



**HAL**  
open science

# Identification et caractérisation de la cohésion interne du matériau terre dans ses conditions naturelles de conservation

David Gelard

► **To cite this version:**

David Gelard. Identification et caractérisation de la cohésion interne du matériau terre dans ses conditions naturelles de conservation. Matériaux. Institut National Polytechnique de Grenoble - INPG, 2005. Français. NNT : . tel-00008287

**HAL Id: tel-00008287**

**<https://theses.hal.science/tel-00008287>**

Submitted on 28 Jan 2005

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE GRENOBLE

N° attribué par la bibliothèque

/ / / / / / / / / / / / / / / /

**THESE**

pour obtenir le grade de

DOCTEUR DE L'INPG

**Spécialité : "Océan, Atmosphère, Hydrologie"**

préparée au sein du

Laboratoire d'études des Transferts en Hydrologie et Environnement

UMR 5564 (CNRS, INPG, UJF, IRD)

dans le cadre de l'École Doctorale "TERRE, UNIVERS, ENVIRONNEMENT"

présentée et soutenue publiquement

par

**David GELARD**

le 14/01/05

**Identification et caractérisation de la cohésion interne du matériau terre  
dans ses conditions naturelles de conservation**

-----

sous la direction de

Jean-Paul LAURENT & Henri VAN DAMME

-----

**JURY**

M. Félix DARVE	Président
M. Daniel TESSIER	Rapporteur
M. Christian OLAGNON	Rapporteur
M. Jean-Paul LAURENT	Directeur de thèse
M. Henri VAN DAMME	Directeur de thèse
M. Hugo HOUBEN	Examinateur
M. Stefan SIMON	Examinateur

## Résumé

La mise en oeuvre des constructions en terre est basée sur le principe de compactage de matrices argilo-sableuses optimisées en fonction de la teneur en eau et de la granulométrie du mélange. Malgré les possibilités constructives de ce matériau, il n'en reste pas moins que la science de celui-ci est grandement empirique. Ces travaux ont pour objectif de comprendre les processus intrinsèques de ce matériau et surtout sa cohésion, concept important mais difficilement mesurable pour qui veut parler de la tenue d'un mur.

Cette évolution de cohésion interne a été étudiée sur un matériau modèle constitué de sable d'Hostun et de kaolinite. Les éprouvettes ont été fabriquées pour des ratios pondéraux kaolinite / sable de 5, 10, 15 et 25%, à teneur eau  $W$  légèrement supérieures aux « limites de plasticité » sur matériau total ( $10 < W < 20$  %) puis séchées jusqu'à équilibre avec l'atmosphère ambiante ( $W$  résiduelle  $< 2\%$ ). Les évolutions de cohésion et d'angle de frottement interne (paramètres de Mohr-Coulomb) ont été mesurées par essais de cisaillement à la presse triaxiale associés à des essais en compression simple et cisaillement direct. La résistance mécanique à la rupture augmente avec le pourcentage d'argile mais il semble exister un seuil entre 15 et 25 % massique de kaolinite au delà duquel les comportements macroscopiques se modifient.

À ces macro-observations sont ajoutées des analyses d'images 2D-3D permettant de visualiser et de « cartographier » la répartition de chaque phase : sable / argile / macropores. De plus, ces observations permettent de comprendre les arrangements particuliers de la matrice argileuse (anisotropie de matrice) démontrant ainsi qu'il existe des mécanismes permettant l'organisation de la kaolinite autour des macropores et la formation de « ponts » argileux entre les grains de quartz.

L'ensemble de ces mécanismes génère, à leur échelle, une force de cohésion qu'il est possible d'estimer théoriquement par une re-décomposition de l'ensemble des forces, de la mécanique aux forces électrochimiques.

**Mots clés :** cohésion, milieu modèle insaturé, essais mécaniques, traitement d'images, forces électrochimiques et capillaires

## Identification and characterization of earth material internal cohesion mechanisms : application to conservation purposes

### **Abstract**

The successful conservation of our earthen cultural heritage is a complex problem which has many different aspects. The most straightforward is probably the preservation of the cohesion of this material. However, the knowledge of earth material for earth building is quite empiric. Considering the hierarchical structure of most earthen materials, with several different length scales, and the variety of conditions to which they are exposed, it is unlikely that a simple answer can be given to the question : what is cohesion ?

To answer this question, a model material has been made by mixing sand of Hostun and kaolinite for different mass% of clay minerals (5, 10, 15 and 25 mass%). Two principal approaches were used to study this material : soils mechanics tests adapted to unsaturated materials (simple shear, unconfined compressive test and triaxial test) and image analysis on thin sections or global samples by SEM (2D - false 3D) and tomography (3D). These multi-scale approaches showed a maximum of Mohr-Coulomb cohesion, a best distribution of crystallographic phases for 15 mass% of kaolinite. The Mohr-Coulomb cohesion is the sum of different forces that can not be measured independantly. The last approach is a semi-quantitative model which estimates this cohesion by a detailed description of all forces (mechanical, capillary and Van der Waals forces).

**Keywords** : cohesion, earth materials, soils mechanics test, image analyse, multi-scale approaches



## Remerciements

Les remerciements sont pour le doctorant les mots de la fin, la “conclusion” du travail accompli même si cela apparaît en début de mémoire. . . C’est aussi le seul moment où les mots couchés sur le papier sont les plus personnels. Souvent, la première lecture d’une thèse par nos amis, notre famille passe par cette page de remerciements. Suis-je cité ? Ne m’a-t’il pas oublié ? Souvent aussi cette lecture s’arrêtera là. On les comprend. . .

J’essaierai donc à travers ces quelques lignes de satisfaire leur attente sans oublier bien sur les gens qui m’ont aider à accomplir ce travail.

Tout d’abord, cela va de soit, un grand merci aux membres de mon jury. Cela peut sembler banal de remercier ainsi son jury mais ils ont su à travers leurs remarques, leurs critiques faire évoluer mon travail. Donc, un grand merci à M. Félix Darve pour avoir présidé ce jury mais aussi parce que les quelques entretiens que l’on a pu avoir ensemble pendant ces trois ans, ont toujours été enrichissants. A M. Daniel Tessier et M. Christian Olagnon, mes rapporteurs, qui m’ont permis de mieux comprendre mes faiblesses. Cela sera évidemment nécessaire lorsqu’il faudra que je défende mes travaux. A M. Stefan Simon avec qui mes échanges scientifiques (et autres) ont toujours été riches d’enseignement. Et M. Hugo Houben qui a cru en moi, j’espère que ces attentes auront été comblées. . . La science du matériau terre a un peu avancé, j’espère que le monde de la conservation saura en tirer profit. . .

Dans ce jury, il y avait, bien sur, mes deux directeurs de thèse. Nous aurons passé quelques années ensembles. Cela continuera certainement. Donc, encore merci à M. Jean-Paul Laurent et M. Henri Van Damme. Je n’en dirai pas plus ici, ils savent tout le bien que je pense d’eux.

De part l’aspect multi-disciplinaire de ces travaux, énormément de personnes m’ont aidé. Comment faire pour les remercier tous, ils sont si nombreux. Chacun a apporté son ‘adobe’ à la réalisation de cet édifice, je choisirai donc de les énumérer selon le plan du mémoire.

Merci donc à Daniel Quenard, Anne-Marie Pardo et Marcel Rubaud du CSTB pour m’avoir ouvert leur porte, la réalisation des échantillons vient de chez eux.

Merci à Patrick Dudoignon, Anne Pantet, Claude Laforet et à l’ensemble des personnes d’HYDRASA sans qui les essais mécaniques, la réalisation des lames minces, les observations microscopiques n’auraient pas vu le jour. Une mention spéciale ira à Paulo avant tout ami et sans qui l’escalade loin de Grenoble n’aurait pas été possible.

Merci à Laetitia Fontaine et donc à ses encadrants, Sandrine Maximilien et Christian Olagnon pour m’avoir aider grâce à son stage à explorer et figoler quelques points.

Merci à Stéphane Sammartino de la société ERM qui m’as permis d’accéder au synchrotron et pour nos discussions scientifiques mais pas que.

Et enfin à mon laboratoire d’accueil, merci Jean-François, Hervé, Michel R. pour la partie ‘réalisation de la thèse’ voir plus mais aussi à tous les autres (je ne parle ici que des permanents) pour nos discussions, leurs disponibilités, leurs ouvertures au monde de la terre, leurs aides et pour certains pour nos activités extra-labos.

Le jury est remercié, les gens qui m’ont aidés dans la réalisation de ce travail aussi, il reste les amis, la famille. Ils sont pour moi indispensables et indissociables de ma santé mentale. . . Au même titre que les précédents, il n’y a aucunement d’ordre à établir.

Commençons par les plus proches géographiquement, mes amis LTHiens. Quel soulagement de les avoir à mes cotés. Certains sont déjà repartis, d’autres sont revenus et d’autres ‘trainent’ par ici ! Qu’importe, les remerciements se feront en vrac. Alors un grand, grand, grand merci à Mat (mon compagnon de cordée !), Théo (mon mentor), Chris (c’est à qui le tour pour la garde !), Véro (le soleil du bureau embrumé par mon tabagisme), Guillaume the Brice, Eddy, Laeti (RRRRrrrr !), Céline, Ben & Nico (l’un sans l’autre,

---

impossible !), Romain, Maud, Abdou, Noémie (le bâtiment A), Adam (reparti), Alexi (pas encore revenu et squatteur de son état), Latif (en transit), Gaël (revenu)...

Certain(e)s sont accompagné(e)s donc une bise en passant à Aurélie (à prononcer ôrélaille et un RRRRrrrr de plus), Vinnie, Filou, Martin (autre compagnon de cordée), Cath et la petite, Carine. Chacun remettant où il se doit la bonne personne.

Il existe aussi des extérieurs plus ou moins proches de mes thématiques scientifiques mais tout de même grenoblois. Alors pour Nico, Mag (RRRRrrrr !), Bérangère et JV (mon frère ?), Pag et Julie, une bise, une poignée de main, un calinou.

Là, il y aura une ligne spéciale pour Gui (et forcément Line). Il est devenu mon frère grenoblois, j'en ai fait un marin pêcheur au grand damne de sa demoiselle. Aux années à venir à condition que ses rêves étranges et ... cessent.

Je peux désormais remercier les autres. Ils sont tous aussi nombreux, j'en oublierai certainement. Alors pour Ma (ma correctrice, ma trouveuse de bons plans, ma ...), Nico et ..... (vous mettez le nom !) un énorme 'je sais pas quoi' mais énorme. Pour Val (ma collocatrice), Farida et Sarah (mes voisines) une bise devrait, j'espère, les satisfaire. Pour Maryse, heureux de te compter parmi nous. Pour Eve, 'fée clochette' de son état, j'enverrai tout mon bonheur. Pour Sandrine, à toutes ces années. Pour Cécile et Nico, à quand la suite du film.

Aux pictaves même si ils le sont plus pour tous nos merveilleux moments passés et à venir donc à ma Jaja, mon Fafouné, ma mite et sa Fanny, mon Gigi et ses puces Cynthia et Lou, à bientôt.

A ma très grande famille, mes parents (4) et mes frères et soeurs (10) et donc à mes nièces (2 seulement mais tellement magnifiques), sans oublier ceux qui sont autour, grand-parents, oncles et tantes, copains, copines, amis... Je vous ferai grâce de tous les énumérer.

Pour finir, à toi Sylvie, simplement merci, le reste est trop personnel...

Et, enfin, un grand pardon à M, Mme, Mlle .....<sup>1</sup> que j'ai oublié(e) de citer mais qui l'en soit ainsi remercié(e)...

---

<sup>1</sup>Rayer la mention inutile et mettre son nom et prénom

*“Tu savais que les cloches au fond de la mer  
n’étaient qu’une légende ;  
mais tu n’es parvenu à les entendre  
que lorsque tu as compris que le vent,  
les mouettes, le claquement des feuilles de palmiers,  
tout cela faisait partie du tintement des cloches”*

*Manuel du Guerrier de la Lumière*



'Mektoub'

*J'ai dormi dans les cases indigènes, toutes les cases, car tu penses bien, ô mieux-aimée, que chaque région et chaque peuplade possède un modèle particulier ;*

*Cases des Pahouins noyées dans l'impénétrable forêt, rectangles à parois en écorces déroulées ; des Doualas, entièrement -murs et toits- en feuilles de palmier-raphia ; des Yaoundés, aux murs de pisé appliqué sur une membrure en bois ;*

*Cases des Bamouns, hauts édifices carrés, en terre, avec le cône énorme du toit d'herbe, des Foulbés -la vrai paillote du village nègre classique - hutte ronde à toit pointu, entourée d'un enclos de hautes nattes tendues sur des perches ;*

*(...)*

*Cases des Moundangs, curieux petits châteaux forts à terrasses, surmontés des coupoles des greniers à mil avec leur large orifice circulaire qui est la porte ; des Mousgoums - oh ! l'étrange vision que cette plaine immense du Logone semée, parmi les boqueteaux de palmiers-rôniers, de ces prodigieux pains de sucre d'argile cannelée !*

*Cases des Kotokos, puissants bâtisseurs et grands pétrisseurs de glaise ; maisons à étages, vieux burgs d'aspects moyenâgeux aux ruelles étroites, palais aux pièces innombrables avec leurs couloirs obscurs, leurs terrasses, leurs galeries, leurs chambres hautes, leurs toits plats, leurs rustiques escaliers, leurs murs à créneaux et -tu excuseras, ô mieux-aimée, ce détail qui humilie le Versailles du grand roi - des commodités aux premiers !*

Théodore Monod

Méharées - l'appel du désert - 1937

## Avant-Propos

En retraçant l'histoire des constructions en terre, les vestiges retrouvés nous permettent de mettre en avant les berceaux des civilisations, leur avancée technologique, et leur intérêt de bâtisseur pour ce matériau. Avec la sédentarisation des peuples, le besoin de construire "en dur" soit sur des supports initialement recouverts de peaux ou de branchages, soit par le développement de multiples techniques (brique de terre crue, pisé...) s'est accru. Les archéologues retrouvent ainsi en Afrique, dans la vallée du Nil, sur les sites de Merimdé et du Fayoum (V<sup>e</sup> millénaire av. J.-C.) des habitats de clayonnage en roseaux enduits d'argile. Au Proche-Orient, le site néolithique de Jéricho (8000 ans av. J.-C.) révèle des habitations aux murs de briques crues. Ces premières demeures évolueront pour donner naissance à des civilisations importantes : l'empire Chimu (XI<sup>e</sup> au XV<sup>e</sup> siècle) en Amérique du sud dont la capitale, Chan-Chan, est entièrement construite en briques séchées et s'étendant sur une vingtaine de kilomètres carrés ; les grottes de Mogao (Chine) sur la route de la soie, témoins d'un millénaire de civilisation bouddhiste, époque des Wei du Nord (386-534) à la dynastie mongole des Yuan (1276-1368) ; ou encore les sites et villes du Maghreb (Ville historique de Meknès au Maroc - V<sup>e</sup> au VIII<sup>e</sup> siècle - vallée du M'Zab en Algérie - XI<sup>e</sup> siècle à nos jours). En tout, cela représente 96 monuments partiellement ou totalement construits en terre sur 563 biens inscrits sur la liste du patrimoine mondiale de l'UNESCO<sup>2</sup> et ce sans compter les sites répertoriés mais non affiliés à cette organisme.

Actuellement, et ce malgré des chiffres certainement en deçà de la réalité, 30% de la population mondiale vit dans des habitations en terre. Ce chiffre passe à plus de 50% si l'on considère seulement les pays en voie de développement et, dans un souci d'économie aussi bien pour ces pays que pour les pays industrialisés, la mise en oeuvre de constructions en adobe (orientée vers des Blocs de Terre Comprimée<sup>3</sup>) ou pisé croit de manière régulière.

Devant la nécessité de créer une science de la construction en terre, comme il existe une science du béton, il a été décidé par trois organismes, le Centre international de la construction en Terre de l'École d'Architecture de Grenoble (CRATerre-EAG), le Getty Conservation Institute (GCI) et le Centre International d'Études sur la Conservation et la Restauration des Biens Culturels (ICCROM), de fédérer leurs travaux autour d'un projet cadre, le projet TERRA. Ce projet s'appuie sur des bases établies<sup>4</sup> et en continuité d'anciens projets tel le projet Gaïa (Alva *et al.* 1990). Son but est de promouvoir, par la recherche, par la formation, par l'enseignement et enfin par la gestion de l'information et des publications, le matériau terre. L'organigramme (figure 1) résume les aspects du projet TERRA . Il a été ainsi décidé de développer deux axes de recherche liés aux lacunes scientifiques du domaine d'application :

1. la compréhension de la « perte » de cohésion du matériau terre (axe animé par le GCI) ;
2. l'identification et la caractérisation des mécanismes de cohésion interne du matériau terre dans ses conditions naturelles de conservation. Ces deux points sont l'objet d'investigation de cette thèse.

Ces problématiques concernent évidemment le monde des conservateurs. De nombreux monuments ont déjà été restaurés et ce par des moyens modernes ou anciens. Par procédé moderne, il faut entendre "avec des interventions chimiques". A l'inverse les procédés anciens font appel à des techniques traditionnelles privilégiant l'utilisation de matériaux naturels et proches du site à restaurer.

Des techniques modernes, il faut citer Hartzler (1996) qui montre que l'emploi de résine acrylique sur les enduits et mortiers de terre notamment du site de Mesa Verde (Colorado, USA) (figure 2) a permis d'améliorer sa conservation. Des travaux plus récents sur les murs de séparation en pisé de l'armée

<sup>2</sup>Données 2003 - en 2004, 34 nouveaux biens dont la cité d'Arg-e-bam en Iran, détruite par le séisme du 26 déc. 2003.

<sup>3</sup>désormais désignés par BTC.

<sup>4</sup>notamment PAT96 : cours panaméricain sur la conservation et la gestion du patrimoine architectural en terre-Trujillo-Pérou.

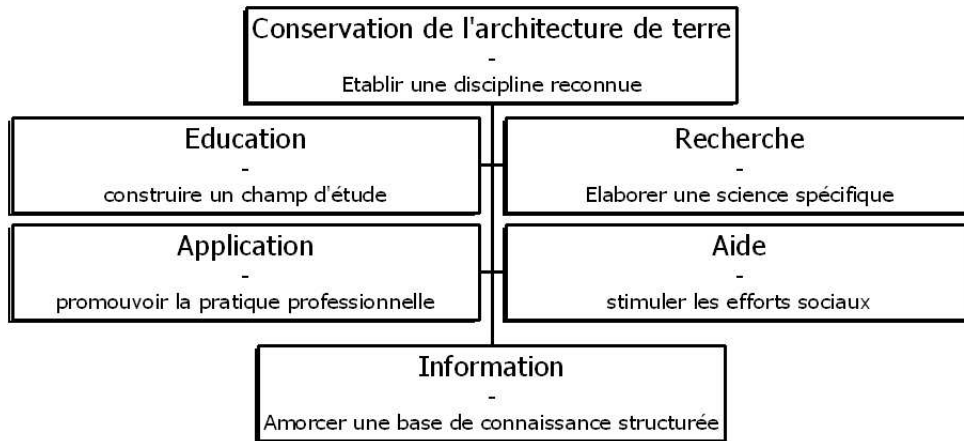


FIG. 1 – Organigramme du projet TERRA

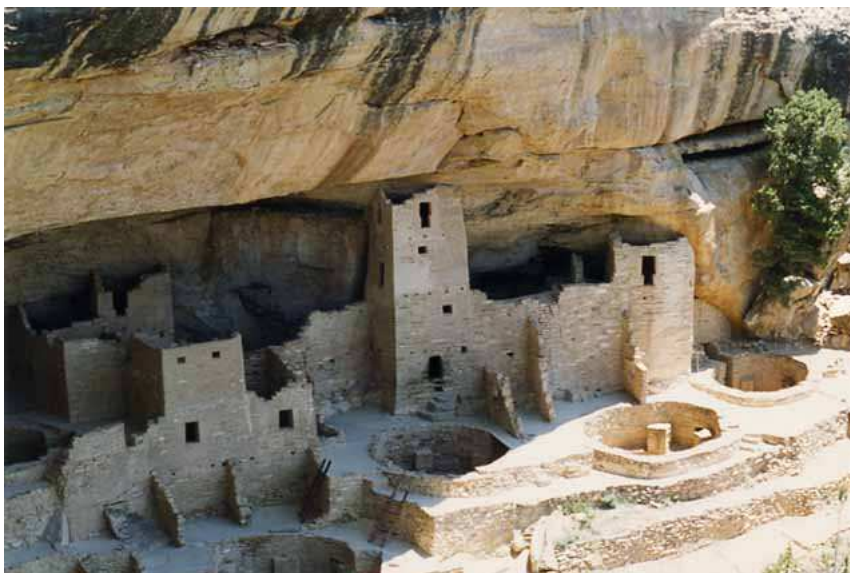


FIG. 2 – Photographie d'un des sites de Mesa Verde



FIG. 3 – Photographie de l'armée de Terracotta

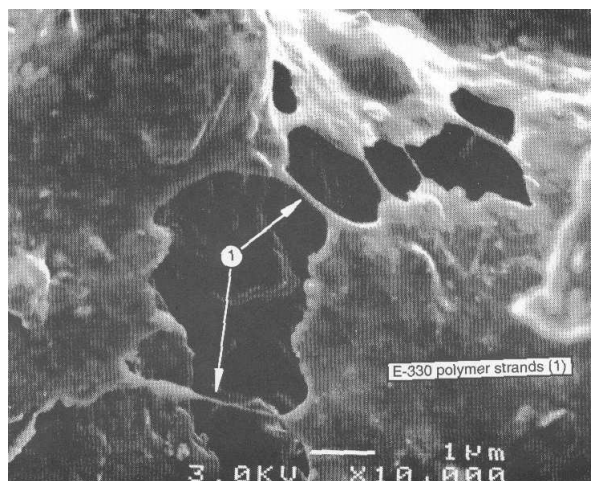


FIG. 4 – Exemple de liaisons obtenues avec une résine de type E-330 appliquée sur des blocs de terre de Mesa Verde d'après Hartzler (1996)

de Terracotta du 1<sup>er</sup> empereur de Chine (Utz 2004) (figure 3) apportent de nouvelles preuves quant à l'utilisation de produits chimiques. Les fonctions de ces derniers sont de deux ordres :

1. permettre de créer des liaisons entre les grains (figure 4) ;
2. rendre hydrofuge le matériau.

Néanmoins, ces techniques faisant appel à la chimie sont irréversibles et, dans l'état actuel des connaissances, il est difficile de prévoir le comportement à longs termes de tels produits. Au contraire, les techniques de conservation plus classiques sont souvent plus "douces" et redonnent aux populations locales, en faisant appel à leur savoir-faire, l'envie de préserver leur patrimoine et, par là-même leur culture. Ainsi, et avec le soutien de projets divers, des monuments ont pu être restaurés, illustrant alors la culture d'un pays. Il ne sera cité ici que deux exemples (figure 5) : les palais royaux d'Abomey (Bénin) et la mosquée de Larabanga (Ghana). Le projet pour la restauration du premier a permis la création de deux ouvrages (Projet-Prema-Benin-I 1996; Projet-Prema-Benin-II 1996) désormais manuel de référence dans l'analyse, la documentation, l'intervention, le suivi et l'entretien des monuments en terre. Enfin, le deuxième pour





FIG. 5 – Détail de bas-reliefs du palais d'Abomey (a) avant et après restauration et de la mosquée de Larabanga (b) pendant sa réfection

l'exemplarité des “soins” permanents que les villageois apportent à leur construction et donc, à leur culture (CRATerre 2004).

Un problème reste cependant en suspens. Le regard porté par les conservateurs est la plupart du temps d'ordre macroscopique à mésoscopique. Il est intéressant de constater que sur l'ensemble des monuments répertoriés, il n'existe que très peu d'ouvrages qui s'intéressent un tant soit peu au matériau lui-même (granulométrie, minéralogie, conditions environnementales...). Dans l'espoir de changer ce regard, ce travail essaiera d'apporter des éléments de caractérisations microscopiques de la cohésion du matériau terre afin que les personnes en charge de leur conservation comprennent leur matériau.

# Table des matières

<b>Résumé</b>	<b>2</b>
<b>Abstract</b>	<b>3</b>
<b>Remerciements</b>	<b>4</b>
<b>Avant-Propos</b>	<b>9</b>
<b>I Le matériau terre</b>	<b>23</b>
<b>1 La terre - un matériau de construction</b>	<b>27</b>
<b>2 Un matériau peu ou prou étudié</b>	<b>31</b>
<b>3 La terre - un milieu poreux granulaire</b>	<b>33</b>
3.1 Rappels sur le milieu granulaire insaturé . . . . .	33
3.2 Rappels des interactions eau / terre . . . . .	33
<b>II Études Expérimentales</b>	<b>39</b>
<b>4 Choix stratégiques</b>	<b>43</b>
4.1 Définition de la cohésion . . . . .	43
4.2 Milieu modèle . . . . .	44
4.3 Choix des matériaux . . . . .	45
4.3.1 Propriétés individuelles . . . . .	45
4.3.2 Propriétés de mélange . . . . .	50
<b>5 Essais mécaniques</b>	<b>55</b>
5.1 Rappels de mécanique . . . . .	55
5.2 Essais à la boîte de cisaillement . . . . .	56
5.2.1 Principe . . . . .	56
5.2.2 Résultats . . . . .	58
5.3 Essais en compression simple . . . . .	58
5.3.1 Essai en compression simple sur échantillons cubiques . . . . .	59
5.3.2 Essai en compression simple sur échantillons cylindriques . . . . .	62
5.4 Essais triaxiaux - Descriptions des rhéogrammes initiaux . . . . .	67

<b>6 Images - acquisitions, traitements et analyses</b>	<b>75</b>
6.1 Acquisition des images et rappels . . . . .	75
6.2 Réalisation des lames minces . . . . .	76
6.3 Observations qualitatives . . . . .	78
6.4 Analyses d'images . . . . .	87
6.4.1 Analyse 2D . . . . .	87
6.4.2 Analyse 3D . . . . .	94
<b>III Interprétation et expression de la cohésion</b>	<b>107</b>
<b>7 Retour sur les rhéogrammes</b>	<b>111</b>
7.1 Cohésion et Frottement en Iso-déformation . . . . .	111
7.2 Surface de fissuration et surface de rupture . . . . .	111
<b>8 Essai de couplage</b>	<b>117</b>
8.1 Porosité et compacité . . . . .	117
8.2 Vitesse ultrasonique . . . . .	124
<b>9 Retour sur les forces de cohésion</b>	<b>127</b>
9.1 Redéfinir la cohésion . . . . .	127
9.1.1 Les édifices atomiques ou moléculaires . . . . .	127
9.1.2 La matière divisée . . . . .	129
9.1.3 Des forces interparticulaires à la cohésion . . . . .	132
9.2 Les forces capillaires . . . . .	132
9.2.1 Le cadre classique . . . . .	134
9.2.1.1 Le profil du ménisque. . . . .	134
9.2.1.2 La force d'adhésion . . . . .	135
9.2.1.3 Les problèmes . . . . .	136
9.2.2 Le sable humide : la prise en compte de la rugosité . . . . .	137
9.2.2.1 Un modèle d'avalanche (conditions de stabilité en surface). . . . .	138
9.2.2.2 Un modèle de rupture (conditions de stabilité en volume) . . . . .	141
9.2.3 Forces capillaires dans les argiles. . . . .	144
9.2.3.1 Les forces de van der Waals . . . . .	145
9.2.3.2 Un cas d'école . . . . .	146
<b>10 Conclusion générale</b>	<b>151</b>
<b>Bibliographie</b>	<b>157</b>
<b>Annexe</b>	<b>161</b>
<b>A Protocole initial de fabrication des échantillons</b>	<b>163</b>
<b>B Protocole de fabrication développé par L. Fontaine</b>	<b>165</b>
<b>C Protocole de réalisation des essais de cisaillement direct</b>	<b>167</b>
<b>D Protocole de réalisation des essais de compression simple</b>	<b>169</b>
<b>E Protocole de réalisation des essais triaxiaux</b>	<b>173</b>

---

<b>F</b>	<b>Photomontage des sous-volumes obtenues par micro-tomographie</b>	<b>175</b>
<b>G</b>	<b>Le nouveau chapitre de la thèse</b>	<b>189</b>
G.1	Cadre général et enjeux . . . . .	189
G.1.1	Présentation succincte . . . . .	189
G.1.1.1	Titre de la thèse . . . . .	189
G.1.1.2	Résumé . . . . .	189
G.1.1.3	Enjeux . . . . .	190
G.1.1.4	Résultats attendus . . . . .	190
G.1.2	Thèse dans son contexte . . . . .	190
G.1.2.1	Dans le laboratoire . . . . .	190
G.1.2.2	Concurrence . . . . .	191
G.1.2.3	Moyens . . . . .	191
G.1.2.4	Réseau laboratoire . . . . .	191
G.1.2.5	Vous dans ce contexte . . . . .	191
G.2	Déroulement, gestion et coût du projet . . . . .	191
G.2.1	préparation, financements et cadrage . . . . .	191
G.2.1.1	Succès et risque . . . . .	191
G.2.1.2	Financements . . . . .	191
G.2.1.3	Choix des partenaires . . . . .	192
G.2.1.4	Aspects contractuels . . . . .	192
G.2.2	Conduite du projet . . . . .	192
G.2.2.1	Principales étapes . . . . .	192
G.2.2.2	Gestion relations et problèmes . . . . .	193
G.2.2.3	Évaluation du coût consolidé du projet . . . . .	193
G.3	Compétences, savoir faire, qualités professionnelles et personnelles . . . . .	193
G.3.1	Domaine d'expertise . . . . .	193
G.3.2	Connaissances acquises . . . . .	195
G.3.3	Compétences organisationnelles . . . . .	195
G.3.4	Méthodes de travail . . . . .	195
G.3.5	Savoir faire . . . . .	195
G.3.6	Qualités personnelles . . . . .	196
G.3.7	Réseau . . . . .	196
G.4	Résultats, impact de la Thèse . . . . .	196
G.4.1	Pour le laboratoire, les partenaires du projet . . . . .	196
G.4.2	Pour moi . . . . .	197



# Table des figures

1	Organigramme du projet TERRA . . . . .	10
2	Photographie d'un des sites de Mesa Verde . . . . .	10
3	Photographie de l'armée de Terracotta . . . . .	11
4	Exemple de liaisons obtenues avec une résine de type E-330 appliquée sur des blocs de terre de Mesa Verde d'après Hartzler (1996) . . . . .	11
5	Détail de bas-reliefs du palais d'Abomey (a) avant et après restauration et de la mosquée de Larabanga (b) pendant sa réfection . . . . .	12
1.1	Schéma des différents procédés constructifs à partir du matériau terre (Houben et al. 1995)	28
1.2	Exemple de BTC d'après Houben et al. (1995) . . . . .	29
3.1	Schéma d'un milieu poral insaturé et des interactions eau-argile (cas d'une kaolinite) . . .	34
3.2	Influence du pH sur la compensation de charges des faces ( $hk0$ ) d'après Bouchet et Al. (2000) . . . . .	35
3.3	Schéma des types d'assemblages argileux d'après Van Olphen . . . . .	36
4.1	Schéma des assemblages particuliers d'après Collins et al (1974) . . . . .	45
4.2	Granulométrie de la kaolinite . . . . .	46
4.3	Diagramme DRX de la kaolinite . . . . .	47
4.4	Classes granulométriques du sable d'Hostun et courbe recomposé du CEN196-1 . . . . .	48
4.5	Diagramme DRX du sable d'Hostun . . . . .	48
4.6	Photographie des différentes classes granulométriques du sable d'Hostun . . . . .	49
4.7	Distribution granulométrique des mélanges . . . . .	50
4.8	Photographie d'échantillons (exemple sur Host15ka) . . . . .	51
4.9	Photos MEB-ES sur bloc des différents échantillons . . . . .	52
4.10	Porosité et masse volumique apparente en fonction du pourcentage d'argile pour les deux mélanges . . . . .	53
4.11	Teneur en eau des échantillons en fonction de l'humidité relative de stockage d'après Fontaine (2004) . . . . .	53
5.1	Schéma du tenseur des contraintes sur un VER . . . . .	56
5.2	Schéma d'une réponse possible d'un échantillon soumis à une sollicitation mécanique . . .	56
5.3	Schéma des phases lors de la réalisation d'un essai de cisaillement sur un diagramme $\tau=f(\varepsilon)$	57
5.4	Graphique contrainte tangentielle = f ( déplacement ) . . . . .	58
5.5	Schéma de l'interface jauge / échantillon . . . . .	59
5.6	Schéma théorique de $\varepsilon_v$ et $\varepsilon_h$ en fonction du déplacement axial . . . . .	60
5.7	Récapitulatif des rhéogrammes de compression simple . . . . .	61
5.8	Exemple de traitement en moyenne glissante sur Host10ka-5 . . . . .	62

5.9	Résultats des essais avec jauge de déformation (représentation en Contrainte axiale = f (déformation)) . . . . .	63
5.10	Comparaison de la réponse des échantillons (contrainte = f (déformation) ) à 15% massique d'argile avec et sans système d'anti-fretage . . . . .	64
5.11	Graphique des contraintes maximales enregistrées en fonction du pourcentage d'argile et de l'humidité relative de stockage d'après Fontaine (2004) . . . . .	64
5.12	Valeur de déformations plastiques en fonction des teneurs en argiles et des pourcentages des humidités relatives de stockage d'après Fontaine (2004) . . . . .	65
5.13	Visualisation de l'effet Kaiser sur un graphique Contrainte-Nombre de coups enregistrés en fonction du temps . . . . .	66
5.14	Schéma du dispositif d'interface embase / échantillon . . . . .	67
5.15	Rhéogrammes $q=f(\varepsilon_l)$ . . . . .	69
5.16	Rhéogrammes $\varepsilon_v=f(\varepsilon_l)$ . . . . .	70
5.17	Cercles et droites de Mohr-Coulomb . . . . .	72
5.18	Cohésion et angle de frottement en fonction du pourcentage d'argile . . . . .	73
6.1	Comparaison sur lame mince des acquisitions MEB-ES et MEB-RD . . . . .	76
6.2	Formule chimique et détail de la structure du MMA et du Benzoyle de peroxide . . . . .	77
6.3	Détail du dispositif d'imprégnation . . . . .	77
6.4	Exemple de pollutions sur deux images réalisées au MEB(G x35) . . . . .	78
6.5	Photographies "macroscopiques" d'échantillons en MEB-ES . . . . .	79
6.6	Exemple sur host10ka de structures communes à l'ensemble des échantillons . . . . .	80
6.7	Image MEB-ES de la kaolinite . . . . .	81
6.8	Exemples de structure de type ménisque . . . . .	82
6.9	Détail d'un pont argileux (figure 6.8-e) . . . . .	83
6.10	Exemple de courbe masse =f (temps) sur host25ka . . . . .	84
6.11	Exemples de ponts argileux observés en lame mince . . . . .	85
6.12	Types de porosité observés en lame mince . . . . .	85
6.13	Réorganisation de la matrice argileuse observée en lame mince . . . . .	86
6.14	Exemple de matrice obtenue sur une image 8-bits . . . . .	87
6.15	Exemple d'histogrammes de NdG obtenus sur lame mince . . . . .	89
6.16	Exemple d'application utilisée sur les images MEB-RD . . . . .	90
6.17	Exemple de seuillage de la macroporosité suivant les traitements appliqués . . . . .	92
6.18	Quantification de chaque phase sur lame mince de référence pour 10, 15 et 25% massique d'argile . . . . .	93
6.19	Exemple de micro-fissurations observées . . . . .	95
6.20	Données quantitatives pour host15ka cisailé à 250kPa . . . . .	96
6.21	Exemple d'image enregistrée par la caméra sur la ligne BM05 . . . . .	97
6.22	Exemple d'une tranche repris à partir de l'image reconstruite de la figure 6.21 (©ESRF-BM05) . . . . .	98
6.23	Exemple de traitement sur sous-volume . . . . .	99
6.24	Définition de la squeletisation d'après Coster et al. (1989) . . . . .	100
6.25	Exemple de squeletisation . . . . .	101
6.26	Interconnectivité de la macro-porosité sur l'échantillon à 15% de kaolinite . . . . .	102
6.27	Détail de la figure 6.26 - comparaison entre les squelettes et la macro-porosité totale . . .	103
6.28	Exemple de macropore emprisonné sur host25ka . . . . .	104

7.1	Schéma du principe de calcul de l'iso-déformation à partir d'un rhéogramme $q=f(\varepsilon_I)$ . . .	112
7.2	Représentation des variations de $C$ et $\varphi$ au cours de la déformation . . . . .	113
7.3	Droite de Mohr-Coulomb pour chaque déformation . . . . .	114
7.4	Droite de fissuration et de rupture dans un diagramme $(\sigma_3, \sigma_1)$ . . . . .	115
8.1	Distribution cumulée de la porosité . . . . .	118
8.2	Schéma du phénomène de piégeage . . . . .	119
8.3	Exemple de cycles d'intrusion / extrusion au porosimètre mercure . . . . .	120
8.4	Distribution cumulée de la porosité après simulation pour les différents pourcentage d'argile	122
8.5	Distribution de la porosité après simulation pour 05 et 25%massique de kaolinite . . . . .	123
8.6	Compacité du milieu modèle en fonction du pourcentage d'argile . . . . .	123
8.7	Compacité du milieu modèle en fonction du pourcentage d'argile et des porosités mesurées par rapport des densités et par porosimétrie mercure . . . . .	124
8.8	Vitesse ultrasonique parallèle moyenne en fonction des teneurs en argile . . . . .	125
9.1	Allure du potentiel de paire $U(r)$ et de la force $F(r)$ entre deux atomes ou deux molécules supposées sphériques . . . . .	128
9.2	Equilibre d'un talus incliné d'un angle $\theta$ par rapport à l'horizontale . . . . .	129
9.3	Plan de Mohr-Coulomb et cercle de Mohr-Coulomb . . . . .	130
9.4	Plan de Mohr-Coulomb, cercle de Mohr-Coulomb et conditions limites de stabilité dans le cas d'un milieu cohésif caractérisé par une cohésion $C$ . . . . .	131
9.5	Représentation d'un empilement hexagonal . . . . .	133
9.6	Un empilement désordonné compact de sphères identiques . . . . .	133
9.7	Ménisque liquide entre deux sphères de même diamètre, dans l'approximation toroïdale . . . . .	135
9.8	Evolution de l'angle de repos après avalanche d'un empilement de billes de polystyrène, en fonction du contenu en huile, pour deux types d'huile . . . . .	137
9.9	Evolution de l'angle de repos après avalanche d'un empilement de billes de verre, en fonction du contenu en huile, pour trois diamètres de billes . . . . .	138
9.10	Evolution de l'angle maximum de stabilité, $\theta_m$ , pour un tas de billes de verre de $200 \mu m$ . . . . .	139
9.11	Expression d'un empilement non cohésif de sphère . . . . .	139
9.12	Evolution de l'angle critique de stabilité avec la cohésion, pour l'assemblage de quatre sphères illustré dans la figure 9.11 . . . . .	140
9.13	Schéma du pont capillaire dans un contact cône-plan (Albert <i>et al.</i> 1997) . . . . .	141
9.14	Illustration du contact entre deux particules sphériques et rugueuses de rayon $R$ . . . . .	142
9.15	Description d'un profil auto-affine . . . . .	142
9.16	Evolution de la force de cohésion capillaire (notée $f_A$ sur la figure) entre deux sphères rugueuses, en fonction du volume de liquide dans le contact . . . . .	143
9.17	Exemple d'agrégat . . . . .	145
9.18	Schéma illustrant un zoom à l'interface argile / grain de sable . . . . .	147
9.19	Un modèle d'empilement des plaquettes d'argile . . . . .	148
A.1	Schéma du protocole de fabrication . . . . .	164
B.1	Photographies du système d'application d'anti-fretage . . . . .	166
C.1	Schéma du dispositif de réalisation de l'essai de cisaillement . . . . .	168
D.1	Photographies des deux unités de contrôle des jauges et schéma du montage quart de pont	170
D.2	Schéma et photographie des dispositions des jauges . . . . .	170



D.3	Détail du dispositif expérimental de l'essai en compression simple avec sondes acoustiques	171
E.1	a - détail de la presse triaxiale Tritech 50 (WYKEHAM FARRANCE) couplé au logiciel de pilotage GDSTSAS V2.07; C.P.V. : Capteur Pression Volume permettant la mise en pression de la cellule triaxiale; Serial "pad" : gestion des transferts de données entre les capteurs de déformation axiale, d'effort principal $\sigma_1$ et l'ordinateur; RS232-MUX : gestion des transferts de données entre C.P.V. et l'ordinateur . . . . .	174
F.1	Sous-volume 1 pour 10% de kaolinite dimension sous-volume 1940*1940*297 . . . . .	176
F.2	Sous-volume 2 pour 10% de kaolinite dimension sous-volume 1940*1940*297 . . . . .	177
F.3	Sous-volume 3 pour 10% de kaolinite dimension sous-volume 1940*1940*297 . . . . .	178
F.4	Sous-volume 4 pour 10% de kaolinite dimension sous-volume 1940*1940*297 . . . . .	179
F.5	Sous-volume 5 pour 10% de kaolinite dimension sous-volume 1940*1940*54 . . . . .	180
F.6	Sous-volume 1 pour 15% de kaolinite dimension sous-volume 1870*1800*318 . . . . .	181
F.7	Sous-volume 2 pour 15% de kaolinite dimension sous-volume 1870*1800*318 . . . . .	182
F.8	Sous-volume 3 pour 15% de kaolinite dimension sous-volume 1870*1800*318 . . . . .	183
F.9	Sous-volume 4 pour 15% de kaolinite dimension sous-volume 1870*1800*288 . . . . .	184
F.10	Sous-volume 1 pour 25% de kaolinite dimension sous-volume 1640*1600*409 . . . . .	185
F.11	Sous-volume 2 pour 25% de kaolinite dimension sous-volume 1640*1600*409 . . . . .	186
F.12	Sous-volume 3 pour 25% de kaolinite dimension sous-volume 1640*1600*409 . . . . .	187

# Liste des tableaux

1.1	Exemple de rendement sur un petit chantier en fonction du taux de mécanisation des constructions en pisé d'après Houben et al. (1995)	27
4.1	Données moyennes des mélanges avant et après mise en forme	52
5.1	Tableau de données extraites des rhéogrammes $q=f(\varepsilon_l)$ et $\varepsilon_v=f(\varepsilon_l)$	68
6.1	Récapitulatif des données de quantification de la figure 6.17	91
7.1	Paramètres A1, B1, A2 et B2 des droites de fissuration et de rupture	112
G.1	Coût en frais généraux pour le LTHE (Année 2003, 1er Semestre 2004)	193
G.2	Coût en matériel et déplacement	194
G.3	Coût humain (* estimé à partir d'un coût horaire mensuel de 140 heures)	194
G.4	Coût consolidé	194



Première partie

Le matériau terre



*Construire en terre, c'est mettre en oeuvre un matériau "vulgaire" à la différence de la pierre ou du bois considérés comme nobles. Pourtant, construire en terre offre des possibilités inimaginables tant d'un point de vue des diversités d'applications, que des traditions culturelles reproduites. De plus utiliser la terre comme matériau, c'est aussi savoir reconnaître le sol dont la pédogénèse aura produit le meilleur "ciment". Il est communément admis que le liant, la colle de ce matériau, est l'argile qu'il contient.*

*Cependant la diversité des sols, amplifiée par la diversité de ces argiles, ne permet pas toujours une utilisation brute des terres. Le savoir-faire des artisans est, et était, primordial quant à la pérennité des ouvrages.*

*Après un retour sur les méthodes constructives anciennes et modernes, explorant ainsi les diversités de l'utilisation de ce matériau, et un rappel des travaux précédents, la re-définition du matériau terre comme milieu poreux et de ses interactions avec l'eau seront abordés.*



# Chapitre 1

## La terre - un matériau de construction

Il a été montré en avant-propos que l'utilisation de la terre comme matériau de construction remonte au néolithique et à la sédentarisation des peuples. En fonction des cultures et traditions de chaque peuple, les procédés explorés sont riches et variés et traduisent l'identité de ses bâtisseurs. De cette diversité, on dénombre douze modes d'utilisation dont sept majeurs (figure 1.1, Houben et Guillaud (1995)). Nous ne citerons que deux exemples qui sont les plus représentatifs des constructions actuelles : les techniques constructives en pisé et en adobe.

Pour la première technique, le procédé de mise en forme consiste en un remplissage et damage de couches de terre disposées dans un coffrage. Le matériau de base est très variable. Il peut se distribuer en terme granulométrique d'une fraction très fine à une distribution très étalée, allant jusqu'aux graviers et donc d'une cohésion très variable elle aussi. En fonction du taux de mécanisation du chantier et de la complexité de bâtiment à construire, le rendement peut varier de 5 à 35 heures / homme pour produire un mètre cube de pisé (tableau 1.1).

Pour les adobes (terre moulée et séchée sans apport énergétique), la terre doit être argileuse ou très silteuse, et fortement cohésive lors de sa mise en forme. A partir du matériau original, il est possible d'ajouter soit des stabilisants, soit des fibres végétales ; la qualité de ces briques de terre crue dépendant essentiellement de la qualité du malaxage. En terme de rendement, et de la même manière que précédemment, la production s'étale de 20000 à 500 blocs par jour pour 4 à 6 ouvriers. Il est évident ici que cela ne tient pas compte de la construction d'un bâtiment. Cette technique est certainement celle dont la mécanisation et l'industrialisation sont les plus importantes. De cette technique ancestrale a découlé de nouveaux produits déclinés sous l'appellation des BTC. Les compressions appliquées permettent d'augmenter la densité apparente des blocs ainsi moulés (de  $1,0 \text{ g/cm}^3$  pour la technique adobe classique à

	Manuel ou mécanisé	Très mécanisé
Investissement (en euros)	300 à 9200	jusqu'à 30500
Nombre de personnes par chantier dont	6	5
Préparation	2	1
Transport	2	1
Construction	2	3
Rendement ( $\text{h/h/m}^3$ )		
Très bonnes conditions	8-10	5
Bonnes conditions	15-20	9-10
Mauvaises conditions	25	15
Très mauvaises conditions	35	30

TAB. 1.1 – Exemple de rendement sur un petit chantier en fonction du taux de mécanisation des constructions en pisé d'après Houben et al. (1995)



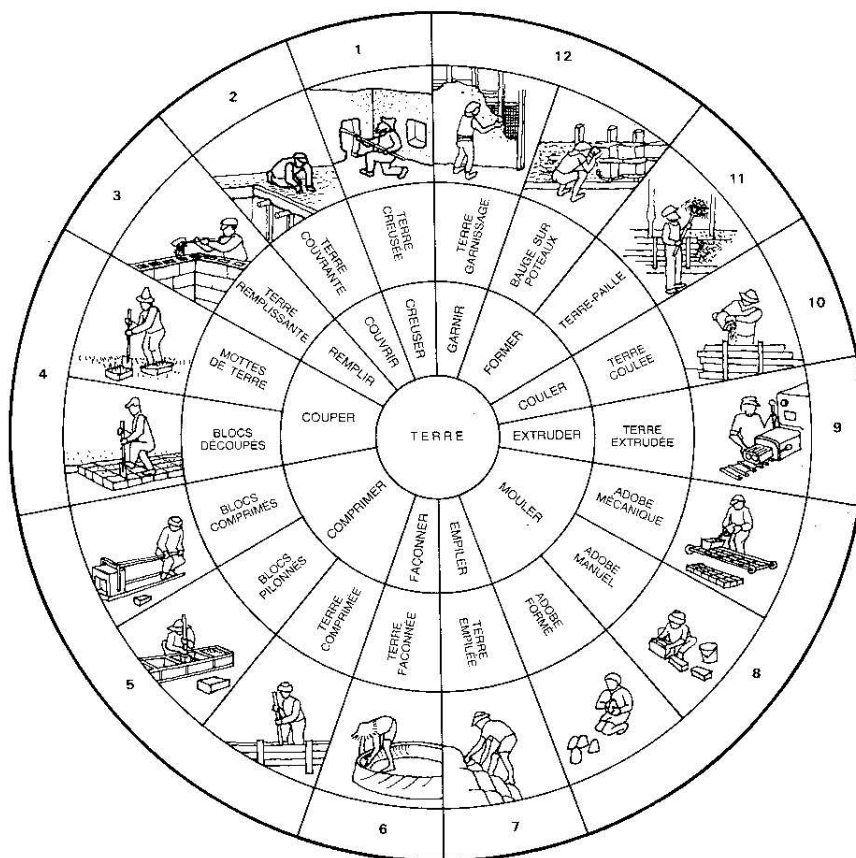


FIG. 1.1 – Schéma des différents procédés constructifs à partir du matériau terre (Houben et al. 1995)

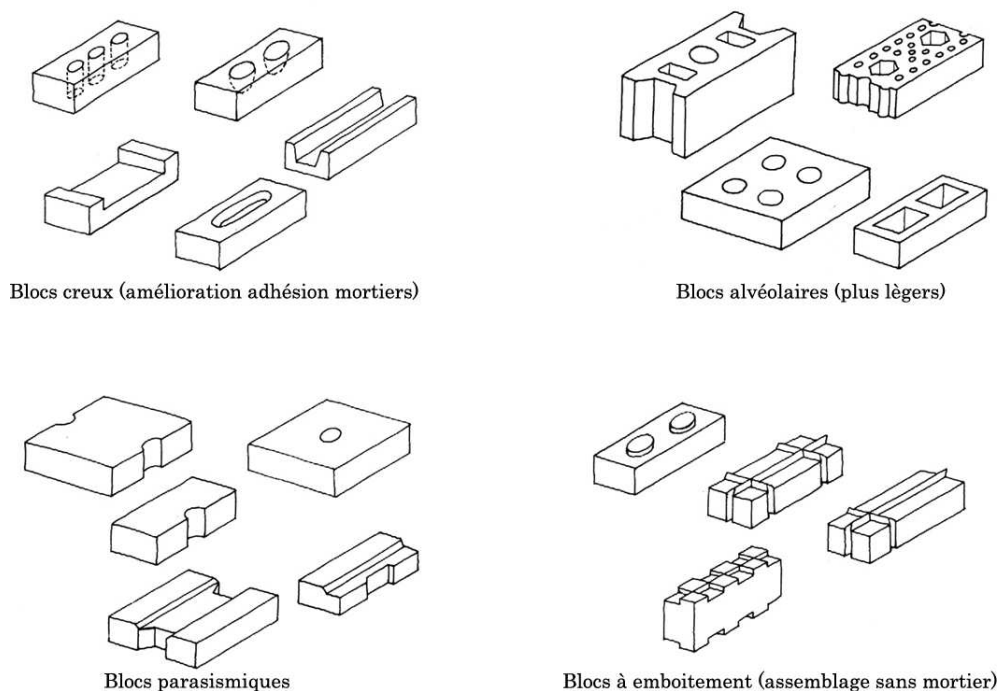


FIG. 1.2 – Exemple de BTC d’après Houben et al. (1995)

2,0 g/cm<sup>3</sup> pour les meilleures presses) et par le fait d’augmenter leur résistance mécanique. Les systèmes se déclinent sous toutes les formes : de la presse manuelle transportable sur le terrain (pression de moulage statique de 10 à 20 bars, poids de la presse  $\simeq$  50 kg, rendement 300 à 800 blocs/jour) aux unités industrielles motorisées (rendement jusqu’à 50000 blocs par jour, pression statique ou dynamique allant jusqu’à 400 bars). Ces nouvelles méthodes ont permis de mettre au point des briques de différentes formes (amélioration notamment des contacts inter-blocs) jusqu’à du bloc para-sismique (figure 1.2).

Il est important aussi de rappeler que l’utilisation de stabilisants joue un rôle essentiel dans l’amélioration des propriétés cohésives du matériau terre par changement des propriétés initiales de la composante terre-eau-air. Ces stabilisants, en fonction de leur origine plus ou moins ancienne (fibres végétales par exemple ou chaux plus récemment), ou moderne (résines chimiques), permettent de mettre en avant six types de mécanismes : densifier, armer, enchaîner, lier, imperméabiliser, hydrofuger.

Ainsi, au fil des expériences acquises, il est désormais possible de construire en terre sans pourtant réellement comprendre les mécanismes intrinsèques qui régissent sa cohésion. De nombreux ouvrages, notamment publiés par le CDE<sup>1</sup> ou par les organismes de conservation (exemple dans le cadre du projet TERRA) tendent à développer une littérature technique permettant de normaliser les procédures de caractérisation des matériaux bruts, d’instruire à la réalisation de chaîne industrielle de BTC. Cependant ces manuels font appel soit à des adaptations de normes pré-existantes (AFNOR/ASTM<sup>2</sup> la plupart du temps), soit aux compétences et aux savoir-faire des bâtisseurs. De ces constats d’empirisme, quelques travaux ont permis d’explorer fondamentalement le matériau terre, objet du chapitre suivant.

<sup>1</sup>Centre pour le Développement de l’Entreprise (Accord de Cotonou ACP (pays Afrique, Caraïbes, Pacifique) - UE (Union Européenne))

<sup>2</sup>Association Française de NORmalisation / American Society for Testing and Materials



## Chapitre 2

# Un matériau peu ou prou étudié

Ce chapitre n'a pas la prétention d'être un "état de l'art" des travaux fondamentaux qui ont eu cours sur le matériau terre. Le distinguo entre science fondamentale et science appliquée n'est pas toujours évident. Néanmoins, la liste non-exhaustive des ouvrages cités ci-dessous illustrera les précédents travaux et montrera que la science de ce matériau est une science "jeune", souvent appliquée.

Les études précédentes sur le matériau terre portent essentiellement sur les comportements macroscopiques de ce dernier. Il est possible de classer ces travaux en trois domaines correspondant à trois niveaux d'analyses :

1. étude de sites répertoriés ;
2. caractérisation de nouveaux matériaux en terre à but pratique par une analyse souvent mécanique de leur comportement ;
3. utilisation du matériau terre comme support au développement d'autres méthodes.

Dans le premier domaine, rares sont les références où une recherche fondamentale ait été effectuée. Cela dénote notamment du regard des conservateurs parfois trop extérieur aux mécanismes internes gouvernant pourtant leur objet d'étude. Il est intéressant de noter que sur la quantité de sites restaurés (ou en phase de l'être), le nombre de publications comportant ne serait-ce qu'une granulométrie et une étude physico-chimique du matériau est très faible. La plupart des travaux sont en fait regroupés dans " Adobe 90 Preprints " de la " 6<sup>th</sup> International Conference on the Conservation of Earthen Architecture " dont Coffman *et al.* (1990), Dassler (1990) et Ordaz *et al.* (1990). Quelques travaux supplémentaires ont permis de mieux comprendre, sur certains sites, le comportement du matériau terre par une étude physico-chimique fine. La plupart de ces publications sont l'oeuvre des recherches faites par la GCI<sup>1</sup>. Enfin, le seul ouvrage référencé s'adressant au monde de la conservation mais rappelant les propriétés intrinsèques du matériau terre est celui de J. Warren (1999).

La seconde et troisième approches du matériau terre comme matériau de construction concernent un domaine plus expérimental où il est question, à terme, d'une application concrète de ces recherches. Le matériau est ici abordé en tant qu'échantillon pluri-centimétrique. Il fait l'objet d'une étude approfondie en ce qui concerne ses relations entre comportement sous sollicitation mécanique, ou autres, et composition minéralogique. A l'inverse du premier domaine d'étude, les travaux sont ici issus d'organismes souvent extérieurs à la conservation (laboratoire de géomatériaux, de génie civil et du bâtiment...) et dont les préoccupations sont d'améliorer et de comprendre le matériau terre afin d'en modifier sa durabilité, ses propriétés.

Sur les procédés de fabrication de nouveaux matériaux, les recherches sont multiples. De ces dernières découlent directement les fabrications des B.T.C. par différents moyens allant jusqu'à l'élaboration

---

<sup>1</sup>cf. page 9 <http://www.getty.edu/conservation/>

d'éprouvettes de terre par compression statique à double poussée permettant ainsi d'homogénéiser les densités à l'intérieur d'un même bloc (Olivier 1994; Olivier et Mesbah 1986), et les applications qui s'en suivent (P'Kla 2002).

Il convient de s'arrêter sur quelques ouvrages qui ont servis de base de réflexion quant aux recherches effectuées ici.

Les travaux d'Olivier (1994), par une approche exhaustive des essais mécaniques, des matériaux utilisés, et des moyens analytiques et de caractérisation de ces matériaux, mettent en avant les possibilités *“d'obtenir d'excellentes caractéristiques mécaniques pour une grande gamme de sols meubles (...) mais demande, pour être applicable dans le cadre d'un contrôle de qualité, une formation spécifique des intervenants pour acquérir le savoir-faire nécessaire”*. Il peut sembler réducteur de résumer ces travaux à cette simple citation, mais cela montre l'importance de cette “science du matériau terre” à être applicable. En effet les matériaux utilisés pour ces études sont déjà employés en tant que matériaux de construction et sont d'ailleurs traités en tant que tels par une recherche d'optimisation de comportement mécanique : compression plus efficace, traitement et apport de stabilisant dans la confection des éprouvettes, ... Cette optimisation se base sur une compréhension fine du milieu : mesure de succion, réalisation d'essais mécaniques (compression simple et triaxe...) et passe par une modélisation aux éléments finis d'ensembles architecturaux (Programme VOUTE, Programme CESAR).

L'approche de Laurent (1986) a montré, en parallèle avec le développement de sondes à chocs thermiques en mesure “in-situ” (objectif de ses travaux), que la conductivité thermique du matériau terre (brut ou avec addition de pailles) était directement en adéquation avec :

- son taux de compactage par augmentation de la densité et donc du nombre de contacts entre grains ;
- sa teneur en eau résiduelle (fonction de l'atmosphère dans lequel l'échantillon est à l'équilibre).

Cependant, ces caractéristiques ont été établies sur des échantillons naturels (treize au total) et, malgré leur diversité, sont forcément réducteurs quant à une analyse statistique globale.

De manière indirecte, l'étude de colloïdes minéraux (assemblage argile / limon / sable) notamment par Sunderland-Saremkalali (1984, 1987, 1988, 1989) et Attou (1996) en relation avec des thématiques “matériaux terre”, a permis de mieux comprendre les interactions liant argileux et grains (mise en évidence des propriétés physico-chimiques) en fonction des teneurs en eau associées.

# Chapitre 3

## La terre - un milieu poreux granulaire

### 3.1 Rappels sur le milieu granulaire insaturé

Quelle que soit l'approche d'un milieu granulaire, celle-ci sera toujours contrainte par l'échelle d'observation : micro - méso - macro. A chaque dimension se pose un problème particulier :

- micro - isotropie locale, contacts inter-grains, pores intrinsèques ;
- meso - anisotropie et/ou isotropie, dimension et forme du volume poral (méso et macro pores), définition du squelette solide de l'échantillon ;
- macro - anisotropie et/ou isotropie, comportement globale sous contrainte mécanique.

Dans le cas d'un milieu insaturé s'ajoute, en plus, la présence de deux phases (liquide/vapeur et air) apportant une complexité quant aux échanges de fluides. Dans le cas particulier des échantillons du matériau terre, la littérature montre qu'il reste très peu d'eau (inférieur à 2% massique) et il est raisonnable de dire que cette eau est "piégée" dans les argiles.

La figure 3.1 illustre cette représentativité. Il est important aussi de noter cette variation d'isotropie. En effet, à l'échelle d'un échantillon, l'arrangement des grains, des argiles, de la porosité est aléatoire. Mais, en "zoomant" légèrement (à l'échelle des colloïdes minéraux), il apparait que les particules d'argiles vont s'organiser localement allant jusqu'à une anisotropie parfaite. Cette anisotropie est d'autant plus marquée qu'elle conditionne : la porosité de la phase argileuse (de  $n=55\%$  pour 100% d'anisotropie à  $n<40\%$  pour 100% d'isotropie (Dudoignon *et al.* 2004)), la propagation de la microfissuration, les échanges de fluides. . .

### 3.2 Rappels des interactions eau / terre

Le matériau terre est défini comme un milieu polyphasique insaturé, dont la cohésion est assurée essentiellement par les argiles qui le compose. Ce matériau terre, une fois mis en forme, est en équilibre avec le milieu ambiant ( $T^\circ$  et  $HR\%$ ). De cet équilibre, et en fonction des particules (plus ou moins affines avec l'eau) qui composent son squelette solide, il reste quelques pourcentages massiques d'eau. Cependant, ces quelques pourcents sont essentiels au maintien des échantillons. En simplifiant au maximum ce milieu, et en le décomposant en deux espèces chimiques (quartz et argiles), les forces d'interactions particulières en présence sont diverses.

Ces deux espèces peuvent être considérées comme des objets à surfaces électriquement chargées, entourés de molécules d'eau.

Pour le quartz, les surfaces sont couvertes de groupement hydroxyles -OH, dont la charge se modifie en fonction du pH de la solution aqueuse (négative à pH élevé et inversement positive à pH faible), selon la réaction suivante (Van Damme 2002a; Dixon et Weed 1989) :

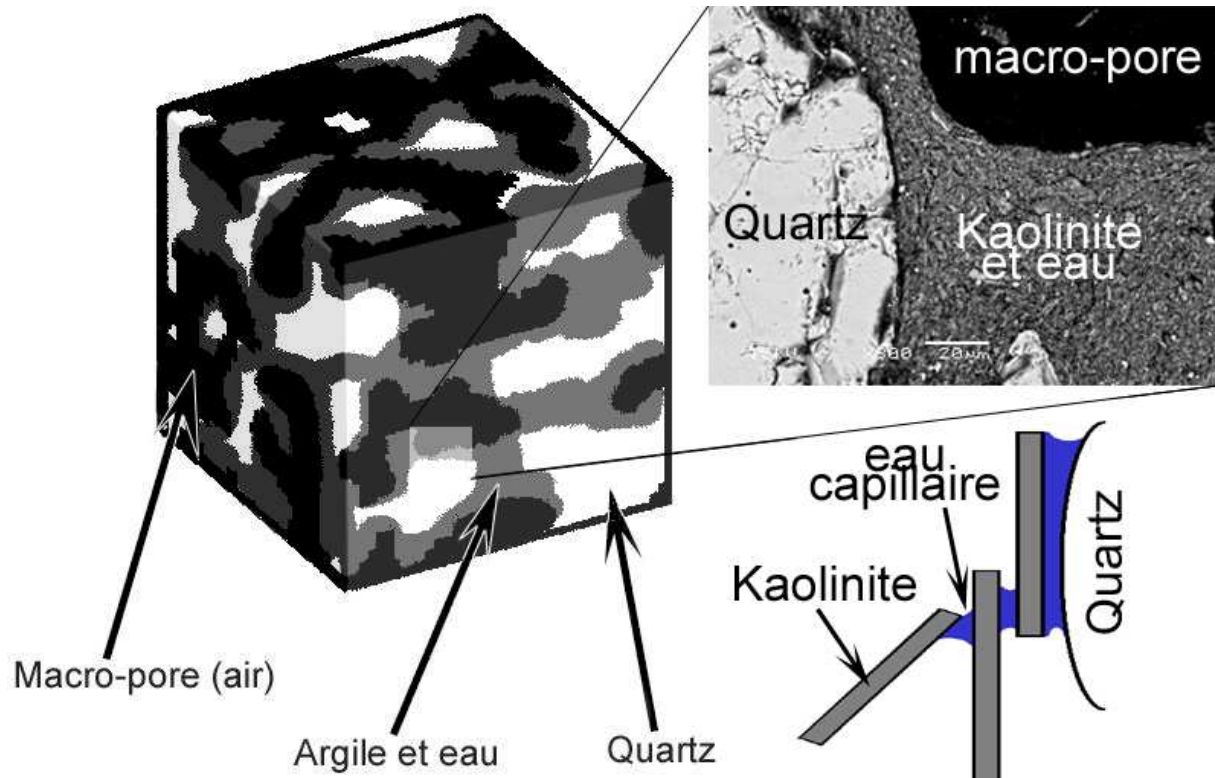
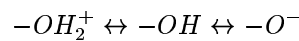


FIG. 3.1 – Schéma d'un milieu poral insaturé et des interactions eau-argile (cas d'une kaolinite)



Les forces de cohésion, permettant un lien physico-chimique de type Van der Waals sont donc relativement faibles. Les interactions seront donc essentiellement de type capillaires (équation de Young-Laplace) que l'on peut exprimer sous la forme :

$$\Delta P = 2\gamma K$$

avec  $\gamma$  = force liée à la tension de surface et  $K = \frac{1}{2} \left( \frac{1}{R_1} + \frac{1}{R_2} \right)$  où  $R_1$  = rayon de courbure maximum et  $R_2$ , minimum.

A cette force prédominante qui en fait concerne essentiellement les grains millimétriques, il a été montré que deux autres forces peuvent jouer un rôle important : les contacts frictionnels "secs" de type Coulombiens et les contacts "lubrifiés" (Bocquet *et al.* 1998; Van Damme 2002b); respectivement dans le vieillissement des contacts (micro-aspérités et condensation capillaire) et dès lors dans l'endommagement des assemblages granulaires; dans les forces normales séparant deux particules qui tendent à se rapprocher chassant leur fluide interstitiel.

Il devient donc évident que la tenue d'une construction ne peut s'exprimer que par la présence d'autres espèces physico-chimiquement différentes : les argiles.

De manière générale chaque phyllosilicate, et ce quel que soit le type de feuillet (1/1, 2/1 ou 2/1/1), présente deux types de surfaces chargées : les plans (00l) et les plans (hk0). De par la structure en empilement de couches tétraédriques et octaédriques, les plans (hk0) présentent des ruptures dans ses couches au bord de chaque cristalite. Cette perte de charge est compensée par des ions  $H^+$  ou  $OH^-$  (respectivement à pH basique et à pH acide). Les couches tétraédriques forment ainsi des groupements

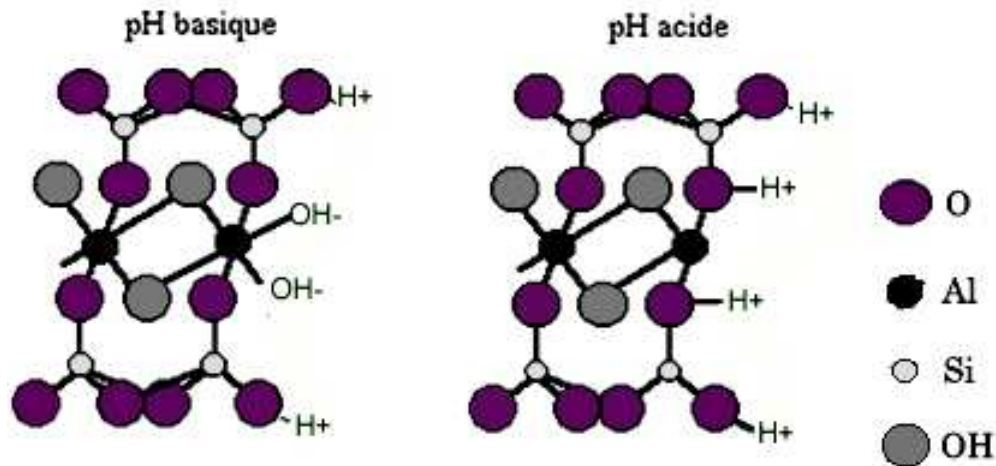


FIG. 3.2 – Influence du pH sur la compensation de charges des faces  $(hk0)$  d'après Bouchet et Al. (2000)

silanol  $Si-OH$ , comportement remarquable aussi par le caractère amphotère des ions de bordures des couches octaédriques (figure 3.2, Bouchet *et al.* (2000)). De plus, il existe des charges permanentes négatives liées aux substitutions cationiques dans les couches tétraédriques et octaédriques. Elles s'établissent sur les faces  $(001)$ . De nombreux modèles ont permis de comprendre les interactions cristallites / milieu diélectrique constant contenant des ions en suspension (modèle de Gouy-Chapman, modèle de Stern). Sans en donner une liste exhaustive, il est important de noter qu'il existe des forces répulsives (force osmotique, potentiel de Stern...) et d'autres, au contraire, attractives (forces de van der Waals, force de corrélation...), toutes de nature physico-chimique.

Ce trait de caractère des argiles a été étudié et compris par Van Olphen depuis 1963. Il a été montré qu'il est ainsi possible de créer des associations en fonction de leur nature et du procédé de fabrication des assemblages (cf. figure 3.3), même si ces études ne pouvaient se coupler à des observations.

Les études récentes montrent qu'il est possible de décomposer ces forces par des simulations numériques. Néanmoins la complexité des interactions rend les temps de calculs très longs et s'oppose donc à des modélisations multi-paramétrées. D'autant que les simplifications, qui vont en découler, éloignent le milieu numérique du milieu naturel. Pour exemple, l'équipe de Gary Sposito<sup>1</sup> de l'Université de Berkeley par simulation moléculaire dynamique montre notamment les interactions eau-argile à l'échelle d'une cristallite, cette dernière étant numériquement "baignée" dans un milieu infini. De même, les simulations de Monte-Carlo N,V,T (Pellenq *et al.* 1997; Van Damme *et al.* 1998; Van Damme 2002a) considèrent pour l'instant deux phyllosilicates l'un en face de l'autre et simplifiés en "murs" chargés infinis.

Cependant, même si ces forces sont toujours présentes, il est difficile de les évaluer dans un milieu naturel. D'autant que la présence de matière organique pourra jouer elle aussi un rôle important dans ces liaisons.

Un retour sur l'estimation de ces forces sera effectué au dernier chapitre de ces travaux.

<sup>1</sup><http://esd.lbl.gov/sposito>



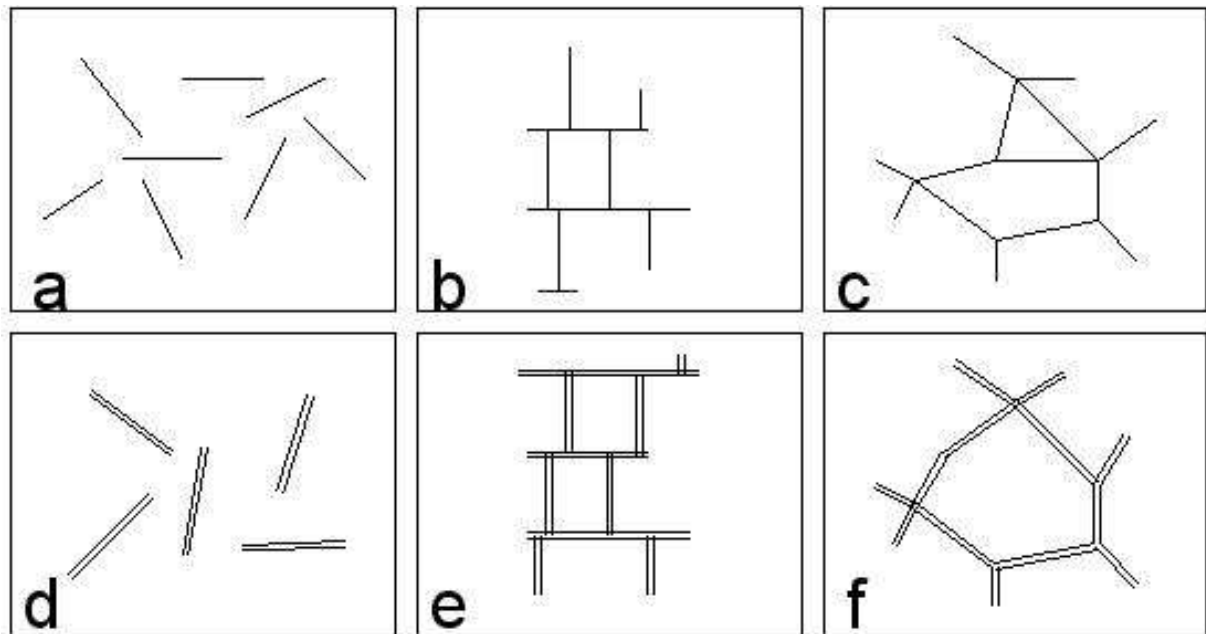


FIG. 3.3 – Schéma des types d'assemblages argileux d'après Van Olphen  
(a-Défloculé, dispersé ; b-floculé bord-face, dispersé ; c-floculé bord-bord, dispersé ; d-défloculé, agrégé ; e-lfloculé bord-face, agrégé ; f-floculé bord-bord, agrégé)

# Conclusion - Partie 1

Cette partie a permis de mettre en avant deux points essentiels :

1. construire en terre est possible. Par l'emploi de techniques constructives modernes, le matériaux terre n'a rien à envier aux matériaux plus classiques (ou plus nobles comme la pierre et le bois) tant d'un point vue des possibilités constructives que de leur pérenité ;
2. les travaux sur cette science sont peu nombreux et ont la volonté de vouloir être applicables directement. La connaissance fondamentale du matériau terre en tant que matériau de construction est à rechercher à travers des sciences non spécifiques de ce domaine (sciences du sol, mécaniques des roches...).

De plus, il apparaît que l'expression de la cohésion au niveau micro-structurale ne semble pas aisée au vu de la liste des forces en présence. La mesure de la cohésion par des moyens analytiques transverses semble obligatoire mais ceux-ci seront forcément réducteurs de la cohésion inter-particulaire.



Deuxième partie

Études Expérimentales



*Dans cette étude, et au vu des rappels de la première partie, l'identification et la caractérisation de la cohésion interne du matériau terre (ce qui sous-entend au niveau microscopique) passe tout de même par une caractérisation d'échantillons macroscopiques afin d'en comprendre les mécanismes intrinsèques. Il a donc fallu choisir le matériau de base et en aborder l'étude sous divers aspects : de la caractérisation mécanique (échelle macroscopique) à l'approche microscopique.*

*Ce chapitre sera donc abordé par une justification des choix stratégiques concernant le traitement du sujet, pour s'orienter vers les essais mécaniques réalisés et enfin leur couplage vers le traitement d'image.*



# Chapitre 4

## Choix stratégiques

Chronologiquement au déroulement de ces recherches, la définition de la cohésion interne du matériau terre, les moyens de l'identifier et de la caractériser, ont conduit aux choix qui gouverneraient les études à mener. Ces études se sont déroulées en partenariat avec différents laboratoires : le CSTB<sup>1</sup> de Grenoble, le laboratoire Hydrasa de Poitiers et le laboratoire GEMPPM<sup>2</sup> de l'INSA de Lyon dans le cadre d'un stage de DPEA-terre<sup>3</sup>

### 4.1 Définition de la cohésion

La science du matériau terre comme matériau de construction est pauvre. Même si la cohésion est empiriquement attribuée à l'argile qu'il contient, il est difficile d'en exprimer une grandeur physique.

D'un point de vue du vocabulaire, l'homonymie d'un terme aussi simple qu'argile<sup>4</sup> ou cohésion pose déjà un problème majeur et d'autant plus si les protagonistes ne sont pas issus d'une même Ecole. Suivant ces dernières, le sens du mot cohésion et les moyens de la caractériser sont différents.

En mécanique des sols, la cohésion est souvent attribuée à une grandeur physique mesurée via des essais mécaniques à la presse triaxiale, ou de manière détournée en compression simple, ou cisaillement direct, sur échantillons méso à macroscopiques. Le moyen le plus simple d'y accéder est de se référer aux critères de Mohr-Coulomb exprimant ainsi la cohésion sous la forme :

$$\tau = C + \sigma \tan \varphi$$

avec  $\tau =$  *Contrainte de cisaillement*

$\sigma =$  *Contrainte normale*

$\varphi =$  *Angle de frottement*

$C =$  *Cohésion*

Cependant, ce critère est défini sur des échantillons saturés ou secs (rejoignant ainsi la mécanique des roches). Dans le cas d'un matériau insaturé, les contrôles de succion notamment, et de manière plus générale des interactions phases vapeurs / phases liquides, deviennent problématiques vu le peu d'eau présente dans nos matériaux une fois qu'ils sont en équilibre avec l'atmosphère ambiante (de l'ordre de 2% massique, (Laurent 1986; Olivier 1994; Houben et Guillaud 1995)).

---

<sup>1</sup>Centre Scientifique et Technique du Bâtiment

<sup>2</sup>Groupes d'Etudes de Métallurgie Physique et de Physique des Matériaux

<sup>3</sup>Diplôme Pour les Ecoles d'Architecture - stage effectué par Laetitia Fontaine

<sup>4</sup>désignant les phyllosilicates et une classe granulométrique



D'un point de vue physico-chimique, la cohésion sera considérée comme une (ou des) force(s) (cf. paragraphe 4.1). Ces interactions sont modélisées aux niveaux particulaires et la cohésion sera l'expression de la somme des forces attractives moins la somme des forces répulsives.

Entre ces deux points de vue, le couplage n'est pas forcément évident. A la lecture des travaux récents, notamment Coussy et Fleureau (2002), essayent d'apporter un élément de réponse à la compréhension des mécanismes intrinsèques d'un matériau insaturé. Ils mettent l'accent dans leur introduction aux difficultés rencontrées quant à l'expression des deux phases fluides (air et eau). L'approche mécanistique se trouve confrontée à l'impossibilité d'exprimer un tenseur des contraintes régissant définitivement le comportement de ces matériaux. Ainsi l'équation à la rupture de Mohr-Coulomb devient :

$$\tau = C' + \sigma_{eq} \tan \varphi'$$

avec  $\tau =$  Contrainte de cisaillement,  $\sigma_{eq} =$  contrainte équivalente (fonction de la succion),  $\varphi' =$  angle de frottement effectif et  $C' =$  cohésion effective et dont l'expression de  $\sigma_{eq}$  devient :

1. selon Bishop

$$\sigma_{eq} = (\sigma - u_a) + \chi (u_a - u_w)$$

avec  $u_a =$  pression interstitielle dans l'air,  $u_w =$  pression interstitielle dans l'eau et  $\chi =$  coefficient de Bishop ( $\chi = 0$  sol sec,  $\chi = 1$  sol saturé en eau) ;

2. selon Fredlund

$$\sigma_{eq} = (\sigma - u_a) + \int_0^s \left( \frac{S_r - S_{rr}}{1 - S_r} \right) ds$$

avec  $S_r =$  degré de saturation,  $S_{rr} =$  degré de saturation résiduelle et  $s =$  succion.

Cependant les paramètres introduits dans ces équations tenant compte de la non-saturation des échantillons, sont difficilement mesurables en continu lors d'essais mécaniques. Ce qui est applicable pour un échantillon donné ne l'est pas lorsqu'un paramètre même simple est modifié (teneur en argile, type d'argile, granulométrie, degré de saturation...).

De ces constats, nous avons cherché à mettre au point une méthode de caractérisation simple. Pour cela, il a été tout d'abord décidé de travailler sur un milieu modèle simple en partie maîtrisable.

## 4.2 Milieu modèle

Le choix d'un milieu modèle s'est d'abord posé en terme de problèmes d'échantillonnage. Choisir de travailler sur un matériau terre naturel, "en place", contraignait les recherches sur plusieurs points :

1. quel site choisir et comment échantillonner, sachant que les prélèvements sur des monuments classés sont difficiles ?
2. en quoi le prélèvement sur telle partie d'un site est représentative de l'ensemble de ce site ? les conclusions éventuelles seront-elles applicables aux autres monuments ?
3. comment caractériser physico-chimiquement ces échantillons sans tomber dans une batterie de tests ?

D'un point de vue fondamental, au vu des travaux précédents (revoir paragraphe 2 page 31), et en ayant comme objectif d'atteindre des conclusions généralistes sur la cohésion, la réalisation d'un milieu modèle s'impose. Ce dernier doit cependant satisfaire plusieurs critères dont celui d'être au moins représentatif des milieux naturels existants (teneur en argile, granulométrie).

Les teneurs en argile seront donc distribuées de 5 à 25% massique de l'échantillon total (respectivement teneur minimum observée notamment sur le site de Chan-Chan au Pérou à teneur rencontrée pour des

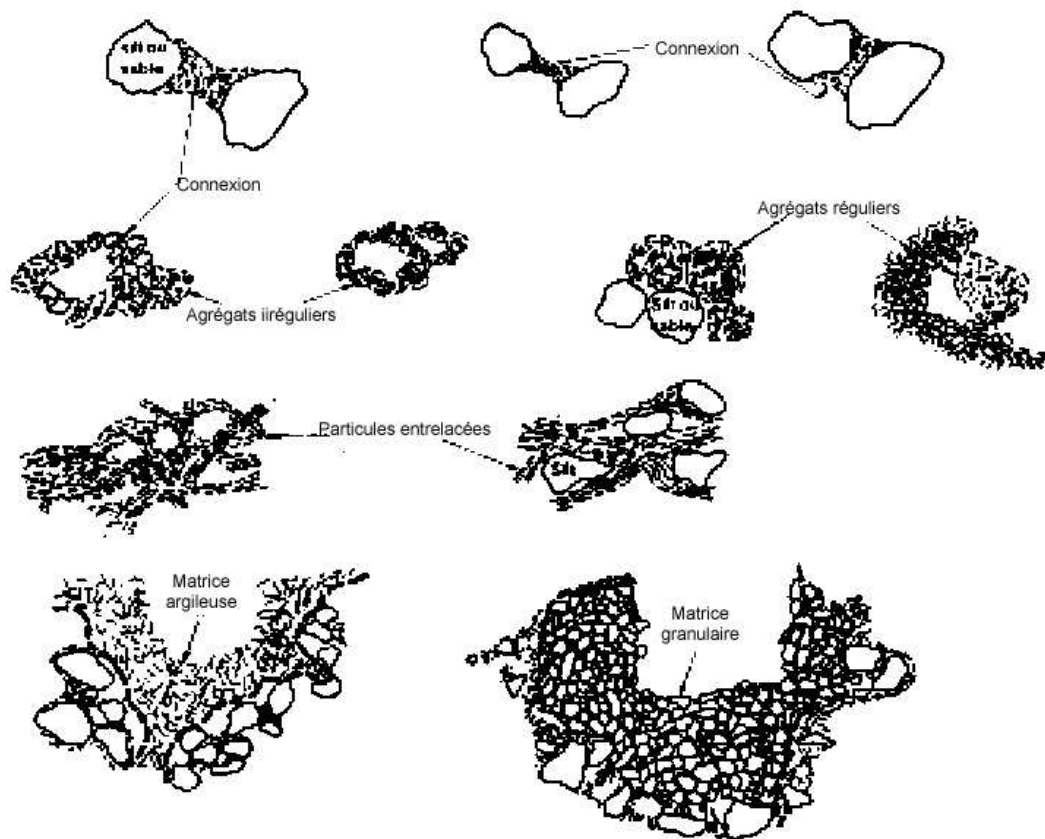


FIG. 4.1 – Schéma des assemblages particuliers d'après Collins et al (1974)

enduits), le reste des matériaux étant seulement constitué de sable. A ces teneurs en argile, la première question est aussi de savoir comment l'arrangement des grains entre eux va influencer les résultats futurs, et si le squelette solide sera une argile à inclusions sableuses ou un sable collé par un liant argileux (cf. figure 4.1 d'après Collins et McGown (1974)).

## 4.3 Choix des matériaux

### 4.3.1 Propriétés individuelles

L'argile retenue est une kaolinite (type China-clay) utilisée pour du couchage papier, à savoir bien cristallisée et de grande pureté. Ce choix a été conditionné par les propriétés physico-chimiques relativement simples de cette argile :

1. les charges des surfaces ( $00l$ ) peuvent être considérées comme nulles ;
2. les problèmes de gonflement / retrait lors de la mise en forme d'échantillons sont faibles ;

ce qui permet d'envisager une reproductibilité tant sur la fabrication des échantillons que sur les essais futurs.

La granulométrie de cette kaolinite (cf. figure 4.2) a été réalisée par granulométrie laser sur Mastersizer 2000 avec "Tank Hydro2" permettant de travailler sur de grands volumes de prélèvement. La distribution granulométrique est unimodale et s'étale de 0,4 à 20  $\mu\text{m}$ . La caractérisation chimique s'est faite par Diffraction de Rayon X ( $K\alpha_1$  Cobalt = 1,789 Å, pas du goniomètre = 0,04°  $2\theta$ , temps de comptage = 6s par pas) sur poudre désorientée. Elle montre quelques pollutions par des micas (sans doute de la

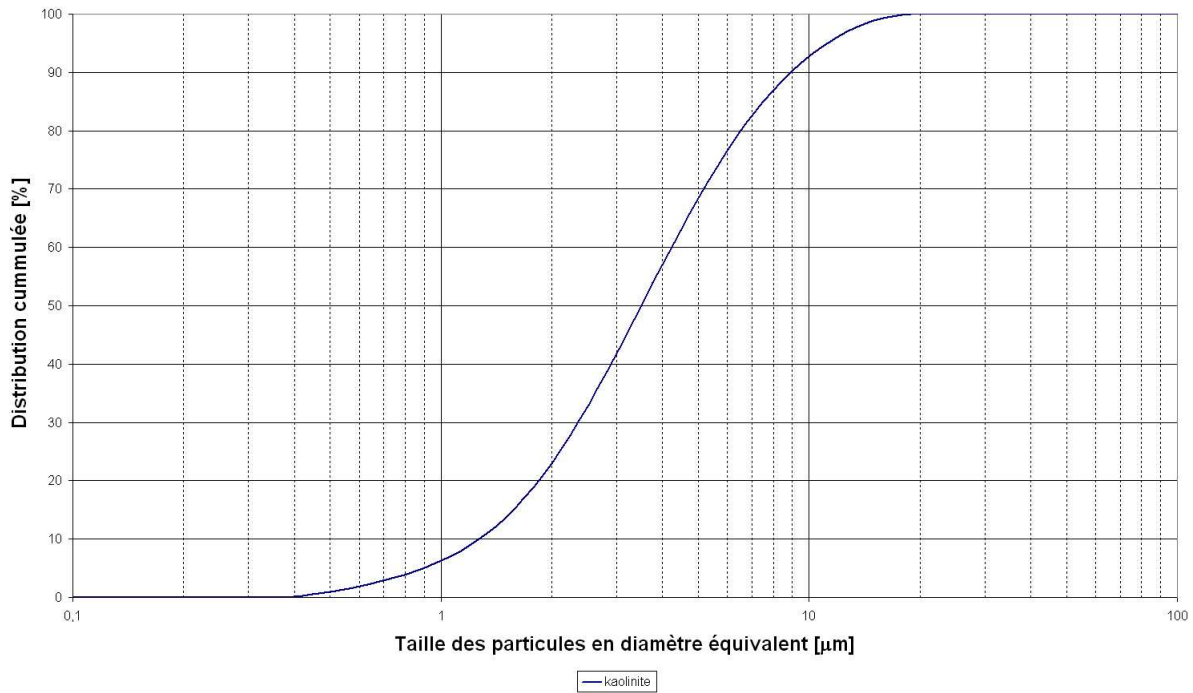


FIG. 4.2 – Granulométrie de la kaolinite

muscovite) et du quartz (cf. figure 4.3). Le test de Hincley (1963) sur les réflexions  $(020)$ ,  $(1\bar{1}0)$ ,  $(11\bar{1})$ , domaine d'investigation de  $22,5^\circ$  à  $26^\circ 2\theta$ -CoK $\alpha$ , et mesurant l'ensemble des défauts cristallins surtout de translation et de rotation, nous donne un résultat de 1,06 soit, par comparaison aux données de la littérature, une très bonne cristallinité (Liétard 1977; Plançon et Tchoubar 1977; Plançon *et al.* 1989).

De la même manière, le sable choisi est celui d'Hostun. Ce choix s'argumente pour plusieurs raisons :

1. le sable d'Hostun fait partie des sables décrits et devenus référence (Flavigny *et al.* 1990) ;
2. les procédures de classement granulométrique se font par hydroclassement permettant d'éviter de trop détériorer les surfaces de grains ;
3. sa commercialisation se fait soit par sable référence, soit par classe granulométrique permettant ainsi de recomposer n'importe quelle granulométrie.

Sur ce dernier point, la société "Silice et kaolin"-SIKA du groupe Sifracco commercialise huit classes granulométriques s'étendant de 0,04 à 5 mm et désignées sous les appellations SH22 à SH37. De ces classes, il a été possible de recomposer n'importe quel sable et notamment le CEN196-1 (sable normé) utilisé dans le cadre des recherches sur la perte de cohésion du matériau terre<sup>5</sup>. Cette granulométrie est détaillée dans la figure 4.4. Ce sable est relativement pur (cf. figure 4.5 DRX - K $\alpha_1$  Cobalt = 1,789 Å, pas du goniomètre =  $0,02^\circ 2\theta$ , temps de comptage = 15s par pas ) et les grains de quartz sont sub-arrondis à anguleux, pour les fractions les plus grossières, et tendent exclusivement vers le pôle anguleux dans les fractions les plus fines (cf. figure 4.6).

A ces deux composants, une autre kaolinite a été utilisée par Fontaine (2004) et référencée sous l'appellation MK1, fournie par Denain-Anzin Minéraux. Ces deux espèces peuvent être considérées comme équivalentes, au vu des tests comparatifs effectués (granulométrie, diagramme de DRX). Les mesures de surface spécifique par méthode B.E.T. sur Micromeritics ASAP 2010 vont aussi dans ce sens ( $13,2 \text{ m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$  pour la MK1 contre  $13,4 \text{ m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$  pour la "China clay").

<sup>5</sup>revoir 1 page 9 - collaboration projet TERRA

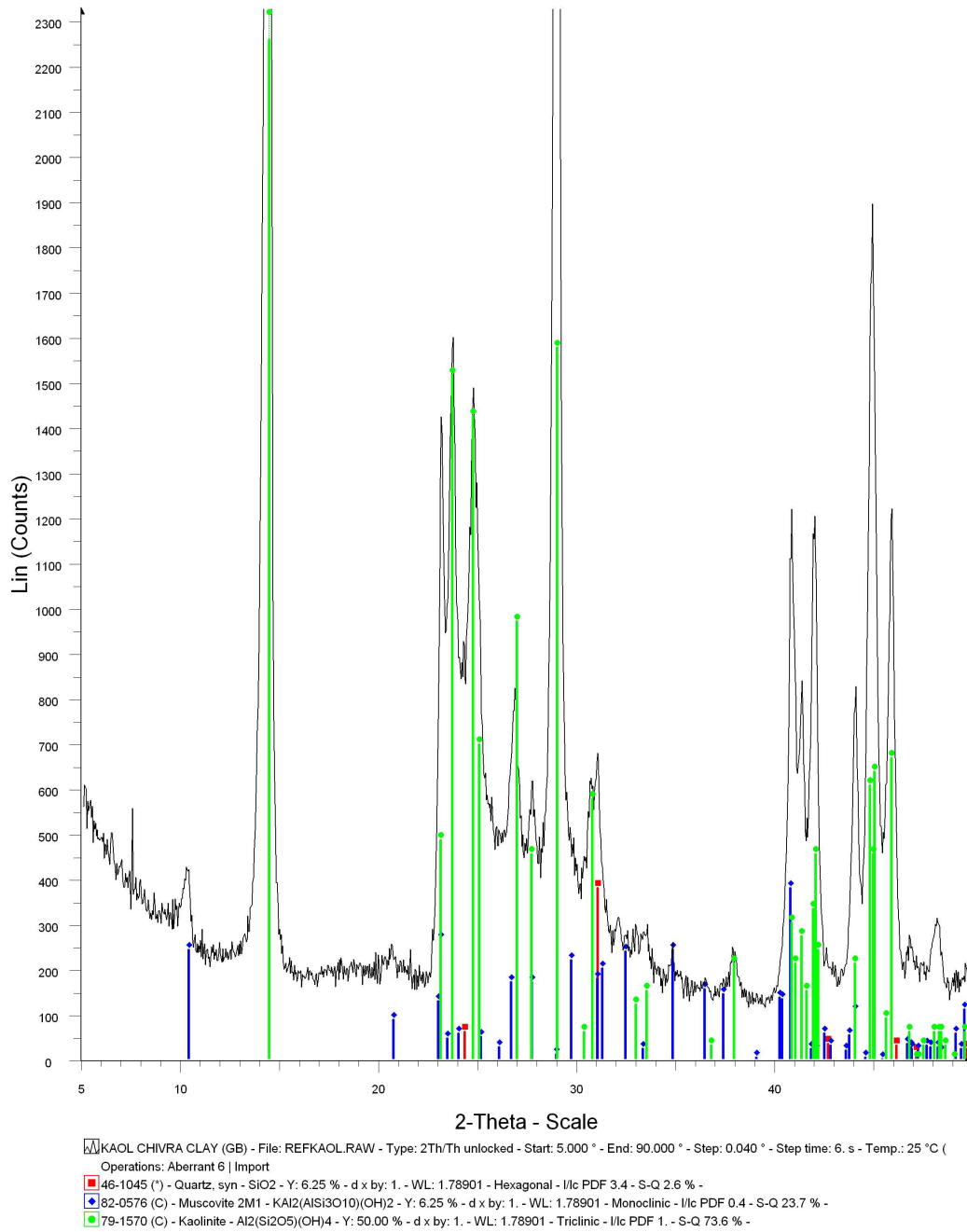


FIG. 4.3 – Diagramme DRX de la kaolinite

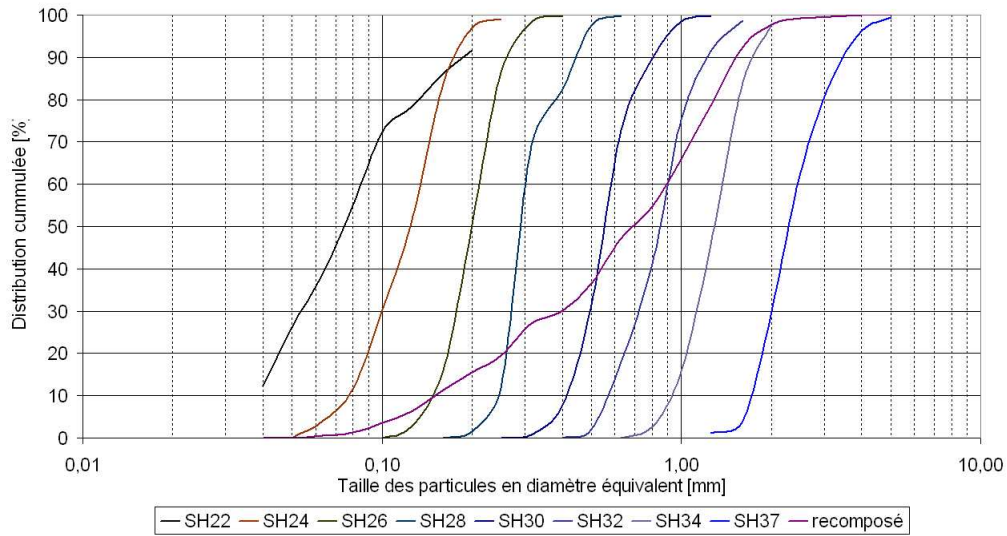


FIG. 4.4 – Classes granulométriques du sable d’Hostun et courbe recomposé du CEN196-1 (SH.. : distribution granulométrique du sable d’Hostun - recomposé : distribution du sable par mélange de SH.. et distribuée selon celle du CEN196-1)

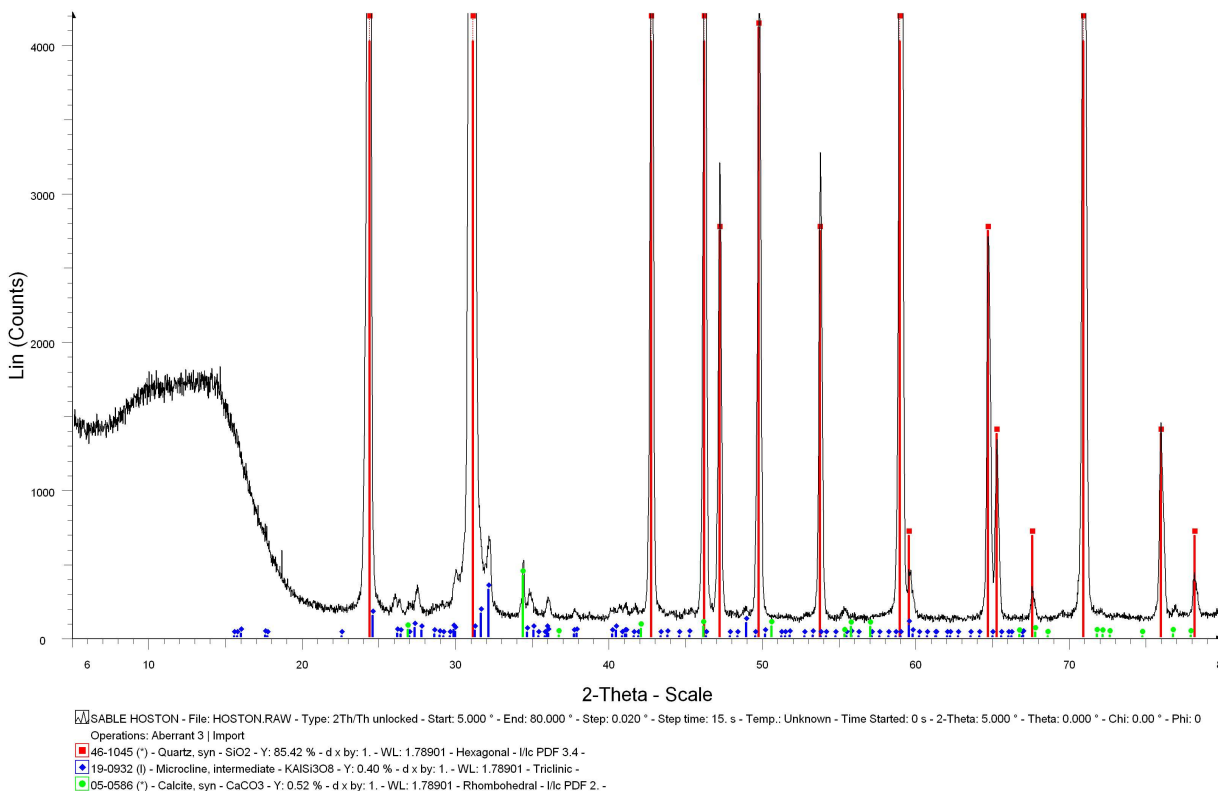


FIG. 4.5 – Diagramme DRX du sable d’Hostun

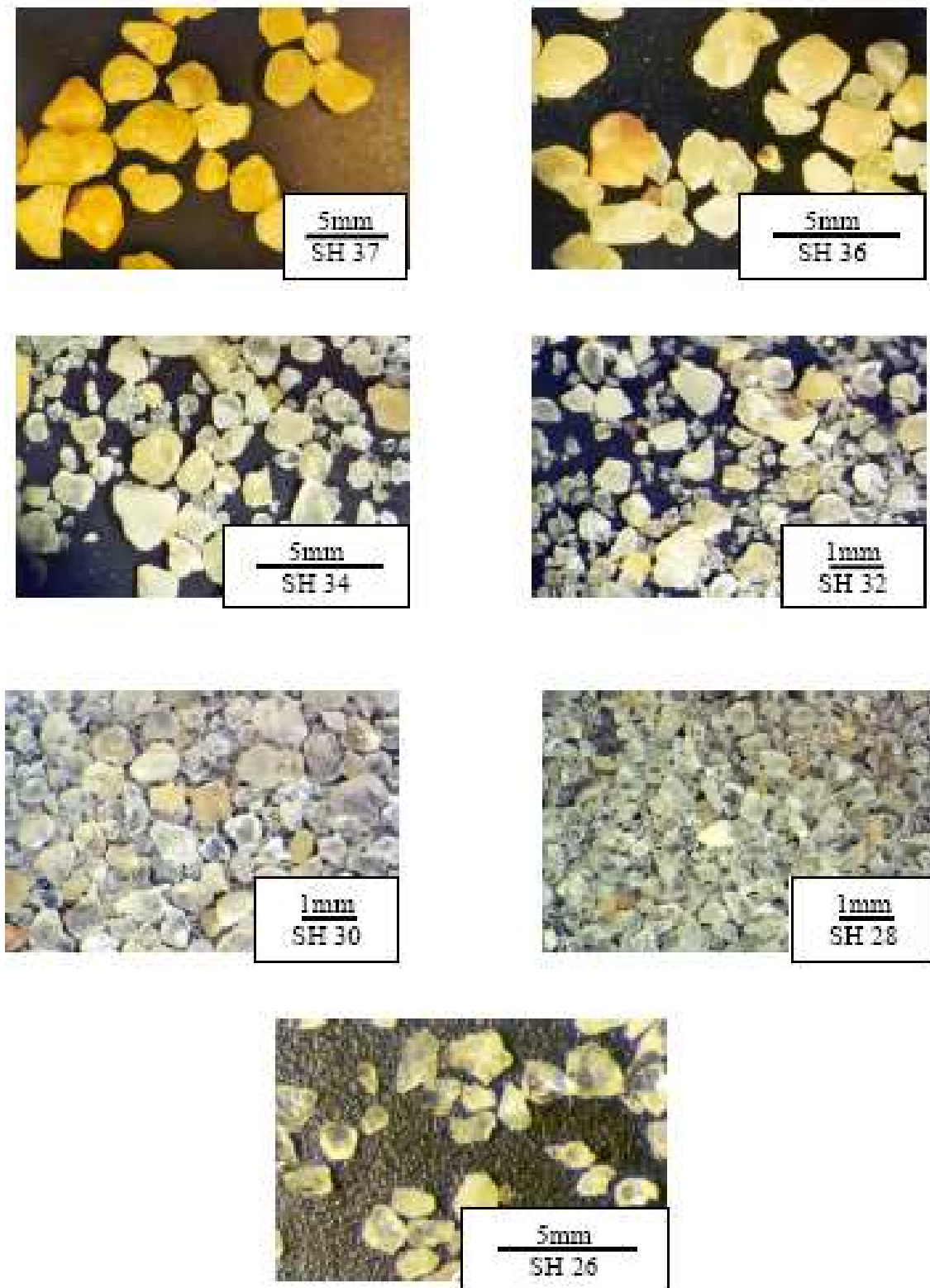


FIG. 4.6 – Photographie des différentes classes granulométriques du sable d'Hostun (sous loupe binoculaire en lumière émise)

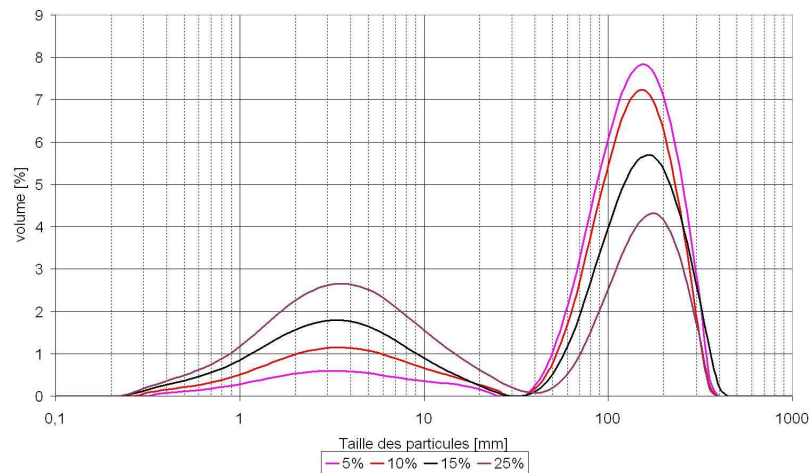


FIG. 4.7 – Distribution granulométrique des mélanges

(granulométrie réalisée sur fraction infra  $400\mu\text{m}$  par granulométrie laser - le sable se distribue en fait de  $30\mu\text{m}$  à  $3\text{mm}$ )

### 4.3.2 Propriétés de mélange

Les dosages en kaolinite sont de 5, 10, 15 et 25 % massique. La convention adoptée pour le reste de ce mémoire dans la désignation des mélanges est Host...ka... pour Hostun, dosage en argile, type d'argile (ici, ka pour kaolinite) et n° de l'échantillon. Pour chaque dosage, il a été d'abord réalisé des limites d'Atterberg selon la norme NFP94-0512T1 (1993) permettant ainsi de déterminer une teneur en eau de fabrication des échantillons comprises entre la limite de plasticité, et la limite de liquidité. Cependant, cette norme préconise de travailler sur des échantillons infra- $400\mu\text{m}$  ce qui surestime les quantités d'eau nécessaire. Il a donc été choisi d'établir seulement des limites de liquidité sur échantillon total (norme NFP94-0512T1 (1993) modifié) car les limites de plasticité sont indéterminables selon ces procédures (réalisation de "boudin" de 2mm de diamètre avec une granulométrie de sable allant jusqu'à 3mm). Ainsi, il sera choisi de modéliser les mélanges avec une quantité d'eau légèrement inférieure à ces limites de liquidité. Le contrôle de la granulométrie par granulomètre laser montre que les distributions de la taille des grains de la kaolinite et du sable ne se recoupent pas, et que d'un échantillon à 5% à 25%, les proportions des constituants évoluent (figure 4.7). Sachant que la somme des points contenus sous chaque courbe-enveloppe est égale à 100%, en calculant le rapport de la somme des points infra- $25\mu\text{m}$  sur la somme de la fraction supra- $25\mu\text{m}$ , il est ainsi possible de mettre en évidence un critère de mélange à respecter : 0,16 ; 0,37 ; 0,55 et  $1,28 \pm 0,02$  respectivement pour 5, 10, 15 et 25% massique d'argile.

Le détail de la fabrication des échantillons est donné en annexe A page 163. Les conditions de séchage se font sans contrôle réel de la température ni de l'humidité. Cependant, cette zone de stockage s'auto-régule avec des températures variant de 18 à 21°C et une humidité relative de 55 à 65 %HR. Le temps d'équilibre entre l'échantillon et l'atmosphère est de l'ordre de 15 jours. Il n'y a pas de retrait majeur sur ce type d'échantillon. Le maximum constaté en relatif est de 0,05mm sur les échantillons Host25ka.

Le tableau 4.1 récapitule ces différentes données.

Les échantillons, une fois démoulés, sont conservés dans cette même pièce. La photographie 4.8 donne un aperçu de l'aspect extérieur de ces échantillons. Il devient ainsi évident, sur un critère purement visuel, que la "cohésion" de ces derniers réalisés à partir des limites d'Atteberg non modifiées est très faible. De même, leur mise en forme, de par l'aspect très granulaire lié au manque d'eau, reste très difficile.

Les porosités totales mesurées sur échantillon humide sont données par la relation suivante et définie d'après le paragraphe 3.1 :

$$n = \frac{\left( V_{tot} - \left( \frac{m}{\gamma_r} \right) \right)}{V_{tot}}$$

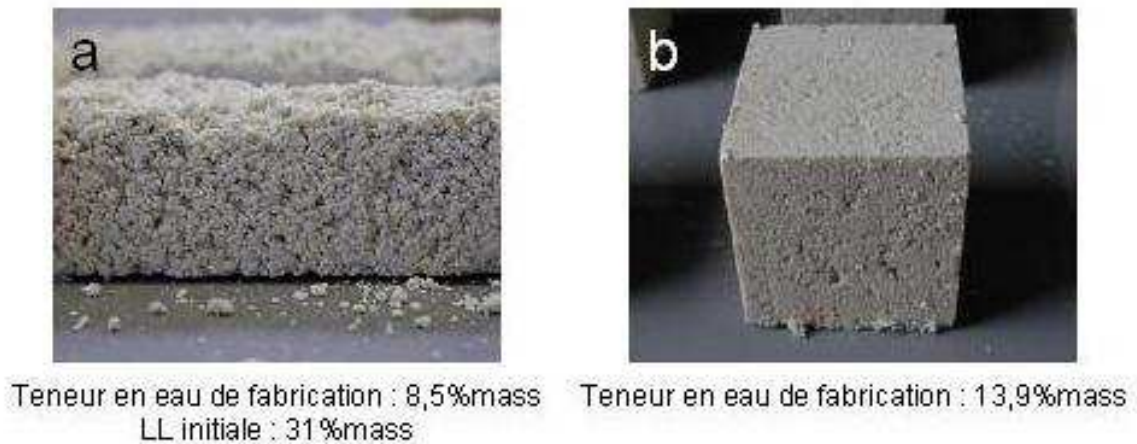


FIG. 4.8 – Photographie d'échantillons (exemple sur Host15ka)  
 (a-avec une teneur en eau de fabrication à LL non modifié ; b-avec LL modifié)

où  $V_{tot}$  = volume total moyen des échantillons par dosage en argile ;  $m$  = poids moyen des échantillons et  $\gamma_r$  = masse volumique réelle du squelette solide =  $2,65 \text{ g.cm}^{-3}$  sachant que  $\frac{m}{\gamma_r} = V_s = \text{Volume des solides}$  et  $V_{tot} - V_s = V_v = \text{Volume des vides}$ .

Ce calcul nous donne des valeurs moyenne de porosité de 37,7% ; 34,2% ; 31,9% et 36,2%  $\pm 0,5\%$  respectivement pour 5, 10, 15 et 25% massique d'argile.

L'acquisition d'image, en Microscopie Electronique à Balayage (MEB) en Electron Secondaire (ES) sur blocs métallisés à l'or, montre de manière qualitative la fermeture de la macroporosité ainsi que le masquage de plus en plus marqué des grains de quartz par un enrobage de l'argile (figure 4.9). Les données quantitatives ainsi que les types d'acquisition seront détaillés au paragraphe 6 page 75.

A ce premier protocole s'ajoutent les travaux de Fontaine (2004), afin d'enrayer les problèmes de surfacage, contribuant ainsi à une meilleure reproductibilité des essais mécaniques. Il est détaillé en annexe B page 165. Les échantillons ainsi fabriqués seront désignés sous l'appellation Host...ka...-LF, selon la nomenclature explicitée ci-dessus. Les différentes caractérisations (porosité, densité apparente...) sont résumées avec les données du premier protocole (tableau 4.1). A titre comparatif, le graphique 4.10 met en avant les divergences des deux mélanges, même si leur comportement sont identiques : porosité minimale à 15% massique de kaolinite et densité apparente entre 10 et 15% massique de kaolinite proche.

Enfin, ce protocole a permis de comparer nos milieux modèles en fonction des humidités relatives (%HR) de stockage et mis ainsi en avant qu'il n'existait pas de réponses linéaires quant à l'observation des teneur en eau des échantillons en fonction de HR% en accord avec la littérature (et notamment Attou (1996)) (figure 4.11).



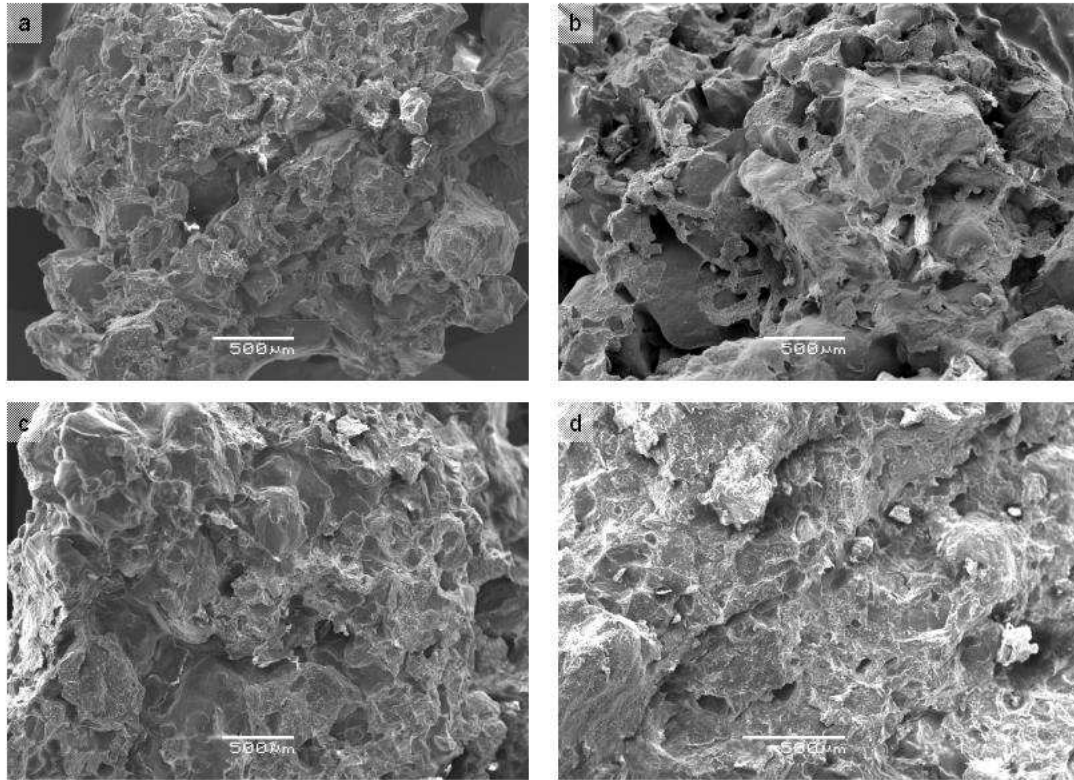


FIG. 4.9 – Photos MEB-ES sur bloc des différents échantillons  
(a-Host05ka ; b-Host10ka ; c-Host15ka ; d-Host25ka)

	teneur en eau résiduelle [%]	Densité apparente humide	Porosité [%]		Limite de liquidité (norme modifiée) [%]	Teneur en eau de fabrication [%-mass]
			total	mercure		
Host05ka	0,18	1,65	37,7	29,7	~4,5	10,0
Host10ka	0,27	1,81	34,2	28,8	13,6	13,0
Host15ka	0,29	1,79	31,9	28,7	16,0	15,5
Host25ka	0,37	1,70	36,2	28,8	20,7	20,0
Host05ka-LF-30	0,08	1,85	30,2	25,8	non réalisées	11,0
Host05ka-LF-55	0,10	1,82				
Host05ka-LF-90	0,22	1,88				
Host10ka-LF-30	0,14	1,93	27,4	25,8		11,0
Host10ka-LF-55	0,16	1,89				
Host10ka-LF-90	0,38	1,94				
Host15ka-LF-30	0,14	1,94	26,9	25,0		13,0
Host15ka-LF-55	0,22	1,91				
Host15ka-LF-90	0,44	1,93				
Host25ka-LF-30	0,28	1,88	28,5	24,5		14,0
Host25ka-LF-55	0,34	1,86				
Host25ka-LF-90	0,68	1,91				

TAB. 4.1 – Données moyennes des mélanges avant et après mise en forme  
(les désignations Host...ka-LF-30, 55, 90 correspondent aux mesures effectuées sur les échantillons à l'équilibre dans une atmosphère à 21°C et respectivement 30%HR, 55%HR et 90%HR)

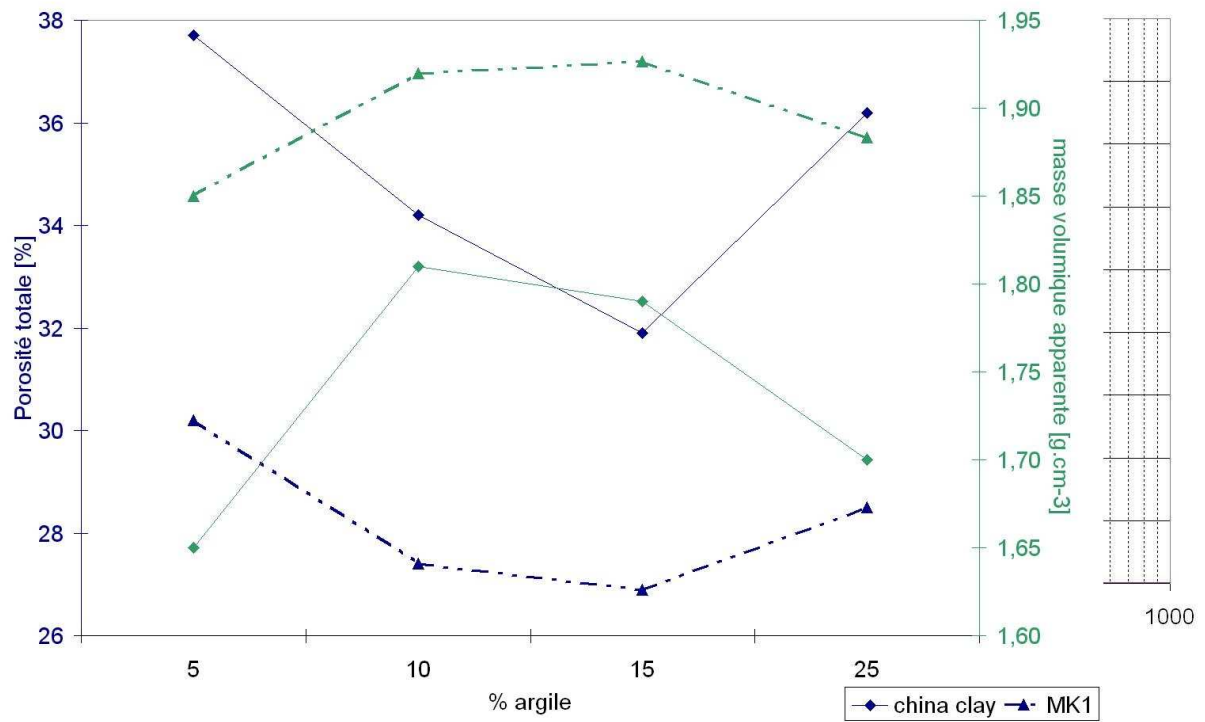


FIG. 4.10 – Porosité et masse volumique apparente en fonction du pourcentage d’argile pour les deux mélanges

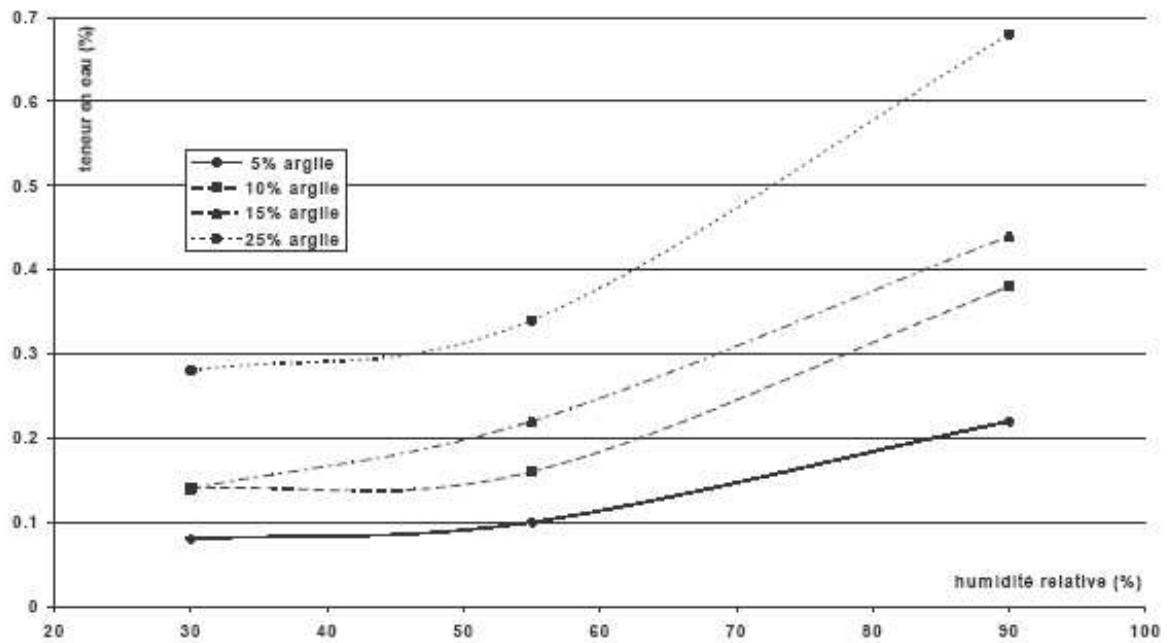


FIG. 4.11 – Teneur en eau des échantillons en fonction de l’humidité relative de stockage d’après Fontaine (2004)



# Chapitre 5

## Essais mécaniques

De la définition de la cohésion ont été réalisés trois types d'essais mécaniques afin de mettre en évidence différents caractères.

### 5.1 Rappels de mécanique

De manière générale la réalisation d'un essai mécanique même s'il se fait dans des conditions de milieux non-saturés, s'exprime dans un langage qu'il faut redéfinir. L'expression du tenseur des contraintes cité au paragraphe 4.1 montre l'importance de définir un volume élémentaire représentatif (VER) satisfaisant ici plusieurs conditions :

- décrire correctement le squelette solide (argile et sable) en tenant compte des anisotropies locales ;
- mettre en avant les éventuelles fissurations (micro, méso et macro fissurations) ;
- décrire les comportements locaux de l'échantillon soumis à une sollicitation mécanique.

Cette sollicitation soumet le VER à un champ de contrainte que l'on peut décrire par un tenseur. Ce dernier est dit sphérique lorsque le VER est en équilibre "mécanique" avec le milieu, et déviatorique lorsque le VER subit une déformation. L'écriture du tenseur des contraintes peut-être une matrice symétrique d'ordre 2 à 9 variables indépendantes. Cela est illustré par la figure 5.1 et permet d'écrire la matrice suivante dans un cas général :

$$\begin{bmatrix} \sigma_x & \tau_{xy} & \tau_{xz} \\ \tau_{yx} & \sigma_y & \tau_{yz} \\ \tau_{zx} & \tau_{zy} & \sigma_z \end{bmatrix} \text{ avec } \begin{matrix} \tau_{xy} = \tau_{yx} \\ \tau_{xz} = \tau_{zx} \\ \tau_{zy} = \tau_{yz} \end{matrix} \text{ et qui devient } \begin{bmatrix} \sigma_1 & 0 & 0 \\ 0 & \sigma_2 & 0 \\ 0 & 0 & \sigma_3 \end{bmatrix}$$

dans le cas d'un tenseur principal avec  $\sigma_1 = \sigma_2 = \sigma_3$  pour un tenseur sphérique. En milieu insaturé, les contraintes sont "transformées" en contraintes effectives  $\sigma' = \sigma - u$  où  $u$  est égal à la pression interstitielle (tenseur sphérique).

La réponse d'un échantillon à ces contraintes s'exprimera dans un diagramme classique *Contrainte = f(Deformation)* et *Volume = f(Deformation)* par plusieurs phases (figure 5.2) :

1. Une phase de contraction liée à l'amortissement soit des pressions de confinement, soit aux problèmes expérimentaux (notamment à la mise en place des capteurs sur des états de surface "non polies") ;
2. Une phase linéaire élastique où la réponse de l'échantillon à la sollicitation mécanique est considérée comme réversible. Cette phase, plus ou moins marquée, est souvent plutôt décrite comme une phase de pseudo-élasticité ;
3. Une phase de propagation de microfissurations localisées, endommageant durablement l'échantillon et marquée notamment par un palier en terme de déformation volumique ;

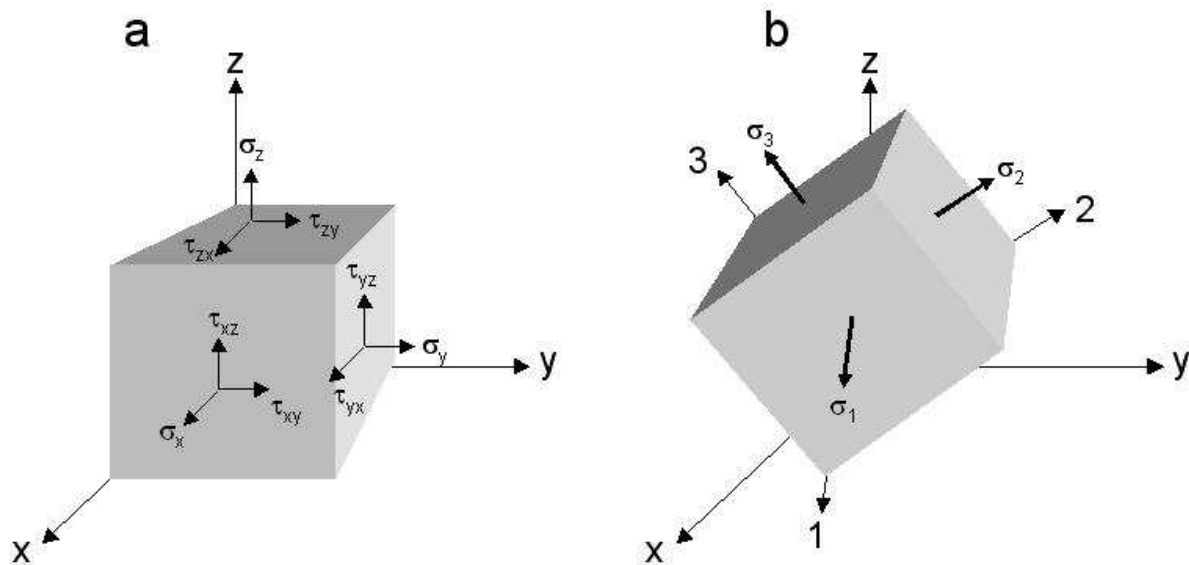


FIG. 5.1 – Schéma du tenseur des contraintes sur un VER

(a - cas général ; b - avec décalage par rapport à un référentiel  $(x,y,z)$ , 1,2,3 : axe des contraintes principales,  $\tau = 0$ )

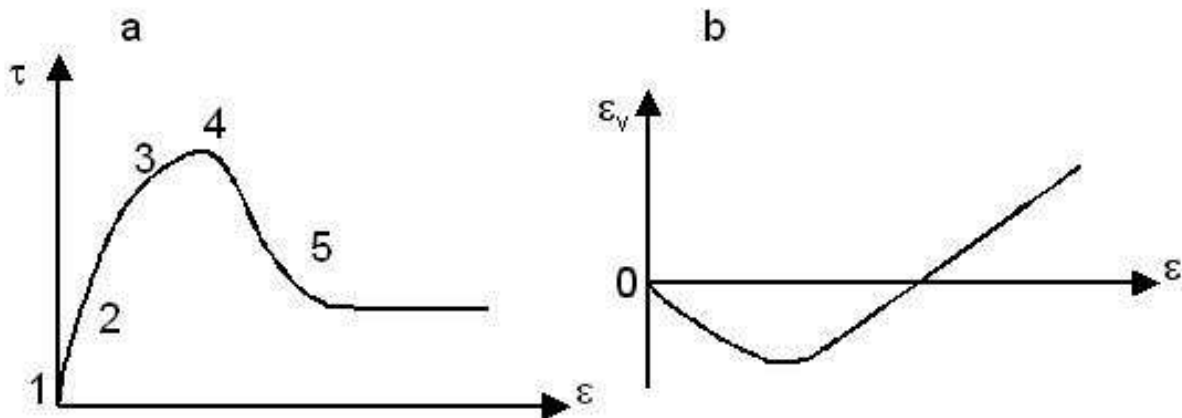


FIG. 5.2 – Schéma d'une réponse possible d'un échantillon soumis à une sollicitation mécanique  
(a - Contrainte  $\tau = f(\text{Deformation } \epsilon)$  ; b - Volume  $\epsilon_v = f(\text{Deformation } \epsilon)$  ; les n° représentent les phases)

4. Un seuil de rupture, où la propagation de microfissuration se localise le plus souvent dans un plan de cisaillement ;
5. Une phase post-seuil, où les déformations volumiques sont dilatantes, les contacts (et par de même la réponse) est de type frictionnelle avec possibilité de durcissement ou non.

Aux petites déformations le matériau subit un endommagement. Ce dernier est directement conditionné par le squelette solide et le caractère fragile / ductile du matériau. Cet endommagement peut-être quantifié par la réalisation de cycle de charge / décharge au cours d'un essai mécanique.

## 5.2 Essais à la boîte de cisaillement

### 5.2.1 Principe

La réalisation des essais en cisaillement direct permet, en créant un plan de cisaillement préférentiel, de se rendre compte de la propagation de la micro / macro fissuration dans les échantillons consolidés, et

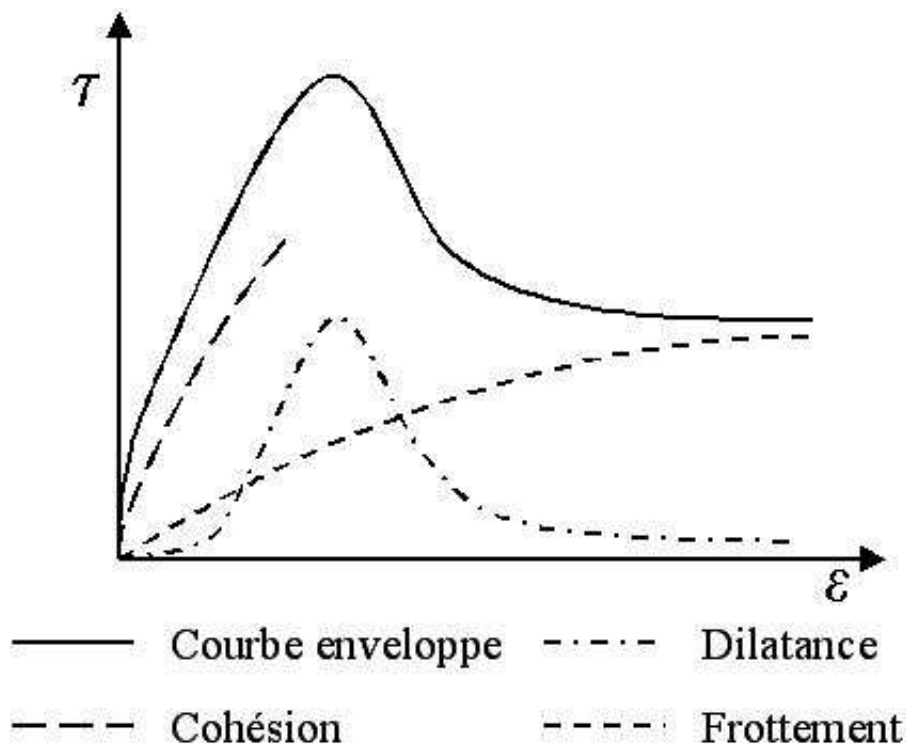


FIG. 5.3 – Schéma des phases lors de la réalisation d'un essai de cisaillement sur un diagramme  $\tau=f(\varepsilon)$   
 ( $\tau$  : Contrainte tangentielle -  $\varepsilon$  : déformation)

de comprendre le comportement frictionnelle sur échantillons non-consolidés. Le fait de solliciter ainsi un plan de rupture met en évidence trois comportements, plus ou moins marqués temporellement au cours de la déformation :

- aux faibles déformations, la cohésion de l'ensemble structural est mobilisée et s'oppose à la contrainte horizontale exercée ;
- à l'ensemble des déformations, et plus particulièrement juste après la rupture, la dilatance se manifeste et provoque une dilatation verticale liée aux interactions des grains "inertes", ici le sable ;
- et enfin, aux grandes déformations, les frottements interparticulaires, manifestation d'une résistance résiduelle de l'échantillon.

Cette décomposition en trois phénomènes est illustrée par la figure 5.3.

La réalisation des essais a été conduite selon la norme NFP94-071-1-2 (1994) dont le détail est donné en annexe C page 167. Ces essais ne concernent que des dosages à 0, 15 et 25 % massique de kaolinite pour les échantillons non-consolidés et à 15 et 25 % massique pour les échantillons consolidés. Ce test de caractérisation de la propagation de micro-fissuration ne met pas en avant un terme de cohésion physico-chimique (même si il est défini comme tel dans le paragraphe précédent). En effet, le moyen d'accéder au terme de cohésion est de travailler sur des échantillons non consolidés (donc non représentatifs de notre milieu modèle consolidé) avec variation de la force axiale sachant par ailleurs, que le tenseur des contraintes résultant est par définition non homogène dans l'échantillon (propagation inhomogène des forces à travers le milieu granulaire, effet de bord, absence de pression de confinement...). De plus une campagne d'essais complète hormis les contraintes de calibration et d'échantillonnage inhérentes à toutes expérimentations, ne se justifie que dans la mesure où elle apporte un élément moteur dans l'avancée des travaux. Ce qui n'est pas le cas ici. Enfin, en plus de mettre en avant la propagation de microfissuration, cet essai permet de comprendre l'incidence de la kaolinite sur le frottement grain à grain.

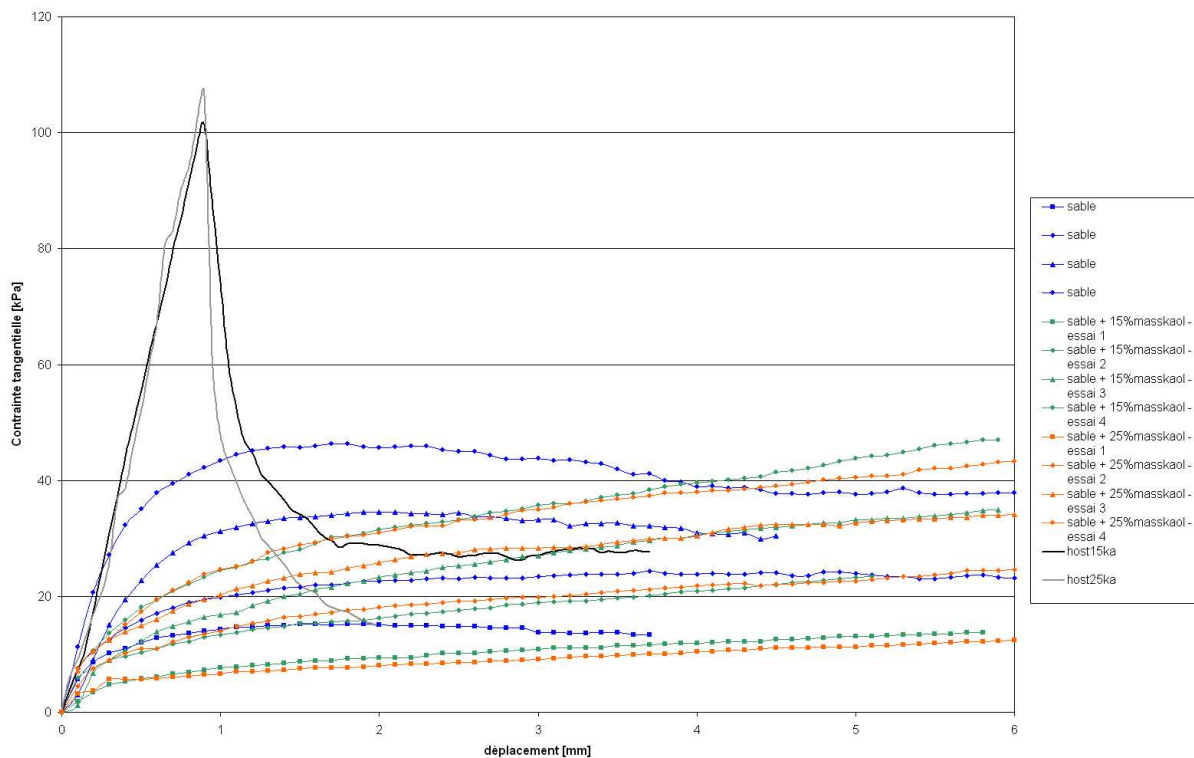


FIG. 5.4 – Graphique contrainte tangentielle =  $f$  ( déplacement )

(essai 1, essai 2, essai 3, essai 4 respectivement pour des pressions verticales de 18,16 ; 37,78 ; 57,39 et 77,00 kPa - sable + ..%masskaol = sable plus dosage en kaolinite sur échantillon non consolidé)

### 5.2.2 Résultats

Les résultats décrits par la figure 5.4 montrent :

1. une rupture franche des échantillons consolidés soulignant leur caractère fragile (sans plasticité) suivie seulement d'une phase de frottement plus résistante pour l'échantillon à 15 % massique de kaolinite dans la bande de cisaillement ;
2. des essais équivalents à 15 et 25 % massique de kaolinite sur échantillons non consolidés marqués par une phase de cohésion faible dans les petites déformations ; une phase linéaire de frottement dont la pente augmente avec la pression verticale (allure de type logarithmique) ;
3. une cohésion importante des échantillons uniquement sableux, avec une résistance mécanique importante dans les petites déformations, suivie d'une phase d'amortissement progressive, mais faible, tendant rapidement vers la linéarité.

Ces essais démontrent le caractère "lubrifiant" de la kaolinite. Sur les échantillons non consolidés son rôle n'est pas prépondérant entre 15 et 25 % massique mais modifie considérablement l'arrangement du squelette en comparaison avec le sable seul. Sur les échantillons consolidés, l'apport supplémentaire d'argile va diminuer les frottements dans la bande de cisaillement en augmentant légèrement la résistance à la rupture.

## 5.3 Essais en compression simple

Deux types d'essais en compression simple ont été réalisés : sur échantillons cubiques (50 mm de côté) avec jauge d'extensiométrie et sur échantillons cylindriques ( $\varnothing$  50 mm élancement 2) avec sondes accoustiques.

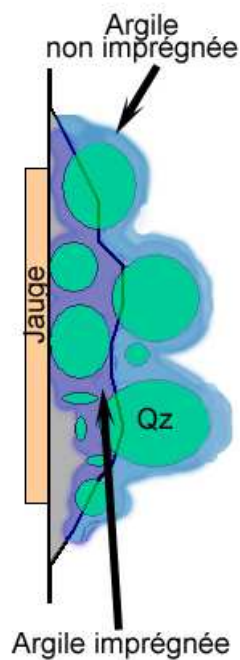


FIG. 5.5 – Schéma de l'interface jauge / échantillon  
(Qz : Quartz)

### 5.3.1 Essai en compression simple sur échantillons cubiques

Ces essais ont été réalisés avec et sans jauge de déformation. Les caractéristiques de l'essai sont données en annexe D page 169.

Le dispositif avec jauge est très critiquable de par la mise en place même. En effet, il est difficile de contrôler l'influence de la colle sur le matériau granulaire notamment par des problèmes d'imprégnation de l'échantillon. Ce procédé crée forcément une zone de résistance différente en fonction de la pénétration de la résine (illustré par la figure 5.5). De plus, sur ce type d'échantillon à rupture fragile, la fracturation consécutive de la contrainte imposée désolidarise la jauge de l'échantillon. Cela suppose que les déformations mesurées post-rupture seront faussées. En pratique les essais devraient montrer, en accord avec la courbe de  $force = f(\text{déplacement axial})$ , pour les déformations verticales  $\varepsilon_v$  une légère déformation positive (dilatance), suivie d'une déformation négative (contractance) importante et inversement pour la déformation horizontale  $\varepsilon_h$  (cf. figure 5.6). La figure 5.7 montre tout d'abord la variabilité des courbes contrainte / déformation d'un échantillon à l'autre et ce, pour un même dosage en argile. De plus, ces rhéogrammes sont extrêmement bruités et les représentations données par cette figure sont la résultante d'un traitement en moyenne glissante par intervalle de 6 à 9 points. La figure 5.8 en est un exemple. Ces problèmes ont plusieurs origines :

- le capteur force en place sur la presse triaxiale a une étendue de mesure de 50 kN avec une précision à 0,1% pleine échelle. Il n'est utilisé ici qu'à 4% maximum ;
- les matériaux sont fortement hétérogènes, l'un par rapport à l'autre, mais aussi au sein du même échantillon (visible notamment par des ruptures de pente lors des phases de cisaillement ; revoir figure 5.8 au déplacement axial = 0,8 mm).

Au vu des résultats et des critiques apportées sur le dispositif avec jauge, les conclusions qui en découlent sont donc extrêmement disparates, voire inexploitable (cf. figure 5.9). Ces graphiques sont, de manière générale, marqués par le seuil de rupture des échantillons. Il se caractérise par un changement de pente



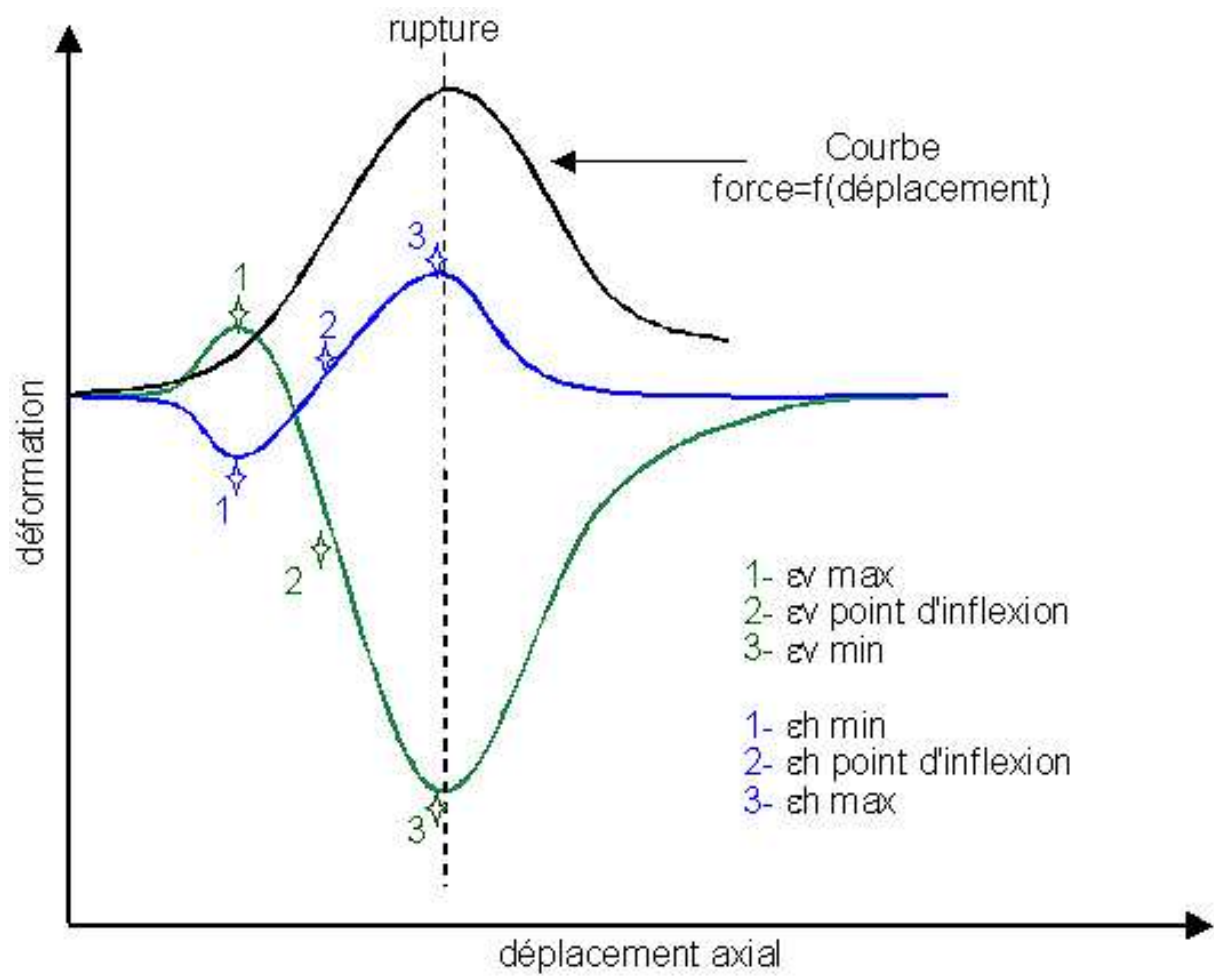


FIG. 5.6 – Schéma théorique de  $\varepsilon_v$  et  $\varepsilon_h$  en fonction du déplacement axial  
 (les points reportés correspondent aux points de caractérisation des courbes)

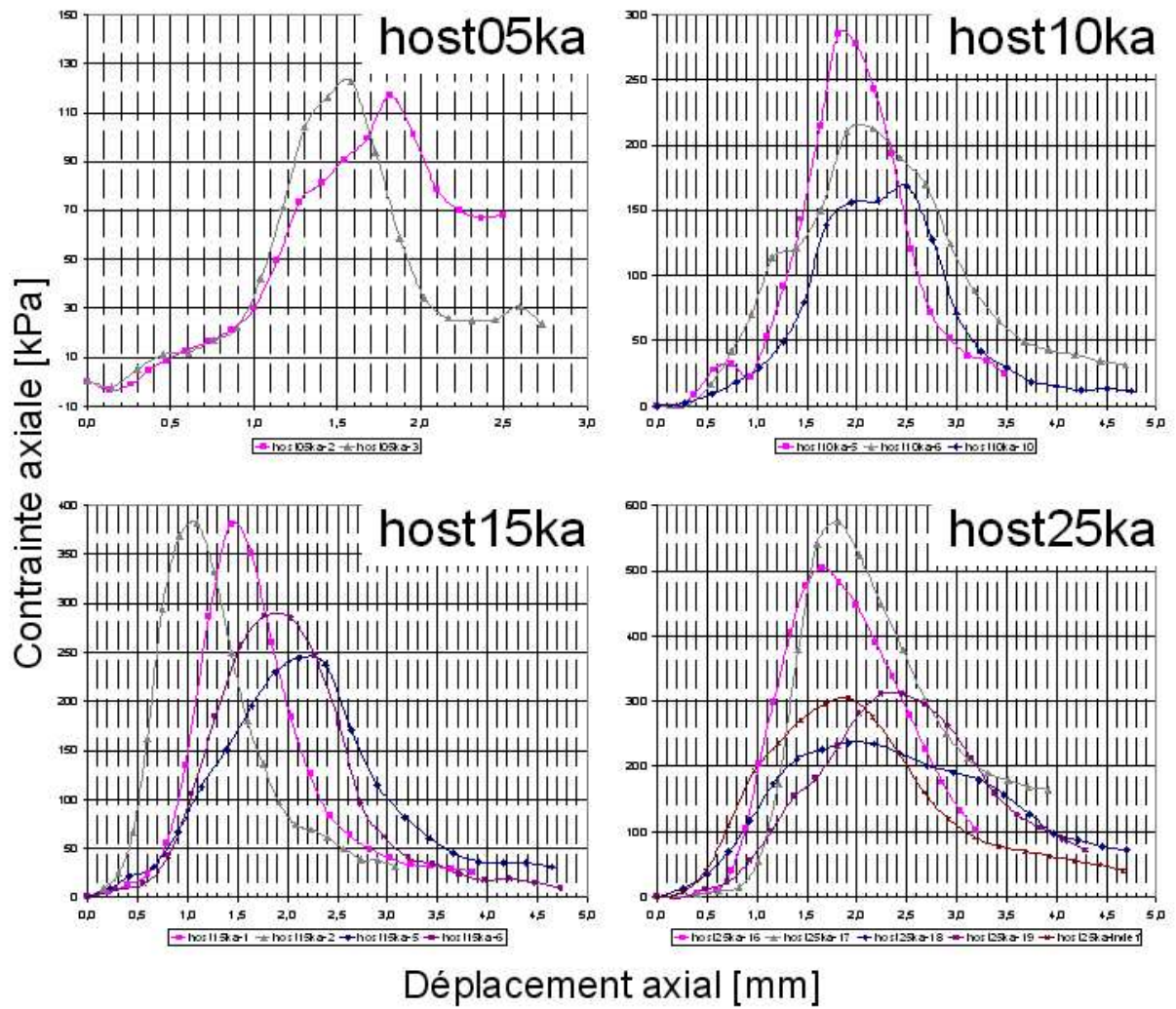


FIG. 5.7 – Récapitulatif des rhéogrammes de compression simple  
(les axes des abscisses et des ordonnées sont différents d'un graphique à l'autre)

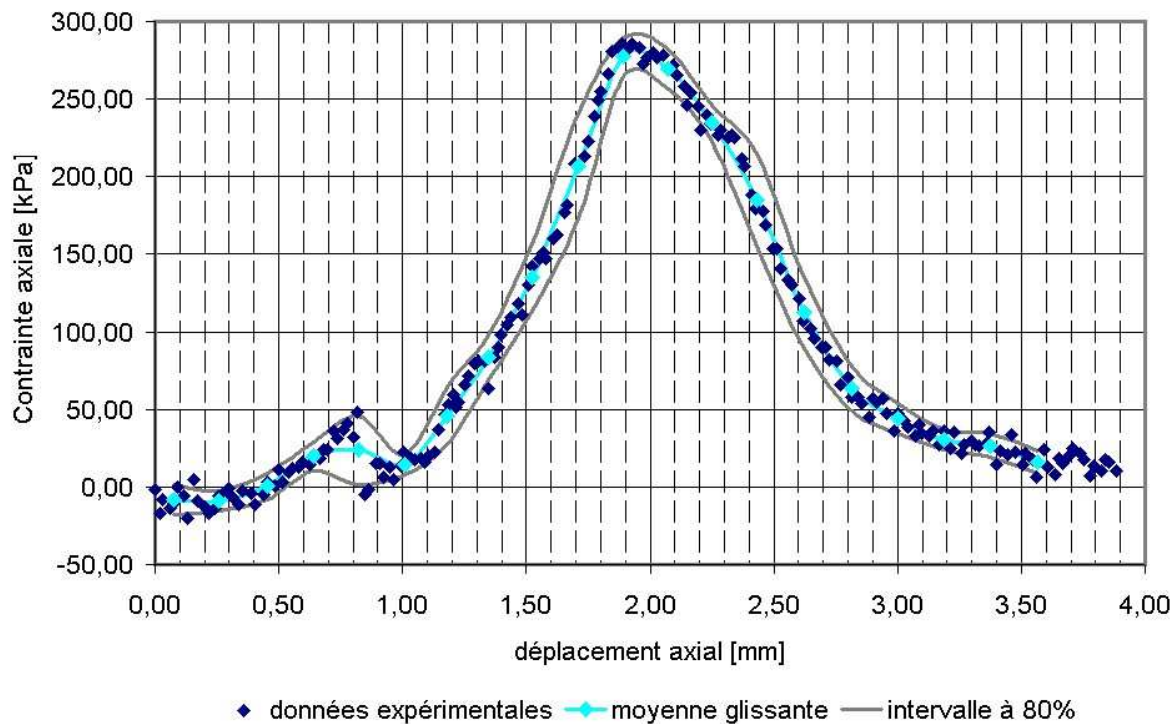


FIG. 5.8 – Exemple de traitement en moyenne glissante sur Host10ka-5  
(intervalle 9)

après le maximum de contrainte axiale. De la figure 5.9, seuls les graphiques e et h sont réellement exploitables.

Cependant, quelques comportements mécaniques transparaissent :

- le maximum de contrainte est obtenu pour les échantillons à 25% massique d'argile ;
- sur les courbes les plus représentatives, la déformation pseudo-élastique présente une pente importante. Elle caractérise ainsi un comportement à rupture fragile ;
- les déformations verticales sont plus importantes que les déformations horizontales. Elles sont, de plus, maximum pour host15ka. Ces déformations sont ainsi la preuve de la faible ductilité des échantillons et de la possibilité pour host15ka à mieux absorber les contraintes.

### 5.3.2 Essai en compression simple sur échantillons cylindriques

Le protocole de ces essais, conduit dans le cadre du stage de validation du DPEA de Fontaine (2004), est donné en annexe D page 169. Il a été montré au chapitre précédent qu'un nouveau protocole de fabrication avait été mis en place. Ce choix découle directement des premiers essais qui mettaient, eux aussi, en avant le caractère de non-reproductibilité.

En effet, au vu de la figure 5.10, la réalisation d'un système d'anti-fretage a permis d'obtenir des "réponses" de meilleures qualités. En ne s'intéressant qu'au pic de contrainte maximum (rupture de l'échantillon), et ce en fonction des humidités relatives et du pourcentage d'argile (figure 5.11), deux caractères transparaissent :

- il apparaît un comportement en cloche où le maximum de contrainte est obtenu pour 15% massique de kaolinite ;
- les contraintes enregistrées sont sensiblement identiques pour 30 et 55%HR mais s'écroulent à 90%HR.

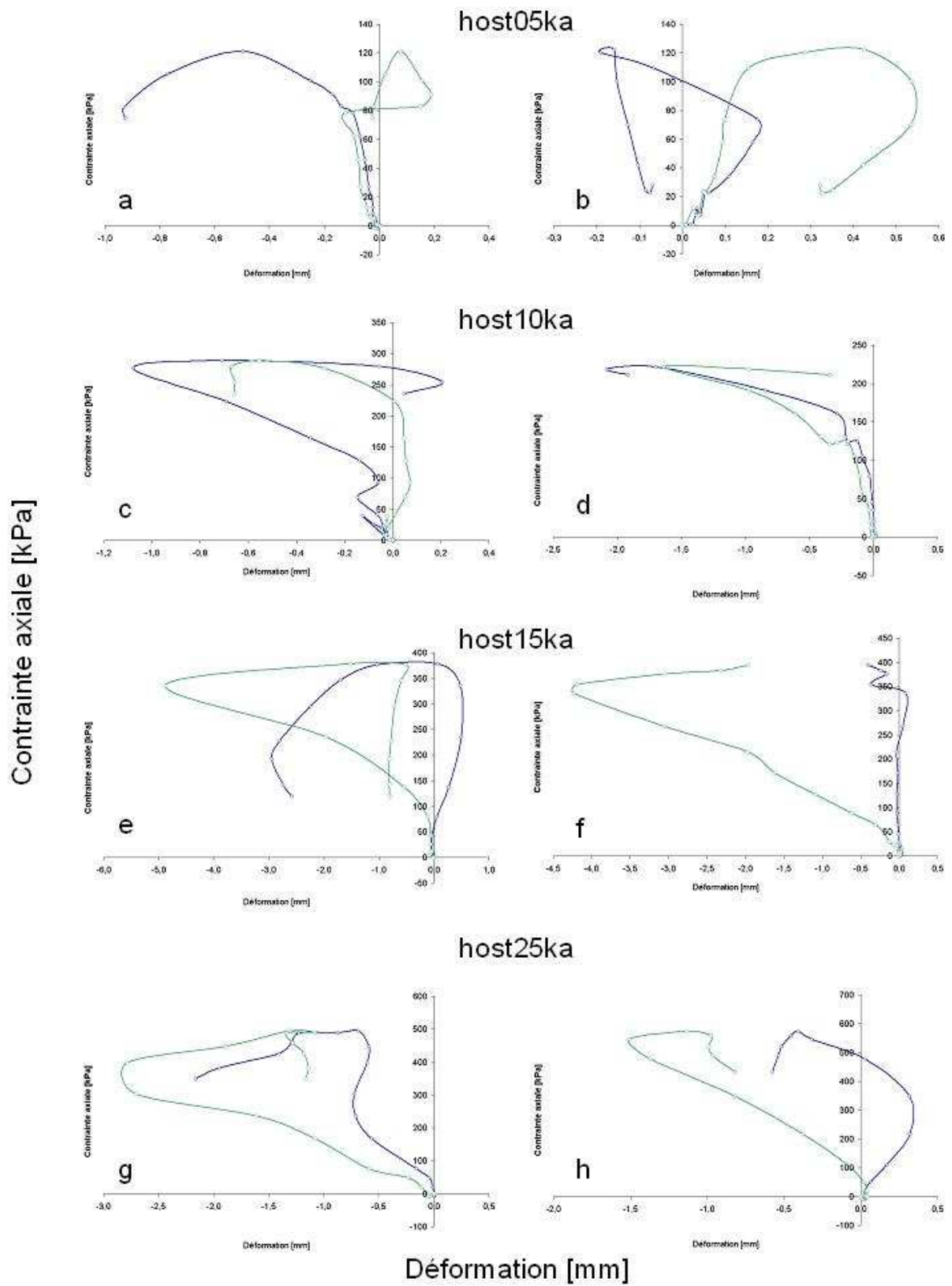


FIG. 5.9 – Résultats des essais avec jauge de déformation (représentation en Contrainte axiale =  $f$  (déformation))

(en bleu Contrainte axiale vs déformation horizontale - en vert Contrainte axiale vs déformation verticale)

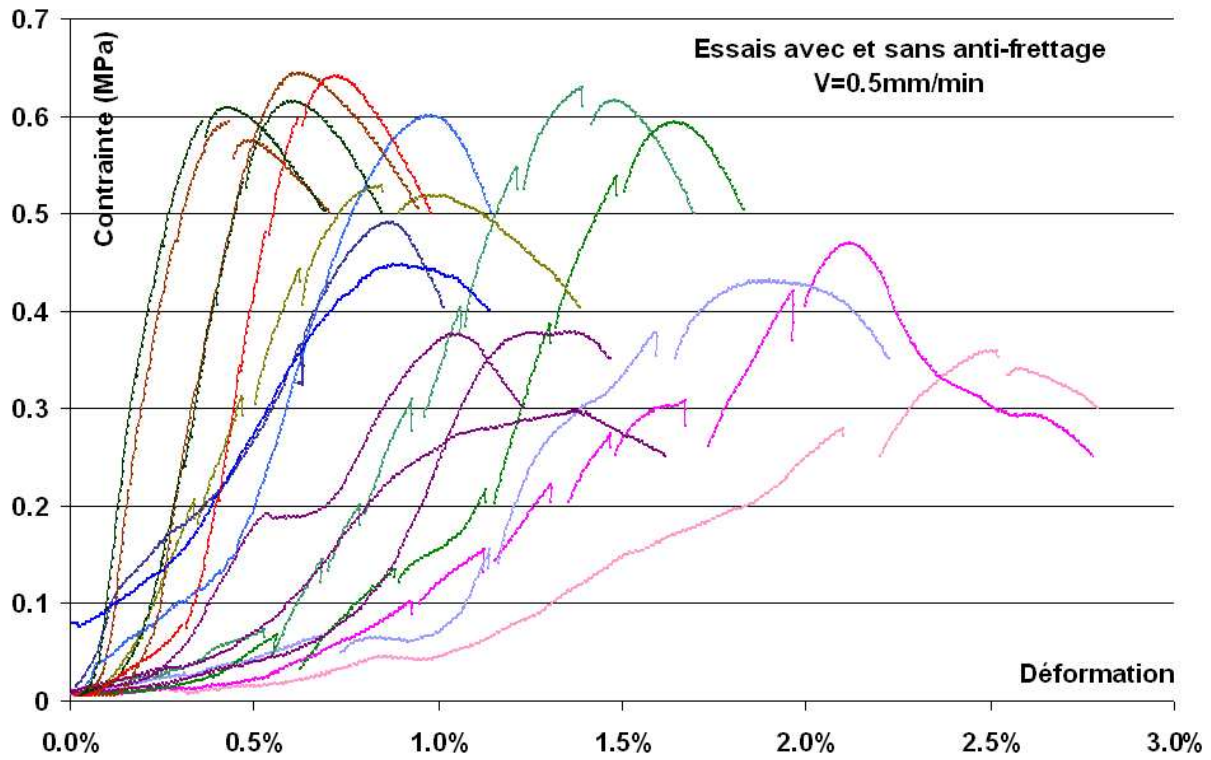


FIG. 5.10 – Comparaison de la réponse des échantillons (contrainte = f (déformation)) à 15% massique d'argile avec et sans système d'anti-fretage

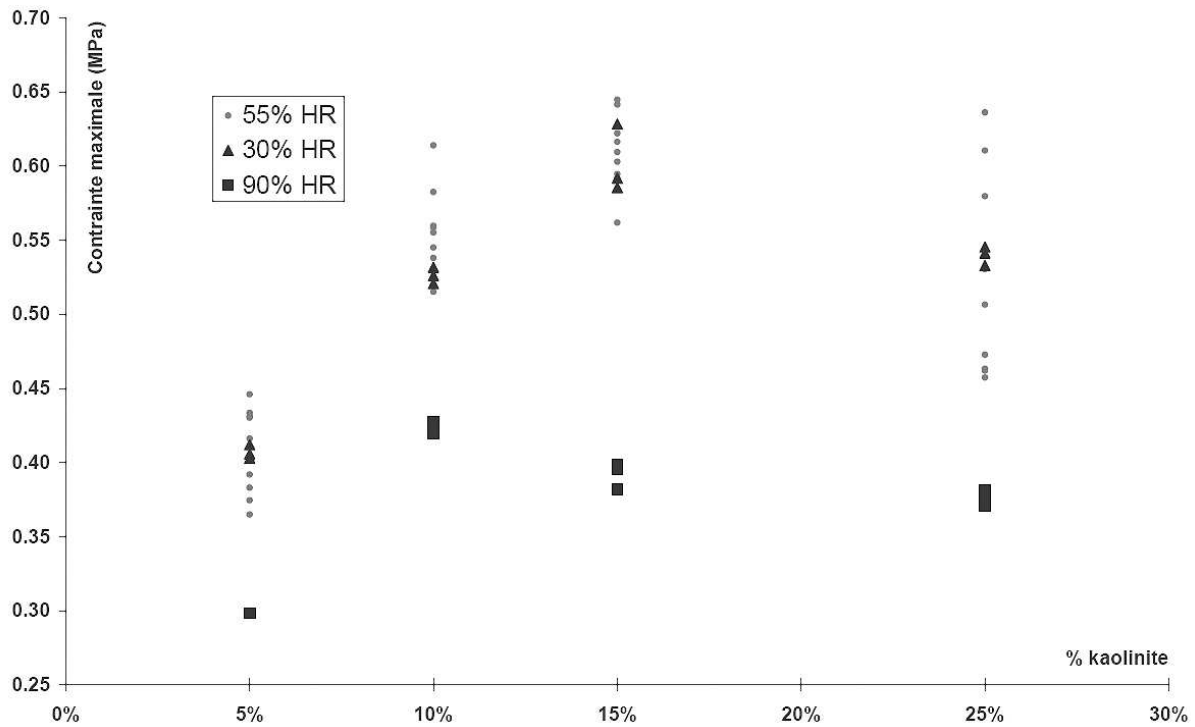


FIG. 5.11 – Graphique des contraintes maximales enregistrées en fonction du pourcentage d'argile et de l'humidité relative de stockage d'après Fontaine (2004)

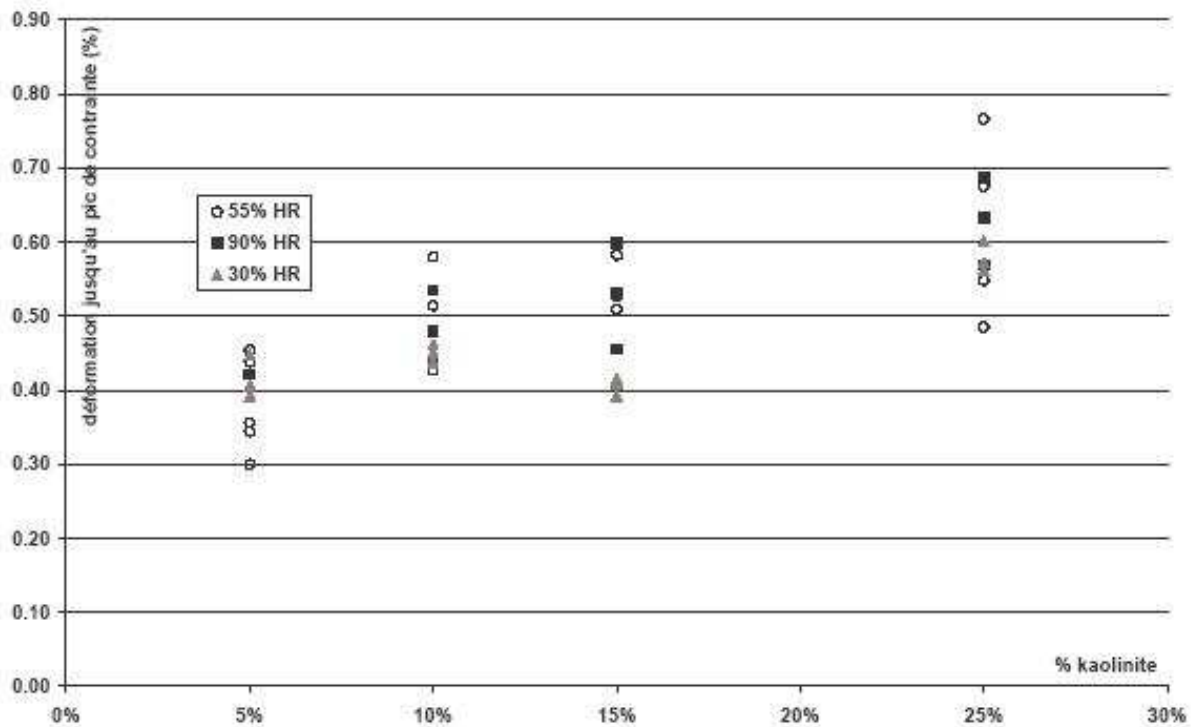


FIG. 5.12 – Valeur de déformations plastiques en fonction des teneurs en argiles et des pourcentages des humidités relatives de stockage d'après Fontaine (2004)

L'observation de la déformation plastique (jusqu'au seuil de rupture) montre que cette dernière augmente avec la teneur en argile et qu'il n'existe pas de différence absolue en fonction de l'humidité relative de stockage (figure 5.12). Il semble donc que l'augmentation des teneurs en argile coïncide avec une réponse de plus en plus ductile de l'échantillon d'autant que les essais de cisaillement direct allaient dans ce sens. En terme d'endommagement, les cycles de chargement / déchargement (par étude de la pente de la courbe contrainte=f(déformation) à la décharge) caractérisent les déformations irréversibles :

- la pente est constante, les propriétés élastiques sont constantes ;
- la pente diminue, les propriétés "cohésives" du matériaux se dégradent par formation de défauts (micro-fissurations...) et inversement si la pente augmente.

Il a été montré (Fontaine 2004) que, sur les échantillons la pente augmentait contrairement à l'hypothèse d'une propagation de micro-fissurations et de dégradation du matériau. Le milieu modèle tend à être de plus en plus rigide au cours de la déformation. Les hypothèses envisagées sont :

- un ré-arrangement particulière d'autant plus facilité que la présence d'argile aide au "fluage" des grains ;
- une micro-fissuration effective mais tardive ;
- la compression aux petites déformations est absorbée sans rupture de type fragile malgré un milieu modèle granulaire.

Les mesures d'émissions acoustiques se sont déroulées sur du matériel commercialisé par 'Euro Physical Acoustic'. Cela comprend :

- un logiciel d'acquisition Mistras 2001 ;
- de capteurs résonants  $\mu 80$  prévus pour une mesure dans un gamme de 100kHz à 1MHz avec un pic de résonance à 300kHz (surface de contact avec l'échantillon :  $\phi=10\text{mm}$ ) ;
- d'un préamplificateurs PAC1220A de 40dB (Physical Acoustics Corporation).



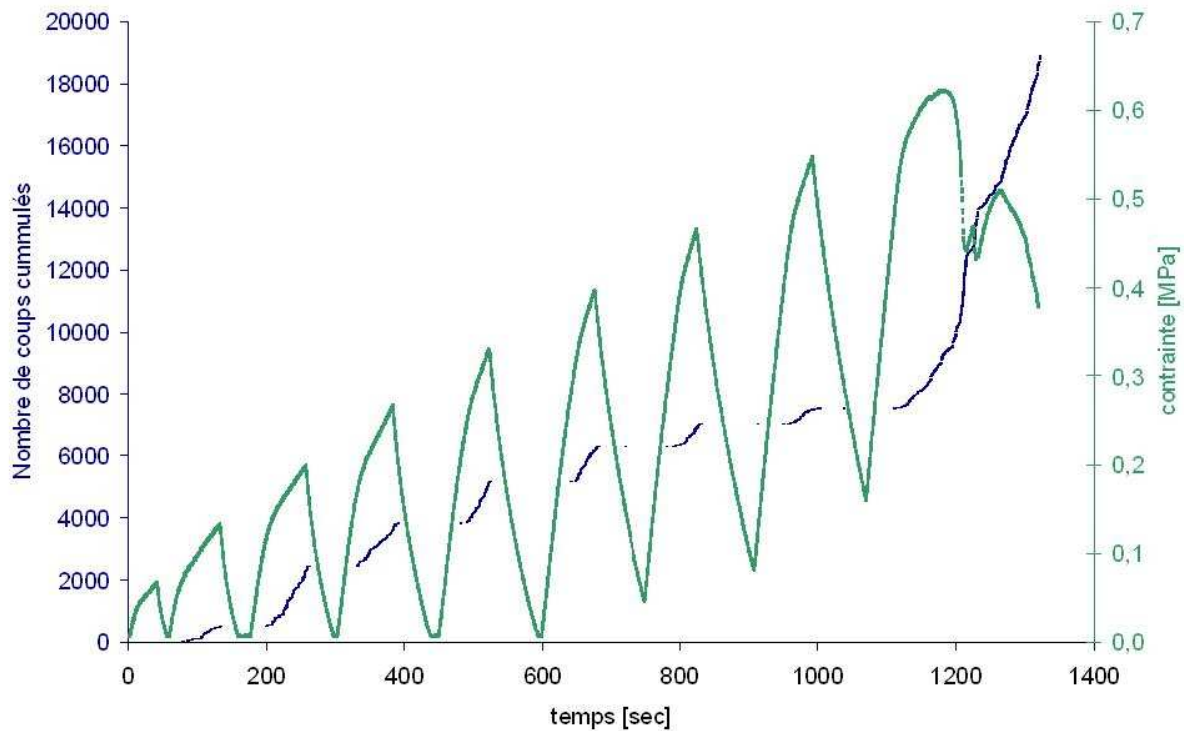


FIG. 5.13 – Visualisation de l'effet Kaiser sur un graphique Contrainte-Nombre de coups enregistrés en fonction du temps

Les ondes sont numérisées en temps réel avec mesures du nombre de coups, de la durée ( $\mu s$ ), de l'amplitude ( $dB$ ), du temps de montée ( $\mu s$ ), de l'énergie absolue (aJ) et enfin, de la fréquence moyenne ( $kHz$ ). L'enregistrement de ces ondes permet notamment d'avoir des informations sur l'état d'endommagement du matériau par visualisation de l'effet Kaiser (1950). Cet effet se traduit par une activité acoustique pratiquement nulle pendant un cycle de décharge. La reprise de l'activité acoustique n'intervient que lorsque l'on atteint l'état de contrainte du cycle de charge précédent. Ce saut d'émissions est l'effet Kaiser (cf. figure - figure 5.13).

Ces enregistrements, décrits par (Fontaine 2004), concluent sur :

- une faible émission acoustique aux faibles déformations montrant ainsi le peu de micro-fissurations se propageant à ce stade ;
- un effet KAISER manifeste. A chaque décharge, il n'y a pas d'émissions acoustiques. Celles-ci ne reprennent que lorsque la contrainte subit par l'échantillon est rattrapée par le cycle de charge suivant ;
- une augmentation progressive des émissions acoustiques corrélée avec la propagation de micro-fissurations et ce jusqu'à la rupture ;
- un saut important des émissions acoustiques post-rupture lié au frottement dans le plan de cisaillement.

Ils convient ici de dire que ces travaux ouvrent une piste intéressante qu'il faudra exploiter dans le futur afin de concilier essais mécaniques et analyse de la microstructure des échantillons.

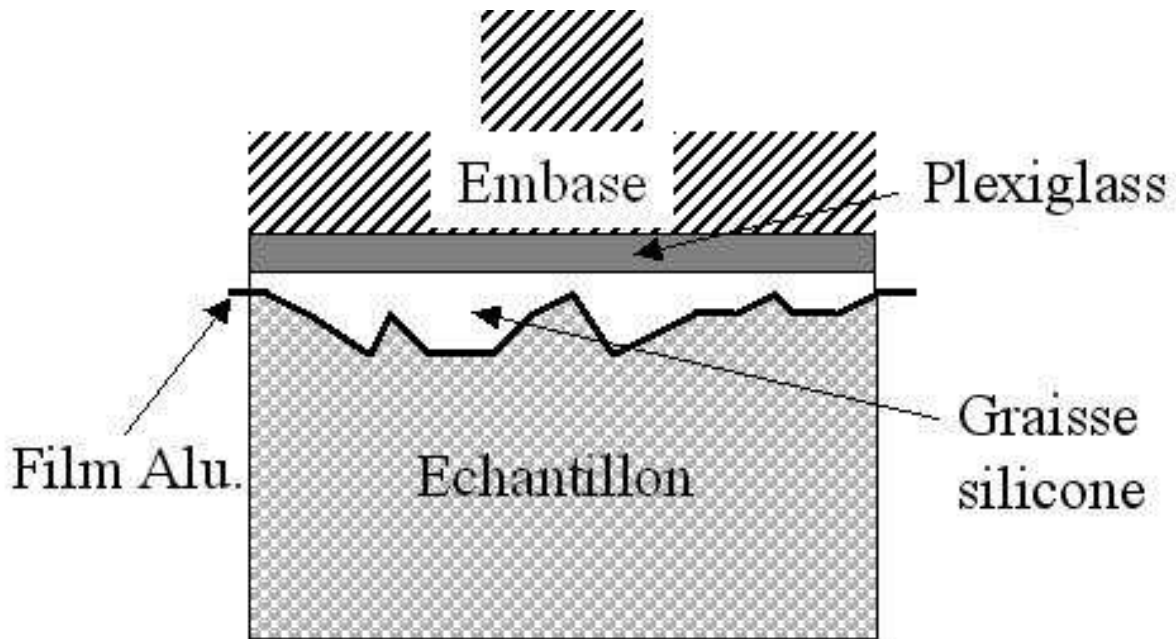


FIG. 5.14 – Schéma du dispositif d'interface embase / échantillon

## 5.4 Essais triaxiaux - Descriptions des rhéogrammes initiaux

La définition de la cohésion au sens de Mohr-Coulomb s'exprime par la réalisation d'essais triaxiaux pour un milieu modèle donné, et donc à l'expression des cercles de Mohr liés aux variations des pressions de confinement. Le détail du dispositif expérimental est donné en annexe E page 173.

Dans ce dispositif, il a été choisi de diminuer les frottements aux interfaces échantillon / embase de la presse, par l'ajout d'un disque de plexiglas enduit de graisse silicone et recouvert d'une feuille d'aluminium (cf. figure 5.14). Cette précaution est prise afin de diminuer les inégalités de surface des échantillons diminuant ainsi les temps de chargement initiaux (mise en contact presse / échantillon), et permettant une répartition uniforme des charges (Texereau 2003)

De ces essais, il est possible d'envisager à partir des rhéogrammes bruts (du type  $q = f(\varepsilon)$ ) l'apport d'autres informations en dehors des critères Mohr-Coulombs usuels qui définissent la rupture. Ces nouvelles approches permettent de mettre en avant et de singulariser la cohésion aux petites déformations, en supposant qu'un distinguo peut-être fait entre cohésion et angle de frottement.

Directement à partir des capteurs, les données enregistrées sont :

- $h$  : déplacement axial (mm)
- $v$  : volume radial de la cellule ( $\text{mm}^3$ )
- $\sigma_1$  : contrainte axiale (kPa)
- $\sigma_3 = \sigma_2$  : contrainte radiale (kPa)

De ces données brutes, il est extrait la déformation  $\varepsilon_l = \frac{(l-h)}{l} * 100$  (%) avec  $l = \text{hauteur initiale échantillon}$  et la contrainte déviatorique  $q = \sigma_1 - \sigma_3$  (kPa). Le volume radial est donné par le Capteur Volume Pression (CPV) et enregistre indirectement les déformations de l'échantillon. Ce CPV applique la pression de confinement voulue et corrige son volume en fonction de la déformation (contraction de l'échantillon = injection d'eau et inversement). Le volume enregistré par le CPV est rapporté à l'échantillon (calcul de la déformation volumique  $\varepsilon_v = \frac{(v-v_p)}{V} * 100$  (%) avec  $v = \Delta \text{volume CPV}$ ,  $v_p = \text{volume piston}$  et  $V = \text{volume initial échantillon}$ ). Le volume du piston est calculé en fonction de la section initiale du piston, en tenant compte de son enfoncement progressif au cours de l'essai. A ces pressions de confinement l'eau est considérée comme incompressible (pour 500 kPa de pression de confinement, la compressibilité de l'eau



Matériau		Module tangent initial $E_t$ [kPa]	q max [kPa]	Coordonnées seuil de microfissuration [ $\varepsilon_l$ % vs q kPa]	Coordonnées déformation volumique minimum [ $\varepsilon_l$ % vs $\varepsilon_v$ %]
% argile	$\sigma_3$ [kPa]				
Host10ka	0	-	-	-	-
	125	600	625	0,8 ; 500	1,4 ; -0,76
	250	950	800	0,6 ; 600	1,4 ; -0,65
	500	900	1200	0,9 ; 800	4 ; -1,3
Host15ka	0	-	-	-	-
	125	550	690	1,1 ; 580	1,5 ; -0,8
	250	750	910	0,8 ; 600	1,6 ; -0,8
	500	1110	1270	0,8 ; 800	3 ; -1
Host25ka	0	220	250	0,7 ; 250	-
	125	440	690	1,1 ; 480	1,6 ; -0,8
	250	600	1000	1 ; 600	1,7 ; -0,8
	500	850	1480	1 ; 720	3,3 ; -0,9

TAB. 5.1 – Tableau de données extraites des rhéogrammes  $q=f(\varepsilon_l)$  et  $\varepsilon_v=f(\varepsilon_l)$   
( - valeurs non renseignées ; vs = versus )

provoque une diminution du volume de  $0,2 \text{ cm}^{-3}$  sur un volume initial d'environ  $1240 \text{ cm}^{-3}$ ). Cependant, cette mesure de déformation est indirecte et ne permet pas un calcul de coefficient de Poisson  $\nu$  correct. Les figures 5.15 et 5.16 sont les résultats obtenus pour les échantillons à 10, 15 et 25 % massique de kaolinite, les échantillons à 5% n'étant pas réalisables (problème de confection et de reproductibilité dans les essais). Il faut noter que l'inversion de la pente des déformations volumiques est en adéquation avec la rupture de l'échantillon. Les données récapitulatives des rhéogrammes sont données dans le tableau 5.1. Pour tous les échantillons, il apparaît qu'avec l'augmentation des pressions de confinement :

- la rupture soit moins franche ;
- la phase linéaire post-rupture tende de plus en plus rapidement à un comportement du type  $q = k$  indépendamment des variations de la déformation axiale et volumique ;
- la variation du volume soit atténuée.

Ces données, ainsi que les rhéogrammes, montrent qu'avec l'augmentation de la teneur en argile, étaient corrélées :

- de manière générale une diminution du module tangent ;
- une augmentation de la valeur maximum de rupture (désignée par q max) et ce, en parallèle avec l'augmentation de la pression de confinement (figures 5.15) ;
- un début de propagation de la micro-fissuration s'établissant, de manière générale, plus tardivement et pour des valeurs plus faibles de contraintes déviatoriques à 25 % massique de kaolinite ;
- une diminution de la contraction de l'échantillon sous l'effet des contraintes de confinement ( $\sigma_3$ ,  $\sigma_2$ ) et se manifestant plus tardivement avec la déformation axiale  $\varepsilon_l$  (figure 5.16).

De ces simples résultats, il apparaît donc qu'avec l'augmentation de la teneur en argile :

- le milieu modèle devienne de plus en plus "ductile" tout en augmentant sa résistance au cisaillement ;
- le squelette solide soit moins déformé aux petites déformations (pré-rupture) et aux grandes déformations (post-rupture) ;
- la prédominance post-rupture des frottements.

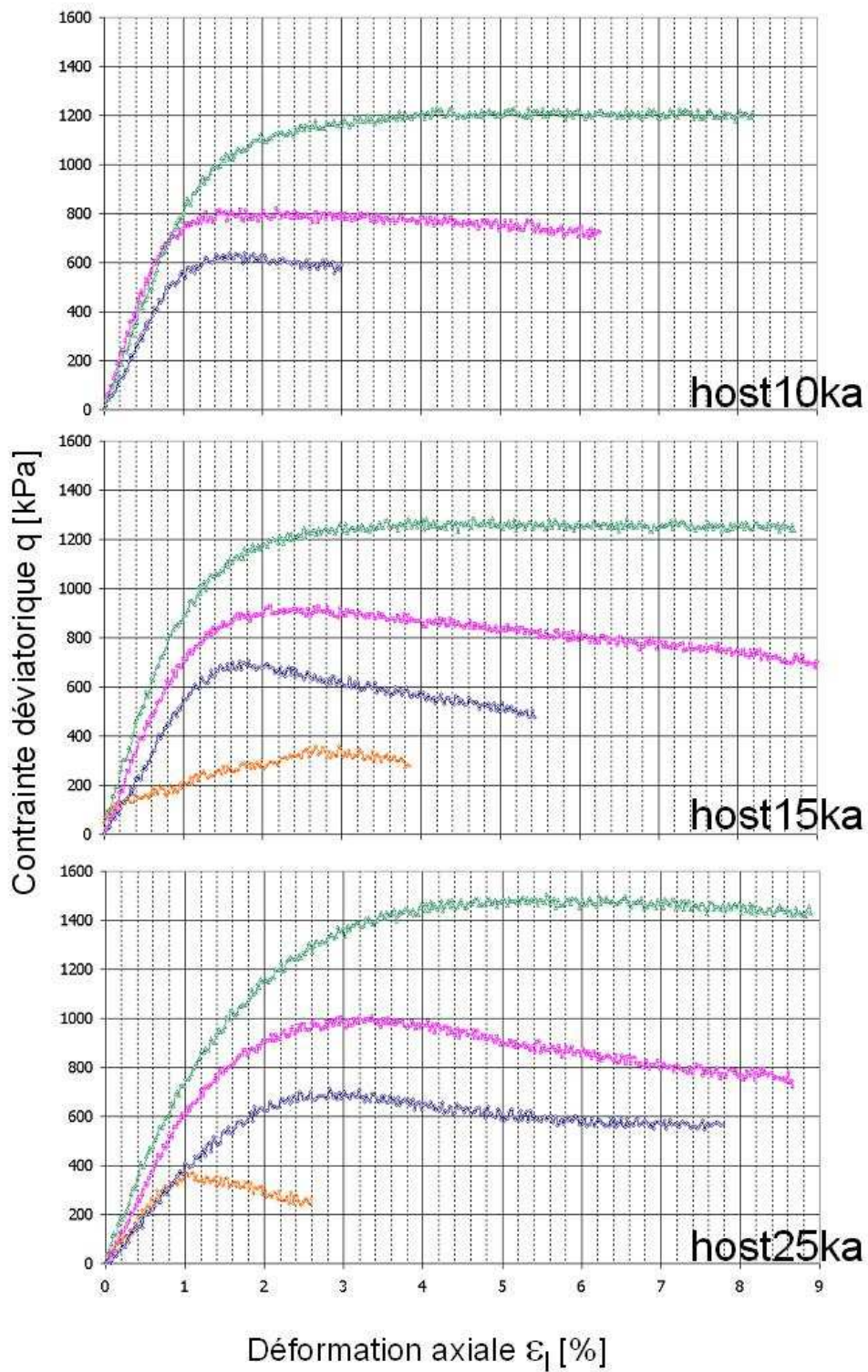


FIG. 5.15 - Rhéogrammes  $q=f(\epsilon_1)$   
(en orange, en bleu, en rose et en vert respectivement  $\sigma_3=0, 125, 250$  et  $500$  kPa)

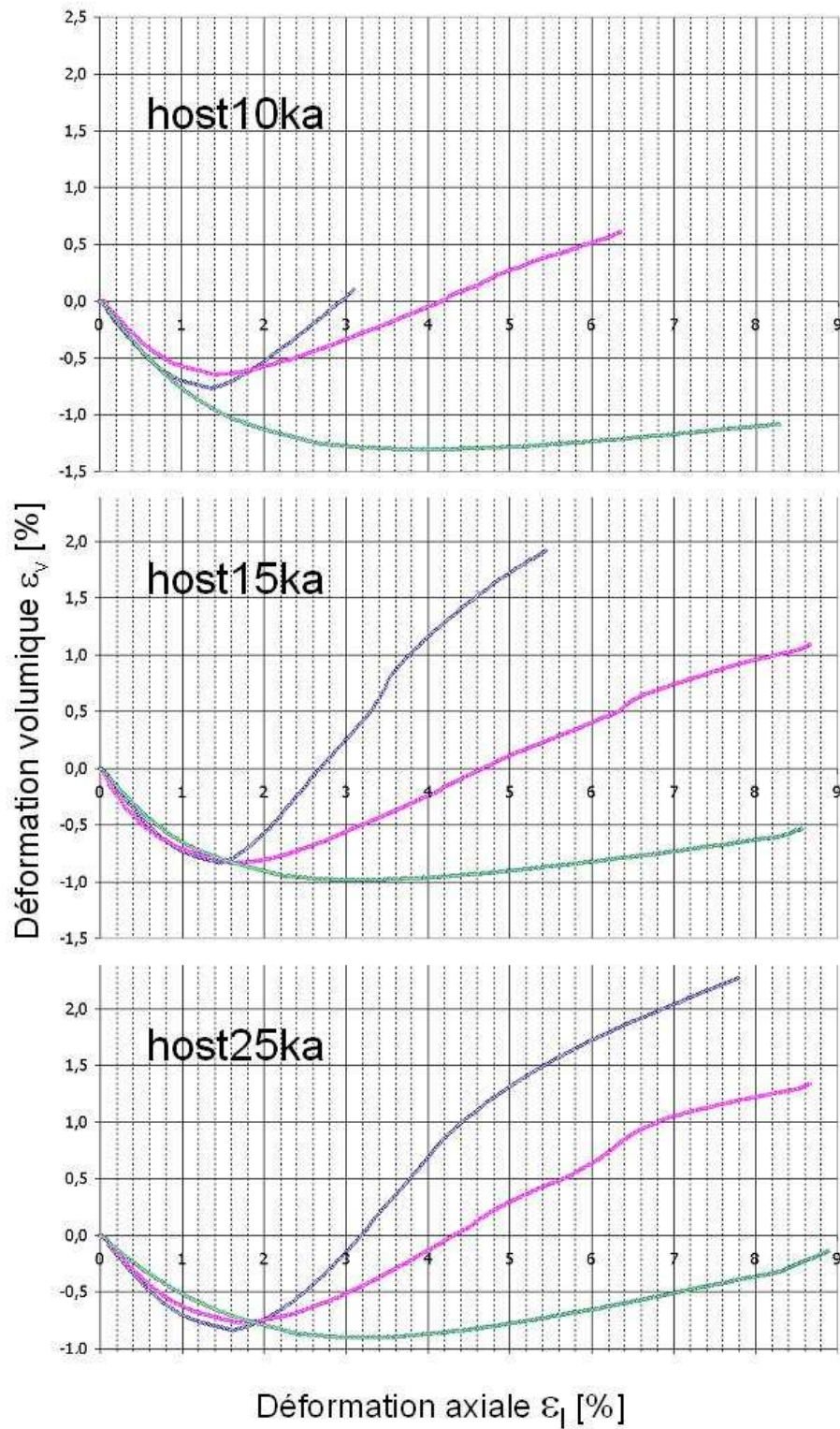


FIG. 5.16 – Rhéogrammes  $\varepsilon_v=f(\varepsilon_1)$   
 (en bleu, en rose et en vert respectivement  $\sigma_3=125, 250$  et  $500$  kPa)

A partir des rhéogrammes, les comportements à la rupture ont été étudiés par la représentation des cercles de Mohr-Coulomb (cf figure 5.17). Les équations des droites de Mohr-Coulomb ( $\tau = C + \sigma \tan \varphi$  avec  $C = Cohesion \text{ en kPa}$  et  $\varphi = Angle \text{ de frottement en } ^\circ$ ) nous donnent :

$$host10ka : \tau = 130 + \sigma \tan 26$$

$$host15ka : \tau = 162 + \sigma \tan 25$$

$$host25ka : \tau = 109 + \sigma \tan 32$$

en prenant en compte les valeurs à 0 kPa de pression de confinement pour 25% massique d'argile. Au vu d'une interprétation hasardeuse de ce genre de déformations sur ce type de matériau, les critères de Mohr-Coulomb pour ce même dosage sans les valeurs à 0 kPa de confinement nous donnent *host25ka* :  $\tau = 129 + \sigma \tan 30$ .

Il apparaît tout de même que le terme de cohésion soit maximum pour le dosage à 15% massique de kaolinite ; inversement pour l'angle de frottement (cf. figure 5.18 ). De manière théorique, il est admis qu'un matériau strictement sableux, et dont les grains ont un seul diamètre, aura une cohésion nulle et un angle de frottement autour de  $33^\circ$  ; inversement pour un matériau strictement argileux, l'angle de frottement est nulle et la cohésion fonction du matériau (Schlosser *et al.* 1971; Bardet 1997). Dans notre cas, l'augmentation de la teneur en argile ne coïncide pas avec ces propriétés et ce, malgré une augmentation de la résistance au cisaillement ( $q_{max}$ ). Cependant il faut noter qu'il existe une erreur de 10% sur ces expérimentations. De fait dans quelle mesure ce comportement "à seuil" est valide ?

Enfin, ces critères ne sont qu'une caractérisation de la rupture, et le paramètre de cohésion n'est que la manifestation d'un ensemble de phénomènes (forces physico-chimiques, capillaires, interactions des grains entre eux. . .) impossibles à dissocier ici. Aux petites déformations, il est intéressant de savoir quelle est la part de la cohésion, à quel moment elle intervient. Mécaniquement, il est possible de penser que dans un premier temps la cohésion prédomine, et qu'au cours de la déformation (et de la propagation de micro-fissures) le frottement deviendra prépondérant. Cette analyse sera faite à partir des courbes d'iso-déformation (chapitre 7 page 111).



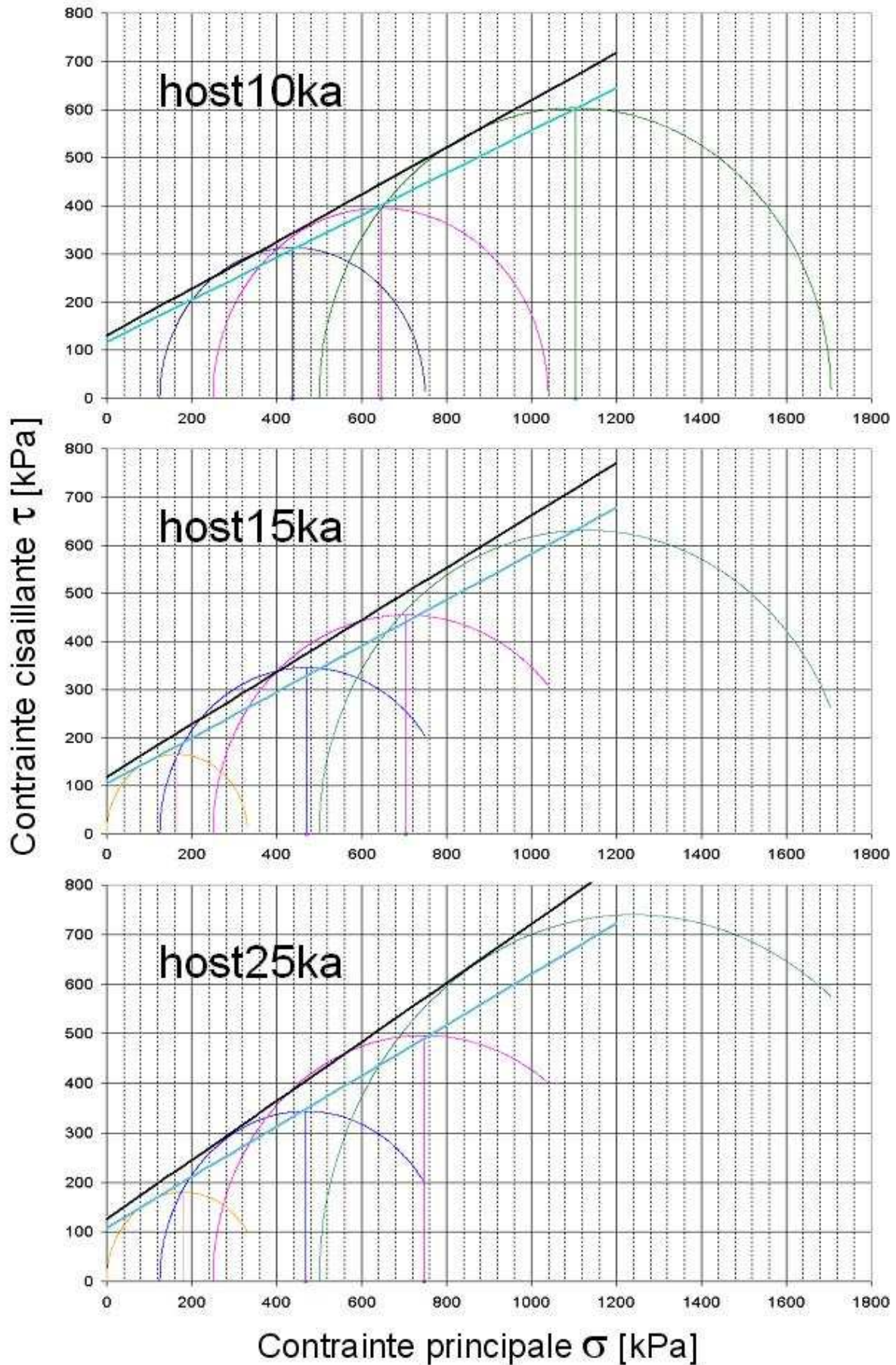


FIG. 5.17 – Cercles et droites de Mohr-Coulomb

(Cercles en orange, en bleu, en rose et en vert respectivement  $\sigma_3=0, 125, 250$  et  $500$  kPa; en noir, droite de Mohr-Coulomb, en vert, droite de Lamé; les droites ont été tracées en tenant compte des cercles pour  $0$  kPa de pression de confinement)

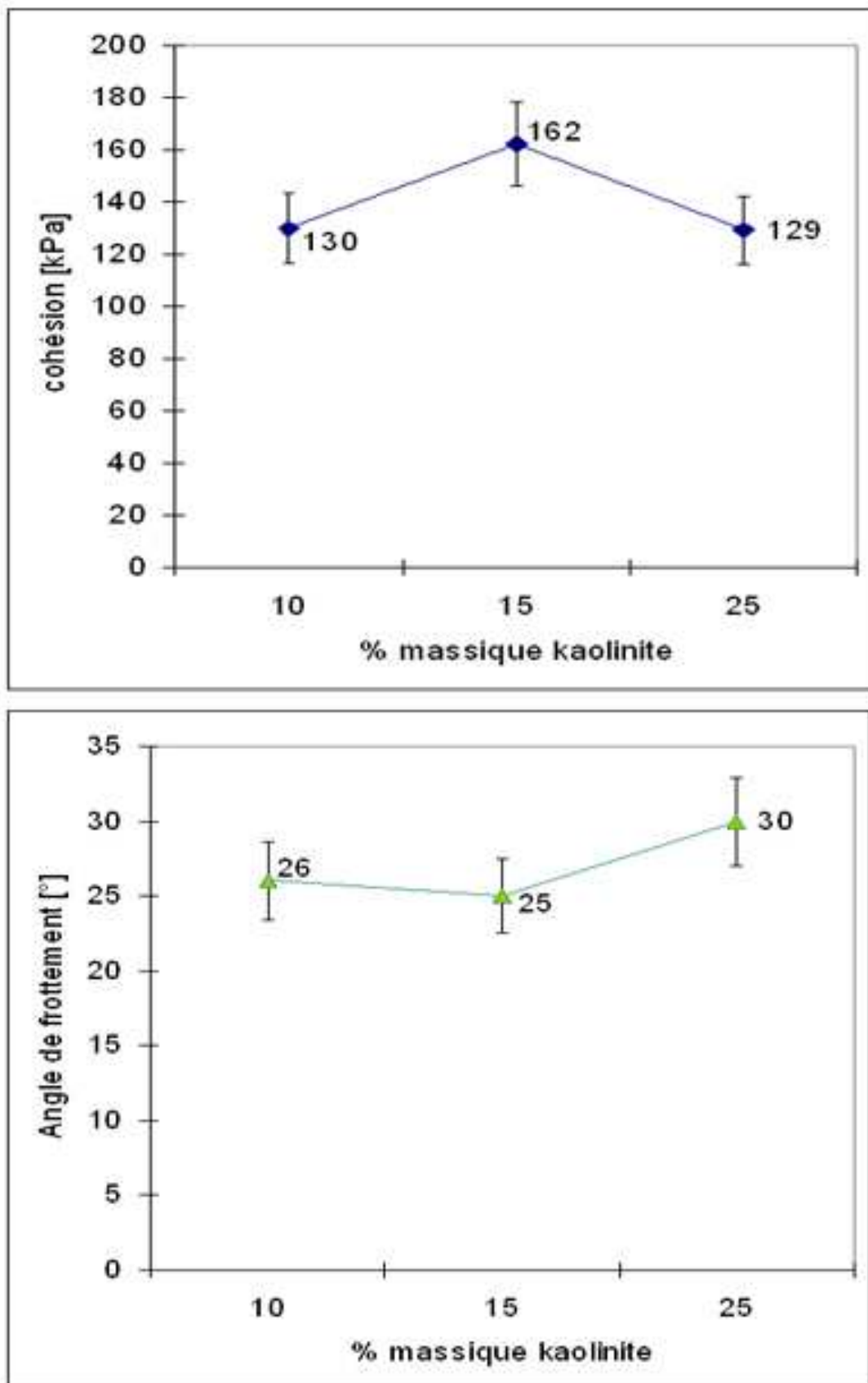


FIG. 5.18 – Cohésion et angle de frottement en fonction du pourcentage d'argile  
les barres d'erreur associées sont de 10%



## Chapitre 6

# Images - acquisitions, traitements et analyses

Les définitions de la cohésion apportées par le chapitre précédent sont d'ordre macroscopique et ne permettent d'envisager une caractérisation d'une cohésion microscopique. Dans une optique de couplage de ces échelles, les observations des phénomènes microscopiques (micro-fissuration, porosité, caractérisation du squelette solide) ont été réalisées par des outils qualitatifs et quantitatifs.

Les observations (et les moyens qui les accompagnent) ont été faites soit en deux dimensions, sur des lames minces, soit en trois dimensions, sur des blocs (vue 2D) ou bien sur échantillon total par tomographie rayon X ; sachant que celles-ci sont réalisées sur des échantillons références (non perturbés par les essais mécaniques) ou sur des échantillons destructurés.

### 6.1 Acquisition des images et rappels

L'acquisition d'images s'est faite essentiellement en Microscopie Electronique à Balayage (MEB) en électrons rétrodiffusés (RD) ou électrons secondaires (ES) ; respectivement pour les échantillons observés en lame mince et pour les échantillons sur bloc. Les métallisations des échantillons se sont faites soit au carbone, soit à l'or.

Les acquisitions au MEB en ES permettent d'avoir une très bonne résolution mais s'appuient sur l'excitation des atomes des constituants de l'échantillon. De ce fait, chaque espèce cristallographique n'est pas différenciée chimiquement des autres, mais est individualisée topographiquement.

A l'inverse, l'utilisation du MEB en RD s'appuie sur les numéros atomiques de chaque constituant (de blanc pour les plus élevés à noir), mais ne permettent pas des résolutions élevées.

L'illustration 6.1 sur lame mince montre ainsi clairement que, pour une même image, le type d'acquisition conditionne les informations qu'il est possible d'avoir.

De plus, pour nos échantillons, les phases minéralogiques sont le quartz, la kaolinite, la résine et le verre de la lame. Les contrastes de phase sont donc relativement distincts pour que les images acquises sur lame mince en MEB-RD soient triphasées, blanc pour le quartz, gris pour la kaolinite, et noir pour la porosité (résine et verre) (revoir figure 6.1)

Enfin, par convention, il sera appelé micropore - microporosité, les pores de la matrice argileuse en opposition avec la macroporosité facilement visible (en MEB) et dont la limite inférieure est aux alentours de 1  $\mu\text{m}$ . De même, dans les descriptions des images, extérieur désignera "en contact et/ou à l'interface de la macroporosité".



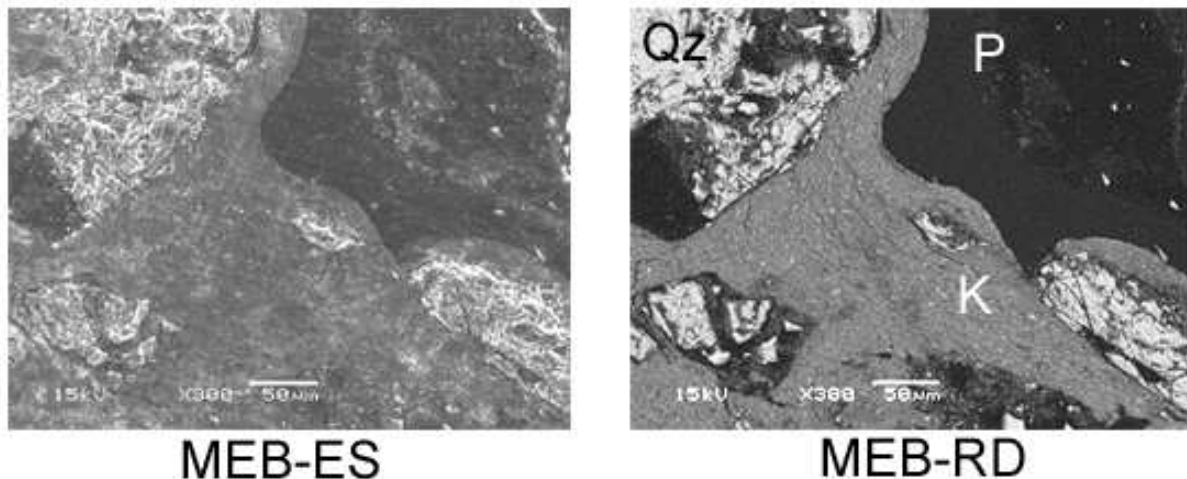


FIG. 6.1 – Comparaison sur lame mince des acquisitions MEB-ES et MEB-RD  
P-pore ; K-kaolinite ; Qz-quartz

## 6.2 Réalisation des lames minces

Pour les observations 2D sur lames minces, les protocoles de fabrication de ces dernières devaient satisfaire quelques conditions. En effet, la volonté de réaliser des analyses quantitatives suppose que la réalisation des différentes phases de litholamellage doit être la moins perturbante pour l'échantillon. De ces considérations, il a été choisi la confection de lames minces par imprégnation au coeur d'une résine pour ensuite travailler directement sur cet "échantillon" (mélange argilo-sableux et résine).

L'imprégnation au coeur d'échantillons de gros volume contenant des argiles pose différents problèmes :

- la résine employée doit pouvoir pénétrer les plus petits pores, y compris ceux de la matrice argileuse ;
- l'eau contenue dans l'échantillon même en très faible quantité ne doit pas empêcher la polymérisation de la résine ;
- la résine doit pouvoir être polymérisée au temps voulu ;
- la polymérisation ne doit pas agir sur la structure du squelette.

Ces problèmes sont donc grandement conditionnés par le choix de la résine (Prêt 2003) et les protocoles d'imprégnation.

La résine employée est le Méthyl MéthAcrylate (MMA) polymérisant en PolyMéthyl MéthAcrylate (PPMA). Les propriétés du monomère en font un très bon candidat quant à l'imprégnation de matériaux faiblement perméables : angle de contact faible avec les silicates, viscosité inférieure à l'eau (0,584 mPa.s), moment dipolaire proche de celui de l'eau. Le monomère utilisé est celui commercialisé par Sigma-Aldrich sous la référence M55909 Méthyl MéthAcrylate, 99% stabilisé avec 10-100 ppm de monométhyl ether hydroquinone. L'initiateur de réaction est un thermo-initiateur (déclenchement de la réaction de polymérisation par chauffage de l'échantillon) et référencé sous l'appellation benzoyle de peroxyde (réf. 513474 Benzoyl peroxyde, 75 wt.%). Les formules de ces deux molécules sont détaillées en figure 6.2. Les propriétés du MMA contribuent en partie à "chasser" l'eau par substitution eau / résine (le MMA étant plus "mouillant") et permettent donc en théorie d'éviter un passage en étuve pour évaporer l'eau résiduelle.

Le protocole (figure 6.3) retenu consiste en un dosage du MMA / benzoyle de peroxyde dans un rapport respectif de 100 ml pour 0,05g. L'échantillon est préalablement emprisonné dans une gangue d'araldite 2020 (résine Epoxy) dont les extrémités supérieures sont délimitées par deux poreux (béton cellulaire ici). Le critère retenu pour ces deux matériaux est leur stabilité dans le MMA et pour l'araldite, sa non-intrusion dans l'échantillon. Ce dispositif est placé dans un récipient pouvant être fermé hermétiquement et dont le volume mort est rempli de sable. Cet ajout de sable a deux origines une économique, éviter

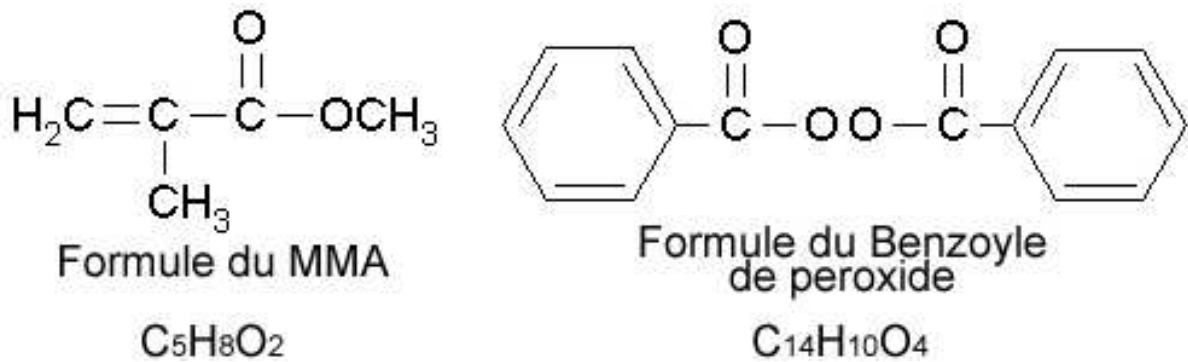


FIG. 6.2 – Formule chimique et détail de la structure du MMA et du Benzoyle de peroxyde

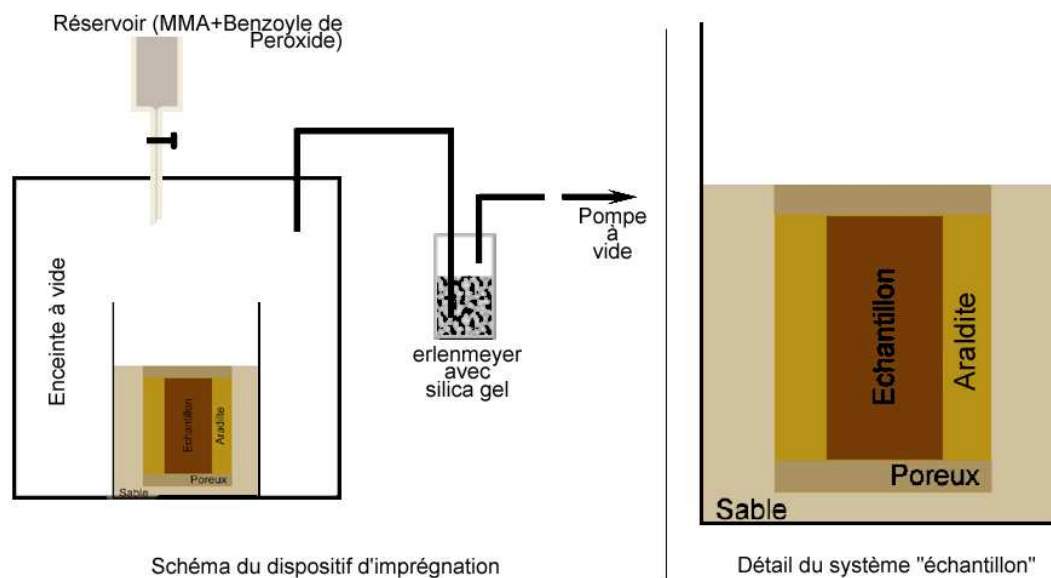


FIG. 6.3 – Détail du dispositif d'imprégnation

le gaspillage de résine l'autre chimique, la polymérisation du MMA en PMMA provoque une contraction macroscopique selon la direction d'allongement des chaînes de polymères de l'ordre de 20%. Ce retrait peut-être ainsi diminué en empêchant la formation de trop longues chaînes. Le "cassage" du vide préliminaire se fait par injection du mélange MMA + thermo-initiateur. Le remplissage du récipient est stoppé lorsque ce mélange est au niveau supérieur de l'échantillon, afin de provoquer une remontée par capillarité du monomère et empêcher ainsi le piégeage d'eau et d'air. Il est donc nécessaire d'ajuster le niveau au fur et à mesure, et de prévoir l'étanchéité du récipient (évaporation du MMA). Ce processus dure environ 15 jours.

Le déclenchement de la polymérisation se fait par le biais d'un bain-marie du système "échantillon". La température de ce dernier conditionne la vitesse de polymérisation et régule la température de l'échantillon (réaction de polymérisation exothermique). Ici, les échantillons ont été soumis à une température de 60°C et le niveau de résine dans le récipient dépasse à ce moment celui de l'échantillon. Ce qui compense ainsi les contractions éventuelles.

Le "bloc" ainsi réalisé est découpé selon la section voulue et le litholamellage est effectué par polissage / traitement ultrasonique / encolage (araldite) sur verres successifs jusqu'à obtenir la lame mince souhaitée. Le choix d'un traitement ultrasonique léger permet d'éliminer les résidus de polissage (carbure de silicium notamment).

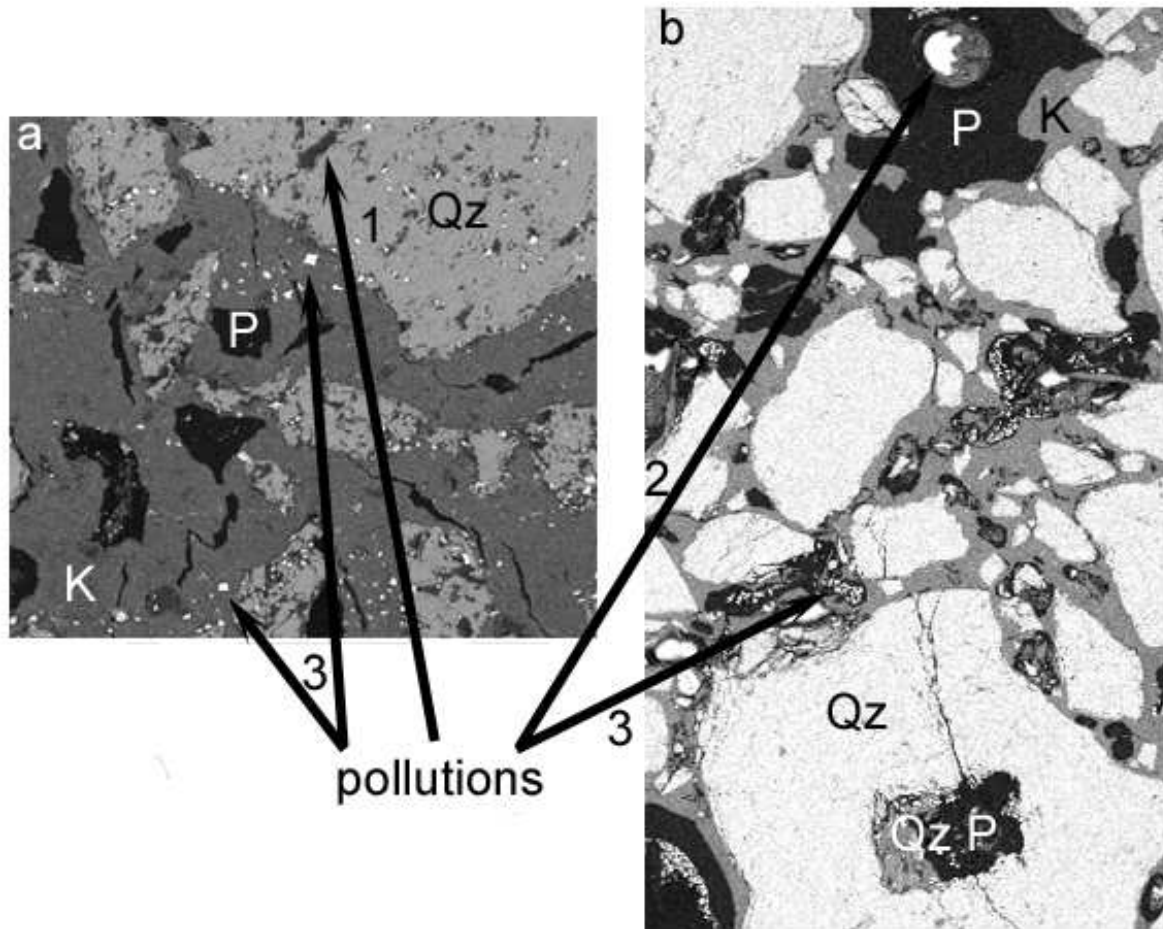


FIG. 6.4 – Exemple de pollutions sur deux images réalisées au MEB(G x35)  
 a-échantillon host15ka-Référence ; b-échantillon host15ka-cisailé triaxe  
 K-kaolinite ; P-macropore ; Qz-quartz ; Qz P-”Trou” dans un quartz-problème d’arrachement  
 1-pollution par Qz abimé 2-sphérulite de carbure de silicium 3-”poussière” de carbure

Du soin apporté à la réalisation de ces lames minces dépendra la qualité des images réalisables. La figure 6.4 illustre ces différentes pollutions.

### 6.3 Observations qualitatives

Les premières observations sont effectuées sur blocs en MEB-ES. Cette caractérisation permet, même sans être quantitative, d’appréhender le matériau. Ces blocs sont simplement préparés par prélèvement sur échantillon et collage sur un support.

Sur ces fragments “macroscopiques” (figure 6.5), la première évidence est de constater l’enrobage progressif des grains de quartz par l’argile. Cet enrobage devient suffisamment conséquent pour que les grains de quartz de l’échantillon à 25 % massique de kaolinite “disparaissent” dans l’argile. De manière générale, sur chaque échantillon observé, certaines structures sont communes. En prenant comme exemple un échantillon à 10 % massique de kaolinite, il apparaît que les quartz visibles sur les échantillons macroscopiques de la figure 6.5 sont en fait des quartz enrobés d’argile (désignée désormais par “entité”) et dont le placage en surface extérieure est relativement lisse (figure 6.6-b). En conséquence, les macropores sont donc entourés par l’argile et il n’existe donc à-priori pas de contact angulaire (puisque plaqués d’argiles) ni de macropores avec une interface quartz (figure 6.6-c). A cela s’ajoute des figures de “ménisques” simples ou triples reliant les différentes entités quartz / enrobage d’argile (figure 6.6-d et figure 6.8). Cette structure

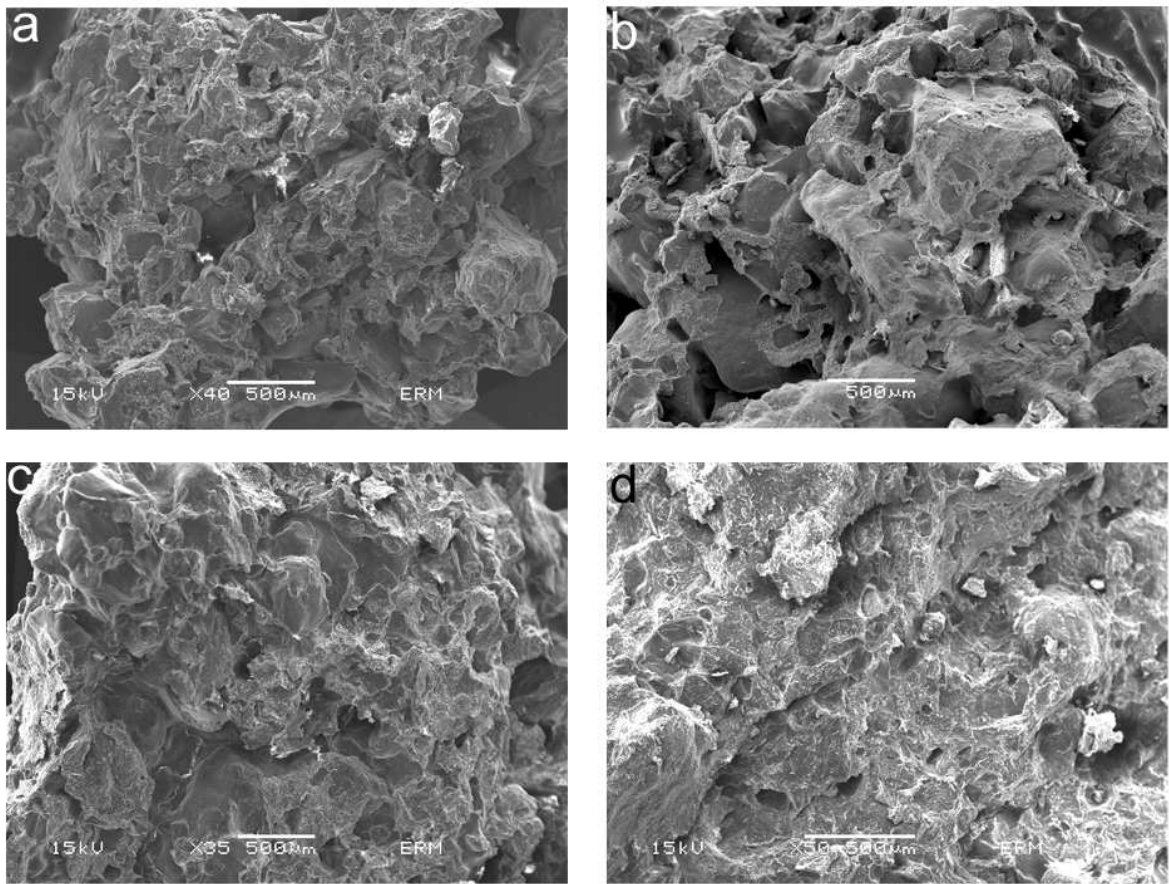


FIG. 6.5 – Photographies “macroscopiques” d’échantillons en MEB-ES  
a, b, c et d respectivement pour des dosages à 5, 10, 15 et 25 % massique de kaolinite  
les grossissements ne sont pas tous identiques

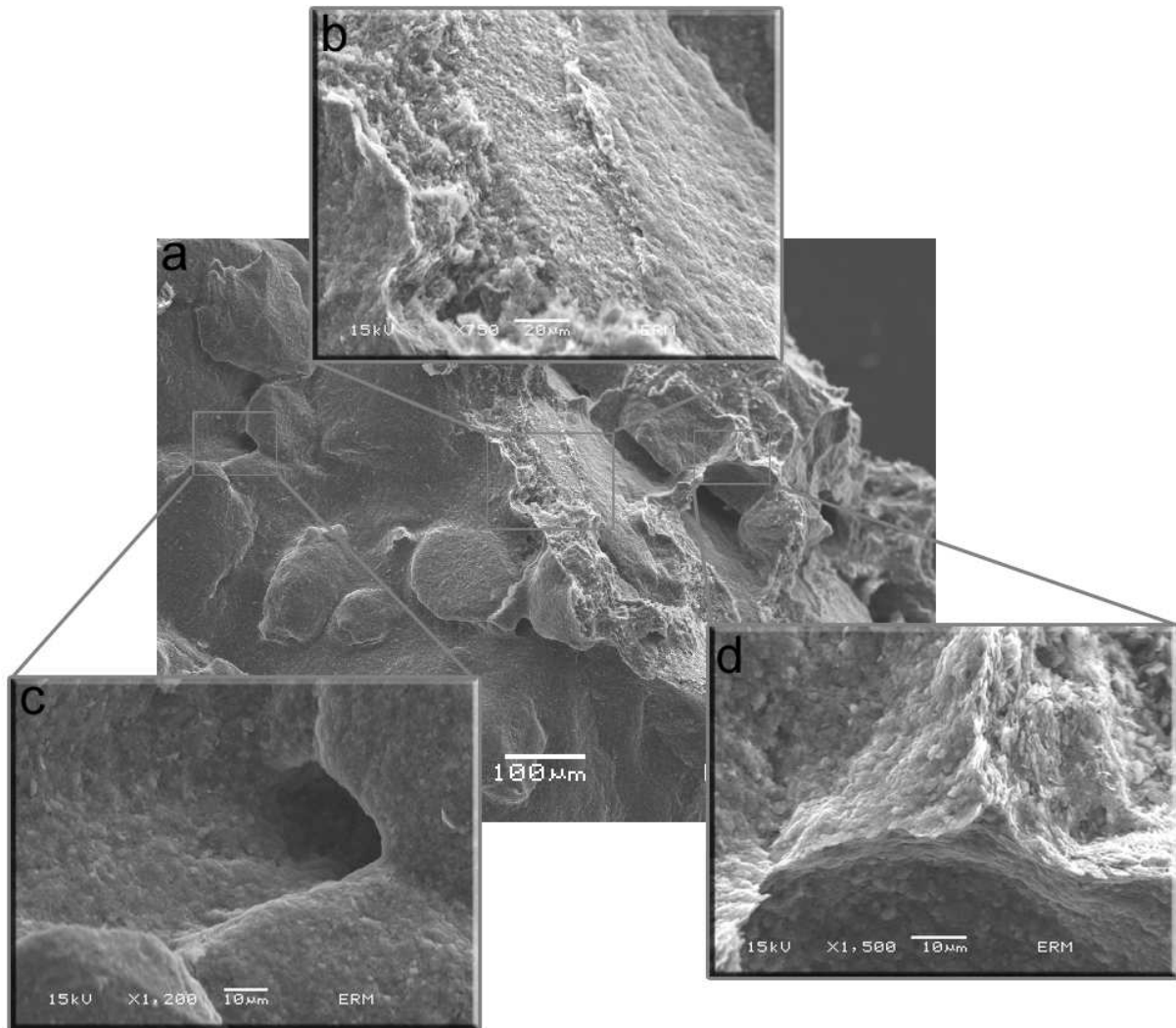


FIG. 6.6 – Exemple sur host10ka de structures communes à l'ensemble des échantillons (a-vue d'ensemble; b-détail d'un enrobage de quartz; c-structure d'un pore; d-structure d'un point d'ancrage)

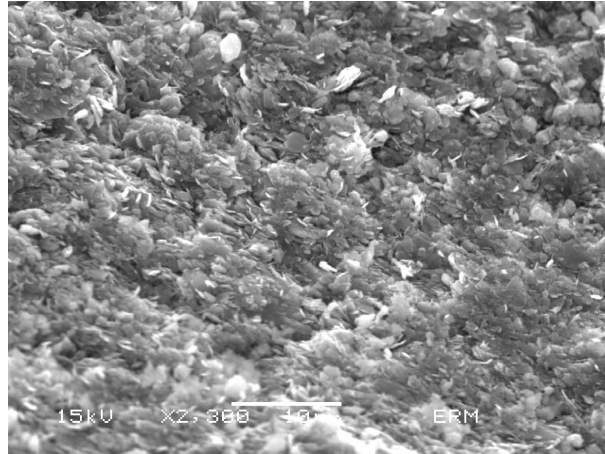


FIG. 6.7 – Image MEB-ES de la kaolinite

est la plus remarquable sur ces matériaux. La macroporosité est ainsi séparée par des ponts argileux peu développés notamment sur host05ka (figure 6.8-a), mais qui peuvent aussi être suffisamment conséquents pour atteindre dans leur partie la plus fine  $\approx 30\mu\text{m}$  (figure 6.8-e). Pour rappel, la  $d_{0,5}$  de la granulométrie de la kaolinite a été mesurée à  $3\mu\text{m}$  (revoir figure 4.2 et figure 6.7). De façon qualitative, la quantité de ponts argileux (ainsi que leur dimension maximum constatée) est la plus importante pour host15ka. De même, la quantité de plaquettes de kaolinite dans le pont, mais aussi au sein des entités, conditionne leur répartition les unes par rapport aux autres d’une position alignée face-face à désordonnée, ou d’une anisotropie à une isotropie (figure 6.8-e et figure 6.9).

En prenant un cas simple d’arrangement de grains de sable seuls, et en considérant que le degré de saturation en eau  $S$  passe de 1 (état saturé) à 0 (état sec), la loi de Laplace nous démontre qu’avec le degré de saturation décroissant, la différence de pression du gaz  $P_g$  et du liquide  $P_l$  crée une interface courbe mise en équation sous la forme

$$P_c = -\Psi = P_g - P_l = \frac{\sigma}{R_c}$$

où  $P_c$  désigne la pression capillaire,  $\Psi$  le potentiel capillaire ou succion,  $\sigma$  la contrainte normale à l’interface et  $R_c$  le rayon de courbure du ménisque avec  $R_c = \frac{d}{4}$ ,  $d$  étant le diamètre du pore considéré comme cylindrique<sup>1</sup>.

Le protocole de fabrication du milieu modèle a montré que la quantité d’eau nécessaire à la fabrication était proche de la limite de liquidité. Les grains de quartz étant considérés comme non poreux, l’ensemble de l’eau se trouve dans la matrice argileuse et suffit à saturer la kaolinite. Par analogie, cette “boue” peut-être considérée comme le liquide de notre exemple simpliste du dessus, à partir du moment où il est fait abstraction des interactions physico-chimiques des argiles entre elles. Dans ce cas, les figures montrées sont les vestiges des pressions capillaires engendrées lors du séchage de l’échantillon. De plus, les argiles sont initialement désordonnées dans la boue (Dudoignon *et al.* 2004). Or, les particules d’argiles au sein des ponts argileux et aux interfaces extérieures sont réorientées. Cela suppose que les énergies engendrées (somme des énergies de pression capillaire, de tension superficielle, de contraction volumique . . .) pendant la phase de séchage provoque cette réorientation, la position de moindre effort des kaolinites étant de disposer leur plan cristallographique (001) -plan d’extension du cristal- perpendiculairement à ces énergies.

Enfin, il est possible d’envisager que c’est lors de la première phase de mise en équilibre du milieu modèle avec l’atmosphère que ces ponts se mettent en place. En effet, la courbe masse de l’échantillon

<sup>1</sup>le détail des différentes forces de cohésion est exprimé au dernier chapitre de ces travaux.

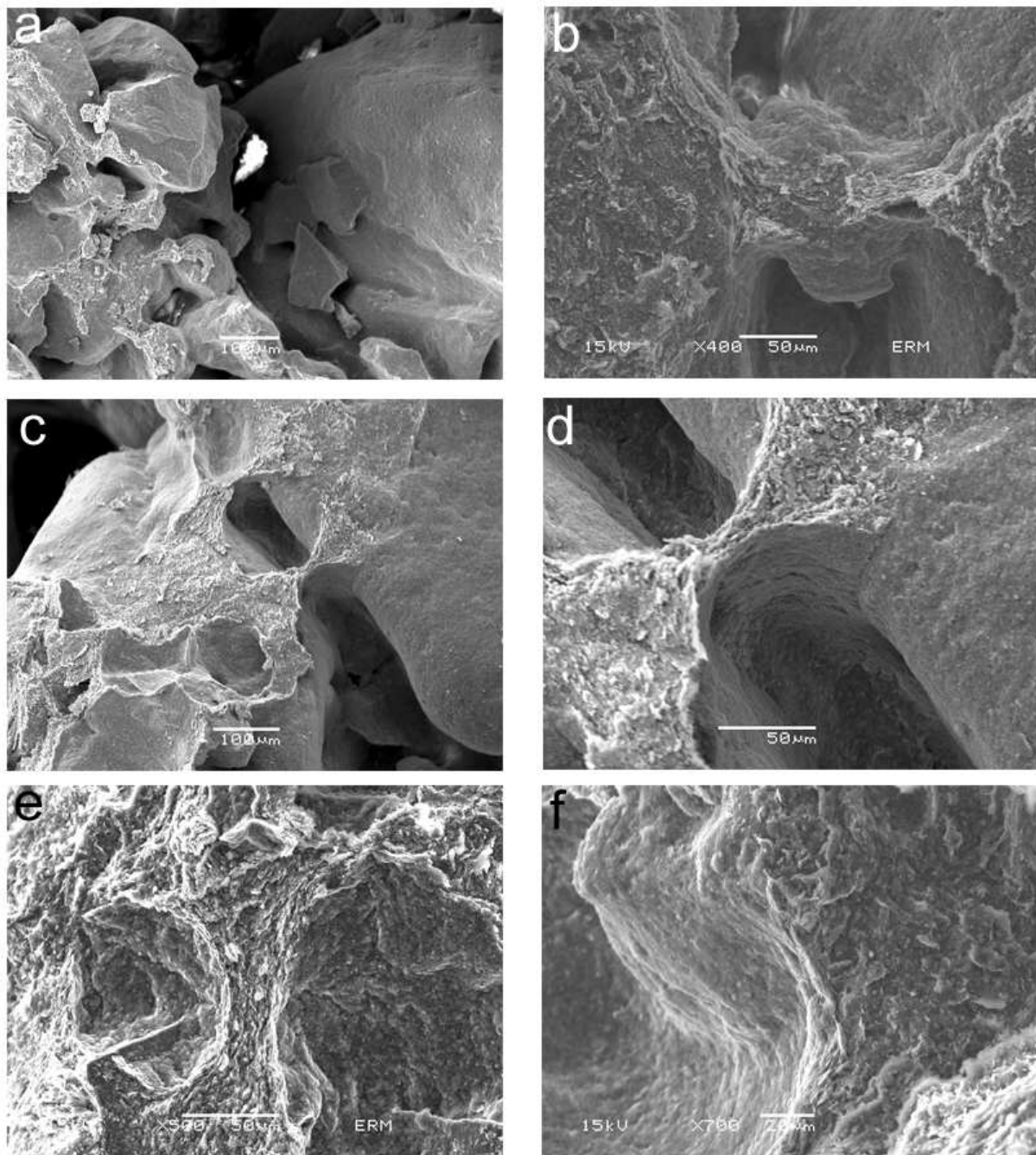


FIG. 6.8 – Exemples de structure de type ménisque  
 a-host05ka ; b, c, d-host10ka ; e-host15ka ; f-host25ka  
 a-détail d'un ensemble de macropores à bord arrondi et séparés par des ménisques  
 b-pontage argileux entre deux macro-entités et piégeant une micro-entité  
 c-d-ponts argileux avec agrandissement  
 e-structure interne d'un pont argileux  
 f-détail d'une interface extérieure



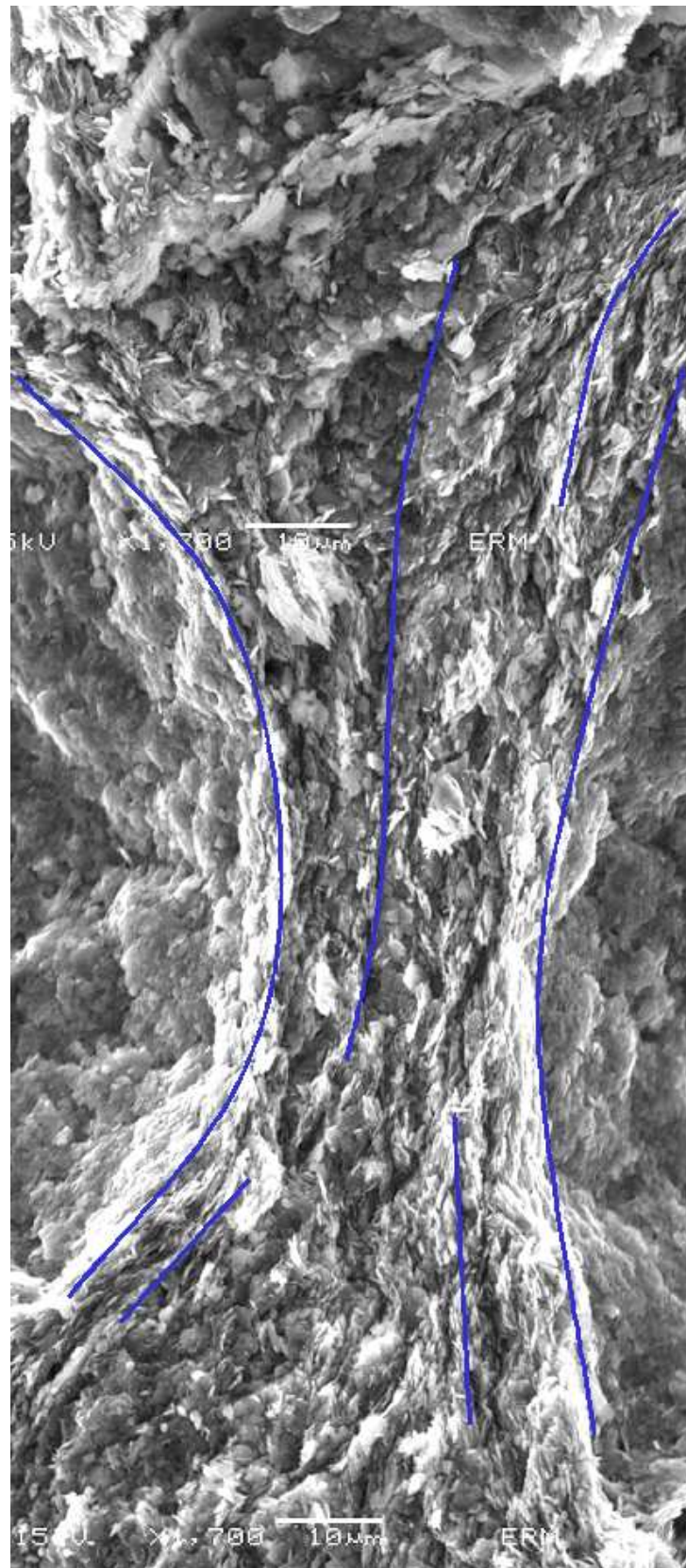


FIG. 6.9 – Détail d'un pont argileux (figure 6.8-e)  
image obtenue par assemblage de trois images en MEB-ES-grossissement x1700  
les lignes d'organisations anisotropiques évidentes sont surlignées en bleu



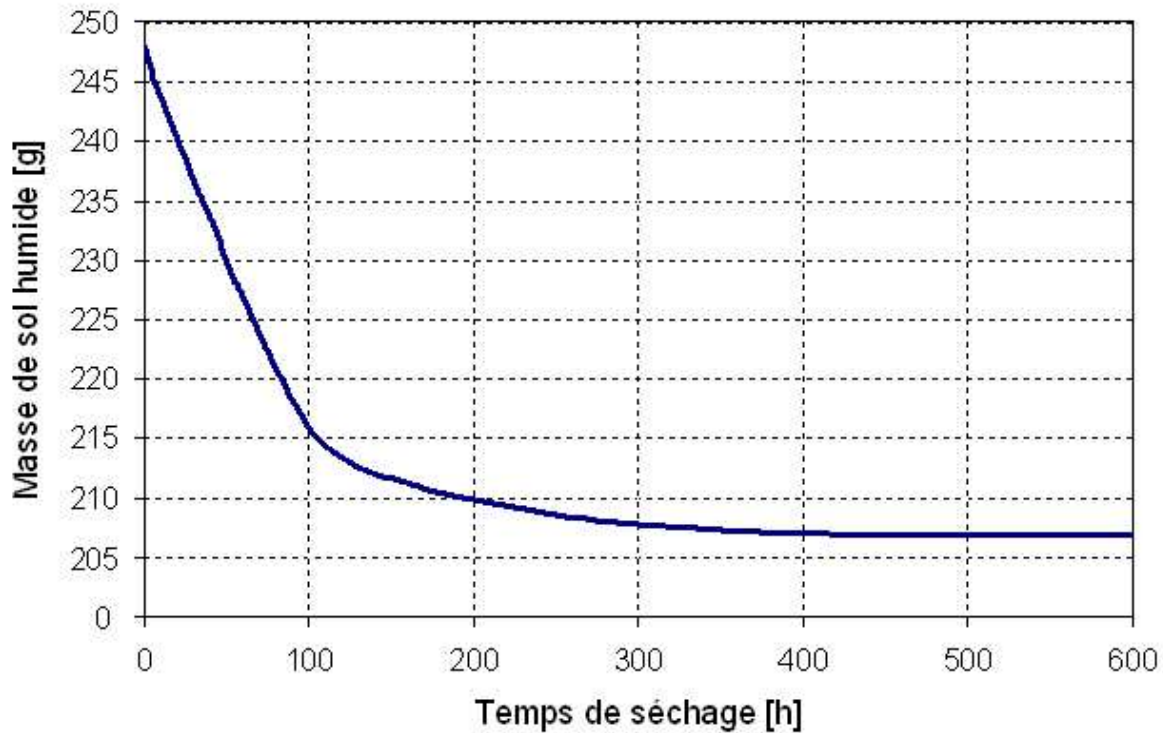


FIG. 6.10 – Exemple de courbe masse = f (temps) sur host25ka

en fonction du temps montre deux processus de séchage (figure 6.10). Dans un premier temps, l'eau la plus mobile s'évacue et est à l'origine du processus de formation des figures de pores de la matrice (ponts argileux notamment). Dans un deuxième temps, les processus hygroscopiques rentrent en jeu (au changement de pente) et correspondent à la mise en équilibre avec l'atmosphère de la phase eau / argile.

Ces organisations en pont argileux ont été aussi observées en lame mince (figure 6.11).

Toujours de façon qualitative, les lames minces ont permis de mettre en évidence différents types de macropores. Sur la figure 6.12, il est facile de constater que cette macroporosité est de différentes tailles, mais aussi que la forme des pores n'est pas toujours sphérique comme le laissait supposer les visualisations (et les déductions) sur blocs. De plus, sur l'image désignée par host15ka de cette même figure, la présence de lignes de porosité démontre que le processus de fabrication des échantillons a piégé des bulles d'air. En effet, cette lame mince a été élaborée perpendiculairement à la table à choc soit perpendiculairement au sens de compaction du matériau (revoir annexe A). Ce phénomène de compaction se fait par évacuation de l'air emprisonné. La disposition en ligne montre clairement ce chemin d'évacuation. Les réorganisations des plaquettes de kaolinite sont montrées sur la figure 6.13. De manière indirecte sur les deux images désignées par host15ka, ces réorganisations sont soulignées par les microfissurations présentes dans la matrice argileuse. Ces dernières résultent en partie des contractions du MMA pendant sa polymérisation. Ces contractions s'établissent dans les zones de plus faibles résistances donc parallèlement aux réorganisations des plaquettes d'argiles. Enfin, l'image host25ka de la figure 6.13 illustre une interface matrice argileuse / quartz révélant que cet arrangement y est aussi présent.

Enfin, sur la totalité des figures 6.11, 6.12 et 6.13, les "enrobages" des grains de quartz par la matrice argileuse se remarque.

L'ensemble des phénomènes observés va bien sur conditionner la réponse des échantillons, notamment aux sollicitations mécaniques. La propagation des fissurations par exemple en sera forcément dépendante, et les observations fines et quantitatives des échantillons en décriront les processus.

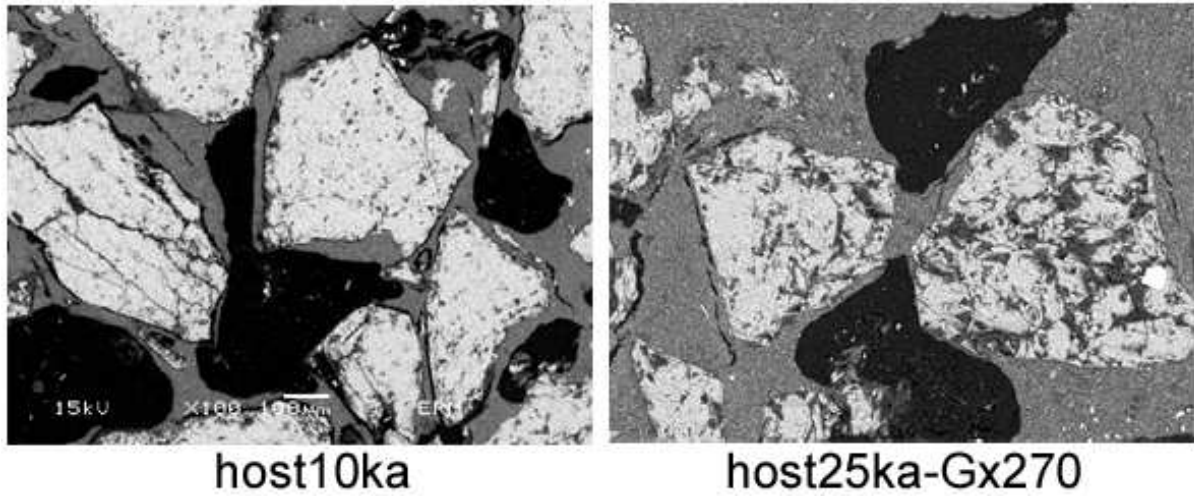


FIG. 6.11 – Exemples de ponts argileux observés en lame mince

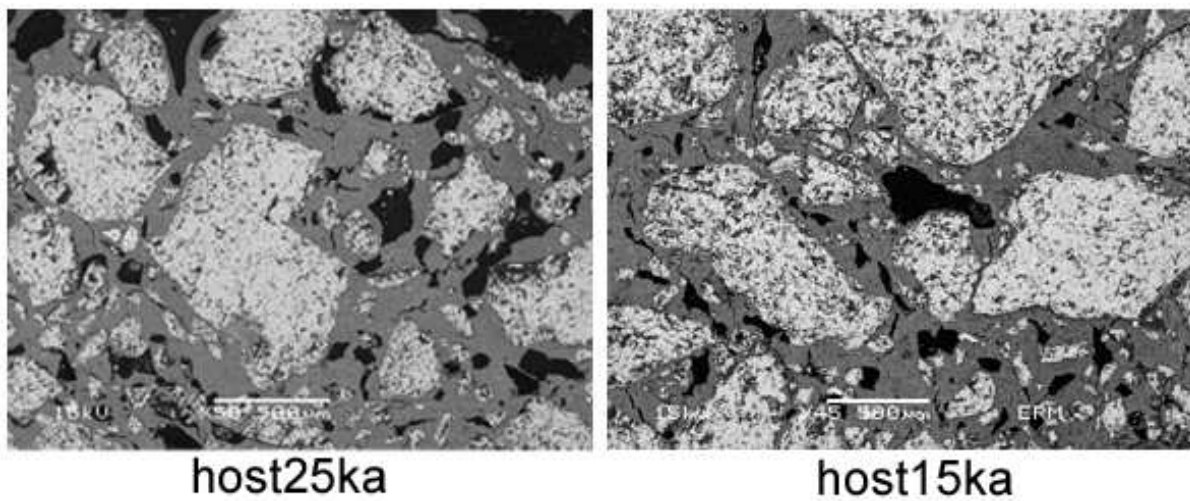
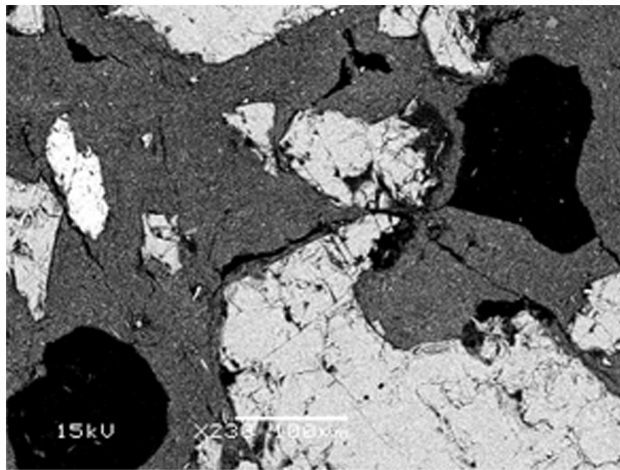
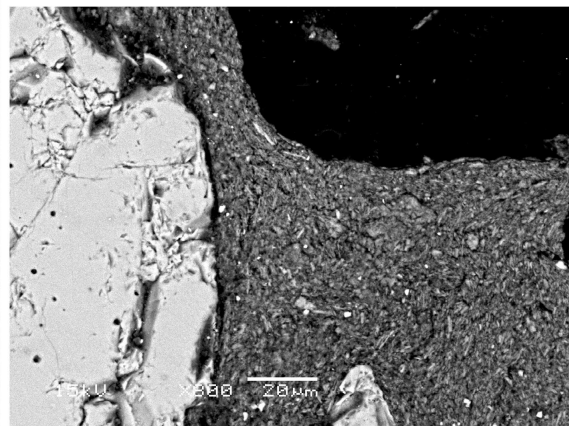


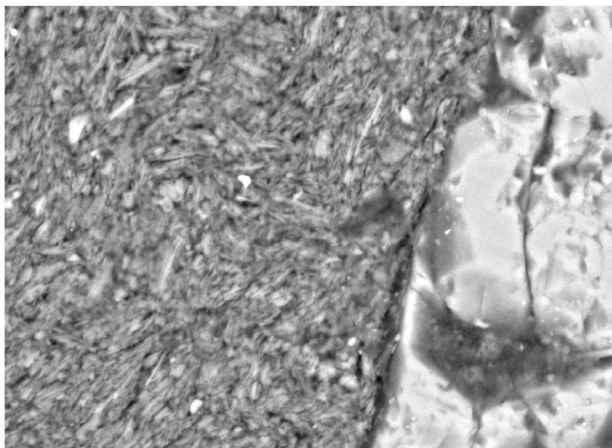
FIG. 6.12 – Types de porosité observés en lame mince



host15ka



host15ka



host25ka-Gx2000

FIG. 6.13 – Réorganisation de la matrice argileuse observée en lame mince

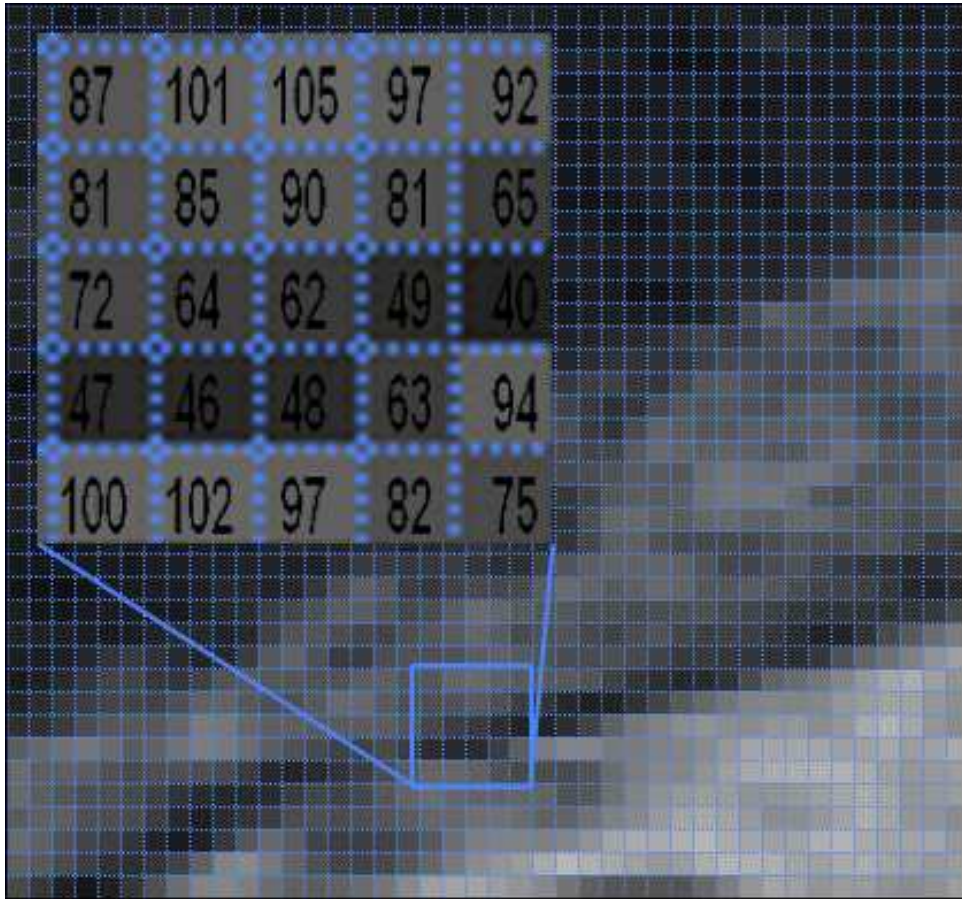


FIG. 6.14 – Exemple de matrice obtenue sur une image 8-bits

## 6.4 Analyses d'images

L'analyse d'images est par définition une mesure quantitative. Cependant, elle ne peut se soustraire à un (ou des) traitement(s) préalable(s) des images, afin d'optimiser les quantifications. Sur les exemples précédents, il a été souligné notamment la présence de pollutions issues du litholamellage. Ces traitements essaieront de "gommer" ces imperfections.

De plus, dans un souci d'automatisation, il convient que ceux-ci soient applicables à l'ensemble d'une série d'images afin que les mesures quantitatives ne soient pas fonction d'ajustement individuel de ces images.

### 6.4.1 Analyse 2D

Le logiciel utilisé pour cette analyse 2D est celui commercialisé par National Instruments : IMAQ<sup>TM</sup> Vision *Builder* V6.0. Pour chaque image, deux étapes se subdivisant elles-mêmes sont réalisées. Les premiers traitements de l'image se font sur une image en 256 NdG (donc codée sur 8-bits) avant de passer à une binarisation de l'image (codée sur 1-bit), servant de base aux quantifications.

Une image est composée de pixels où chaque pixel prend une valeur comprise entre 0 et 255 (image 8-bits), ou 0 ou 1 (image 1-bit). Par exemple, une image de 42\*39 pixels codées sur 8-bits a une surface 1638 pixels<sup>2</sup>, et chaque pixel se dispose dans une matrice de 42 colonnes et 39 lignes dont la figure 6.14 montre la matrice.

### Choix des traitements et vocabulaire

Le premier élément d'analyse en traitement d'images acquises en MEB-ES est l'observation de l'histogramme<sup>2</sup> des niveaux de gris (NdG). Sur nos échantillons, celui-ci doit montrer trois pics d'intensité, de distribution gaussienne, correspondant aux trois phases cristallographiques. Chaque intensité représente le nombre de pixels appartenant à une classe donnée (de 0 à 255). La somme de ces pixels est égale à l'aire de l'image. Par déduction il est facile, si ces pics sont bien individualisés, de connaître le nombre de pixels appartenant à une phase et de quantifier la surface couverte par cette même phase. Cependant, cette distribution peut-être faussée par :

- une acquisition mal contrastée entraînant un étalement restreint de la distribution des NdG ;
- les diverses pollutions (quartz abîmés par le litholamellage, résidus des produits d'abrasion...).

Cela entraîne alors des pics d'intensité surévalués, des épaulements des différentes gaussiennes et, en conséquence, des analyses d'images compliquées, voire des images inexploitable. En exemple, la figure 6.15 met en évidence les différents histogrammes d'images avec pollutions par comparaison à une image "propre".

Le ré-étalement de l'histogramme peut se faire par une correction du contraste et de la luminosité de l'image en appliquant une LUT (LookUp Table) ; le principe étant de travailler directement sur l'histogramme en appliquant une fonction sur chaque intensité de NdG. Cette fonction peut être linéaire ou non, continue ou discontinue. Elle est définie entre les bornes  $[0, max]$ ,  $max$  étant équivalent à 255 pour les images codées en 8-bits, comme celles acquises ici en NdG. La fonction retenue est une fonction dynamique permettant une redistribution de la même quantité de pixels sur les 256 NdG et désignée sous le nom d'"Equalize Function" (figure 6.16-b). A cette fonction, ou en amont de celle-ci, une transformation morphologique (fonction Auto-médian) permet d'extraire la valeur minimum de chaque pixel entre deux images obtenues par une succession d'ouverture et de fermeture. Cela tend à faire disparaître les petits détails, sans perdre les informations de surface. Cette fonction est définie par

$$Automedian(I) = \min(OFO(I), (FOF(I)))$$

où  $I$  désigne l'image source,  $O$  l'ouverture et  $F$  la fermeture (figure 6.16-c-c').

Cependant il convient de revenir sur quelques aspects du traitement d'images.

Une transformation morphologique est définie comme une transformation en tout ou rien d'une image originale, par le biais d'un élément structurant (Coster et Chermant 1989). Cet élément structurant (généralement une matrice 3\*3 binaire) permet, par sa forme, au sens mathématique du terme, de mettre en avant tel élément de l'image originale en donnant une nouvelle image. A partir de cet élément, les transformations morphologiques sont appliquées, découlant soit d'une érosion, soit d'une dilatation, soit d'une combinaison des deux (pour une ouverture, une dilatation puis une érosion ; inversement pour une fermeture). Le concept d'érosion permet de réduire la luminosité d'un pixel entouré par des pixels voisins d'intensité plus faible. Inversement pour la dilatation qui est l'augmentation des pixels de faible intensité (figure 6.16-d-e). De ces définitions, la transformation morphologique par l'"Auto-médian" peut s'écrire :

$$Automedian(I) = \min(DEEDDE(I), (EDDEED(I)))$$

où  $D$  est l'opération de dilatation et  $E$ , l'opération d'érosion.

Les images ainsi traitées sont ensuite binarisées (passage d'une image 8-bits à une image 1-bit) par seuillage par borne. Ce type de seuillage permet de segmenter l'histogramme de NdG en deux régions. Les pixels compris dans l'intervalle du seuil prennent ainsi la valeur 1 (blanche) et les autres la valeur 0

<sup>2</sup>Distribution de 0 à 255 par canal d'acquisition, un seul pour une image en NdG, trois (Rouge, Vert, Bleu classiquement) pour une image couleur, des intensités des pixels de l'image.



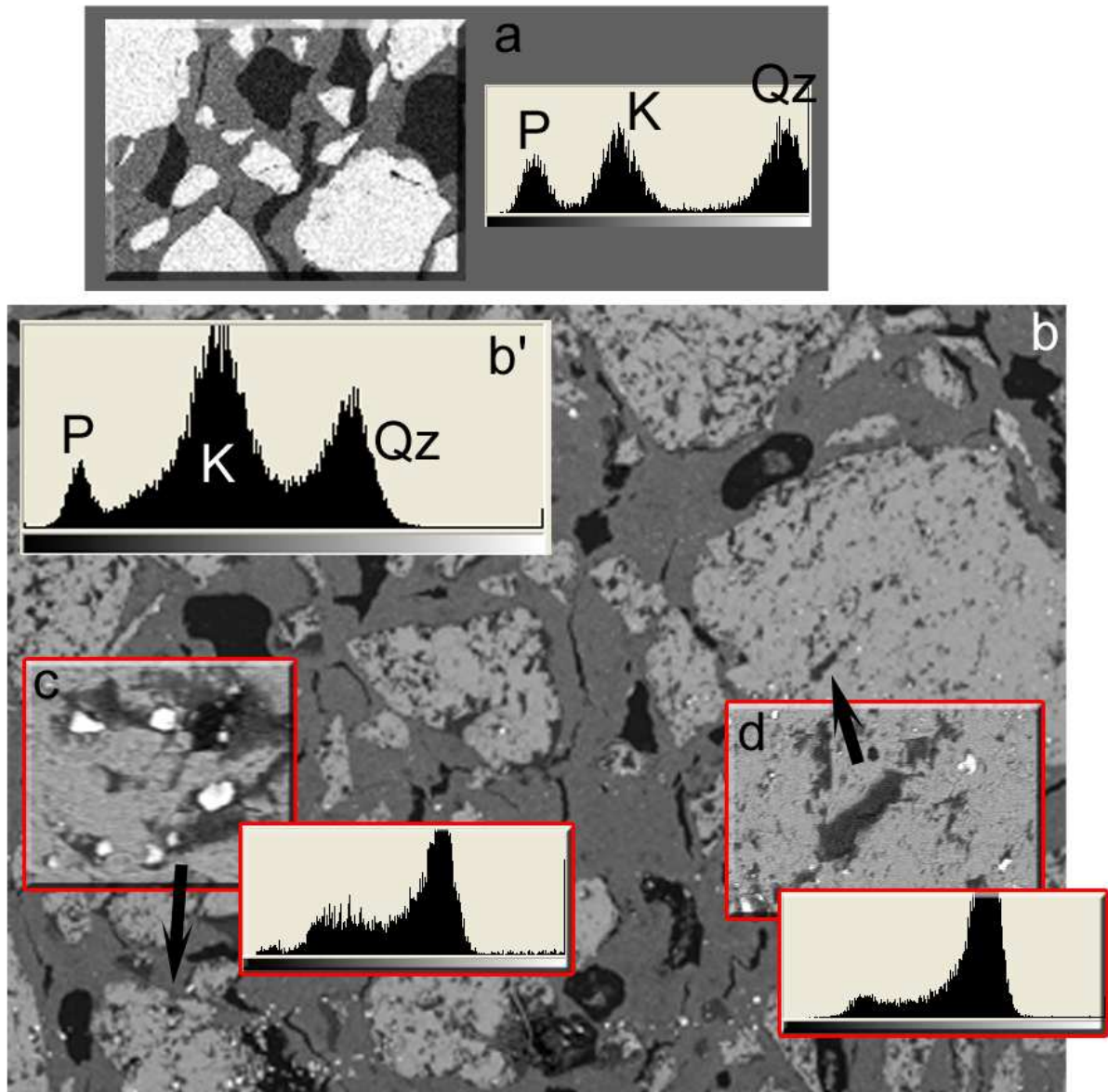


FIG. 6.15 – Exemple d'histogrammes de NdG obtenus sur lame mince

P, K, Qz respectivement Pore, Kaolinite, Quartz

a- exemple d'une image bien contrastée avec pics bien individualisés

b-b'- image mal contrastée avec histogramme associé

c- détail d'un quartz abîmé avec résidu d'abrasion, l'histogramme fait clairement apparaître deux pics appartenant aux domaines de K et P

d- détail d'un quartz abîmé

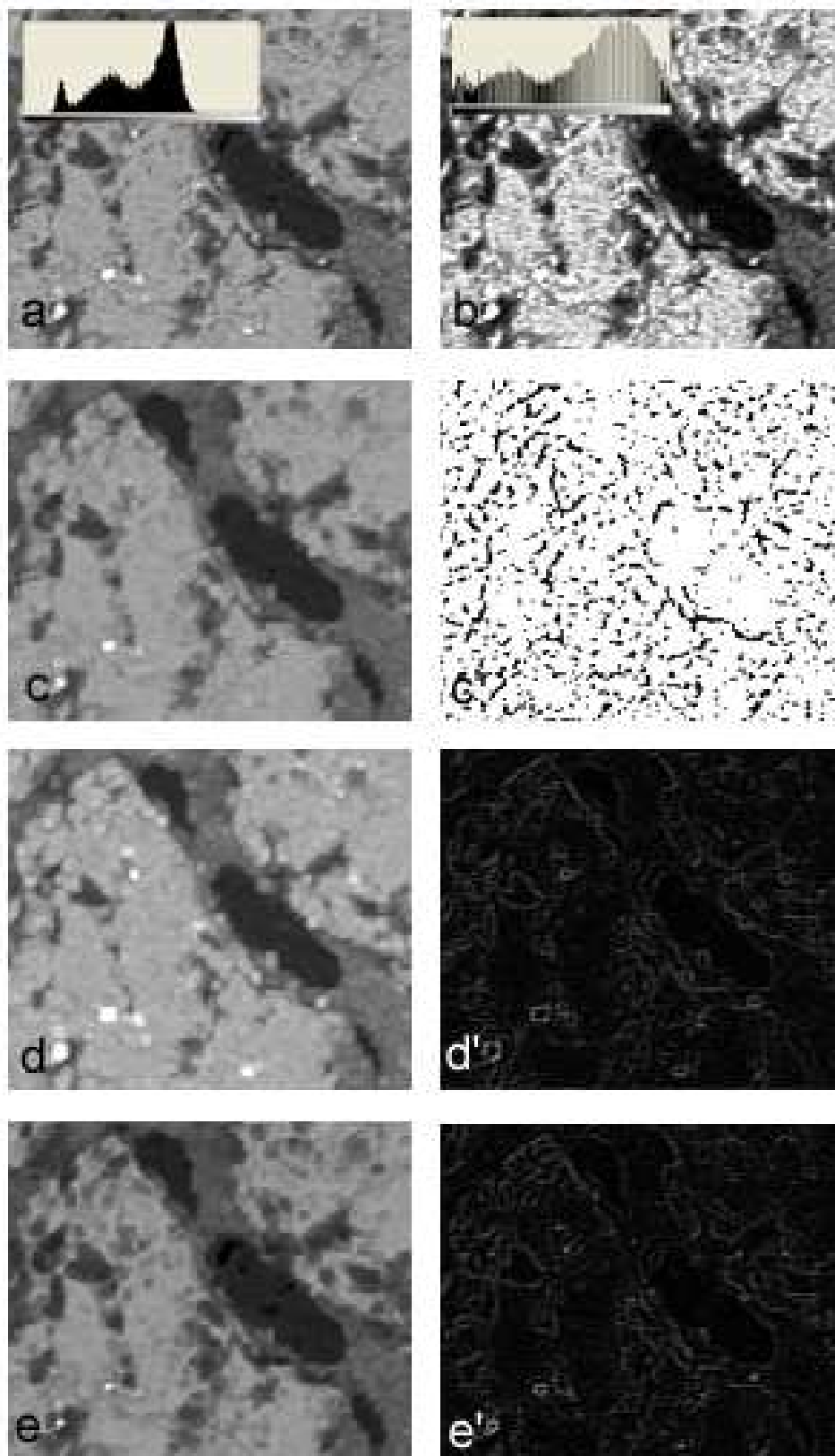


FIG. 6.16 – Exemple d'application utilisée sur les images MEB-RD

a-image originale et histogramme NdG associé

b-image après application de la fonction "equalize" et histogramme

c-image après filtre auto-médian

d-image après dilatation

e-image après érosion

c'-d'-e'-opérations mathématiques de soustraction d'images mettant en évidence les pixels affectés par les transformations morphologiques  $c'=a-c$ ;  $d'=a-d$ ;  $e'=a-e$

Identifiant image	Nb de particules	Total pixels	Pourcentage macropores
6.17-b	41	2153	8,2
6.17-c	5	1999	7,6
6.17-d	117	5541	21,0
6.17-e'	5	2027	7,7

TAB. 6.1 – Récapitulatif des données de quantification de la figure 6.17

(noire). L'exemple de la figure 6.17 reprend l'image de la figure 6.16-a. Il propose de critiquer l'influence aussi bien des traitements, que du seuillage par la quantification du nombre de pixels appartenant aux macropores.

Tout d'abord, le choix des bornes de seuillage est arbitraire. Si les bornes de seuillage pour l'image originale passent de  $[0, 57]$  à  $[0, 60]$ , le nombre de particules (ensemble continu de pixels) comptabilisées passe de 41 à 57 pour un total de pixels respectivement de 2153 à 2315 (aire de l'image = 26373 pixels). Cela permet de dire que le pourcentage de macropores de cette image est soit de 8,2%, soit de 8,8%. De plus, sur chaque image seuillée, les contours des macropores identifiés par les traits orange montrent qu'une partie des pixels identifiés comme appartenant à ceux-ci sont en-dehors de ces limites (pollutions et quartz abimés). Ces pixels vont donc contribuer à augmenter l'erreur sur la mesure. Cela peut sembler dérisoire sur cet exemple mais sur la totalité d'un échantillon, celle-ci peut s'avérer importante.

Au vu des résultats du tableau 6.1 et de la figure 6.17, il semble que le seuillage avec seulement un traitement par Auto-médian (sans LUT) suffise. Cependant, en se replaçant dans le contexte du seuillage arbitraire, il est d'autant plus facile, quand cela est nécessaire, de ré-étaler l'histogramme afin de mieux cerner ces bornes. D'autant qu'à ces différents traitements, il est appliqué en complément un filtrage de particules (sur image binaire), qui permet d'enlever ces dernières respectivement comprises entre une limite inférieure et supérieure, soit en fonction de leur taille en pixel, de leur aire, de leur position dans l'image...

Enfin, chaque opération de transformation détaillée ci-dessus est réalisable sur les images binaires et ce, notamment pour "remplir" les objets identifiés par des pixels de même nature (ainsi pris en compte dans la quantification).

La quantification, à proprement parlée, se porte sur différents aspects : comptage de particules, rapport surface image / surface particules, orientation des particules éventuellement détaillées au paragraphe suivant.

### Mesures quantitatives

Les mesures quantitatives ont d'abord porté sur le pourcentage de chaque phase sur les échantillons références. Ces traitements se font sur des images prises à différents grossissements afin d'anticiper les éventuels effets de surface représentative. Les graphiques de la figure 6.18 permettent de visualiser le pourcentage de chaque constituant (quartz, kaolinite, macropores) pour ces échantillons. Il faut noter qu'il existe certaines différences au sein d'un même dosage en argile dues en partie au grossissement choisi.

Les valeurs moyennes nous donnent respectivement pour 10, 15 et 25% d'argile :

- pour le quartz 46%, 45% et 43%
- pour la kaolinite 25%, 41% et 48%
- et par différence, pour les macropores 29%, 13% et 9%.

Le pourcentage de quartz est peu différent d'un dosage massique d'argile à l'autre. Il apparaît tout de même que le pourcentage d'argile (par rapport au quartz) est désormais de 35, 48 et 53 % surfacique de kaolinite respectivement pour les dosages massiques à 10, 15 et 25% (calcul rapporté sur une base



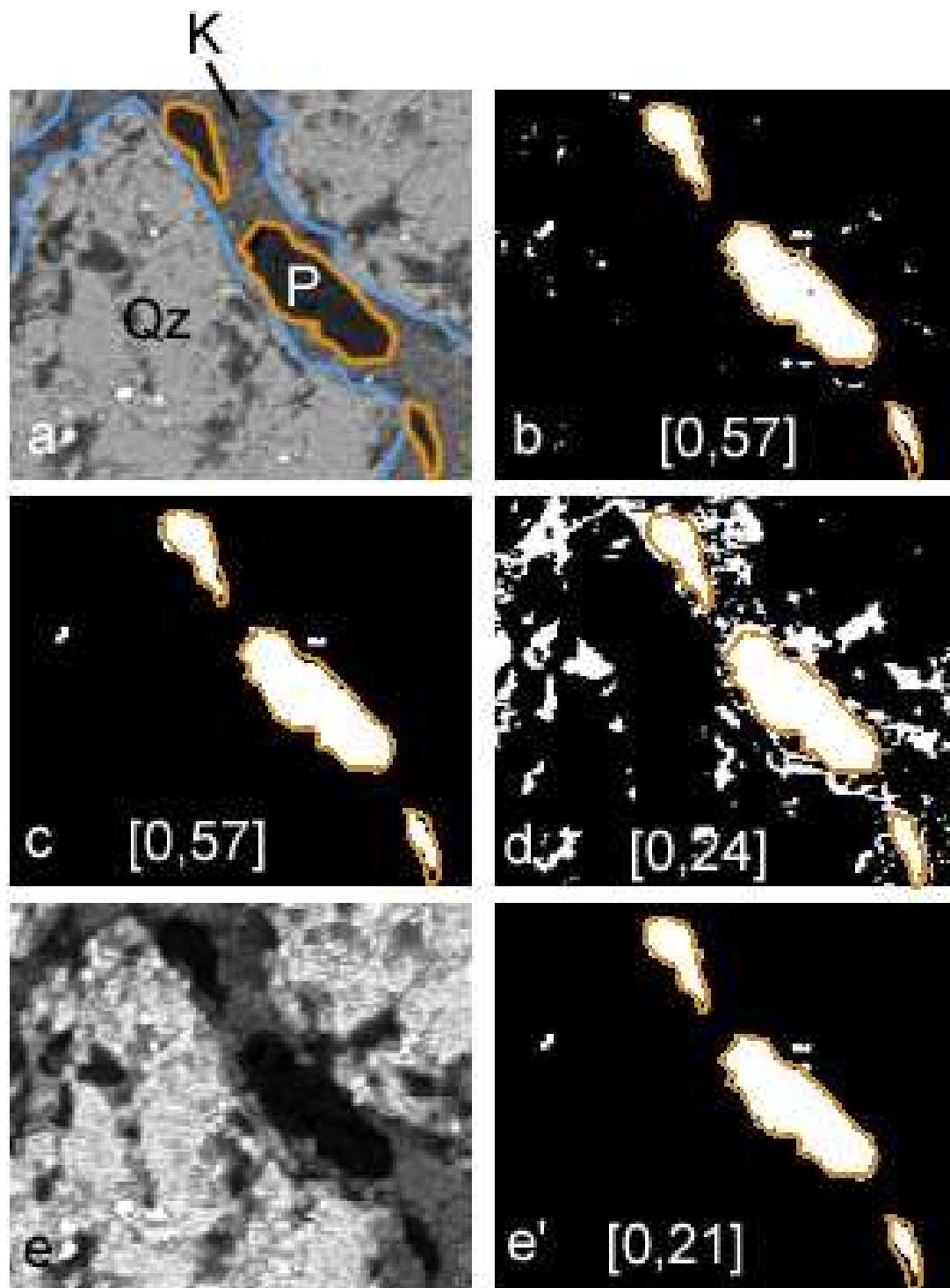


FIG. 6.17 – Exemple de seuillage de la macroporosité suivant les traitements appliqués

- a-image originale avec Qz-quartz, K-kaolinite et P-pore
  - b-seuillage par borne de l'image originale
  - c-seuillage par borne de l'image originale avec filtre Auto-médian
  - d-seuillage par borne de l'image originale avec filtre Equalize
  - e-image originale après filtre Equalize + Auto-médian
  - e'-seuillage par borne de e
- les chiffres entre crochets indiquent les valeurs des bornes du seuillage

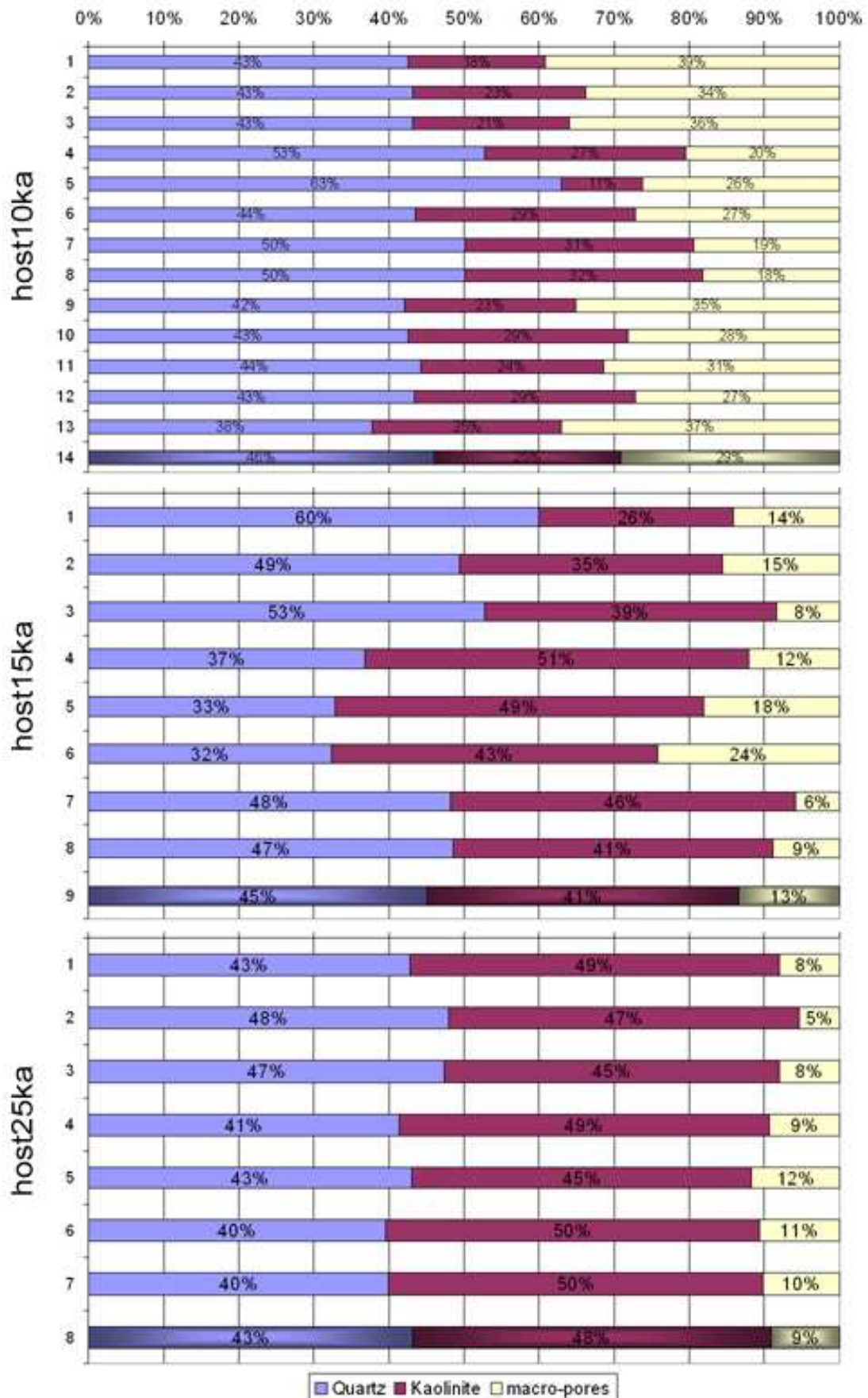


FIG. 6.18 – Quantification de chaque phase sur lame mince de référence pour 10, 15 et 25% massique d'argile

en abscisse, le pourcentage cumulé rapporté à 100% de chaque phase  
 en ordonnée, le numéro de chaque image analysée

la dernière valeur pour chaque pourcentage d'argile est la valeur moyenne de l'ensemble des images quantifiées

100). Sans donner de valeurs précises du rapport volumique quartz / argile, ce dernier aura la même tendance. L'augmentation de la teneur massique en argile est compensée par le rapport phase argileuse / macropores (multiplié par 6). Ces derniers tendent à disparaître avec l'augmentation du pourcentage d'argile au profit de la kaolinite. En considérant la phase argileuse comme une phase microporeuse, le pourcentage, cette fois-ci de l'argile par rapport aux macropores est de 46, 76 et 84% (ramené sur une base 100). A titre d'exemple, en prenant comme valeur de porosité 45% pour la matrice argileuse, cela suppose une microporosité de 21, 34 et 38% (calculé à partir du rapport argile / macropores). Il y a donc une fermeture de la porosité manifeste. La réorientation des plaquettes de kaolinite sera d'autant plus difficile. En effet, les pressions permettant notamment la fabrication des ponts argileux ne pourront s'exercer sur de grandes distances. Le coeur de la matrice argileuse (à 25% massique) sera donc désordonné contribuant ainsi à une augmentation de la porosité au sein de cette matrice.

La deuxième approche quantitative a pour objectif l'analyse de la distribution des micro-fissurations dans les échantillons. Ces micro-fissurations sont le résultat des compressions exercées pendant les essais mécaniques. Cette analyse porte donc sur les lames réalisées dans les échantillons cisailés à la presse triaxiale. Elle montre qu'il n'existe pas de chemin préférentiel quant à sa propagation. Les comptes-rendus des essais triaxiaux décrivent un aspect pulvérulent des échantillons avec rarement une localisation de bande de cisaillement. La figure 6.19 illustre de façon qualitative les différents types de micro-fissurations visibles. Il est évident que sur l'ensemble d'un échantillon les chemins empruntés par ces fissures sont isotropes. Comme exemple, nous choisirons host15ka cisailé à 250kPa, celui étant représentatif de l'ensemble des mesures effectuées. Ces données sont acquises par mesure du rectangle inscrit dans la fissure. L'angle est calculé entre la plus grande dimension de ce rectangle et l'horizontal de l'image. Cette angle est compris entre 0 et 180°. L'exemple choisi est constitué de 9 images extraites de la lame mince et se répartissant de haut en bas de l'échantillon. Chaque image fait 2500 $\mu$ m de haut. La micro-fissuration est seuillée par borne. Les objet les plus petits (en rapport aire de l'objet sur aire de l'image) sont supprimés ainsi que les plus gros (souvent représentatif de la macro-porosité et non pas de la micro-fissuration). Le graphique de la figure 6.20 représente par classe de 20°, le pourcentage de particules appartenant à cette classe et ce pour chaque image de host15ka. Il montre qu'il n'existe effectivement pas d'orientation particulière au sein de l'échantillon et ce pour chaque image. La localisation en bande de cisaillement par exemple aurait du faire apparaître sur le graphique un maximum d'orientation pour une classe donnée. Une constante à l'ensemble des échantillons est peut-être à souligner si nous nous intéressons seulement aux deux classes comprises entre 0 et 20° et entre 160 et 180°. Elles regroupent à elles-deux environ 25% des orientations de micro-fissurations. Néanmoins, ces orientations sont dans le sens de la contrainte de cisaillement, le protocole des essais triaxiaux favorisant ce type de rupture (figure 6.19 a-b).

Enfin, de manière triviale, il faut noter que la propagation de la micro-fissuration est en fait gouvernée par les zones de faiblesse de l'échantillon :

- les macropores quant ceux-ci sont prédominants ;
- les inclusions dans la matrice argileuse soit de petits grains de quartz soit de petits pores.

Au vu de la distribution aléatoire de ces éléments, il devient évident que la rupture de l'échantillon ne peut se faire de façon localisée. Il est possible d'obtenir des bandes de cisaillement (revoir Fontaine 2004), mais celles-ci affecteront de toute façon une grande partie du matériau. Le système d'anti-fretage associé à une pression de confinement maximum de 500kPa pour les essais triaxiaux n'a permis d'obtenir un comportement de ce type vu l'hétérogénéité du milieu modèle.

### 6.4.2 Analyse 3D

La possibilité de pouvoir accéder à une visualisation 3D des échantillons permet de mieux comprendre la structure du squelette solide, notamment des enrobages argileux et de la porosité.

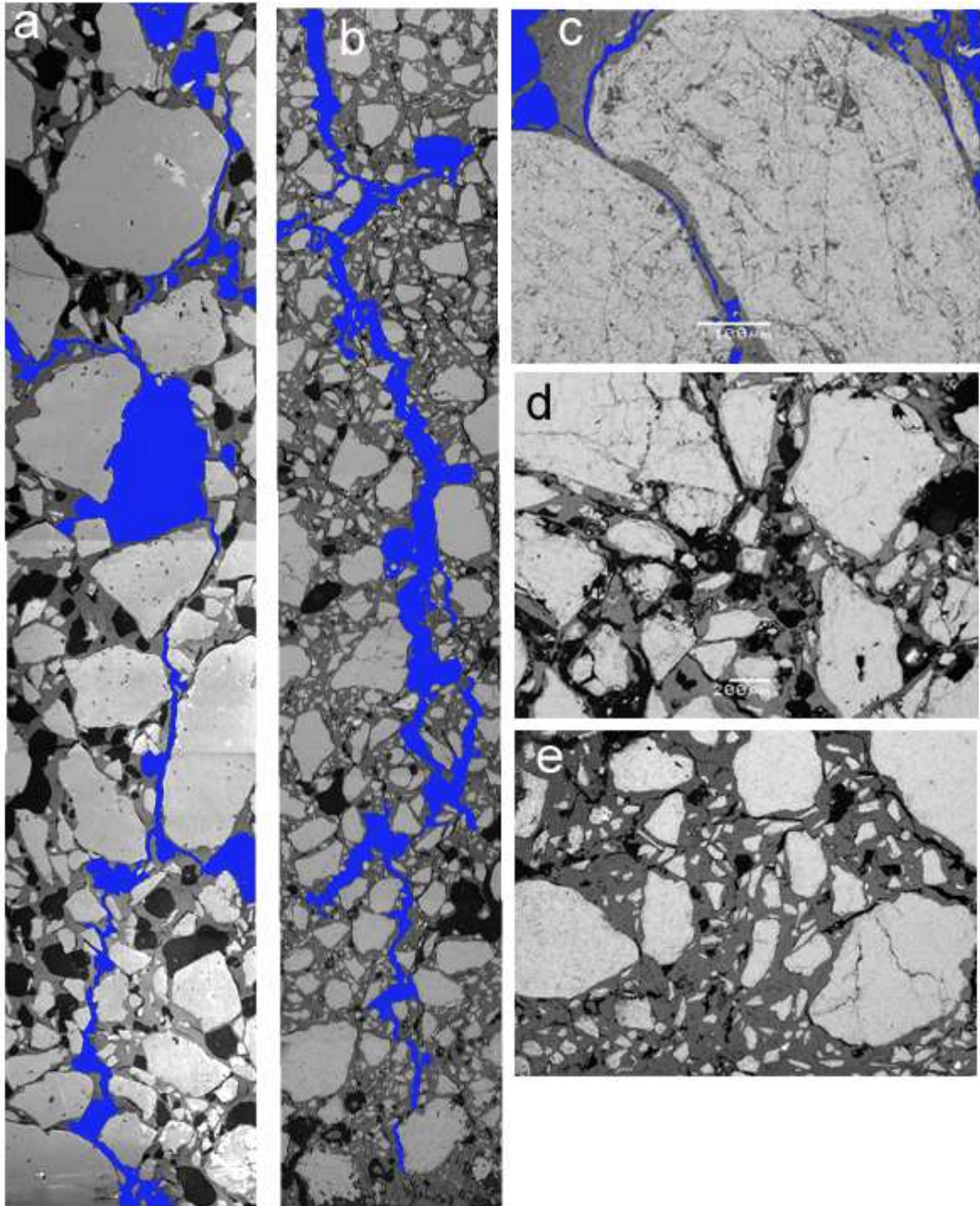


FIG. 6.19 – Exemple de micro-fissurations observées  
 a-photomontage sur host10ka cisillée à une pression de confinement de 250kPa  
 b-photomontage sur host15ka cisillée à une pression de confinement de 0kPa  
 pour ces deux photomontages, la lame mince est dans le sens de la contrainte  
 c-image sur host15ka cisillée à une pression de confinement de 125kPa - détail d'une propagation entre deux quartz  
 d-image sur host25ka cisillée à une pression de confinement de 250kPa  
 e-image sur host25ka cisillée à une pression de confinement de 500kPa  
 les fissurations sont soulignées en bleu



FIG. 6.20 – Données quantitatives pour host15ka cisailé à 250kPa en pourcentage dans chaque rectangle, le nombre d'objets appartenant à cette classe de  $20^\circ$  de  $0$  à  $180^\circ$  sur l'axe des ordonnées le numéro de l'image correspondant ; sur l'axe des abscisses, le pourcentage cumulé

### Choix de la ligne ESRF<sup>3</sup> et préparations

La ligne retenue est la BM05 dont le responsable est Eric Ziegler. Les travaux ont été conduits sous la direction de Joanna Hozowska et de Petra Pernot (rattachée à la ligne ID19). La BM05 est une ligne optique dont la vocation première n'est pas la microtomographie rayon X haute résolution.

Le principe de la mesure microtomographique est d'utiliser un faisceau suffisamment énergétique pour qu'il puisse : traverser l'échantillon sans être trop atténué et enregistrer via une caméra placée derrière l'échantillon la résultante de ce faisceau (figure 6.21). Les différentes tâches / traits visibles sont des artefacts auxquels il conviendra de revenir plus tard. L'échantillon est alors observé sur  $360^\circ$  par pas successifs. Le faisceau initial est un faisceau rayon X et l'image obtenue après reconstruction est une image de type MEB-RD.

Le faisceau a été adapté à cette utilisation avec une énergie de  $17keV$ , pour un champ d'observation de  $2,87mm$ , et pour un temps de pause d'une seconde. La résolution ainsi obtenue est de  $1,4 \mu m$  par pixel.

Les échantillons ont donc un diamètre inférieur à la taille du champ pour une hauteur d'environ 3 mm. Cela exclut d'avoir des échantillons forcément représentatifs ( $\phi_{max\ sable} = 3mm$ ), mais les mesures ne sont ici que qualitatives. Trois dosages en argile (10, 15 et 25% massique) ont été testés et ce pour des milieux modèles non déformés. Chaque échantillon est simplement préparé par prélèvement sur bloc puis installé dans le dispositif expérimental.

Des différentes images obtenues, telle que la figure 6.21, les volumes sont reconstruits afin de pouvoir visualiser l'échantillon dans le plan (x,y). Chaque volume est en fait re-décomposé en sous-volume permettant un traitement numérique moins lourd. Ceux-ci sont qualifiés par leur dimension x, y et z en pixel. La dimension z représente le nombre de "Slice" ou tranche du sous-volume. En moyenne, ces

<sup>3</sup>European Synchrotron Radiation Facility



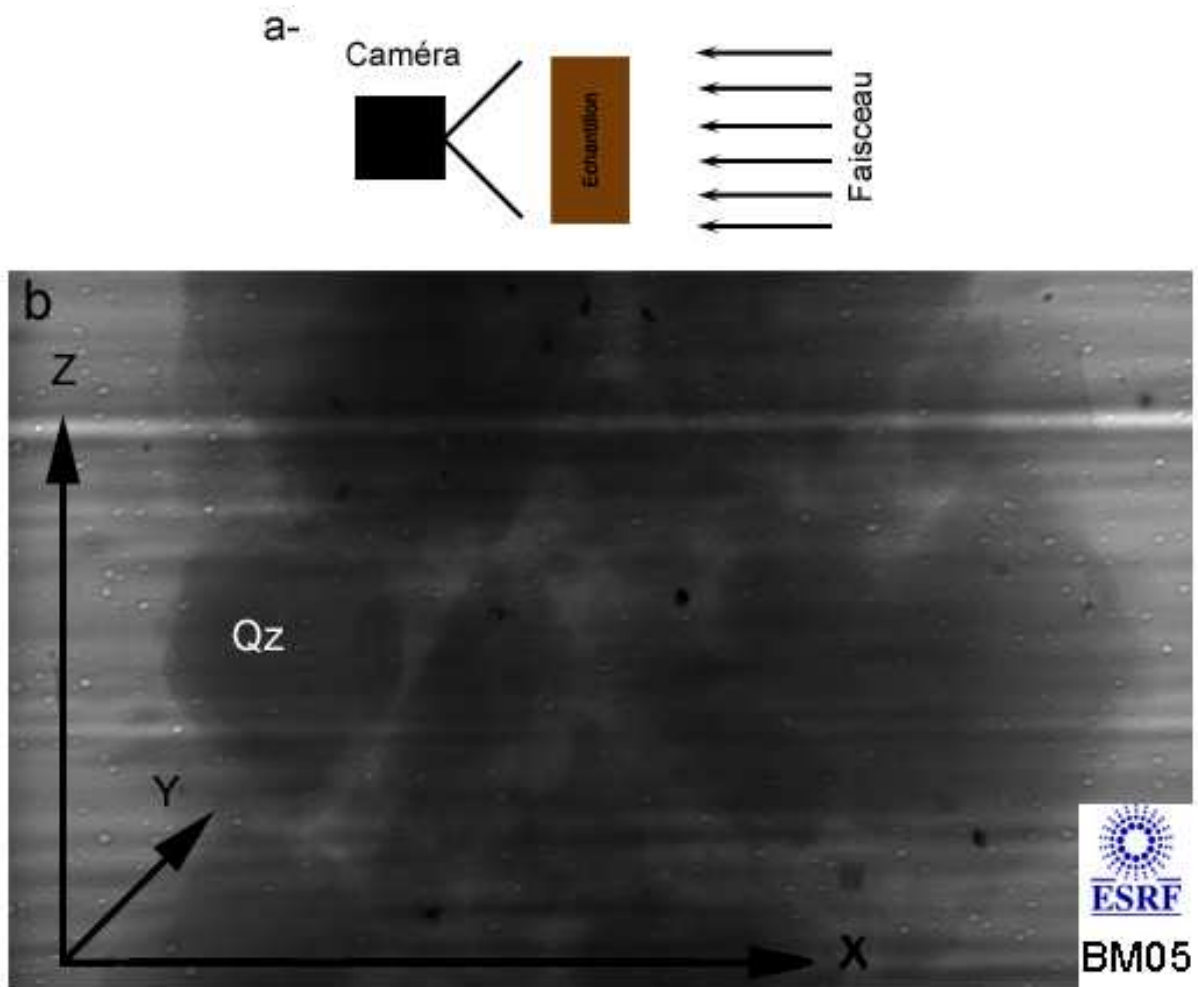


FIG. 6.21 – Exemple d'image enregistrée par la caméra sur la ligne BM05  
a-rappel du dispositif  
b-image enregistrée Qz-Quartz

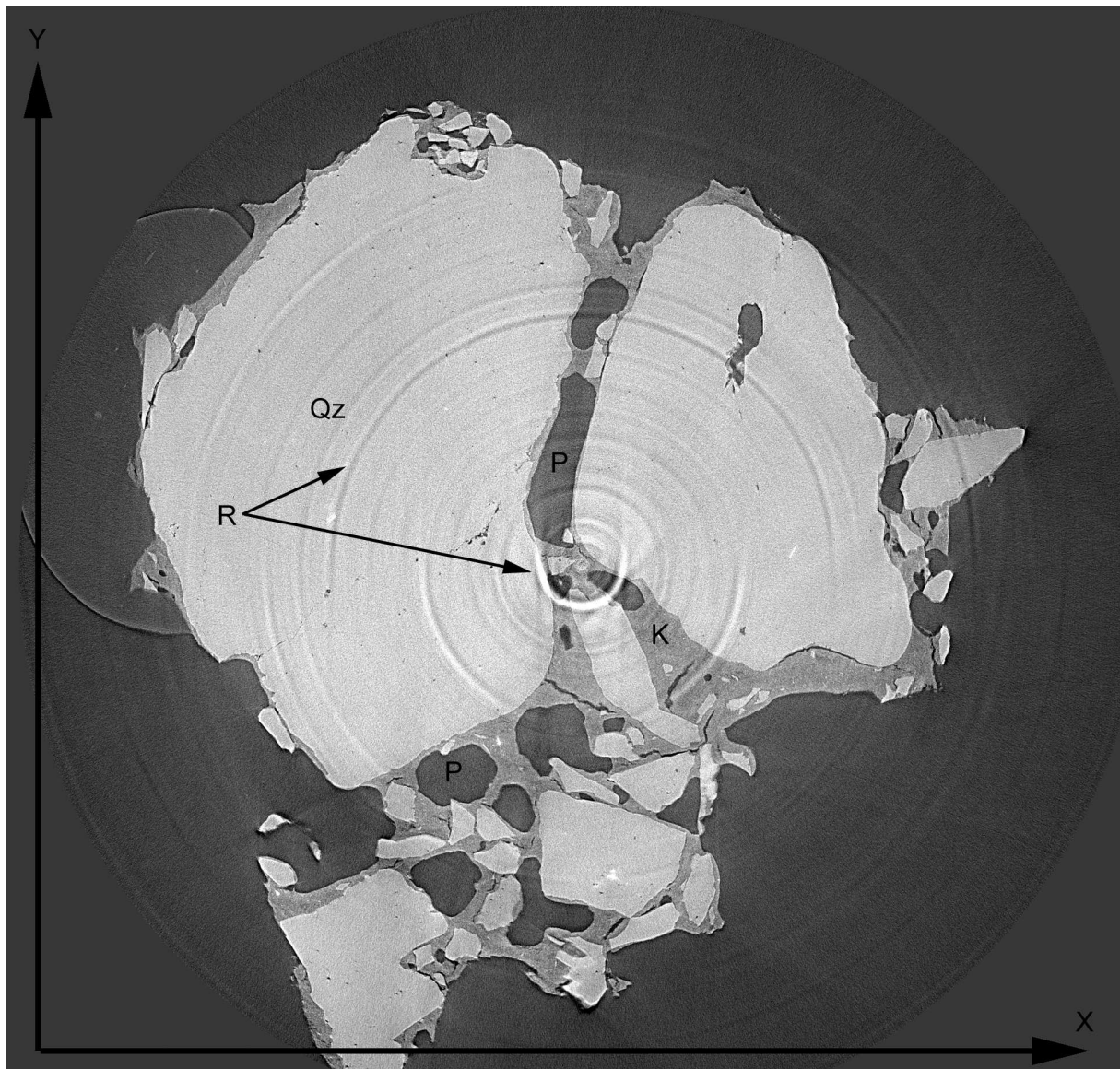


FIG. 6.22 – Exemple d’une tranche repris à partir de l’image reconstruite de la figure 6.21 (©ESRF-BM05)  
Qz-quartz P-pore K-kaolinite R-Anneau

sous-volumes font 1850  $px$  en  $x$  pour 1800  $px$  en  $y$ , le nombre de tranches pour un volume complet est de 1242 ; ce qui représente environ 4,5Go de données reconstruites par échantillon. Sur la figure 6.22 , chaque phase cristallographique est aussi facilement identifiable qu’en MEB-RD mais il apparaît, en plus, des artefacts (désignés par R). Ceux-ci proviennent de pollutions diverses disposées entre le faisceau initial et la caméra (les points de la figure 6.21). Ces traces sont fixes par rapport à l’échantillon et lors de la reconstruction, chaque point devient un cercle. Cela n’a pas une incidence majeure pour une visualisation des plans  $(x,y)$ . En revanche, à partir du moment où des traitements d’images doivent être appliqués, les problèmes évoqués au paragraphe 6.4.1 resurgissent.

La volonté de vouloir montrer une éventuelle connectivité de la porosité, ainsi que sa répartition dans l’espace, a donc complètement guidé le choix de ces traitements en essayant de faire disparaître au maximum ces anneaux.

En annexe F page 175, l’ensemble des sous-volumes est représenté par photomontages.

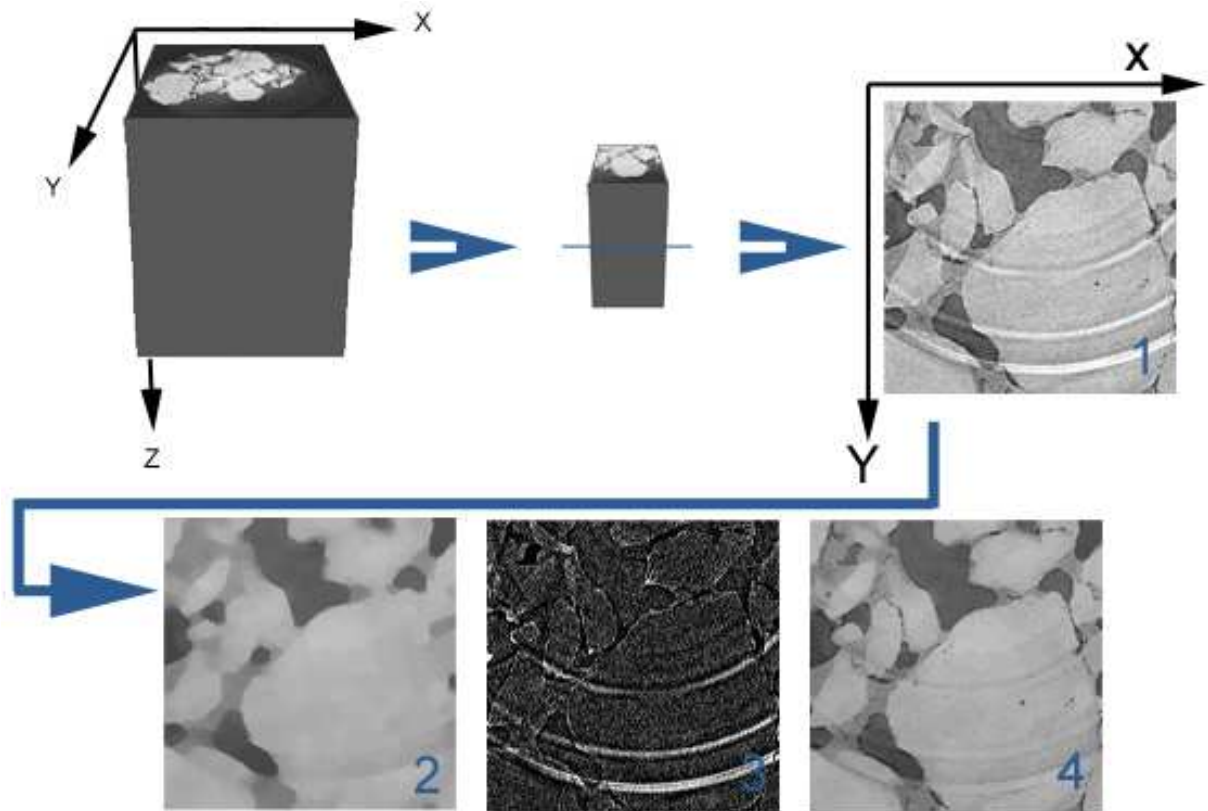


FIG. 6.23 – Exemple de traitement sur sous-volume  
1- image originale; 2- 1 après ouverture et fermeture; 3- (1 - 2); 4- (1 - 3)

### Inter-connectivité de la porosité

De façon identique aux traitements d'image 2D appliqués sur les lames minces, chaque sous-volume subit tout d'abord une transformation morphologique sur les 256 NdG. Ils sont ensuite binarisés par un seuillage par borne afin de mettre en évidence la phase désirée.

Il n'y a, à priori, pas de difficultés supplémentaires à l'analyse 2D sauf que :

- chaque tranche n'a pas forcément le même histogramme de niveaux de gris. De fait, le seuillage par borne établi sur une tranche n'est pas toujours représentatif de l'ensemble du sous-volume;
- les images sont relativement bruitées;
- la taille des données à traiter (4,5Go / ech) oblige l'utilisation de moyens informatiques très puissants (non disponible à ce jour). Les sous-volumes sont recoupés dans le plan (x,z) et (y,z) -désormais désignés par "recadrage x\*y\*z" en pixels. Ils permettent ainsi au logiciel de pouvoir traiter ces données<sup>4</sup>.

L'ensemble des traitements a été réalisé à partir du logiciel ImageJ (logiciel de domaine public) développé au National Institut of Health sur le modèle de NIH Image (Macintosh) et Scion Corporation<sup>5</sup>. L'avantage de ce logiciel, en plus d'être multi-plateforme, est d'être entièrement paramétrable et programmable, et, de par sa licence, riche des travaux déjà réalisés.

La plupart de ces traitements (figure 6.23) se font par ouverture et fermeture successive (figure 6.23-2). L'image résultante est soustraite à l'image originale créant ainsi un filtre (figure 6.23-3). Ce dernier est apposé à l'image originale, de nouveau, par soustraction. Ces opérations mathématiques sont réalisées pour chaque tranche.

<sup>4</sup>mémoire de type RAM allouée = 1Go

<sup>5</sup><http://rsd.info.nih.gov/ij/>



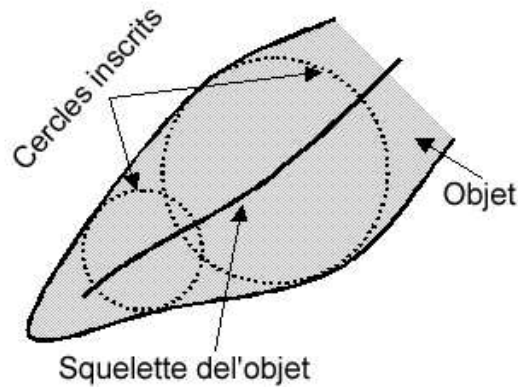


FIG. 6.24 – Définition de la squeletisation d’après Coster et al. (1989)

Afin de mettre en évidence l’inter-connectivité du milieu poral par la reconstruction de volume 3D, il a été choisi de :

- seuiller par borne la macro-porosit ;
- de squeletiser l’image obtenue.

Le squelette peut  tre d fini selon les crit res de Coster et Chermant (1989). Ils le consid rent comme “l’ensemble des centres des boules maximales contenues dans” l’objet squeletis  (figure 6.24). Ainsi, le rendu devient plus lisible et chaque volume “macro-poral” sera transform  en surface continue. A partir de l’image de la figure 6.23-4, il appara t clairement sur la figure 6.25 que ces images sont bruit es et que le seuillage par borne n’est pas suffisant pour obtenir une information propre (figure 6.25-b), d’o  la n cessit  d’une fermeture et d’une ouverture (figure 6.25-c). A partir de cette derni re image, la squeletisation est possible et la figure 6.25-d montre la transformation apport e. Les planches suivantes (figure 6.26 et 6.27) d taillent ces r sultats apr s reconstruction 3D. Elles montrent que la macroporosit  est effectivement connect  sur cet exemple. Cependant, il appara t que sur 25% massique de kaolinite, il peut exister des macropores emprisonn s dans l’argile (figure 6.28). Ceux-ci vont donc grandement influencer les chemins de contraintes mais aussi les mesures effectu es par porosim trie mercure (d taill es au paragraphe 8.1 page 117).

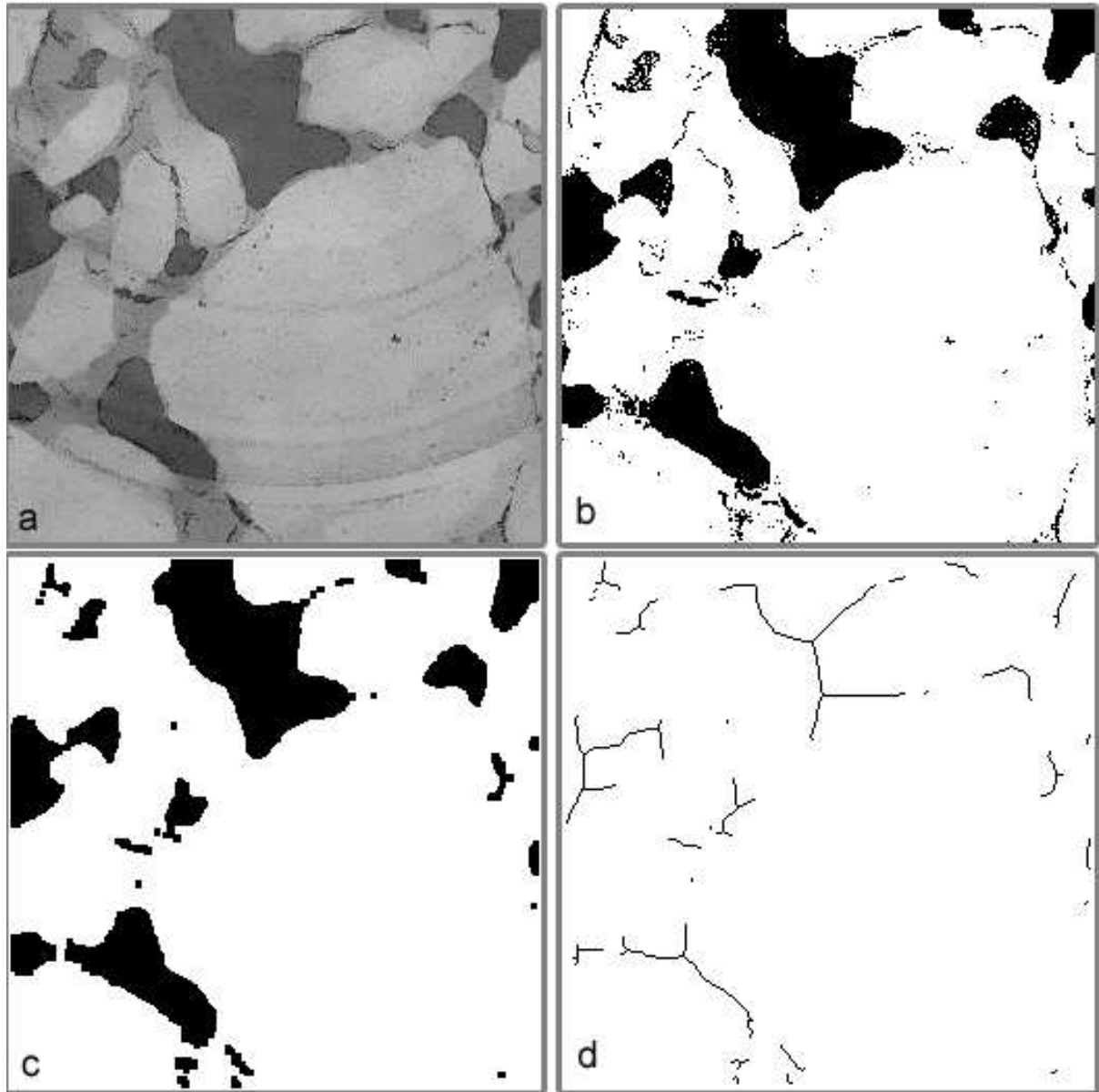


FIG. 6.25 – Exemple de squeletisation

a- image originale extraite de la figure 6.23 b-seuillage par borne c-après traitement (une fermeture et une ouverture)  
c-squelette de l'image c

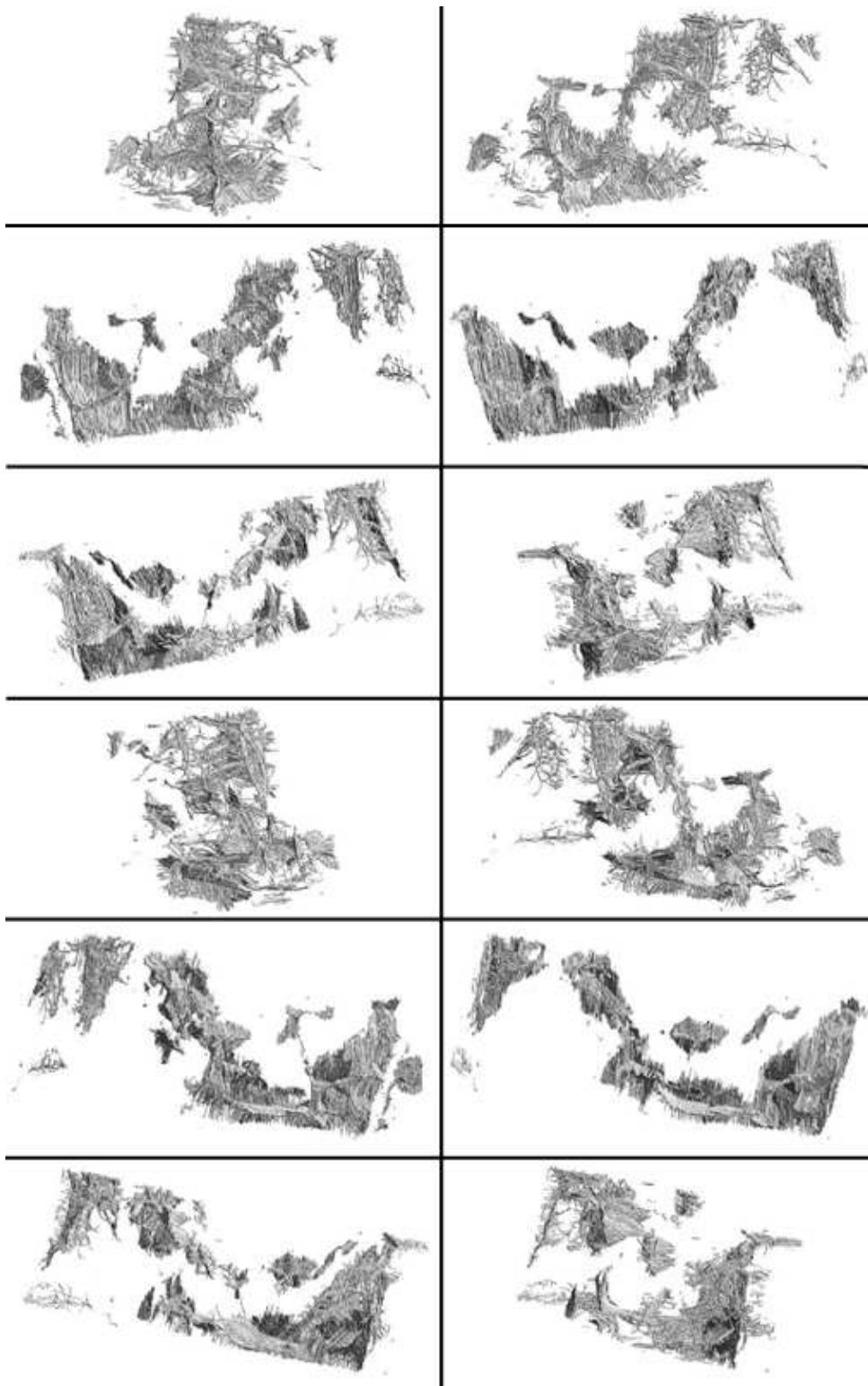


FIG. 6.26 – Interconnectivité de la macro-porosit  sur l' chantillon   15% de kaolinite  l ment de volume r alis    partir des deux derniers sous-volumes - dimension de recadrage 228\*214\*605 - soit une  paisseur de 847 m  
visualisation sur 360  par pas de 30 

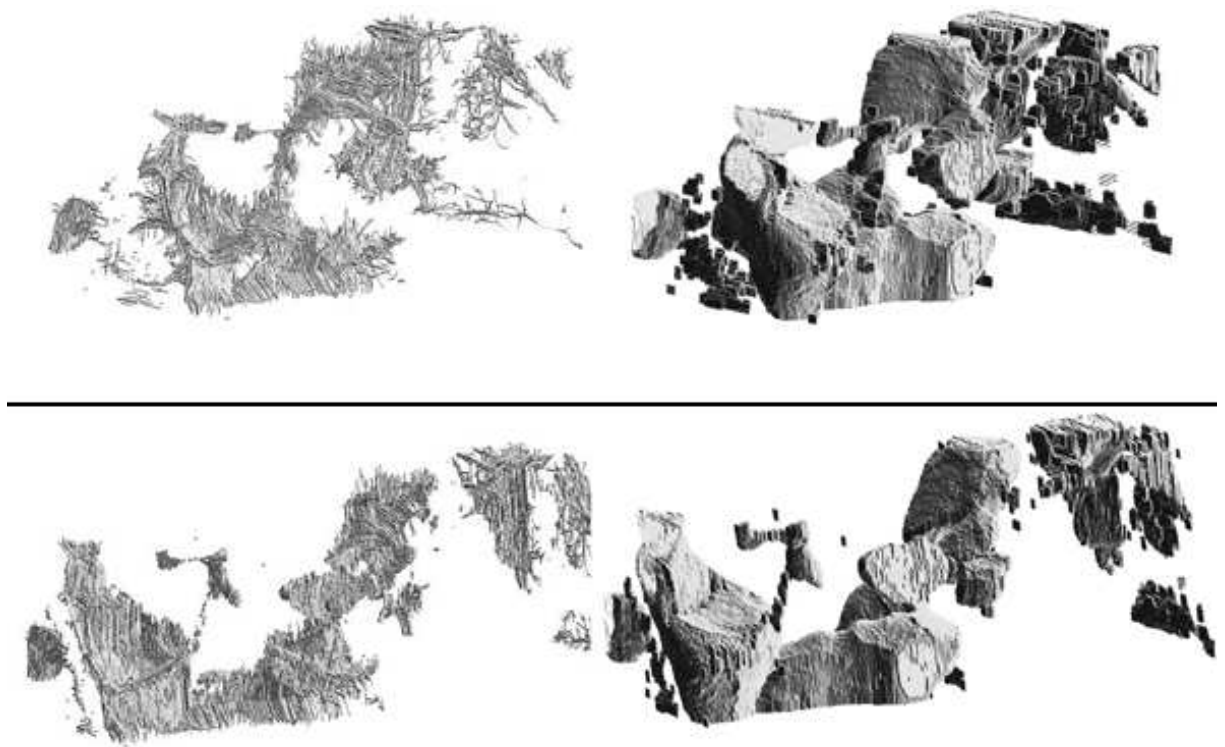


FIG. 6.27 – Détail de la figure 6.26 - comparaison entre les squelettes et la macro-porosit  totale

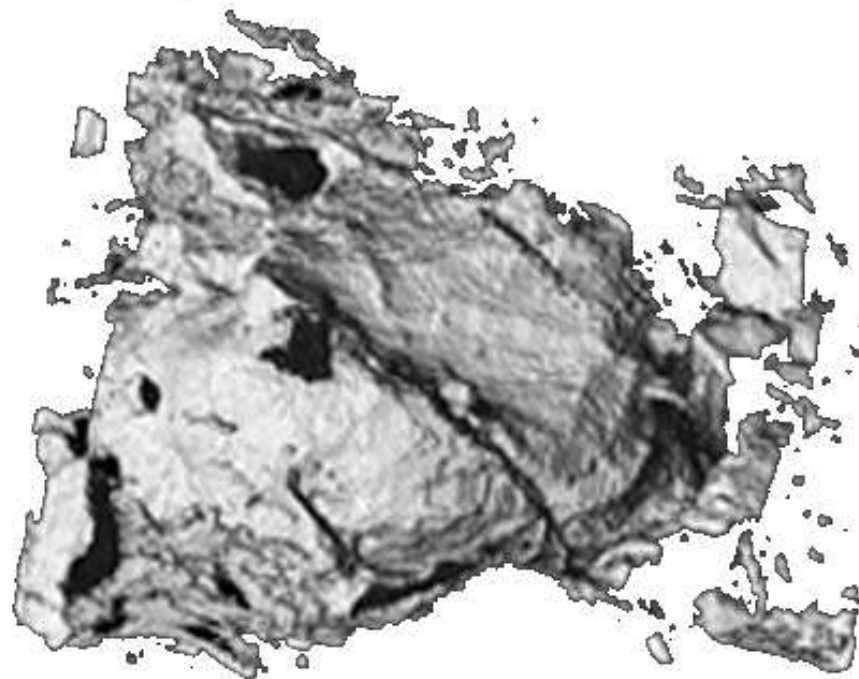
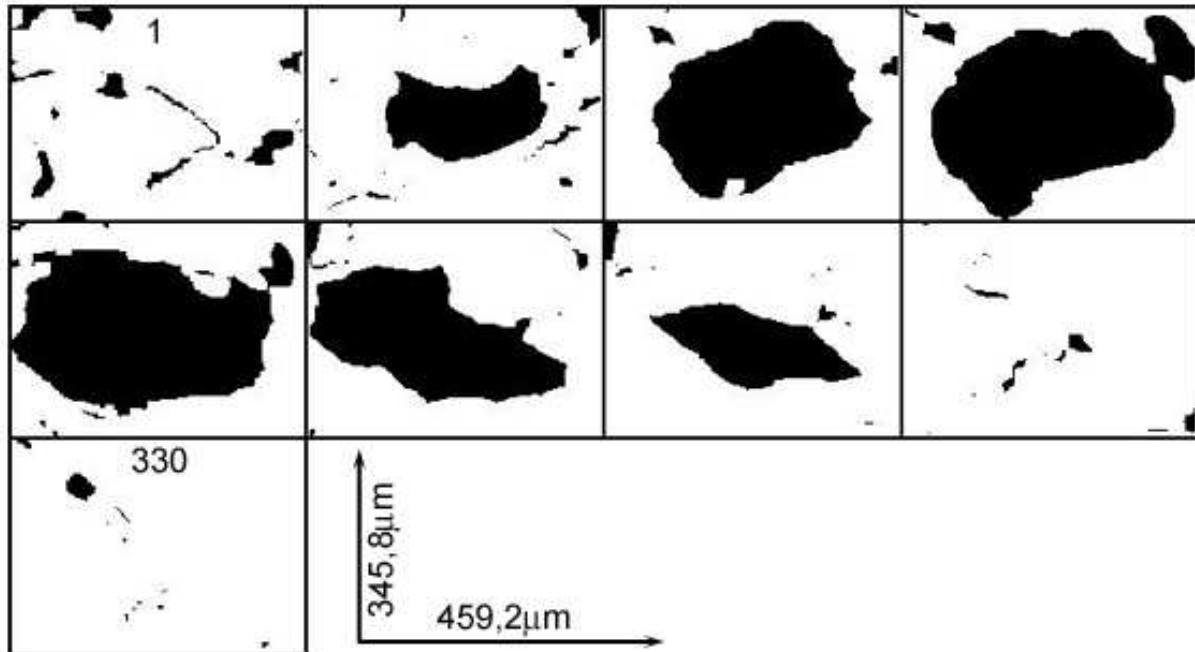


FIG. 6.28 – Exemple de macropore emprisonné sur host25ka  
figure du haut - montage du slice 1 au 330 par pas de 40 slices - recadrage 328\*247\*330 soit 462  $\mu m$  de développement  
selon l'axe des z  
figure du bas - reconstruction 3D du même macropore

## Conclusion - Partie 2

Au vu de la première partie, il a fallu définir un milieu modèle pouvant satisfaire au maximum la définition du sujet de thèse : le matériau terre dans ses conditions naturelles de conservation. Le choix s'est donc porté sur un mélange argilo-sableux maîtrisé et représentatif des teneurs en argile des sites archéologiques étudiés. Ce milieu modèle a été ainsi mis en forme afin de pouvoir étudier ses propriétés de cohésion, premièrement par des essais mécaniques et deuxièmement par du traitement d'images.

Les essais mécaniques ont rapidement montré qu'il existait un seuil (pour 15% massique de kaolinite) où l'ensemble des données collectées étaient optimum : une meilleure cohésion et un angle de frottement associé minimum, un endommagement plus faible, une déformation plastique plus marquée... Ces résultats se rapportent pourtant à des observations macroscopiques de l'échantillon. La cohésion (au sens de Mohr-Coulomb) ainsi mesurée ne représente pas l'ensemble des phénomènes intrinsèques aux échantillons. Même si les études plus fines des rhéogrammes initiaux ou l'association des essais mécaniques avec des capteurs (jauge de déformation, récepteurs acoustiques) permettent d'appréhender plus finement ce qui se passe au coeur de l'échantillon, il est difficile de quantifier ces forces microscopiques de cohésion.

Le traitement d'image sur échantillons de référence ou sur échantillons déformés a, quant à lui, permis de comprendre plus finement comment étaient organisés ces milieux modèles. Il est apparu notamment que les grains de sable étaient continuellement enrobés par la matrice kaolinitique. Cette dernière est aussi remarquable par sa ré-organisation, aussi bien au sein de la matrice que dans la "construction" des ponts argileux. Quantitativement, les pourcentages massiques initiaux sont loin de représenter les volumes occupés par l'argile. Les propagations de micro-fissurations sont aussi clairement évidentes et leur chemin parcouru est à la fois désordonné (pas de direction privilégiée) tout en choisissant pourtant une propagation à travers le réseau poral quand il est suffisant ou à travers la matrice argileuse en "recherchant" les zones locales de fragilité, notamment les inclusions de petits quartz.

Enfin, les visualisations en 3D ont montré qu'il existait une inter-connectivité de la macroporosité au moins à petite échelle. Cela semble moins évident sur host25ka même s'il existe des "tubes" de pores, ceux-ci sont souvent fermés par la matrice argileuse créant ainsi des zones de faiblesse d'autant plus grande. En effet, le milieu va tendre vers des inhomogénéités locales plus marquées, le fragilisant d'autant.



## Troisième partie

# Interprétation et expression de la cohésion





*Les deux aspects macroscopique et microscopique de l'identification de la cohésion ne montrent pas réellement de liens entre eux. De manière triviale il est forcément impossible par exemple, de dissocier les résistances à la compression de l'assemblage du squelette solide. Il est aussi difficile de réaliser un lien entre ces deux données. Le but de cette dernière partie est de montrer soit, par un retour sur les travaux précédents soit, par la réalisation d'essais de couplage soit, par le calcul théorique de la cohésion qu'il existe une dynamique d'ensemble qui gouverne nos milieux modèles et que cette dynamique peut-être rapportée à la cohésion.*



# Chapitre 7

## Retour sur les rhéogrammes

Au chapitre 5 page 55, il a été décrit les rhéogrammes initiaux des essais triaxiaux. Ce chapitre exploite de nouveau ceux-ci en mettant en avant le paramètre de cohésion.

### 7.1 Cohésion et Frottement en Iso-déformation

L'iso-déformation se calcule à partir d'un rhéogramme  $q=f(\varepsilon_l)$ . Pour une déformation axiale donnée, les valeurs de la contrainte déviatorique sont reportées et  $C$  et  $\varphi$  sont recalculés. La figure 7.1 illustre ce principe et montre qu'à partir de la rupture et au-delà, la contrainte déviatorique retenue est  $q_{max}$ . Sur nos échantillons, ces calculs ont été effectués pour une déformation axiale comprise entre 0,5% et 4%, par incrément de 0,5%. Une dernière mesure intervient sur la déformation totale (au delà de toutes les ruptures) correspondant aux critères de rupture de Mohr-Coulomb (cf. figure 7.2). Ces variations de la cohésion et de l'angle de frottement montrent que :

- l'angle de frottement, au cours de la déformation, augmente progressivement pour atteindre un palier avec une variation minimum pour host15ka ( $\Delta\varphi = 21^\circ, 14^\circ$  et  $22^\circ$  respectivement pour host10ka, host15ka et host25ka) ;
- la cohésion est rapidement mobilisée ( $\varepsilon_l \leq 1,5\%$ ) et passe par une valeur maximum (194, 217 et 135 kPa) avec une variation  $\Delta C_{ini} = C_{0,5} - C_{max}$  maximum pour host15ka (160 kPa) et une variation  $\Delta C_{fin} = C_{max} - C_{tot}$  minimum pour host25ka (26 kPa).

Cette analyse est complétée par une représentation des droites de Mohr-Coulomb pour chaque déformation (figure 7.3). Cette dernière fait apparaître plus nettement la mobilisation tardive de l'angle de frottement pour 15% massique de kaolinite (redressement de la pente de la droite "retardée").

Cela conforte l'idée d'une meilleure compensation des contraintes pour host15ka. Le frottement intervenant plus tardivement, la cohésion prime dans un premier temps. La propagation des micro-fissurations est donc elle aussi retardée.

### 7.2 Surface de fissuration et surface de rupture

Le modèle microstructural développé par (Hoxha et Homand 2000; Hoxha et Homand 2002) postule l'existence dans l'espace des contraintes principales de deux surfaces : la surface initiale de fissuration et celle de rupture. La surface de fissuration délimite le domaine élastique et évolue à chaque fois que l'état de contrainte la dépasse (analogue à la surface de charge en plasticité). La surface de rupture est la position finale de la surface de fissuration.

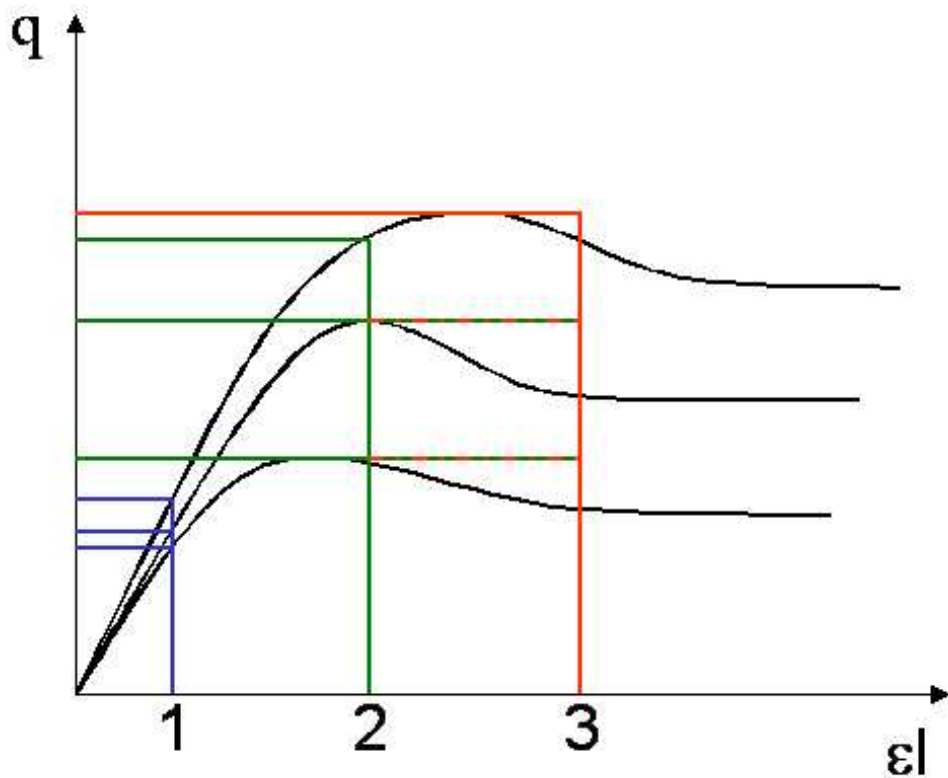


FIG. 7.1 – Schéma du principe de calcul de l'iso-déformation à partir d'un rhéogramme  $q=f(\epsilon_l)$

	surface de fissuration		surface de rupture		Kfc
	A1	B1	A2	B2	
host10ka	2,55	420	1,54	425	1,63
host15ka	2,51	514	1,53	510	1,65
host25ka	2,87	555	2,08	450	1,70

TAB. 7.1 – Paramètres A1, B1, A2 et B2 des droites de fissuration et de rupture  
les calculs ne tiennent pas compte des valeurs obtenues pour une pression de confinement = 0kPa

Le diagramme  $(\sigma_3, \sigma_1)$  permet de déterminer la surface de fissuration et la surface de la rupture, caractérisées par les droites respectivement :

$$\sigma_1 = A1\sigma_3 + B1 \text{ et } \sigma_1 = A2\sigma_3 + B2$$

la surface de fissuration initiale évoluant vers la surface de rupture (figure 7.4).

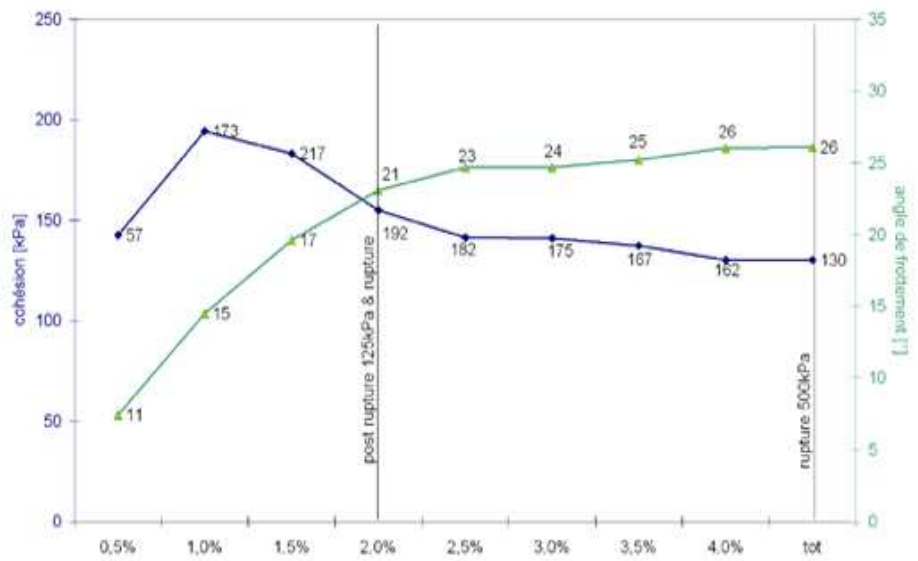
Les paramètres A1, B1, A2 et B2 sont résumés dans le tableau 7.1.

Le paramètre Kfc ajouté dans le tableau résulte de la formule :

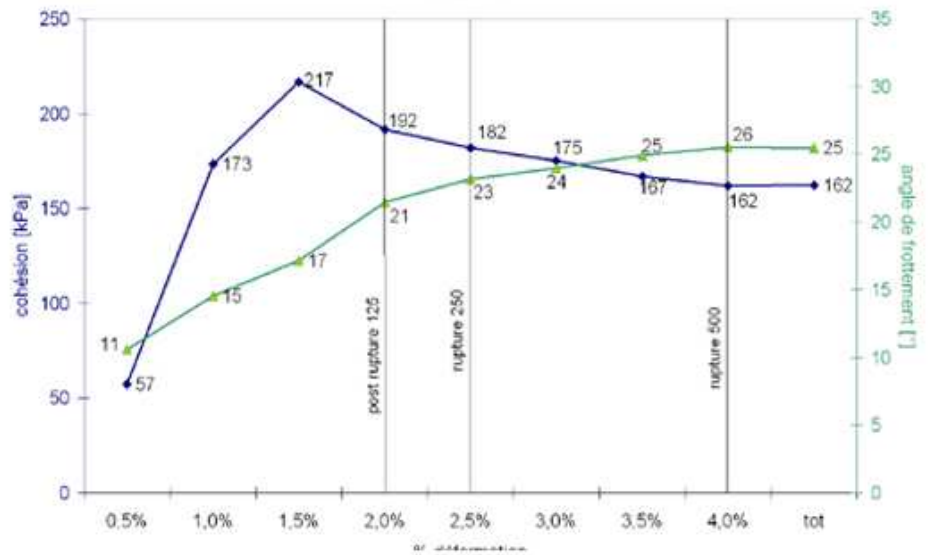
$$\frac{A2}{A1} = Kfc * \frac{B2}{B1}$$

Ce paramètre Kfc est donc un facteur caractérisant le taux d'association des résistances. Il montre le changement de la résistance de frottement pour un changement de résistance de cohésion. Plus ce paramètre est élevé, plus le changement de la résistance de frottement entraîne le changement de la résistance de cohésion.

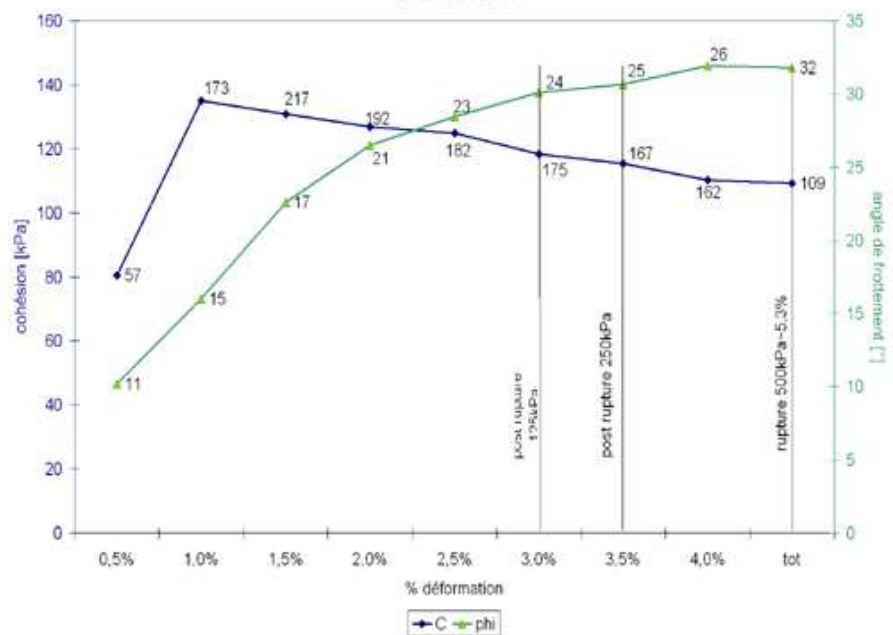
host10ka



host15ka



host25ka



Déformation axiale  $\epsilon_1$  [%]

FIG. 7.2 – Représentation des variations de  $C$  et  $\varphi$  au cours de la déformation en bleu, cohésion - en vert, angle de frottement

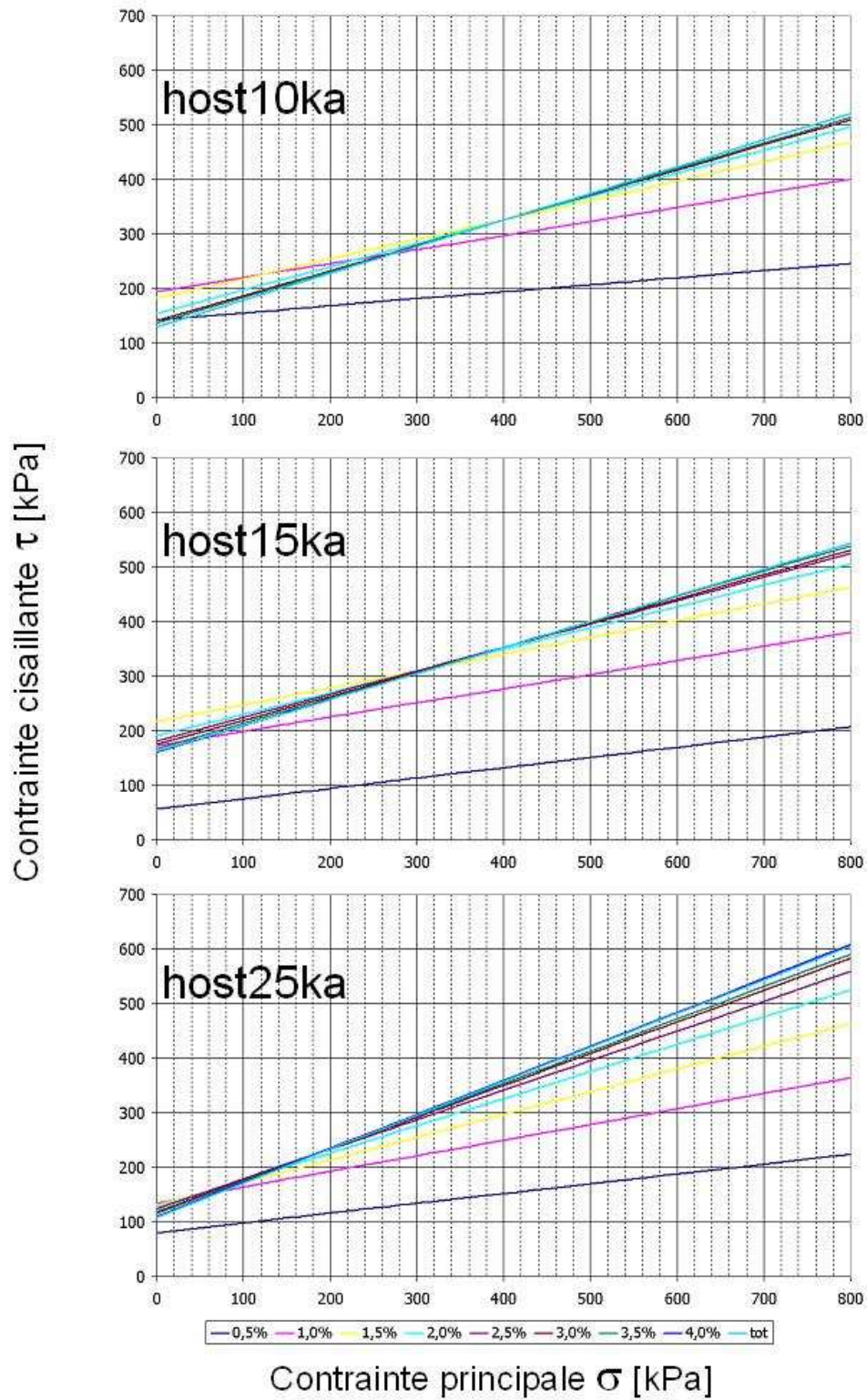
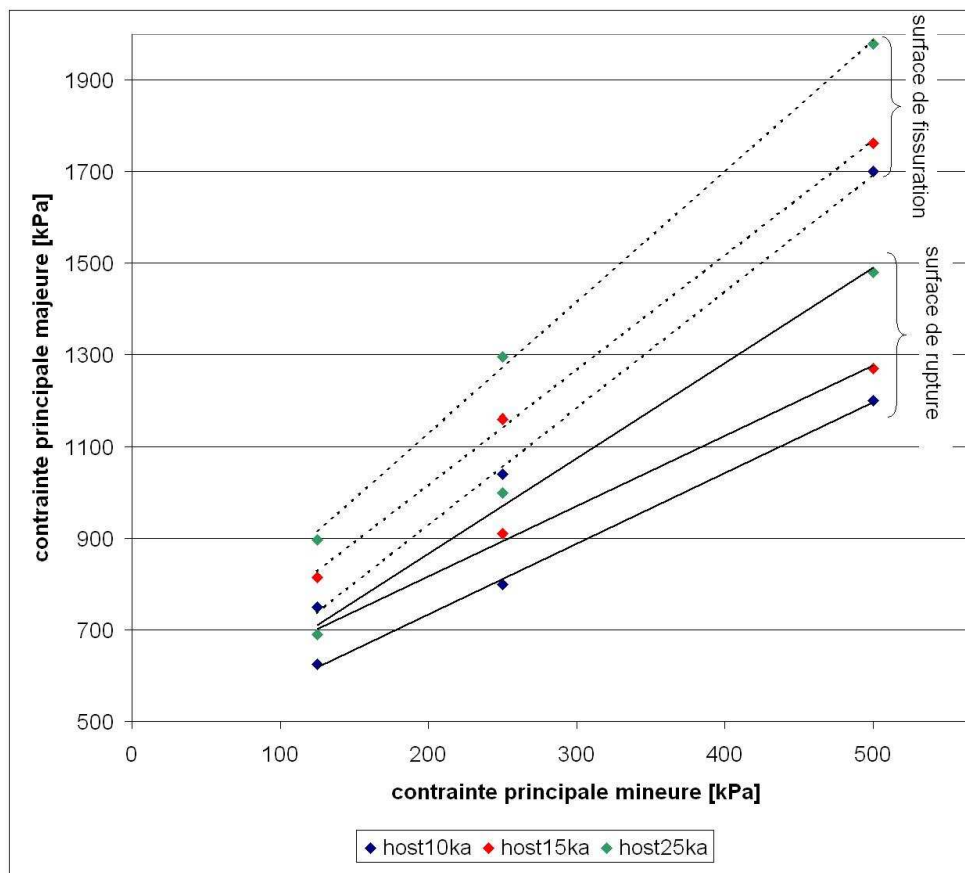


FIG. 7.3 – Droite de Mohr-Coulomb pour chaque déformation  
(la légende indique le pourcentage de déformation axiale utilisé pour le recalcul de  $C$  et  $\varphi$ )

FIG. 7.4 – Droite de fissuration et de rupture dans un diagramme ( $\sigma_3, \sigma_1$ )



Il convient donc, au vu de l'augmentation de  $K_{fc}$  avec l'augmentation de la teneur en argile, de conclure sur l'écart entre cohésion et angle de frottement pour host15ka et host25ka. La description des rhéogrammes initiaux a montré que, malgré une contrainte à la rupture supérieure pour host25ka sur les essais triaxiaux) la cohésion était relativement plus faible, inversement proportionnelle à l'augmentation de l'angle de frottement. Cela se trouve conforté par ce paramètre  $K_{fc}$ .

# Chapitre 8

## Essai de couplage

Les relations, mises en évidence par les essais mécaniques notamment, peuvent être caractérisées par d'autres essais mettant en avant des relations entre comportements macroscopiques et micro-structures

### 8.1 Porosité et compacité

Il a été montré, au cours des chapitres précédents, qu'il existait à travers nos matériaux deux types de porosité : la microporosité associée aux argiles et la macroporosité. De même, au paragraphe 4.3.2, les calculs de porosité totale nous donnent des valeurs 37,7% ; 34,2% ; 31,9% et 36,2%  $\pm 0,5\%$  respectivement pour 5, 10, 15 et 25% massique d'argile. Ce calcul des porosités est donné en pourcentage massique et ne donne pas la répartition des porosités distribuées entre la kaolinite et les macropores. En analysant plus finement la porosité par porosimétrie mercure, sur un porosimètre Autopore III 9410 (Micromeritics)<sup>1</sup>, il apparaît clairement (figure 8.1) qu'un changement de pente s'établit aux alentours de  $0,15\mu m$  et ce, pour toutes les gammes de dosage en argile. De plus, ce changement de pente est de moins en moins manifeste avec la diminution des teneurs en argile. Il existe donc un premier pic de porosité appartenant à la microporosité de la phase argileuse, le reste se distribue pour les macropores. Cependant, la gamme de mesure d'un tel appareil ne permet pas d'atteindre la totalité de la macroporosité. Il apparaît donc que le pourcentage de pores dans le volume solide est inférieur à celui mesuré par un rapport des densités. De même, une quantité plus ou moins importante de microporosité de la matrice argileuse n'est certainement pas perçue par le porosimètre, les pressions maximum étant insuffisantes pour les atteindre. Ces valeurs nous donnent respectivement pour 5, 10, 15 et 25% massique d'argile des porosités de 30 ; 28,8 ; 28,7 et 28% en moyenne, soit une différence avec les mesures sur rapport de densité de 7,7 ; 5,4 ; 3,2 et 8,2%. Il convient de discuter de ces valeurs.

Les données acquises au porosimètre se sont faites par cycle d'intrusion / extrusion / intrusion de mercure, afin de comprendre le piégeage et le phénomène de "goulots". Il a été montré (Prêt 2003; Horsman *et al.* 1996) qu'il était possible de distinguer une porosité dite piégée d'une porosité libre. En effet, si la taille des goulots est inférieure au corps du pore, le mercure est emprisonné dans ce pore lors de l'intrusion et le diamètre vu par le porosimètre est celui du goulot (figure 8.2-a-b). A l'extrusion, ce mercure emprisonné reste dans le pore (figure 8.2-c) et provoque l'hystérésis des courbes, mettant en évidence le pourcentage de piégeage (figure 8.3). Il faut noter cependant que le porosimètre lors des phases d'extrusion ne redescend qu'à la pression d'une atmosphère. Cette pression est bien supérieure à la première pression d'intrusion (0,03 atm) empêchant ainsi de savoir si il existe du piégeage sous 1 atm (sur-estimation de ce pourcentage).

---

<sup>1</sup>gamme de mesure de 0 à 414 MPa (respectivement une gamme de pore atteinte de  $\simeq 400$  à  $0,003\mu m$ ).

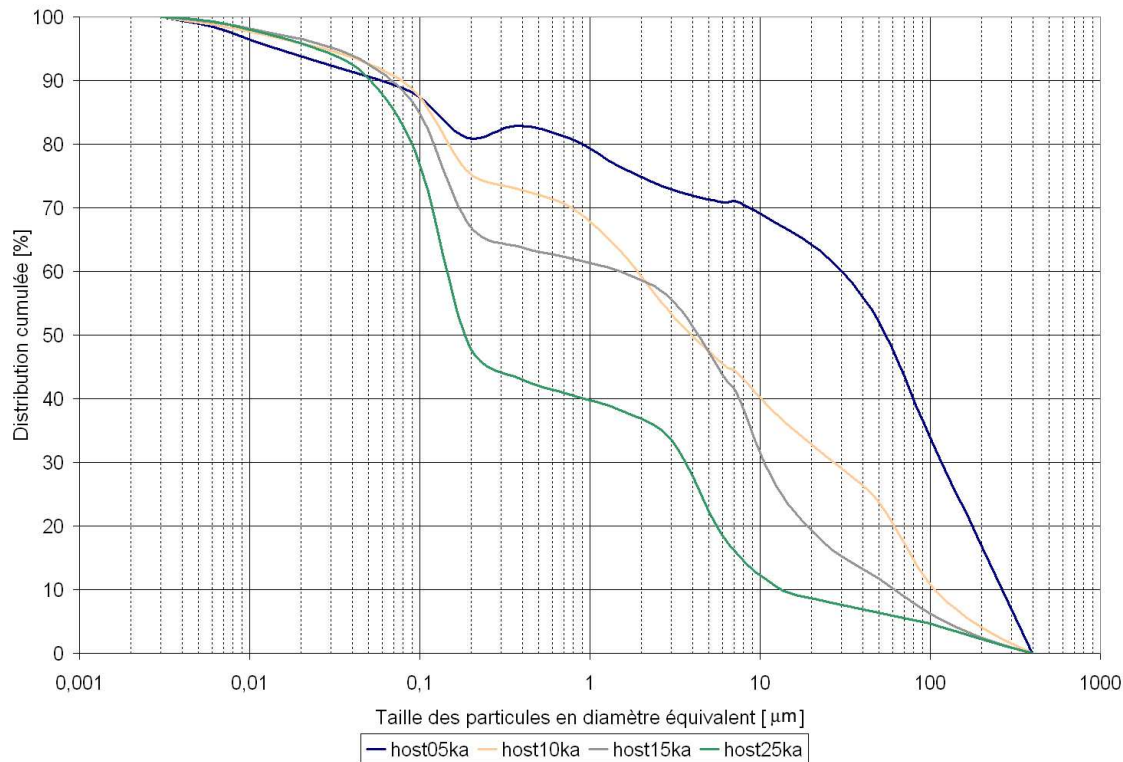


FIG. 8.1 – Distribution cumulée de la porosité

Ce dernier diminue tout de même avec l'augmentation de la teneur en argile. Il est donc possible de penser que la fermeture de la macro-porosité par un remplissage d'argile permet au porosimètre d'atteindre de plus en plus la totalité de la porosité. Cela montre que celle-ci devient de plus en plus uniforme en tendant vers une répartition unimodale.

A partir de ces seules données, le modèle XDQ (Xu *et al.* 1997a; Xu *et al.* 1997b) nous permet de reconstituer la courbe réelle d'intrusion et théoriquement la vraie distribution granulométrique. Ce modèle est forcé en entrée par plusieurs paramètres mais qui sont laissés libres. Les paramètres de sortie retenues sont :

- $n$ , le nombre de classe retenu par le modèle ;
- $fp$ , un paramètre d'ajustement mettant en évidence le degré d'organisation spatiale de la porosité ( $fp$  variant de 1 à la porosité "trouvée" par le porosimètre) ;
- $n-kc$ , le seuil de percolation retenu par le modèle ;
- $\%piège$ , le pourcentage de piègeage simulé.

Tout d'abord, il apparaît évident que ce modèle ne pourra pas extrapoler la porosité non vue par l'appareil. En effet, sur nos courbes expérimentales, il existe théoriquement deux seuils de percolations : le premier pour la macro-porosité et le deuxième pour la kaolinite. Ces seuils s'identifient par les changements de pentes de la courbe d'intrusion. La figure 8.1 met en évidence l'inexistence du premier seuil pour 5% (voir pour 10%) massique de kaolinite. Ce seuil est effectivement non-identifiable car dès l'application de la première pression d'injection, la percolation est maximum vu la taille des macropores d'autant plus que le volume de l'échantillon par rapport à la taille des plus gros pores est faible.

Cependant, au vu des résultats décrits sur la figure 8.4, il semble que le premier seuil de percolation est mieux identifié pour les faibles teneurs en argile. Le modèle met en évidence un pourcentage de piègeage qui augmente avec les teneurs en argile (inverse des courbes intrusion / extrusion expérimentales). Corrélé avec un degré d'organisation inversement proportionnel, Cela peut paraître logique :

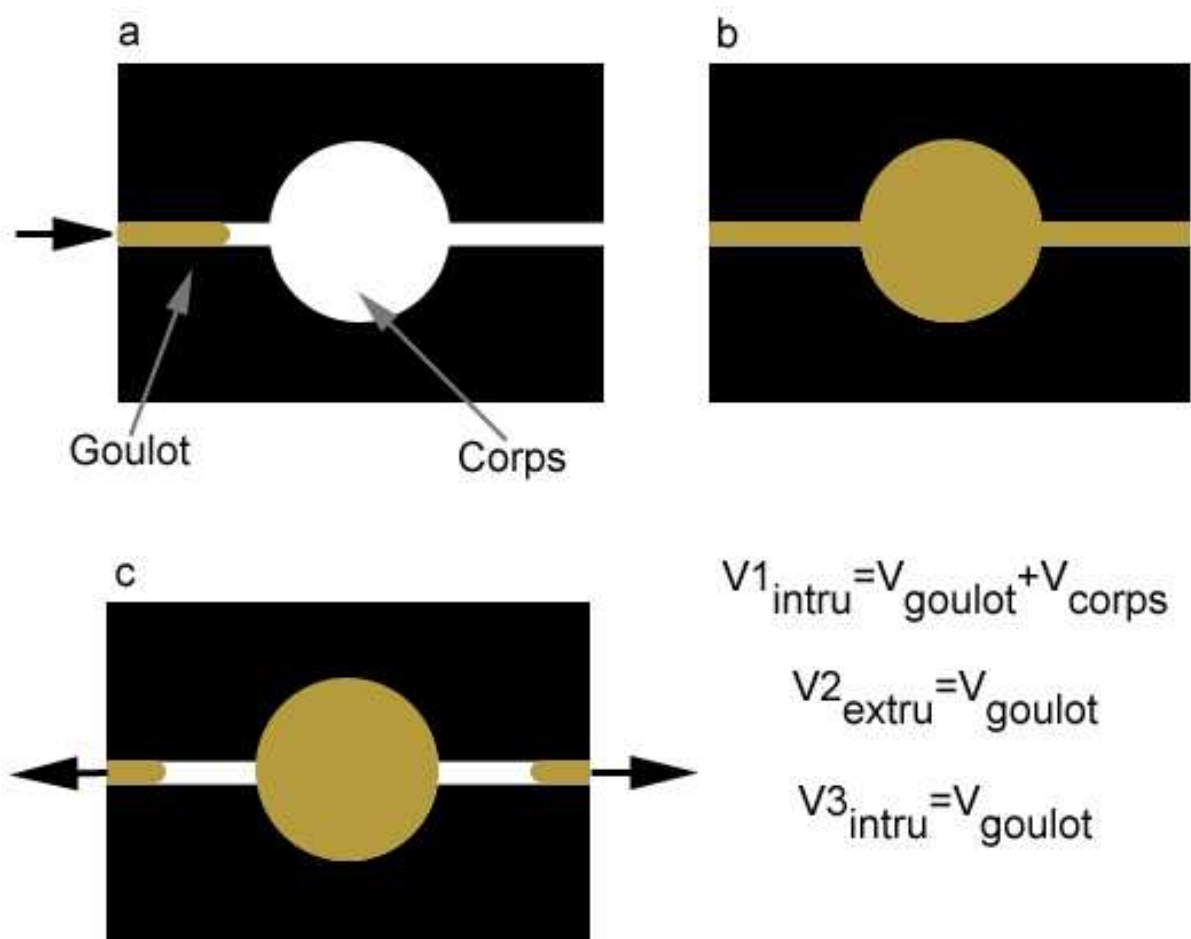


FIG. 8.2 – Schéma du phénomène de piégeage

$V1_{intru}$  = volume d'intrusion, ce volume malgré le corps du pore est rapporté au volume du goulot (en fait, à la pression de mercure permettant d'atteindre la taille du goulot)

$V2_{extru}$  = volume à l'extrusion, seul le mercure correspondant à la taille du goulot s'échappe

$V3_{intru}$  = volume à l'intrusion suivante, le corps du pore étant rempli, le volume vu pour la même pression d'intrusion qu'en  $V1_{intru}$  est seulement celui du goulot

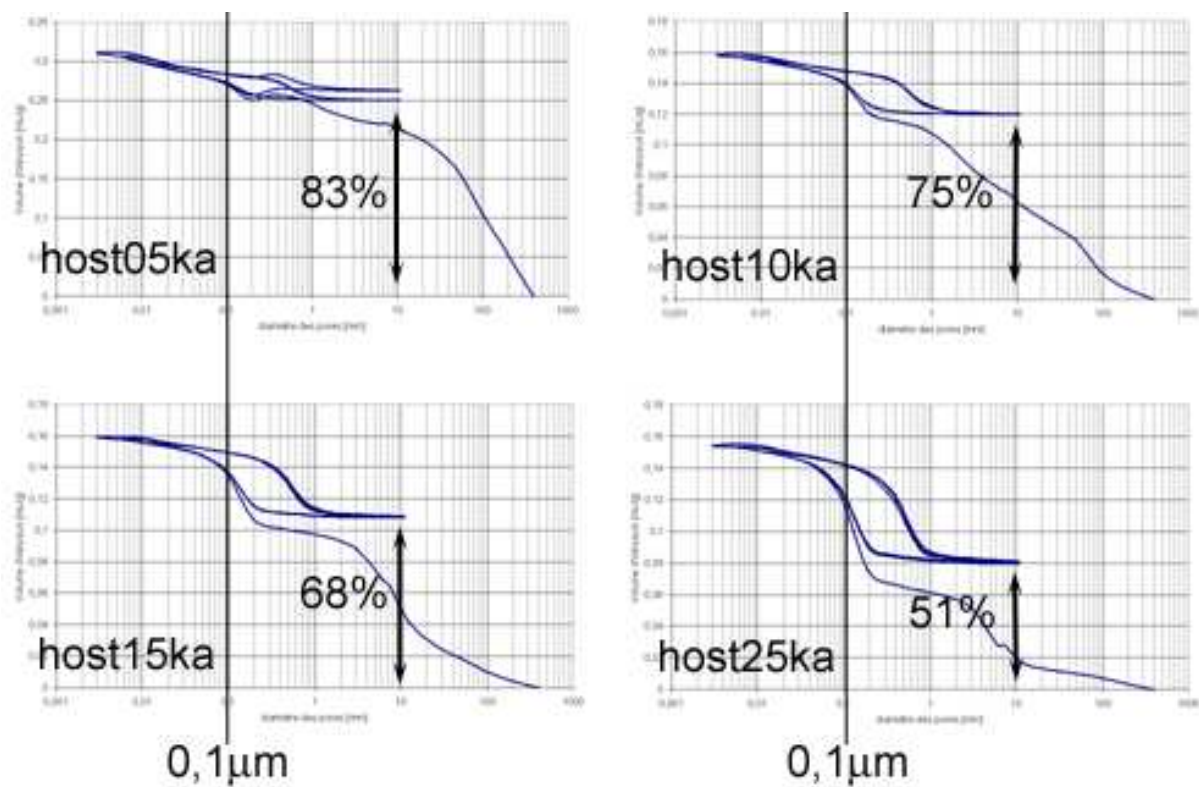


FIG. 8.3 – Exemple de cycles d'intrusion / extrusion au porosimètre mercure  
 rappel de la limite  $0,1\mu\text{m}$  correspondant à la micro-porosit  argileuse  
 le pourcentage de pi geage est rapport   
 pour host05ka, il existe un probl me de mesure li  directement   l' chantillon (volume macroporal important)

- une grande partie de la macroporosité pour host25ka est enfermée par l'argile (phénomène de goulot) et celle-ci n'est pas forcément connectée comme le laisser supposer le traitement d'image ;
- la macroporosité pour host05ka est effectivement connectée et le modèle rend mieux compte du piégeage (données non contraintes par les problèmes de pression minimale d'extrusion).

De ces deux extrêmes, la distribution de la porosité (figure 8.5) montre une tendance globale visant à maximiser un pic aux alentours de  $200\mu m$ , tout en atténuant la porosité attribuée à la kaolinite (pic à  $0,1\mu m$ ). Enfin, un pic "médiann" initialement présent autour de  $3\mu m$  est lui aussi décalé vers des porosités plus grandes. Il apparaît ainsi qu'effectivement la porosité "vue" par le porosimètre est nettement différente de la réalité de l'échantillon. La teneur en argile contribue à des imprécisions du porosimètre d'autant plus grande qu'il va exister une double porosité marquée.

Cela reste cependant en accord avec les données acquises par traitement d'image qui ont montrées :

- une macroporosité pouvant être emprisonnée dans l'argile ;
- un rapport kaolinite / macropores qui va contribuer à augmenter d'autant plus les types de porosité.

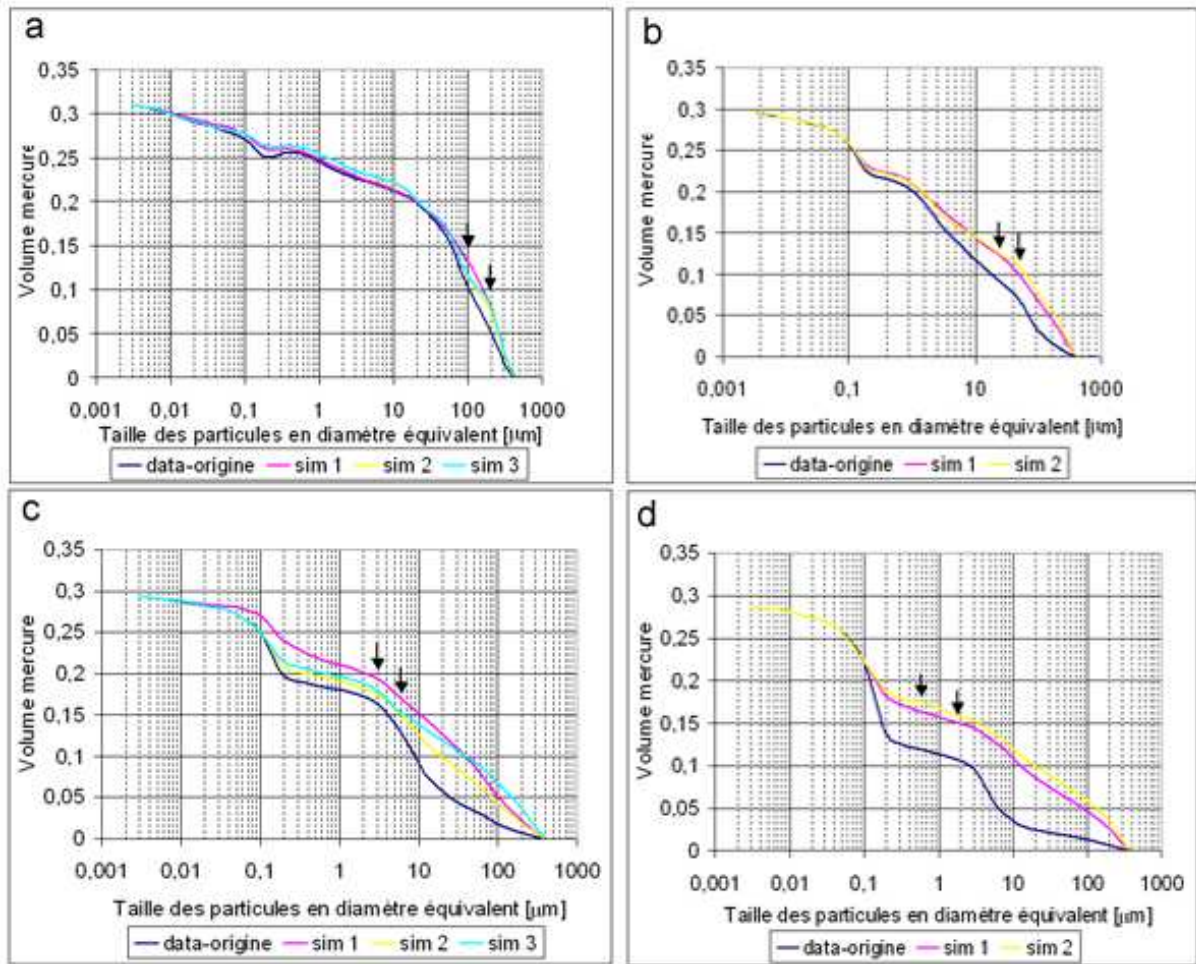
A partir des différentes porosités mesurées, des calculs de compacité théorique (ou indice de compaction) ont été effectués sur les bases du modèle de compacité RENE-LCPC (Sedran et Larrard 1994; Sedran et Larrard 2000), modèle de suspension solide qui comprend un modèle d'empilement de grains et un modèle de viscosité développé initialement pour l'optimisation des bétons en génie civil. En entrée du modèle sont détaillés :

- chaque constituant avec sa compacité propre, sa densité et sa granularité ;
- les proportions du mélange ;
- les dimensions du récipient (prise en compte de l'effet de paroi).

Ces données permettent d'exprimer en fonction d'un paramètre fixé (la compacité, la viscosité ou la porosité) les deux autres. Par exemple, dans notre cas, pour une variation de mélange donnée (de 0 à 25% de kaolinite), si le paramètre fixé est la porosité, la données de sortie sera la compacité du mélange pour chaque pourcentage, de 0 à 25%. Il est facile ensuite d'associer la compacité d'un mélange à sa résistance au cisaillement. En effet, la compacité étant l'arrangement possible des grains (argile et sable) entre eux, l'extrapolation de cet arrangement vers un squelette solide de matériaux est aisée. Et, il est impensable de dissocier l'empilement et l'arrangement des grains de leur résistance sous contraintes mécaniques.

La compacité propre du sable a été déterminée sur table vibrante et pour la kaolinite à partir de sa limite de plasticité. Les premières simulations ont porté sur la variation de la compacité en fonction de la teneur en argile et ce pour différente porosité (figure 8.6). La première évidence est que plus cette dernière augmente et plus la compacité diminue. Par contre, chaque courbe décrit le même profil avec un minimum autour de 20% de kaolinite. Cela suppose que notre milieu modèle passe par un dosage où pour une teneur en argile de 20%, et en supposant que pour chaque dosage la porosité soit la même, la résistance du matériau sera alors la plus faible. Si les calculs de compacité sont réalisés avec les porosités mesurées (figure 8.7), deux types de comportement transparaissent. Pour une porosité totale, les compacités calculées rappellent les données de cohésion des essais mécaniques avec une valeur maximale pour 15% massique de kaolinite et une courbe "en cloche". A ce titre, un indice de compaction est calculée pour 100% de kaolinite avec pour valeur de porosité 55% (Dudoignon *et al.* 2004; Dudoignon et Pantet 1998). Cette courbe s'aplanie quand les valeurs du porosimètre mercure sont injectées dans le modèle. Il convient alors d'en déduire que :

- l'indice de compaction (et donc la résistance mécanique) est, pour les valeurs extrêmes (5 et 25% massique d'argile), grandement influencé par soit la macroporosité soit par l'indice de compaction des argiles ;
- il existe un optimum de fabrication de notre milieu modèle situé autour de 15% où le jeu des arrangements de grains sera, dans les conditions précitées, idéal.



	No	n	fp	n-kc	%piege
5%	9	18	0,451	15	17
	11	18	0,313	15	17
	12	18	0,313	16	20
10%	11	18	0,3	13	23
	12	18	0,3	14	28
15%	13	17	0,437	10	34
	16	17	0,297	11	26
	17	17	0,297	11	31
	18	17	0,297	11	35
25%	11	18	0,289	5	37
	12	18	0,289	8	41

FIG. 8.4 – Distribution cumulée de la porosité après simulation pour les différents pourcentage d’argile  
 a-host05ka b-host10ka c-host15ka d-host25ka  
 les flèches indiquent la position du seuil de percolation *n-kc*  
 le tableau donne les paramètres de sortie



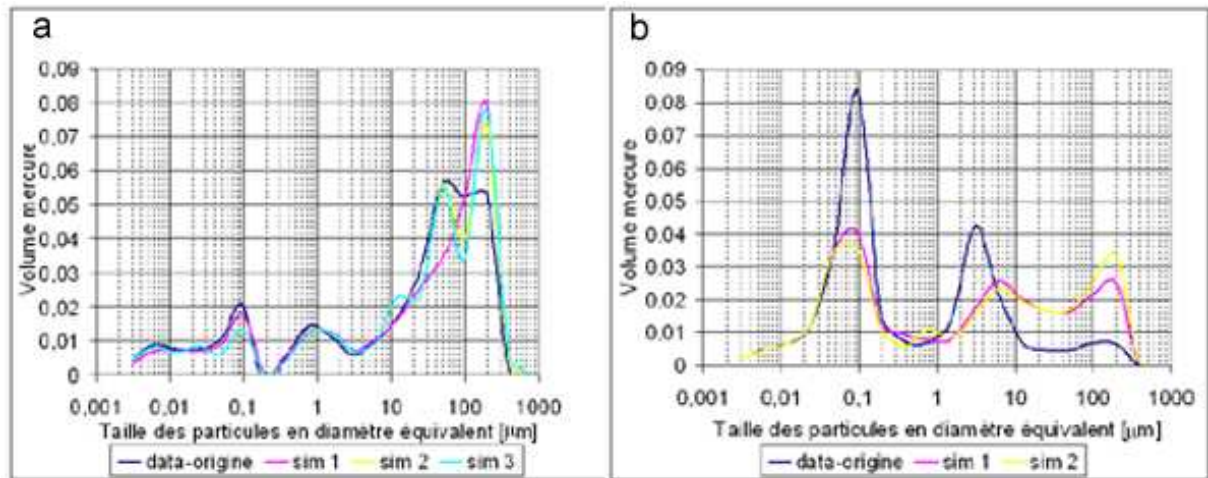


FIG. 8.5 – Distribution de la porosité après simulation pour 05 et 25%massique de kaolinite

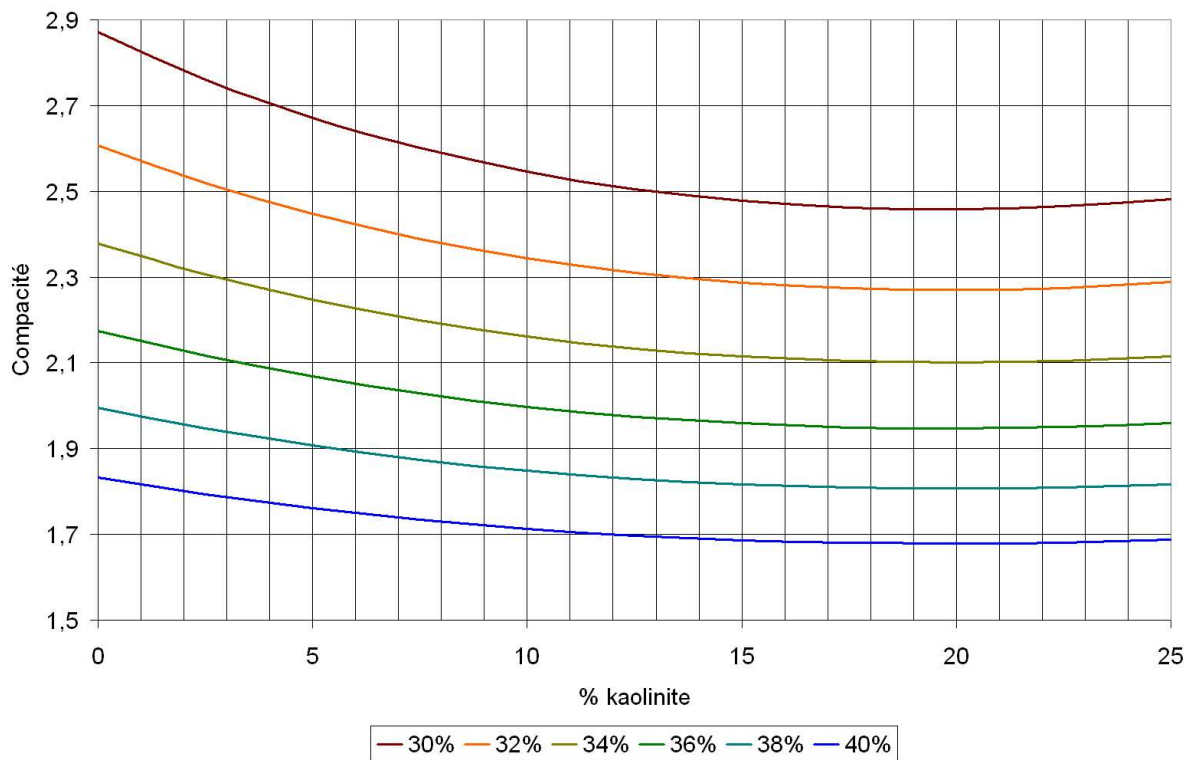


FIG. 8.6 – Compacité du milieu modèle en fonction du pourcentage d'argile en pourcentage, la porosité



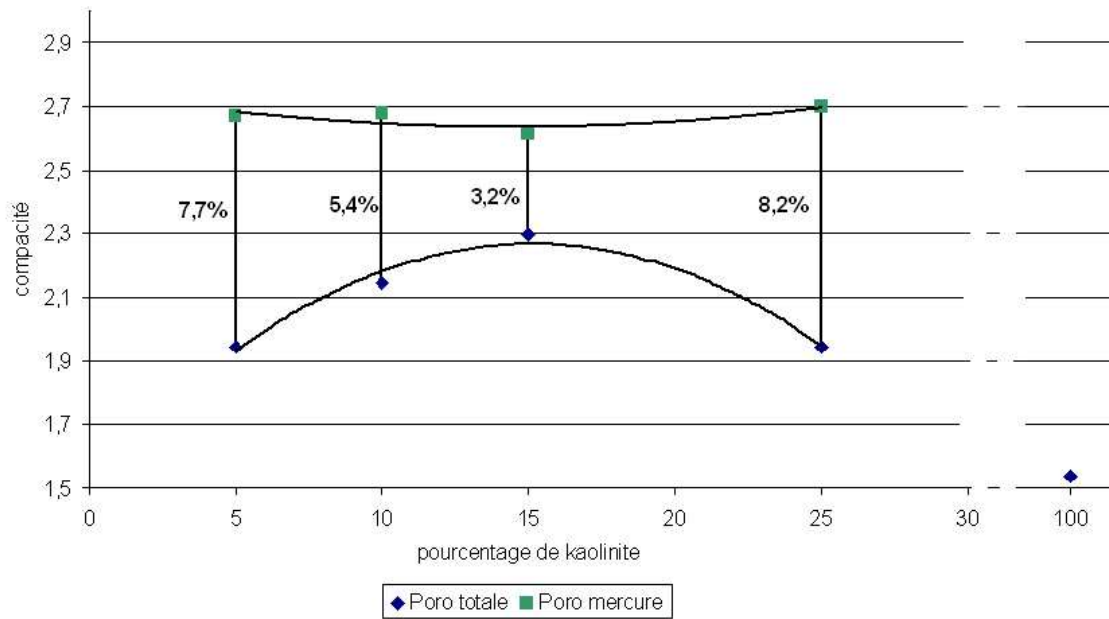


FIG. 8.7 – Compacité du milieu modèle en fonction du pourcentage d'argile et des porosités mesurées par rapport des densités et par porosimétrie mercure

la différence de porosité entre les deux types de mesures est annotée  
une compacité théorique pour 100% de kaolinite est donnée  
les droites de corrélations sont des polynôme d'ordre 2

## 8.2 Vitesse ultrasonique

Afin de conforter nos résultats, des mesures de vitesses ultrasoniques en ondes parallèles (UVP) ont été réalisées sur les échantillons<sup>2</sup>. En effet, la microstructure conditionne la réponse des échantillons à la sollicitation mécanique, ces mesures de vitesses sont un bon moyen d'accéder indirectement à cette microstructure. L'appareillage mis en jeu est délivré par 'Fa. Krompholz Geotron Elektronik, FRG' et est composé d'un système d'acquisition (USG 20) couplé à deux capteurs : le vibreur délivrant une impulsion de 250kHz (USG-T) et d'un récepteur (USE-T). Il est évident que l'interprétation du signal reçu n'est pas la priorité ici. Il faut simplement garder à l'esprit que la vitesse de propagation d'ondes mesurées tient compte :

- de la vitesse propre de chaque minéraux qui, selon Gueguen et Palciauskas (1992) est de l'ordre de 1,8 à 2,4 km/s dans les argiles et de 6,06 km/s pour le quartz ;
- de la densité apparente de l'échantillon ;
- de la vitesse de propagation de l'onde dans l'air et dans l'eau.

Dans nos milieux modèles, il devient donc rapidement compliqué d'attribuer, pour une vitesse donnée, la contribution de chaque phase.

Cependant, les valeurs brutes reportées sur la figure 8.8 nous démontre une fois de plus le caractère particulier des échantillons avec de nouveau, une vitesse maximum pour 15% donc un arrangement dont les rapports entre chaque phase est la meilleure.

<sup>2</sup>mesures réalisées par la GCI dans le cadre des collaborations prévues par le projet TERRA

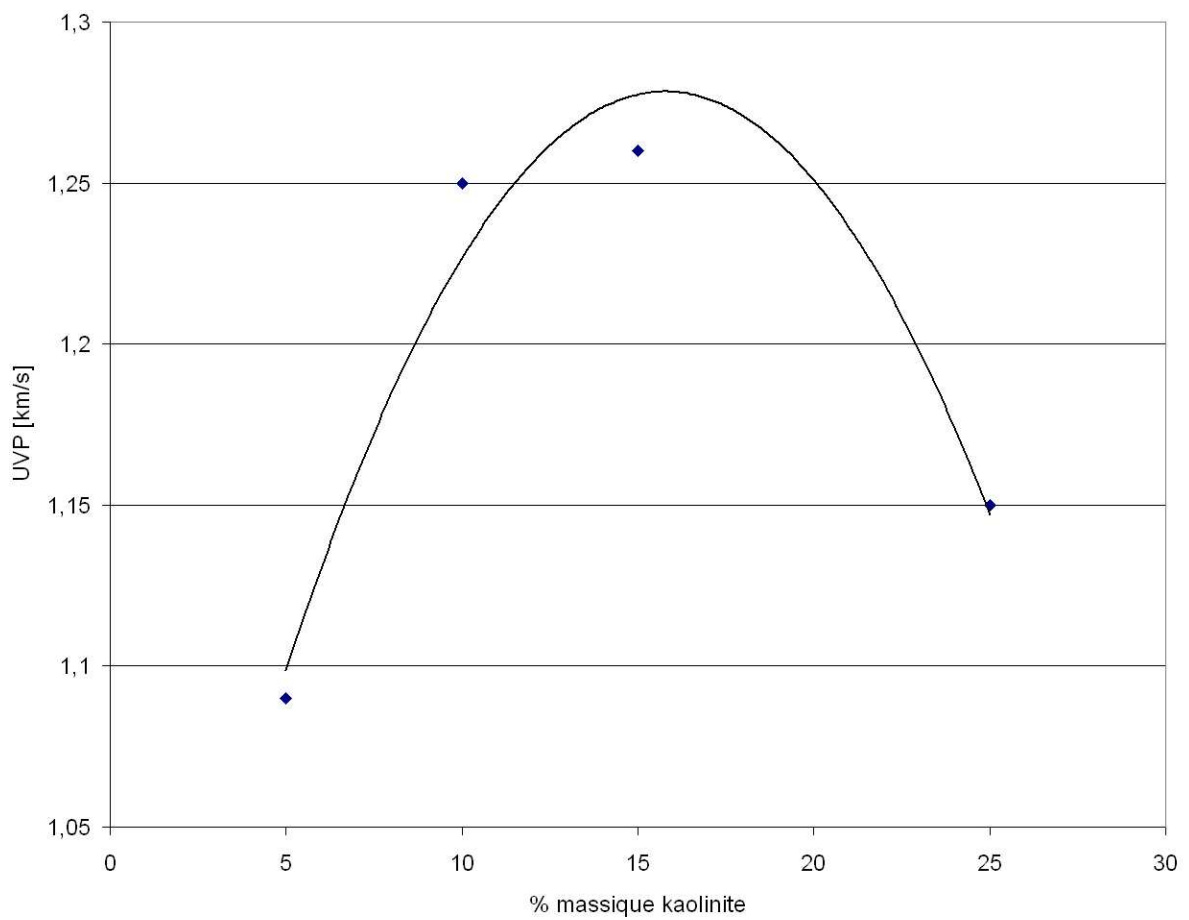


FIG. 8.8 – Vitesse ultrasonique parallèle moyenne en fonction des teneurs en argile  
la courbe de régression est une fonction polynomiale d'ordre 2



## Chapitre 9

# Retour sur les forces de cohésion<sup>1</sup>

Quelles sont les forces qui assurent la cohésion des murs, des briques, des mortiers ou des surfaces décorées en terre crue ? Au vu de l'extrême variabilité de composition des matériaux de base utilisés dans la construction et les oeuvres d'art en terre, allant de sols sableux à des croûtes latéritiques en passant par des dépôts argileux presque purs, il est peu probable qu'un seul type d'interaction domine dans toutes les situations. La terre est intrinsèquement un matériau très hétérogène, dans lequel de nombreux composants minéraux (et, éventuellement, organiques) interagissent entre eux et avec le fluide interstitiel. Contrairement à celle des métaux et des céramiques (terres cuites), la cohésion de la terre est le fruit d'un équilibre complexe entre forces attractives, forces répulsives, et forces de friction, équilibre qui dépend de façon subtile des conditions hydriques et des contraintes appliquées. Pourtant, la connaissance de ces forces et de leur sensibilité à l'environnement est essentielle pour assurer la durabilité des constructions et la conservation du patrimoine culturel en terre.

Ce chapitre est un tour d'horizon des deux principales interactions cohésives pouvant entrer en jeu au sein de notre matériau modèle : les forces capillaires et les forces de van der Waals. Les caractéristiques et les conditions d'apparition de chacune d'elles seront analysées. Le chapitre se terminera par une confrontation semi-quantitative théorie-expérience dans le cas d'une terre d'adobe modèle.

### 9.1 Redéfinir la cohésion

Avant d'examiner les différentes forces qui sont à l'oeuvre dans le matériau terre, il est utile de revenir sur la notion même de cohésion. Celle-ci est définie différemment selon que l'on s'intéresse aux matériaux massifs ou aux matériaux divisés.

#### 9.1.1 Les édifices atomiques ou moléculaires

En physique du solide, la cohésion ou plutôt l'énergie de cohésion d'un cristal bénéficie d'une définition conceptuellement simple : c'est l'énergie nécessaire pour rompre les liens interatomiques ou intermoléculaires (selon la nature des objets qui se sont rassemblés pour former le cristal) et amener les atomes ou les molécules à distance infinie les uns des autres, de manière à annuler toutes les interactions. L'énergie de cohésion d'un cristal de glace par exemple est donc la différence d'énergie qui sépare les molécules d'eau dans le cristal et ces mêmes molécules dans une vapeur infiniment diluée. On calcule souvent l'énergie de cohésion en partant de ce que l'on appelle le potentiel de paire  $U_{(r)}$ , qui est le résultat de la même opération, mais seulement pour deux molécules<sup>2</sup> séparées initialement d'une distance  $r$ . Le zéro d'énergie

---

<sup>1</sup>Ce chapitre est inspiré d'un ouvrage sur les matériaux de construction qui sera publié au Presse Polytechnique Romandes, en cours de rédaction par Henri Van Damme

<sup>2</sup>on gardera l'exemple du cristal de glace ou plus simplement du cristal d'argon car isotrope

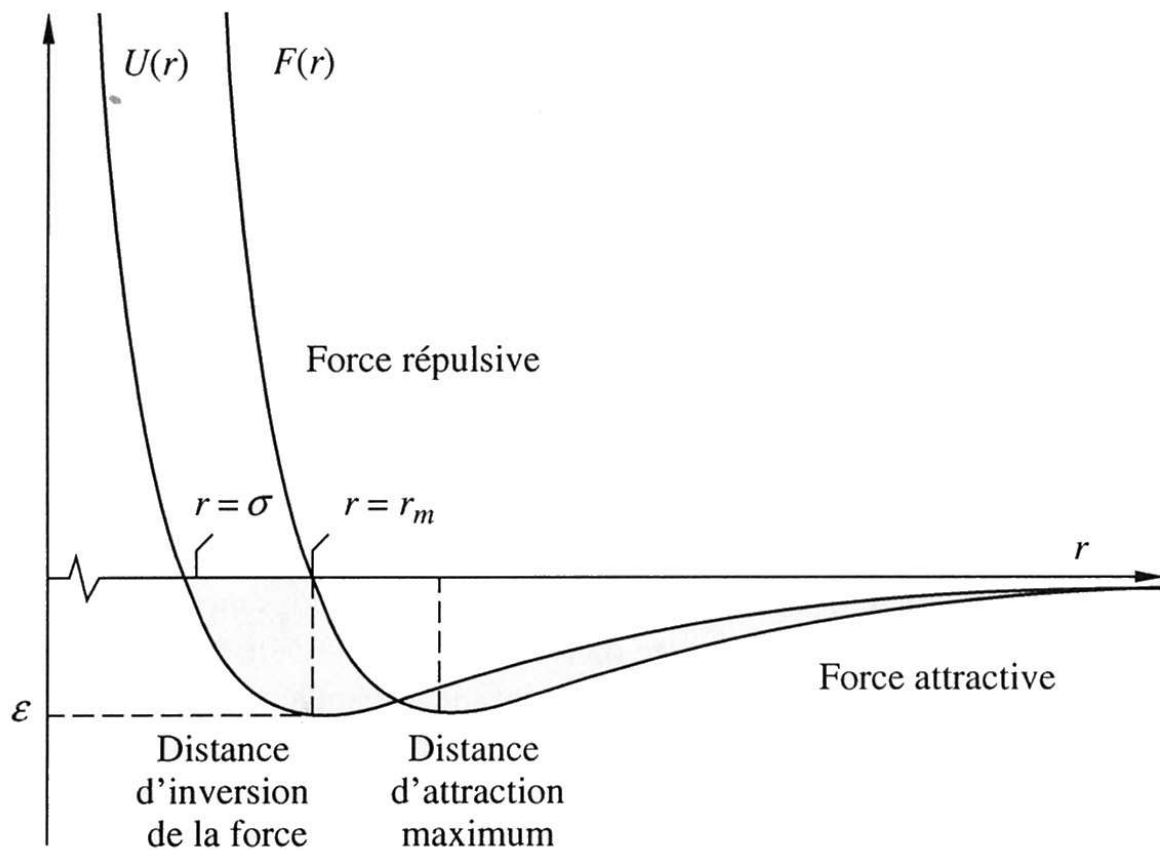


FIG. 9.1 – Allure du potentiel de paire  $U(r)$  et de la force  $F(r)$  entre deux atomes ou deux molécules supposées sphériques

cas simple où les interactions ne dépendent que de la distance de séparation et pas de l'orientation des objets. La distance de séparation est la distance centre-à-centre entre les atomes les plus proches. La forme caractéristique de la courbe résulte de la combinaison d'interactions attractives à courte (quelques portées) et d'interactions répulsives à très courte portée. La distance d'équilibre (Force nulle) correspond au minimum du potentiel. On peut arbitrairement définir une distance de collision ou de contact comme étant la valeur de  $r$  pour laquelle  $U(r) = 0$  (Gerschel 1995)

est pris pour  $r \rightarrow \infty$ . La force agissant entre les deux molécules est reliée directement au potentiel de paire par :

$$F_{(r)} = -\frac{dU_{(r)}}{dr} \quad (9.1)$$

La distance d'équilibre des deux molécules isolées correspond au minimum de  $U_{(r)}$  et à  $F_{(r)} = 0$  (figure 9.1).

Dans le cristal, l'équilibre est un peu plus subtil, car la structure d'équilibre du cristal n'est pas forcément celle qui minimise tous les potentiels de paires entre premiers voisins. C'est celle qui maximise l'énergie de cohésion de l'ensemble, c'est-à-dire la somme des énergies potentielles de paire de toutes les paires identifiables dans le cristal, entre premiers, seconds, ...  $n^{\text{èmes}}$  voisins<sup>3</sup> :

$$W = \frac{1}{2} \sum_{i,j} U_{(r_{ij})} \quad (9.2)$$

Le facteur  $\frac{1}{2}$  évite de compter chaque paire deux fois. Ramenée à l'unité de volume, l'énergie de cohésion a les dimensions d'une pression ou d'une contrainte, mais c'est une grandeur scalaire. Il est

<sup>3</sup>Une approche rigoureuse tiendrait compte des potentiels d'interaction à 3, ...,  $n$  corps

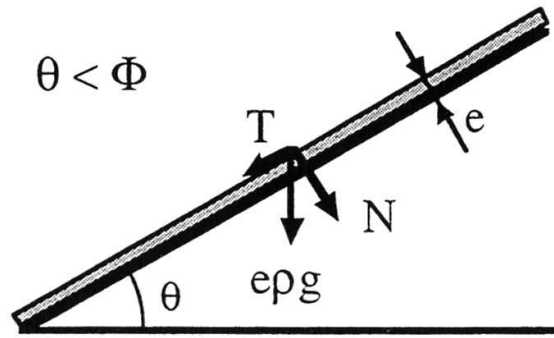


FIG. 9.2 – Equilibre d'un talus incliné d'un angle  $\theta$  par rapport à l'horizontale

Une couche superficielle d'épaisseur  $e$  et de masse volumique  $\rho$  reste stable tant que la composante  $T$  du poids de la couche parallèlement à la pente reste inférieure à une fraction  $k$  (le coefficient de frottement) de la composante normale  $N$ .

facile, connaissant l'énergie de cohésion et la structure du cristal considéré comme parfait, de calculer certaines propriétés mécaniques, en particulier, les modules d'incompressibilité, d'Young et de cisaillement (Tabor 1991).

### 9.1.2 La matière divisée

Les définitions et la procédure peuvent être appliqués à des ensembles d'objets plus complexes, chaque fois que la force qui agit sur eux dérive d'un potentiel. Ce peut être le cas pour un ensemble de protéines ou des particules colloïdales.

Pour les matériaux granulaires, la chose est moins claire. Il n'est même pas évident que le calcul soit pertinent pour qui s'intéresse à leurs propriétés mécaniques. La raison en est que la résistance à la déformation ne dépend plus seulement de la distance entre objets (et, éventuellement, de leur orientation). L'ingrédient qui fait défaut est ce que l'on appelle le frottement. C'est une force qui n'agit qu'au contact et qui fait qu'un matériau granulaire non cohésif, comme du sable parfaitement sec<sup>4</sup>, versé sur une surface même très lisse ne s'écroule pas complètement sous son propre poids, mais forme un tas avec une pente de talus finie. En 1773, Coulomb montra que la couche superficielle du talus reste en équilibre tant que la composante de son poids parallèle à la pente,  $T$ , n'excède pas une fraction  $k$  de la composante perpendiculaire à la pente,  $N$  (figure 9.2) :  $T \leq kN$ . Le paramètre  $k$  est appelé coefficient de frottement solide et il est relié à l'angle maximal du talus,  $\varphi$ , par la relation  $k = \tan\varphi$ .

Le critère de Coulomb peut devenir un critère général pour déterminer la stabilité d'un matériau granulaire non cohésif. Le matériau restera en équilibre si on ne peut trouver aucun plan interne pour lequel on aurait :

$$\tau \geq k\sigma \quad (9.3)$$

$\tau$  et  $\sigma$  étant, respectivement, la contrainte tangentielle et la contrainte normale à ce plan.

Dans le cas contraire, il y aura glissement. La relation  $\tau \geq k\sigma$  est donc un critère de rupture. Un matériau au sein duquel il n'y aurait aucune contrainte de compression ne supporterait aucune contrainte de cisaillement.

Une analyse classique due à Mohr et Coulomb permet d'exprimer les conditions limites de stabilité en fonction des contraintes principales majeure et mineure,  $\sigma_1$  et  $\sigma_3$  (revoir 5 page 55). Pour un plan

<sup>4</sup>En réalité, dans du sable totalement sec, il existe malgré tout des forces attractives entre grains qui agissent avant que les grains n'arrivent au contact. Ce sont, au minimum, la force de gravitation réciproque et les forces de van der Waals, mais ces forces sont négligeables par rapport au poids propre des grains

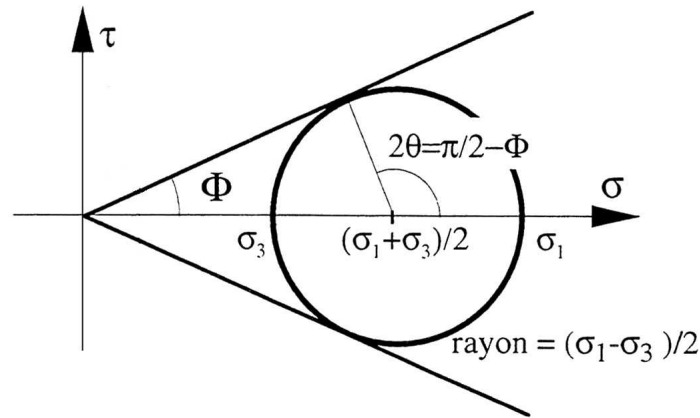


FIG. 9.3 – Plan de Mohr-Coulomb et cercle de Mohr-Coulomb

Les deux demi-droites représentent les conditions limites de stabilité. Dans le cas représenté ici, le milieu est non cohésif (les demi-droites passent par l'origine) et le milieu est dans les conditions limites de stabilité : le cercle de Mohr-Coulomb est tangent aux demi-droites. Un glissement va s'instaurer, selon un plan formant un angle  $\frac{\pi}{4} - \frac{\varphi}{2}$  avec la direction de la contrainte principale majeure.

présentant une orientation  $\theta$  par rapport à la direction de la contrainte principale majeure  $\sigma_1$ , On montre facilement d'après Schofield et Wroth (1968) et Nederman (1992) que :

$$\tau = \frac{(\sigma_1 - \sigma_3) \sin 2\theta}{2} \quad (9.4)$$

et

$$\sigma = \frac{(\sigma_1 + \sigma_3)}{2} + \frac{(\sigma_1 - \sigma_3) \cos 2\theta}{2} \quad (9.5)$$

Dans un plan  $(\tau, \sigma)$ , les points représentatifs des états que le milieu peut adopter forment donc un cercle appelé cercle de Mohr, de rayon  $\frac{(\sigma_1 - \sigma_3)}{2}$  et dont le centre est situé sur l'axe des  $\sigma$  en  $\frac{(\sigma_1 + \sigma_3)}{2}$  (figure 9.3). La condition limite de stabilité, elle, est représentée par les deux demi-droites, respectivement de pente  $k = \tan \varphi$  et  $-k = -\tan \varphi$ , passant par l'origine. Le système est stable si le cercle de Mohr est totalement interne au secteur déterminé par ces deux demi-droites. La condition limite de stabilité est obtenue lorsque le cercle devient tangent à ces demi-droites, soit lorsque :

$$\frac{(\sigma_1 - \sigma_3)}{2} = k \left[ \frac{(\sigma_1 + \sigma_3)}{2} + \frac{(\sigma_1 - \sigma_3)}{2} \cos 2\theta \right] \quad (9.6)$$

La direction de glissement forme alors un angle  $\frac{\pi}{4} - \frac{\varphi}{2}$  avec la direction de la contrainte principale majeure.

Dans le cas particulier, d'un tas non cohésif soumis aux seules contraintes de son propre poids, les contraintes principales augmentent linéairement avec la distance sous la surface du tas, dans la direction perpendiculaire à cette surface. Malgré cela, le calcul montre que l'angle maximum de stabilité,  $\theta_m$ , est indépendant de la hauteur du tas et que sa valeur se réduit à :

$$\tan \theta_m = \tan \theta = k$$

L'analyse qui précède peut être étendue au cas d'un matériau dans lequel des forces de cohésion s'ajoutent aux forces de friction. Coulomb proposa de considérer ces deux contributions de manière indépendante en les ajoutant l'une à l'autre. En admettant en outre que la cohésion est isotrope, son critère de rupture devient :

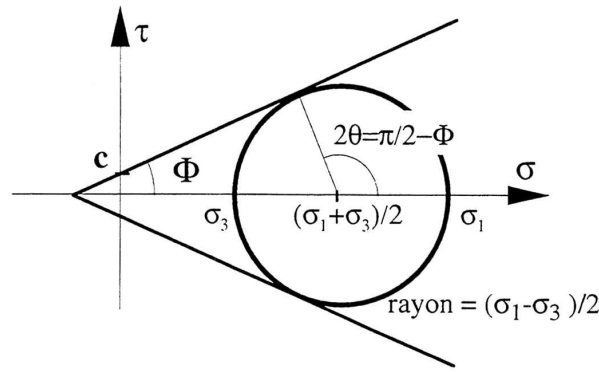


FIG. 9.4 – Plan de Mohr-Coulomb, cercle de Mohr-Coulomb et conditions limites de stabilité dans le cas d'un milieu cohésif caractérisé par une cohésion  $C$

Le milieu supporte un déviateur de contraintes  $(\sigma_1 - \sigma_3)$  plus grand qu'en absence de cohésion

$$\tau > k\sigma + c \quad (9.7)$$

Et, si la cohésion est une contrainte adhésive agissant à travers tous les plans internes et plaquant les grains voisins les uns contre les autres ce qui est le cas pour les forces capillaires et les forces de van der Waals, il est plus logique d'écrire

$$\tau > k(\sigma + c) \quad (9.8)$$

puisque la cohésion renforce aussi les forces de frottement.

En revanche, lorsque les forces de cohésion maintiennent les particules à des distances d'équilibre supérieures à la distance de contact<sup>5</sup>, il est plus logique d'utiliser la première expression. C'est éventuellement le cas lorsque des forces de doubles couches électriques répulsives s'ajoutent aux forces de van der Waals et maintiennent les particules dans un puits de potentiel dit « secondaire ». Cette distinction est cependant relativement formelle car, si le coefficient de friction ne dépend pas de la cohésion, il est toujours possible d'écrire la seconde expression sous la première forme en posant  $C = kc$  et  $\tau = k\sigma + C$ . Cette dernière expression est largement admise mais un examen attentif des mécanismes de cohésion révèle qu'elle est loin d'être triviale car dans de très nombreux cas,  $c$  comme  $k$  sont des fonctions de la contrainte compressive  $\sigma$  et qui plus est, du temps d'application de celle-ci.

En présence de cohésion, les conditions limites d'équilibre déterminées par analyse de Mohr-Coulomb deviennent dépendantes de celle-ci (figure 9.4). Les demi-droites déterminant le secteur dans lequel le cercle de Mohr doit être inclus ont pour équation  $\tau = k\sigma + C$  et  $-\tau = -k\sigma - C$ . La condition d'équilibre limite devient alors :

$$\frac{(\sigma_1 - \sigma_3)}{2} + C = k \left[ \frac{(\sigma_1 + \sigma_3)}{2} + \frac{(\sigma_1 - \sigma_3)}{2} \cos 2\theta \right] \quad (9.9)$$

Pour un tas cohésif, l'analyse de Mohr-Coulomb conduit à l'expression suivante pour l'angle limite de stabilité (Halsey et Levine 1998) :

$$\tan \theta_m = \tan \varphi \left( 1 + \frac{c}{\rho g z \cos \theta_m} \right) \quad (9.10)$$

<sup>5</sup>La distance de contact entre deux surfaces est définie comme étant la distance séparant les centres des deux atomes les plus proches de chaque surface lorsque les nuages électroniques s'interpénètrent. Elle est, en gros, égale à un diamètre atomique.



où  $\rho$  est la masse volumique du matériau,  $g$  l'accélération de la gravité et  $z$  la profondeur sous la surface du tas. L'angle limite devient donc fonction de la hauteur du tas. Pour un tas de hauteur finie  $D$ , la rupture doit se produire à une profondeur au maximum égale à  $D$ . L'angle critique décroît donc avec la taille du tas, un petit tas supportant des angles plus raides qu'un grand tas. Pour  $z \rightarrow \infty$ , le critère précédent  $\tan\varphi_m = k$  est retrouvé. La cohésion ne joue plus de rôle, à condition que  $c$  ne dépende pas de  $\sigma$  et, donc, de  $z$  et de la taille du tas.

### 9.1.3 Des forces interparticulaires à la cohésion

Comment, connaissant les forces interparticulaires et leur dépendance par rapport à la distance de séparation des particules, estime-t-on la cohésion ? Le calcul exact requiert une connaissance précise de l'arrangement des particules et implique très certainement une approche strictement numérique. On peut cependant estimer l'ordre de grandeur (ou même mieux que cela) par un raisonnement très simple. La cohésion est une force adhésive par unité de surface d'un plan de séparation. Si  $n$  est le nombre de « liens » particule-particule traversant cette surface unitaire de séparation,  $f_{adh,i}$  la force du lien  $i$ , et  $\alpha_i$  l'angle de ce lien par rapport à la normale au plan de séparation, on peut écrire la cohésion sous la forme :

$$c = \sum_{i=1}^n \cos \alpha_i \cdot f_{adh,i} \quad (9.11)$$

Par exemple, dans un empilement hexagonal compact de sphères identiques, le nombre de premiers voisins au contact d'une particule centrale est égal à 12, de sorte qu'il y a 6 liens par sphère (figure 9.5). La fraction volumique solide (ou taux d'occupation de l'espace)  $\phi_c$  est égale à  $\sqrt{2}\pi/6 = 0,71$ . C'est aussi la fraction surfacique moyenne d'intersection des sphères par un plan quelconque. Le nombre moyen de contact par unité d'aire d'un plan de séparation quelconque sera égal à  $3\phi_c/\pi R^2$ . La cohésion sera donc de l'ordre de (Halsey et Levine 1998) :

$$c \approx \frac{f_{adh}}{\sqrt{2}R^2} \quad (9.12)$$

Dans un empilement désordonné compact (figure 9.6 d'après Levitz 1998),  $\phi_{rcp}$  est proche de 0,63 et il faut s'attendre à une cohésion un peu plus faible.

Il reste maintenant à évaluer l'intensité des différentes forces entre grains au contact. C'est l'objet des sections qui suivent.

## 9.2 Les forces capillaires

Le sable est probablement le matériau divisé qui se prête le mieux à une illustration des forces dites capillaires, directement reliées aux conditions hydriques du matériau. La cohésion d'un sable sec est pratiquement nulle. La construction d'une paroi verticale, même très petite, est quasiment impossible. Une avalanche se déclenche et s'écoule jusqu'à ce que la pente atteigne l'angle de repos déterminé par le coefficient de frottement. Dès que l'air est tant soit peu humide, une certaine cohésion peut être détectée. Celle-ci est due à la formation de ponts liquides et de ménisques entre les grains. Dans un premier régime, la cohésion augmente avec l'humidité relative, pour atteindre un optimum. De plus, elle augmente avec le temps passé en atmosphère humide. La construction d'une paroi verticale devient alors une opération toujours risquée mais réalisable sur une hauteur modérée, disons de l'ordre de 1 mètre pour un sable fin. Au-delà de l'optimum, lorsque la présence de film liquide devient visible, la cohésion s'écroule rapidement pour finalement s'annuler lorsque le sable est saturé, c'est-à-dire lorsque tout l'espace interstitiel est rempli d'eau.

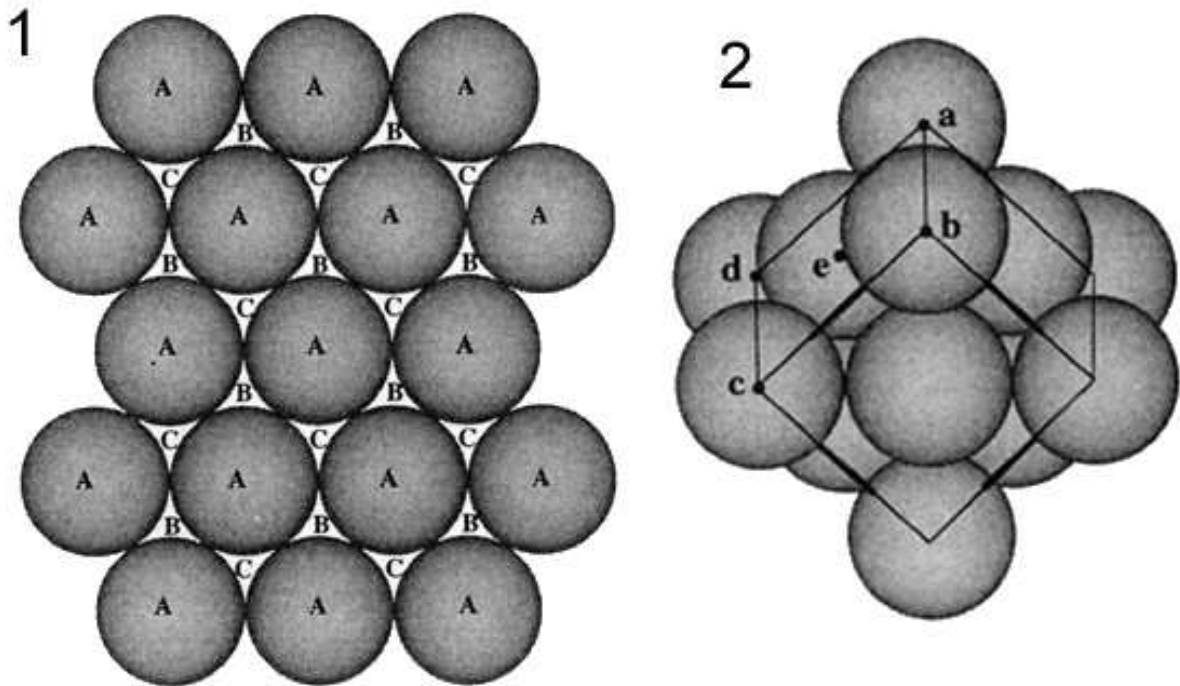


FIG. 9.5 – Représentation d'un empilement hexagonal

1 - construction d'un empilement compact. Au dessus d'une première couche A de sphères en contact, on place une seconde couche au-dessus des interstices B. Si on place la troisième couche à la verticale de la couche A, on construit un empilement hexagonal compact ABAB. Si on la place à l'aplomb des interstices inutilisés C, on construit un empilement cubique à faces centrées ABCABC

2 - coordianance des objets dans un empilement CFC. Le tracé abcd représente une face du cube avec une sphère au centre, c. L'axe vertical correspond à la normale aux plans A, B et C de la figure de gauche. (Guyon et Troadec 1994)

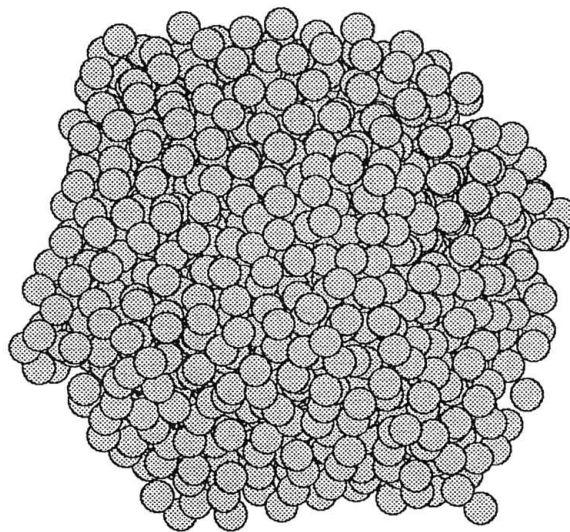


FIG. 9.6 – Un empilement désordonné compact de sphères identiques

La compréhension de ce schéma très simple est moins triviale qu'il n'y paraît. Ce n'est que très récemment qu'il a pu être expliqué correctement (mais en partie seulement).

Avant d'aborder ces développements récents, considérons le cadre classique dans lequel la condensation et les forces capillaires entre grains sont habituellement traitées.

### 9.2.1 Le cadre classique

L'origine des forces capillaires entre grains est à chercher dans les forces de tension superficielle à l'interface entre l'eau et l'air qui génèrent, chaque fois que l'interface est courbe, une différence de pression à travers l'interface. La loi de Young-Laplace (Young 1804, Laplace 1805) relie cette différence de pression,  $\Delta P_{lap}$ , à la courbure moyenne de l'interface,  $\kappa$ , et à la tension superficielle (ou interfaciale),  $\gamma_{LV}$  :

$$\Delta P_{lap} = 2\gamma_{LV}\kappa \quad (9.13)$$

Dans cette expression,  $\kappa$  est relié aux deux rayons de courbure principaux de l'interface par :

$$\kappa = \frac{1}{2} \left( (\pm) \frac{1}{R_1} + (\pm) \frac{1}{R_2} \right) \quad (9.14)$$

Les courbures principales sont affectées d'un signe positif ou négatif selon la position du centre de courbure par rapport à l'interface. Si la gravité peut être négligée, ce qui est le cas pour de petits ménisques, la courbure moyenne est partout la même et  $\Delta P_{lap}$  est une constante.

La tension de vapeur,  $p$ , en équilibre avec un ménisque qui possède cette courbure est donnée par la relation de Kelvin :

$$\ln \left( \frac{p}{p_0} \right) = -\frac{\gamma_{LV}\bar{V}}{RT r_k} \quad (9.15)$$

dans laquelle  $p_0$  est la tension de vapeur saturante,  $\bar{V}$  le volume molaire et  $r_k = \frac{1}{\kappa}$ . Dans le cas de l'eau, le rapport  $\frac{p}{p_0}$  n'est autre que l'humidité relative et  $\bar{V} = 18 \text{ cm}^3 \cdot \text{mole}^{-1}$ . Donc, si aucun phénomène ne vient perturber l'équilibre solide-vapeur, à une humidité relative donnée correspond une seule valeur de courbure moyenne et une seule valeur de pression de Laplace, quel que soit le matériau. Le principal phénomène perturbateur qu'il faut envisager est l'équilibre de dissolution solide-liquide qui, en introduisant des ions ou des molécules en solution, abaisse la tension de vapeur saturante de façon non contrôlée.

#### 9.2.1.1 Le profil du ménisque.

Le calcul du profil d'un ménisque entre deux sphères de rayons identiques conduit à l'équation d'une courbe dite « nodoïde » (Fisher et Israelachvili 1981; Melrose 1966). La courbure méridionale est suffisamment négative (centre de courbure dans l'air) pour que la courbure moyenne le soit aussi et la pression dans le ménisque est inférieure à la pression dans l'air. Il en résulte une force attractive entre les sphères. La géométrie nodoïdale du profil rend cependant très complexe le calcul de cette force. Différentes approximations ont donc été utilisées, la plus classique étant l'approximation toroïdale, dans laquelle on admet que l'équation du profil méridien est celle d'un arc circulaire (Haines 1925) (figure 9.7) :

$$y(z) = R_1 + R_2 - \sqrt{R_1^2 - z^2} \quad (9.16)$$

avec

$$R_1 = \frac{D}{2} + R \frac{(1 - \cos \phi)}{\cos(\phi + \theta)} \text{ et } R_2 = R \sin \phi - (1 - \sin(\phi + \theta)) R_1 \quad (9.17)$$

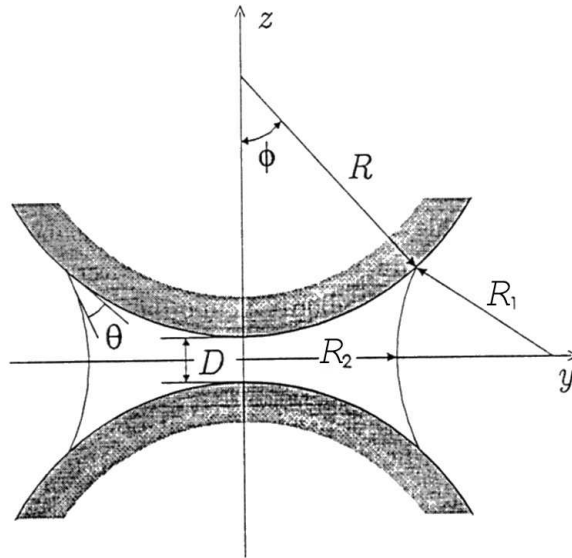


FIG. 9.7 – Ménisque liquide entre deux sphères de même diamètre, dans l'approximation toroïdale

$D$  est la distance de séparation entre les deux sphères de rayon  $R$ ,  $\phi$  l'angle de remplissage et  $\theta$  est l'angle de contact de l'interface liquide-vapeur sur les sphères. A partir de ces expressions, il est possible de calculer le volume du pont liquide en fonction de l'angle de remplissage.

Le défaut de cette approximation commode est de conduire à une courbure moyenne locale qui n'est pas constante le long du profil. La courbure maximale (rayon de courbure minimal) apparaît au niveau de la ligne de contact et la courbure minimale au niveau du rétrécissement maximal du ménisque :

$$\kappa_{max} = \frac{2R \sin \phi - R_1 - R_2}{2R_1 R \sin \phi} \text{ et } \kappa_{min} = \frac{R_2 - R_1}{2R_1 R_2} \quad (9.18)$$

### 9.2.1.2 La force d'adhésion

La complexité du calcul rigoureux de la force d'adhésion, en tenant compte du profil exact du ménisque, rend obligatoire les méthodes numériques (Chateau et Pitois, 1999). Comme pour le profil, des expressions approchées peuvent cependant être utilisées. La plus simple (Haines 1925) consiste à appliquer la pression de Laplace sur la section du ménisque, passant par la ligne de contact :

$$F_H = \Delta P \pi R^2 \sin^2 \phi \quad (9.19)$$

En réalité, une contribution supplémentaire doit être prise en compte, résultant de l'action de la tension superficielle le long de la ligne de contact (Fisher 1926) :

$$F_T = 2\pi R \gamma_{LV} \sin \phi \sin(\phi + \theta_e) \quad (9.20)$$

La force capillaire totale,  $F_{cap}$ , est la somme de ces deux contributions.

Dans le cadre de l'approximation toroïdale pour le profil, un choix doit être fait pour la valeur de  $\Delta P$  puisque la courbure et, donc, le saut de pression varient selon le niveau auquel on les considère<sup>6</sup>. Selon Princen (1968), l'approximation la meilleure (« boundary approximation ») se situe au niveau de la courbure maximale (la ligne de contact) :

<sup>6</sup>Ce qui est physiquement incohérent pour un système à l'équilibre puisqu'un gradient de pression conduirait à un écoulement.

$$F_{Boundary} = 2\pi R\gamma_{LV} (\sin\phi \sin(\phi + \theta_e) + R\kappa_{max} \sin^2\phi) \quad (9.21)$$

Une autre approximation (« Gorge approximation ») consiste à utiliser la section équatoriale minimale du pont capillaire pour le calcul du terme dépendant de la pression de Laplace et le périmètre de cette section pour le terme de tension superficielle :

$$F_{Gorge} = \pi R_2^2 \Delta P + 2\pi R_2 \gamma_{LV} = \pi \gamma_{LV} R_2 \left(1 + \frac{R_2}{R_1}\right) \quad (9.22)$$

Cette expression peut elle-même être simplifiée dans un cas fréquent qui est celui de grains très proches, unis par des ponts liquides petits par rapport aux grains et avec une courbure équatoriale nettement plus petite que la courbure du profil axial, ce qui correspond aux conditions suivantes :  $R \gg R_2 \gg R_1$  et  $D = 2R_1 \cos\theta_e$ . Dans ces conditions, on obtient (Fisher et Israelachvili 1981) :

$$F_{cap} \cong \pi \gamma_{LV} \frac{R_2^2}{R_1} \cong 2\pi R \gamma_{LV} \cos\theta_e \left(1 - \frac{D}{2R_1 \cos\theta_e}\right) \quad (9.23)$$

On peut considérer que les approximations utilisées dans cette expression sont en principe valables jusqu'à des angles de remplissage de l'ordre de  $5^\circ$  (Orr *et al.* 1975; Pitois 1999), ce qui est confirmé par les résultats expérimentaux obtenus par traction directe sur des couples de sphères de rubis macroscopiques (quelques mm) séparées par un pont d'huile (Pitois 1999).

L'expression précédente peut également être mise sous une forme équivalente, dans laquelle le volume,  $V$ , du ménisque est explicité. En admettant que le ménisque est cylindrique et que son volume est approximativement égal à  $V = \pi R_2^2 D + \frac{\pi R_2^4}{2R}$ , on obtient :

$$F_{cap} \cong 1 - \left(1 + \frac{2V}{\pi R D^2}\right)^{-1/2} \quad (9.24)$$

Les mesures de traction (Pitois 1999) montrent que, sur des sphères macroscopiques, ces expressions approchées sont très bonnes dans l'intervalle  $0,001 \leq \left(\frac{V}{R^3}\right) \leq 0,05$ .

### 9.2.1.3 Les problèmes

Malgré une validation expérimentale dans les conditions précitées, les expressions qui précèdent conduisent à des conclusions qui sont en opposition avec certaines observations. Une première conclusion, majeure et facile à déduire de l'équation 9.23, est que la force est maximale lorsque les sphères sont au contact ( $D = 0$ ). Dans ces conditions, l'expression de la force capillaire ne contient plus aucun terme relié à la taille du ménisque :

$$F_{cap} \cong 2\pi R \gamma_{LV} \cos\theta_e \quad (9.25)$$

La force capillaire devient donc indépendante de la quantité de liquide dans le pont capillaire. De plus, en admettant que  $\theta_e = 1$ , cette expression prédit que la force capillaire due à un pont d'eau entre deux sphères de verre deviendrait égale à leur poids pour toute sphère de diamètre inférieur à 3 mm, et ceci même pour de très petits ménisques. Des traces d'eau suffiraient donc en principe pour coller une couche de grains de sables bien ronds. Tout ceci est une violation flagrante du sens commun. Quiconque a construit un château de sable sait qu'entre le sable sec d'une plage écrasée de soleil et un sable correctement humecté pour la construction, il y a une gradation.

Cette dernière observation de sens commun a été quantifiée récemment par des expériences précises, réalisées sur des billes millimétriques de polystyrène (Hornbaker *et al.* 1997; Albert *et al.* 1997) (figure 9.8) ou de verre (Tegzes *et al.* 1999) (figure 9.9) enrobées d'huile très peu volatile par ajout de liquide,

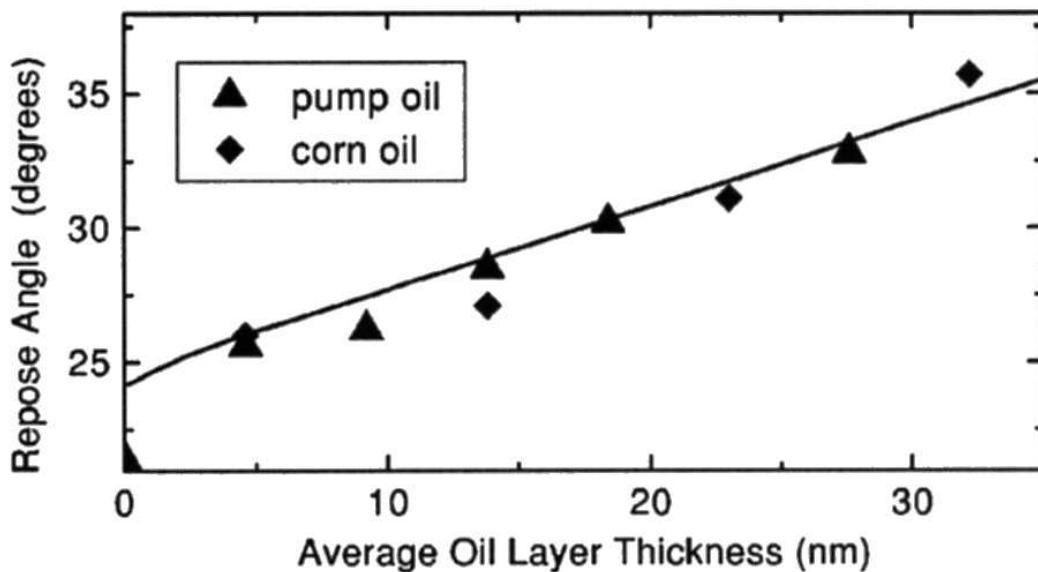


FIG. 9.8 – Evolution de l'angle de repos après avalanche d'un empilement de billes de polystyrène, en fonction du contenu en huile, pour deux types d'huile

La courbe continue résulte d'un ajustement du modèle théorique (paragraphe 9.2.2.1 page suivante) avec, comme seul paramètre ajustable, le volume de liquide dans le pont capillaire. La teneur en huile a été convertie en épaisseur moyenne à la surface des billes (Albert *et al.* 1997)

afin éviter tout problème d'équilibre liquide-vapeur. La propriété mesurée est l'angle de repos après avalanche,  $\theta_R$ , une propriété qui, pour les poudres, est très sensible aux moindres traces d'humidité. L'observation principale est une augmentation considérable et quasi-linéaire de  $\theta_R$  (sur une dizaine de degrés) pour des quantités minimales de liquide, correspondant à une épaisseur moyenne de liquide  $t_{liq}$  allant de 0 à moins de 30 nm<sup>7</sup>. En termes de volume relatif, ces quantités de liquide correspondent à un rapport  $\frac{V}{R^3}$  inférieur à  $10^{-5}$ . Une augmentation encore plus sensible se produit lorsque  $t_{liq}$  passe de 20 à 150 nm.

D'autres expériences ont été réalisées avec des billes de verre en atmosphère humide ou en vapeur d'heptane (Frayse *et al.* 1999). Dans ce cas, une augmentation énorme de l'angle d'avalanche (ou angle maximum de stabilité)  $\theta^m$  est observée lorsque la pression relative atteint 70% pour la vapeur d'eau ou 90% pour l'heptane (Frayse *et al.* 1999). Dans ce cas, une augmentation énorme de l'angle d'avalanche (ou angle maximum de stabilité)  $\theta_m$  est observée lorsque la pression relative atteint 70% pour la vapeur d'eau ou 90% pour l'heptane (figure 9.10). Dans ces conditions, les quantités de liquide adsorbé ou condensé (estimées, mais non mesurées) sont du même ordre ou inférieures à celles mentionnées pour les expériences d'imprégnation à l'huile.

Toutes ces observations sont impossibles à expliquer dans le cadre des modèles classiques de force capillaire entre deux sphères.

### 9.2.2 Le sable humide : la prise en compte de la rugosité

C'est Tabor (Bowden et Tabor 1950) qui, le premier, révéla l'influence de la rugosité des surfaces sur la mécanique de leur contact.

<sup>7</sup>Calculée en admettant une répartition uniforme du liquide à la surface des billes

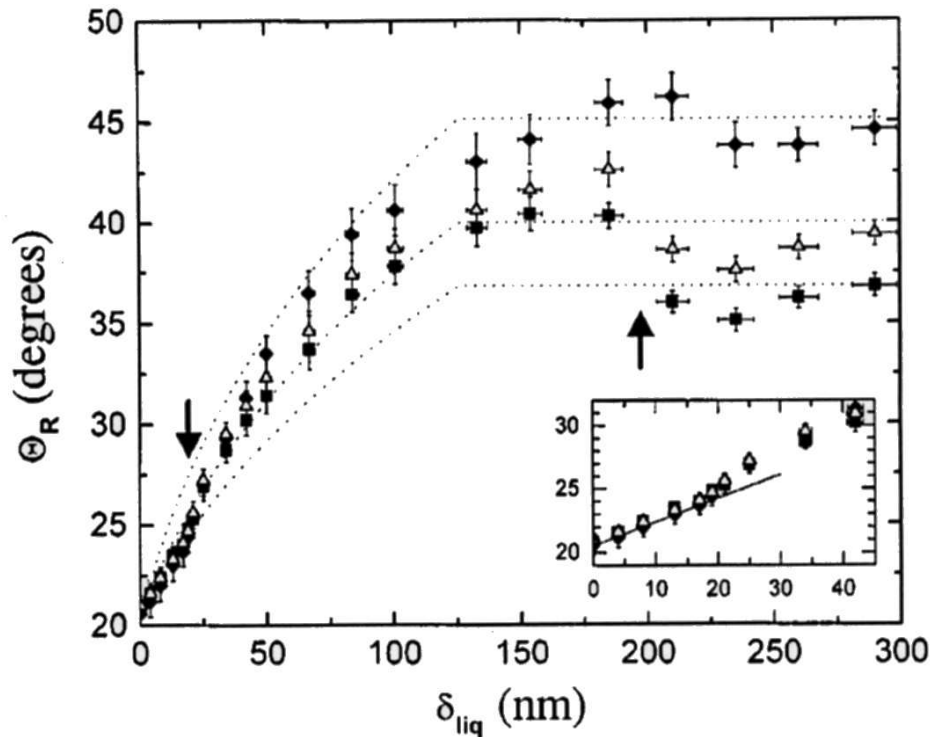


FIG. 9.9 – Evolution de l'angle de repos après avalanche d'un empilement de billes de verre, en fonction du contenu en huile, pour trois diamètres de billes

La teneur en huile a été convertie en épaisseur moyenne à la surface des billes. L'encart est un agrandissement du régime à faible teneur en huile (Tegzes *et al.* 1999)

### 9.2.2.1 Un modèle d'avalanche (conditions de stabilité en surface).

C'est aussi la rugosité qu'invoquèrent Hornbaker *et al.* (1997) pour expliquer leurs résultats et, en particulier, l'augmentation quasi-linéaire de l'angle de repos avec la quantité de liquide non volatil d'imprégnation (Hornbaker *et al.* 1997; Albert *et al.* 1997). Commencant par le cas d'un empilement totalement non cohésif de sphères, ils calculèrent d'abord l'angle maximum de stabilité d'un assemblage tétraédrique de quatre sphères, c'est-à-dire l'angle  $\theta_c$  auquel le vecteur gravité de la sphère supérieure tombe en dehors du triangle de base. Aucun frottement n'entre en jeu : la bille roule en dehors de son logement. L'angle  $\theta_c$  dépend de l'orientation du triangle de base par rapport à l'axe d'inclinaison, caractérisé par un angle  $\phi$  (figure 9.11). Ils obtiennent :

$$\theta_c(\phi) = \arctan \frac{1}{2\sqrt{2}\cos\left(\frac{\pi}{3} - \phi\right)} \quad (9.26)$$

Pour confronter le calcul à l'expérience, ils calculèrent la moyenne de l'expression précédente pour toutes les valeurs de  $\phi$ . Le calcul donne  $23,4^\circ$ , ce qui est en très bon accord avec la valeur expérimentale de  $\theta_R = 22 \pm 1^\circ$  obtenue sur les billes sèches<sup>8</sup>.

La seconde étape du calcul consiste à introduire la force de cohésion entre la sphère supérieure et sa base, et des forces de friction qui en résultent. L'angle maximum de stabilité  $\theta_c$  est la solution de l'équation qui traduit l'équilibre de toutes les forces agissant sur la bille : son poids  $G$ , la force de cohésion  $F$  à chaque contact, et les forces de frottement, caractérisée par un coefficient de frottement  $\mu = \tan f$ . Cette équation s'écrit :

<sup>8</sup>Des angles de talus bien plus importants peuvent bien entendu être atteints avec des billes macroscopiquement rugueuses ou avec des grains de forme anguleuse

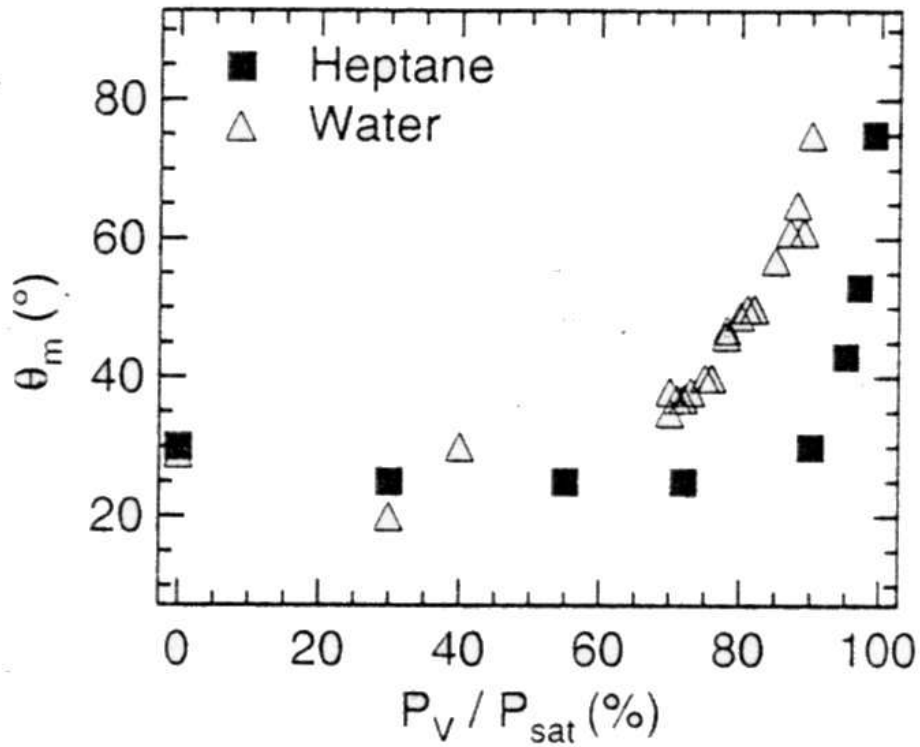


FIG. 9.10 – Evolution de l'angle maximum de stabilité,  $\theta_m$ , pour un tas de billes de verre de  $200 \mu m$  courbe donnée en fonction de la pression de vapeur relative d'heptane ou d'eau dans l'atmosphère environnante (Frayssé *et al.* 1999)

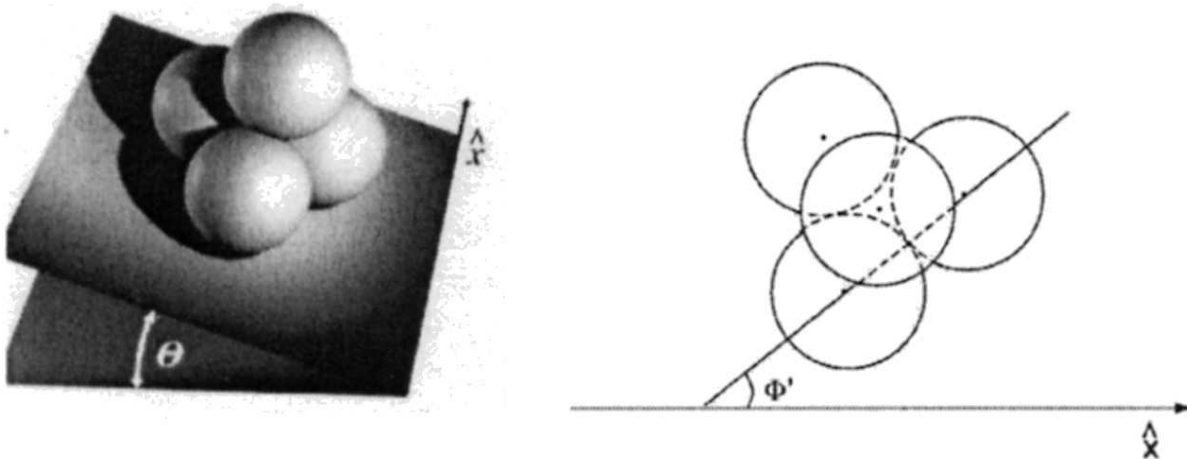


FIG. 9.11 – Expression d'un empilement non cohésif de sphère

- (a) Vue, en trois dimensions, d'un assemblage de quatre sphères résultant de l'addition d'une quatrième sphère sur trois sphères de base. La pente locale, notée  $\theta$ , est l'angle entre le plan tangent aux trois sphères de base et le plan horizontal. L'angle augmente par rotation du plan incliné autour de l'axe  $\hat{x}$ .
- (b) Vue des quatre sphères en projection sur le plan incliné. L'orientation du triangle de base est définie par l'angle  $\phi$ , relié à l'angle  $\phi'$  indiqué sur la figure par la relation  $\phi = \pi/3 - \phi'$ , où  $0 < \phi < \pi/3$  (Albert *et al.* 1997)



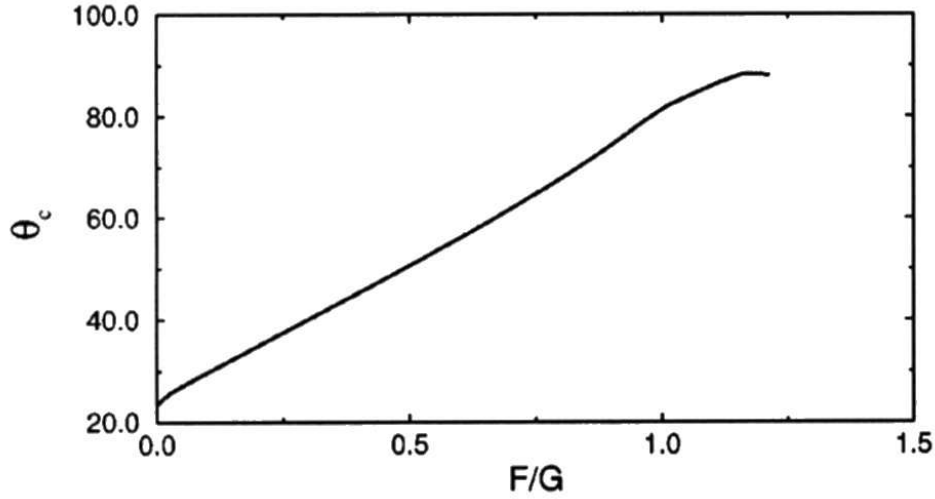


FIG. 9.12 – Evolution de l'angle critique de stabilité avec la cohésion, pour l'assemblage de quatre sphères illustré dans la figure 9.11

Le rapport  $F/G$  est le rapport entre la force de cohésion et le poids de la sphère supérieure d'après Albert *et al.* (1997)

$$\frac{G}{F} = \frac{\sin\beta_2}{\sin(\gamma_1 + \gamma_2)} \left( \frac{\sin\gamma_2}{\tan(\beta_1 - f)} + \frac{\sin\gamma_1}{\tan(\beta_3 - f)} \right) - \cos\beta_2 \quad (9.27)$$

avec

$$\cos\beta_i = \frac{\sqrt{3}}{3} \left( \sqrt{2}\cos\theta - \sin(\varphi + \alpha_i)\sin\theta \right) \quad (9.28)$$

$$\cos\gamma_1 = \frac{\sin^2\beta_1 + \sin^2\beta_2 + \sin^2\theta\sin^2\phi}{2\sin\beta_1\sin\beta_2} \quad (9.29)$$

$$\cos\gamma_2 = \frac{\sin^2\beta_2 + \sin^2\beta_3 + \cos^2\left(\theta - \frac{\pi}{6}\right)\sin^2\phi}{2\sin\beta_2\sin\beta_3} \quad (9.30)$$

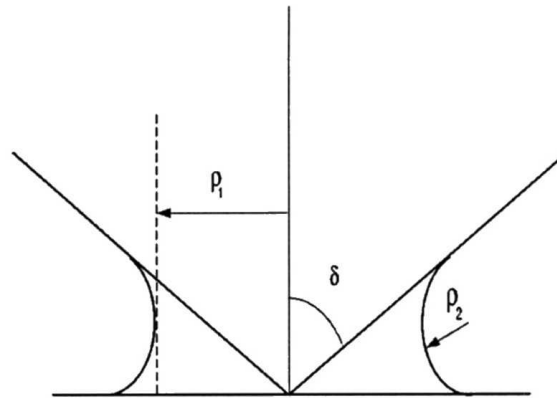
$i = 1, 2, 3$ ,  $\alpha_1 = -\frac{\pi}{2}$ ,  $\alpha_2 = \frac{\pi}{6}$  et  $\alpha_3 = \frac{\pi}{3}$ .

La résolution numérique de cette équation donne effectivement une évolution quasi-linéaire de  $\theta_c$  avec le rapport  $\frac{F}{G}$  (figure 9.12).

Sachant que les modèles classiques de pont capillaire entre deux sphères ne pourraient rendre compte des résultats expérimentaux (puisque  $F_{cap}$  ne dépend pas de la quantité de liquide), les auteurs ont considéré que la solution se trouvait dans la prise en compte de la rugosité. La surface des billes étant rugueuse à une échelle de l'ordre du  $\mu\text{m}$ , soit nettement plus que l'épaisseur liquide moyenne dans leurs expériences, ils ont pris comme modèle de contact un assemblage cône-plan. Dans un tel contact, la force capillaire augmente de manière monotone avec la quantité de liquide dans le ménisque :

$$F_{cap} = g(\delta) V^{1/3} \quad (9.31)$$

La fonction  $g$  ne dépend que de  $\delta$ , le demi angle d'ouverture du cône (figure 9.13), et varie peu dans l'intervalle  $40^\circ \leq \delta \leq 60^\circ$  (Eremenko *et al.* 1970). Aucune information expérimentale indépendante ne donnant accès au paramètre  $V$ , celui-ci a été considéré comme paramètre ajustable. C'est en réalité le seul paramètre d'ajustement ; le reste de la courbe théorique  $\theta_c = f(t_{liq})$  en découle. Un excellent accord avec l'expérience (figure 9.8) est obtenu en prenant comme volume de ménisque  $V = 3.10^{-17}\text{m}^3$  lorsque la quantité de liquide correspond à  $t_{liq} = 30\text{nm}$ . D'après ce calcul, la quantité de liquide qui assure la

FIG. 9.13 – Schéma du pont capillaire dans un contact cône-plan (Albert *et al.* 1997)

cohésion est très faible : environ 1000 fois moins que la quantité moyenne de liquide par bille. Ceci peut se comprendre par le caractère extrêmement ponctuel du contact entre billes rugueuses.

### 9.2.2.2 Un modèle de rupture (conditions de stabilité en volume)

Un an après Albert *et al.* (1997) et Halsey et Levine (1998) ont proposé un modèle qui prend plus complètement en compte la rugosité de surface et qui se rapproche de la mécanique des sols (Halsey et Levine 1998). La rugosité des grains et le contact entre deux grains sont décrits par plusieurs paramètres. Imaginons un marcheur explorant la surface d'un grain sphérique à l'échelle macroscopique et rugueux à l'échelle microscopique. En se déplaçant sur des distances  $x$  croissantes, il parcourt des différences de niveau de plus en plus importantes par rapport à la surface géodésique moyenne de la bille, mais ceci jusqu'à un certain point seulement. Au-delà d'une distance  $d$ , appelée longueur de corrélation, les fluctuations d'altitude plafonnent à une valeur  $l_R$ . Compte tenu des hypothèses géométriques sur les grains, on a  $l_R \ll R$  et  $d \ll R$  (figure 9.14).

Le contact entre grains est caractérisé par la fonction  $\delta(x)$  qui donne la distance moyenne entre deux grains à une distance  $x$  du point où une aspérité (de l'un ou de l'autre des grains) assure le contact. Pour deux surfaces à rugosité auto-affine (figure 9.15) qui se font face, en étant en moyenne parallèles l'une à l'autre, on peut écrire cette fonction sous la forme (Barabasi et Stanley 1995) :

$$\delta(x) = l_R f\left(\frac{x}{d}\right) \quad (9.32)$$

dans laquelle  $f\left(\frac{x}{d}\right) = \left(\frac{x}{d}\right)^\chi$  et où  $0 < \chi \leq 1$  lorsque  $x \ll d$  (la rugosité augmente avec  $x$ ), et  $f\left(\frac{x}{d}\right) = 1$ , lorsque  $x \gg d$  (la rugosité sature). Dans le cas de deux billes rugueuses, l'hypothèse de parallélisme en moyenne n'est acceptable que tant que la courbure ne fait pas sentir ses effets, soit pour  $x \leq \sqrt{l_R R}$  (figure 9.14). Au-delà, la distance entre grains est essentiellement déterminée par la courbure moyenne, la rugosité n'ayant pratiquement plus d'influence.

Dans la situation qui vient d'être décrite, Halsey et Levine distinguent trois régimes pour l'évolution de la force capillaire avec le volume  $V$  de liquide dans le contact (figure 9.16).

#### Le régime d'aspérité

Pour les très petites valeurs de  $V$ , la force capillaire est dominée par l'accumulation de liquide autour d'une seule ou de quelques aspérités. Ce régime se poursuit jusqu'à ce que le volume rempli de liquide s'étende latéralement sur une distance supérieure à  $d$ . Le volume liquide est alors de l'ordre de  $V_1 \approx l_R d^2$

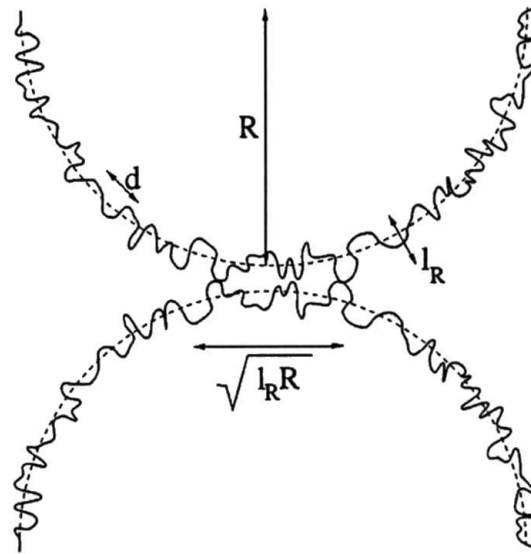


FIG. 9.14 – Illustration du contact entre deux particules sphériques et rugueuses de rayon  $R$ . L'échelle des fluctuations de hauteur par rapport à la surface moyenne est  $l_R$ . Ces fluctuations sont corrélées sur une distance  $d$ . La taille latérale de la zone de contact dans laquelle la courbure macroscopique n'est pas apparente est  $\sim \sqrt{l_R R}$  (Halsey et Levine 1998)

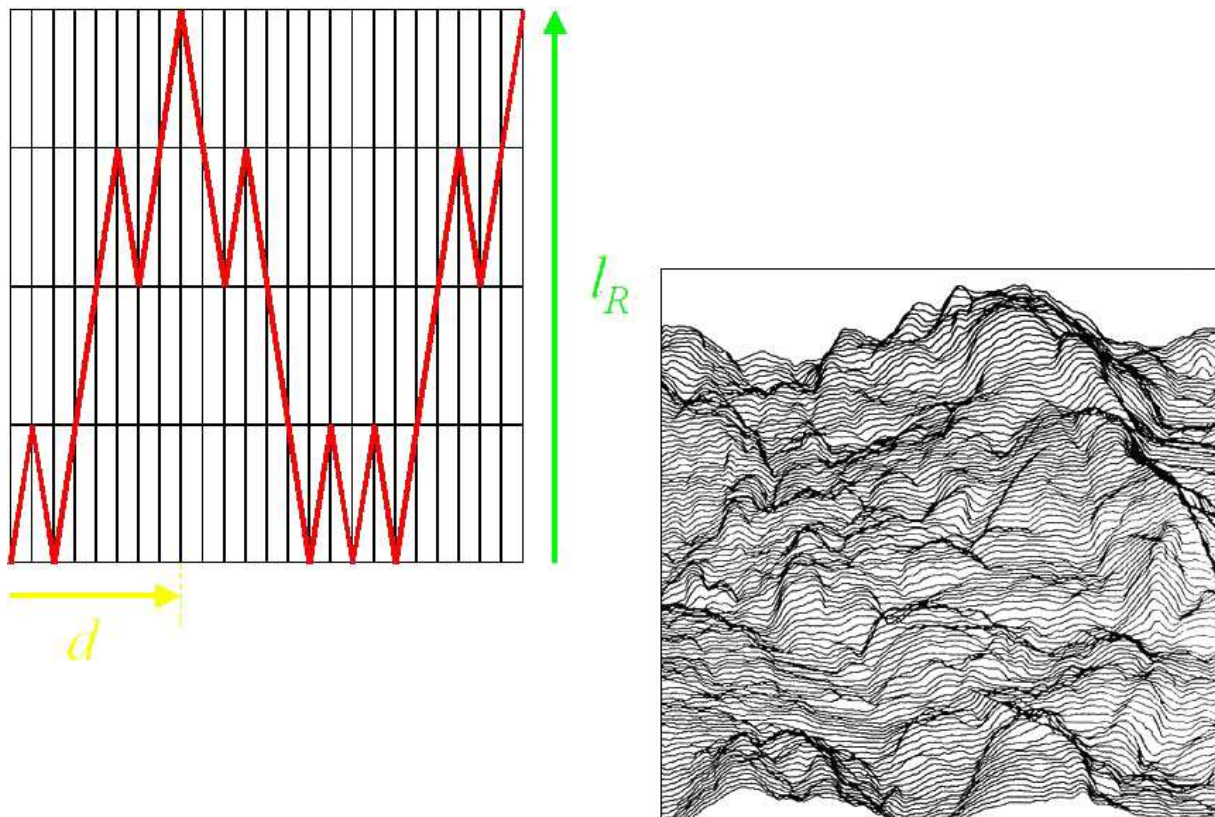


FIG. 9.15 – Description d'un profil auto-affine

un profil auto-affine est un profil tel qu'une transformation  $x \rightarrow \lambda x$  en abscisse conduit, en moyenne, à une transformation  $y \rightarrow \lambda^H y$  en ordonnée, avec  $0 \leq H \leq 1$ .  $H$  est appelé exposant de Hurst, ou de rugosité. Une manière simple de réaliser un profil auto-affine est de déchirer une feuille de papier ou de tremper un buvard dans de l'encre. On obtient un profil avec  $H$  approximativement égal à 0,85

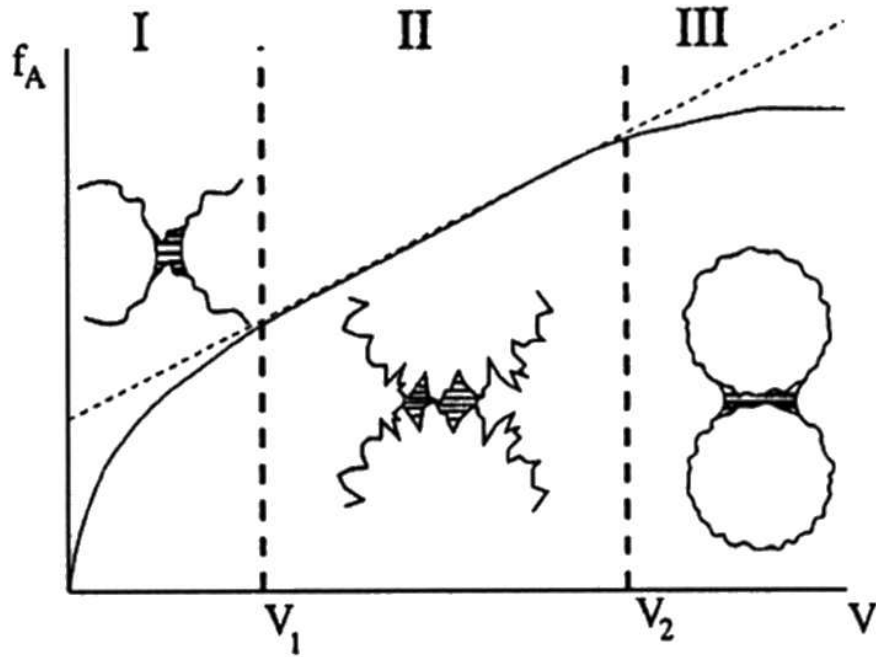


FIG. 9.16 – Evolution de la force de cohésion capillaire (notée  $f_A$  sur la figure) entre deux sphères rugueuses, en fonction du volume de liquide dans le contact

On peut distinguer trois régimes : le régime d'aspérité (I), le régime de rugosité (II) et, finalement, le régime sphérique (III) d'après Hasley *et al.*

(en négligeant des préfacteurs du type  $\pi/4$ ). L'évolution du rayon de courbure du (des) ménisque(s) est sensible à la rugosité, mais pas encore à la courbure des grains. A un facteur d'angle de contact près, le rayon de courbure sera de l'ordre de la distance entre surfaces,  $\delta$ , au bords du pont liquide. La section  $A$  de ce pont liquide sera elle-même de l'ordre de  $A \approx \frac{V}{\delta}$ . En tenant compte de la forme de  $\delta$  pour les petites valeurs de  $x$ , on obtient l'expression approchée suivante pour la pression capillaire :

$$\Delta P_{lap} \approx \frac{\gamma_{LV}}{l_R} \left( \frac{V}{V_1} \right)^{-\chi/(2+\chi)} \quad (9.33)$$

En se limitant au terme de Haines (Force = Pression x Aire de la section), la force capillaire s'écrit alors :

$$F_{cap} \approx \frac{\gamma_{LV} V_1}{l_R^2} \left( \frac{V}{V_1} \right)^{(2-\chi)/(2+\chi)} \quad (9.34)$$

Pour  $\chi = 1$ , la force varie comme la racine cubique du volume du ponts liquide, ce qui est le résultat obtenu plus haut pour un assemblage cône-plan.

### Le régime de rugosité

C'est le régime dans lequel l'extension latérale du pont liquide dépasse la longueur de corrélation  $d$ . La rugosité n'augmente plus, mais le ménisque n'est toujours pas sensible à la courbure moyenne des billes. La distance moyenne entre grains est donc quasi-constante et égale à  $l_R$ . Ce régime couvre les volumes de liquides plus grands que  $V_1$ , mais plus petits que  $V_2 = l_R^2 R$ . La pression de Laplace est de l'ordre de  $\frac{\gamma_{LV}}{l_R}$  et la force capillaire prend la valeur :

$$F_{cap} \approx \frac{\gamma_{LV} V}{l_R^2} \quad (9.35)$$

pour  $V_1 < V < V_2$

La force de cohésion augmente donc linéairement avec le volume de liquide, comme dans les expériences de Hornbaker *et al.* (1997).

### Le régime sphérique

Finalement, lorsque l'extension latérale du pont liquide dépasse  $d$ , c'est la courbure des grains qui détermine la courbure du ménisque et on retrouve le résultat classique sous sa forme la plus simple :

$$F_{cap} \approx 2\pi R\gamma_{LV} \quad (9.36)$$

pour  $V > V_2 = l_R^2 R$ .

La force devient indépendante du volume de liquide.

### 9.2.3 Forces capillaires dans les argiles.

Le sable est l'archétype des matériaux qui doivent leur cohésion aux forces capillaires. L'action des forces capillaires n'est cependant pas l'apanage des particules grossières, au contraire même, puisque le rapport entre la force de cohésion capillaire de deux grains au contact et leur poids ira fortement croissant à mesure que la taille des grains diminue, quel que soit le régime dans lequel on se situe.

Une des premières questions qui se pose lorsque l'on cherche à modéliser les forces capillaires dans les argiles est le choix de la forme des particules et de la géométrie du contact. Il fait peu de doute que les particules élémentaires, d'épaisseur largement sub-micrométrique, sont plutôt de forme plaquettaire (kaolinites, illites), éventuellement fortement déformée, floconneuse ou même fibreuse (illites, chlorites, smectites) (Velde 1992; Meunier et Velde 2004). Malgré cela, l'usage d'un modèle sphérique ne perd pas totalement son sens car, selon l'histoire du matériau, ces particules anisotropes peuvent s'agglomérer et former des grains ou agrégats sphéroïdaux (figure 9.17). Ce sont ces agrégats que l'on isole en effectuant la séparation granulométrique d'un sol. On peut en première approximation les décrire comme des sphères poreuses et rugueuses, l'échelle de la rugosité,  $l_R$ , étant du même ordre de grandeur que la taille des plaquettes. L'évolution de la force capillaire au contact entre agrégats au sein d'un massif d'agrégats devrait donc a priori suivre la séquence des trois régimes évoqués au paragraphe 9.2.2.2 pour les sphères rugueuses pleines. La différence essentielle par rapport à des sphères pleines sera le volume total d'eau consommé puisque une grande partie de l'eau, dès le régime d'aspérité, sera piégée dans les assemblages « en coin » au sein des agrégats (figure 9.17). Le maximum de cohésion inter agrégats sera atteint lorsque l'on entrera dans le régime sphérique des agrégats. Les mesures de Sala et Tessier sur le tassement des matériaux argileux confirment ceci. Quelle que soit la contrainte mécanique appliquée, le volume apparent d'un massif d'agrégats de kaolinite ou de sol lessivé limoneux est minimal pour un potentiel chimique de l'eau correspondant, d'après la relation de Kelvin-Laplace, à des rayons de ménisques voisins de la taille des agrégats (Sala et Tessier 1993).

La similitude d'un contact en coin avec un contact cône plan laisse penser que la force capillaire entre plaquettes et entre agrégats dans le régime d'aspérité variera comme la racine cubique du volume de liquide dans le dièdre. L'angle d'ouverture entre plaquettes en contact devrait également intervenir (c'est la fonction  $g(\delta)$  du modèle d'Albert *et al.* (1997), décrit au paragraphe 9.2.2.1). La valeur moyenne de cet angle dépend essentiellement des forces de volume exclu et est donc une fonction directe de la densité du système. Plus la densité est élevée, plus les plaquettes auront tendance à s'aligner. Le cas limite est celui de deux plaquettes parallèles.



FIG. 9.17 – Exemple d'agrégat  
structure d'un agrégat de plaquettes, bloquées dans une architecture poreuse en château de cartes par les forces de frottement

### 9.2.3.1 Les forces de van der Waals

Au même titre que les forces capillaires, les forces de van der Waals sont des forces universellement actives au sein des matériaux divisés. Ce sont des forces de polarisation électronique. Elles peuvent faire intervenir des dipôles permanents ou des dipôles induits. La composante qui est réellement universelle est la force de dispersion de London. Elle naît parce que les fluctuations locales de polarisation dans une particule induisent, via la propagation d'une onde électromagnétique, une réponse corrélée dans l'autre. Contrairement à l'intuition, ces forces ne sont pas négligeables pour autant que l'on puisse rapprocher les objets à des distances de l'ordre du nanomètre ou moins. Leur théorie a été bien développée (Langbein 1974; Mahanty et Ninham 1976) et elles peuvent être calculées avec précision, pourvu que l'on connaisse la composition, la structure, la forme et la distance de séparation des objets

Les forces de van der Waals sont généralement exprimées en fonction d'un paramètre  $A$  appelé constante de Hamaker qui englobe toute la physique des interactions dipolaires entre les atomes des objets qui interagissent. Moyennant ceci, l'expression de l'énergie d'interaction ou de la force prend généralement une forme très simple dans laquelle les seuls paramètres supplémentaires sont ceux qui caractérisent la forme des objets et leur distance de séparation.

Par exemple, pour deux sphères identiques de rayon  $R$  à une distance  $D$  l'une de l'autre, dans le vide, la force d'adhésion s'écrit (Israelachvili 1992) :

$$F_A = \frac{A}{12} \frac{R}{D^2} \quad (9.37)$$

Pour deux objets semi-infinis à surface plane à une distance  $D$  l'un de l'autre, dans le vide, la force d'adhésion par unité de surface (la pression d'adhésion) s'écrit :

$$P_A = \frac{A}{6\pi} \frac{1}{D^3} \quad (9.38)$$

Pour deux plaquettes d'épaisseur  $t$ , parallèles l'une à l'autre :

$$P_A = -\frac{A}{6\pi} \left( \frac{1}{D^3} + \frac{1}{(D+2t)^3} - \frac{2}{(D+t)^3} \right) \quad (9.39)$$

La valeur de la constante de Hamaker dépend non seulement de la constitution des particules qui interagissent, mais aussi du milieu dans lequel elles baignent. Elle implique tout le spectre des fréquences de relaxation diélectrique des matériaux, y compris les fréquences optiques (et donc, l'indice de réfraction). Pour un milieu 1 en interaction avec un milieu 2 à travers un milieu 3, la constante de Hamaker s'écrit, en toute généralité (Israelachvili 1992) :

$$A \approx \frac{3}{4}k_B T \left( \frac{\varepsilon_1 - \varepsilon_3}{\varepsilon_1 + \varepsilon_3} \right) \left( \frac{\varepsilon_2 - \varepsilon_3}{\varepsilon_2 + \varepsilon_3} \right) + \frac{3h}{4\pi} \int_1^\infty \left( \frac{\varepsilon_1(iv) - \varepsilon_3(iv)}{\varepsilon_1(iv) + \varepsilon_3(iv)} \right) \left( \frac{\varepsilon_2(iv) - \varepsilon_3(iv)}{\varepsilon_2(iv) + \varepsilon_3(iv)} \right) dv \quad (9.40)$$

où  $k_B$  est la constante de Boltzmann,  $T$  la température et  $h$  la constante de Planck.  $\varepsilon_1, \varepsilon_2$  et  $\varepsilon_3$  sont les constantes diélectriques statiques des trois milieux, les  $\varepsilon(iv)$  sont les  $\varepsilon$  à des fréquences imaginaires et  $v_n = (\frac{2\pi k_B T}{h})n$ .

La constante de Hamaker pour deux plaquettes de mica dans l'eau, déterminée expérimentalement, vaut  $2,2 \times 10^{-20}$  J. La même valeur s'applique à la montmorillonite. Pour la kaolinite, elle est de  $3,1 \times 10^{-20}$  J. C'est un ordre de grandeur assez typique pour les minéraux silicatés (Bergström 1997).

Il est intéressant de calculer l'ordre de grandeur des forces de van der Waals dans quelques situations envisageables dans un échantillon de terre. Soient deux particules en contact. « En contact » signifie que  $D$ , la distance séparant les centres des atomes en contact, vaut environ 0,2 nm. Pour deux grains de sable de 0,5 mm de rayon, qui seraient parfaitement sphériques et en contact dans de l'air sec, la force d'adhésion s'élèverait à 3 mg environ. C'est une valeur faible, mais elle est supérieure au poids d'un grain ( $\sim 1$ mg)! Pourquoi le sable sec n'est-il donc pas aussi solide que du béton? Une fois de plus, c'est la rugosité qu'il faut invoquer. C'est elle qui gêne l'approche et qui, compte tenu de la décroissance en  $1/D^2$  de la force, la réduit à peu de choses, même avec des rugosités de quelques nanomètres.

D'autre part, deux plaquettes de kaolin, en contact parfait sur toute leur surface, seraient plaquées l'une contre l'autre avec une pression de l'ordre de 1.000 atmosphères! Mais à 1 nm, cette pression serait déjà plus de cent fois plus faible. Et à 10 nm, elle ne serait plus que de  $10^{-2}$  atmosphères, ce qui est malgré tout non négligeable.

La conclusion que l'on peut tirer de ces évaluations est que les forces de van der Waals peuvent très probablement contribuer à former des assemblages localisés très cohésifs, lorsque le contact est bon, mais que leur effondrement rapide avec la distance de séparation et leur sensibilité aux défauts de contact rend la continuité de tels assemblages à travers tout un massif de particules très peu probable. Pour terminer, notons qu'un ménisque air/eau de 5 nm de rayon entre des plaquettes parallèles à 10 nm l'une de l'autre (ce qui correspond à un film d'eau d'environ soixante molécules d'épaisseur) générerait encore une pression de cohésion de 300 atmosphères, très nettement supérieure à la pression de van der Waals à cette distance.

### 9.2.3.2 Un cas d'école

Peut-on, à la lumière de l'analyse qui précède, évaluer ne fût-ce que l'ordre de grandeur des contributions capillaires et de van der Waals à la cohésion de notre matériau modèle? La première étape consiste à identifier les configurations significatives. Comme nous l'avons vu au chapitre 6, les clichés de MEB permettent d'identifier, en dehors des situations de simple enrobage des grains de sable par la kaolinite, des ponts argileux (figure 6.9 et 6.11 du même chapitre). Ces ponts sont très vraisemblablement les « liens » qui assurent la cohésion de l'ensemble. Ils ont eux-mêmes la forme d'un ménisque, ce qui indique qu'ils sont les vestiges figés des ponts de boue ou du moins d'argile plastique qui se sont formés lors de la préparation du matériau.

Au sein de ces ponts, l'orientation des plaquettes de kaolinite, ne semble pas totalement aléatoire. Néanmoins, le contact entre plaquettes reste un contact « en coin » (même si l'angle est très faible).

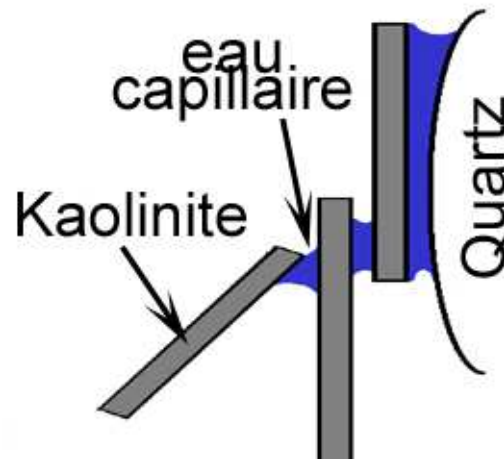


FIG. 9.18 – Schéma illustrant un zoom à l'interface argile / grain de sable repris de la figure 3.1 (chapitre 3)

Tenir explicitement compte de la distribution angulaire des plaquettes, comme illustré dans la figure 9.18, nous semble un objectif irréaliste dans l'état actuel des choses. En revanche, tenir explicitement compte du fait que les aires de contact sont très faibles est du domaine du possible. Le modèle que nous avons choisi est inspiré de celui proposé par Van Damme *et al.* (1985) (figure 9.19). Il consiste à modéliser les amas de plaquettes sous la forme d'empilements de plaquettes parallèles les unes aux autres, mais décalées latéralement. La distribution de désordre latéral génère toute une distribution de distances interplaquettaires, multiples d'une distance de base, celle entre plaquettes en situation de premier voisin (figure 9.19). Ce sont les zones où les plaquettes sont en situation de premiers voisins qui contribueront le plus à la cohésion interne des ponts argileux.

Le choix important suivant dans la construction du modèle est celui de la distance de base. Une option raisonnable consiste à choisir le rayon de Kelvin correspondant à l'humidité relative dans laquelle sont conservés les échantillons (60%HR). Dans ces conditions,  $r_k \cong 2nm$  et la pression de Laplace correspondante s'élève à  $7 * 10^7 Pa$ .

D'autre part, selon Fripiat et Setton (1987) qui utilisèrent le même modèle que nous pour décrire le désordre d'un sédiment de kaolinite, la fraction de la surface des plaquettes qui est situation de contiguïté avec une voisine est de l'ordre de 1% (ce qui correspond bien à la dominance des contacts « en coin »).

Pour calculer la cohésion du matériau terre modèle, il ne reste plus alors qu'à évaluer, dans le cadre de la « gorge approximation » (section équatoriale) par exemple, la section du ménisque argileux. Soit  $sR$ , où  $R$  est le rayon moyen des grains de sable (soit  $150 \mu m$ ) et  $0 \leq s \leq 1$ , un paramètre d'ajustement permettant de calculer la section efficace de ces ménisques. En utilisant la relation 9.12, on obtient alors les valeurs suivantes pour la cohésion capillaire du matériau :

s	C (kPa)
0,1	15
0,2	60
0,3	135
0,4	240

D'autre part, la pression d'adhésion de van der Waals avec une constante de Hamaker de  $3 * 10^{-20} J$  et une distance interplaquettaire de 2 nm est de  $2 * 10^5 Pa$  environ, soit 350 fois moins que la pression capillaire. On peut donc considérer quelle contribue pour une quantité négligeable à la cohésion globale



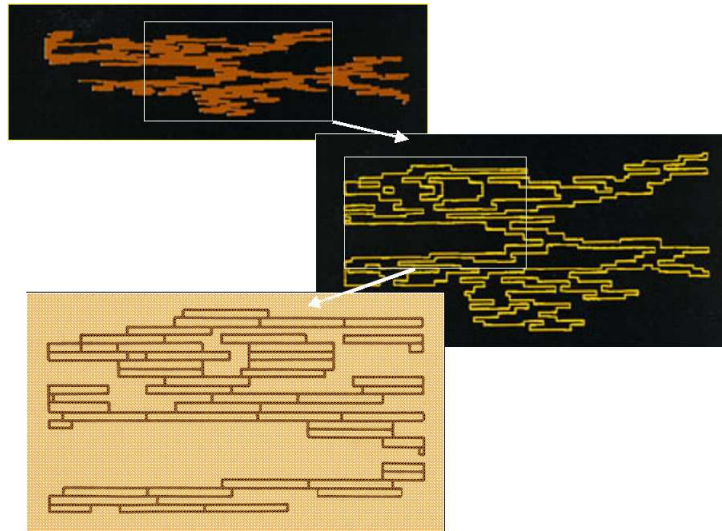


FIG. 9.19 – Un modèle d'empilement des plaquettes d'argile

le désordre latéral d'empilement rend compte de la faible aire de contact entre plaquettes. Dans l'exemple choisi, l'aire moyenne de contact entre deux plaquettes voisines est de 0,5 par rapport à l'aire totale d'une face. Pour la commodité du dessin, les plaquettes voisines ont été représentées en contact direct alors que dans la situation que nous décrivons, elles sont séparées par un film d'eau d'épaisseur égale au rayon de Kelvin à l'humidité relative de l'expérience.

et les valeurs de cohésion tabulées dans le tableau ci-dessus sont, à peu de choses près, les valeurs totales auxquelles on peut s'attendre.

La comparaison avec les valeurs de cohésion mesurées expérimentalement (chapitre 5) montre que l'accord est qualitativement ou même semi-quantitativement satisfaisant. La cohésion de notre matériau, dans les conditions où nous l'avons étudié, est donc essentiellement due aux forces capillaires.

## Conclusion - Partie 3

Cette partie a eu pour but d'essayer d'exprimer la cohésion par une description approfondie des essais traxiaux (cohésion de Mohr-Coulomb), par un couplage d'essais se rapportant en partie au traitement d'images (aspect microstructural des échantillons) et, enfin, par un calcul théorique de la cohésion tenant compte de l'ensemble des forces interparticulaires.

Tout en confortant l'idée qu'il existait un "seuil" à 15% masique d'argile, l'expression de la cohésion en isodéformation a aussi été dans ce sens. la cohésion est ainsi mobilisée plus tardivement et avec une amplitude plus grande. Les essais mécaniques associés aux mesures indirectes (jauges de déformation et capteurs acoustiques) en avait donné un aperçu, l'isodéformation l'a confirmée appuyé par le parmaètre Kfc.

La réalisation des essais de porosimétrie mercure couplé au modèle XDQ ont confirmé ce que le traitement d'image avait pu cerner. L'existence d'une double porosité (matrice argileuse et macropores) était évidente. Par contre, le fait que celle-ci pourrait être un facteur de fragilisation du matériau l'était moins. Cela est d'autant plus remarquable que sur ce seul critère de porosité, le modèle d'empilement RENE-LCPC exprime de nouveau cet optimum pour host15ka. De même, les vitesses ultrasoniques (résultantes de la structures du milieu modèle) abondent dans ce sens.

Enfin, l'expression d'une cohésion semi-quantitative nous donne un ordre de grandeur de la cohésion qui est en accord avec les valeurs obtenues par essai mécanique. Il faut pourtant rappeler que ce calcul résulte d'un ensemble de postulats forcément réducteurs. Néanmoins, ces derniers sont admis dans la littérature et ils ont déjà fait l'objet de confrontation avec l'expérimentation. Il apparaît de plus que les forces de Van der Waals sont donc minoritaires et que l'ensemble de la cohésion est ici du à des forces capillaires.



## Chapitre 10

# Conclusion générale

“L’identification et la caractérisation de la cohésion interne du matériau terre dans ses conditions naturelles de conservation” était l’objet de ces travaux. La littérature spécifique à ce matériau a montré qu’empiriquement le liant (la cohésion ?) était l’argile contenue. Construire en terre n’apporte pas de difficultés majeures. La pérennité des ouvrages modernes n’est pas démontrée et pourtant la connaissance des forces qui gouvernent ce matériau est inconnue. Néanmoins, il n’a jamais été demandé à un artisan de savoir comment son matériau tenait. Il saura pourtant comment faire pour l’adapter aux conditions environnementales et c’est là que tout son savoir-faire entre en jeu.

Cependant, la conservation des monuments anciens pose un tout autre problème. Ceux-ci ont enregistré depuis leur construction les infimes variations de leur milieu (modification de l’environnement climatique, lessivage éventuel du matériau original, cycle(s) d’occupation humaine...). Pour reprendre un exemple cité en avant-propos, la cité d’Arg-e-Bam en Iran a subi le séisme du 26 décembre 2003. Cette cité prospère dont l’origine remonte au 6<sup>ème</sup> siècle avant JC, fut construite sur la route de la soie et du coton et servait de zone d’échange pour les marchands. Elle fut bâtie sur une oasis essentiellement créée par une gestion des eaux souterraines. De part la richesse de son patrimoine, elle a déjà subi des travaux de restauration. Il est intéressant de constater que lors de ce séisme, cette cité désormais inhabitée a été entièrement détruite (en s’écroulant comme un château de sable trop sec !) alors que les murs autour servant encore aux populations locales pour délimiter leur parcelle de terrain n’ont été que peu affectés par ce tremblement de terre. La question est donc de savoir qu’est-ce qui fait que ce monument ait pu perdre autant de sa cohésion. Et, donc, qu’est-ce que la cohésion ?

### Synthèse des résultats

Apporter une réponse claire sur : qu’est-ce que la cohésion interne ? n’est donc pas si triviale. Il a été montré que les précédents écrits sur le matériau terre n’abordaient pas celui-ci sous cet angle soit parce que :

- les auteurs s’intéressent à la conservation d’un monument sans avoir une approche fine du matériau sur lequel ils travaillent ;
- les auteurs cherchent à produire de nouvelles techniques constructives.

La caractérisation de cette cohésion passe donc par des ouvrages transverses et par un champ d’investigation pluri-disciplinaire : mécanique des sols, traitement d’images, physico-chimie des argiles. Chaque discipline a donc été abordée en essayant de ne pas les individualiser mais plutôt en essayant de comprendre ce que chacune pourrait apporter aux autres.

Le niveau d'analyses de ces dernières se trouve sur différents plans : de l'échelle macroscopique à microscopique ; de l'expression d'une cohésion globale à l'expression d'une cohésion inter-cristalite. Leur couplage est donc nécessaire.

La création d'un milieu modèle est aussi devenue indispensable afin : de pallier aux problèmes de caractérisation ; d'avoir un matériau reproductible, simple et ne pouvant laisser de doutes sur d'éventuels phénomènes non maîtrisables (problème de gonflement / retrait, problème des interactions phase liquide / argile...)

Les essais de cisaillement direct sur ce milieu ont tout d'abord montré que la kaolinite facilitait les frottements. De même, la réponse de l'échantillon à une contrainte cisailante arbitraire était que celui-ci n'était affecté que dans ce plan et sur quelques millimètres.

Les essais triaxiaux et les compressions simples (qui ne sont que des essais triaxiaux à une pression de confinement de 0kPa) ont permis l'élaboration d'une loi de comportement : le dosage à 15% massique de kaolinite est optimum tant d'un point de vu de l'expression de sa cohésion (au sens de Mohr-Coulomb) que de sa résistance en compression simple. La contrainte à la rupture aux essais triaxiaux augmente avec le dosage en argile mais le développement de la phase élastique met en évidence qu'une fois de plus host15ka à une meilleure réponse. Cela signifie en accord notamment avec les calculs en iso-déformation que sa cohésion est supérieure aux autres dosages. La réponse d'un échantillon à une sollicitation mécanique peut se subdiviser en deux réponses :

1. la force de cohésion, prédominante aux faibles déformations jusqu'à ce que les forces de cisaillement soient suffisantes pour la rompre ("élasticité" de l'échantillon) ;
2. les frottements, prédominants ensuite.

Ces deux réponses se chevauchent un certain temps, pendant la phase de micro-fissurations et jusqu'à la rupture. De ce simple postulat, il est possible de penser que la force de cohésion<sup>1</sup> est directement en adéquation avec la structure du squelette solide et les interactions entre les différentes phases. Ce constat est banal mais il a le mérite de mettre en avant les liens qui existent entre mécanique et microstructure. Il est forcément impossible de dissocier les deux et les expérimentations de mesures acoustiques ou de propagation d'ondes ultrasoniques ne viennent que conforter ce fait.

Il était pourtant indispensable de les réaliser car les erreurs sur les essais mécaniques peuvent être considérables (10% constatées sur les essais triaxiaux). De plus, il a été constaté que nos milieux modèles étaient souvent hétérogènes (d'un échantillon à l'autre pour un même dosage en argile et au sein d'un même échantillon). Pourtant, les valeurs moyennes de l'ensemble des résultats expérimentaux vont tous dans le même sens !

De nouvelles questions ont alors été soulevées. Comment cette loi de comportement pouvait être extrapolée à la microstructure ? Comment la cohésion macroscopique était identifiable au niveau microscopique ?

Les analyses d'images ont en partie permis de répondre à ces nouvelles interrogations.

Tout d'abord, la réorientation des plaquettes d'argile pendant la phase de mise en équilibre avec l'atmosphère des échantillons entraînait forcément :

- une fermeture de la porosité de la kaolinite ;
- une adhésion entre les kaolinites et même si elle n'est que capillaire, plus forte.

Sur les matériaux de référence, les rapports surfaciques quartz / argile ont montré que l'augmentation des teneurs massiques en kaolinite permettait à cette dernière de devenir prépondérante sur la phase sableuse. De même la macroporosité tend à disparaître et se retrouve piégée dans la phase argileuse. L'inter-connectivité de ces macropores est alors caduque. Nos milieux modèles sont donc composés d'une

<sup>1</sup>il faut rappeler que cette expression de la force de cohésion au sens de Mohr-Coulomb intègre dans sa définition tous les critères "cohésifs" sans pouvoir les discerner les uns des autres.

double porosité. Le rapport entre ces deux porosités tend à s'équilibrer pour 15% massique d'argile (environ 25% de part et d'autre) alors qu'il est franchement déséquilibré pour les autres dosages.

Il faut donc supposer que la structure du milieu modèle conditionne effectivement la cohésion micro-structurale et passe par un optimum d'arrangement : rapport des phases quartz / argile / macropores. Cet optimum est forcément fonction de plusieurs paramètres : les types de constituants, la façon de fabriquer l'échantillon, le fluide utilisé dans cette fabrication, le séchage ( $T^\circ$  et %HR).

Enfin, il a été montré que sur nos matériaux, l'essentielle des forces de cohésion est d'origine capillaires. Cette donnée pouvait être anticipée au vu des matériaux qui ont servi à la fabrication de notre milieu modèle. Les forces électro-chimiques qui peuvent avoir cours notamment de la part de la kaolinite sont peu importantes. Cependant, la "théorie" nous a permis de dégager toute ambiguïté à ce sujet.

Une chose importante ne transparait pas forcément quand la cohésion est évoquée dans ces travaux. Le milieu modèle a été définie comme un matériau non-saturé. Il reste effectivement peu d'eau dans ce dernier mais toute la différence est là : entre pas d'eau et peu d'eau, entre un château de sable sec (couramment appelé un tas de sable) et un château de sable avec juste ce qu'il faut d'eau (parfois qualifié d'oeuvre d'art éphémère). Il est clair que le "trop d'eau" nuit considérablement aux constructions en terre<sup>2</sup>, le château redevient plage. Néanmoins, il est aussi clair que l'absence d'eau empêche à la cohésion de s'exprimer.

De plus, le temps de réponse du matériau à ces deux processus antinomiques n'est pas forcément perçu de la même façon. Le "trop d'eau" est souvent associé (et donc étudié) à des événements extrêmes de grande amplitude (remontée importante de nappe phréatique, crue de rivière...). Les conséquences sont donc visibles rapidement. Le "pas d'eau" est souvent une conséquence d'un changement (voir de cycles de changement) d'environnement climatique qui impose une mise en équilibre du monument avec l'atmosphère (pour rappel, nos échantillons de 125cm<sup>3</sup> ont un temps de réponse d'un peu plus d'une semaine). Les "mouvements" intrinsèques du matériau sont donc invisibles mais pourtant manifestes et irrémédiables. La cohésion n'en sera que modifiée et si ces conditions climatiques deviennent trop sèches, il n'y aura plus de cohésion. Cela est d'autant plus vrai que sur nos matériaux, ceux sont les forces capillaires qui dominent.

## Perspectives

Au vu de ces travaux, il semble que "l'identification et la caractérisation de la cohésion interne du matériau terre" du point de vue d'une science fondamentale de ces matériaux n'en est qu'à ces premiers pas.

Cette étude a porté consciemment sur un milieu modèle simple et loin de la réalité des constructions anciennes. Cette caractérisation de la cohésion mérite donc des approfondissements tant d'un point de vue de l'expérimentale que de ces applications vers la conservation. Il est encore difficile de répondre à la demande des conservateurs qui veulent savoir pourquoi leur matériau s'écroule. Cependant, cette ébauche permet déjà de comprendre en partie pourquoi ce dernier a réussi à tenir.

Les perspectives à ces travaux sont donc de trois ordres.

Premièrement, d'un point de vue expérimental, il serait intéressant de passer à des milieux plus complexes (argile gonflante de type montmorillonite, variation de la granulométrie du sable...). Et, de la même manière, il serait possible de donner une valeur de cohésion semi-quantitative par une approche numérique. En effet, la présence d'argile plus "complexe" va modifier les postulats choisis initialement.

<sup>2</sup>les travaux sur la perte de cohésion du matériau terre réalisés par la GCI dans le cadre du projet TERRA l'ont clairement démontrée

Il faudrait désormais tenir compte de forces supplémentaires (adhésives ou répulsives) en introduisant notamment les théories de doubles couches.

Deuxièmement, la description du milieu modèle (et des lois de comportement associées) devrait faire l'objet d'une numérisation de type éléments discrets. Cela permettrait notamment de multiplier les expérimentations numériques et de comprendre peut-être plus finement le jeu des grains entre eux. En supposant que ce type de modèle puisse reproduire nos comportements, il est envisageable alors de tester d'autres paramètres et de se passer du côté expérimental qui reste difficile à mettre en place.

Troisièmement, il est important de pouvoir appliquer cette "science" à la conservation. Cela passe évidemment par la description fine du monument mais aussi par une connaissance accrue de son milieu (conditions climatiques passées et actuelles, pression anthropique...). L'enjeu est aussi de pouvoir s'associer à ce monde de la conservation et d'essayer d'apporter à leur regard une nouvelle approche.

En conclusion finale, un nouveau système constructif en terre met en avant un matériau en tout point semblable aux nôtres (la différence résidant seulement dans la taille des "grains de sables") où l'on retrouve nos figures (ponts argileux, enrobage des grains par l'argile) et une certaine cohésion puisqu'il sert à la conception d'habitat léger. Il est ainsi étonnant de retrouver notre milieu modèle, qui ne devait pas être si loin de la réalité, dans une approche purement architecturale ou encore une fois la connaissance de ce qui assure la cohésion est inconnue.



J.M. Le Tiec  
CRATerre-EAG





# Références

- Albert, R., I. Albert, D. Hornbaker, P. Schiffer et A. L. Barabasi** (1997). Maximum angle of stability in wet and dry spherical granular media. *Phys. Rev. E* **56**, pp. R6271–R6274.
- Alva, A., P. Doat, H. Guillaud, H. Houben, T. Joffroy, P. Odul, J.-M. Teutonico et M. Trappeniers** (1990). Craterre-eag, icrom long-term plan for the preservation of the earthen architectural heritage : the gaña project. In *6th International Conference on the Conservation of Earthen Architecture - Adobe 90 Preprints*, Las Cruces - New Mexico - USA, pp. 461–467. the Getty Conservation Institute.
- Attou, F.** (1996). *Etude expérimentale d'assemblage squelette-argile. Apport à la compréhension du comportement physique des sols*. Ph. D. thesis, Université d'Orléans et INRA.
- Barabasi, A. L. et H. E. Stanley** (1995). *fractal concepts in surface growth*. New-York : Cambridge University Press.
- Bardet, J. P.** (1997). *Experimental soil mechanics*. Prentice hall.
- Bergström, L.** (1997). Hamaker constants of inorganic materials. *Adv. Colloid Interface Sci.* **70**, pp. 125–169.
- Bocquet, L., E. Charlaix, S. Ciliberto et J. Crassous** (1998). Moisture-induced ageing in granular media and the kinetics of capillary condensation. *Nature* **396**, pp. 735–737.
- Bouchet, A., A. Meunier et P. Sardini** (2000). *Minéraux argileux : structure cristalline, identification par diffraction de rayons X*, Volume 23. Bull. Centre Rech. Elf Explor. Prod.
- Bowden, F. et D. Tabor** (1950). *The friction and lubrication of solids*. Oxford : Clarendon Press.
- Coffman, R., N. Agnew, G. Austin et E. Doehne** (1990). Adobe mineralogy : Characterisation of adobes from around the world. In *6th international conference on the conservation of earthen architecture*, Las Cruces, New Mexico, U.S.A., pp. 424–429.
- Collins, K. et A. McGown** (1974). The form and function of microfabric features in a variety of natural soils. *Géotechnique* **24**(2), pp. 233–254.
- Coster, M. et J. L. Chermant** (1989). *Précis d'analyse d'images*. Presse du CNRS.
- Coussy, O. et J.-M. Fleureau** (2002). *Mécanique des sols non saturés*. Géomatériaux.
- CRATerre (Ed.) (2004). *Larabanga*. Ghana museums and monuments board.
- Dassler, L.** (1990). Nineteenth century new york state earthen homes : An investigation of their material composition. In *6th international conference on the conservation of earthen architecture*, Las Cruces, New Mexico, U.S.A., pp. 430–437.
- Dixon, J. B. et S. B. Weed (Eds.) (1989). *Minerals in soil environments* (2nd ed.). Soil Science Society of America.
- Dudoignon, P., D. Gelard et S. Sammartino** (2004). Cam-clay and hydraulic conductivity diagram relations in consolidated and sheared clay-matrices. *Clay Minerals* **39**(3), pp. 267–279.
- Dudoignon, P. et A. Pantet** (1998). Measurement and cartography of clay matrix orientations by image analysis and grey level diagram decomposition. *Clay Minerals* **33**, pp. 629–642.

- Eremenko, V., Y. Naidich et I. Iavrimenko (1970). *Liquid phase sintering*. New-York : Consultants Bureau.
- Fisher, L. R. et J. N. Israelachvili (1981). Direct measurement of the effect of meniscus forces on adhesion : a study of the applicability of macroscopic thermodynamics to microscopic liquid interfaces. *Coll. and Surf.* **3**, pp. 303–319.
- Fisher, R. A. (1926). On the capillary forces in an ideal soil. *J. Agric. Sci.* **16**, pp. 492–505.
- Flavigny, E., J. Desrues et B. Palayer (1990). Le sable d'hostun "rf". *Revue française de géotechnique* **53**, pp. 67–70.
- Fontaine, L. (2004). Cohésion et comportement mécanique de la terre comme matériau de construction. Technical report, INSA Lyon - Laboratoire GEMPPM.
- Fraysse, N., H. Thomé et L. Petit (1999). Humidity effects on the stability of a sandpile. *Eur. Phys. J. B.* **11**(4), pp. 615–619.
- Fripiat, J. J. et R. Setton (1987). Cohesion energy in anisotropic particles aqueous slurries. *Journal of Applied Physics* **65**(5), pp. 1811–1815.
- Gerschel, A. (1995). Liaisons intermoléculaires. Paris : Interéditions - CNRS Editions.
- Gueguen, Y. et V. Palciauskas (1992). *Introduction à la Physique des Roches*. Hermann.
- Guyon, E. et J. P. Troadec (1994). *Du sac de billes au tas de sable*. Paris : Odile Jacob.
- Haines, W. B. (1925). A note on the cohesion developed by capillary forces in an ideal soil. *J. Agric. sci.* **15**, pp. 529–543.
- Halsey, T. C. et A. J. Levine (1998). How sandcastles fall. *Phys. Rev. Lett.* **80**, pp. 3141–3144.
- Hartzler, R. (1996). *Acrylic-modified earthen mortar : a program of investigation and laboratory research into acrylic-modified earthen mortar used at three prehistoric pueblo sites*. Intermountain field area - intermountain cultural resource center No. 61.
- Hinckley, D. N. (1963). Variability in crystallinity values among the kaolin deposits of the coastal plain in georgia and south carolina. *Clay and Clay minerals* **11**, pp. 229–235.
- Hornbaker, D. J., R. Albert, I. Albert, A. L. Barabasi et P. Schiffer (1997). What keeps sandcastles standing. In *Nature*, Volume 387, pp. 765.
- Horseman, S. T., J. J. W. Higgo, J. Alexander et J. F. Harrington (1996). Water, gas and solute movement through argillaceous media. Technical report, Rapport Nuclear Energy Agency OECD.
- Houben, H. et H. Guillaud (1995). *Traité de construction en terre* (2 ed.). Parenthèses.
- Hoxha, D. et F. Homand (2000). Microstructural approach in damage modeling. *Mechanics of Materials* **32**, pp. 377–387.
- Hoxha, D. et F. Homand (2002). Modélisation microstructurale de l'endommagement du granite de la vienne. In *Revue française de génie civil*, pp. 75–88.
- Israelachvili, J. N. (1992). *Intermolecular and surface forces*. London : Academic Press.
- Kaiser, J. (1950). *Untersuchungen über das auftreten von Geräuschen beim Zugversuch*. Ph. D. thesis.
- Langbein, D. (1974). *Theory of the Van der Waals attraction*. Berlin : Springer tracts in modern physics - Springer.
- Laurent, J.-P. (1986). *Contribution à la caractérisation thermique des milieux poreux granulaires : optimisation d'outils de mesure "in-situ" des paramètres thermiques. Application à l'étude des propriétés thermiques du matériau terre*. Ph. D. thesis, Institut National Polytechnique de Grenoble.
- Levitz, P. (1998). Three dimensional reconstruction of porous media. *Adv. Colloid Interface Sci.* **76**, pp. 71–91.
- Liétard, O. (1977). *Contribution à l'étude des propriétés physicochimiques, cristallographiques et morphologiques des kaolins*. Ph. D. thesis, Université de Nancy-France.

- Mahanty, J. et B. W. Ninham** (1976). *Dispersion forces*. London : Academic Press.
- Melrose, J. C.** (1966). Model calculations for capillary condensation. *A.I.Ch.E.J.* **12**, pp. 986–994.
- Meunier, A. et B. Velde** (2004). *Illite*. Berlin : Springer.
- Nederman, R. M.** (1992). *Statics and kinematics of granular materials*. New-York : Cambridge University Press.
- NFP94-0502T1** (1995). Reconnaissance et essais - détermination de la teneur en eau pondérale des matériaux - méthode par étuvage. In AFNOR (Ed.), *Géotechnique*.
- NFP94-0512T1** (1993). Reconnaissance et essai - détermination des limites d'atterberg - limite de liquidité à la coupelle - limite de plasticité au rouleau. In AFNOR (Ed.), *Géotechnique*.
- NFP94-071-1-2** (1994). Essai de cisaillement rectiligne à la boîte-partie 1 et 2. In AFNOR (Ed.), *Géotechnique*.
- Olivier, M.** (1994). *Le matériau terre : compactage, comportement, application aux structures en blocs de terre*. Ph. D. thesis, institut national des sciences appliquées.
- Olivier, M. et A. Mesbah** (1986). Le matériau terre - l'essai de compactage statique pour la fabrication de briques de terre crue compressées. *Bulletin des Laboratoires des Ponts et Chaussées* **146**, pp. 37–43.
- Ordaz, J., F. J. Alonso et R. M. Esbert** (1990). Caracterización física de adobes de castilla-leon (españa). In *6th international conference on the conservation of earthen architecture*, Las Cruces, New Mexico, U.S.A., pp. 438–442.
- Orr, F. M., L. E. Scriven et A. P. Rivas** (1975). Pendular rings between solids : meniscus properties and capillary forces. *J. Fluid Mech.* **67**, pp. 723–742.
- Pellenq, R., A. Delville et H. VanDamme** (1997). *Cohesive and swelling behaviour or charged interfaces : a (NVT) monte-carlo study.*, Volume 4 de *Characterisation of porous solids*. Cambridge.
- Pitois, O.** (1999). *Assemblés de grains lubrifiés : élaboration d'un modèle expérimental et d'une loi de contact*. Ph. D. thesis.
- P'Kla, A.** (2002). *Caractérisation en compression simple des blocs de terre comprimée (BTC) : application aux maçonneries "BTC-mortier de terre"*. Ph. D. thesis, INSA.
- Plançon, A., R. F. G. Jr, R. Snyder, V. A. Drits et A. S. Bookin** (1989). Stacking faults in the kaolin-group minerals : defect structures of kaolinite. *Clays and Clay Minerals* **37**(3), pp. 203–210.
- Plançon, A. et C. Tchoubar** (1977). Détermination of structural defects in phyllosilicates by x-ray powder diffraction - ii. nature and proportion of defects in natural kaolinites. *Clay and Clay minerals* **25**, pp. 436–450.
- Princen, H. M.** (1968). *J. Coll. Interf. Sci.* **26**, pp. 249.
- Projet-Prema-Benin-I (Ed.) (1996). *Palais royaux d'Abomey - Circonstances et processus de dégradation*, Volume 1.
- Projet-Prema-Benin-II (Ed.) (1996). *Palais royaux d'Abomey - Guide d'entretien*, Volume 2.
- Prêt, D.** (2003). *Nouvelles méthodes quantitatives de cartographie de la minéralogie et de la porosité dans les matériaux argileux : application aux bentonites compactées des barrières ouvragées*. Ph. D. thesis, Poitiers.
- Sala, G. H. et D. Tessier** (1993). Importance de l'état énergétique de l'eau sur l'aptitude au tassement de matériaux argileux non saturés. *comptes rendus de l'académie des sciences-Série 2-Sciences de la Terre* **316**(2), pp. 231–236.
- Saremkalali, H.** (1984). Les bétons de terre. *Chantiers/Suisse* **15**, pp. 307–310.
- Saremkalali, H. et F. H. Wittmann** (1987). Protection de maçonnerie en terre crue. *Chantiers/Suisse* **18**, pp. 51–54.

- Saremkalali, H. et F. H. Wittmann** (1988). Essais de stabilisation des terres argileuses au ciment et à la chaux. In *Ciments, Bétons, Plâtres, Chaux*.
- Schlosser, F., A. Ricard et B. Mandagaran** (1971). Comportement de graves argileuses artificielles. In C. F. de la Mécanique des Sols et des fondations (Ed.), *Le comportement des sols avant la rupture*, Paris, pp. 80–86. Bulletin de liaison des laboratoires des ponts et chaussées.
- Schofield, A. N. et C. P. Wroth** (1968). *Critical state soil mechanics*. London : Mac Graw - Hill.
- Sedran, T. et F. D. Larrard** (1994). Rene-lpc - un logiciel pour optimiser la granularité des matériaux de génie civil. *Bulletin des Laboratoires des Ponts et Chaussées* **194**, pp. 1–10.
- Sedran, T. et F. D. Larrard** (2000). Manuel d'utilisation de rene-lpc.
- Sunderland-Saremkalali, H.** (1989). *Interaction de l'eau avec les colloïdes minéraux*. Ph. D. thesis, Ecole polytechnique fédérale de Lausanne.
- Tabor, D.** (1991). *Gases, liquids and solids and other state o matter*. Cambridge : Cambridge University Press.
- Tegzes, P., R. Albert, M. Paskan, A. L. Barabasi, T. Vicsek et P. Schiffer** (1999). Liquid-induced transition in granular media. *Phys. Rev. E* **60**, pp. 5823–5826.
- Texereau, J.** (2003). Erosion d'un mur en argile sableuse - analyse et répartition des contraintes par modélisation aux éléments finis - communication personnelle.
- Utz, R.** (2004). *Stabilisierung von Lösslehmoberflächen in archäologischen Grabungen am Beispiel der Terrakottaarmee des Qin Shihuangdi*. Ph. D. thesis, Ludwig-Maximilians University.
- Van Damme, H.** (2002a). Colloidal chemo-mechanics of cement hydrates and smectite clays : cohesion vs. swelling. In M. D. ed. A. Hubbard (Ed.), *Encyclopedia of surface and colloid science*.
- Van Damme, H.** (2002b). L'eau et sa représentation. In *Mécanique des sols non saturés*, pp. 23–68. Hermes.
- Van Damme, H., P. Levitz, J. J. Fripiat, J. F. Alcover, L. Gatineau et F. Bergaya** (1985). Clay minerals : a molecular approach to their (fractal) microstructure. In S. proceedings in physics (Ed.), *Physics of finely divided matter*, Volume 5, pp. 24–30.
- Van Damme, H., R. Pellenq et A. Delville** (1998). La physique des liaisons entre hydrates et les moyens d'agir au niveau moléculaire. *Revue française de génie civil* **2(7)**, pp. 767–779.
- Van Olphen, H.** (1963). *An introduction to clay colloid chemistry* (Inter Science ed.).
- Velde, B.** (1992). *Introduction to clay minerals*. London : Chapman and Hall.
- Warren, J.** (1999). *Conservation of earth structures*. Butterworth-Heinemann.
- Xu, K., J.-F. Daïan et D. Quenard** (1997a). Multiscale structures to describe porous media-part 1 : theoretical background and invasion by fluids. *Transport in porous media* **26(1)**, pp. 51–73.
- Xu, K., J.-F. Daïan et D. Quenard** (1997b). Multiscale structures to describe porous media-part 2 : transport properties and application to test materials. *Transport in porous media* **26(3)**, pp. 319–338.

# Annexes



# Annexe A

## **Protocole initial de fabrication des échantillons**

Les moules ont été réalisés en plexiglass et PVC. Ils permettent un démoulage facilité sans endommagement des échantillons par coulissage de plaques dans le cas des moules cubiques. Les contrôles de teneur en eau se font de deux manières : par prélèvement et séchage (norme (NFP94-0502T1 1995)), et par mesure directe du volume d'eau injecté. Les densités apparentes et sèches se font simplement par le rapport entre poids (humide et séché à l'étuve à 105°C) et le volume de l'échantillon. Les densités sèches ne sont donc pas acquises sur tous les échantillons et ce, parce que toutes opérations de séchage destructurent l'échantillon.



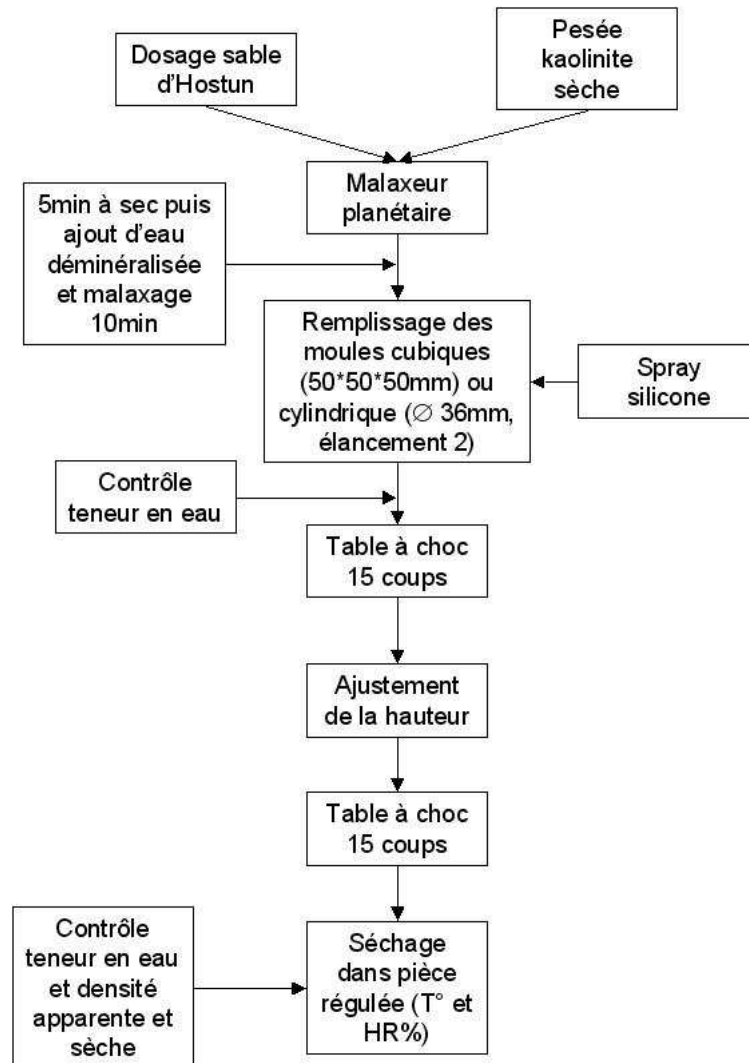


FIG. A.1 – Schéma du protocole de fabrication

# Annexe B

## Protocole de fabrication développé par L. Fontaine

- Préparation du mélange
  - Séchage en étuve de la kaolinite pendant 48h à 110°C
  - Pesée du sable et de la kaolinite dans les proportions souhaitées dans un bol de malaxeur planétaire
  - Malaxage à sec (entre 5 et 10 minutes) puis ajout progressif de l'eau permutée (environ 15 minutes)
  - Conditionnement en sachet plastique étanche pendant 48 heures
- Elaboration des éprouvettes
  - Transfert du mélange dans les moules ( $\phi = 50mm$ , élancement 2) recouverts d'un spray silicone et d'un film plastique
  - Compactage manuel en 4 à 5 couches avec utilisation d'une aiguille entre chaque couche
  - Vibrations sur la table vibrante pendant 6 minutes à 20 Hz
  - Contrôle de la teneur en eau du mélange
- Séchage et stockage en enceinte climatique (Secasi Technologies SH340)
  - Température fixe : 21°C
  - Humidité relative variable : 30 - 55 - 90 %HR
  - Au moins 10 jours jusqu'à masse constante

Un système anti-frettage a été élaboré afin d'atteindre la rupture en "bande de cisaillement" des échantillons. Il permet de plus d'avoir une meilleure reproductibilité des essais. Ce procédé a été expérimenté avec de la cire et de la bougie, avec contrôle de leur module élastique (sur Grindo-Sonic par essai de flexion en 4 points) par rapport à celui du milieu modèle fabriqué (sur Grindo-Sonic avec détecteur piézo-electrique). Ce qui donne des valeurs respectives de 1,1 GPa, 0,2 GPa et 1,7 GPa. La bougie sera donc retenue au final pour ses propriétés mécaniques faibles et aussi pour son faible coût. Le dispositif expérimental consiste à appliquer, après chauffage de la bougie, un film sur le milieu modèle (voir figure ci-dessous montrant le dispositif et un exemple d'échantillon).



FIG. B.1 – Photographies du système d'application d'anti-frettage

# Annexe C

## Protocole de réalisation des essais de cisaillement direct

Les paramètres enregistrés sont :

- $\Delta h$  : Déplacement vertical (mm) fonction de  $P_n$  : masse permettant d'appliquer une contrainte verticale sur l'échantillon ( $\text{kg.cm}^{-2}$ )
- $\Delta l$  : déplacement horizontal (mm ; vitesse d'avancement)
- $P_t$  : effort tangentiel ( $\text{kg.cm}^{-2}$ )

Les vitesses de déplacement horizontal sont de 0,1 et 0,2  $\text{mm.min}^{-1}$ . Les masses appliquées sont de 4,6305 ; 9,6305 ; 14,6305 et 19,6305 kg soit pour une surface de 25  $\text{cm}^2$ , une pression de 18,16 ; 37,78 ; 57,39 et 77,00 kPa.

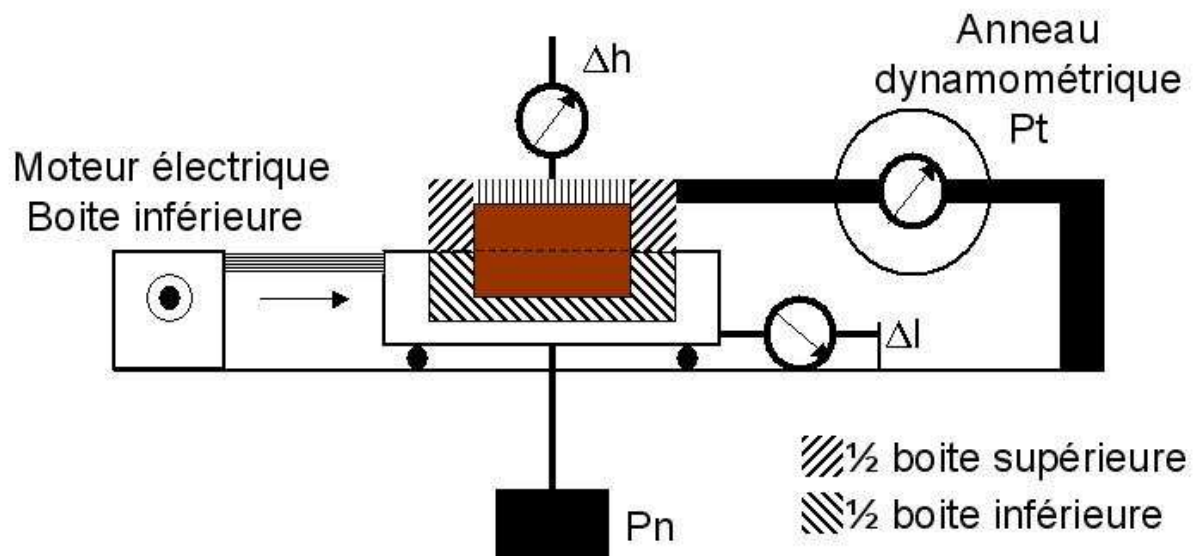


FIG. C.1 – Schéma du dispositif de réalisation de l'essai de cisaillement

# Annexe D

## Protocole de réalisation des essais de compression simple

### Sur échantillons cubiques

La presse utilisée est une adaptation d'une presse triaxiale Tritech 50 (WYKEHAM FARRANCE) dont le schéma est donné en annexe E. Les vitesses de cisaillement sont de  $0,1 \text{ mm}\cdot\text{min}^{-1}$  et l'acquisition des données est automatisée. Entre les échantillons et les embases de la presse, un système d'anti-fretage a été déposé (feuille d'aluminium / graisse silicone / plaque d'aluminium), afin de diminuer les frottements.

Les capteurs de déformation sont des jauges CEA-06-375UW-120 distribuées par Vishay-Micromesures et encollées sur les échantillons avec le kit M-Bond 200. Le montage électronique est fait en quart de pont par l'intermédiaire d'une unité SB-10, elle même couplée à une unité P-3500. Cela permet la visualisation des efforts que la jauge enregistre par l'intermédiaire d'une mesure de résistance. La conversion en déplacement  $\varepsilon$  se calcule par

$$\varepsilon = \frac{1}{K} * \frac{R}{R_c}$$

avec K facteur de jauge,  $R_c$  résistance de la jauge et R résistance mesurée, soit pour les jauges utilisées  $\varepsilon = \frac{R}{249.6} \pm 0.8\%$ . Les jauges sont positionnées pour mesurer les efforts horizontaux et verticaux.

### Sur échantillons cylindriques

La presse utilisée est estampillée "Schenk Trebel" de capacité de chargement de 500 kN. Les vitesses de cisaillement sont de  $0,1 \text{ mm}\cdot\text{min}^{-1}$  avec des cycles de chargement / déchargement par palier de 100 N.

Les mesures d'émissions acoustiques sont faites en continu et en temps réel avec l'essai par l'intermédiaire de capteurs résonants " $\mu 80$ " (sensibilité 100kHz à 1MHz) commercialisés par "Euro Physical Acoustic" et couplés au logiciel "Mistras 2001" (du même revendeur). Cela permet l'acquisition et le traitement des données. Ces capteurs sont disposés sur la surface de l'échantillon, ainsi que sur la traverse de la presse, par un maintien élastique et par l'adjonction d'un couplant aux interfaces capteurs / support.



FIG. D.1 – Photographies des deux unités de contrôle des jauges et schéma du montage quart de pont

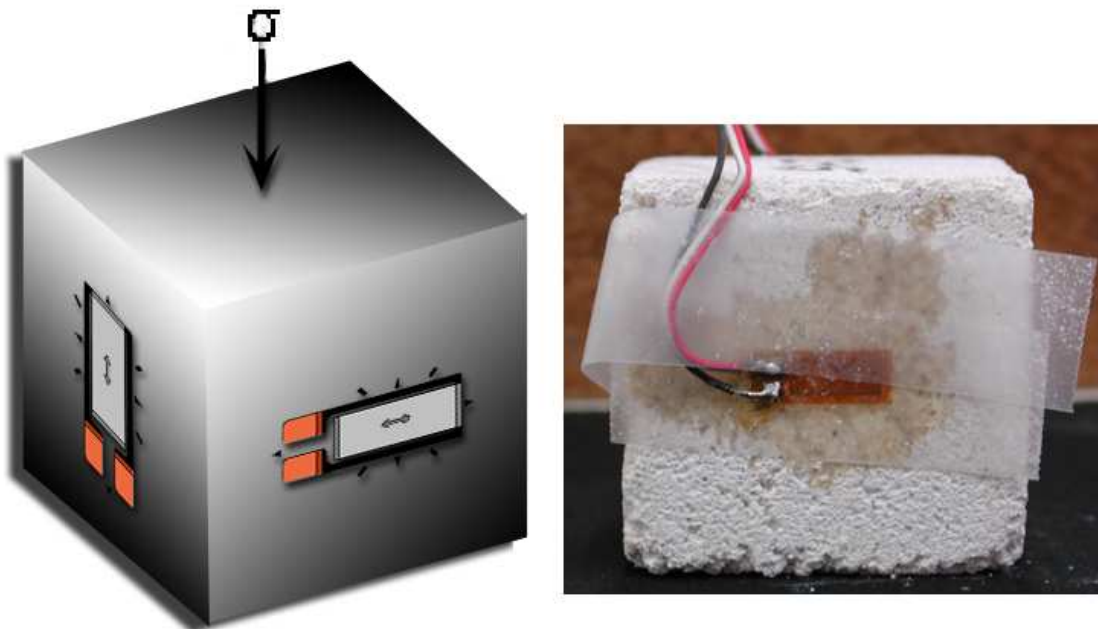


FIG. D.2 – Schéma et photographie des dispositions des jauges

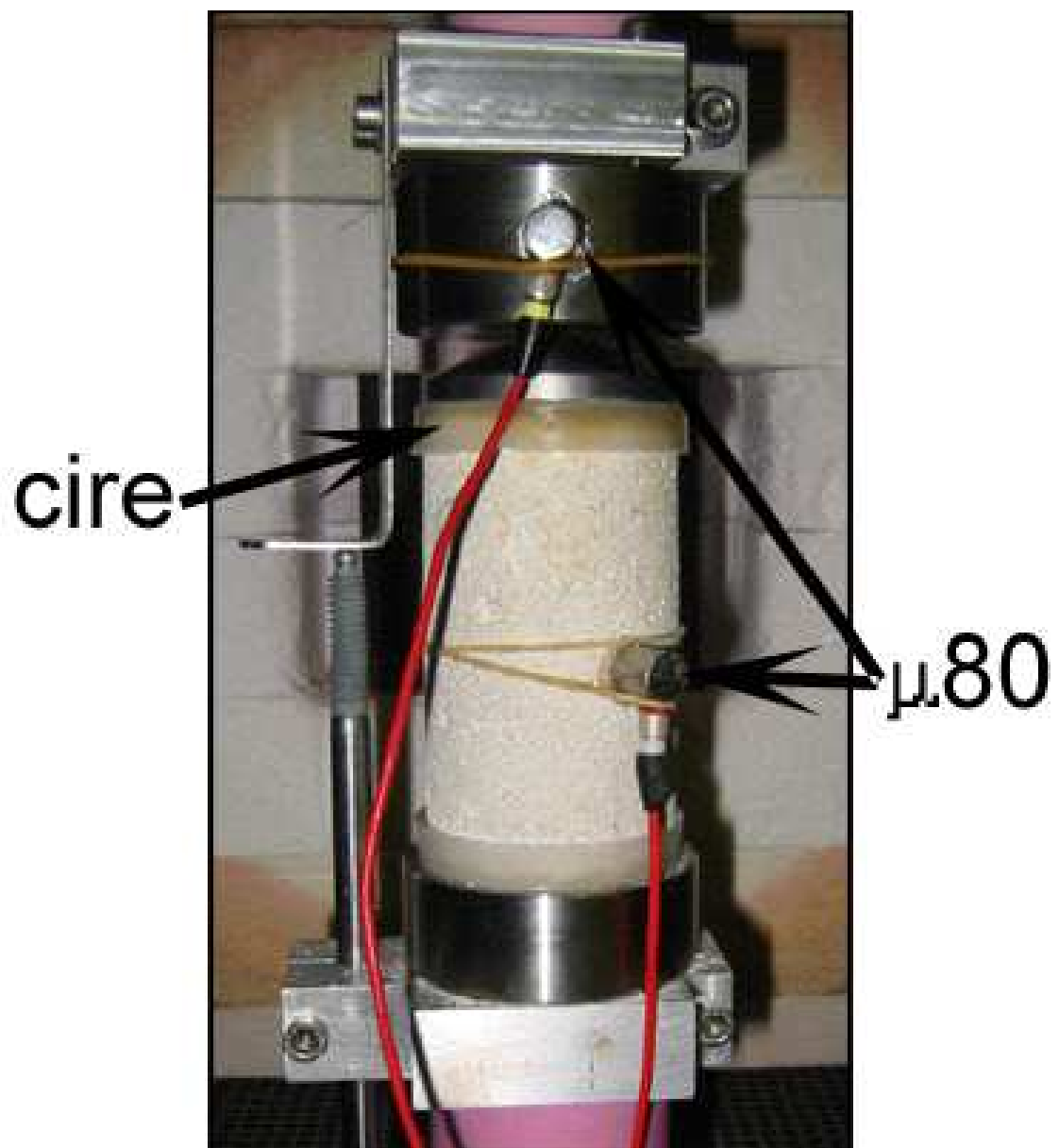


FIG. D.3 – Détail du dispositif expérimental de l'essai en compression simple avec sondes acoustiques





# Annexe E

## Protocole de réalisation des essais triaxiaux

Le détail de la presse utilisée est donné par la figure suivante.

Les paramètres mesurés sont :

- $h$  : déplacement axial (mm)
- $\varepsilon_1$  : déformation axiale (%)
- $v$  : volume radial de la cellule ( $\text{mm}^3$ )
- $\sigma_1$  : contrainte axiale (kPa)
- $\sigma_3 = \sigma_2$  : contrainte radiale (kPa)
- $q$  : contrainte déviatorique  $\sigma_1 - \sigma_3$  (kPa)

Les valeurs de pression de confinement sont de 0, 125, 250 et 500 kPa pour chaque pourcentage de kaolinite avec une vitesse d'avancement de plateau de  $0,1 \text{ mm}\cdot\text{min}^{-1}$  et des échantillons de  $\phi \simeq 36\text{mm}$  pour un élanement 2.

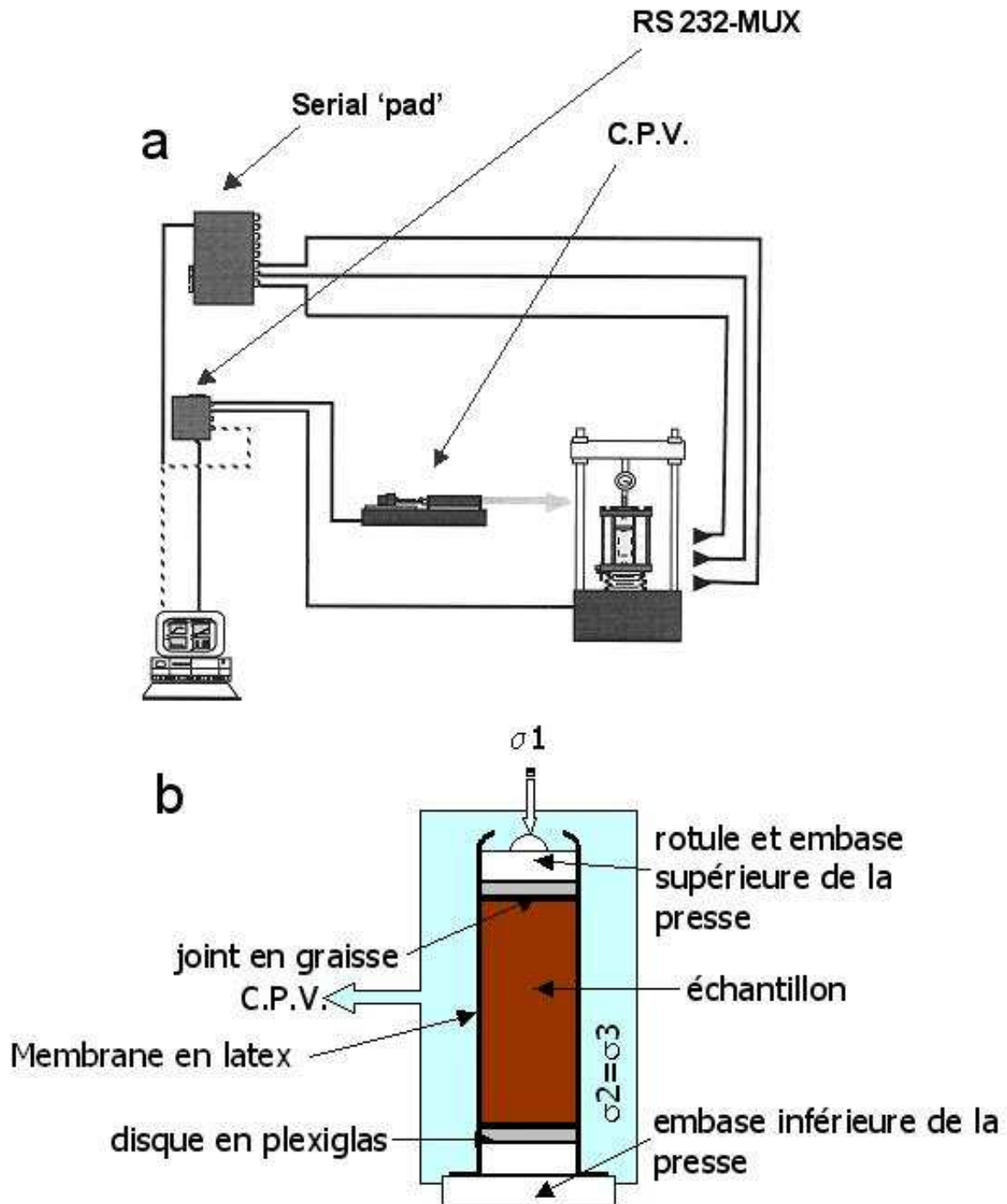


FIG. E.1 – a - détail de la presse triaxiale Trittech 50 (WYKEHAM FARRANCE) couplé au logiciel de pilotage GDSTSAS V2.07; C.P.V. : Capteur Pression Volume permettant la mise en pression de la cellule triaxiale; Serial "pad" : gestion des transferts de données entre les capteurs de déformation axiale, d'effort principal  $\sigma_1$  et l'ordinateur; RS232-MUX : gestion des transferts de données entre C.P.V. et l'ordinateur  
b - détail du dispositif expérimental

# Annexe F

## **Photomontage des sous-volumes obtenues par micro-tomographie**

Chaque planche représente un sous-volume. Les caractéristiques de ceux-ci sont reporté directement en légende sur ces planches. Les images sont prises toutes les dix slices. Chaque planche se lit de gauche à droite et du haut vers le bas. La première image est le bas de l'échantillon. Le sens de lecture permet de "remonter" dans l'échantillon.

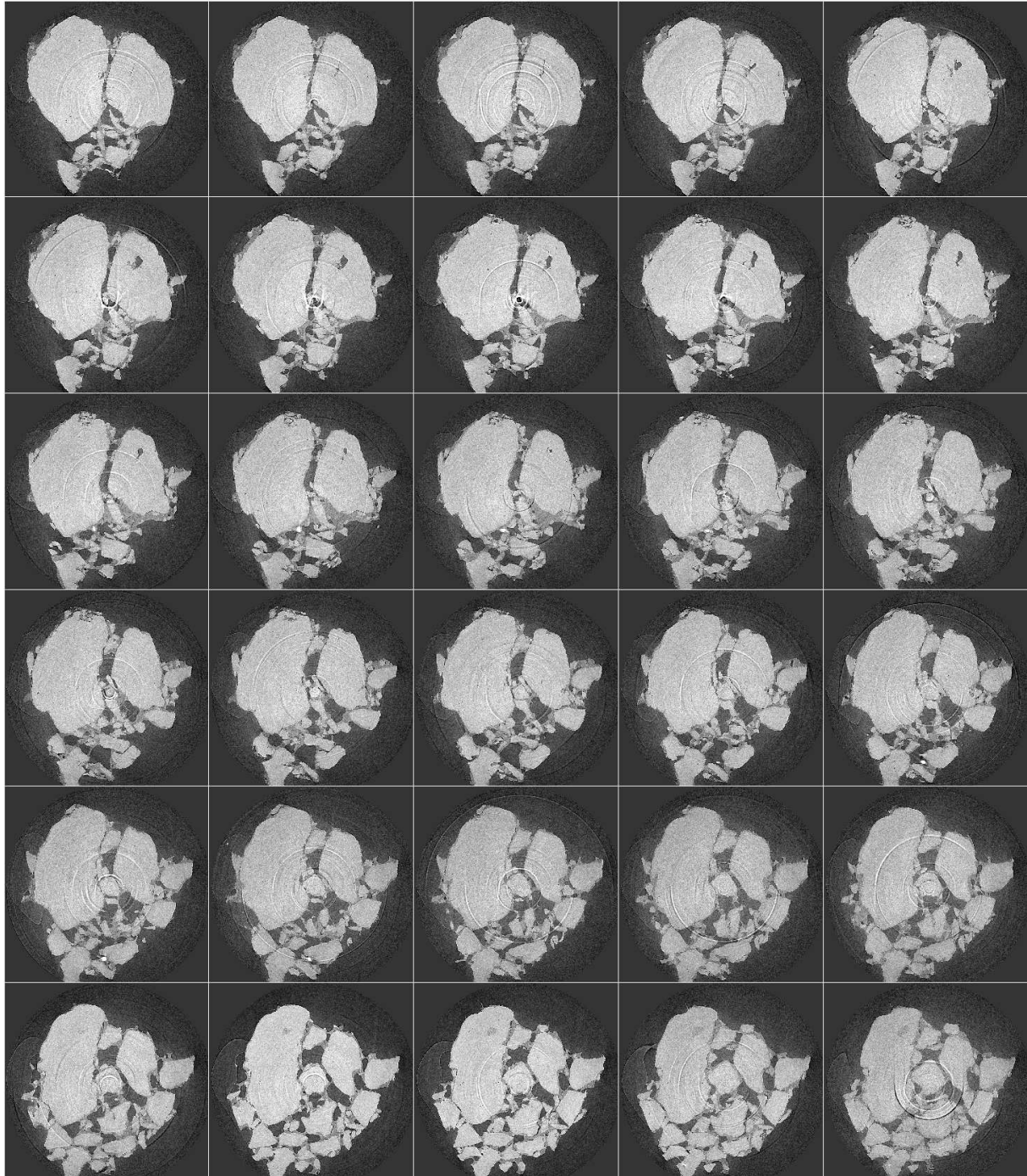


FIG. F.1 – Sous-volume 1 pour 10% de kaolinite dimension sous-volume 1940\*1940\*297

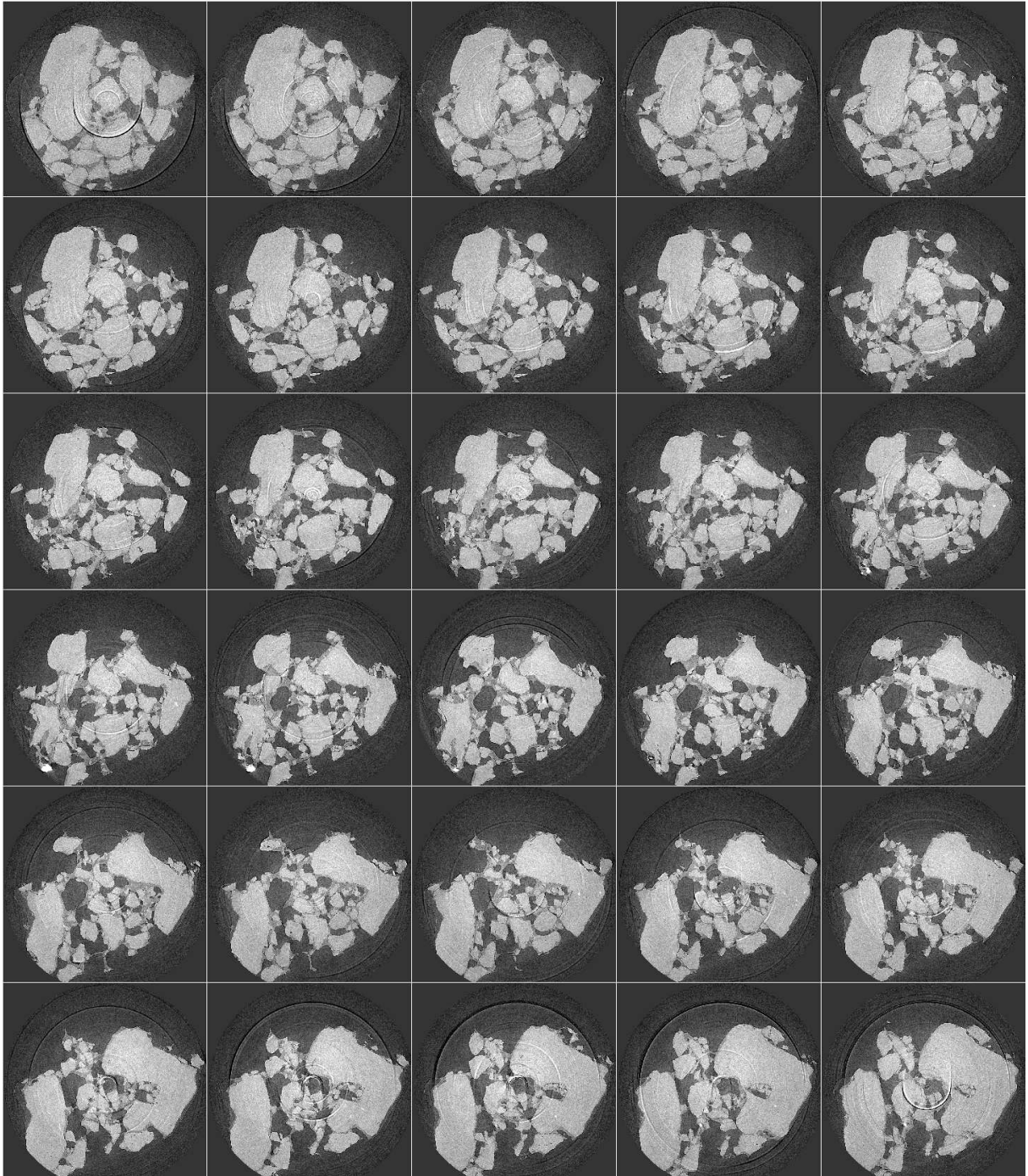


FIG. F.2 – Sous-volume 2 pour 10% de kaolinite dimension sous-volume 1940\*1940\*297



FIG. F.3 – Sous-volume 3 pour 10% de kaolinite dimension sous-volume 1940\*1940\*297



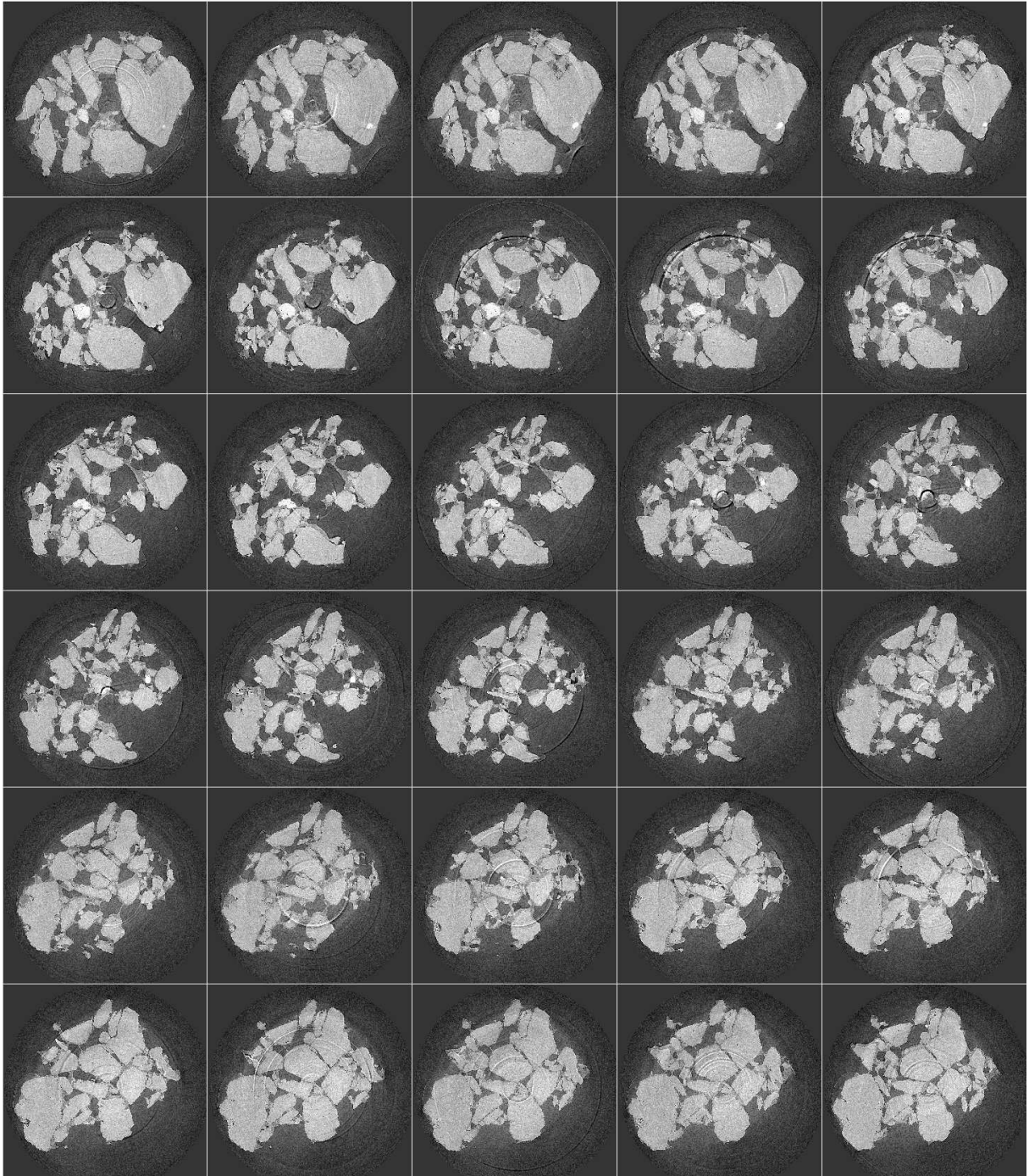


FIG. F.4 – Sous-volume 4 pour 10% de kaolinite dimension sous-volume 1940\*1940\*297



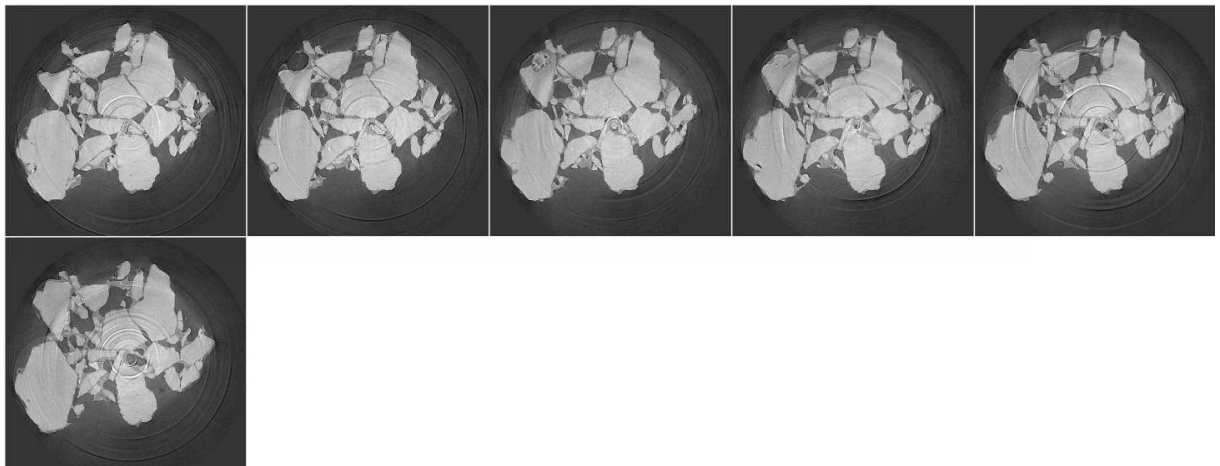


FIG. F.5 – Sous-volume 5 pour 10% de kaolinite dimension sous-volume 1940\*1940\*54

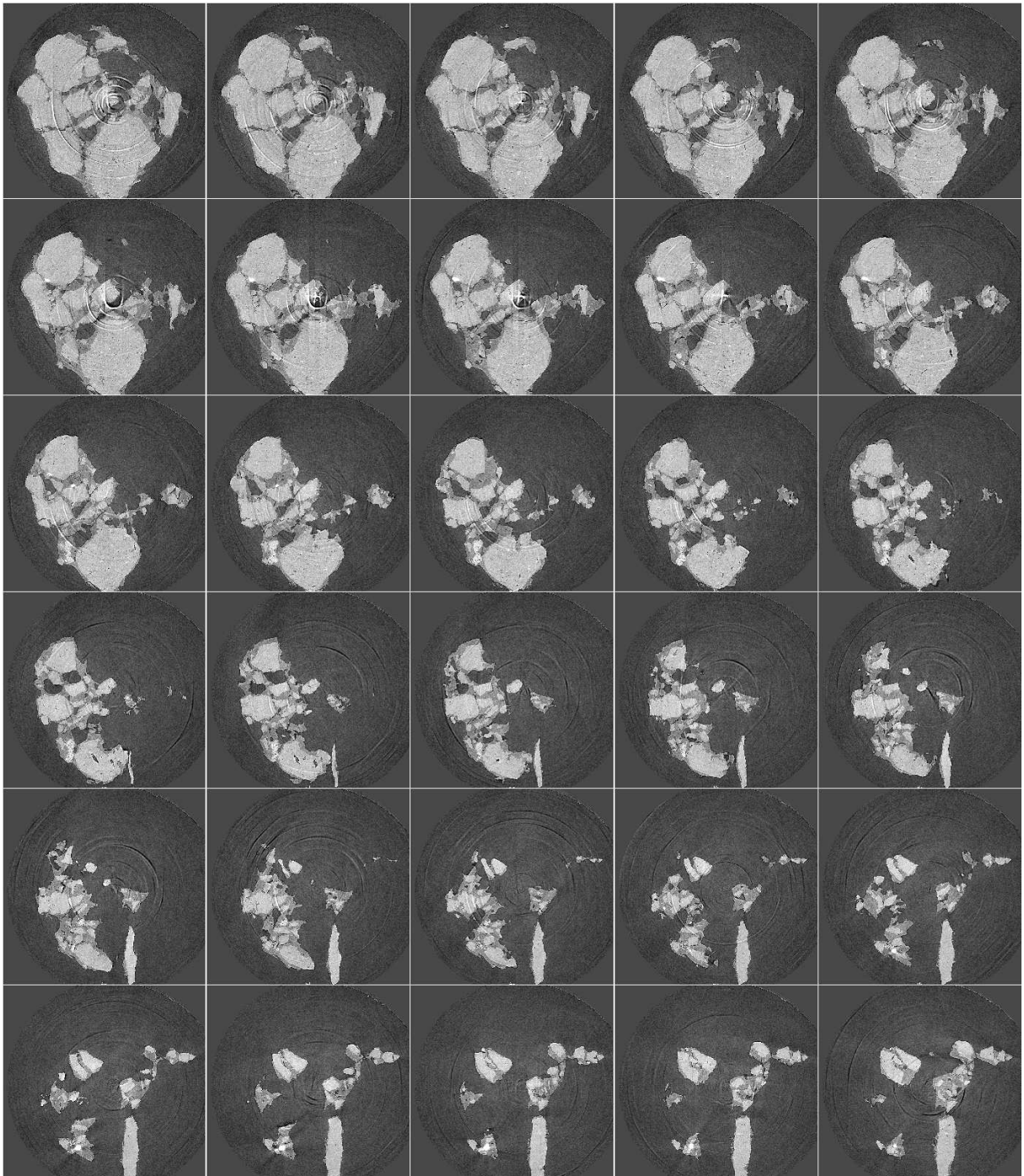


FIG. F.6 – Sous-volume 1 pour 15% de kaolinite dimension sous-volume 1870\*1800\*318

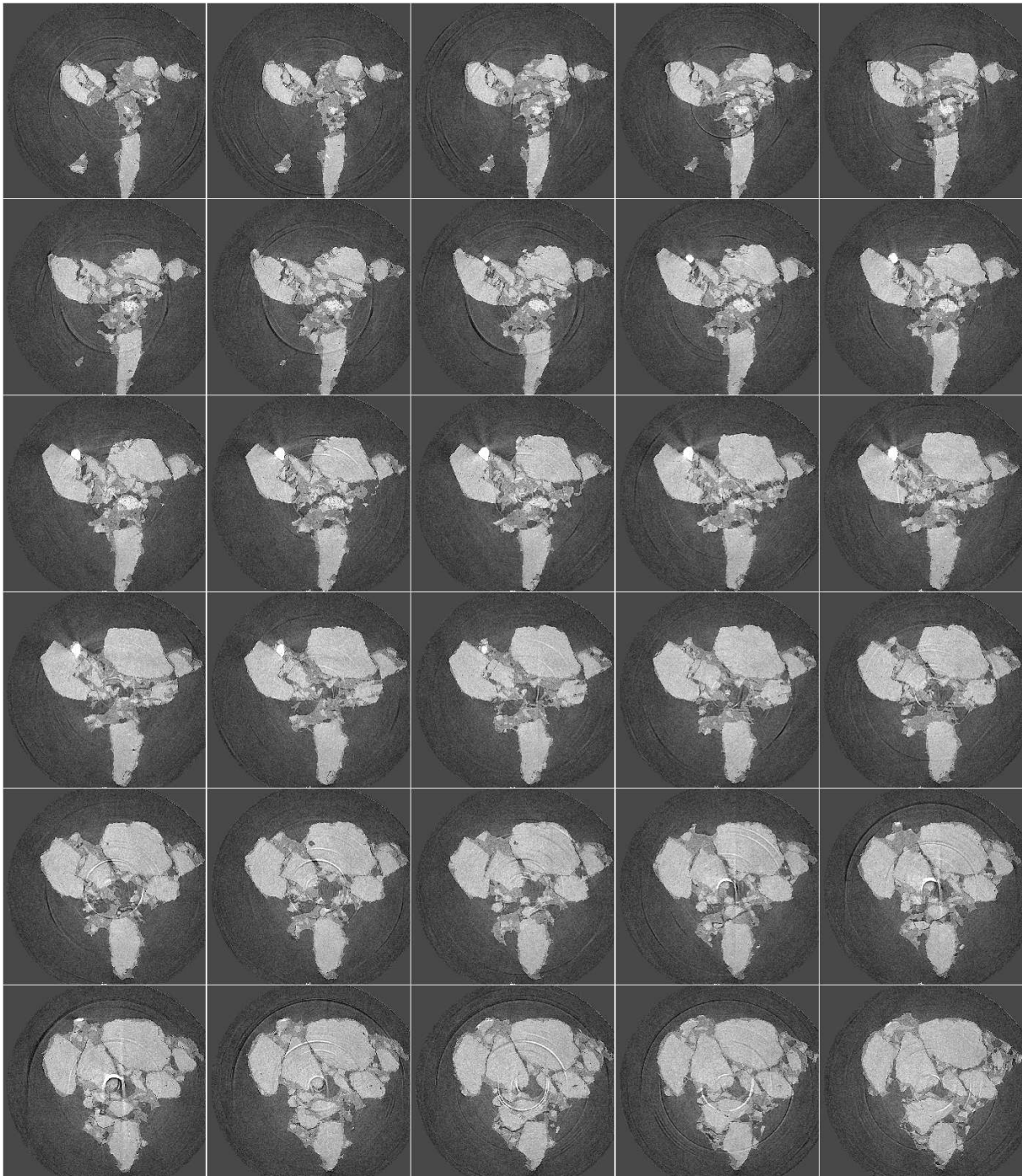


FIG. F.7 – Sous-volume 2 pour 15% de kaolinite dimension sous-volume 1870\*1800\*318

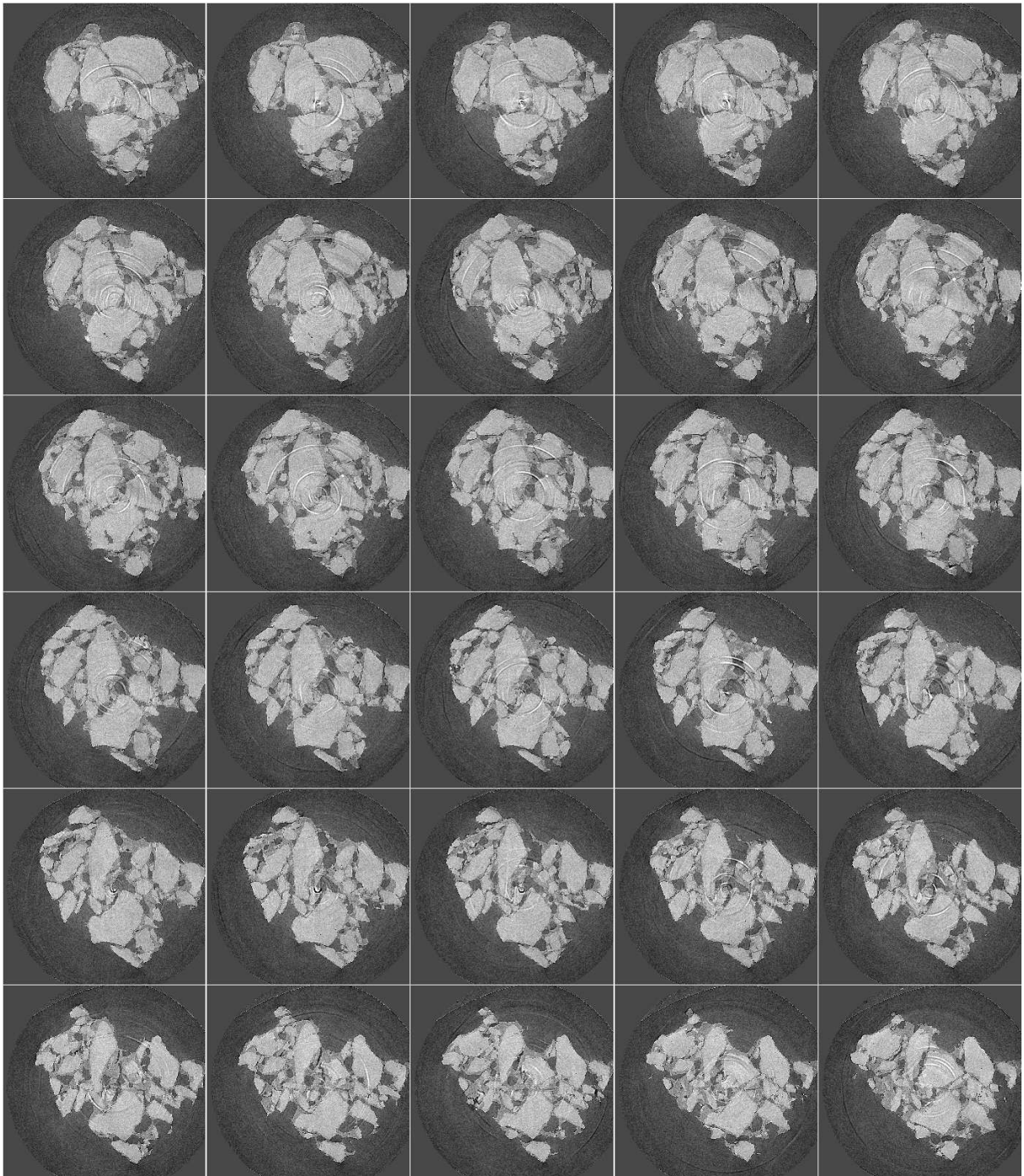


FIG. F.8 – Sous-volume 3 pour 15% de kaolinite dimension sous-volume 1870\*1800\*318



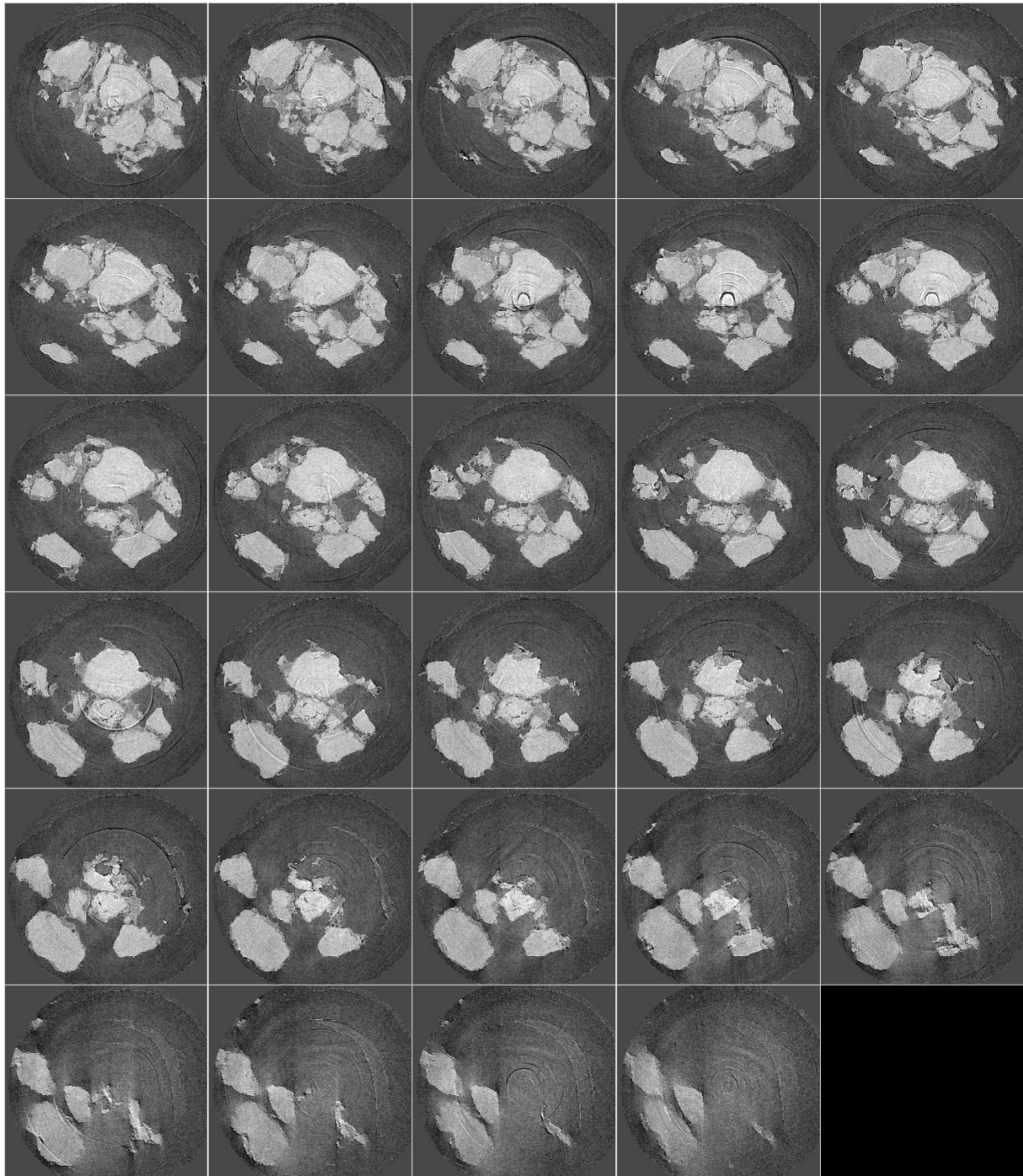


FIG. F.9 – Sous-volume 4 pour 15% de kaolinite dimension sous-volume 1870\*1800\*288

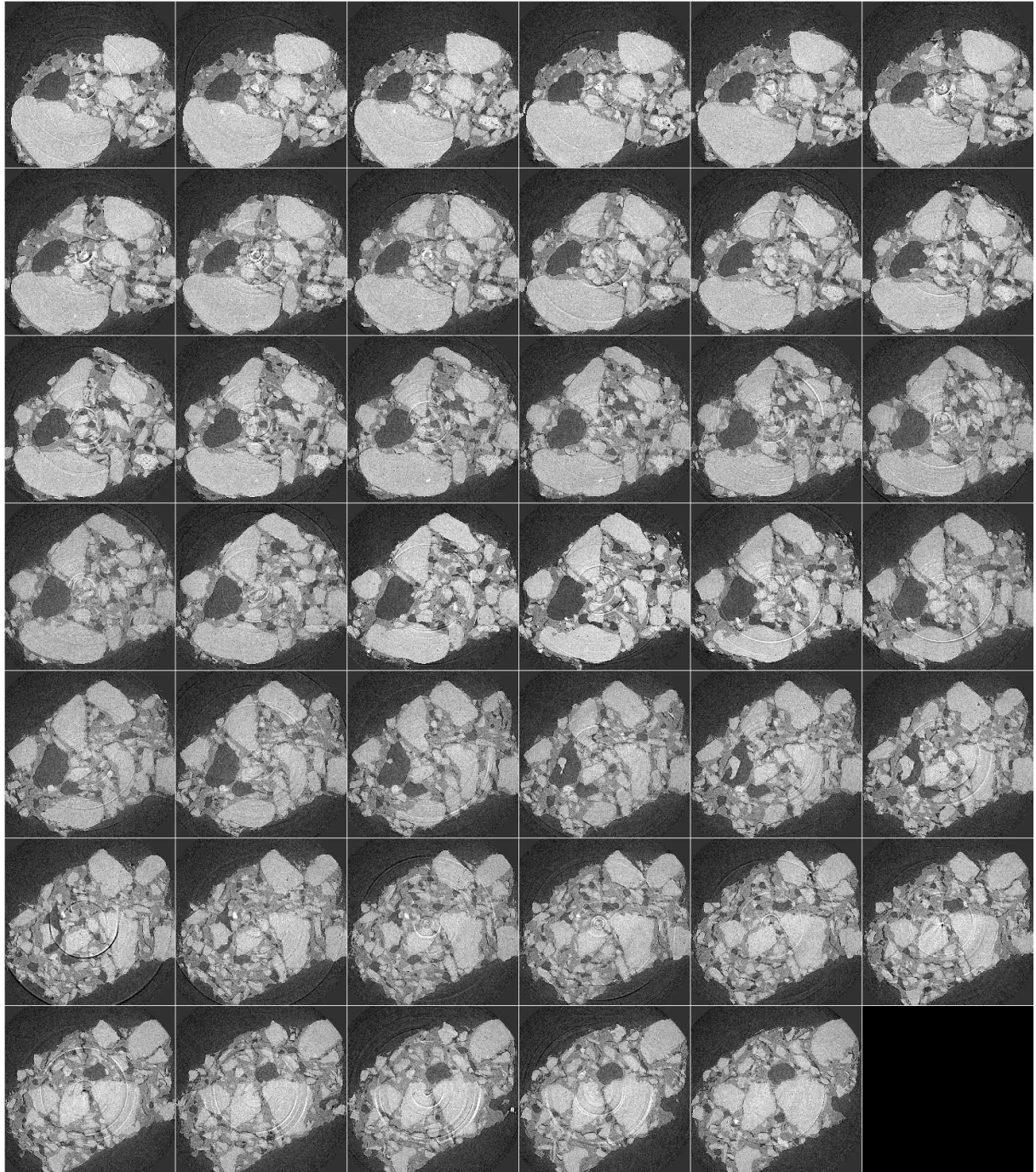


FIG. F.10 – Sous-volume 1 pour 25% de kaolinite dimension sous-volume 1640\*1600\*409



FIG. F.11 – Sous-volume 2 pour 25% de kaolinite dimension sous-volume 1640\*1600\*409



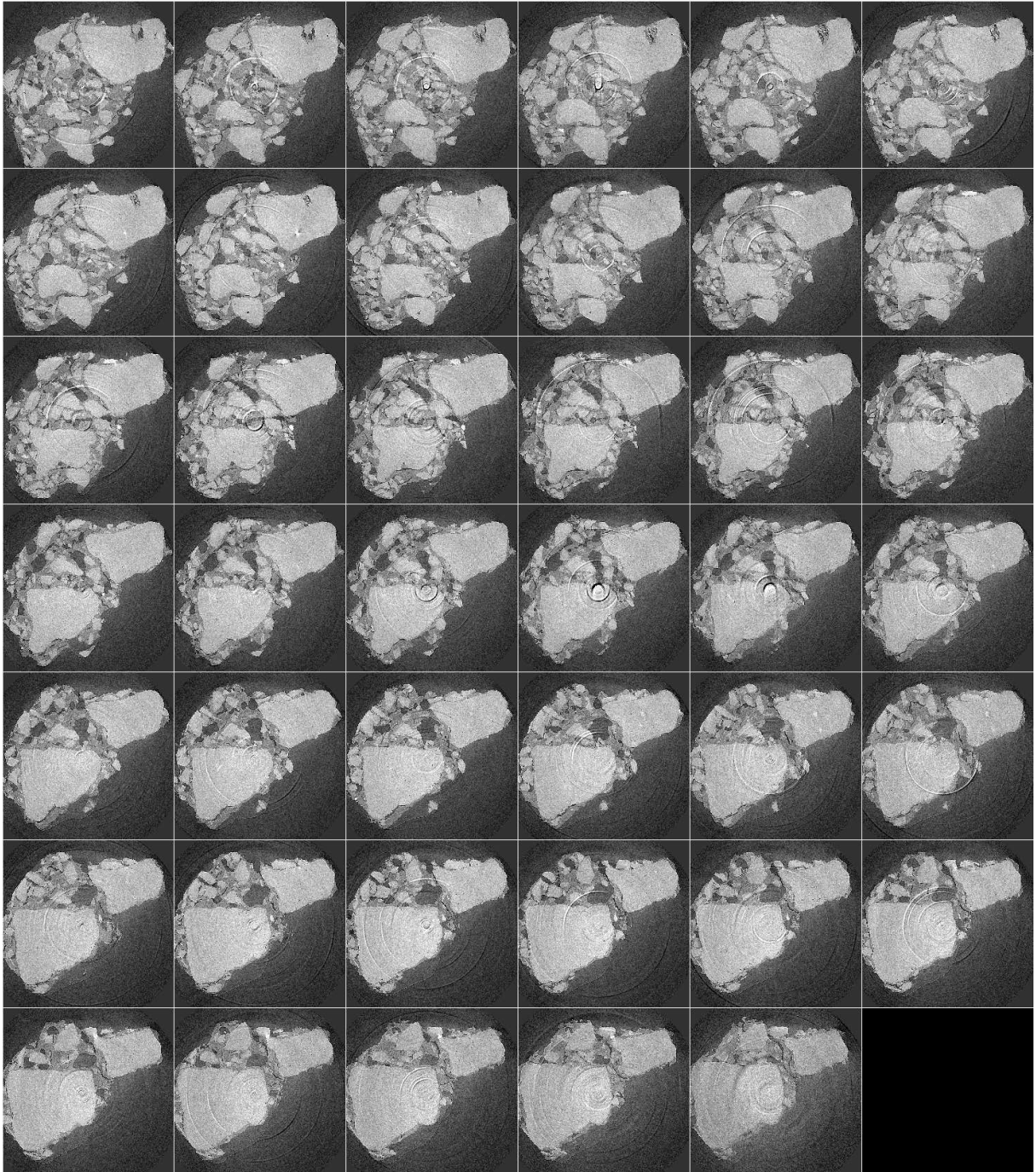


FIG. F.12 – Sous-volume 3 pour 25% de kaolinite dimension sous-volume 1640\*1600\*409





# Annexe G

## Le nouveau chapitre de la thèse

*Réalisé sous la tutelle de l'Association Bernard Gregory, dans le cadre d'un cours intitulé  
'Valorisation des compétences - un nouveau chapitre de la thèse'*

### G.1 Cadre général et enjeux

#### G.1.1 Présentation succincte

##### G.1.1.1 Titre de la thèse

Identification et caractérisation de la cohésion interne du matériau terre dans ses conditions naturelles de conservation.

##### G.1.1.2 Résumé

Il existe à travers le monde une centaine de biens (monuments, sites) inscrits sur la liste du patrimoine mondial de l'UNESCO (données 2002) et construits en terre et ce sans compter l'ensemble des lieux non classés. Pour n'en mentionner qu'un, la cité de Arg-e-Bam en Iran datant de l'époque pré-islamique (environ 2000 ans), est considéré comme le plus imposant édifice en terre séchée du monde mais lors du séisme du 26 décembre 2003, cette cité a été presque entièrement détruite alors qu'une partie des murs extérieurs servant encore de séparations des champs de la population locale n'a subi aucun dommage. Il est connu désormais que la mise en oeuvre des constructions en terre est basée sur le principe de compactage d'un mélange d'argile et de sable (respectivement, une « colle », et des « grains ») optimisé en fonction de la quantité d'eau de fabrication et de la taille de ces grains. Ces processus ont été établis de manière empirique et les objectifs de cette thèse sont alors d'élaborer une science « fondamentale » de la construction en terre identique à celle qu'il existe pour le béton et ce pour une meilleure compréhension et donc une meilleure conservation des monuments.

### G.1.1.3 Enjeux

Les enjeux scientifiques de ma thèse sont d'apporter au monde de la construction et de la conservation des monuments en terre, le développement d'une science innovante sur les propriétés de cohésion de ce matériau à travers la réalisation d'essais mécaniques simples et d'observations sous microscope d'échantillons. Techniquement, la mise en forme des échantillons ainsi que leur mise en place dans les différentes procédures d'analyses (essais mécaniques, réalisation des lames minces par des méthodes d'imprégnations à coeur) mettent en avant les caractères de non reproductibilité d'un spécimen à l'autre. Cependant, et dans l'espérance d'une meilleure conservation des monuments classés, il est important de concevoir que cette thèse modifiera le regard des actuelles personnes en charge de leur restauration et ce vers des meilleures techniques à employer. On peut donc supposer qu'économiquement, il en découlera des solutions peut-être moins onéreuses et moins dommageables que celles actuellement utilisées. De plus, mes travaux s'inscrivent dans le cadre du projet TERRA créé par trois organismes initiaux, le Centre international de la construction en Terre de l'École d'Architecture de Grenoble (CRATerre-EAG), le Getty Conservation Institute (GCI) et le Centre International d'Etudes sur la Conservation et la Restauration des Biens Culturels (ICCROM) qui se sont fédérés dans un but de coopération sur l'étude et la conservation de l'architecture et du patrimoine des constructions en terre. Ces trois organismes se sont engagés à promouvoir la recherche, la formation par l'enseignement et enfin la gestion de l'information et des publications autour d'un programme cadre : le projet TERRA. Il a été ainsi décidé de développer deux axes de recherche liés aux lacunes scientifiques du domaine d'application : la compréhension de la « perte » de cohésion du matériau terre (axe animé par le GCI) et l'identification et la caractérisation des mécanismes de cohésion interne du matériau terre dans ses conditions naturelles de conservation, sujet traité par cette thèse.

### G.1.1.4 Résultats attendus

Ma thèse a pour but de mettre en avant les propriétés de cohésion du matériau terre : est-ce que cette dernière augmente avec la teneur en argile ? quels sont les moyens simples pour la mesurer ? quel est le rôle de l'eau ? Ces résultats seront réutilisables dans le cadre des recherches menées par le projet TERRA (cohésion et perte de cohésion) et au final, vers la conservation des monuments historiques.

## G.1.2 Thèse dans son contexte

### G.1.2.1 Dans le laboratoire

Le laboratoire de rattachement de ma thèse est le Laboratoire d'étude des Transferts en Hydrologie et Environnement (UMR 5564 CNRS-INPG-UJF-IRD<sup>1</sup>). Ce laboratoire étudie le cycle de l'eau et ses impacts à différentes échelles. La structure du laboratoire en trois équipes s'argumente d'ailleurs sur ce critère. L'équipe Hydrométéorologie s'intéresse aux macro-phénomènes climatiques (systèmes convectifs notamment) et aux processus associés (variabilité et régime pluviométrique). L'équipe Hydrologie et Hydraulique de Bassin étudie plus particulièrement la phase continentale du cycle de l'eau et les flux associés (énergie, substances physico-chimiques, sédiments). Enfin, l'équipe Poreux et Processus Hydrologiques se caractérisent plutôt par le couplage entre processus hydrologiques de surface et de sub-surfaces. Cette thèse est inscrite dans cette dernière équipe mais reste atypique par rapport aux thématiques développées.

<sup>1</sup>Unité Mixte de Recherche 5564 Centre National de la Recherche Scientifique - Institut National Polytechnique de Grenoble - Université Joseph Fourier - Institut de Recherche et Développement

### G.1.2.2 Concurrence

Il n'y a pas de concurrence directe sur ce sujet vu qu'il s'intéresse à une discipline peu développée en utilisant des outils connus des autres sciences. Cependant, il est à prévoir que le monde de la conservation soit parfois réticent aux apports de nouveaux aspects dans leur recherche.

### G.1.2.3 Moyens

Au laboratoire, et ce malgré des pénuries de surfaces, chaque doctorant possède son bureau et a, à sa disposition, l'infrastructure nécessaire pour mener à bien sa thèse (personnels administratifs et techniques, moyens informatiques et de bureautique, services communs). À cela s'associe un réseau de compétences que j'ai mis en place afin de résoudre les problèmes du sujet. En terme de moyens techniques, le laboratoire possède un porosimètre mercure et un granulomètre laser mis à ma disposition. À travers le réseau, j'ai pu aussi disposer d'un Microscope Électronique à Balayage, de microscopes optiques à lumière polarisée, d'un atelier de litholamellage, de salle de préparation pour les échantillons, d'une presse pour les essais mécaniques, d'un accès à la ligne BM05 de l'ESRF<sup>2</sup>, d'un analyseur de Diffraction de Rayon X.

### G.1.2.4 Réseau laboratoire

Cette thèse n'a pas d'appartenance à un réseau du laboratoire

### G.1.2.5 Vous dans ce contexte

Le choix de faire une thèse a été guidé par la volonté de poursuivre mes études voir ma carrière professionnelle dans le monde de la recherche. De plus, le sujet a le mérite d'être à la fois innovant pour cette discipline mais aussi parce que le contexte général (conservation, construction) est tout aussi attrayant que la recherche fondamentale qui en découle. Ce projet a d'abord été initié dans le cadre du projet TERRA et ce n'est que lorsque les différents protagonistes ont cherché un candidat pour soutenir ces recherches que je suis intervenu. Il en découle tout de même que ma marge de liberté est relativement élevée et que j'ai globalement assuré la conduite du projet.

## G.2 Déroulement, gestion et coût du projet

### G.2.1 préparation, financements et cadrage

#### G.2.1.1 Succès et risque

Devant la tâche à accomplir, je pouvais difficilement savoir où conduirait la thèse. En effet, même si les moyens d'analyses restaient classiques, ce type de matériau n'avait pas encore été abordé dans cet objectif. Les risques possibles étaient de se disperser dans des moyens analytiques sans réussir à déterminer de propriétés majeures.

#### G.2.1.2 Financements

L'ensemble des financements de cette thèse provient de sources extérieures : la région Rhône-Alpes (forfait de fonctionnement de 18293 pour trois ans), l'EAG (déplacement, matériel), le projet TERRA (mission à l'étranger, réunion de collaboration/coordination du projet).

---

<sup>2</sup>ESRF : the European Synchrotron Radiation Facility

### G.2.1.3 Choix des partenaires

La résolution des diverses étapes de mon projet de recherche s'est faite en construisant un réseau de compétences. Les personnes liées au projet sont :

- Henri Van Damme (Codirection de thèse) - Laboratoire de Physico-Chimie Structurale et Microscopique (UMR 7615 - Physico-Chimie des Polymères et des Milieux Dispersés - CNRS, ESPCI, UPMC<sup>3</sup>)
- Anne Pantet et Patrick Dudoignon Laboratoire HYDRASA (UMR 6532 CNRS, UP, ESIP<sup>4</sup>) - mécanique des sols, imprégnation, observations
- Daniel Quenard et Anne-Marie Pardo CSTB Grenoble<sup>5</sup> - préparation des échantillons
- Laetitia Fontaine (DPEA-terre) INSA Lyon<sup>6</sup> : conduite d'essais en compression simple et de type brésilien
- Partenaires ponctuelles : ESRF ligne BM05 (Joanna Hoszowska et Petra Pernot), 3S<sup>7</sup> (Félix Darve et Frederic-Victor Donzé), ERM<sup>8</sup> (Stéphane Sammartino)
- Partenaires projet TERRA : Hugo Houben (coordinateur français du projet CRATerre-EAG-Villefontaine), Stefan Simon (responsable de la section Matériaux de constructions GCI-Los Angeles), Ann Bourges (en charge de la conduite des recherches sur la perte de cohésion du matériau terre GCI-Los Angeles)

### G.2.1.4 Aspects contractuels

Il n'a pas lieu de tenir compte d'éventuels aspects contractuels dans le cadre de ma thèse.

## G.2.2 Conduite du projet

### G.2.2.1 Principales étapes

Mon travail de part sa dimension multi-partenariale et son financement régional a été ponctué de réunion permettant de faire un bilan au fur à mesure de l'avancement. Cependant, le fait d'avoir collaboré avec différents laboratoires suffisamment éloignés géographiquement, a engendré des phases intenses d'activités lors des déplacements (délai de séjour réduit, problème à solutionner rapidement). Enfin, malgré le nombre important de personnes gravitant autour de ce sujet, j'ai été la plus part du temps libre dans mes choix et dans mes activités de recherche et de conduire ainsi ces dernières vers les résultats qui en ont découlés.

De plus, cette thèse a été ponctuée par les réunions de coordination du projet TERRA à raison d'une au minimum par an. Ces réunions permettaient notamment de rassembler les différents partenaires et surtout les collaborations extérieures (américaines GCI, italiennes ICCROM). La fréquence de ces réunions a été plus importante au commencement de la thèse afin de rechercher et d'organiser les travaux futurs.

Enfin, de part le financement régional de cette thèse, la région Rhône-Alpes organise annuellement deux manifestations :

- le contrôle de l'avancée du travail par la demande de rapports écrits et de présentations orales et permettant une reconduite du financement de thèse ;
- les Rencontres Régionales de Recherche, manifestation visant à mettre en relation les partenaires régionaux, les industriels, avec les doctorants financés par la région. Cette manifestation se remarque surtout en deuxième année de thèse où ces doctorants présentent leur travaux à travers un poster.

<sup>3</sup>ESPCI : Ecole Supérieure de Physique et de Chimie Industrielles - UPMC : Université Pierre et Marie Curie

<sup>4</sup>UP : Université de Poitiers - ESIP : Ecole supérieure des Ingénieurs de Poitiers

<sup>5</sup>Centre Scientifique et Technique du Bâtiment

<sup>6</sup>DPEA : Diplôme Propre aux Ecole d'Architecture - INSA : Institut National des Sciences Appliquées

<sup>7</sup>laboratoire Sols, Solides, Structures (Grenoble)

<sup>8</sup>Etudes Recherche Matériaux (Poitiers)

	<i>Année 2003</i>	<i>1er semestre 2004</i>
Affranchissement	8355,32	2279,96
Bibliothèque	24060,64	8966,39
Maintenance	8929,45	1640,80
Infrastructure	30924,59	7094,32
Consommable informatique	6832,80	900,08
Matériel informatique	21120,20	2013,80
Équipement	28619,75	1900,00
Mobilier	3013,96	6651,77
Papeterie	9047,50	1777,80
Reprographie	28195,28	4360,64
Téléphone	5703,49	883,02
Voiture	2758,39	1894,86
Consommable divers	8372,95	4110,49
<b>Total</b>	<b>186294,32</b>	<b>44473,13</b>

TAB. G.1 – Coût en frais généraux pour le LTHE (Année 2003, 1er Semestre 2004)

Quelques réunions ponctuelles complètent cette liste et notamment les journées thèses du laboratoire où les doctorants à mi-parcours exposent leur thèse à la communauté scientifique.

### G.2.2.2 Gestion relations et problèmes

Les relations ont été essentiellement menées avec les partenaires de la GCI pour permettre aux diverses recherches d'avoir des protocoles communs et notamment pour la réalisation des échantillons. En effet, afin d'assurer un continuum des travaux, il était nécessaire d'avoir le moins d'incohérences possibles sur nos analyses. Pour le choix des matériaux de base, la solution adoptée a été de travailler sur des sables et des argiles de granulométries équivalentes avec des degrés de pureté maximums. Les protocoles de fabrications ont été entérinés ensemble et des tests inter-laboratoires ont été menés par échange des échantillons ainsi fabriqués.

### G.2.2.3 Évaluation du coût consolidé du projet

Les coûts en frais généraux du laboratoire ne sont pas individualisés. Ces dépenses couvrent l'ensemble du personnel (chercheurs, enseignants-chercheurs, doctorants, personnels administratifs et techniques, stagiaires,) (tableau G.1) ce qui représente environ 5580 euros par personne et pour trois ans sur la base de l'année 2003.

Pour l'achat de matériel et pour couvrir les frais de déplacements, les dépenses représentent environ 10000 euros (tableau G.2).

Le coût en ressource humaine est estimé à partir du volume horaire consacré et du salaire brut y compris charges sociales et patronales (tableau G.3).

Les ressources sont doubles et nous permettent d'avoir un coût consolidé de -1253 euros (tableau G.4).

## G.3 Compétences, savoir faire, qualités professionnelles et personnelles

### G.3.1 Domaine d'expertise

Il est difficile pour moi de se dire expert dans un domaine particulier après une thèse. Il est pourtant non négligeable de signaler que j'ai réellement acquis une expérience durant ces trois ans. Pour ma part,

Matériel informatique	Ordinateur portable	1200
	Unité Centrale	700
Matériaux (fabrications échantillons)	Plexiglas	100
	Sable d'Hostun	90
Expérimentation laboratoire Hydrasa (Forfait)		4500
Conférence ESMC5 Grèce		1000
Mission Lusignan (86)		600
Déplacements Divers		1500
<b>Total</b>		<b>9690</b>

TAB. G.2 – Coût en matériel et déplacement

<i>NOM Prénom</i>	<i>Grade</i>	<i>Salaires brut mensuel + charges patronales (40%)</i>	<i>Volume horaire consacré</i>	<i>coût*</i>
LAURENT Jean-paul	CR1-CNRS	3437,92+1375,18	150	5156
VAN DAMME Henri	Professeur 1er cl.	5112+2044,8	300	15336
HOUBEN Hugo	Ingenieur-Chercheur CRATERre-EAG (éch.4, cat.2A)	2888,38+1195,35	458	13228,8
Divers Secrétariat/Comptabilité CRATERre-EAG		valeur moyenne 2429,01+971,60	1287	27112,37
DUDOIGNON Patrick	Professeur 2eme cl.	3048+1219	150	4572
PANTET Anne	MC - CN	2954,32+1181,73	272	8035,8
LAFORÉT Claude	Technicien ESIP	1295+518	120	1554
<b>Total</b>				<b>74995</b>

TAB. G.3 – Coût humain (\* estimé à partir d'un coût horaire mensuel de 140 heures)

<i>Description</i>	<i>Dépenses</i>	<i>Recettes</i>
Frais généraux	5580	-
Matériel	9690	-
Ressources humaines	74995	-
Salaires (brut + charges patronales sur 3 ans)	-	70718.76
Forfait Région	-	18293
<b>Coût consolidé (Recettes - Dépenses)</b>	<b>89012 - 90265 = -1253</b>	

TAB. G.4 – Coût consolidé

et ce depuis mon DEA, je travaille sur la réalisation d'essais triaxiaux sur échantillons difficiles à mettre en oeuvre, sur du traitement d'image de lame mince de roche, sur l'imprégnation à coeur d'échantillons mésoscopiques. Donc, sans parler d'ultra-spécialisation, les connaissances que j'ai accumulées sont importantes tant sur la théorie que sur la pratique. Et le savoir, finalisé par ce mémoire de thèse, n'est qu'un aperçu des domaines dans lequel j'ai pu acquérir les bases permettant le recul nécessaire à une compréhension globale des sujets abordés.

### G.3.2 Connaissances acquises

Ces connaissances portent donc sur plusieurs champs de disciplines :

- mécanique des sols sur échantillons insaturés et roches tendres que ce soit sur la pratique des essais que sur le dépouillement des résultats ;
- acquisition et traitement d'images nécessitant la préparation des échantillons, la réalisation de lame mince, l'utilisation des outils de visualisation, le traitement des données ;
- couplage d'échelle, de l'échantillon aux cristaux ;
- compréhension des forces entre les particules régissant la cohésion de nos matériaux.

### G.3.3 Compétences organisationnelles

Ces trois années m'ont permis de conduire plusieurs projets tant d'un point de vue relationnel qu'expérimental. En effet, j'ai mener à bien plusieurs campagnes d'essais au laboratoire HYDRASA de Poitiers requérant coordinations humaines et matériels. De plus, le choix des protocoles expérimentaux et des matériaux pour la fabrication des échantillons a été entièrement guidé par mes expériences précédentes et par les recherches effectuées. Celles-ci ont notamment porté sur le choix d'un sable et il fallu que je démarcher plusieurs distributeurs et notamment la société SIKKA-Silice et Kaolin d'Hostun qui sont devenus nos fournisseurs. De façon plus ponctuel, il a fallu plusieurs fois négocier avec soit des sociétés, soit des partenaires. Cela a été le cas avec la société Micromeritics (fournisseur d'instruments de mesures) qui m'a ainsi donné accès à leur matériel et j'ai pu aussi mettre en oeuvre un réseau en permettant à différentes personnes de se connaître et les collaborations qui en découleront porterons au delà de cette thèse.

### G.3.4 Méthodes de travail

Malgré le fait d'avoir été relativement autonome pour mener ces recherches, j'ai su rassembler autour de ce projet des personnes me permettant de faire avancer cette thèse. De ce fait, j'ai ponctuellement travaillé en collaboration avec mes partenaires au cours des phases hors laboratoire d'accueil. Cette gestion d'épisodes expérimentaux me permettait de découper dans le temps les activités plus théoriques. Globalement, ma thèse s'est articulée sur la mixité entre recherches bibliographiques, réalisation d'échantillons, réalisation d'essais, exploitation et traitement des résultats.

### G.3.5 Savoir faire

La recherche menée dans le cadre d'une thèse permet de toucher à tous les aspects de la vie d'un laboratoire au même titre qu'un chercheur titulaire. L'implication des doctorants dans la vie du laboratoire d'accueil par des taches d'intérêt collectives et parce que l'organisation notamment de nos missions doit se faire par nos soins, j'ai pu aussi bien avoir à faire des taches administratives personnelles que collectives, avoir en charge la mise à jour d'une page Web de l'intranet, accueillir les nouveaux doctorants ou stagiaires, recevoir et organiser les visites du laboratoire au 2<sup>ème</sup> année de l'école. De plus, l'organisation (en collaboration avec un autre doctorant - G. Fourquet) et ce pour la première fois pour le Laboratoire d'étude des Transferts en Hydrologie et Environnement, des fêtes de la science 2002 nous a permis



de monter un projet complet (réunion de coordination des partenaires, préparation des posters et des expériences « tout publics », organisation de la manifestation à proprement parlé) en partant d'une base nulle. Cet événement est maintenant repris et permet de valoriser ce laboratoire vers le grand public. Enfin, de façon plus pratique, l'élaboration de cette thèse m'a permis d'utiliser différents logiciels que ce soit en système d'exploitation, en bureautique, en traitement d'images qu'en logiciels spécifiques et différents appareils (mesures et fabrication) dont la liste est détaillée ci-dessous.

- Microscope électronique à balayage et sonde associée,
- Microscopie optique en lumière polarisée analysée avec caméra d'acquisition,
- Granulomètre Laser,
- Porosimètre mercure,
- Presse triaxiale pilotée par logiciel GDstas,
- Atelier litholamellage,
- Appareil de mesure des humidités relatives des sols notamment Trase (Sonde Time Domain Reflectometry).

### G.3.6 Qualités personnelles

L'autonomie que j'ai eu dans le cadre de cette thèse m'a permis de développer et de mettre en avant mes qualités organisationnelles et relationnelles. Il a été parfois difficile de coordonner les divers partenaires (emploi du temps, éloignement géographique) et j'ai pu ainsi acquérir les réflexes nécessaires à l'organisation de plusieurs réunions. De la même façon, il a fallu que j'argumente mes choix de recherches et ainsi avoir et la diplomatie et le sens de l'écoute vis à vis de mes interlocuteurs pour que le débat soit le plus constructif possible à l'avancée de mes travaux. Cela se traduit aussi par une aisance en communication et cela quelque soit le public, de ma communauté scientifique proche au « grand public ».

### G.3.7 Réseau

Le réseau personnel est de deux ordres. Premièrement, le réseau de compétences mis en place dans ce projet et qui a permis l'avancée des travaux et deuxièmement un réseau plus diffus d'éventuelles collaborations. Pour le premier, je re-citerai les partenaires du projet TERRA (CRATerre-EAG, GCI, ICCROM), le laboratoire HYDRASA de Poitiers et le CSTB de Grenoble, pour le deuxième, sur le matériau terre, l'ENTPE, l'INSA Lyon, les Grands Ateliers, et de manière plus générale, le laboratoire 3S de Grenoble, l'INRA Lusignan, le LGIT de Grenoble, les lignes ID19 et BM05 de l'ESRF. Il en va de même pour mes expériences professionnelles avec deux bureaux d'études en génie civil et géologie appliquée (SOGEO expert de Poitiers et FONDOUEST de Granville) avec qui je garde quelques contacts.

## G.4 Résultats, impact de la Thèse

### G.4.1 Pour le laboratoire, les partenaires du projet

Il est difficile d'évaluer les retombées pour mon laboratoire d'accueil au vu du caractère atypique de cette thèse dans les projets de recherche actuels de mon équipe. Au contraire, les partenaires du projet TERRA, initiateurs et animateurs de ces recherches, envisagent forcément les applications de mes travaux. L'approche scientifique et fondamentale de la conservation des monuments de terre en est à ses balbutiements mais la finalité est qu'une application concrète de ces travaux voit le jour rapidement par l'application de méthodes simples d'investigation. Il reste cependant la communauté des conservateurs à « éduquer ».

### G.4.2 Pour moi

Il est important de voir la thèse comme une réelle formation. Sans parler des recherches développées dans le cadre de ce travail, j'ai pu mettre en avant mes compétences et faire en sorte de mener à bien un projet d'envergure. En terme d'emploi futur, j'ai abordé l'ensemble des exigences que demande cette gestion de projet. Ainsi, que ce soit dans le développement d'une nouvelle science du matériau terre ou dans sa diffusion vers le projet TERRA notamment, je me suis adapté tant d'un point de vue fondamentale que pratique. Mes connaissances acquises sont donc applicables tant au niveau engineering qu'en développement en recherche fondamentale. Cette thèse a été pour moi formatrice et m'a permis d'asseoir mon potentiel professionnel en n'émulant mes qualités premières : organisation, relations humaines, conduite de projet.

## Identification et caractérisation de la cohésion interne du matériau terre dans ses conditions naturelles de conservation

La mise en oeuvre des constructions en terre est basée sur le principe de compactage de matrices argilo-sableuses optimisées en fonction de la teneur en eau et de la granulométrie du mélange. Malgré les possibilités constructives de ce matériau, il n'en reste pas moins que la science de celui-ci est grandement empirique. Ces travaux ont pour objectif de comprendre les processus intrinsèques de ce matériau et surtout sa cohésion, concept important mais difficilement mesurable pour qui veut parler de la tenue d'un mur.

Cette évolution de cohésion interne a été étudiée sur un matériau modèle constitué de sable d'Hostun et de kaolinite. Les éprouvettes ont été fabriquées pour des ratios pondéraux kaolinite / sable de 5, 10, 15 et 25%, à teneur eau  $W$  légèrement supérieures aux « limites de plasticité » sur matériau total ( $10 < W < 20$  %) puis séchées jusqu'à équilibre avec l'atmosphère ambiante ( $W$  résiduelle  $< 2\%$ ). Les évolutions de cohésion et d'angle de frottement interne (paramètres de Mohr-Coulomb) ont été mesurées par essais de cisaillement à la presse triaxiale associés à des essais en compression simple et cisaillement direct. La résistance mécanique à la rupture augmente avec le pourcentage d'argile mais il semble exister un seuil entre 15 et 25 % massique de kaolinite au delà duquel les comportements macroscopiques se modifient.

À ces macro-observations sont ajoutées des analyses d'images 2D-3D permettant de visualiser et de « cartographier » la répartition de chaque phase : sable / argile / macropores. De plus, ces observations permettent de comprendre les arrangements particuliers de la matrice argileuse (anisotropie de matrice) démontrant ainsi qu'il existe des mécanismes permettant l'organisation de la kaolinite autour des macropores et la formation de « ponts » argileux entre les grains de quartz.

L'ensemble de ces mécanismes génère, à leur échelle, une force de cohésion qu'il est possible d'estimer théoriquement par une re-décomposition de l'ensemble des forces, de la mécanique aux forces électrochimiques.

**Mots clés :** cohésion, milieu modèle insaturé, essais mécaniques, traitement d'images, forces électrochimiques et capillaires

## Identification and characterization of earth material internal cohesion mechanisms : application to conservation purposes

The successful conservation of our earthen cultural heritage is a complex problem which has many different aspects. The most straightforward is probably the preservation of the cohesion of this material. However, the knowledge of earth material for earth building is quite empiric. Considering the hierarchical structure of most earthen materials, with several different length scales, and the variety of conditions to which they are exposed, it is unlikely that a simple answer can be given to the question : what is cohesion ?

To answer this question, a model material has been made by mixing sand of Hostun and kaolinite for different mass% of clay minerals (5, 10, 15 and 25 mass%). Two principal approaches were used to study this material : soils mechanics tests adapted to unsaturated materials (simple shear, unconfined compressive test and triaxial test) and image analysis on thin sections or global samples by SEM (2D - false 3D) and tomography (3D). These multi-scale approaches showed a maximum of Mohr-Coulomb cohesion, a best distribution of crystallographic phases for 15 mass% of kaolinite. The Mohr-Coulomb cohesion is the sum of different forces that can not be measured independantly. The last approach is a semi-quantitative model which estimates this cohesion by a detailed description of all forces (mechanical, capillary and Van der Waals forces).

**Keywords :** cohesion, earth materials, soils mechanics test, image analyse, multi-scale approaches