation entre succion et concentration (d'après Williams et Shaykewich 1969 et Delage et al. 1998)

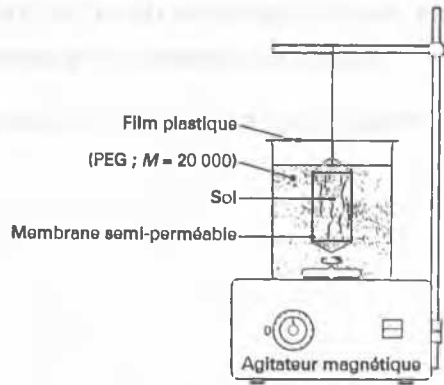


Figure 3 : Mise en oeuvre de la technique osmotique pour les mesures de rétention d'eau

nées et une relation unique et indépendante de la masse molaire entre la concentration et la succion. Pour les succions inférieures à 6,25 MPa ( $\sqrt{\text{succion}} < 2,5$ ), la relation est linéaire et prend la forme simple :

$$s = u_a - u_w = 11c^2 \quad (1)$$

De 6,25 à 12 MPa ( $\sqrt{\text{succion}} \sim 3,5$ ), la courbe s'infléchit légèrement.

La mise en œuvre de la technique osmotique pour la détermination de la courbe de rétention d'eau d'un sol est simple. Elle se fait suivant le principe de la Figure 3 (Cui & Delage 1996) : un échantillon entouré d'une membrane osmotique cylindrique est placé dans un bain de solution de PEG posé sur un agitateur magnétique. Des élastiques sont placés autour de l'échantillon de sol pour assurer un bon contact entre le sol et la membrane et les transferts d'eau interviennent au travers de la membrane jusqu'à atteindre l'équilibre, au bout de quelques jours. On extrait alors l'échantillon pour en déterminer la teneur en eau par pesée. Du fait des échanges, la concentration de la solution varie légèrement : elle diminue si l'on suit un chemin de séchage et elle augmente lors d'une humidification.

La détermination de la concentration finale de la solution, une fois l'équilibre en succion atteint, se fait par réfractométrie comme le titrage des alcools ou d'autres solutions aqueuses ; en effet, l'indice de réfraction de ces solutions, caractérisées par un degré Brix, dépend de leur concentration. On met quelques gouttes de solution sur la lame d'un réfractomètre (Marque ATAGO - Japon - modèle ATC-1) et la lecture optique du degré Brix est convertie en concentration grâce à un étalonnage préalable (Delage et al. 1998).

L'intérêt majeur de la technique osmotique est que la génération d'une succion  $s = u_a - u_w$  positive ne se fait pas artificiellement par application d'une surpression d'air au sein de l'échantillon. La pression d'air reste égale à la pression atmosphérique et c'est réellement le terme  $u_w$  qui est négatif, comme dans la réalité. Des succions aussi fortes que 12 MPa peuvent être atteintes sans précautions particulières relatives au danger causé par de très fortes pressions d'air, qui requiert d'importantes dispositions de sécurité.

Un inconvénient de la technique est la fragilité de la membrane et sa sensibilité à l'attaque des bactéries. Il est ainsi nécessaire de mettre quelques gouttes d'antibiotique (Pénicilline 500 U) dans la solution, ce qui permet à la membrane de se conserver deux semaines. Un autre problème est rencontré lors de la réalisation des chemins d'imbibition des courbes de rétention d'eau. Dans ces cas, la concentration de la solution correspond à une succion inférieure à celle du sol et elle laisse de l'eau traverser la membrane. Il arrive alors que des molécules de PEG traversent la membrane et polluent l'échantillon, en invalidant la mesure.

Pour résoudre ce problème, un système de filtration du PEG a été développé (Voir Cui 2000). Le dispositif de purification est basé sur un oedomètre osmotique auquel sont associés de part et

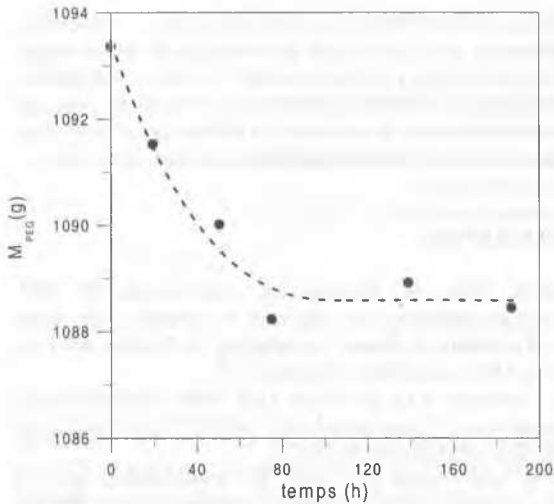


Figure 4 : Evolution de la masse de PEG dans la solution de forte concentration en cours de purification (Cui 2000)

d'autre de la membrane semi-perméable deux sources de solutions PEG de concentrations différentes, mises en circulation par deux pompes au sein de deux circuits fermés ; il s'ensuit des échanges d'eau de la solution la plus concentrée vers l'autre, éventuellement accompagnées de molécules de PEG en solution. Au cours d'un essai de purification, on suit à la fois la variation de volume du PEG amont et sa concentration, à l'aide respectivement d'un tube capillaire et d'un réfractomètre. On a ainsi la variation de la masse de PEG  $M_{PEG}$  de la solution amont. La courbe de la Figure 4 montre que la stabilisation de la concentration intervient au bout de 80 h de circulation ; ceci montre que toutes les molécules susceptibles de traverser la membrane l'ont fait. Des essais d'hydratation à l'aide de PEG purifié ont montré que les problèmes de pollution ne se présentaient plus.

### 3 ADAPTATION A L'OEDOMETRE

La première adaptation de la technique osmotique à la mécanique des sols a été réalisée par Kassiff & Ben Shalom (1971). Dans ce dispositif, la pierre poreuse inférieure est remplacée par une membrane semi-perméable, placée sur un système de rainures usinées dans l'embase de la cellule oedométrique, connectées à une entrée et une sortie dans l'embase. On fait circuler la solution de PEG dans ce système de rainures à l'aide de deux burettes connectées de chaque côté de la cellule.

Ce système de circulation a été amélioré par Delage et al. (1987, 1992) par l'adjonction d'un circuit fermé contenant le PEG et constitué du branchement en série d'un flacon fermé contenant 1 litre de solution, d'une pompe péristaltique et de la cellule oedométrique. Ce système, présenté sur la Figure 5, évite d'avoir à remplir régulièrement l'une ou l'autre des burettes. Il permet en outre de mesurer facilement les échanges intervenant entre la solution et l'échantillon, à l'aide du relevé du niveau dans le tube capillaire placé sur la bouteille fermée de PEG ; la stabilisation de ce niveau permet de déterminer le temps au bout duquel l'équilibre est atteint, une fois un incrément de succion appliqué. Une autre amélioration a consisté à ne plus coller la membrane, comme le faisaient Kassiff & Ben Shalom, mais à la coincer entre l'anneau oedométrique et l'embase.

Le système de mesure volumique des quantités de solution échangées étant par essence sensible à la température, il est nécessaire d'immerger la bouteille dans un bain thermostaté et de placer le dispositif dans une salle à température contrôlée. Cet inconvénient peut être évité en ayant recours à un contrôle massique des échanges, comme l'ont proposé Dineen & Burland (1995), qui ont placé la bouteille de solution sur une balance au 1/100<sup>ème</sup> de gramme. Ce système a été également adopté par Slatter et al. (2000).

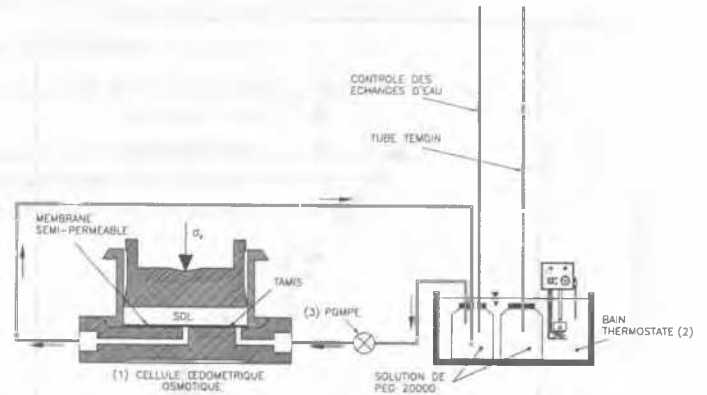


Figure 5 : Œdomètre osmotique : circulation de la solution dans un circuit fermé (Delage et al. 1992)

### 4 ADAPTATION AU TRIAXIAL

La première adaptation au triaxial de la technique osmotique a été proposée par Komornik et al. (1980). Elle consistait à utiliser des échantillons cylindriques creux, au centre desquels était placée la membrane semi-perméable. La circulation de solution se faisait donc dans cet espace cylindrique creux vertical, depuis l'embase triaxiale inférieure jusqu'à l'embase supérieure. Ce système présente un inconvénient majeur, à savoir qu'il nécessite d'imposer également la contrainte de confinement dans le vide central ; or il n'est pas possible d'appliquer l'intégralité d'une pression par une membrane semi-perméable à l'eau ; en fait, cette pression a un effet sur la succion contrôlée. Cet inconvénient a pour conséquence l'impossibilité d'imposer des conditions de contrainte homogènes et contrôlées et l'appareil n'est donc pas utilisable.

Delage et al. (1987) ont proposé un système plus simple, analogue au principe de l'œdomètre, avec l'utilisation de membranes collées à la base et au sommet de l'éprouvette triaxiale. Une connexion pour les transferts d'air est pratiquée dans l'embase inférieure. La Figure 6 montre le système présenté par Cui & Delage (1996).

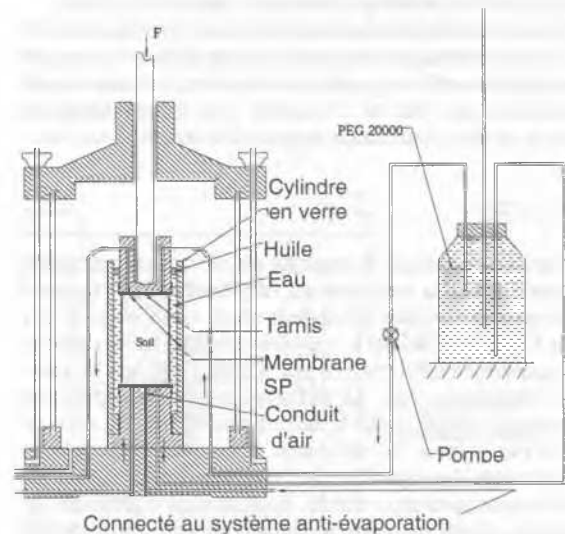


Figure 6 : Triaxial osmotique (Delage et al. 1987, Cui & Delage 1996)

### 5 APPLICATION AUX COURBES DE RETENTION D'EAU AUX FORTES SUCCIONS

Les recherches récentes sur le stockage des déchets radioactifs à grande profondeur ont conduit à s'intéresser au comportement

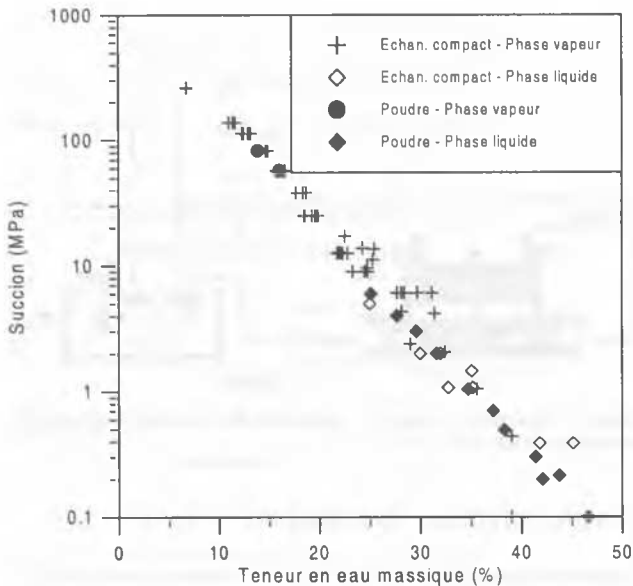


Figure 7 : Compatibilité et complémentarité des techniques de contrôle de succion osmotique (contrôle par phase liquide) et par phase vapeur (Cui 2000).

des barrières ouvragées constituées d'argiles gonflantes fortement compactées. La forte activité de ces argiles engendre des succions initiales élevées de plusieurs dizaines de MPa, que les techniques de surpression d'air, limitées à 1 MPa, ne permettent pas d'atteindre aisément. Les déterminations se font généralement à l'aide du contrôle par phase vapeur qui consiste à imposer des humidités relatives contrôlées en utilisant des solutions salines saturées (Delage et al. 1998). Cette approche étant valable au dessus de 6 MPa, il existe donc une gamme de succion entre 1 et 6 MPa pour laquelle il n'existe pas de méthode adéquate de contrôle.

La Figure 7 montre, sur l'argile FoCa7 (Atabek et al. 1991) une excellente compatibilité entre les deux techniques. L'intérêt de la méthode osmotique est de permettre des échanges par phase liquide, beaucoup plus rapides que les échanges gazeux intervenant dans le contrôle par humidités relatives imposées. La Figure 7 montre également une propriété caractéristique des argiles de barrières ouvragées : la courbe de rétention d'eau ne dépend pas de la densité de l'argile, contrairement au milieu poreux classiques, du fait de l'ampleur des actions physico-chimiques et de leur contribution majeure à la rétention de l'eau.

## 6 CONCLUSION

La technique osmotique de contrôle de succion est une alternative intéressante à la technique de surpression d'air, qui permet maintenant d'atteindre facilement et en toute sécurité des valeurs de 12 MPa ; le sol est soumis à une condition plus proche de celle rencontrée dans la réalité car aucune condition de pression n'est appliquée à l'air. La technique est d'une application particulièrement simple pour la détermination des courbes de rétention d'eau et pour la réalisation d'oedomètres à succion contrôlée sur une large gamme. Au triaxial, son adaptation est plus délicate, son avantage restant la possibilité d'atteindre de fortes succions. La fragilité de la membrane nécessite l'emploi d'antibiotiques, avec des durées d'essais limitées à deux semaines, ce qui est compatible avec les essais courants de mécanique des sols non saturés. Pour les essais à long terme d'imbibition en conditions de succion décroissante, il est possible d'éviter la pollution des échantillons en utilisant un système de filtration et d'épuration des solutions de PEG. La technique osmotique permet de combler le vide existant entre la technique de surpression d'air (jusqu'à 1 MPa) et la technique de contrôle par phase va-

peur (au-dessus de 6 MPa). Aux fortes succions (5 à 10 MPa), elle est beaucoup plus rapide que la technique de phase vapeur car les échanges se font par phase liquide. Son usage est particulièrement adapté à l'étude des propriétés de rétention d'eau des barrières ouvragées pour le stockage des déchets nucléaires, dans le cadre des recherches actuellement en cours dans divers pays.

## 7 BIBLIOGRAPHIE

- Atabek, R.B., Félix, B., Robinet, J.C. and Lahlou, R. 1991. Rheological behaviour of saturated expansive clays materials. Workshop on Stress Partitioning in Engineered Clay Barriers, Duke University, Durham, N.C.
- Barden L., Madedor A.O. and Sides, G.R. 1969. Volume change characteristics of unsaturated clay. *ASCE J. Soil Mech. and Found. Div.*, 95 (SM1), pp.35-52.
- Bishop A.W. and Donald I.B. 1961. The experimental study of partly saturated soil in the triaxial apparatus. *Proc. 5th Int. Conf. Soil Mech. Found. Eng.*, vol. 1, pp. 13-21, Paris.
- Cui Y. J. 2000. Comportement thermo-hydro-mécanique des géomatériaux polyphasiques. Mémoire d'habilitation, Ecole des ponts
- Cui Y.J. and Delage P. 1996. Yielding and plastic behaviour of an unsaturated compacted silt. *Géotechnique* 46, No. 2, pp. 291-311.
- Delage P. & Cui Y.J. 2000. L'eau dans les sols non saturés. *Techniques de l'ingénieur*, art. C 301, Paris.
- Delage P. & Cui Y.J. 2001. Comportement mécanique des sols non saturés. *Techniques de l'ingénieur*, art. C 302, Paris.
- Delage P., Suraj De Silva G.P.R. et De Laure E. 1987. Un nouvel appareil triaxial pour les sols non saturés. *9e Cong. Eur. de Mécanique des Sols*, Vol.1, Dublin, pp.26-28.
- Delage P., Suraj De Silva G.P.R., Vicol T. 1992. Suction controlled testing of non saturated soils with an osmotic consolidometer. *7th Int. Conf. Expansive Soils, Dallas*, 206-211.
- Delage P., Howat M. & Cui Y.J. 1998. The relationship between suction and swelling properties in a heavily compacted unsaturated clay. *Eng. Geology*, 50 (1-2) : 31-48.
- Dineen K. and Burland J.B. 1995. A new approach to osmotically controlled oedometer testing. *Proc. 1<sup>st</sup> Conf on Unsaturated Soils Unsat'95*, Paris, vol. 2, pp. 459-465.
- Escario V. 1969. Swelling of soils in contact with water at a negative pressure. *Proc. 2nd Int. Conf. Expansive Clays*, Texas pp. 207-217.
- Kassiff G. and Benschalom A. 1971. Experimental relationship between swell pressure and suction. *Géotechnique* 21, pp. 245-255.
- Komornik A., Livneh M. & Smucha S. 1980. Shear strength and swelling of clays under suction. *Proc. 4<sup>th</sup> Int. Conf. on Expansive soils*, Denver.
- Lagerwerff J.V., Ogata G. & Eagle H.E. 1961. Control of osmotic pressure of culture solutions with polyethylene glycol. *Science* 133, 1486-1487.
- Richards L.A. 1941. A pressure - membrane extraction apparatus for soil solution. *Soil science*, Vol. 51, pp. 377-386.
- Slatter E.E., Allman A.A. & Smith D.W. 2000. Suction controlled testing of unsaturated soils with an osmotic oedometer. *Proc. Int. Conf. Geo-Eng 2000*, Melbourne, Australia.
- Williams J. & Shaykewich C. F. 1969. An evaluation of polyethylene glycol PEG 6000 and PEG 20000 in the osmotic control of soil water matric potential. *Can. J. Soil Science* 102 (6), pp. 394-398.
- Zur B. 1966. Osmotic control the matric soil water potential. *Soil Science* 102, 394-398.